

UNIVERSIDAD DE OVIEDO

Programa de Doctorado de Diseño, Construcción y
Fabricación en la Ingeniería

***Caracterización mecánica y análisis de la
fragilización por hidrógeno de aceros estructurales
mediante el ensayo small punch***

TESIS DOCTORAL

Tomás Eduardo García Suárez

Directores:

Cristina Rodríguez González

Francisco Javier Belzunce Varela

Gijón, Marzo de 2015



RESUMEN DEL CONTENIDO DE TESIS DOCTORAL

1.- Título de la Tesis	
Español/Otro Idioma: Caracterización mecánica y análisis de la fragilización por hidrógeno de aceros estructurales mediante el ensayo small punch	Inglés: Mechanical characterization and hydrogen embrittlement analysis of structural steels by means of the small punch test
2.- Autor	
Nombre: Tomás Eduardo García Suárez	DNI/Pasaporte/NIE:
Programa de Doctorado: Diseño, Construcción y Fabricación en la Ingeniería	
Órgano responsable: Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación	

RESUMEN (en español)

Para la caracterización mecánica de un elemento estructural se requiere una cantidad de acero relativamente grande, que en muchas ocasiones no está disponible, bien porque el componente sea muy pequeño o de geometría compleja, o bien porque se quiera analizar su vida en servicio sin alterar su funcionamiento. En estos casos debe recurrirse a un ensayo miniatura, siendo uno de los más interesantes el ensayo *small punch* (SPT). Este trabajo presenta un amplio análisis de la validez del SPT para estimar las propiedades mecánicas a tracción y a fractura, así como la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno, de los aceros estructurales.

Existen diferentes propuestas para la estimación de las propiedades mecánicas a tracción y a fractura mediante el ensayo SPT. En este trabajo se ha ensayado experimentalmente un amplio rango de materiales metálicos, y se ha realizado también un estudio numérico, para determinar las propuestas más adecuadas.

En lo que respecta a la estimación de la tenacidad a fractura, una de las estrategias más recientes es la utilización de probetas entalladas. Se ha analizado la evolución de la apertura de los flancos de la entalla en la probeta SPT (δ_{SPT}) para dos grados de acero CrMoV: un metal base y un metal de aporte, ambos templados y revenidos a diferentes temperaturas. Se han realizado ensayos completos e interrumpidos, empleando probetas con entalla longitudinal no pasante, con relación profundidad de entalla - espesor de 0.3. Se realizó también un estudio numérico para apoyar los resultados experimentales. La iniciación de la grieta en el frente de la entalla fue verificada mediante observación de las probetas en un microscopio electrónico de barrido, así como mediante la comparación de las curvas numéricas (sin modelo de daño) y las experimentales. La metodología desarrollada parece adecuada para el estudio de aceros con comportamiento dúctil.

Por otro lado, la fragilización por hidrógeno es un fenómeno de degradación de las propiedades mecánicas de los aceros. Su estudio es muy importante en el caso de equipos expuestos a medios ácidos, como recipientes y tuberías empleados en la industria energética o plataformas off-shore. También es un problema que debe ser tenido en cuenta durante el proceso de fabricación, puesto que el hidrógeno puede ser introducido durante el soldeo, al aplicar recubrimientos electrolíticos, etc. Se han estudiado dos metodologías para analizar el deterioro de las propiedades mecánicas producido por la entrada de hidrógeno mediante el SPT. En la primera, las probetas fueron pre-cargadas con hidrógeno antes del ensayo, mientras que en la segunda, la carga se realizó al mismo tiempo que el ensayo. Con este último propósito se desarrolló un nuevo dispositivo SPT. Los mismos grados de acero CrMoV anteriormente descritos fueron utilizados en esta tarea. Se realizaron ensayos de tracción sobre probetas pre-cargadas de hidrógeno, así como medidas del contenido de hidrógeno. Se observó una mayor absorción de hidrógeno en el metal de aporte, debido a su microestructura compuesta por bainita revenida a baja temperatura. Este acero fragilizó tanto en los ensayos de tracción como en los SPT en presencia de hidrógeno, y no se observaron diferencias significativas entre las dos metodologías SPT analizadas. Sin embargo, el metal base solo se pudo fragilizar cuando la carga de hidrógeno se realizó al mismo tiempo que el ensayo, mostrando la idoneidad de esta metodología para detectar el daño por hidrógeno. Los mecanismos de fractura cambiaron



totalmente de dúctil a frágil en el ensayo en hidrógeno, y los parámetros SPT típicos mostraron una clara disminución de la ductilidad y de la tenacidad a fractura, siendo más susceptible el metal de aporte. Se ha demostrado por tanto el potencial del SPT para evaluar la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno, y se han obtenido los parámetros más adecuados para analizar la reducción de las propiedades mecánicas de los aceros en este medio.

RESUMEN (en Inglés)

It is sometimes very convenient to use miniature tests for the mechanical characterization of materials, making use of very small specimens which may be extracted from small or geometrically complex components, or from structural elements during their normal service life. One of these tests is the small punch test (SPT). This work presents a wide analysis of the suitability of the SPT for estimating tensile mechanical properties, fracture toughness and the susceptibility to hydrogen embrittlement, focussing on structural steels.

Different expressions for estimating the tensile and fracture properties of metallic alloys by means of the SPT were proposed in the literature. In this work, their applicability was assessed after experimental testing a wide range of metallic materials and the application of a numerical model developed to study the effect of specimen thickness on these proposals. Finally, the most suitable SPT parameters and correlations with actual mechanical properties were obtained.

The estimation of fracture toughness by means of the SPT is still a controversial subject of debate. One of the new strategies recently developed is the use of notched specimens. Two different grades of CrMoV steels (a base and a weld metal, tempered at different temperatures) were employed to analyse the evolution of the notch mouth opening displacement of the small punch sample (δ_{SPT}). Complete and interrupted tests were performed on specimens with longitudinal non-through notches, with a notch length to thickness ratio of 0.3. A numerical model was also developed for corroborating the experimental results. Crack onset in the SPT specimens was verified by observation after splitting them in two halves, as well as comparing the numerical curves (using a non-damage model) and the experimental ones. The developed methodology seems to be suitable when dealing with steels with ductile behaviour.

Hydrogen embrittlement is a process by means of which the mechanical properties of metals become degraded. Its study is very important in the case of equipment exposed to aggressive environments, such as vessels or pipes employed in the power industry, off-shore platforms and hydrogen powered vehicles. It is also an issue that must be taken into account during manufacturing processes, as hydrogen could be introduced during welding, acid cleaning or in electrolytic coatings. Two different methodologies for analysing the deterioration of mechanical properties due to hydrogen embrittlement by means of the SPT have been studied. In the first, specimens were electrochemically pre-charged before testing, while in the second, they were charged at the same time as testing. A novel, simple, easy-to-manage SPT device was developed for the latter purpose. The same CrMoV steel grades were also tested in this task. Tensile tests of hydrogen pre-charged specimens as well as hydrogen content measurements were also performed. Greater hydrogen absorption was observed in the higher strength CrMoV weld metal due to its microstructure composed of low tempered bainite. This steel was fully embrittled in both tensile and small punch tests in the presence of hydrogen, and no significant difference between the two SPT methodologies were found in this case. The CrMoV base metal was only embrittled, however, when hydrogen charging was performed at the same time as testing, showing the suitability of this small punch test methodology to detect hydrogen damage. The fracture pattern of SPT specimens changed completely from ductile to brittle when testing in hydrogen. Typical SPT parameters also exhibited a marked decrease in ductility and fracture toughness, the CrMoV weld metal being more susceptible to hydrogen embrittlement. Finally, the feasibility of the small punch test for ranking the hydrogen embrittlement susceptibility of steels was demonstrated, and the most suitable SPT parameters for analysing the reduction in mechanical properties were defined.

*A mis padres,
a mi hermana,
a mi abuela,
a Elena*

Esta tesis se presenta como compendio de publicaciones para la obtención del título de Doctor por la Universidad de Oviedo, siguiendo el acuerdo de 21 de julio de 2011, del Consejo de Gobierno de la Universidad de Oviedo, por el que se aprueba el Reglamento de los Estudios de Doctorado.

Los artículos que forman parte de esta tesis y han sido publicados en revistas indexadas en el Journal Citatio Report (JCR) son:

1. T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Suárez. Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test. *Journal of Alloys and Compounds* 582 (2014) 708-717.
Índice de impacto: 2.726 METALLURGY METALLURGICAL ENGINEERING (4/75, Q1)
2. T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, I.I. Cuesta. Development of a new methodology for estimating the CTOD of structural steels using the small punch test. *Engineering Failure Analysis* 50 (2015) 88-99.
Índice de impacto: 1.130 MATERIALS SCIENCE, CHARACTERIZATION TESTING (8/33, Q1)
3. T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, I. Peñuelas, B. Arroyo. Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement of steels by means of the small punch test. *Materials Science and Engineering A*.
Índice de impacto: 2.409 METALLURGY METALLURGICAL ENGINEERING (6/75, Q1)

Resumen

Para la caracterización mecánica de un elemento estructural se requiere una cantidad de acero relativamente grande, que en muchas ocasiones no está disponible, bien porque el componente sea muy pequeño o de geometría compleja, o bien porque se quiera analizar su vida en servicio sin alterar su funcionamiento. En estos casos debe recurrirse a un ensayo miniatura, siendo el ensayo *small punch* (SPT) uno de los más interesantes en la actualidad. Este trabajo presenta un amplio análisis de la validez del ensayo SPT para estimar las propiedades mecánicas a tracción y a fractura, así como la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno, de los aceros estructurales.

Existen diferentes propuestas para la estimación de las propiedades mecánicas a tracción y a fractura mediante el ensayo SPT. En este trabajo se ha ensayado experimentalmente un amplio rango de materiales metálicos, y se ha realizado también un estudio numérico, para determinar las propuestas más adecuadas.

En lo que respecta a la estimación de la tenacidad a fractura, una de las estrategias más recientes es la utilización de probetas entalladas. Se ha analizado la evolución de la apertura de los flancos de la entalla en la probeta SPT (δ_{SPT}) para dos grados de acero CrMoV: un metal base y un metal de aporte, ambos templados y revenidos a diferentes temperaturas. Se han realizado ensayos completos e interrumpidos, empleando probetas con entalla longitudinal no pasante, con relación profundidad de entalla - espesor de 0.3. Se realizó también un estudio numérico para apoyar los resultados experimentales. La iniciación de la grieta en el frente de la entalla fue verificada mediante observación de las probetas en un microscopio electrónico de barrido, así como mediante la comparación de las curvas numéricas (sin modelo de daño) y las experimentales. La metodología desarrollada parece adecuada para el estudio de aceros con comportamiento dúctil.

Por otro lado, la fragilización por hidrógeno es un fenómeno de degradación de las propiedades mecánicas de los aceros. Su estudio es muy importante en el caso de equipos expuestos a medios ácidos, como recipientes y tuberías empleados en la industria energética, plataformas off-shore o vehículos de hidrógeno. También es un problema que debe ser tenido en cuenta durante el proceso de fabricación, puesto que el hidrógeno puede ser introducido durante el soldeo, al aplicar recubrimientos electrolíticos, etc. Se han estudiado dos metodologías para analizar el deterioro de las propiedades mecánicas producido por la entrada de hidrógeno mediante el SPT. En la primera, las probetas fueron pre-cargadas con hidrógeno antes del ensayo, mientras que en la segunda, la carga se realizó al mismo tiempo que el ensayo. Con este último propósito se desarrolló un nuevo dispositivo SPT. Los

mismos grados de acero CrMoV anteriormente descritos fueron utilizados en esta tarea. Se realizaron ensayos de tracción sobre probetas pre-cargadas de hidrógeno, así como medidas del contenido de hidrógeno. Se observó una mayor absorción de hidrógeno en el metal de aporte, debido a su microestructura compuesta por bainita revenida a baja temperatura. Este acero fragilizó tanto en los ensayos de tracción como en los SPT en presencia de hidrógeno, y no se observaron diferencias significativas entre las dos metodologías SPT analizadas. Sin embargo, el metal base solo se pudo fragilizar cuando la carga de hidrógeno se realizó al mismo tiempo que el ensayo, mostrando la idoneidad de esta metodología para detectar el daño por hidrógeno. Los mecanismos de fractura cambiaron totalmente de dúctil a frágil en el ensayo en hidrógeno, y los parámetros SPT típicos mostraron una clara disminución de la ductilidad y de la tenacidad a fractura, siendo más susceptible el metal de aporte. Se ha demostrado por tanto el potencial del SPT para evaluar la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno, y se han obtenido los parámetros más adecuados para analizar la reducción de las propiedades mecánicas de los aceros en este medio.

Abstract

It is sometimes very convenient to use miniature tests for the mechanical characterization of materials, making use of very small specimens which may be extracted from small or geometrically complex components, or from structural elements during their normal service life. One of these tests is the small punch test (SPT). This work presents a wide analysis of the suitability of the SPT for estimating tensile mechanical properties, fracture toughness and the susceptibility to hydrogen embrittlement, focussing on structural steels.

Different expressions for estimating the tensile and fracture properties of metallic alloys by means of the SPT have been proposed in the literature. In this work, their applicability was assessed after experimental testing a wide range of metallic materials and the application of a numerical model developed to study the effect of specimen thickness on these proposals. Finally, the most suitable SPT parameters and correlations with actual mechanical properties were obtained.

The estimation of fracture toughness by means of the SPT is still a controversial subject of debate. One of the new strategies recently developed is the use of notched specimens. Two different grades of CrMoV steels (a base and a weld metal, tempered at different temperatures) were employed to analyse the evolution of the notch mouth opening displacement of the small punch sample (δ_{SPT}). Complete and interrupted tests were performed on specimens with longitudinal non-through notches, with a notch length to thickness ratio of 0.3. A numerical model was also developed for corroborating the experimental results. Crack onset in the SPT specimens was verified by observation after splitting them in two halves, as well as comparing the numerical curves (using a non-damage model) and the experimental ones. The developed methodology seems to be suitable when dealing with steels with ductile behaviour.

Hydrogen embrittlement is a process by means of which the mechanical properties of metals become degraded. Its study is very important in the case of equipment exposed to aggressive environments, such as vessels or pipes employed in the power industry, off-shore platforms and hydrogen powered vehicles. It is also an issue that must be taken into account during manufacturing processes, as hydrogen could be introduced during welding, acid cleaning or in electrolytic coatings. Two different methodologies for analysing the deterioration of mechanical properties due to hydrogen embrittlement by means of the SPT have been studied. In the first, specimens were electrochemically pre-charged before testing, while in the second, they were charged at the same time as testing. A novel, simple, easy-to-manage SPT device was developed for the latter purpose. The same CrMoV steel grades were also tested in this task. Tensile tests of hydrogen pre-charged specimens as well

as hydrogen content measurements were also performed. Greater hydrogen absorption was observed in the higher strength CrMoV weld metal due to its microstructure composed of low tempered bainite. This steel was fully embrittled in both tensile and small punch tests in the presence of hydrogen, and no significant difference between the two SPT methodologies were found in this case. The CrMoV base metal was only embrittled, however, when hydrogen charging was performed at the same time as testing, showing the suitability of this small punch test methodology to detect hydrogen damage. The fracture pattern of SPT specimens changed completely from ductile to brittle when testing in hydrogen. Typical SPT parameters also exhibited a marked decrease in ductility and fracture toughness, the CrMoV weld metal being more susceptible to hydrogen embrittlement. Finally, the feasibility of the small punch test for ranking the hydrogen embrittlement susceptibility of steels was demonstrated, and the most suitable SPT parameters for analysing the reduction in mechanical properties were defined.

Agradecimientos

En el año 2008 comencé mi carrera investigadora en el seno del grupo de investigación que hoy llamamos *SIMUMECAMAT*, en la Universidad de Oviedo, realizando mi Proyecto Fin de Carrera. Durante todos estos años han sido muchos los compañeros que han ido y venido, y que de una manera u otra merecen una mención en este documento, que supone un paso importante en mi carrera y sin duda tan sólo un punto y seguido en mis investigaciones en el mundo *small punch*.

Tanto en el plano personal como profesional debo empezar por nombrar a mis directores de Tesis, Cristina Rodríguez y Javier Belzunce. A ellos les debo el haber llegado hasta aquí, puesto que apostaron por mí desde el principio y supieron transmitirme su pasión por la investigación. Siempre os habéis mostrado muy accesibles y os he visto más como a unos compañeros y amigos que como a unos jefes. Ha sido todo un privilegio tener acceso de manera tan cercana a todo vuestro conocimiento. Muchas gracias. También tengo palabras de agradecimiento para el Dr. Antonio Maestro, que pese a pertenecer a una disciplina totalmente distinta (o no tanto) a la ingeniería ha sido uno de los culpables de que entrara en el mundo de la investigación.

Dentro del apartado de profesores, tengo palabras de agradecimiento hacia todos los pertenecientes al Departamento de Construcción e Ingeniería de Fabricación, así como al Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, que de un modo u otro me han ayudado. Me gustaría hacer mención especial a los que he tenido que dar un poco más la lata: Covadonga Betegón, Inés Peñuelas, Alfonso Fernández Canteli, María Jesús Lamela y Juanjo del Coz.

Sería imposible nombrar a todos los compañeros que han pasado por aquí y han dejado su huella. Hemos compartido muchos cachopos y enormes momentos que nunca voy a olvidar. Es de agradecer el buen ambiente que se ha respirado durante todos estos años. Muchas gracias a Marta por estar siempre dispuesta a echar una mano. También a Pelayo y a Carlos, que como veteranos también han sido de gran ayuda y han sido un ejemplo a seguir. A Antonio, Alberto, Irene, Víctor, Marcos, Patri, Mónica, Constanze, Emilio, Miguel, Miguel Aramis, Miguel Dindurra, Celso, María, Pedro, Pedro Cachopo, Rafa, Ana Teresa, Jose, Emerson, Rubén, Sergio y Elvira por los momentos irrepetibles que espero se sigan repitiendo.

Sin salir aún de la Universidad de Oviedo se merece un agradecimiento *top* Roberto García, un profesional como la copa de un pino siempre dispuesto a ayudar y a facilitar en la medida de lo posible los trabajos en el laboratorio de ensayos mecánicos. También me gustaría

agradecer a los técnicos del laboratorio de Materiales, Juan Rojo y Nacho Berdiales, su ayuda en las tareas realizadas en el laboratorio del Departamento de Materiales. También a Ernest, de MTS, por su buena disposición a ayudar siempre que ha surgido alguna incidencia con las máquinas de ensayo.

Los compañeros de las Universidades de Burgos y Cantabria también merecen unas líneas en este prolegómeno. La colaboración a través de diferentes proyectos ha sido siempre muy enriquecedora. También a todos los compañeros del Grupo Español de Fractura (GEF), especialmente a todos aquellos con los que he cerrado bares en las diferentes ediciones del Encuentro.

También quiero agradecer la financiación recibida a través del proyecto de investigación MICINN-12-MAT2011-28796-C03-03. Agradecer especialmente la financiación proporcionada por el Principado de Asturias a través del programa Severo Ochoa (referencia BP 12-160), que me ha permitido dedicarme a mi Tesis y a tareas de docencia durante estos últimos tres años.

Son muchos los contactos internacionales que he tenido la suerte de conocer durante todo este periplo. Merecen una mención muy especial mis compañeros y amigos del *Institute of Physics of Materials*, perteneciente a la *Academy of sciences of the Czech Republic*. Son varias las veces que os he visitado y siempre me habéis hecho sentir como en casa. Sois muchos los que me habéis acogido pero quiero dar un agradecimiento especial a Dr. Stanislav Seitl, Dr. Petr Dymáček, Dr. Ludek Stratil, Dr. Lubos Náhlík, Dr. Ferdinand Dobes y al desaparecido Prof. Zdenek Knésl (D.E.P). Muchas gracias también a la gente que me acogió durante mi estancia de tres meses en el *Rolls-Royce University Technology Centre* de Swansea, en especial a Dr. Robert Lancaster, Dr. Spencer Jeffs y por supuesto al Profesor Emérito Roger Hurst, sin el que no hubiera sido posible haber estado allí. También quiero agradecer de manera especial al profesor Hurst por su ayuda y apoyo de gran valor en las veces que hemos podido coincidir. También me gustaría agradecer al Dr. Peter Haehner, del JRC, el haber redactado uno de los informes favorables de la Tesis para la Mención Internacional, y el haberme mostrado las instalaciones y los avances desarrollados en su centro de investigación. Gracias al profesor Meinhard Kuna y al Dr. Martin Abendroth por su invitación a visitar la Freiberg Bergakademie y por las interesantes discusiones SPT surgidas. También a Héctor Cifuentes, de la Universidad de Sevilla, al que englobo en este apartado por haberlo conocido en Rusia, y con el que siempre mantengo discusiones profesionales (y no profesionales) muy interesantes.

A los compañeros de la fundación ITMA, en especial a Ricardo Lezcano, Marta Palacios y Pablo García, por los buenos momentos compartidos y también por las interesantes discusiones profesionales. También a Sergio Rivera, que ahora está en Nanoker, con mención especial por habernos ayudado con el diseño y la fabricación del utillaje *small punch* para fragilización por hidrógeno. Muchas gracias también a Joaquín García, de General Dynamics, y a María Fernández, de PMG, por compartir su experiencia conmigo y transmitirme la visión industrial del ensayo *small punch*.

Muchas gracias a los profesionales de Talleres Tejedor por el mecanizado de las probetas, en muchas ocasiones necesarias *para ayer*. También muchísimas gracias a Agustín,

del Departamento de Fabricación, por ayudarnos tantas veces y siempre de manera muy profesional y totalmente desinteresada. Gracias a Cortés, de Prodintec, por el micromecanizado de las probetas SPT.

Fuera del contexto profesional, me gustaría daros las gracias a todos mis amigos que siempre habéis estado ahí para apoyarme. Cada vez tenemos menos tiempo para estar juntos pero ese poco tiempo siempre ha sido muy valioso para mí. También a todos los compañeros de las diferentes bandas en las que he tocado durante esta etapa de mi vida: La Delgada Línea Roja, Ougá, Jetofire, Animal Aritmético, Alice's Jam, Akenaton, Paranoia y Darkest Joy. La música siempre ha sido mucho más que un hobby y ha supuesto una vía de escape en los momentos difíciles o de mayor stress.

Finalmente, dar las gracias a mis padres, Joaquín y Teresa, porque sin ellos nunca hubiera llegado hasta este punto. Muchas gracias por educarme y transmitirme que todo se puede conseguir con esfuerzo, y por haber sido tan optimistas en los momentos más difíciles. También a mi hermana María, por ser de las pocas personas capaces de sacarme una sonrisa hasta en los momentos más difíciles. Y a mi abuela Milagros, a la que llevaré siempre en el corazón, y que siempre recuerdo en los momentos importantes de mi vida. Sé lo importante que es para vosotros la consecución de este objetivo y habéis constituido un apoyo imprescindible para lograrlo. Por supuesto muchísimas gracias a Elena por todo su apoyo y haberse convertido durante el transcurso de este trabajo en una de las personas más importantes de mi vida.

Índice general

Resumen	IX
Abstract	XI
Agradecimientos	XIII
Índice general	XVII
Nomenclatura	1
1. Introducción	3
1.1. Generalidades sobre el ensayo <i>small punch</i>	3
1.2. Fundamentos del ensayo SPT	6
1.3. Small punch: cuestiones por resolver	8
1.4. Estructura de la Tesis	9
2. Antecedentes	11
2.1. Estimación de propiedades mecánicas mediante SPT	11
2.1.1. Relaciones empíricas para la estimación del límite elástico	11
2.1.2. Relaciones empíricas para la estimación de la resistencia a la tracción	15
2.1.3. Relaciones empíricas para la estimación del alargamiento a rotura	17
2.1.4. Relaciones empíricas para la estimación de la tenacidad a fractura	18

2.1.5.	Otras propuestas para la estimación de propiedades elastoplásticas . . .	20
2.1.6.	Consideraciones finales	21
2.2.	Estimación de la tenacidad a fractura mediante probetas SPT entalladas . . .	22
2.2.1.	Generalidades y consideraciones sobre las probetas SPT entalladas utilizadas en la Universidad de Oviedo	22
2.2.2.	Métodos basados en el cálculo del factor de intensidad de tensiones . . .	25
2.2.3.	Métodos energéticos	28
2.2.4.	Métodos basados en el concepto de CTOD	33
2.2.5.	Métodos numéricos directos	34
2.2.6.	Métodos numéricos indirectos	36
2.2.7.	Consideraciones finales	37
2.3.	El fenómeno de fragilización por hidrógeno y su análisis mediante SPT	38
2.3.1.	Métodos basados en la pre-carga de hidrógeno de las probetas	39
2.3.2.	Métodos basados en la carga de hidrógeno de las probetas durante el ensayo SPT	41
2.3.3.	Consideraciones finales	41
3.	<i>Objetivos</i>	43
4.	<i>Resultados: Compendio de publicaciones</i>	45
4.1.	Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test	47
4.2.	Development of a new methodology for estimating the CTOD of structural steels using the small punch test	59
4.3.	Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement of steels by means of the small punch test	73
5.	<i>Discusión general</i>	85
5.1.	Aplicaciones y ventajas del ensayo SPT	90

7. Conclusiones	93
7.1. Objetivo 1: Estimación de propiedades mecánicas mediante probetas SPT convencionales	93
7.2. Objetivo 2: Estimación de la tenacidad a fractura mediante probetas SPT entalladas	94
7.3. Objetivo 3: Desarrollo de una metodología para estudiar el fenómeno de fragilización por hidrógeno mediante SPT	94
7. Conclusions	97
7.1. Aim 1: Estimation of mechanical properties by means of conventional SPT specimens	97
7.2. Aim 2: Estimation of the fracture toughness by means of notched SPT specimens	98
7.3. Aim 3: Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement by means of the SPT	98
A. Diferentes relaciones entre parámetros SPT y propiedades mecánicas	101
Bibliografía	105

Nomenclatura

Mayúsculas

A	—	Alargamiento porcentual en rotura (%).
E	—	Módulo elástico (MPa).
E_{SP}	—	Energía de fractura del ensayo <i>small punch</i> (N·mm).
$CTOD$	—	<i>Crack tip opening displacement</i> (mm).
$DBTT$	—	<i>Ductile-to-brittle transition temperature</i> (temperatura de transición dúctil frágil) (°C).
$DBTT_{CVN}$	—	Temperatura de transición dúctil frágil determinada mediante ensayos Charpy (°C).
$DBTT_{SPT}$	—	Temperatura de transición dúctil frágil determinada mediante ensayos <i>small punch</i> (°C).
FAD	—	<i>Failure assessment diagram</i> (Diagrama de evaluación del fallo).
MEB	—	Microscopio electrónico de barrido.
J	—	Integral J (kJ/m ²).
J_{IC}	—	Tenacidad a fractura (kJ/m ²).
K	—	Factor de intensidad de tensiones (MPa√m).
K_{IC}	—	Tenacidad a fractura (MPa√m).
P	—	Carga del ensayo <i>small punch</i> (N).
P_0	—	Carga intersección entre la tangente a la zona II de la curva <i>small punch</i> y el eje de ordenadas (N).
$P_{0.5}$	—	Carga del ensayo <i>small punch</i> normalizada a un espesor de probeta de 0.5 mm (N).
P_m	—	Carga máxima del ensayo <i>small punch</i> (N).
P_h	—	Diferencia entre la carga para un desplazamiento de 0.05 en el ensayo <i>small punch</i> y P_0 (N).
P_y	—	Carga de fluencia del ensayo <i>small punch</i> (N).
$P_{y-0.1}$	—	P_y calculada trasladando 0.1 mm la pendiente inicial (N).
P_{y-inf}	—	P_y calculada en el primer punto de inflexión de la curva SPT (N).
$P_{y-t/10}$	—	P_y calculada trasladando $t/10$ mm la pendiente inicial (N).
$P_{y-t/100}$	—	P_y calculada trasladando $t/100$ mm la pendiente inicial (N).
P_{y-CEN}	—	P_y calculada de acuerdo al Código Europeo (N).
P_{y-Mao}	—	P_y calculada como el corte de tangentes a las zonas I y III de la curva SPT (N).
P_I	—	Carga correspondiente al punto de inflexión en la zona III de la curva <i>small punch</i> (N).

P^*	—	P_0-P_h (N).
SPT	—	<i>Small punch test</i> .
W_m	—	Energía en carga máxima del ensayo <i>small punch</i> (N·mm).
ZAT	—	Zona afectada térmicamente.

Minúsculas

a	—	Longitud de entalla en la probeta <i>small punch</i> (mm).
d_m	—	Desplazamiento de punzón en carga máxima del ensayo <i>small punch</i> (mm).
d_f	—	Desplazamiento de punzón en el momento de rotura del ensayo <i>small punch</i> (mm).
t	—	Espesor inicial de la probeta <i>small punch</i> (mm).
t_f	—	Espesor de la probeta <i>small punch</i> en la zona de rotura (mm).

Letras griegas

α_1	—	Coefficiente empírico de la relación entre el límite elástico y el cociente P_y/t^2 (-).
α_2	—	Coefficiente empírico de la relación entre el límite elástico y el cociente P_y/t^2 (MPa).
β	—	Coefficiente empírico de la relación entre la deformación biaxial equivalente y el desplazamiento en fractura (-).
β_1	—	Coefficiente empírico de la relación entre la resistencia a la tracción y el cociente P_m/t^2 (-).
β_1^*	—	Coefficiente empírico de la relación entre la resistencia a la tracción y el cociente $P_m/(d_m \cdot t)$ (-).
β_2	—	Coefficiente empírico de la relación entre la resistencia a la tracción el cociente P_m/t^2 (MPa).
β_2^*	—	Coefficiente empírico de la relación entre la resistencia a la tracción el cociente $P_m/(d_m \cdot t)$ (MPa).
δ	—	CTOD (mm).
δ_{SPT}	—	CTOD medido en la probeta SPT entallada (mm).
ϵ_{qf}	—	Deformación biaxial equivalente del ensayo <i>small punch</i> (-).
σ_{ys}	—	Límite elástico (MPa).
σ_{ut}	—	Resistencia a la tracción (MPa).
σ_H	—	Tensión media o hidrostática (MPa).
σ_{VM}	—	Tensión de Von Misses (MPa).
ν	—	Coefficiente de Poisson (-).
ξ	—	Triaxialidad del estado de tensiones (-).

Capítulo 1

Introducción

1.1. Generalidades sobre el ensayo *small punch*

Para la caracterización mecánica de un acero estructural se necesita una cantidad de material relativamente grande. En muchas ocasiones no se dispone de suficiente material, y debe recurrirse a algún tipo de ensayo miniatura, siendo el ensayo *small punch* (SPT, *Small Punch Test*) uno de los más utilizados en la actualidad.

El ensayo SPT surgió a comienzos de la década de los 80, con el objetivo de estimar el grado de deterioro provocado por el servicio en los aceros de vasijas nucleares [1]. Lo habitual en estos casos es introducir en las vasijas una serie de probetas normalizadas que se van extrayendo y ensayando cada cierto tiempo, al objeto de comprobar el estado del material irradiado. El uso de esta metodología presenta el tamaño de las probetas como primer inconveniente, puesto que estamos hablando de materiales irradiados y su manejo requiere unos protocolos de seguridad muy estrictos. De hecho, en muchas ocasiones dicho manejo debe ser realizado por brazos robotizados, por lo que resulta interesante reducir la cantidad de material. En segundo lugar, se puede presentar el problema de que el número de probetas introducidas en la vasija haya sido insuficiente y sea necesario disponer de algún tipo de ensayo no normalizado que requiera el uso de probetas de menor tamaño. Este es el caso de las probetas SPT, que pueden llegar a ser tan pequeñas como discos de 3 mm de diámetro y 0.06 mm de espesor [2] (si bien el espesor recomendado es de 0.5 mm [3, 4]) y que pueden ser extraídas de las vasijas nucleares sin que su funcionamiento se vea alterado en modo alguno. Son numerosas las referencias bibliográficas sobre la aplicabilidad del ensayo SPT en la industria nuclear [1, 2, 5–15]. De hecho, en la presente Tesis, entre otros materiales, se ha trabajado con dos grados de acero martensítico/ferrítico de activación reducida desarrollados en Asturias por la fundación ITMA [16]. Estos aceros forman parte del proyecto ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor), que intenta demostrar que es posible producir energía de forma comercial mediante fusión nuclear [17–19].

La figura 1.1 muestra diferentes sistemas utilizados para la extracción de pequeñas porciones de material de componentes en servicio, mientras que en la figura 1.2 se puede ver un ejemplo de la obtención de probetas SPT circulares a partir del material extraído [3].

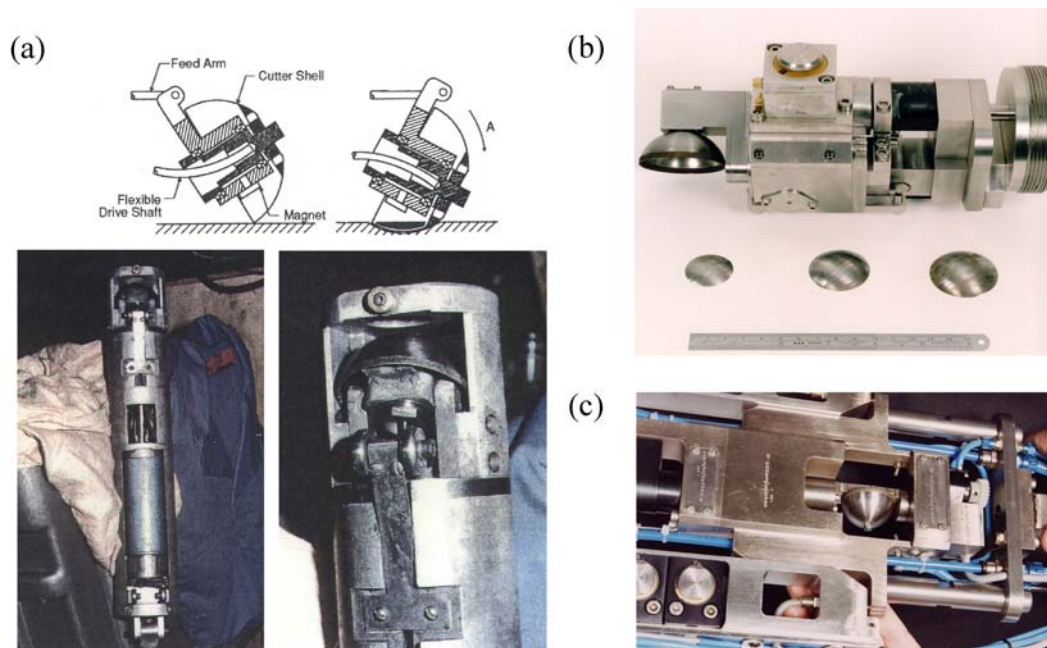


Figura 1.1: Sistemas para la extracción de material de componentes en servicio [3]:
 (a) Sistema abrasivo rotatorio y esquema de funcionamiento (b) Sistema para extracción bajo el agua (c) Sistema para extracción en vasijas nucleares

No cabe duda de que el ensayo SPT no sólo resulta ventajoso para determinar el grado de deterioro de componentes en servicio. Existen numerosas situaciones en las que es imposible disponer de material suficiente para mecanizar probetas normalizadas. Un claro ejemplo es el análisis de recubrimientos [20,21] o de las zonas afectadas térmicamente (ZAT) en uniones soldadas [22–25], que además suelen ser las regiones críticas en componentes estructurales destinados a la industria energética. Dos diferentes grados de acero CrMoV: un metal base y un metal de aporte con diferentes tratamientos térmicos [26], han sido los materiales más importantes en la presente Tesis. Dichos materiales se emplean en la construcción de recipientes a presión para crackeo de petróleo, que llegan a presentar espesores de pared de hasta 300 mm. También se ha trabajado con un acero API X-70, empleado en la fabricación de redes de tuberías para transporte de gas ácido.

Otro ejemplo de aplicación del ensayo SPT es el del análisis de piezas pequeñas y de geometría compleja. María Fernández ha presentado recientemente su Tesis Doctoral en la que ha aplicado con éxito el ensayo SPT a la caracterización mecánica de cubos sincronizadores fabricados por pulvimetalurgia [27], en un trabajo realizado en cooperación con la empresa PMG Asturias [28]. El desarrollo que se está produciendo en la actualidad de las técnicas de fabricación aditiva (*Additive Layer Manufacturing, ALM*) tampoco se escapa a las ventajosas condiciones que ofrece el ensayo SPT a la hora de caracterizar mecánicamente complejos elementos estructurales en diferentes direcciones [29].

Pese a que la presente Tesis Doctoral se centra en el comportamiento de los aceros a temperatura ambiente, debe destacarse que una de las aplicaciones más importantes del SPT es el estudio de la respuesta en fluencia a altas temperaturas, dadas las buenas correlaciones obtenidas entre los resultados de este ensayo y los ensayos uniaxiales de *creep* [30–36]. En este sentido, el SPT presenta la ventaja añadida de proporcionar resultados obtenidos en un



Figura 1.2: Ejemplo de preparación de probetas mediante corte por electroerosión a partir de un trozo de material [3]

tiempo más reducido.

Al margen de los materiales metálicos, el SPT está siendo aplicado con éxito a cerámicas [37, 38], polímeros [39, 40] o biomateriales [41, 42]. Queda por tanto patente que nos encontramos ante un ensayo que sin duda va a continuar incrementando su desarrollo e importancia durante las próximas décadas.

El mayor reto en la actualidad para el ensayo SPT es su normalización. En el año 2006 se elaboró un Código Europeo de buenas prácticas [3] en cuya redacción colaboraron diferentes grupos de investigación. Su objetivo fue unificar metodologías y ofrecer una serie de recomendaciones básicas para la preparación de probetas, realización de ensayos y análisis de resultados. Paralelamente, Estados Unidos, Japón y China han desarrollado también sus código de buenas prácticas. En Europa, desde el año 2010, se viene realizando bianualmente un Congreso Internacional (*International Small Sample Test Techniques, SSTT*) prácticamente monopolizado por el ensayo *small punch*, y que presenta una importante afluencia de investigadores no sólo europeos, sino japoneses, indios o norteamericanos. La preocupación por la mejora del documento redactado en 2006, de cara a una posible estandarización del ensayo, queda patente en diferentes contribuciones a este Congreso [4, 43]. Trabajos como la presente Tesis tratan de sumarse a esa continua mejora del ensayo, que se espera pueda desembocar en una aceptación por parte de los organismos de normalización internacionales o, al menos en un principio, europeos.

Finalmente, a nivel español, dos Universidades se encuentran trabajando activamente con la Universidad de Oviedo en el uso del ensayo SPT como herramienta para la caracterización mecánica: la Universidad de Cantabria y la Universidad de Burgos. Recientes contribuciones, como las Tesis de I. Cuesta [44], R. Lacalle [45] o H. Barbáchano [46], han supuesto tanto una inspiración como un apoyo en la realización de la presente Tesis. Así mismo, el desarrollo del trabajo aquí expuesto no hubiera sido posible sin las investigaciones previas realizadas en la Universidad de Oviedo, como las Tesis de M.A. Contreras [47] y E. Cárdenas [48].

1.2. Fundamentos del ensayo SPT

Como se ha comentado, el ensayo SPT utiliza probetas de reducido tamaño. En el caso de este trabajo, se han utilizado probetas de sección cuadrada 10x10 mm y 0.5 mm de espesor. Otra tipología habitual es la probeta circular. Que la geometría sea cuadrada o circular no influye en los resultados del ensayo, y su elección atiende únicamente a criterios prácticos a la hora de preparar las probetas.

La figura 1.3.a muestra un esquema del dispositivo SPT utilizado en la Universidad de Oviedo, mientras que en la figura 1.3.b se resumen sus dimensiones más importantes (todas ellas conformes con el Código Europeo [3]). El desplazamiento del punzón se mide de forma precisa por un extensómetro de tipo COD acoplado al utillaje. El dispositivo se monta en una máquina universal de ensayos, eléctrica y de reducidas dimensiones, como se puede apreciar en la figura 1.3.c. La posibilidad de utilizar una máquina de ensayo tan simple es otra de las ventajas del SPT, puesto 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.

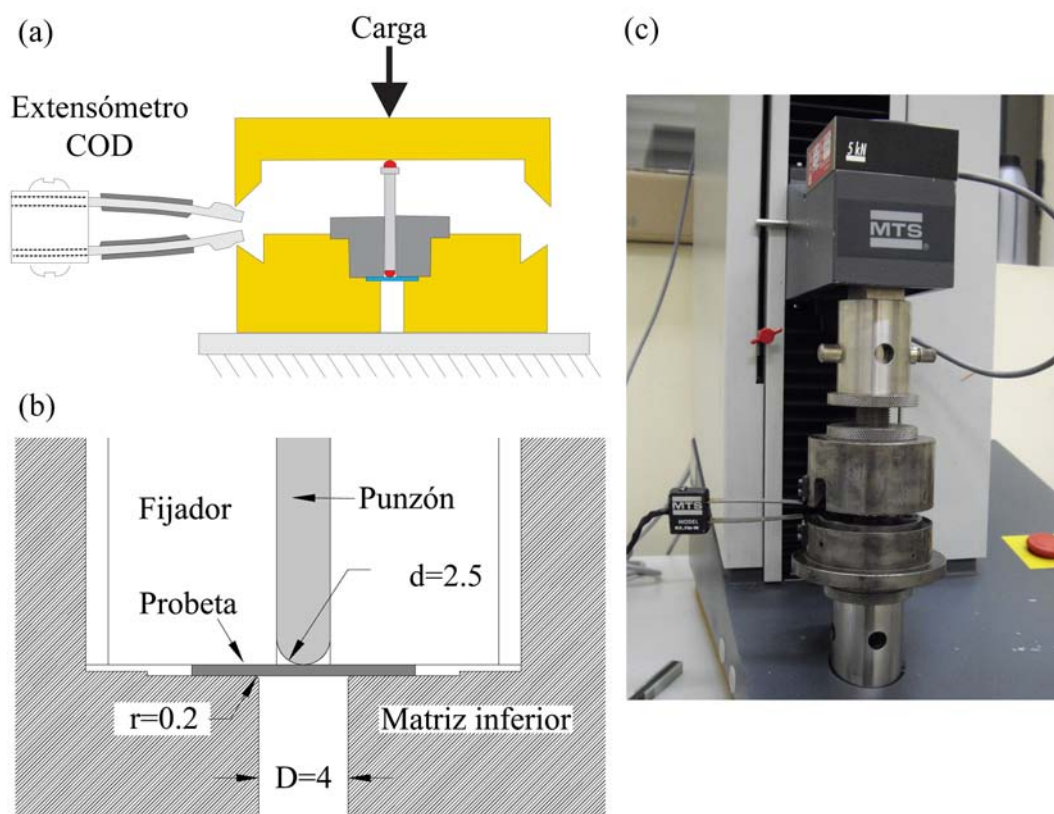


Figura 1.3: (a) Esquema del dispositivo de ensayo SPT (b) Dimensiones características (mm) (c) Máquina universal de ensayos utilizada

El ensayo es relativamente sencillo: la probeta, cuyo contorno se encuentra empujado, se somete a la acción de un punzón de cabeza semiesférica que la deforma hasta su rotura. Los datos recogidos son la carga y el desplazamiento del punzón. La figura 1.4 muestra las curvas típicas obtenidas tras el ensayo de aceros con comportamientos dúctil y frágil,

así como sus zonas características y una imagen del aspecto final de ambos tipos de probeta. El aspecto de la rotura final es claramente diferenciable en ambos casos: una única gran grieta circunferencial, en el caso de comportamiento dúctil, y varias grietas radiales, haciendo una forma de estrella, en el caso de comportamiento frágil. También pueden encontrarse comportamientos mixtos, caracterizados por la presencia de una grieta circunferencial típica de comportamiento dúctil de la que surgen grietas que crecen en la dirección radial. La figura 1.4 también adelanta varios de los puntos característicos de las curvas SPT de los que se hablará más adelante: el punto donde se calcula la carga de fluencia SPT, P_y , y el correspondiente a la carga máxima, P_m , y el desplazamiento en carga máxima, d_m .

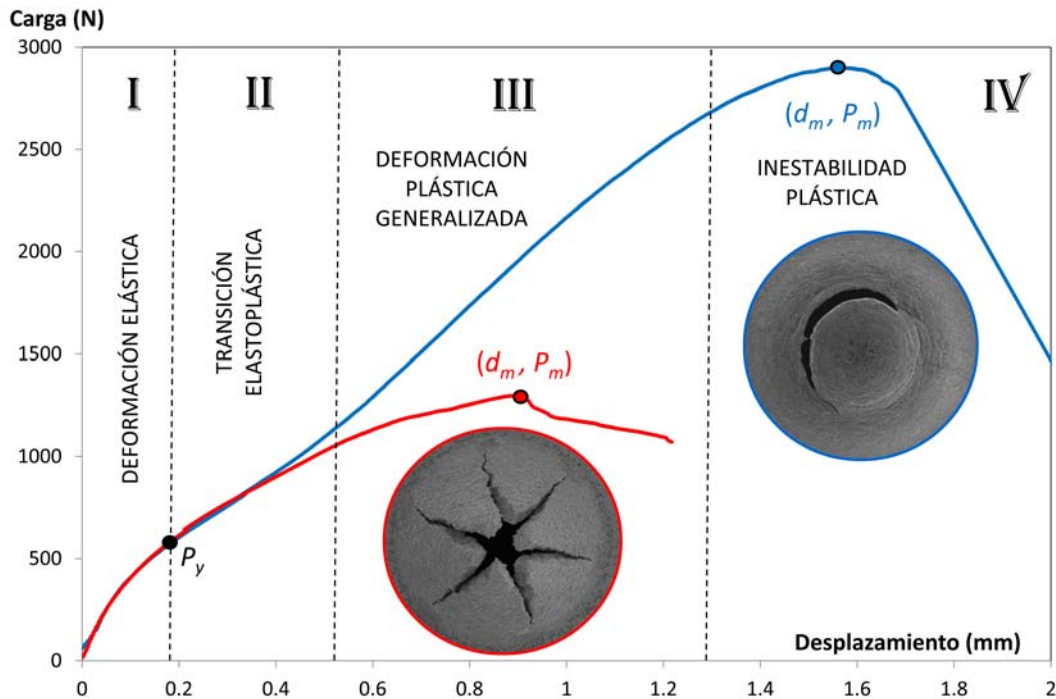


Figura 1.4: Curvas característica del ensayo SPT: Azul - acero con comportamiento dúctil; Rojo - acero con comportamiento frágil

Atendiendo al comportamiento dúctil, varias zonas pueden diferenciarse en la curva de la figura 1.4. En la zona I, al comienzo del ensayo, el acero sufre una deformación predominantemente elástica, acompañada por la indentación producida sobre la superficie de la probeta por la cabeza del punzón, así como por un acomodamiento de los distintos componentes del utillaje. La zona II corresponde al inicio de la deformación plástica, que pasa a ser generalizada en la zona III. Ya en las proximidades de la carga máxima, la pendiente de la curva disminuye debido al inicio de los distintos fenómenos que pueden acompañar a la rotura (estricción y agrietamiento). Finalmente, en la zona IV es donde la grieta alcanza el espesor completo de la probeta, provocando su rotura. En el caso de comportamiento frágil, las primeras dos zonas de la curva podrían considerarse análogas a las del comportamiento dúctil. En la zona III, en lugar de producirse el endurecimiento por deformación típico del comportamiento dúctil, la capacidad de carga de la probeta comienza a caer, produciendo su rotura para un desplazamiento de punzón relativamente bajo, y por tanto con una menor deformación que para el caso de comportamiento dúctil.

1.3. Small punch: cuestiones por resolver

Como se ha comentado en la sección 1.1, el mayor reto del ensayo *small punch* en la actualidad es el de su normalización. Para conseguirlo, deben solucionarse una serie de cuestiones que aún a día de hoy, tras más de 30 años de investigación y desarrollo, siguen siendo una incógnita.

De cara a la estimación de propiedades mecánicas, existen numerosas propuestas en la literatura, tanto experimentales como numéricas, sobre qué parámetros SPT son los más apropiados y cómo relacionarlos con las propiedades convencionales del material (límite elástico, resistencia a la tracción, etc.) universalmente aceptadas. Posiblemente dichas relaciones dependan del tipo de material analizado, y de ahí que unos investigadores obtengan mejores relaciones en función del parámetro escogido, o bien, tomando un mismo parámetro, obtengan diferentes coeficientes de correlación. Es necesario, por tanto, un estudio en profundidad para tratar de determinar cuáles son las mejores metodologías y propuestas al objeto de estimar las propiedades mecánicas de los distintos tipos de materiales, mediante el uso del SPT, de una manera única, fiable y universal.

Por otro lado, en el caso particular de la estimación de la tenacidad a fractura, el reto parece aún mayor, puesto que esta propiedad, tal y como se comentará en la sección correspondiente, depende en gran medida de la geometría agrietada (grado de constricción) y las condiciones tensionales del ensayo SPT se encuentran muy alejadas de las de un ensayo convencional. El relativamente reciente uso de probetas *small punch* entalladas ha abierto una nueva vía de investigación en este campo que, aunque muy prometedora, debe ser explorada en profundidad de cara a lograr encontrar el tipo de probeta y la metodología más apropiadas para estimar la tenacidad a fractura del material, parámetro de vital importancia en componentes destinados a la industria energética.

Finalmente, y también dentro del ámbito de la industria energética, principal campo de aplicación de los materiales utilizados en este trabajo, resultaría muy interesante que el ensayo SPT pudiera detectar, al menos de manera cualitativa, la susceptibilidad de diferentes aceros a la fragilización por hidrógeno, un problema muy habitual en componentes que trabajan en contacto con hidrocarburos, y cuyas metodologías habituales se caracterizan por su elevada complejidad y coste.

El trabajo realizado en esta Tesis Doctoral ha tratado de contribuir, si quiera modestamente, a la solución de algunas de las cuestiones descritas, y que podrían agruparse en tres grandes bloques:

1. Estimación de propiedades mecánicas convencionales.
2. Estimación de la tenacidad a fractura.
3. Análisis de la fragilización por hidrógeno.

1.4. Estructura de la Tesis

El presente capítulo introductorio ha tratado de poner de manifiesto la importancia del ensayo SPT y su aplicación al estudio de aceros estructurales habitualmente utilizados en componentes destinados a la industria energética.

El segundo capítulo, *Antecedentes*, constituye una completa revisión bibliográfica de los trabajos publicados hasta la fecha en torno al problema analizado y que se ha dividido en tres grandes bloques: estimación de propiedades mecánicas convencionales, estimación de tenacidad a fractura utilizando probetas SPT entalladas y análisis de la fragilización por hidrógeno en aceros estructurales.

Tras sentar los antecedentes y dar una idea clara de las controversias referentes a las metodologías *small punch*, el tercer capítulo fija de manera clara y concisa los *Objetivos* de este trabajo.

Al tratarse de una Tesis Doctoral presentada bajo el formato de compendio de publicaciones, el capítulo *Resultados: Compendio de publicaciones* recoge los tres artículos publicados en revistas de alto índice de impacto que componen el conjunto del trabajo. Cada uno de ellos da respuesta a cada uno de los objetivos planteados.

Para dar una mayor coherencia al trabajo, relacionando los resultados obtenidos en las tres publicaciones, se ha redactado el quinto capítulo, titulado *Discusión general*. Este capítulo tratará también de poner en valor la gran aplicabilidad del ensayo SPT en base a los resultados obtenidos.

Tras el capítulo que resume las *Conclusiones* obtenidas, el *Apéndice A*, recoge información complementaria de gran valor para el lector especializado.

Capítulo 2

Antecedentes

2.1. Estimación de propiedades mecánicas mediante SPT

El ensayo SPT se ha venido utilizando para estimar el límite elástico, σ_{ys} , la resistencia a la tracción, σ_{ut} , el alargamiento a rotura, A , o la tenacidad a fractura, J_{IC} ó K_{IC} . Para ello, se han desarrollado diferentes correlaciones empíricas que en algunos casos parecen dependientes del tipo de material ensayado y, por supuesto, de las características del dispositivo SPT utilizado, al no haber una única configuración universalmente aceptada. También han sido desarrolladas metodologías apoyadas en técnicas numéricas, como simulaciones por elementos finitos o el uso de redes neuronales.

Esta sección trata de ofrecer una completa revisión bibliográfica que sienta las bases del primer objetivo propuesto para la presente Tesis: determinar los mejores parámetros SPT, así como las correlaciones más apropiadas, para estimar las propiedades mecánicas de aceros estructurales.

2.1.1. Relaciones empíricas para la estimación del límite elástico

Prácticamente la totalidad de las propuestas empíricas recogidas en la bibliografía para la estimación del límite elástico de los aceros son del tipo de la expresión 2.1, donde P_y es la denominada carga de fluencia del ensayo SPT, calculada como la transición entre las zonas I y II de la curva, y α_1 y α_2 son coeficientes obtenidos de manera experimental. Esta expresión, pese a haber sido ajustada de forma empírica, tiene su fundamento teórico. De acuerdo con la teoría elástica clásica de placas, la máxima tensión en una placa circular de espesor t , empujada en todo su contorno y sujeta a una carga vertical centrada P , se produce en la zona central de la superficie inferior y responde a la expresión 2.2, muy similar a 2.1.

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

$$\sigma_{max} = \frac{3P}{2\pi \cdot t^2} \quad (2.2)$$

Es en el cálculo de P_y donde radica la mayor controversia, puesto que dicha carga no es claramente identificable en la curva SPT, y son numerosas las propuestas realizadas para su determinación [3, 4, 6, 43, 49–51]. La figura 2.1 esquematiza las principales propuestas. Donde sí parece haber un consenso generalizado, es en que la parametrización de esta carga pasa por dividirla por el espesor de la probeta elevado al cuadrado (t^2), de manera que el parámetro obtenido sea independiente del espesor de la probeta.

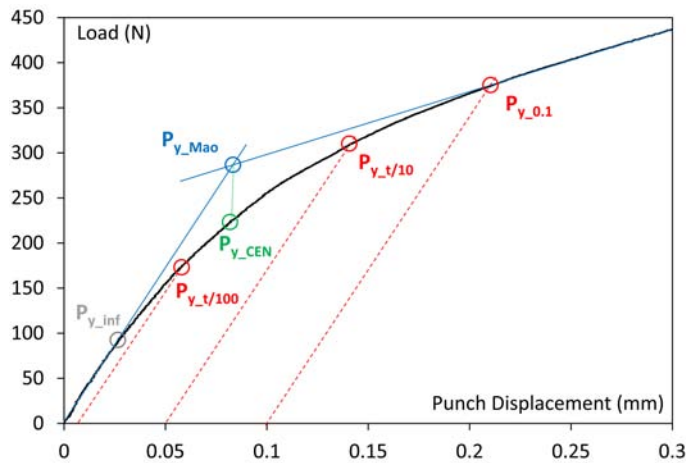


Figura 2.1: Diferentes propuestas para el cálculo de P_y

Por su parte, en el valor que tomen las constantes α_1 y α_2 pueden influir diversos factores, como el tipo de material ensayado, la geometría del dispositivo SPT utilizado (principalmente los diámetros del punzón y del agujero en la matriz inferior) o su flexibilidad y, obviamente, el modo en el que se ha determinado P_y . La tabla A.1, en el Apéndice A, muestra un completo resumen con las relaciones empíricas más relevantes que han sido propuestas hasta la fecha para la estimación de propiedades mecánicas mediante SPT.

La primera propuesta para el cálculo de P_y fue postulada por Mao y Takahasi [6] en 1987 (P_{y_Mao}), siendo la más utilizada en la bibliografía [2, 8, 10, 11, 24, 52–56]. Dicha propuesta consiste en obtener P_y como la carga correspondiente al punto de intersección de la zona elástica inicial (Zona I) y la zona III. Mao y Takahasi [6] obtuvieron una relación del tipo de la expresión 2.1 con un valor $\alpha_1 = 0.36$ y $\alpha_2 = 0$ en su estudio realizado sobre tres aceros utilizados en la industria nuclear. Diferentes autores [8, 52, 53] obtuvieron valores muy similares para aceros CrMo, AISI 403, AISI 316L y Optifer, pese a utilizar diferentes dispositivos de ensayo y espesores de probeta. Finarelli et al. [2] obtuvieron valores $\alpha_1 = 0.45$ y $\alpha_2 = 0$ en el estudio de un acero Eurofer 97, mientras que para este mismo acero, Ruan et al. [10] obtuvieron $\alpha_1 = 0.413$ y $\alpha_2 = 149$ MPa, si bien es cierto que utilizaron un diámetro de agujero de la matriz más pequeño que el empleado por Finarelli et al.

La propuesta del Código Europeo [3] se basa en proyectar verticalmente el punto propuesto por Mao y Takahashi sobre la curva SPT, como se muestra en la figura 2.1. Esta propuesta se ha venido utilizando con frecuencia hasta la actualidad [4, 15, 43, 57–60], y podría decirse que

poco a poco va desbancando a la inicialmente propuesta por Mao y Takahasi [6]. En este caso las diferencias entre las expresiones obtenidas por uno y otros autores parecen más notorias que el caso de P_{y_Mao} , como queda de manifiesto en la tabla A.1 (Apéndice A). Por ejemplo, Guan y Wang [57] obtuvieron la expresión 2.3 tras el análisis de 60 aceros estructurales diferentes, mientras que Hurst y Matocha [4] obtuvieron la expresión 2.4 tras el ensayo de 4 aceros ferríticos con aplicaciones en industria energética. Resulta interesante el reciente estudio llevado a cabo por Matocha et al. [60] que, en el marco de un proyecto de cooperación entre la Unión Europea y China, realizaron una comparativa entre sus códigos. En dicho estudio, en el que ensayaron un acero de baja aleación sometido a diferentes tratamientos térmicos y condiciones de servicio, se obtuvieron la expresión 2.5 en los ensayos llevados a cabo en Europa y la 2.6 en los ensayos realizados en China. Las diferencias fueron achacadas principalmente a las diferentes rigideces de los dispositivos de ensayo, poniendo de manifiesto la dependencia de las relaciones empíricas con el utillaje empleado.

$$\sigma_{ys}[MPa] = 0.4847 \frac{P_{y_CEN}}{t^2} + 21.359 \quad (2.3)$$

$$\sigma_{ys}[MPa] = 0.546 \frac{P_{y_CEN}}{t^2} - 59.863 \quad (2.4)$$

$$\sigma_{ys}[MPa] = 0.632 \frac{P_{y_CEN}}{t^2} - 136.4 \quad (2.5)$$

$$\sigma_{ys}[MPa] = 0.392 \frac{P_{y_CEN}}{t^2} + 115.73 \quad (2.6)$$

Otra metodología recogida en la literatura para el cálculo de P_y es la denominada como *offset*, consistente en desplazar la pendiente inicial una determinada distancia y calcular la carga P_y como el punto de corte de dicha recta desplazada con la curva SPT. De este modo, investigadores como Hurst y Matocha [4, 43] han propuesto que esa distancia sea fija, 0.1 mm, mientras que otros investigadores, asociados precisamente a la Universidad de Oviedo, han propuesto que dicho traslado sea una distancia igual a $t/100$ [49] ó $t/10$ [23, 48, 50, 61]. La figura 2.2 muestra de manera gráfica ejemplos de correlaciones obtenidas por algunos de estos autores.

María Fernández, en su Tesis Doctoral [27], realizada en la Universidad de Oviedo, analizó mediante SPT el comportamiento mecánico de productos fabricados mediante sinterizado de polvos. Para la estimación del límite elástico, obtuvo la expresión 2.7, utilizando $P_{y_t/10}$ como carga de fluencia SPT. En el caso de este trabajo, los aceros analizados tuvieron un comportamiento frágil, debido en parte a la elevada porosidad producto del sinterizado.

$$\sigma_{ys}[MPa] = 0.345 \frac{P_{y_t/10}}{t^2} \quad (2.7)$$

Campitelli et al. [62] realizaron un estudio crítico con las metodologías de cálculo de P_y . Pese a que dicho estudio se centró en el cálculo propuesto por Mao y Takahasi [6], su

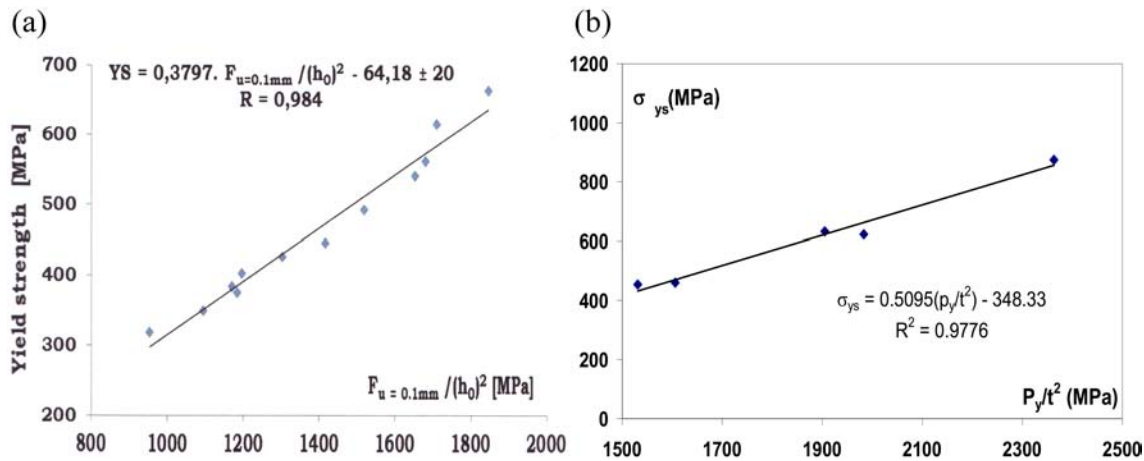


Figura 2.2: Correlaciones propuestas utilizando P_y offset: (a) offset de 0.1 mm [4] (b) offset de $t/10$ mm [61]

razonamiento puede ser extrapolable al resto de metodologías anteriormente comentadas. Este razonamiento fue que la carga P_y se estaba calculando en una zona de la curva SPT afectada por el comportamiento plástico del material. Así por ejemplo, el ensayo SPT de dos materiales con idéntico límite elástico pero diferente coeficiente de endurecimiento daría lugar a dos valores diferentes de P_y y, por tanto, a diferentes estimaciones de σ_{ys} . Realizaron simulaciones por elementos finitos del ensayo *small punch*. Tomando como referencia un acero martensítico utilizado en industria nuclear, generaron curvas de comportamiento con tres valores diferentes de límite elástico y, para cada una de ellas, cuatro comportamientos plásticos diferentes. La figura 2.3.a muestra las curvas generadas por elementos finitos para un único valor de límite elástico y diferentes endurecimientos plásticos, siendo la curva negra la correspondiente al material original.

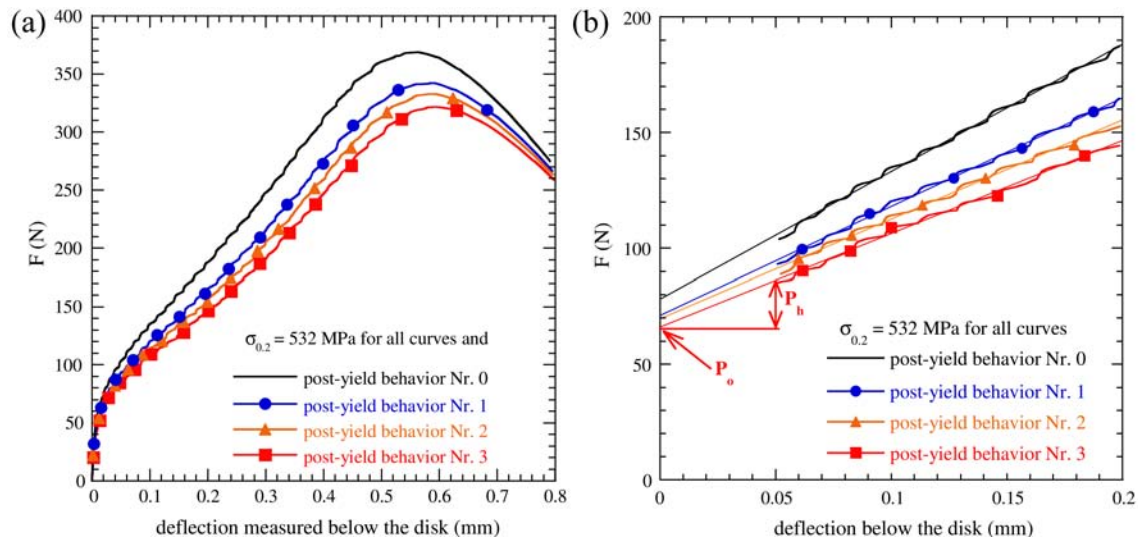


Figura 2.3: Estudio de Campitelli et al. [62]: (a) Curvas SPT generadas por elementos finitos (b) Esquema para el cálculo de P^*

La figura 2.4.a muestra los resultados que obtuvieron aplicando el cálculo de P_{y_Mao} . Como puede verse, dichos resultados fueron insatisfactorios, confirmando su razonamiento inicial. Estudiaron entonces alternativas de cálculo para la carga P_y y llegaron a la conclusión de que

debería utilizarse la metodología descrita en la figura 2.3.b, que no es más que la ampliación de la zona II de las curvas recogidas en la figura 2.3.a. Esa metodología consiste en trazar la tangente a la zona II de la curva SPT, calcular su corte con el eje de ordenadas (P_0) y restarle la carga P_h , definida como la diferencia entre la carga para un desplazamiento de punzón de 0.05 y la carga P_0 . Los resultados obtenidos con esta nueva carga, denominada P^* , cuyo cálculo se resume en la expresión 2.8, resultaron más satisfactorios que en el caso de la carga P_{y_Mao} , como se muestra en la figura 2.4.b.

$$P^* = P_0 - P_h \quad (2.8)$$

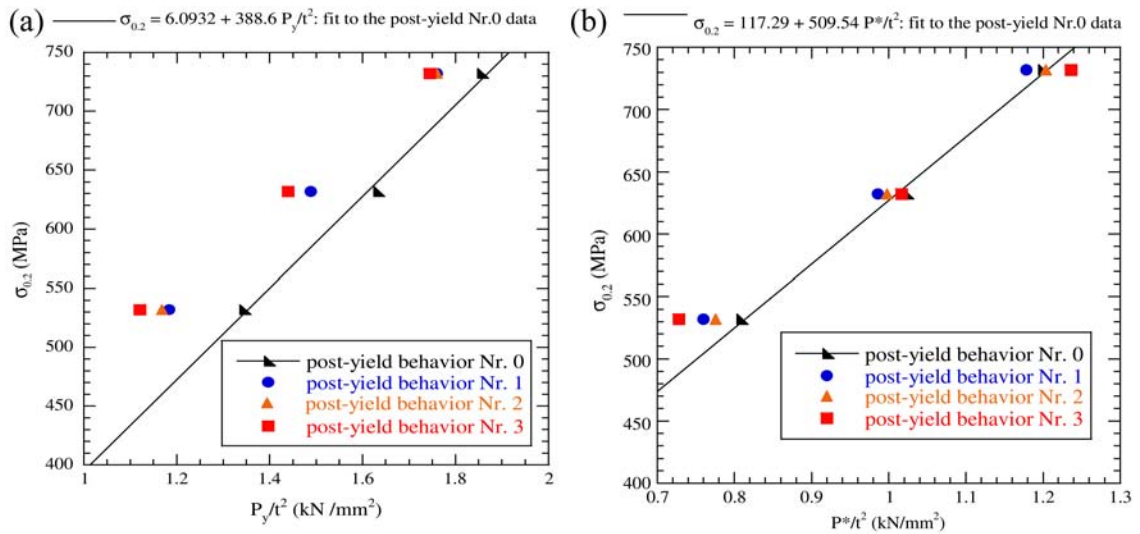


Figura 2.4: Estudio de Campitelli et al. [62]: (a) Resultados utilizando P_{y_Mao} (b) Resultados utilizando P^*

Finalmente, Lacalle et al. [45, 51], basándose en conceptos de la teoría de placas y en el análisis de la zona inicial de la curva SPT, en la que se dan simultáneamente fenómenos de indentación y deformación elástica, calcularon P_y en el primer punto de inflexión de la curva SPT (en zona elástica, figura 2.1), proponiendo la expresión 2.9 para la estimación de σ_{ys} y un espesor de referencia de 0.5 mm. En la Tesis de Lacalle [45], se comparó esta metodología de cálculo de P_y con otras propuestas, obteniendo una mejor repetitividad de resultados cuando se utilizaba la carga P_{y_inf} .

$$\sigma_{ys}[MPa] = 1.16 \cdot \frac{P_{y_inf} \cdot (1 + \nu)}{t^2} \quad (2.9)$$

2.1.2. Relaciones empíricas para la estimación de la resistencia a la tracción

En lo que respecta a la estimación de la resistencia a la tracción, la carga del ensayo SPT a utilizar resulta más clara que en el caso del límite elástico: es la carga máxima, P_m .

La mayor parte de los investigadores han relacionado σ_{ut} con el valor de esta carga dividida por el espesor de la probeta al cuadrado, P_m/t^2 , mediante expresiones del tipo 2.10, tratando de eliminar de este modo el efecto del espesor de la probeta y normalizar los resultados [6, 8, 10, 23, 27, 50, 52, 56, 57, 59]. Los coeficientes β_1 y β_2 se obtienen de manera empírica, y en este caso dependen del tipo de material ensayado y la geometría del dispositivo SPT, pudiendo descartarse, a diferencia de en el caso de P_y , el efecto de la flexibilidad de la máquina, al no haber influencia del desplazamiento del punzón sobre ninguno de los parámetros.

$$\sigma_{ut} = \beta_1 \frac{P_m}{t^2} + \beta_2 \quad (2.10)$$

Como se puede apreciar en la tabla A.1 (Apéndice A), los coeficientes β_1 y β_2 parecen muy dependientes del acero ensayado. Resultan en este sentido representativos los resultados obtenidos por Fleury y Ha [52], que estudiaron el comportamiento de aceros CrMo a diferentes temperaturas, obteniendo la expresión 2.11 para los 1Cr-0.5Mo, la expresión 2.12 para los 2.25Cr-1Mo y la expresión 2.13 para los 12Cr-1Mo.

$$\sigma_{ut}[MPa] = 0.086 \frac{P_m}{t^2} \quad (2.11)$$

$$\sigma_{ut}[MPa] = 0.096 \frac{P_m}{t^2} \quad (2.12)$$

$$\sigma_{ut}[MPa] = 0.114 \frac{P_m}{t^2} \quad (2.13)$$

Investigadores de la Universidad de Cantabria [45, 63] propusieron en 2008 una metodología para normalizar el efecto del espesor a lo largo de toda la curva SPT. Basándose en la idea de que la probeta trabaja inicialmente como una placa, para posteriormente comportarse como membrana, concluyeron que el parámetro que relaciona las cargas SPT con la tensión uniaxial depende de t^2 en una zona inicial y de t en la zona final. Como punto frontera entre ambos comportamientos, se propone el punto de inflexión en la zona III de la curva. De este modo, para normalizar el espesor de la probeta a un valor de referencia de 0.5 mm, propusieron las expresiones 2.14 y 2.15, donde P es la carga del ensayo SPT, $P_{0.5}$ es la carga normalizada y P_I es la carga correspondiente al punto de inflexión de la zona III. La figura 2.5 muestra el efecto que tiene en las curvas SPT la normalización propuesta.

$$P_{0.5} = 0.5^2 \cdot \frac{P}{t^2} \quad (P < P_I, t \text{ en mm}) \quad (2.14)$$

$$P_{0.5} = 0.5 \cdot \frac{P}{t} + \frac{0.5 \cdot P_I \cdot (0.5 - t)}{t^2} \quad (P > P_I, t \text{ en mm}) \quad (2.15)$$

La estimación de la resistencia a la tracción que estos autores obtuvieron con esta metodología de normalización, calibrada para diferentes aceros estructurales con

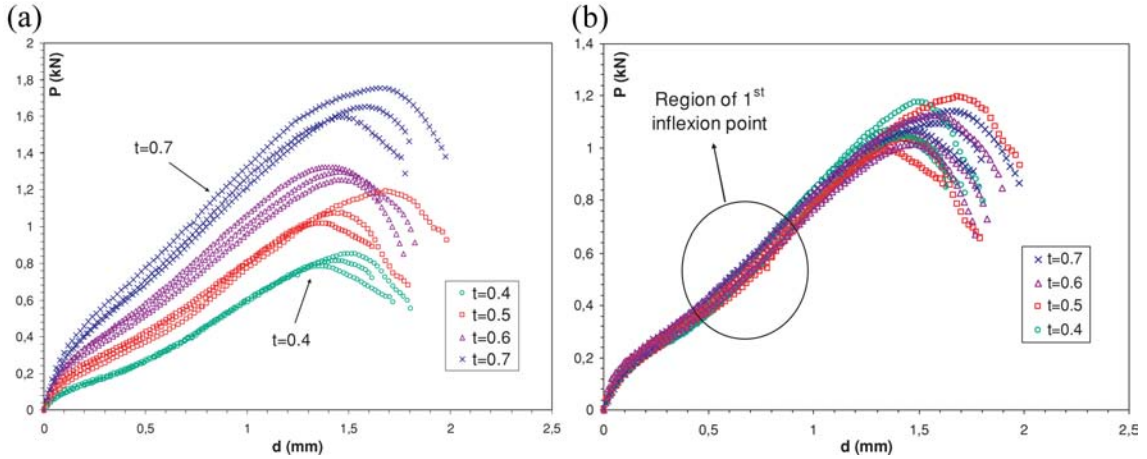


Figura 2.5: Efecto de la normalización propuesta por Lacalle et al. [63] en las curvas SPT: (a) Curvas originales (b) curvas normalizadas a un espesor de 0.5 mm.

comportamiento dúctil, viene dada por la expresión 2.16 [45]. Para un material con comportamiento frágil, propusieron utilizar la expresión 2.17.

$$\sigma_{ut}[MPa] = 0.74 \cdot P_I + 0.17 \cdot P_m \quad (\text{con } P \text{ expresada en } N) \quad (2.16)$$

$$\sigma_{ut}[MPa] = 0.91 \cdot P_m \quad (\text{con } P \text{ expresada en } N) \quad (2.17)$$

Hurst y Matocha [4, 43], en recientes revisiones del Código Europeo [3] (del cual fueron los principales impulsores) han propuesto dividir la carga máxima del ensayo por el espesor de la probeta multiplicado por el desplazamiento en carga máxima ($P_m/(d_m \cdot t)$), observando una mejor normalización de los resultados respecto al espesor de la probeta y disminuyendo por tanto la dispersión en las estimaciones. Esta propuesta queda reflejada en la expresión 2.18, donde nuevamente β_1^* y β_2^* son coeficientes obtenidos de manera experimental, y que a priori podrían depender del material ensayado y de las características del dispositivo SPT utilizado.

$$\sigma_{ut} = \beta_1^* \cdot \frac{P_m}{d_m \cdot t} + \beta_2^* \quad (2.18)$$

Esta expresión ha sido utilizada por diferentes autores [15, 58, 60], siendo acusada la variabilidad obtenida en las constantes β_1^* y β_2^* (tabla A.1). Así por ejemplo, Hurst y Matocha [4] obtuvieron $\beta_1^* = 0.52$ y $\beta_2^* = -170.57$ MPa tras el análisis de 4 aceros ferríticos con aplicaciones energéticas, mientras que en el estudio de uno de esos aceros sometido a diferentes condiciones de servicio obtuvieron $\beta_1^* = 0.451$ y $\beta_2^* = -93.46$ MPa. Matocha et al. [60], en su comparativa entre los códigos europeo y chino, también encontraron diferencias notorias (ver tabla A.1), justificadas, al igual que en el caso de la estimación de σ_{ys} , en base a las diferentes rigideces de los dispositivos de ensayo.

M. Fernández, en su análisis de componentes de acero fabricados por pulvimetalurgia [27],

de comportamiento frágil, trató de correlacionar la resistencia a la tracción con P_m/t^2 y $P_m/(t \cdot d_m)$, obteniendo mejores resultados con el primer parámetro, y proponiendo la expresión 2.19 para este tipo de materiales. Curiosamente, el coeficiente β_1 de 0.345 obtenido para esta correlación fue el mismo que se obtuvo para la correlación con el límite elástico (expresión 2.7, $\alpha_1=0.345$)

$$\sigma_{ut} = 0.345 \cdot \frac{P_m}{t^2} \quad (2.19)$$

Finalmente, Volák y Mentl [64] han propuesto la expresión 2.20 para obtener resultados equivalentes en función de los diámetros de punzón y del agujero de la matriz inferior utilizados.

$$\sigma_{ut}[MPa] = \frac{P_m}{4.612 \cdot \Phi_{matriz}^{-0.2} \cdot \Phi_{punzón}^{1.2} \cdot t} \quad (2.20)$$

2.1.3. Relaciones empíricas para la estimación del alargamiento a rotura

Son contados los investigadores que han tratado de obtener relaciones empíricas para estimar el alargamiento a rotura mediante ensayos *small punch* [8, 23, 52, 57, 61].

Suzuki et al. [8] no fueron capaces de encontrar una correlación coherente para los aceros CrMo que estudiaron. En su caso, intentaron relacionar el alargamiento a rotura tanto con el desplazamiento del punzón en carga máxima, d_m , como con el desplazamiento en rotura, d_f . Más adelante, Fleury y Ha [52], que también trabajaron con aceros CrMo, obtuvieron la relación mostrada en la figura 2.6.a, donde puede observarse una gran dispersión de resultados, que achacaron a los diferentes tamaños de grano en los aceros y a la multiaxialidad del ensayo, puesto que la zona de la probeta donde se produzca la máxima estricción determinará el valor de d_m .

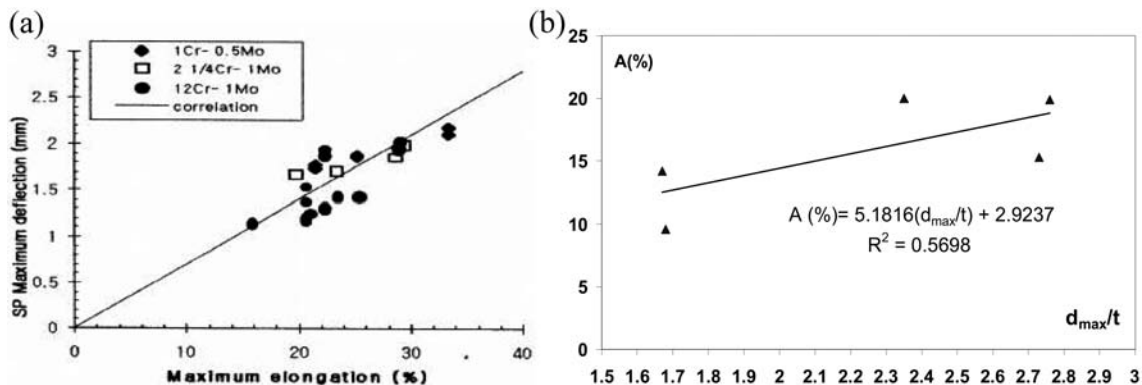


Figura 2.6: Relaciones obtenidas entre el alargamiento a rotura y el desplazamiento SPT en carga máxima: (a) Fleury et al. [52] (b) Cárdenas et al. [61]

Rodríguez et al. [23] (Universidad de Oviedo), obtuvieron la relación mostrada en la expresión 2.21, en su análisis realizado sobre un acero CrMo, así como del metal de aporte

empleado en su soldadura y de diferentes zonas de la ZAT. Posteriormente, Cárdenas et al. [61], también pertenecientes a la Universidad de Oviedo, encontraron la relación mostrada en la figura 2.6.b, con un coeficiente de correlación bastante pobre. En este caso los materiales de trabajo fueron diferentes aceros de doble fase (DP, *Dual Phase*) empleados en industria automovilística. Todos estos autores trataron de normalizar el efecto del espesor de la probeta utilizando el parámetro d_m/t .

$$A[\%] = 7 \cdot \frac{d_m}{t} \quad (2.21)$$

Guan et al. [57], en 2010, obtuvieron la relación mostrada en la figura 2.7, que tampoco arroja mucha luz al respecto, debido a la elevada dispersión observada. Cabe destacar que estos autores trataron de eliminar el efecto del espesor de la probeta utilizando el parámetro d_m/t^2 .

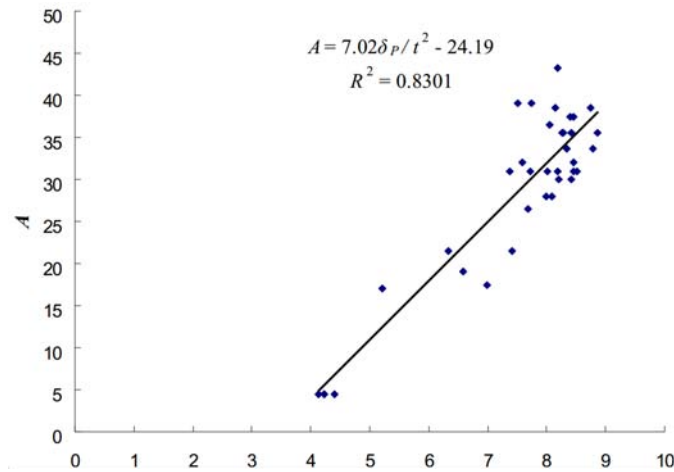


Figura 2.7: Relación obtenida por Guan et al. [57] entre el alargamiento a rotura y el desplazamiento SPT en carga máxima

Finalmente, M. Fernández [27], en su análisis de elementos de acero fabricados por pulvimetalurgia, obtuvo una correlación bastante buena ($R^2=0.9587$) entre el alargamiento a rotura y el parámetro d_m/t , si bien es cierto que para este tipo de materiales el resultado obtenido mediante SPT mostró una gran dependencia de la zona de extracción de la probeta. Dicha relación se muestra en la expresión 2.22.

$$A[\%] = 2.5246 \cdot \frac{d_m}{t} - 1.5103 \quad (2.22)$$

2.1.4. Relaciones empíricas para la estimación de la tenacidad a fractura

La mayoría de trabajos que relacionan la tenacidad a fractura de un acero estructural con parámetros obtenidos en el ensayo SPT han estado relacionados con la estimación de la temperatura de transición dúctil-frágil (DBTT, *ductile-to-brittle transition temperature*) [24, 50, 65–69]. Todos los investigadores han coincidido en que el ensayo *small punch* es capaz

de detectar la transición dúctil-frágil, pero la temperatura siempre aparece desplazada hacia la izquierda. Se ha tratado de buscar, por tanto, una expresión empírica como la mostrada por la ecuación 2.23, que relacione la temperatura de transición del ensayo Charpy ($DBTT_{CVN}$) con la obtenida en el ensayo SPT ($DBTT_{SPT}$) por medio de una constante γ , dependiente del material ensayado. La figura 2.8 muestra de manera gráfica el desplazamiento a temperaturas más bajas que se produce en el ensayo *small punch* para la temperatura de transición. Esta figura pertenece a un trabajo previo de la Universidad de Oviedo [50], en el que se analizó un acero estructural AE460.

$$DBTT_{SPT} = \gamma \cdot DBTT_{CVN} \quad (2.23)$$

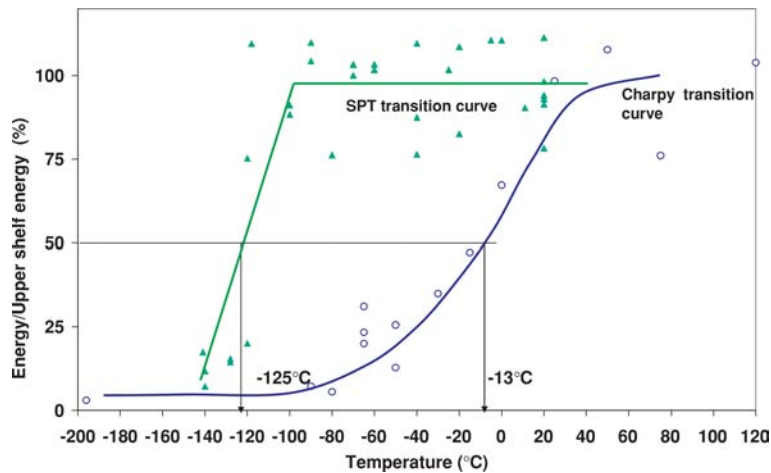


Figura 2.8: Temperaturas de transición dúctil-frágil obtenidas mediante ensayos Charpy y *small punch* [50]

La determinación de la temperatura de transición quedaría fuera del alcance de este trabajo, en el que las propiedades mecánicas son estimadas a temperatura ambiente. No obstante, resulta interesante destacar la controversia existente en torno al punto de la curva SPT en el que calcular la energía de fractura. Mientras que muchos autores han calculado esta energía como el área encerrada bajo la curva hasta el momento de la rotura de la probeta [65, 67], el Código Europeo [3] recomienda su cálculo como el área encerrada bajo la curva hasta que la carga cae un 20% tras la carga máxima (E_{SP}). Otros autores utilizado el parámetro W_m : área encerrada bajo la curva hasta la carga máxima [68]. Esto no tiene ningún efecto a la hora de analizar la temperatura de transición, pero si puede ser interesante a la hora de proponer métodos energéticos para estimar la tenacidad a fractura del acero.

A la hora de obtener una estimación directa de J_{IC} o K_{IC} a través del ensayo *small punch*, el parámetro más utilizado ha sido la denominada deformación biaxial equivalente, ϵ_{qf} , medido principalmente en aceros [3, 6–9, 70–73], pero también en aleaciones de aluminio [74]. Este parámetro se calcula mediante la expresión 2.24, donde t_f es el espesor de la probeta en la zona de rotura. La figura 2.9 muestra un esquema de la medida de los espesores para el cálculo de ϵ_{qf} , publicado en el Código Europeo [3]. Diferentes autores [6–8, 70] han reportado a su vez relaciones empíricas entre la deformación biaxial equivalente y el desplazamiento en fractura, a través de una expresión del tipo 2.25, donde β es la constante de correlación, que

estos autores determinaron con un valor de 0.09 para diferentes aceros de industria nuclear, principalmente ferríticos.

$$\epsilon_{qf} = \ln \left(\frac{t}{t_f} \right) \quad (2.24)$$

$$\epsilon_{qf} = \beta \cdot \left(\frac{d_f}{t} \right)^2 \quad (2.25)$$

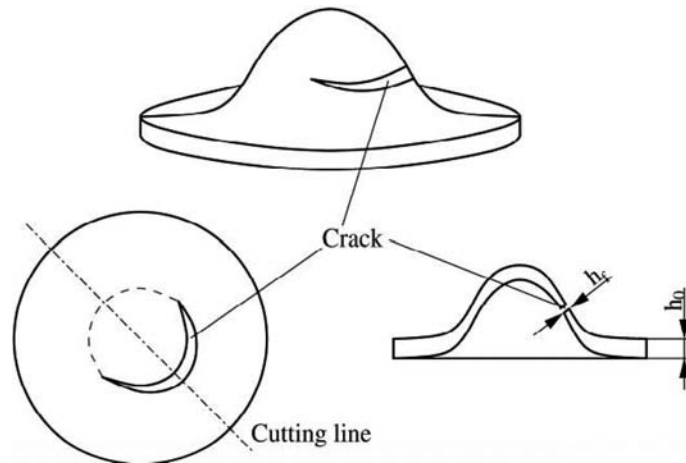


Figura 2.9: Esquema de las medidas de espesor para el cálculo de ϵ_{qf} [3]

Un resumen de las correlaciones más relevantes entre la tenacidad a fractura y la deformación biaxial equivalente se puede ver en la tabla A.1. A modo de ejemplo, la expresión 2.26 muestra la relación obtenida por Mao y Takahashi [6] para tres aleaciones metálicas, mientras que la expresión 2.27 muestra la relación obtenida por Cárdenas et al. [48, 73] para un acero API X70 y la ZAT de su unión soldada.

$$J_{IC}[kJ/m^2] = 345 \cdot \epsilon_{qf} - 113 \quad (2.26)$$

$$J_{IC}[kJ/m^2] = 433 \cdot \epsilon_{qf} - 153 \quad (2.27)$$

En 2004, Bulloch [75], en una revisión de datos de sus propios estudios y los de otros autores, obtuvo la expresión 2.28, que relaciona ϵ_{qf} con el área encerrada bajo la curva SPT hasta carga máxima, W_m . Esta relación fue obtenida tras ajustar 90 datos experimentales de ensayos *small punch* de aceros de baja aleación y C-Mn (todos ellos con comportamiento dúctil). Este hallazgo posibilitaría la estimación de tenacidad mediante el parámetro energético W_m .

$$\epsilon_{qf} = 0.58 \cdot W_m[J] + 0.052 \quad (2.28)$$

El principal problema de las correlaciones entre ϵ_{qf} (o de manera equivalente, W_m) y la tenacidad a fractura es que se han mostrado totalmente dependientes del tipo de material analizado. Además, la medida de ϵ_{qf} sólo puede realizarse en aceros con comportamiento dúctil en el ensayo *small punch* (rotura circular y no en forma de estrella) [3]. También debe destacarse la habitual dispersión de resultados en su medida, debida a la heterogeneidad metalúrgica del material y a posibles desalineaciones en el corte de la probeta previo a las medidas [6].

2.1.5. Otras propuestas para la estimación de propiedades elastoplásticas

Hasta ahora se ha venido hablando sobre las estimaciones de σ_{ys} , σ_{ut} , A y la tenacidad a fractura. Una propiedad mecánica que se ha obviado es el módulo elástico (E). Esto se ha hecho intencionadamente puesto que la presente Tesis se centra en el uso del SPT sobre aceros para industria energética, y estos aceros suelen presentar módulos elásticos muy similares, en torno a 210 GPa. Sin embargo, existen trabajos en los que se ha tratado de estimar esta propiedad mediante *small punch*, como los de Contreras [47] o Lacalle et al. [51]. No obstante, dichos intentos se han basado en correlaciones con la pendiente inicial del ensayo, valor que suele verse más afectado por fenómenos dependientes de la metodología de ensayo, como la indentación del punzón o el asentamiento en los utillajes, que por el efecto de la rigidez inicial del material.

Así mismo, combinando técnicas experimentales y numéricas, se han realizado diferentes estudios para tratar de determinar propiedades elastoplásticas del material mediante análisis inverso [76–82]. Con este procedimiento, es posible también estimar parámetros de endurecimiento plástico del material o de modelos de daño que permitan simular ensayos de fractura convencionales. A grandes rasgos, el análisis inverso consiste en preparar una base de datos con resultados de ensayos SPT simulados mediante elementos finitos, sobre materiales con diferentes propiedades mecánicas. Una vez realizado el ensayo real, se compara la curva obtenida con los resultados de simulación numérica, y los parámetros de la curva numérica que más se aproximen a la experimental compondrán la estimación de las propiedades mecánicas del material. Esta tarea se ve facilitada con la utilización de técnicas de optimización, como redes neuronales [76, 81]. Respecto a este tipo de técnicas, se puede ver una referencia de un trabajo previo del grupo de investigación de la Universidad de Oviedo en [79].

2.1.6. Consideraciones finales

Esta sección ha mostrado una completa revisión bibliográfica de las diferentes metodologías para estimar las propiedades mecánicas de aceros estructurales mediante el ensayo *small punch*, centrándose principalmente en las metodologías de carácter experimental. Así mismo, la tabla A.1, en el Apéndice A, muestra un resumen de las correlaciones empíricas entre parámetros SPT y propiedades mecánicas convencionales más relevantes hasta la fecha.

Como ha quedado patente, existe aún cierta controversia en las correlaciones más adecuadas entre los parámetros SPT y las propiedades mecánicas obtenidas en ensayos

convencionales. Las propuestas para el cálculo de la carga de fluencia SPT, P_y , son diversas, sin haberse determinado aún cuál de ellas puede resultar más apropiada. Las expresiones derivadas para la estimación del límite elástico parecen muy dependientes del tipo de acero ensayado y del dispositivo utilizado. Lo mismo se podría concluir con la expresiones que tratan de estimar la resistencia a la tracción, con el añadido de que no resulta muy claro si es más apropiado normalizar el efecto del espesor de la probeta utilizando el parámetro P_m/t^2 o $P_m/(d_m \cdot t)$. Se ha observado una clara dependencia del tipo de acero en la relación entre d_m (y parámetros derivados, como d_m/t) con el alargamiento a rotura. No obstante, analizando un mismo material, por ejemplo, bajo diferentes condiciones de servicio, d_m parece un parámetro adecuado para estudiar, al menos de manera cualitativa, la ductilidad del mismo.

En lo que respecta a los intentos de estimar la tenacidad a la fractura, hay una serie de aspectos que deben ser destacados. En primer lugar, como se comentará en la sección 2.2.1, las condiciones tensionales del ensayo SPT son muy diferentes a las de un ensayo convencional. Además, las propuestas que se han analizado en esta sección se han basado en probetas *small punch* sin ningún tipo de defecto, cuando la presencia de una grieta es algo imperativo a la hora de analizar la tenacidad a fractura de un material. Finalmente, debe tenerse en cuenta también que el valor de tenacidad a fractura, J_{IC} , K_{IC} , $CTOD_{IC}$ puede variar ligeramente en función de la normativa utilizada para su cálculo, por lo que las correlaciones empíricas propuestas deberían ir acompañadas de referencias a la metodología utilizada.

La problemática de las metodologías basadas en el análisis inverso radica principalmente en su complejidad y en la necesidad de realizar modelos numéricos, que ya asumen, por sí mismos, suposiciones y aproximaciones a la realidad no necesariamente rigurosas. Se puede dar por ejemplo el caso de no obtener una solución única, y que diferentes juegos de parámetros (propiedades mecánicas), físicamente compatibles y posibles, puedan ser tomados como estimación. Nada mejor que la realidad va a describir a la propia realidad. Además, pese a que cada vez esto supone un menor *handicap* debido a la mejora continua de los ordenadores, estos métodos requieren una capacidad de cálculo enorme.

La sección 4.1 recoge la publicación titulada *Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test*, donde se ha realizado un completo análisis de todos los aspectos anteriormente comentados, tratando de determinar qué parámetros SPT son los más adecuados para estimar las propiedades mecánicas de aceros estructurales.

2.2. Estimación de la tenacidad a fractura mediante probetas SPT entalladas

2.2.1. Generalidades y consideraciones sobre las probetas SPT entalladas utilizadas en la Universidad de Oviedo

La tenacidad a fractura es una propiedad mecánica clave en el diseño de elementos estructurales para la industria. En los ensayos normalizados de fractura [83,84], es imperativo que la probeta se encuentre agrietada, simulando de la manera más aproximada posible las

condiciones a las que estaría sometido un componente real. Contra esta circunstancia, las principales propuestas para la estimación de tenacidad a fractura mediante SPT se han realizado utilizando probetas convencionales, sin ningún tipo de defecto, como se ha descrito en la sección anterior.

No obstante, en los últimos años numerosos autores han utilizado probetas SPT con entalla [44–46, 48, 85–102]. Dada la dificultad que supone producir una grieta real en una probeta SPT, una entalla resulta la manera más efectiva de introducir un defecto que actúe como concentrador de tensiones. Sin embargo, ni la configuración del ensayo SPT, fundamentalmente biaxial, ni el hecho de utilizar una entalla en lugar de una grieta, harán que el parámetro de tenacidad obtenido en el ensayo SPT pueda ser el mismo que el obtenido en un ensayo convencional. La tenacidad a fractura no es una propiedad intrínseca del material, sino que depende de la geometría de la probeta ensayada. Mientras que en el ensayo convencional, el estado tensional se encuentra próximo a la deformación plana [83, 84, 103], y se obtiene por tanto el valor de tenacidad más conservador, en el ensayo SPT las condiciones tensionales se encuentran más próximas a la tensión plana, y por tanto la resistencia al agrietamiento es mayor. La figura 2.10 ayuda a entender esta idea. En ella se ha representado la relación entre la geometría de probeta, que determina el grado de constricción, y el valor de tenacidad obtenido tras el ensayo. Las probetas normalizadas de fractura se encuentran en el límite inferior de la curva (parte derecha de la figura), mientras que los elementos estructurales reales se situarían en la parte izquierda, zona en la que también se encontrarían las probetas SPT entalladas. Así, el grado de constricción que caracteriza a un elemento agrietado suele medirse mediante un parámetro denominado triaxialidad del estado de tensiones (ξ), definido como el cociente entre la tensión hidrostática, σ_H , y la tensión de Von Mises, σ_{VM} , en el frente de grieta, como recoge la expresión 2.29.

$$\xi = \frac{\sigma_H}{\sigma_{VM}} \quad (2.29)$$

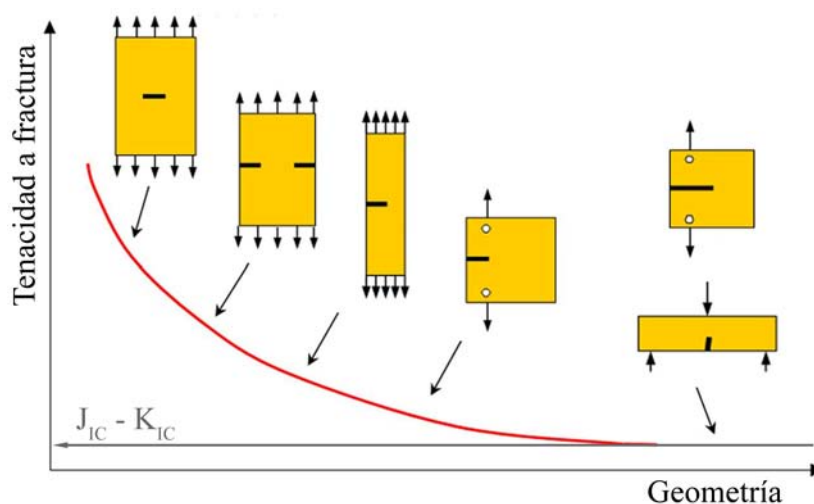


Figura 2.10: Efecto de la geometría sobre la tenacidad a fractura

Siguiendo los trabajos pioneros en la utilización de probetas SPT entalladas llevadas a cabo por Ju et al. [85], en 2003, y de Lacalle et al. [86], en 2008, (ambos trabajos serán

descritos posteriormente) Peñuelas et al. [89–91] analizaron numéricamente la influencia de la configuración, la geometría y la profundidad de la entalla en la triaxialidad del estado tensional en el frente de la entalla, con el objetivo de determinar la configuración cuyo estado tensional se acercara más al de un ensayo normalizado (deformación plana - elevada triaxialidad). Estos trabajos constituyeron un primer acercamiento a la utilización de probetas SPT entalladas en la Universidad de Oviedo, y son comentados con detalle a continuación, dada la importancia que han tenido a la hora de determinar la tipología de probeta entallada empleada en esta Tesis.

Las configuraciones estudiadas por Peñuelas et al. [89–91] aparecen esquematizadas en la figura 2.11: entalla longitudinal (L), entalla doble (L+T) y entalla circular (C), todas ellas no pasantes. Variando la profundidad de entalla en cada una de esas configuraciones, se analizaron un total de 36 casos diferentes. Además se analizaron, en todos los casos, dos tipos de frentes de entalla que también aparecen en la figura 2.11, que fueron seleccionados en base a las dos tecnologías disponibles por el grupo de investigación para el mecanizado: micromecanizado y láser. Ambas técnicas serán descritas más adelante.

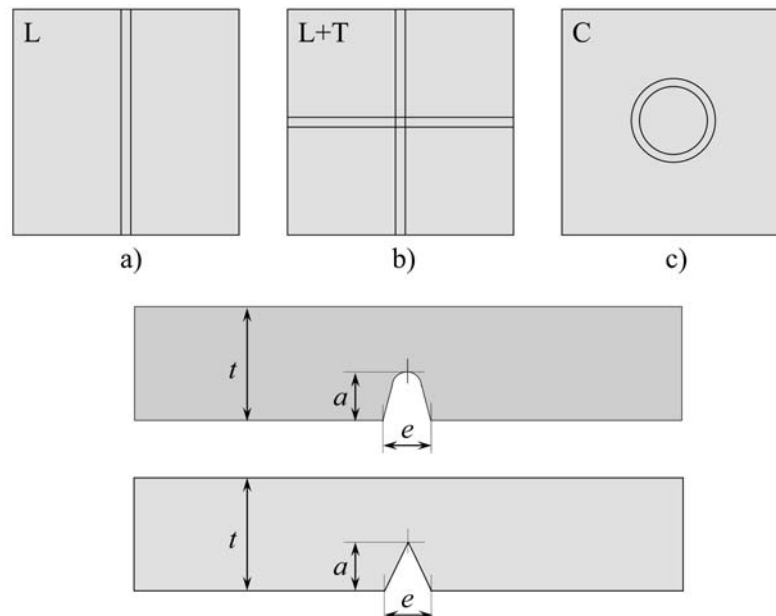


Figura 2.11: Esquema de las configuraciones analizadas por Peñuelas et al. [90,91]: (a) Longitudinal (b) Longitudinal+Transversal (c) Circular

Peñuelas et al. también implementaron en [90] un modelo de fallo por clivaje con el objetivo de simular mecanismos de fractura frágil en las probetas entalladas por micromecanizado y por láser. Los parámetros del modelo de daño fueron obtenidos para diferentes temperaturas, con el objeto de favorecer el fallo por clivaje a temperaturas más bajas. Aplicando este modelo al caso de las probetas entalladas mediante micromecanizado, nunca se alcanzaron las condiciones de fractura por clivaje, fuese cual fuese la configuración de la entalla, debido a la baja concentración de tensiones originada en el frente de la entalla durante el ensayo SPT, en el que las cargas de compresión del punzón producen plastificación y retardan la rotura de la probeta. Sin embargo, en el caso de las probetas entalladas mediante láser, el modelo pudo predecir el fallo por clivaje, cumpliendo todos los criterios exigidos por el modelo de fallo. Concluyeron por tanto que la geometría de las probetas micromecanizadas

imposibilitaba la fractura por clivaje incluso a temperaturas muy bajas, de acuerdo con el modelo de fractura frágil utilizado.

Como resumen de estos trabajos previos, podría concluirse que las mejores condiciones para obtener estados tensionales altamente triaxiales en el frente de entalla serían el mecanizado mediante láser (entalla más aguda), profundidad relativa de entalla (a/t) de 0.5 con un espesor de probeta de 1 mm. No obstante, incluso bajo estas condiciones, el valor de triaxialidad de la probeta SPT ($\xi = 2$, [89–91]) estaría muy por debajo del característico de un ensayo normalizado, que podría situarse en torno a $\xi = 4$.

El micromecanizado es una técnica que utiliza una herramienta de corte en forma de V con un ángulo de 30° y un radio de curvatura en su vértice de $100 \mu\text{m}$. Las entallas producidas mediante esta técnica presentan un radio medio en la punta de unos $115 \mu\text{m}$ y una distancia entre los flancos de la entalla en la superficie de unos $250 \mu\text{m}$, aunque estas dimensiones pueden variar ligeramente en función de la profundidad de entalla. La figura 2.12.a muestra un esquema de la probeta entallada por micromecanizado, mientras que la figura 2.12.b muestra una imagen obtenida en el MEB del perfil de la entalla. Las ventajas del empleo del micromecanizado son la uniformidad de la entalla, la precisión en cuanto a su profundidad y el bajo coste, al menos relativo, respecto a las técnicas láser. La principal desventaja radica en que no es posible conseguir entallas agudas. Esta tipología de entalla fue utilizada por E. Cárdenas en su Tesis Doctoral [48], realizada también en la Universidad de Oviedo y defendida en el año 2010.

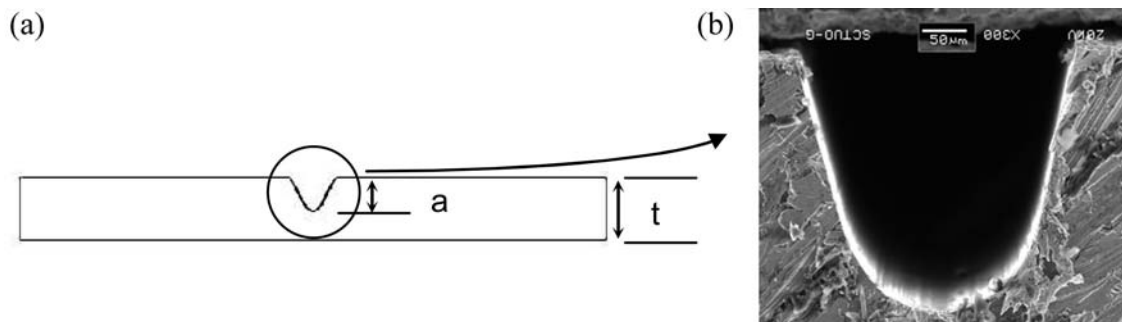


Figura 2.12: (a) Esquema de la entalla obtenida por micromecanizado (b) Imagen en el MEB de una sección media de la probeta (Fuente: Tesis de E. Cárdenas [48])

El mecanizado por láser resulta más complejo que el micromecanizado, y sus características dependen de los parámetros utilizados. La figura 2.13.a muestra la sección transversal, observada en el MEB, de una probeta entallada mediante láser, que también fue utilizada por E. Cárdenas en su Tesis Doctoral [48]. Se aprecia perfectamente como es posible obtener una entalla mucho más aguda que en el caso de micromecanizado, con un radio en la punta en torno a $10 \mu\text{m}$. Esta es precisamente la principal ventaja de la técnica láser, que como desventaja muestra su dificultad para obtener precisión en la profundidad y geometría de la entalla. De hecho, en el citado trabajo [48], las probetas entalladas mediante láser fueron finalmente descartadas para el análisis tras varios intentos fallidos de ajuste de parámetros.

Más adelante, ya durante los trabajos correspondientes a la presente Tesis, se intentó nuevamente fabricar entallas mediante la tecnología de femtoláser, que básicamente

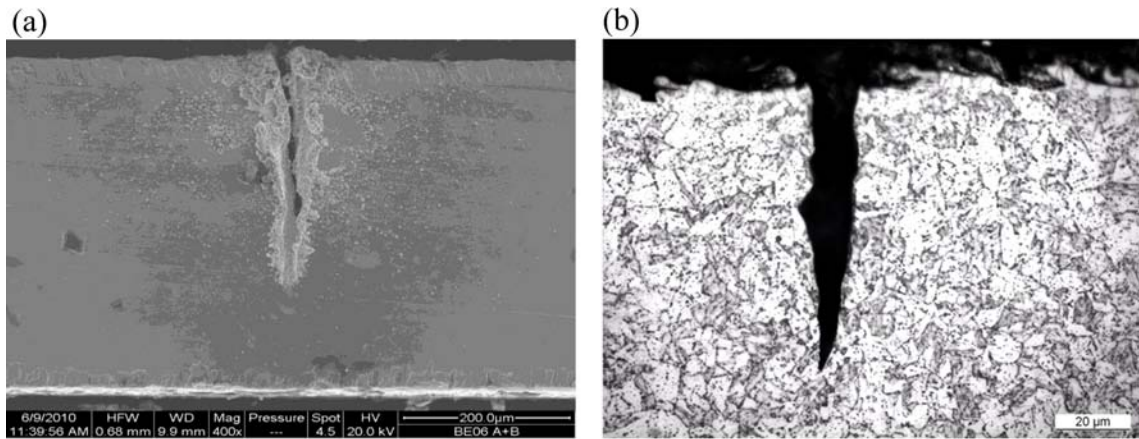


Figura 2.13: Imágenes en el MEB de probetas SPT entalladas con diferentes tecnologías láser: (a) Láser [48] (b) Femtoláser

consiste en un láser que es disparado con pulsos ultra rápidos (del orden de femtosegundos), de manera que se elimina material sin apenas producir calentamiento. El femtoláser fue capaz de producir entallas con un radio en la punta de tan sólo $5 \mu\text{m}$ y una separación de flancos en superficie de $10 \mu\text{m}$. La figura 2.13.b muestra el perfil de este tipo de entalla. Con esta nueva técnica no se lograron solucionar los problemas mencionados para el láser convencional, y nuevamente las entallas mostraron una profundidad irregular, como se refleja de forma gráfica en la figura 2.14, que muestra un detalle de la sección entallada tras haber roto el ligamento resistente de forma frágil utilizando nitrógeno líquido. Además, en las probetas en las que se consiguió una profundidad de entalla similar a la requerida, el comportamiento a fractura fue muy parecido al obtenido con el micromecanizado [99, 104]. La figura 2.15 muestra una comparativa de las curvas SPT de un acero CrMoV obtenidas sobre probetas sin entalla, con entalla micromecanizada y con entalla conseguida mediante láser. Por todo lo comentado, tanto en la Tesis de Cárdenas [48] como en la que ahora se presenta, se han utilizado probetas con entalla longitudinal obtenida por micromecanizado.

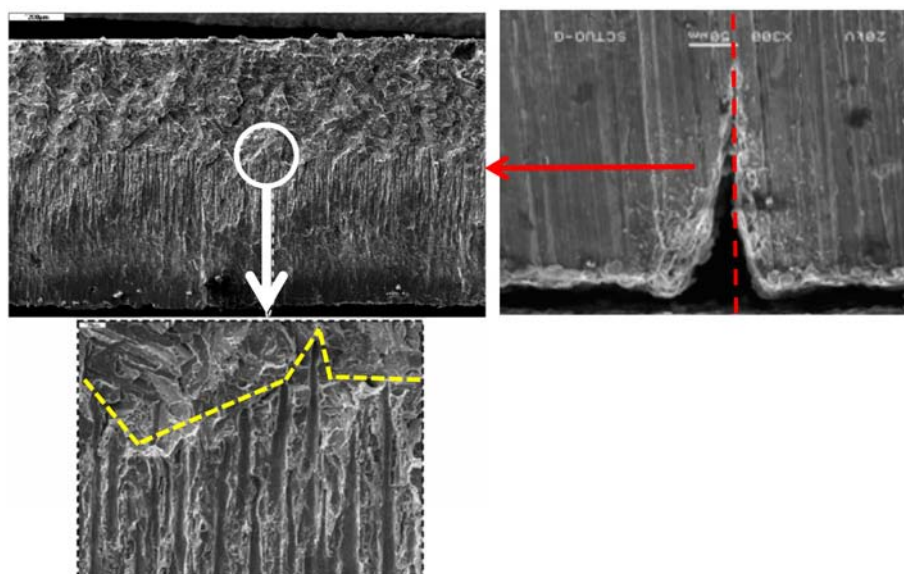


Figura 2.14: Detalle de la irregularidad en el perfil de entalla fabricada mediante femtoláser

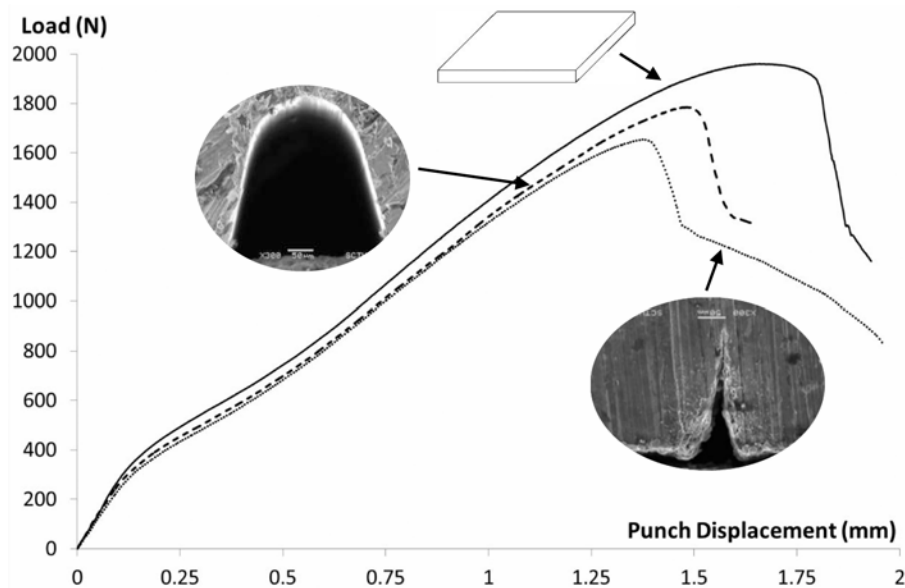


Figura 2.15: Curvas SPT de probetas sin entalla, con entalla micromecanizada y con entalla realizada mediante femtoláser (acero CrMoV)

Una vez definido el tipo de entalla y su tecnología de fabricación, la siguiente decisión está relacionada con la profundidad relativa de entalla, a/t . Los estudios de Peñuelas et al. [90, 91] concluyeron que la triaxialidad en el frente de la entalla aumentaba al hacerlo la relación a/t . Tanto en la Tesis de Cárdenas como en la presente, se estudió la posibilidad de trabajar con relaciones $a/t=0.3$, $a/t=0.4$ y $a/t=0.5$. La figura 2.16 muestra una comparativa entre las curvas SPT obtenidas tras el ensayo de probetas entalladas mediante micromecanizado pero con diferentes profundidades de entalla, recogida en la Tesis de Cárdenas [48]. El material de ensayo fue una ZAT simulada de un acero API X70, empleado en la construcción de tuberías para gasoductos. Se observó que para profundidades de entalla relativas, a/t , superiores a 0.4, la curva SPT dejaba de presentar su forma característica, pasando a tener la que mostrarían dos mitades de probeta trabajando separadamente [46], por lo que se decidió trabajar con relaciones de $a/t=0.3$ y $a/t=0.4$.

Aunque son varios los métodos recogidos en la bibliografía, referidos a la estimación de la tenacidad a fractura mediante probetas SPT entalladas, en su descripción, y al objeto de clarificar las distintas ideas, los clasificaremos del siguiente modo:

1. Métodos basados en el cálculo del factor de intensidad de tensiones.
2. Métodos energéticos.
3. Métodos basados en el concepto de CTOD.
4. Métodos numéricos directos.
5. Métodos numéricos indirectos.

A continuación se describe brevemente cada uno de estos métodos, junto con las referencias más relevantes.

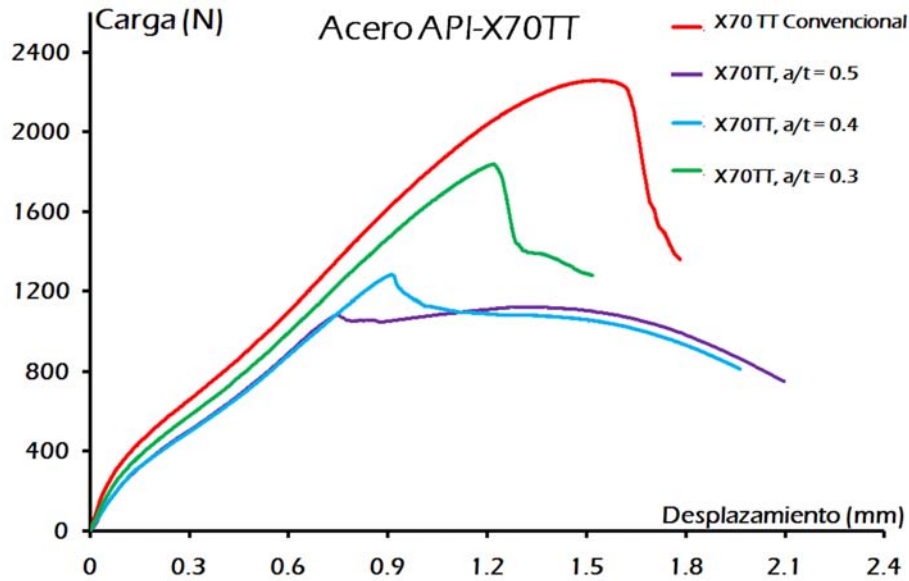


Figura 2.16: Curvas SPT obtenidas mediante probetas convencional y con entallas micromecanizadas para uno de los materiales estudiados por Cárdenas [48]

2.2.2. Métodos basados en el cálculo del factor de intensidad de tensiones

Ju et al. [85], en 2003, fueron pioneros en utilizar probetas *small punch* entalladas. En su estudio sobre aceros ASME SA 508 Clase 3 para reactores nucleares, utilizaron probetas de sección cuadrada con una pequeña entalla pasante localizada en el centro, como se muestra en la figura 2.17. La entalla fue mecanizada mediante corte por hilo. Calcularon de forma teórica el factor de intensidad de tensiones, K , para esa configuración, y obtuvieron su valor crítico en el momento de inicio de grieta. La ecuación 2.30 muestra la expresión obtenida de forma analítica, donde P_i es la carga que produce el inicio de agrietamiento, ν es el coeficiente de Poisson del material, t es el espesor inicial de la probeta, c es el radio del agujero de la matriz inferior, b es el radio de contacto punzón-probeta (que se incrementa con la carga aplicada) y $2a$ es la longitud de la entalla.

$$K_c = \frac{3 P_i (1 + \nu)}{2 \pi t^2} \left(\ln \frac{c}{b} + \frac{b^2}{4c^2} \right) \sqrt{a} \quad (2.30)$$

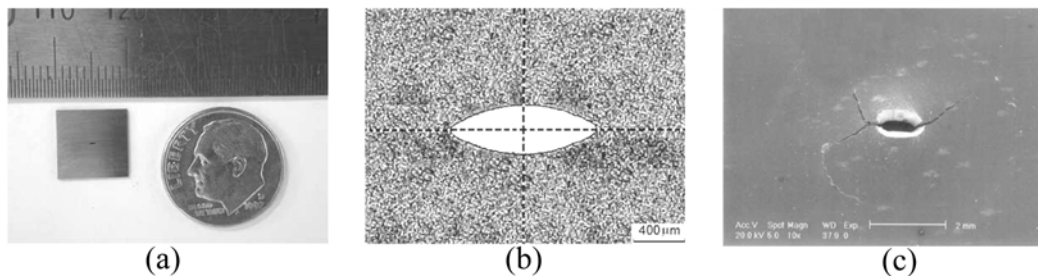


Figura 2.17: (a) Geometría de la probeta *small punch* (b) Configuración de la entalla (c) Imagen en el MEB de una probeta ensayada (Estudio de Ju et al. [85])

Estos investigadores llevaron a cabo ensayos interrumpidos en diferentes niveles de carga.

El punto de inicio del crecimiento de grieta fue determinado de manera experimental comparando registros obtenidos mediante emisiones acústicas, junto con el análisis de las curvas carga-desplazamiento y las observaciones en el MEB de las probetas. Sus ensayos fueron llevados a cabo a temperatura ambiente y a la temperatura de nitrógeno líquido (-196 °C). La tabla 2.1 muestra los resultados obtenidos mediante SPT y los correspondientes al uso del método de la curva maestra recogido en la norma ASTM E1921 [105].

	SP TEST		MASTER CURVE		
	-196 °C	25 °C	-196 °C	25 °C	T_0 (°C)
SA 508-1	38.19	57.03	35.75	245.96	-64.5
SA 508-2	35.03	52.55	33.61	243.99	-40.0
SA 508-3	41.02	59.43	37.02	249.21	-75.0

Tabla 2.1: Resultados obtenidos por Ju et al. [85]: Valores de tenacidad a fractura [$\text{MPa}\sqrt{m}$] obtenidos mediante SPT y mediante el método de la curva maestra (ASTM E1921 [105])

Como puede observarse, para la temperatura de -196 °C, el material tuvo un comportamiento frágil y los resultados obtenidos mediante SPT fueron ligeramente superiores a los obtenidos mediante ensayos normalizados, algo esperable debido al diferente nivel de constricción (efecto tamaño). Sin embargo, a temperatura ambiente, el material presentó un comportamiento dúctil, y la tenacidad a fractura obtenida mediante SPT resultó ser inferior a la obtenida en los ensayos normalizados. En este caso, las diferencias fueron debidas al uso de un parámetro elástico, K , en el ensayo SPT, en el que el comportamiento del material fue eminentemente elasto-plástico. De este modo, el efecto de la plasticidad producida en el frente de grieta no fue tenido en cuenta en la estimación mediante *small punch*, algo que resulta imperativo en los materiales con comportamiento dúctil, que deben ser caracterizados mediante parámetros elasto-plásticos, como la integral J o el $CTOD$.

Cuesta et al. [44, 95], basándose en los estudios previos de Peñuelas et al. ya descritos en la sección 2.2.1, también analizaron la idoneidad de diferentes configuraciones de entalla en probetas SPT (figura 2.18.a), decantándose por la entalla longitudinal no pasante, atendiendo tanto a criterios científicos como prácticos. La figura 2.18.b muestra un esquema y una sección transversal de una probeta provista de ese tipo de entalla, que fue mecanizada mediante láser.

Estos investigadores basaron su propuesta de estimación de tenacidad a fractura, utilizando las probetas descritas en la sección 2.2.1, en la utilización de diagramas de evaluación del fallo (FAD, *Failure Assessment Diagram*). Su metodología se esquematiza en la figura 2.18.c.

El diagrama FAD es una representación de la envolvente del punto de fallo de una estructura agrietada (probeta SPT entallada, en este caso), definido en términos de dos parámetros: el ratio de tenacidad, K_r , y el ratio de carga, L_r . El primero se define como el cociente entre el factor de intensidad de tensiones aplicado, K_I , y la tenacidad a fractura del material, K_{mat} (expresión 2.31). El ratio de carga, por su parte, es el cociente entre la carga aplicada (en el caso de la metodología propuesta, la carga que produce el inicio de grieta), P_{apl} , y la carga de colapso plástico, P_U (expresión 2.32).

$$K_r = \frac{K_I}{K_{mat}} \quad (2.31)$$

$$L_r = \frac{P_{apl}}{P_U} \quad (2.32)$$

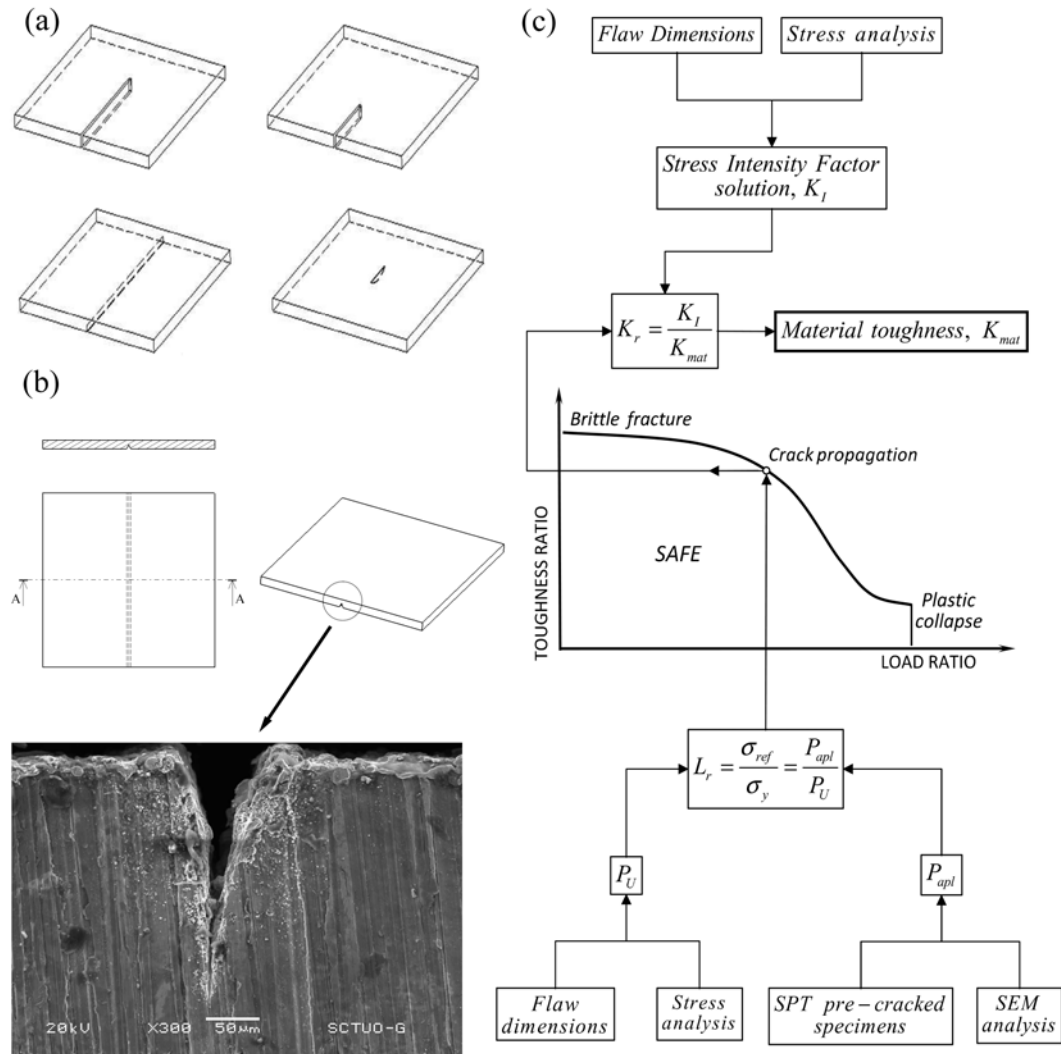


Figura 2.18: Metodología propuesta por Cuesta et al. [44, 95]: (a) Configuraciones de probeta analizadas (b) Esquema e imagen de la sección transversal de la tipología de entalla utilizada (c) Esquema metodológico

Tanto el factor de intensidad de tensiones, K_I , como la carga de colapso plástico, P_U , fueron calculados mediante simulación numérica del ensayo SPT. No obstante, para facilitar la metodología, Cuesta et al. desarrollaron una superficie de respuesta para calcular directamente P_U a partir de las propiedades elastoplásticas del acero utilizado. Además de en la Tesis Doctoral de Iván Cuesta [44], el desarrollo detallado de esta superficie de respuesta se puede analizar en [97]. Estos investigadores también obtuvieron una expresión para el cálculo de K_I en función de la profundidad relativa de entalla, a/t , y de la carga aplicada. Así mismo, propusieron una metodología para estimar los parámetros elastoplásticos mediante probetas SPT sin entalla, para los casos en los que el material disponible no fuera suficiente para realizar ensayos de tracción normalizados.

Por su parte, para calcular la carga P_{apl} , de inicio de agrietamiento, probaron tres técnicas diferentes: observación en el MEB de probetas entalladas cuyos ensayos fueron interrumpidos a diferentes niveles de carga; evaluación de la pendiente de la curva carga - desplazamiento obtenida durante el ensayo, situando el inicio del agrietamiento cuando dicha pendiente comienza a caer en la zona III; análisis de la pérdida de rigidez de la probeta mediante la realización de descargas parciales a lo largo del ensayo. Fue esta última técnica, análoga al método de la flexibilidad de los ensayos normalizados [83], la que establecieron como más idónea.

Finalmente, para obtener el ratio de tenacidad K_r y poder trazar la curva del diagrama FAD, emplearon tres metodologías diferentes, todas ellas contempladas en los códigos de integridad estructural más utilizados [106–108]. En una de estas metodologías, la de mayor precisión, fue necesario nuevamente recurrir a la simulación numérica para calcular el valor de la integral J en el frente de la entalla. Una vez conocido el valor de K_r , se puede calcular la tenacidad a fractura, K_{mat} , utilizando el resto de parámetros obtenidos (P_U , P_{apl} y K_I). La metodología fue validada experimentalmente con un acero inoxidable martensítico 15-5 PH-1025, de comportamiento dúctil.

2.2.3. Métodos energéticos

Lacalle et al. [86] fueron los pioneros en la utilización de probetas SPT entalladas en España, y propusieron en 2008 una metodología basada en cálculos energéticos realizados sobre los registros carga-desplazamiento obtenidos en los ensayos SPT de probetas entalladas. Para ello se inspiraron en el método multi-probeta recogido en la propuesta de norma para determinar la tenacidad a la fractura ESIS P2-92 [84]. Las probetas SPT, de sección cuadrada, fueron entalladas lateralmente mediante electroerosión por hilo. Con esta técnica, es posible obtener un radio en la punta de la entalla de $150 \mu m$. La figura 2.19 muestra la tipología de probeta utilizada. Los materiales utilizados en su estudio fueron un acero ordinario de construcción naval Grado A y un acero estructural E690. Ambos materiales fueron caracterizados a fractura a temperatura ambiente mediante ensayos convencionales [84].



Figura 2.19: Probeta entallada utilizada por Lacalle et al. [86]

Por su parte, la figura 2.20 muestra un esquema de la metodología propuesta. En la figura 2.20.a se recoge esquemáticamente lo que sería el procedimiento de obtención de J en un ensayo convencional [84], en el que se utilizan las áreas encerradas bajo las curvas

1 (probeta real, con crecimiento de grieta) y 2 (probeta ideal sin crecimiento de grieta). La figura 2.20.b muestra el traslado de este esquema a la situación de los ensayos *small punch*. En este caso, el inicio de agrietamiento se localiza en torno a la carga máxima de la curva SPT. De acuerdo a esto, la curva 2 fue obtenida ensayando una probeta con longitud de entalla igual a la longitud final (a_f) alcanzada por la grieta de la probeta de la curva 1. En lugar de unir las dos curvas de manera análoga al esquema de la figura 2.20.a, simplificaron trazando una línea horizontal desde la carga máxima de la curva 2, tal y como aparece representado en la figura 2.20.b.

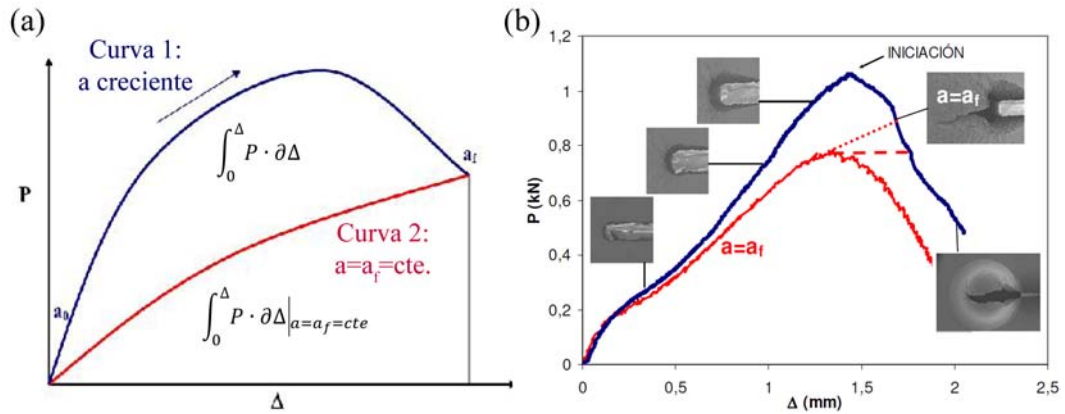


Figura 2.20: Esquemas de las metodologías utilizadas por Lacalle et al. [86]: (a) Método convencional [84] (b) Método SPT

Realizando ensayos con diferentes longitudes de entalla, los autores obtuvieron una colección de valores energéticos relacionados con distintos tamaños de grieta, que fueron transformados en valores de J utilizando la expresión 2.33, donde U es la energía bajo la curva 2, t el espesor de la probeta, b el ligamento resistente y C es un coeficiente ajustado experimentalmente que engloba el factor de constricción η [84] y el porcentaje de energía consumido en deformar otras zonas de la probeta no asociadas al crecimiento de la grieta. El procedimiento de cálculo de este parámetro C , propuesto por estos investigadores, se describe en la expresión 2.34.

$$J = \frac{C \cdot U}{t \cdot b} \quad (2.33)$$

$$C = 0.12 + \frac{58 \cdot (a - 3.0)}{\sigma_{ys}} \quad (2.34)$$

La figura 2.21 muestra una comparativa entre resultados obtenidos, para los dos tipos de materiales analizados, utilizando la metodología convencional [84] y la metodología SPT propuesta. Es destacable el buen ajuste que proporciona el método, al menos para los materiales analizados.

Tanaka et al. [88] también desarrollaron en 2009 una metodología SPT basada en conceptos energéticos para estimar la tenacidad a fractura de aceros CrMoV obtenidos por fundición. Estos autores utilizaron probetas SPT de sección cuadrada inicialmente provista de una pequeña entalla central pasante, mecanizada mediante electroerosión, a partir de la cual generaron dos grietas por fatiga, como se esquematiza en la figura 2.22. Se realizaron

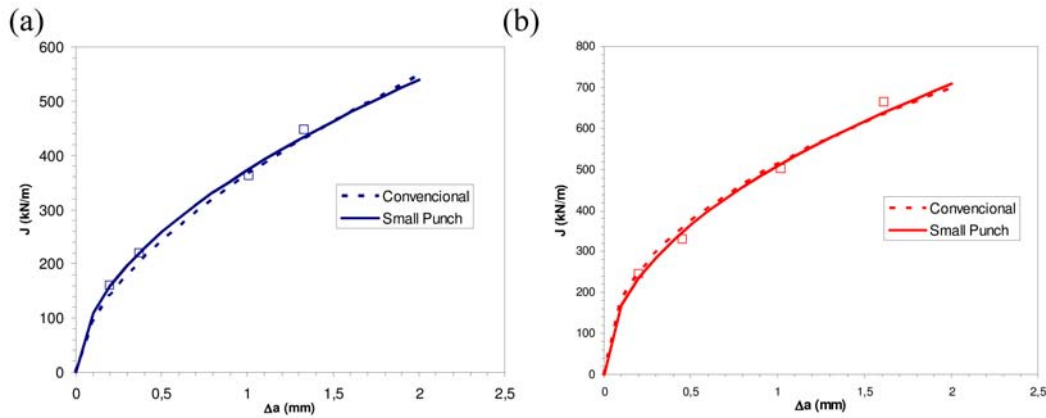


Figura 2.21: Curvas $J-\Delta a$ obtenidas por Lacalle et al. [86]: (a) Acero naval Grado A (b) Acero estructural E690

ensayos con los aceros CrMoV en diferentes condiciones: sometidos a envejecimiento térmico, tras un determinado periodo en servicio y en condiciones de suministro. Todos los ensayos fueron realizados a una temperatura de 550 °C.

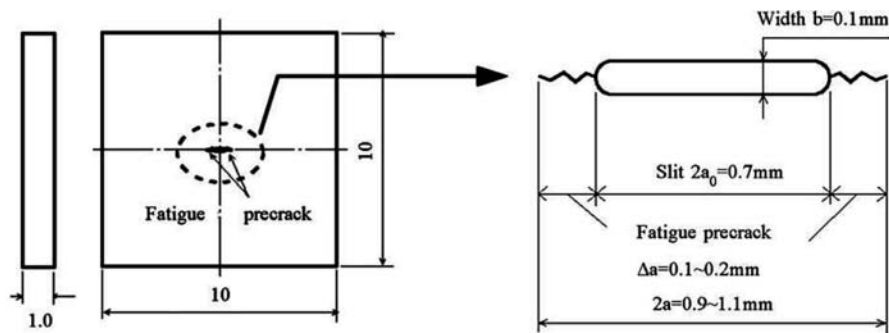


Figura 2.22: Probetas SPT utilizadas en el trabajo de Tanaka et al. [88]

La figura 2.23.a muestra un esquema de la metodología desarrollada en dicho trabajo. Para cada una de las condiciones, detectaron el inicio de grieta de los ensayos SPT mediante el método de caída de potencial, y calcularon en ese punto la energía SPT de fractura (E_{SP}), como se describe en la figura 2.23.b. Mediante elementos finitos, calcularon la densidad de energía de deformación en la punta de la grieta, W_{SP} , para ese nivel de energía E_{SP} , obteniendo una curva maestra $E_{SP} - W_{SP}$. Paralelamente, también por elementos finitos, desarrollaron una curva maestra relacionando la integral J de una probeta C(T) normalizada, con la densidad de energía de deformación en la punta de la grieta, W_{CT} . Teniendo en cuenta que las densidades de energía de deformación en ambos casos deben ser iguales, los autores obtuvieron finalmente una curva maestra que relacionaba E_{SP} con J_{IC} . Así, la figura 2.23.c muestra, de manera gráfica, la comparativa entre las estimaciones obtenidas siguiendo la metodología propuesta y los resultados de los ensayos normalizados, para cada uno de los materiales analizados. La bondad del método pareció muy dependiente del material analizado, por lo que los autores concluyeron que su efectividad dependía del comportamiento a fractura del material.

Ya en trabajos realizados en la Universidad de Oviedo, basándose en las consideraciones

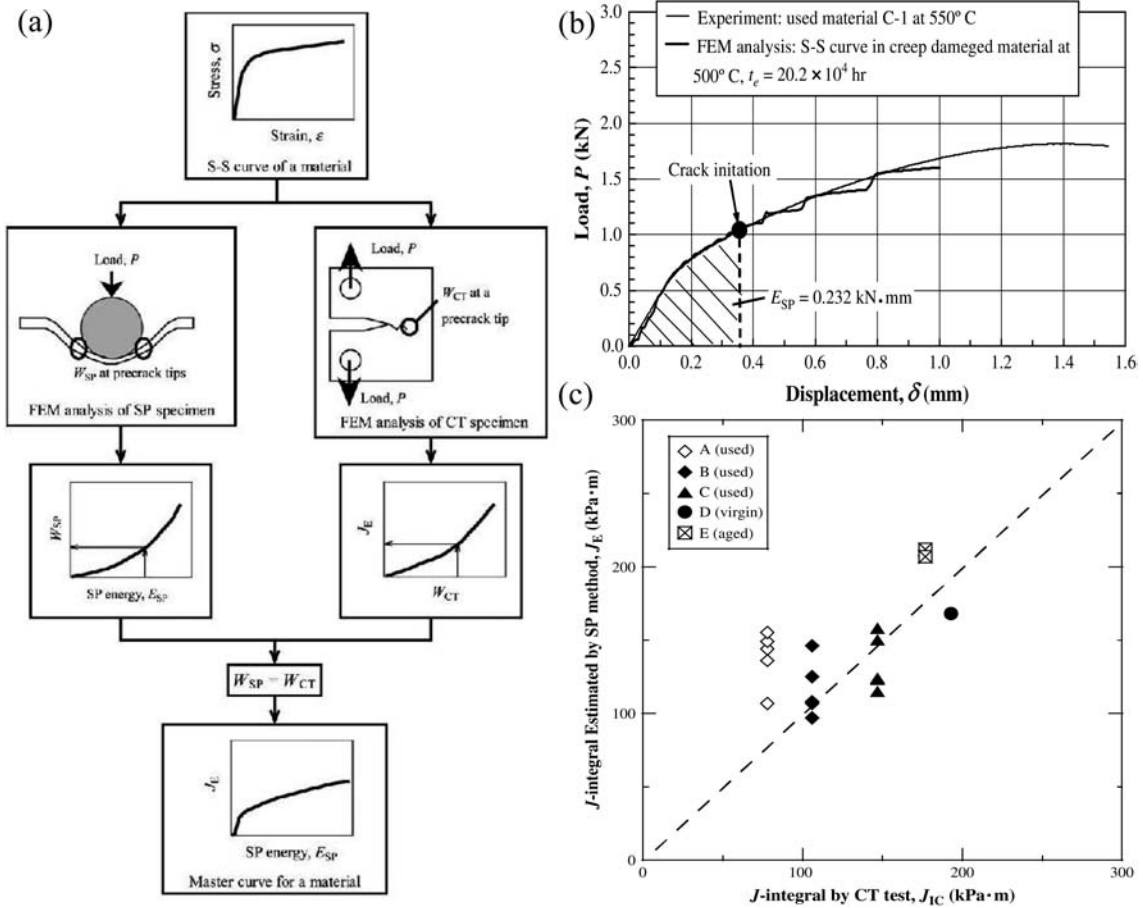


Figura 2.23: (a) Resumen de la metodología propuesta (b) Cálculo de la energía de fractura E_{SP} (c) Comparativa entre las estimaciones SPT y los resultados obtenidos mediante ensayos normalizados (Estudio de Tanaka et al. Tanaka et al. [88])

desarrolladas en la sección 2.2.1, Cárdenas y Rodríguez et al. [48,73] propusieron un método energético, basándose en la expresión 2.35 (cociente energía/área) para estimar la tenacidad a fractura J_{IC} , donde τ es un coeficiente de correlación empírico y W_{ini} es el área encerrada bajo la curva SPT hasta el momento de inicio de grieta. El método fue calibrado con dos aceros API X70: un metal base y su ZAT simulada mediante tratamiento térmico. La tipología de entalla que utilizaron estos autores, tal y como se ha descrito en la sección 2.2.1, fue longitudinal no pasante, con relaciones a/t de 0.3 y 0.4 y fabricada mediante micromecanizado.

$$J_{IC}[kJ/m^2] = \tau \cdot \frac{W_{ini}}{(t-a)^2} \quad (2.35)$$

Los autores realizaron ensayos SPT que fueron interrumpidos a diferentes niveles de desplazamiento del punzón, tras lo que se procedió a romper el ligamento resistente de las probetas de forma frágil, en nitrógeno líquido, para observar los mecanismos de fractura desarrollados. Tras la evaluación se concluyó que para los dos materiales ensayados, la grieta se originaba en la punta de la entalla, en la zona central de la probeta y extendiéndose en dirección radial, como se puede observar en la figura 2.24. Determinaron entonces que el área de crecimiento debería ser proporcional a $(t-a)^2$, de ahí el dividendo en la expresión 2.35.

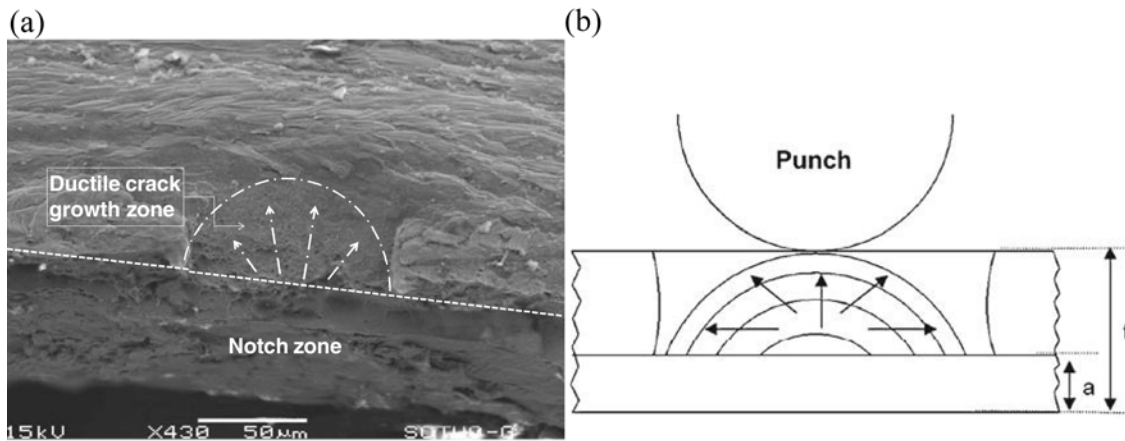


Figura 2.24: (a) Imagen al MEB de la sección transversal de una probeta SPT tras un ensayo interrumpido (b) Esquema representativo del crecimiento de grieta en la probeta (Fuente: Rodríguez et al. [73])

Para estimar el punto de inicio de grieta y calcular el parámetro W_{ini} , se basaron en las observaciones realizadas por Cuesta et al. [44,95] en las que el inicio del agrietamiento se estimaba en el punto de caída de la pendiente de la zona III de la curva. Comprobaron con observaciones al MEB de probetas de ensayos interrumpidos que, efectivamente, el inicio de grieta se producía en torno a ese punto. Calibrando el método para los dos aceros comentados, obtuvieron un coeficiente de correlación $\tau = 0.0485$, válido para relaciones a/t de 0.3 y 0.4. No obstante, los investigadores asumieron la necesidad de ensayar un mayor número de aceros para obtener una relación empírica concluyente y validar la metodología.

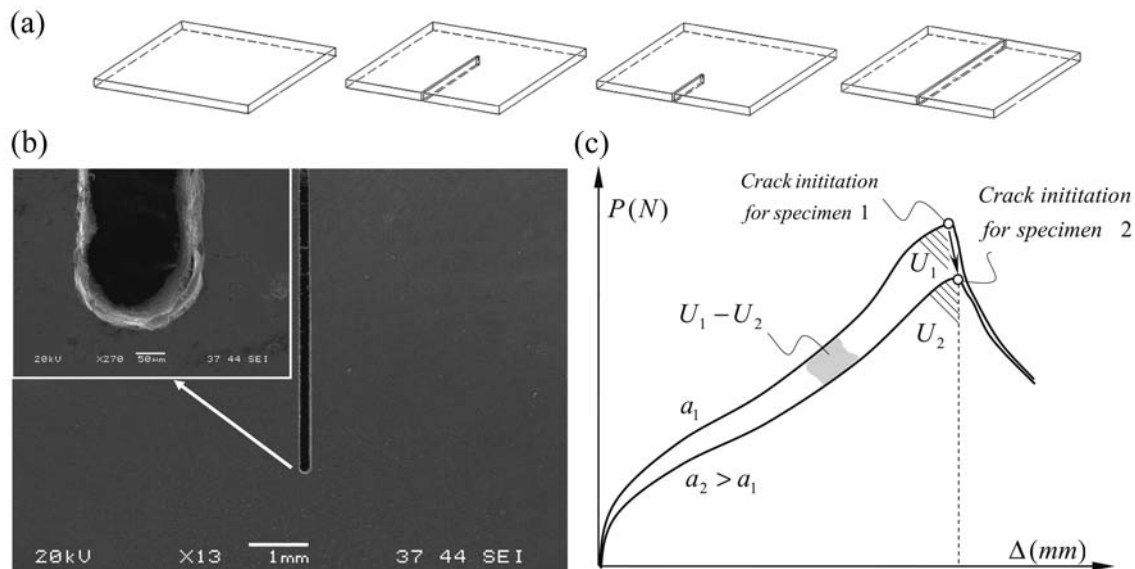


Figura 2.25: (a) Esquema de las probetas (b) Imagen al MEB de una probeta entalla con detalle del redondeo en la punta de la entalla (c) Esquema del método energético (Trabajos de Barbáchano [46] y Alegre et al. [102])

Barbáchano en 2012 [46] y Alegre et al. en 2014 [102] continuaron con el trabajo iniciado en la Universidad de Burgos por Cuesta et al. [44,95] y estudiaron tres metodologías diferentes para estimar mediante ensayos SPT la tenacidad a fractura: método energético, método

basado en el concepto de *CTOD* y método numérico directo. El acero utilizado fue el mismo que en el caso de Cuesta et al. [44,95]. Sin embargo, la configuración de entalla seleccionada fue la de una transversal pasante con diferentes longitudes, comprendidas entre 4 mm (antes de la línea de carga del punzón) y 10 mm (probeta separada en dos mitades). La figura 2.25.a muestra el esquema de una de estas probetas. Estas entallas fueron mecanizadas mediante microcorte por láser. La figura 2.25.b muestra imágenes en el MEB de la probeta. Para estimar los parámetros elastoplásticos del material, emplearon probetas sin entalla.

Las estimaciones de tenacidad a fractura obtenidas mediante SPT fueron comparadas con los resultados de ensayos convencionales sobre probetas compactas (C(T)) con tres espesores (B) diferentes: 20 mm, 10 mm y 5 mm (figura 2.26). De esta manera, obtuvieron valores de tenacidad comparativos para diferentes niveles de constricción, desde un estado tensional muy próximo a la deformación plana ($B = 20$ mm) hasta un estado próximo a la tensión plana ($B = 5$ mm).

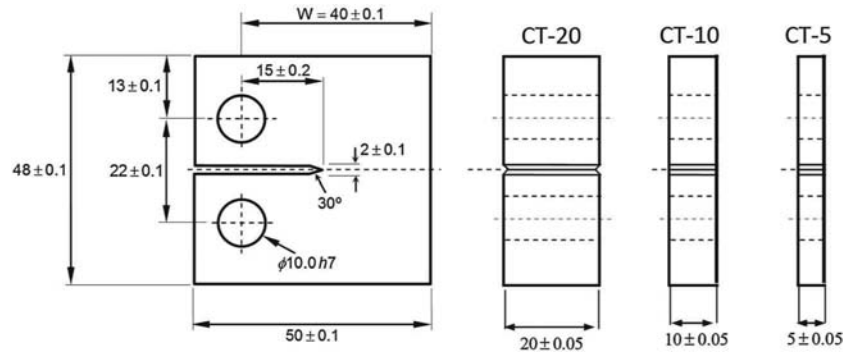


Figura 2.26: Diferentes probetas de fractura empleadas en los estudios de H. Barbáchano [46] y Alegre et al. [102]

En el método energético propuesto por estos autores se calculó la tasa de liberación de energía, G [109], comparando las curvas carga-desplazamiento obtenidas tras el ensayo *small punch* de probetas con diferentes longitudes de entalla. Pese a observar que el inicio de grieta se producía poco antes de que se alcanzara la carga máxima del ensayo, se asumió la simplificación de tomar la carga máxima como punto crítico para estimar el valor de energía necesario para producir la rotura. La figura 2.25.c muestra un esquema de esta metodología, mientras que la ecuación 2.36 muestra la expresión utilizada para calcular G , donde U_1 y U_2 son las áreas encerradas bajo las curvas SPT de dos probetas con diferentes longitudes de entallas, a_1 y a_2 , respectivamente, y t es el espesor inicial de la probeta. La tasa de liberación de energía fue tomada como valor de integral J para la comparativa con los resultados de los ensayos de fractura estándar.

$$G = -\frac{1}{t} \cdot \left(\frac{\partial U}{\partial a} \right)_{\Delta} = -\frac{1}{t} \cdot \left(\frac{U_2 - U_1}{a_2 - a_1} \right) = J \quad (2.36)$$

La figura 2.27.a muestra los resultados que los citados investigadores obtuvieron en los ensayos de tenacidad convencionales en función del espesor de la probeta. En este gráfico se aprecia muy bien cómo al disminuir el espesor aumenta la tenacidad. La figura 2.27.b ofrece una comparativa entre los resultados obtenidos y las estimaciones calculadas mediante SPT.

Los métodos *CTOD-max*, *CTOD-min* y *FEM* serán comentados más adelante, mientras que el método *Area* es el analizado en el presente apartado. Como puede observarse, las predicciones realizadas se encontraron muy próximas a los resultados obtenidos con la probeta de menor espesor, caracterizada por un menor nivel de constricción. Este método energético fue destacado por los autores como el más robusto de los propuestos, tratándose además de un método totalmente experimental y de muy sencilla aplicación.

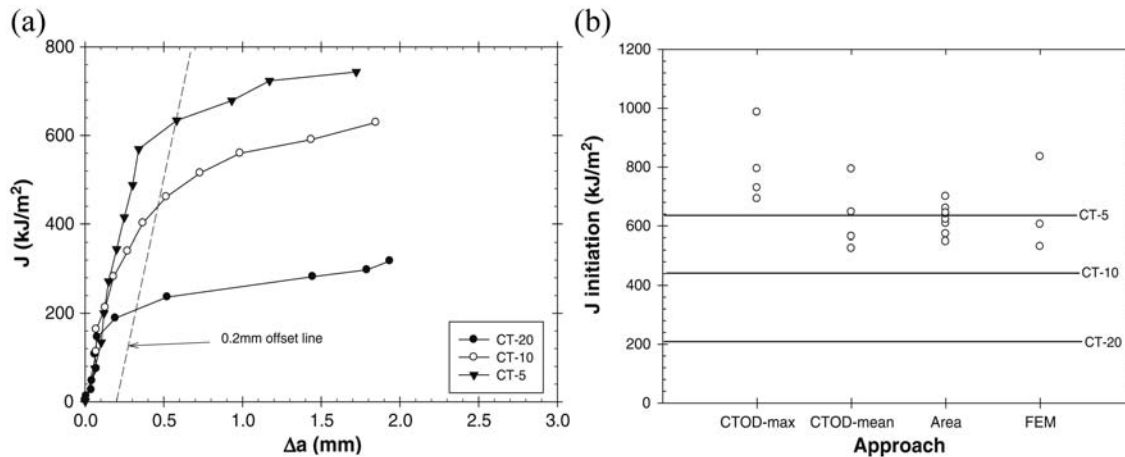


Figura 2.27: (a) Resultados de los ensayos de tenacidad sobre probetas C(T) (b) Resumen de las estimaciones obtenidas mediante SPT ([46,102])

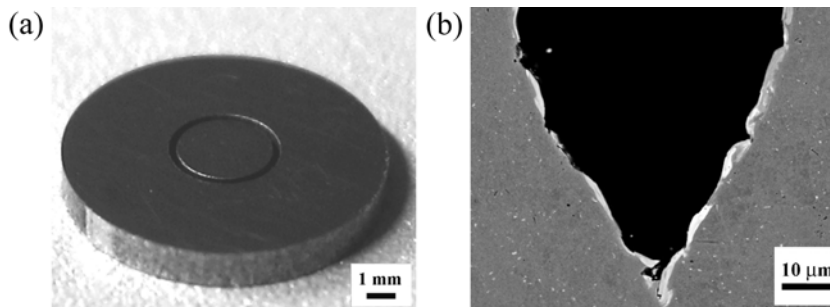


Figura 2.28: Tipología de probeta utilizada por Turba et al. [93]: (a) Vista general (b) Perfil de la entalla

En lo que respecta a métodos energéticos aplicados a probetas SPT entalladas, los esfuerzos de otros investigadores han ido encaminados hacia la estimación de la temperatura de transición dúctil-frágil (DBTT), más que hacia la estimación del valor concreto de tenacidad. De este modo, Turba et al. [93], utilizando un acero martensítico P91 (9Cr-1Mo) con aplicaciones para componentes de plantas de generación de energía y candidato para la IV generación de reactores de fisión nuclear. Ensayaron probetas SPT con una entalla circular afilada, como se muestra en la figura 2.28. El diámetro de esta entalla fue de 2.5 mm, coincidente con el diámetro del punzón, y la profundidad de la entalla fue de 0.5 mm, con un radio en la punta menor de 5 μm, y siendo 1 mm el espesor de la probeta. Utilizaron esta configuración en busca de un estado tensional axisimétrico próximo a la deformación plana. Para realizar una comparativa, realizaron también ensayos de probetas sin entalla con un espesor igual a la longitud del ligamento resistente de las probetas entalladas (0.5 mm). Las temperaturas de ensayo variaron desde -196 °C (nitrógeno líquido) hasta la temperatura

ambiente. La energía de fractura fue calculada, de acuerdo con el Código Europeo [3] (probetas sin entalla), como el área encerrada bajo el registro carga-desplazamiento hasta que se produce una caída del 20 % de carga tras carga máxima. Estos investigadores también realizaron un análisis numérico para estudiar los campos de tensiones a lo largo del espesor de las probetas y evaluar, por un lado, si la entalla propuesta funcionaba como concentrador de tensiones y, por otro, si su configuración podía ser optimizada.

La figura 2.29 muestra los resultados obtenidos por Turba et al. [93] en un trabajo publicado en el año 2011. En la figura 2.29.a se muestran las curvas SPT obtenidas para las probetas entalladas (1 mm de espesor) y las probetas sin entalla (0.5 mm de espesor), mientras que la figura 2.29.b muestra las energías de fractura correspondientes. Una de las conclusiones obtenidas en este trabajo fue que, pese a que la entalla había funcionado como concentrador de tensiones, la temperatura de transición dúctil-frágil correspondiente era muy similar a la estimada mediante probetas SPT sin entalla. También propusieron una mejora de la entalla, reduciendo su diámetro de 2.5 a 2 mm para coincidir con la zona de máxima tensión en la probeta.

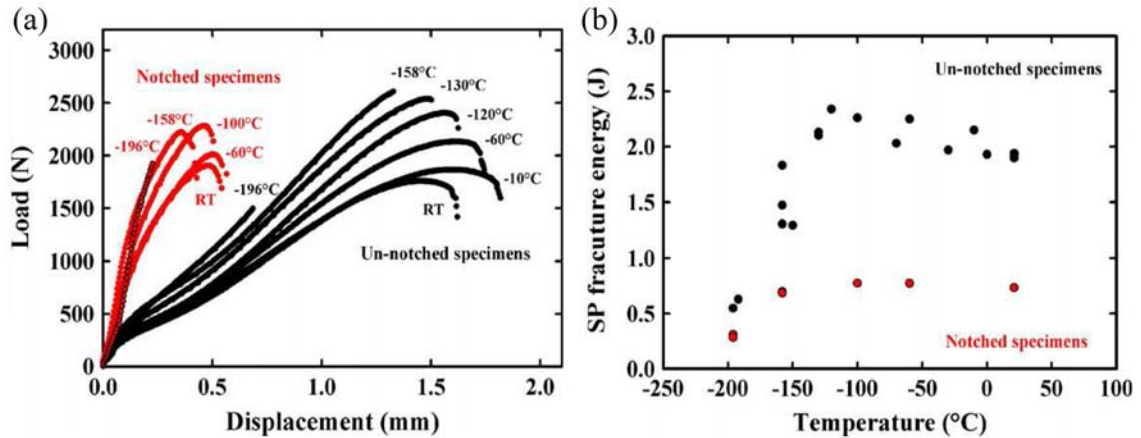


Figura 2.29: Resultados obtenidos por Turba et al. [93] en función de la temperatura de ensayo:(a) Registros carga-desplazamiento (b) Energías de fractura *small punch*

Adams et al. [101] han tratado de estimar recientemente la temperatura de transición dúctil-frágil de un acero A508 Clase 3 para reactores mediante ensayos *small punch* con probetas entalladas. En su caso, utilizaron probetas circulares con dos entallas, en las direcciones longitudinal y transversal (L+T), de pequeña profundidad ($50 \mu\text{m}$), como se muestra en la figura 2.30, que ellos mismos denominaron *scratches* (en inglés, arañazos). Los ensayos SPT fueron realizados a 7 temperaturas diferentes, desde $-196 \text{ }^\circ\text{C}$ hasta temperatura ambiente. A diferencia del procedimiento propuesto por el Código Europeo [3], la energía de fractura SPT fue calculada como el área encerrada bajo el registro carga-desplazamiento hasta la carga máxima. Para evaluar el efecto de la introducción de la entalla, los resultados obtenidos fueron comparados con los obtenidos mediante probetas SPT sin entalla, aunque a diferencia del trabajo de Turba et al. [93], las probetas sin entalla tuvieron el mismo espesor que las entalladas. Como se muestra en la figura 2.31, la tendencia en ambos tipos de probeta fue prácticamente coincidente, aunque la forma de la curva obtenida mediante probetas entalladas tuvo una forma más similar a la obtenida en ensayos Charpy. El análisis fractográfico de las probetas entalladas mostró que sólo a las temperaturas más bajas las

entallas funcionaron como iniciadores de grieta, concluyendo que sería conveniente modificar su profundidad o forma para mejorar los resultados.

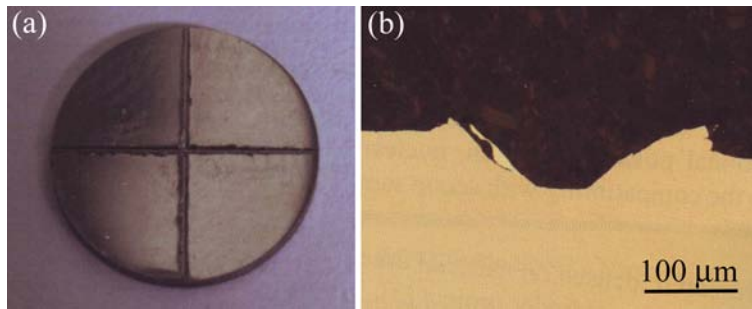


Figura 2.30: Tipología de probeta utilizada por Adams et al. [101]:(a) Vista general (b) Perfil de la entalla

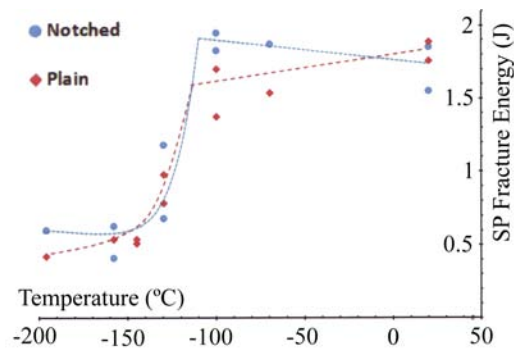


Figura 2.31: Energías de fractura SPT obtenidos por Adams et al. [101] para probetas sin entalla (*Plain*) y entalladas (*Notched*)

2.2.4. Métodos basados en el concepto de CTOD

Lacalle et al. [45, 92], fueron los pioneros en proponer una metodología de estimación de tenacidad a fractura basándose en el concepto de *CTOD* medido en el ensayo SPT (δ_{SPT}), utilizando probetas con grieta lateral pasante, ya descritas en la sección 2.2.1 (figura 2.19). Sobre ellas, realizaron ensayos interrumpidos, midiendo el *CTOD* del ensayos SPT, δ_{SPT} , como la abertura media entre las caras inferior y superior de la probeta, y asumiendo como valor de δ_{SPT} crítico, para comparar con los ensayos convencionales, el que producía el inicio de agrietamiento. Reconocieron problemas de tipo práctico a la hora de determinar el valor exacto de δ_{SPT} crítico. Tras realizar observaciones al MEB de diferentes ensayos interrumpidos y comparando las curvas obtenidas mediante simulación numérica (sin modelo de daño y por lo tanto sin agrietamiento) con las curvas experimentales, concluyeron que este punto de iniciación podría ser asumido como la discontinuidad en la pendiente una vez que comienza a caer la carga máxima, como se muestra en la figura 2.32.a. Los valores obtenidos fueron transformados en *J* mediante la expresión 2.37, en la que el parámetro d_n es un parámetro que depende de las propiedades de tracción del material [110]. La metodología fue calibrada con cuatro aceros estructurales, denominados 235JR, 355J2, 690QL y 890QL.

$$CTOD = \frac{d_n \cdot J}{\sigma_{ys}} \quad (2.37)$$

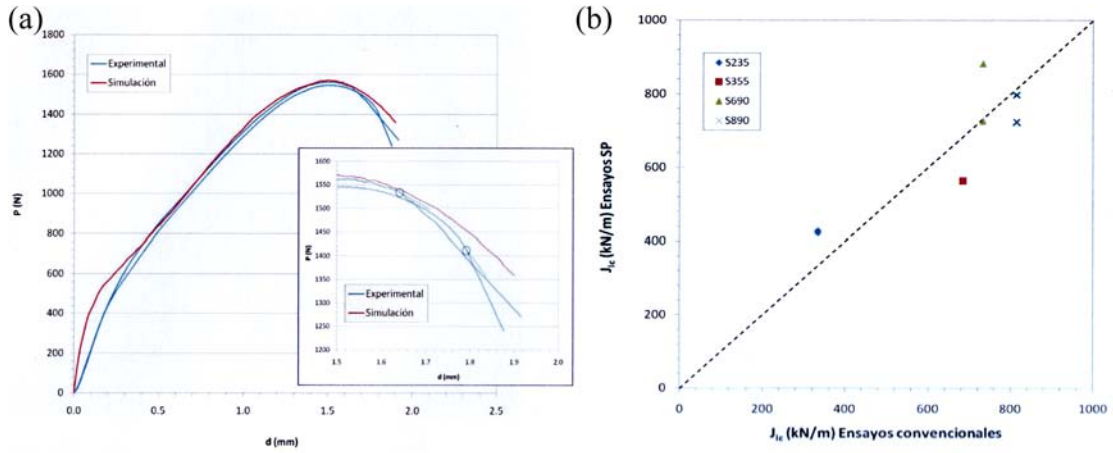


Figura 2.32: Estudios de Lacalle et al. [45, 92]: (a) Curvas experimentales y numéricas del acero S690QL (b) Comparación entre valores de J estimados mediante SPT y obtenidos en ensayos normalizados

La figura 2.32.b muestra la comparativa entre las estimaciones de J obtenidas mediante SPT y los resultados obtenidos en ensayos convencionales (alto nivel de restricción). Mediante un análisis por elementos finitos, concluyeron que la relación entre el desplazamiento del punzón y el parámetro δ_{SPT} era independiente del tipo de material utilizado. Para simplificar la metodología y evitar la necesidad de medir δ_{SPT} en el propio ensayo, propusieron unos ábacos que relacionaban el desplazamiento del punzón con δ_{SPT} , para diferentes longitudes de entalla, y que pueden ser consultados en [45]. Por último, estos autores también propusieron una relación empírica 2.38, relacionando el $CTOD$ crítico convencional, δ_{IC} , con el $CTOD$ crítico del ensayo *small punch*, δ_{SPT_ini} [92].

$$\delta_{IC} = 1.12 \cdot (\delta_{SPT_ini})^{1.392} \quad (2.38)$$

El segundo de los tres métodos propuestos por Barbáchano [46] y Alegre et al. [102] consistió en la medida del $CTOD$ producido en la probeta SPT en el momento de inicio de grieta, que se recuerda asumieron como la carga máxima del ensayo. La tipología de las probetas utilizadas por estos autores ya fue descrita en la figura 2.25 (sección 2.2.3). Los ensayos SPT fueron interrumpidos al alcanzar la carga máxima, con el objetivo de observar las probetas en el MEB para medir los parámetros necesarios para el cálculo del $CTOD$.

La figura 2.33.a muestra esquemáticamente cómo se realizaron las medidas experimentales para calcular el $CTOD$, mientras que la expresión 2.39 muestra cómo se realizó su cálculo, siendo d_0 el diámetro inicial del fondo de la entalla y d_f el diámetro tras llevar la probeta al nivel de deformación de la carga máxima. Este d_f fue medido en la parte más deformada de la probeta, como muestra la figura 2.33.a, para calcular $CTOD-max$, y también a lo largo del espesor de la probeta, para calcular $CTOD-mean$ (el valor medio de $CTOD$ a lo largo del espesor de la probeta). La figura 2.33.b muestra una imagen al MEB de la punta de la

entalla de una probeta llevada a carga máxima.

$$\delta_{SPT} = d_f - d_0 \quad (2.39)$$

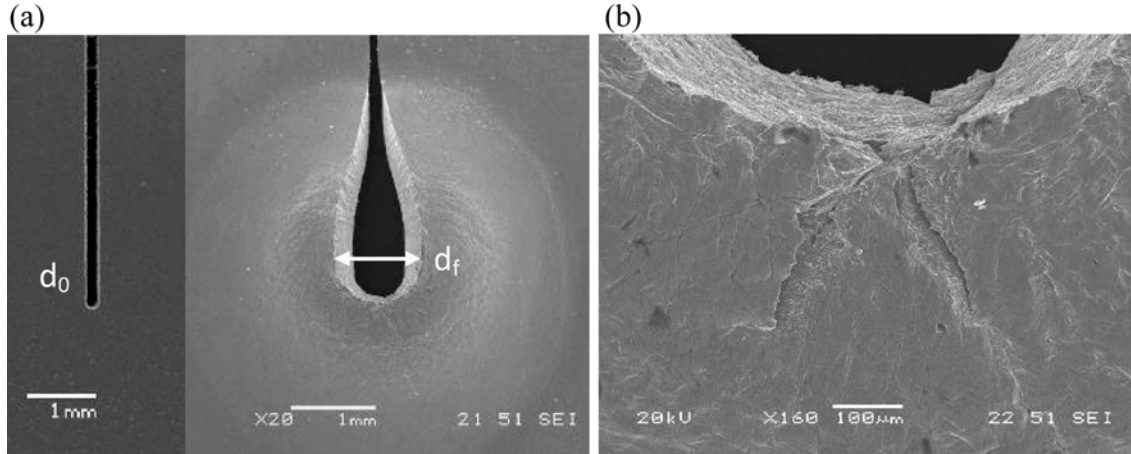


Figura 2.33: (a) Esquema de medida de CTOD en probeta SPT (b) Imagen al MEB de la punta de la entalla tras el inicio de crecimiento de grieta (Estudios de Barbáchano y Alegre et al. [46,102])

Los resultados obtenidos se mostraban en la figura 2.27 (sección 2.2.3), donde se puede ver una comparativa entre la integral J obtenida en los ensayos convencionales (para los tres espesores de probeta analizados por estos autores) y los valores de J estimados mediante $CTOD-max$ y $CTOD-mean$ (además de los resultados obtenidos mediante las otras dos metodologías propuestas). Para transformar los valores de $CTOD$ en J se utilizó la expresión 2.40, donde m es una constante que toma el valor 1 para tensión plana y 2 para deformación plana. Como puede observarse, los resultados SPT se aproximaron más a los obtenidos de manera convencional con las probetas de menor espesor (5 mm), que son las más próximas al estado tensional del ensayo SPT (cercano a tensión plana). Los autores señalaron como inconvenientes de esta metodología la dificultad de interrumpir los ensayos justo en el momento de máxima carga, así como la necesidad de utilizar el microscopio electrónico de barrido. También concluyeron que la elevada plasticidad en el frente de la entalla provoca que el valor de $CTOD$ medido sea muy sensible al momento de interrupción del ensayo. Este hecho, unido a la diferencia en las deformaciones entre las partes superior e inferior de la probeta, provocó la elevada dispersión de resultados.

$$CTOD = \frac{J}{m \cdot \sigma_{ys}} \quad (2.40)$$

2.2.5. Métodos numéricos directos

Cuesta et al. [87] propusieron una metodología de cálculo numérico directo de la integral J en la probeta SPT entallada utilizada en [86], en un trabajo conjunto entre las Universidades de Burgos y Cantabria. El cálculo de la integral J se encuentra implementado en la mayoría de códigos comerciales de elementos finitos, lo que simplifica la metodología. En el caso de

este trabajo, los datos de partida para implementar el modelo fueron los obtenidos en ensayos convencionales de tracción. Para validar la metodología se utilizó el mismo acero naval Grado A empleado por Lacalle et al. [86].

La integral de contorno J , por definición [111,112], es independiente del dominio. Debido a que el cálculo por elementos finitos es aproximado, esto no se cumple exactamente cuando se calcula J en el frente de la entalla. El criterio que utilizaron los investigadores fue el de tomar el valor de J cuando comienza a ser constante e independiente del camino de integración. La figura 2.34 ayuda a entender esta idea. En la figura 2.34.a se muestra un detalle de los caminos de integración tomados en torno a la punta de la entalla, mientras que en la figura 2.34.b se muestran los valores de la integral J para los diferentes caminos de integración de una de las probetas. Se observa como a partir de un determinado camino, la integral J se hace independiente del dominio.

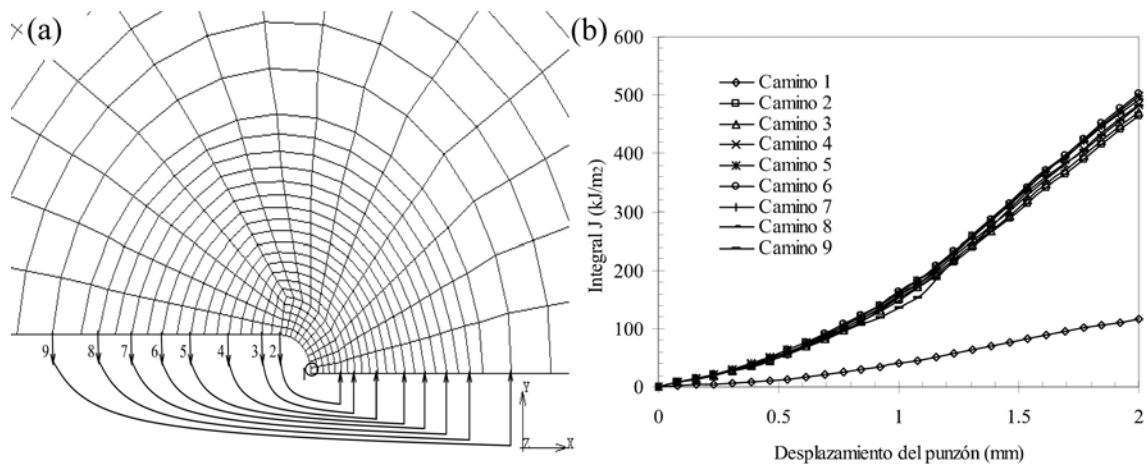


Figura 2.34: (a) Caminos de integración en torno a la punta de la entalla para el cálculo de J (b) Valores de J en función del camino de integración para una de las probetas (Estudio de Cuesta et al. [87])

Una de las claves de esta metodología radica en la determinación del momento del ensayo SPT en el que se produce el inicio de agrietamiento, para calcular el valor de J para ese nivel de desplazamiento de punzón. Como en la simulación numérica los autores no implementaron modelo de daño, y dicha simulación representó el comportamiento ideal de una probeta con una entalla que sufre deformación pero no se agrieta, estimaron que el inicio de agrietamiento se producía cuando la curva numérica se separaba de la experimental. Como alternativa, también calcularon el valor de J suponiendo que dicho inicio de grieta se producía en la carga máxima del ensayo.

La figura 2.35 muestra una comparativa entre los resultados obtenidos mediante SPT y los ensayos de fractura normalizados. Se representan con círculos los resultados obtenidos estimando el inicio de grieta cuando las curvas experimental y numérica se separan y con cuadrados los resultados obtenidos calculando J en carga máxima. Se observa como los primeros ofrecieron mejores estimaciones del valor de tenacidad a fractura J_{IC} .

Los autores también realizaron un análisis numérico de la triaxialidad (ξ , expresión 2.29) en el frente de la entalla, para diferentes longitudes de la misma. Obtuvieron un valor $\xi = 0.65$,

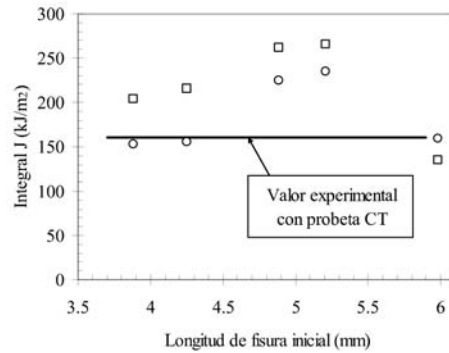


Figura 2.35: Comparativa entre los resultados obtenidos por Cuesta et al. [87] mediante ensayos normalizados y SPT

bastante alejado del valor típico de una probeta normalizada, que podría situarse en torno a $\xi = 4$. Concluyeron que sería interesante la búsqueda de una nueva geometría con un mayor nivel de triaxialidad, con el fin de realizar estimaciones más fiables del valor de tenacidad a fractura.

E. Cárdenas también incluyó en su Tesis Doctoral [48] un método de cálculo numérico directo de la integral J , basándose en otro trabajo desarrollado también en la Universidad de Oviedo por Montero et al. [113].

En el tercero de los métodos propuestos por Barbáchano [46] y Alegre et al. [102], se calculó de manera directa mediante elementos finitos la integral J en el frente de la entalla en el momento de carga máxima del ensayo (punto que asumieron como inicio de grieta). La figura 2.36 muestra un esquema de esta metodología. En dicha figura, la curva SPT obtenida mediante simulación numérica se ajusta perfectamente a la experimental hasta un punto próximo a la carga máxima, momento en el que ambas curvas se separan. Esto es debido a que no es necesario implementar modelo de daño y, por tanto, la simulación sólo reproduce el comportamiento del material hasta que se produce el agrietamiento.

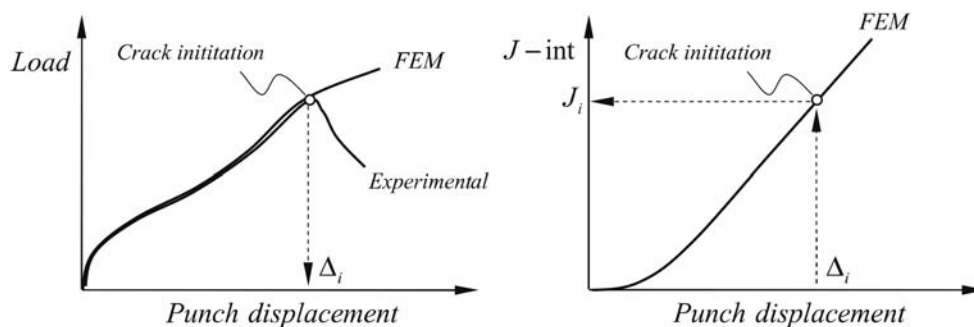


Figura 2.36: Esquema de la metodología para el cálculo numérico directo de la integral J mediante SPT [46, 102]

La figura 2.27 (sección 2.2.3) muestra los resultados obtenidos tras la aplicación de esta metodología, que al igual que en el caso del resto de metodologías propuestas por estos autores, se encontraron próximos a los obtenidos en los ensayos convencionales llevados a cabo con la probeta de menor espesor (CT-5).

Uno de los inconvenientes de este método, señalado por los propios autores, fue que debido a que el cálculo por elementos finitos es aproximado, el valor de la integral J varía en función del dominio elegido. Este efecto puede ser minimizado con el correcto ajuste del mallado del modelo. Además, como es lógico, para implementar el modelo del material de manera precisa es necesario disponer de información suficiente sobre su comportamiento a tracción (tensión-deformación).

2.2.6. Métodos numéricos indirectos

Además de los tres métodos que propusieron Barbáchano [46] y Alegre et al. [102], Barbáchano también propuso en su Tesis Doctoral [46] un método basado en la obtención de los parámetros del modelo de daño GTN (*Gurson-Tvergaard-Needleman*) [114–118] mediante el análisis de las curvas SPT y su posterior utilización para simular ensayos convencionales de fractura. Esta metodología, comúnmente denominada *cálculo numérico indirecto*, fue también utilizada por diferentes autores que trabajaron con probetas SPT sin entalla [119, 120]. Además, la implementación del modelo de daño GTN para simular el agrietamiento en los ensayos SPT ha sido muy utilizada en la literatura, siendo relativamente numerosas las referencias al respecto [79, 90, 91, 94, 121–124]. La metodología propuesta por Barbáchano se esquematiza en la figura 2.37. El material utilizado, así como la metodología descrita para los ensayos SPT y convencionales de fractura, fueron idénticos a los ya descritos en las secciones 2.2.3, 2.2.4 y 2.2.5.

Los parámetros elastoplásticos utilizados como *input* en la simulación fueron obtenidos mediante ensayos de tracción convencionales, mientras que los parámetros necesarios para implementar el modelo de daño se obtuvieron mediante la combinación de bibliografía y ensayos SPT. Uno de los problemas del modelo de daño es que se encuentra influido por el mallado utilizado, por lo que Barbáchano utilizó dos tipos diferentes (con el mismo tamaño mínimo de elemento): estructurado y desestructurado. Los resultados obtenidos tras la simulación numérica de las probetas convencionales, no fueron satisfactorios para ninguno de los mallados empleados.

Xu et al. [100] propusieron en 2013 un método que podría englobarse dentro de esta clasificación de métodos numéricos indirectos, aunque dicho método no utiliza exclusivamente probetas SPT, sino que es necesario también utilizar probetas de fractura miniatura. Lo que hicieron fue obtener numéricamente la tenacidad a fractura simulando probetas normalizadas. Para ello, utilizaron como *inputs* de la simulación los parámetros obtenidos mediante combinación de ensayos y simulaciones de probetas SPT y miniatura de fractura. Estos parámetros fueron los correspondientes a la distribución bi-paramétrica de Weibull propuesta por Beremin [125], que es un modelo de daño por clivaje. El material ensayado por estos autores fue un acero de baja aleación 16MnR, usado en la fabricación de vasijas a presión. Debido a la utilización de un modelo de daño frágil, los ensayos fueron realizados a una temperatura de $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$, para asegurar que la fractura del material se produjera mediante mecanismos de clivaje. Los resultados obtenidos fueron aceptables, pero cabe destacar que la metodología propuesta es muy limitada, al ser válida únicamente para aceros que se comporten de un modo totalmente frágil en el ensayo SPT.

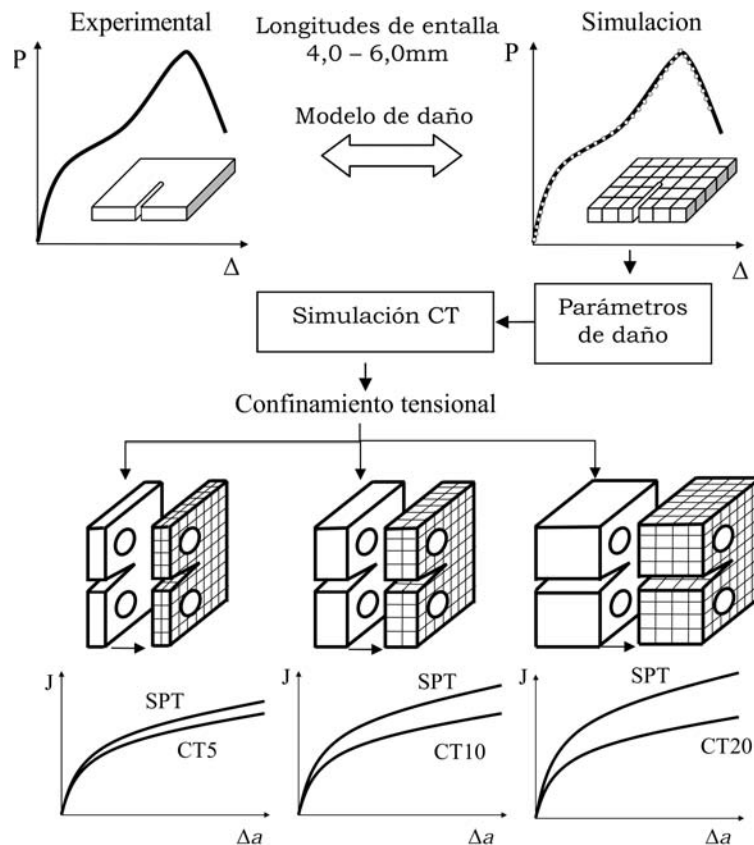


Figura 2.37: Esquema de la metodología para el cálculo numérico indirecto de la integral J mediante SPT [46]

2.2.7. Consideraciones finales

En la presente sección se ha presentado un completo resumen de las metodologías más relevantes de estimación de tenacidad a fractura mediante probetas SPT entalladas que se pueden encontrar a fecha de hoy en la literatura, haciendo especial hincapié en los trabajos realizados previamente en la Universidad de Oviedo.

Como ha quedado de manifiesto, existe un gran interés por parte de la comunidad investigadora en desarrollar una metodología que permita estimar de manera fiable la tenacidad a fractura de los aceros estructurales. En este sentido, el principal handicap radica en la diferencia entre el estado tensional de un ensayo normalizado y el del ensayo *small punch*. Así mismo, desde un punto de vista práctico, resulta compleja la determinación del momento crítico de inicio de agrietamiento en las probetas SPT.

La metodología basada en el cálculo del factor de intensidad de tensiones desarrollada por Ju et al. [85], descrita en la sección 2.2.2 podría descartarse a priori para el estudio de aceros con comportamiento dúctil, puesto que el parámetro K es puramente elástico. Además, que un material se comporte de manera frágil en un ensayo normalizado de tenacidad a fractura no asegura que vaya a ocurrir lo mismo en el ensayo SPT, debido al cambio en el estado tensional. Respecto a la metodología basada en diagramas de fallo FAD, propuesta por Cuesta et al. [44,95] (sección 2.2.2), su principal inconveniente radica en la necesidad de realizar simulaciones numéricas. Para estas simulaciones, es necesario disponer de modelos

del material lo suficientemente fiables, lo que hace inevitable la necesidad de realizar ensayos normalizados, al menos de tracción, lo que estaría en contra del espíritu del ensayo *small punch*, que pretende analizar las propiedades mecánicas cuando no se dispone de suficiente material. Pese a que existen alternativas para estimar los parámetros elastoplásticos mediante probetas SPT, al trabajar con estimaciones no estaríamos más que añadiendo un error al cálculo final de tenacidad. Este razonamiento sería aplicable igualmente a las metodologías basadas en cálculos numéricos de las secciones 2.2.5 y 2.2.6, con el añadido de que en el método numérico indirecto es necesario ajustar además los parámetros de un modelo de daño.

Por todo lo explicado, los métodos más interesantes, desde unos puntos de vista de sencillez, aplicabilidad y universalidad, serían los métodos energéticos (sección 2.2.3) y los basados en el concepto de *CTOD*. Especialmente estos últimos destacan por utilizar un parámetro físicamente medible y directamente relacionado con la tenacidad del material.

En la publicación titulada *Development of a new methodology for estimating the CTOD of structural steels using the small punch test*, presentada en la sección 4.2, se ha desarrollado una metodología para la estimación de tenacidad a la fractura mediante la medida del *CTOD* en probetas SPT con entalla longitudinal no pasante fabricada mediante micromecanizado.

2.3. El fenómeno de fragilización por hidrógeno y su análisis mediante SPT

La fragilización por hidrógeno es un proceso de degradación de las propiedades mecánicas de los aceros [126]. Su estudio es muy importante en el caso de equipamientos expuestos a condiciones agresivas, como recipientes o tuberías empleadas en industria energética [127–129], plataformas *off-shore* [130] o vehículos con pilas de hidrógeno [131, 132]. Es un problema que debe también ser tenido en cuenta durante el proceso de fabricación, puesto que el hidrógeno puede ser introducido durante procesos de soldeo o de recubrimiento electrolítico [133, 134].

Los mecanismos por los que el hidrógeno daña los aceros permanecen relativamente desconocidos. En general, la fragilización por hidrógeno puede ser clasificada en tres tipos [126]:

1. Formación de ampollas de hidrógeno: el hidrógeno reacciona con la superficie del acero formando ampollas que actúan como concentradores de tensión, provocando el agrietamiento. También se conoce como ataque por hidrógeno.
2. Fragilización por hidrógeno ambiental: las moléculas de hidrógeno presentes en el ambiente son adsorbidas por la superficie del acero, se disocian en átomos y son posteriormente absorbidas por la red del metal.
3. Fragilización por hidrógeno interno: el hidrógeno es introducido en el acero durante el proceso de fabricación.

El primer documento que recoge una metodología para analizar experimentalmente la fragilización por hidrógeno fue publicado por ASTM en 1974 [135]. Desde el punto de vista industrial, el ensayo más importante es el de tracción a baja velocidad de deformación (SSRT, *slow strain rate test*) [127, 131, 132, 136]. Sin embargo, diferentes investigadores han utilizado ensayos convencionales de tracción con buenos resultados [128, 137, 138]. Ambos tipos de ensayo han sido realizados tanto en el interior de ambientes agresivos, suministrando hidrógeno al acero durante el ensayo [131, 136], como de manera convencional tras una pre-carga de hidrógeno [130, 132, 133, 137, 138].

En lo que respecta al *Small Punch Test*, existen varias referencias sobre el análisis de diferentes fenómenos de corrosión [139–143]. Sin embargo, en el caso concreto de la fragilización por hidrógeno, que podría ser considerada como un caso particular de corrosión, no existe una bibliografía muy extensa [130, 144–148]. En un trabajo pionero publicado en 1988, Misawa et al. [144] desarrollaron un dispositivo de ensayo SPT para sumergir las probetas en soluciones acuosas a alta presión y temperatura para calcular la resistencia de un acero irradiado a la corrosión bajo tensión (SCC, *stress corrosion cracking*). Más recientemente, se han seguido dos estrategias para analizar el fenómeno de fragilización mediante SPT: pre-cargar las probetas de hidrógeno e inmediatamente después realizar el ensayo [130, 145]; cargar de hidrógeno las probetas durante el ensayo [146, 147, 149].

A continuación se presenta un resumen detallado del estado del arte en cuanto a metodologías de análisis de fragilización por hidrógeno mediante SPT.

2.3.1. Métodos basados en la pre-carga de hidrógeno de las probetas

En el año 2002, Komazaki et al. [145] estudiaron la influencia que tenía la adición de cobre sobre un acero de bajo carbono, utilizado en industria automovilística, en la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno. Para ello, analizaron el comportamiento del acero en diferentes situaciones de envejecimiento térmico. El hidrógeno fue cargado en las probetas SPT mediante electrólisis catódica durante 24h, para ser ensayadas de manera inmediata tras su extracción. Utilizaron el parámetro W_m (área encerrada bajo la curva hasta la carga máxima) para analizar la susceptibilidad, y también realizaron ensayos para medir el hidrógeno contenido en el acero en función del envejecimiento. Los resultados obtenidos con esta metodología fueron satisfactorios: el ensayo SPT fue capaz de diferenciar el comportamiento del material fragilizado.

La figura 2.38.a muestra el aspecto superficial de probetas SPT ensayadas, en las condiciones sin carga de hidrógeno (*non-charged*) y de pre-carga (*hydrogen charged*). Se observa claramente como el comportamiento pasa de ser dúctil, con una única gran grieta circunferencial, en el caso del material libre de hidrógeno, a frágil, con varias grietas radiales acompañando a la grieta circunferencial, en el caso del material pre-cargado. La figura 2.38.b muestra la comparativa de dos curvas SPT correspondientes a un acero sin hidrógeno y a otro pre-cargado, mientras que la figura 2.38.c muestra las energías W_m (llamadas E_{SP} en el artículo) obtenidas para diferentes tiempos de envejecimiento en las condiciones libre de hidrógeno y pre-carga.

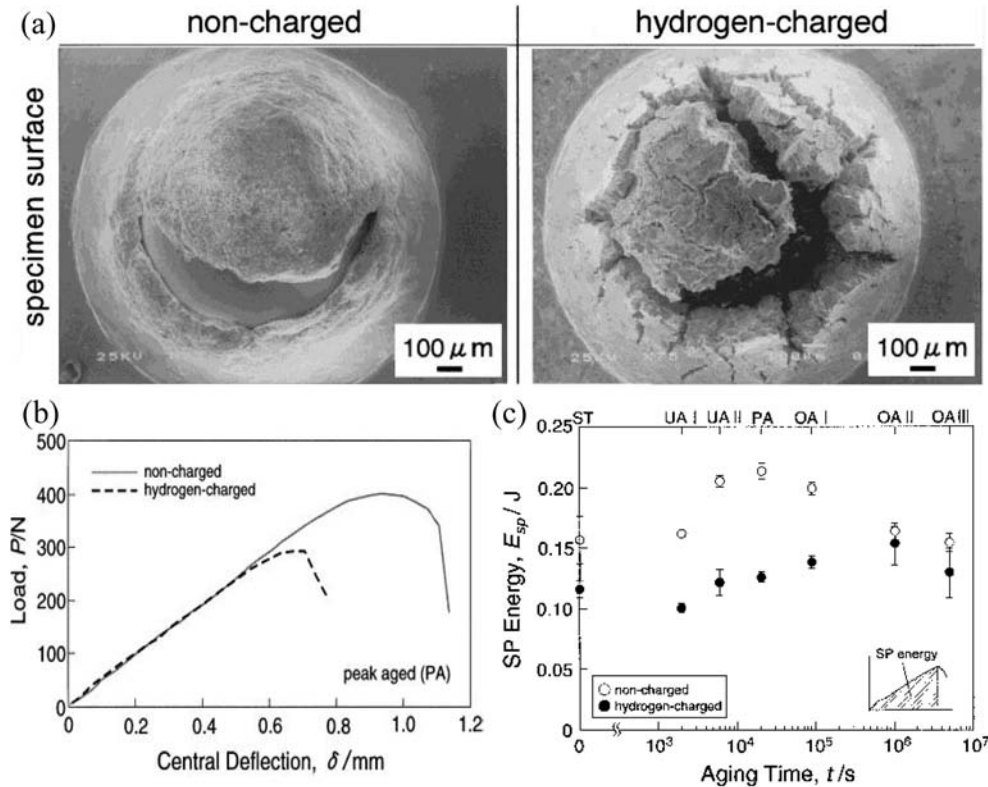


Figura 2.38: Estudio de Komazaki et al. [145]: (a) Superficies de probetas SPT ensayadas (b) Comparativa entre las curvas SPT de probetas libre de hidrógeno y pre-cargada (c) Energías W_m (denominadas E_{SP} en el artículo) obtenidas en función del hidrógeno y el tiempo de envejecimiento.

Más recientemente, en un estudio conjunto entre las Universidades de Cantabria y Oviedo [130], se analizó el comportamiento de un acero empleado en cadenas para plataformas *off shore*, de altas propiedades mecánicas, denominado R5, bajo carga catódica (corrosión) y protección catódica (fragilización por hidrógeno). Se realizaron ensayos convencionales de fractura con la probeta pre-cargada y posteriormente ensayada dentro de la solución fragilizadora, y los resultados fueron comparados con los obtenidos tras el ensayo de probetas SPT entalladas que habían sido cargadas con hidrógeno antes del ensayo. Las propiedades mecánicas a tracción fueron igualmente estimadas en condiciones de pre-carga de hidrógeno mediante probetas SPT sin entalla. Las expresiones utilizadas en las estimaciones SPT fueron las desarrolladas en la Universidad de Cantabria [45, 51, 63].

En cuanto a la metodología SPT, se probaron diferentes intensidades de corriente para la protección catódica (carga de hidrógeno de las probetas), y los ensayos fueron realizados con dos velocidades de desplazamiento diferentes. Para evaluar la difusión de hidrógeno producida durante los ensayos, se realizaron medidas de hidrógeno en las probetas SPT a diferentes intervalos de tiempo tras su extracción. La figura 2.39 muestra de manera gráfica los resultados de estas medidas, en las que se comprueba como el hidrógeno difunde parcialmente antes de finalizar el ensayo.

La figura 2.40.a muestra de manera gráfica los resultados obtenidos en las estimaciones de propiedades mecánicas a tracción. Como puede observarse, el hidrógeno no afectó significativamente al límite elástico y la resistencia a tracción del material. Sin embargo, tal y como puede

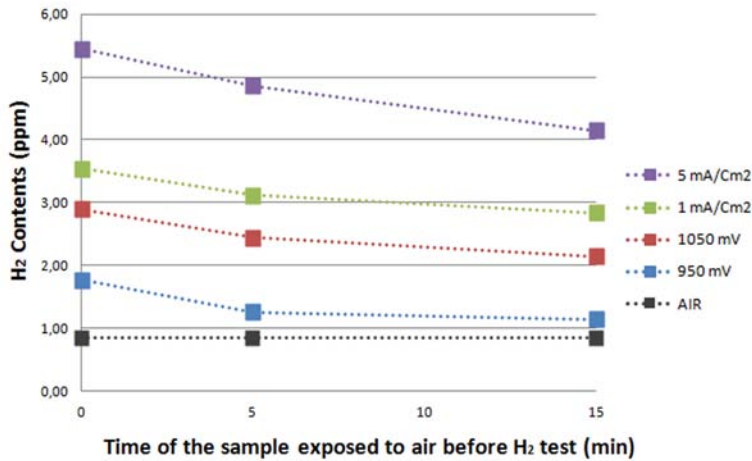


Figura 2.39: Resultados de las medidas de contenido de hidrógeno realizadas en [130]

comprobarse en la figura 2.40.b, en las estimaciones de tenacidad a fractura se detectó una merma importante debida al hidrógeno, especialmente en los ensayos llevados a cabo a una menor velocidad de desplazamiento.

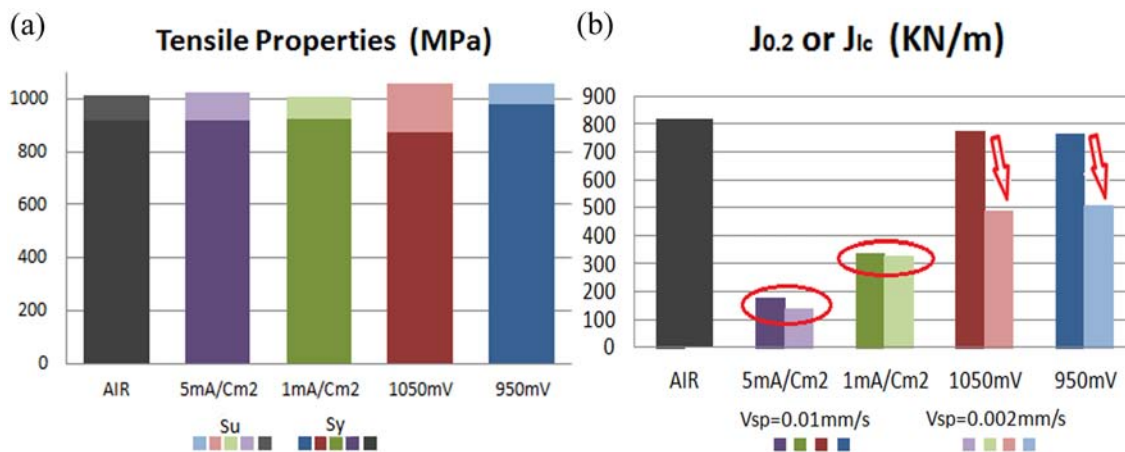


Figura 2.40: Estimaciones mediante SPT obtenidas en [130]: (a) Límite elástico y resistencia a la tracción (b) Tenacidad a fractura

En la comparativa de los resultados de fractura SPT con los obtenidos en el ensayo convencional, el trabajo concluyó que el ensayo *small punch* es capaz de detectar de manera cualitativa el descenso en la tenacidad a fractura producido por el hidrógeno, pero que para obtener resultados más precisos debería realizarse el ensayo en las mismas condiciones en las que se lleva a cabo el ensayo convencional, esto es, cargando de hidrógeno la probeta al mismo tiempo que se aplica la carga.

2.3.2. Métodos basados en la carga de hidrógeno de las probetas durante el ensayo SPT

Como se ha comentado, el primer trabajo de análisis del efecto de la fragilización por hidrógeno mediante SPT fue realizado en 1988 por Misawa et al. [144]. Estos autores diseñaron un dispositivo en el que se introducía una solución acuosa a alta presión y temperatura para atacar la probeta. Analizaron el comportamiento de un acero austenítico 304 y un acero ferrítico HT-9. Los resultados obtenidos en los ensayos SPT reflejaron la misma tendencia observada en los ensayos de tracción uniaxiales a baja velocidad de deformación, por lo que concluyeron que el ensayo SPT era adecuado para evaluar la susceptibilidad a la fragilización de aceros candidatos para plantas nucleares.

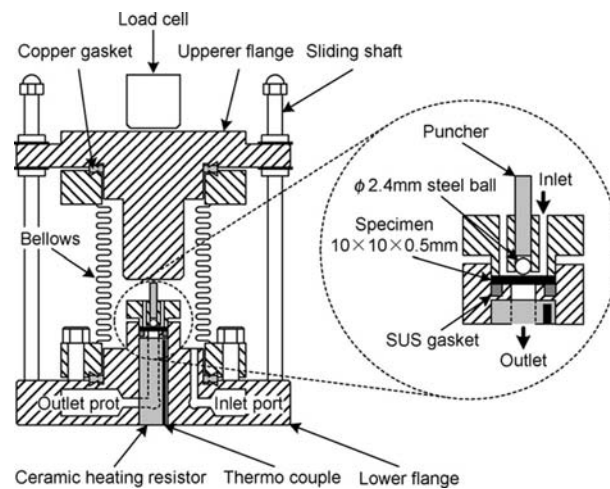


Figura 2.41: Dispositivo de ensayo SPT utilizado en [146]

En 2007 los japoneses Nambu et al. [146] publicaron un trabajo de análisis de fragilización por hidrógeno mediante SPT en el que lo más novedoso fue el dispositivo utilizado, que aparece esquematizado en la figura 2.41. Con este dispositivo fueron capaces de introducir el hidrógeno en la probeta por medio de una mezcla gaseosa a presión y temperatura. Su estudio no fue realizado sobre acero, sino que estudiaron el efecto de recubrir Niobio con una capa de Paladio para disminuir la susceptibilidad del material a la fragilización. No obstante, resulta interesante citar este trabajo por lo innovativo del dispositivo, que en principio podría ser utilizado igualmente con aceros. Este utillaje fue empleado posteriormente en las referencias [147, 148, 150] para el estudio de membranas resistentes a la fragilización por hidrógeno, obteniendo nuevamente resultados satisfactorios.

2.3.3. Consideraciones finales

En esta sección se han presentado los antecedentes disponibles hasta la fecha en cuanto al estudio del fenómeno de fragilización por hidrógeno mediante ensayos *small punch*. Lo más destacable es que dicha bibliografía no es muy extensa.

Respecto a las metodologías presentadas, pre-carga de hidrógeno y carga durante el ensayo, ambas han mostrado resultados satisfactorios. No obstante, la primera metodología

(pre-carga) presenta el inconveniente de que el hidrógeno puede difundir durante el ensayo. El principal problema asociado a la segunda metodología (carga durante el ensayo) es que debe utilizarse un dispositivo de ensayo especial, en el que se manejan sustancias peligrosas, incrementando el riesgo sufrido durante el ensayo.

La tercera publicación presentada en el compendio de esta Tesis, titulada *Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement of steels by means of the small punch test* (sección 4.3) analiza la validez de ambas metodologías y además propone el diseño de un nuevo dispositivo SPT para cargar de hidrógeno la probeta durante el ensayo. Los materiales utilizados en este estudio fueron dos aceros empleados en la construcción de depósitos a presión para crackeo de petróleo: un CrMoV y el metal de aporte empleado en su soldeo, sin ningún tratamiento térmico adicional (*as welded*). El primero, es un material diseñado para resistir fenómenos de fragilización por hidrógeno, mientras que el segundo es un material con alta resistencia mecánica y por tanto susceptible de la fragilización.

Capítulo 3

Objetivos

Los objetivos de la presente tesis doctoral se pueden resumir en tres puntos concretos, siempre referidos a aceros utilizados en la industria energética y a las metodologías de ensayo SPT descritas en el documento:

- Determinar los parámetros SPT más adecuados para la estimación del límite elástico, la resistencia a la tracción, el alargamiento a rotura y la tenacidad a fractura mediante probetas SPT convencionales (sin entalla).
- Desarrollar una metodología SPT para estimar propiedades de fractura utilizando probetas entalladas.
- Analizar la validez del ensayo SPT para la estimación del grado de deterioro producido por el fenómeno de fragilización por hidrógeno, proponiendo una metodología para su estudio mediante el ensayo SPT.

Capítulo 4

Resultados: Compendio de publicaciones

4.1. Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test

Referencia de publicación: T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Suárez. Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test. *Journal of Alloys and Compounds* 582 (2014) 708-717.
Índice de impacto: 2.726 METALLURGY METALLURGICAL ENGINEERING (4/75, Q1).



Contents lists available at ScienceDirect

Journal of Alloys and Compounds

journal homepage: www.elsevier.com/locate/jalcom

Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test



T.E. García*, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Suárez

IUTA (University Institute of Industrial Technology of Asturias), University of Oviedo, Edificio Departamental Oeste 7.1.17, Campus Universitario, 33203 Gijón, Spain

ARTICLE INFO

Article history:

Received 26 June 2013

Received in revised form 1 August 2013

Accepted 1 August 2013

Available online 26 August 2013

Keywords:

Small punch test

Metals and alloys

Nuclear reactor materials

Material properties

ABSTRACT

It is sometimes very convenient to use miniature tests for the mechanical characterization of materials, making use of very small specimens which may be extracted from the components during their normal service life. One of these tests is the small punch test (SPT). Nevertheless, different expressions for estimating the tensile and fracture properties of metallic alloys by means of the small punch test (SPT) were proposed and their applicability was assessed in this paper after experimental testing a wide range of metallic materials and the application of a numerical model developed to study the effect of specimen thickness on these proposals.

The best estimation of the yield strength was obtained employing the SPT yield load assessed as the crossing point between the SPT curve and a straight line parallel to the initial slope of the graph, with an offset displacement of $t/10$. The most suitable relationship for estimating the ultimate tensile strength was obtained by dividing the maximum SPT load by the product of the thickness and the displacement at maximum load (d_m). However, a suitable relationship between the SPT displacement at maximum load and the tensile elongation was not obtained in the investigated materials, but it was demonstrated that the fracture toughness of non-brittle steels can be estimated from biaxial fracture strain (ϵ_{qf}), when $\epsilon_{qf} > 0.8$.

© 2013 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

The evaluation of the mechanical properties of structural components in nuclear power stations and their degradation during service life due to neutron irradiation, thermal aging, etc. must necessarily be taken into account when assessing the structural integrity and expected residual lives of these facilities [1]. Standard mechanical characterization is always destructive, as large specimens need to be extracted and machined from the real component. In addition, proper management of safety conditions in the case of irradiated materials make the use of standard specimens more difficult. In these situations, it is very convenient to use miniature tests for the mechanical characterization of materials, making use of very small specimens which may be extracted from the components during their normal service life. One of these tests, developed in the 1980s, with wide-ranging applications in the nuclear

industry is the small punch test (SPT) [2], which employs small-sized specimens (for example, samples measuring 8 mm in diameter and 0.5 mm thick). This is a major advantage when analyzing irradiated materials [2–4] or when analyzing small regions of structural components, in which it would be impossible to machine standard specimens, such as the heat affected zones (HAZ) of welded joints or thin coatings [5].

The SPT uses a specimen which is firmly clamped between two circular dies and is bi-axially strained until failure into a circular hole using a hemispherical punch. The ‘load-punch displacement’ record can be used to estimate the yield strength [3–7], the ultimate tensile strength [3,5–8] and the tensile elongation [5]. The broken specimen can also be used to obtain an estimation of the fracture toughness [3,6,9–13]. However, different formulations for these estimations have been proposed and their usefulness is still a question of debate. The accumulated experience of many different pioneers led to the publication of a European Code of Practice [14] in 2006, which describes the most appropriate test methodology and the most reliable correlations that may be used to estimate the mechanical properties from the results of the small punch test. Despite these recommendations, new correlations have also appeared since the aforementioned year [5,9,10,15–19].

In this paper, we present a comprehensive analysis of the different proposed correlations with the aim of clarifying which

Abbreviations: d_m , punch displacement at maximum load; P_y , yield load of the small punch test; P_m , maximum load of the small punch test; SPT, small punch test; t , initial thickness; t_f , final specimen thickness just in the fracture zone; ϵ_{qf} , biaxial fracture strain.

* Corresponding author. Address: Campus de Gijón, Edificio Departamental Oeste 7.1.17, 33203 Gijón, Spain. Tel.: +34 985 18 19 67; fax: +34 985 18 24 33.

E-mail addresses: garciatomas@uniovi.es (T.E. García), cristina@uniovi.es (C. Rodríguez), belzunce@uniovi.es (F.J. Belzunce).

estimations afford the best results. Although our study focuses on high alloy steels employed in nuclear and thermal power stations, it has also been extended to other many different structural steels, stainless steels and an aluminum alloy, in order to obtain general expressions for estimating the mechanical properties of a wide range of industrial metallic alloys.

2. Fundamental considerations for the estimation of mechanical properties from the SPT

Fig. 1 shows the typical plot of the load versus punch displacement of a ductile metallic alloy with different zones marked on it. Zone I corresponds to the elastic bending of the sample, along with the indentation produced on its surface by the contact of the head of the punch. Zone II describes the progressive extension of plastic bending to the entire sample. From a certain point onward, plastic bending leads to a membrane behavior which predominates in most of the curve, a phase which corresponds to zone III. On approaching the maximum load, the slope of the curve starts to decrease as failure micromechanisms develop (necking and internal cracking), giving rise to zone IV, where first necking and then a visible crack are finally produced, leading to a decrease in load until total failure of the specimen.

One of the key points of the SPT test, in which there is complete consensus among all researchers, is the linear relationship existing between the tensile yield strength (σ_{ys}) and the load which separates zones I and II (called P_y), divided by the square of the initial thickness (t) of the specimen. This relationship can be expressed as [5,6,19,20]:

$$\sigma_{ys} = \alpha_1 \cdot \frac{P_y}{t^2} + \alpha_2 \tag{1}$$

where α_1 and α_2 are test constants. However, different ways of calculating the P_y load have been proposed, as the transition between zones I and II of the curve is not clear. Mao and Takahashi [6] define P_y as the crossing point of two tangents defined in the elastic regime (zone I) and the plastic regime (zone II) (P_{y_Mao}). The proposal contained in the code of practice [14] is a slight modification of this criterion, in which P_y is defined as the vertical projection of the crossing point of the two tangents on the test curve (P_{y_CEN}). Other authors [5,19] define the P_y load as the crossing point between the SPT curve and a straight line parallel to the initial slope of the graph, with an offset displacement of $t/10$ or $t/100$ ($P_{y_t/10}$ and $P_{y_t/100}$, respectively). The most recent proposal [20] takes P_y as the load corresponding to the first inflexion point located in zone I (P_{y_inf}). Fig. 2 shows an example of the application of each of these proposals.

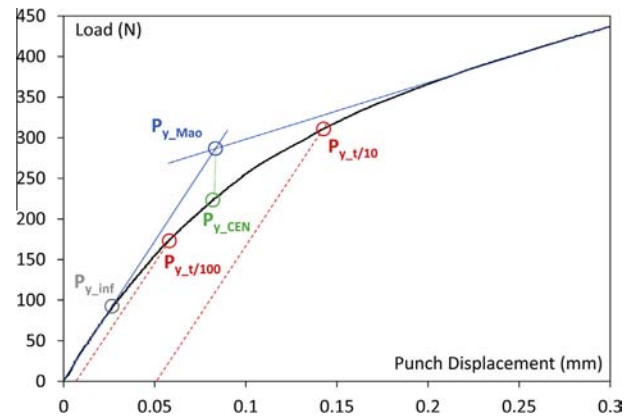


Fig. 2. Different proposals for determining P_y .

Another question where some disagreement still exists is that of the relationship between the ultimate tensile strength (σ_{ut}) and the maximum load obtained in the SPT test, P_m . In general, P_m divided by t^2 is directly related to the ultimate tensile strength [3,5–8] (expression 2). However, other authors have observed that the maximum SPT load depends on t and not on t^2 , and divide P_m by t [17] (expression 3). A new relationship has recently been proposed which also takes into account the punch displacement at maximum load (d_m) [18] (expression 4).

$$\sigma_{ut} = \beta_1 \cdot \frac{P_m}{t^2} + \beta_2 \tag{2}$$

$$\sigma_{ut} = \beta'_1 \cdot \frac{P_m}{t} + \beta'_2 \tag{3}$$

$$\sigma_{ut} = \beta''_1 \cdot \frac{P_m}{(t \cdot d_m)} + \beta''_2 \tag{4}$$

where β_1 , β_2 , β'_1 , β'_2 , β''_1 and β''_2 are test constants.

Two different relationships can be found in the literature for determining the tensile elongation (A) [5,7]. Fleury and Ha [7] obtained a linear relationship described making use of expression 5, in which γ is an empirical constant equal to 7 in his paper. Rodríguez et al. [5] proposed a normalized version of this expression by dividing d_m by the specimen thickness (expression 6). They obtained a γ' coefficient equal to 14, which is in agreement with the value obtained by Fleury and Ha [7], when employing a 0.5 mm thick specimen.

$$A(\%) = \gamma \cdot d_m \tag{5}$$

$$A(\%) = \gamma' \cdot \frac{d_m}{t} \tag{6}$$

Given that specimen thickness has a major influence on the SPT curve, it is also worth analyzing its influence on the parameters P_y , P_m and d_m in order to compare the results obtained from specimens with different thicknesses. Numerical simulation was used to perform this analysis.

Finally, since the beginning of the application of the small punch test, many researchers [3,6,9–13] have found empirical linear correlations between the fracture toughness (J_{IC}) and a SPT parameter called the equivalent fracture strain or the biaxial fracture strain (ε_{qf}), assessed by means of expression 7, in which t_f is the final specimen thickness just in the fracture zone. Fig. 3 shows a diametrical section of a tested SPT specimen showing the site where thickness is measured.

$$\varepsilon_{qf} = \ln\left(\frac{t}{t_f}\right) \tag{7}$$

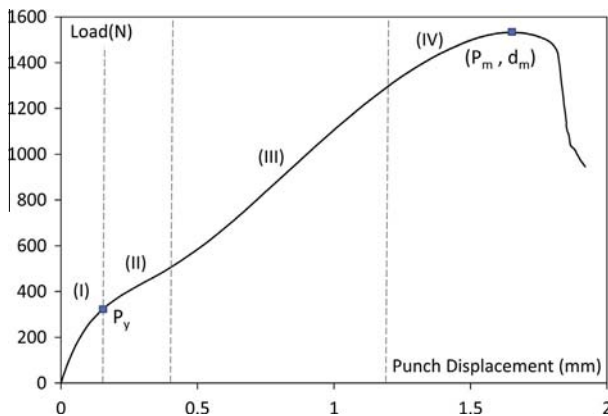


Fig. 1. SPT load–deflection curve with identification of the different curve zones.

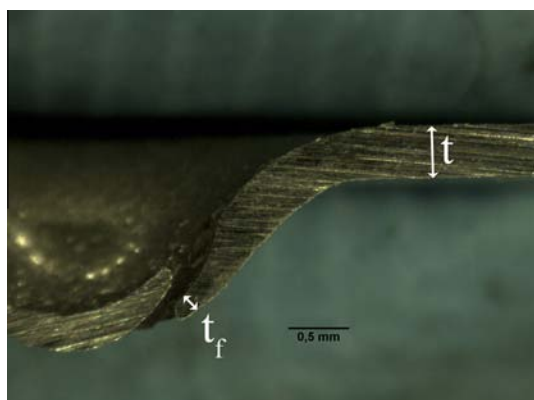


Fig. 3. Measurement of thicknesses to obtain the biaxial fracture strain (ϵ_{eff}).

3. Experimental

3.1. Conventional characterization

Fifteen steels presenting a wide range of microstructures were used in this study. Some of these products were obtained directly from on-line processes, others after quenching and tempering heat treatments and some others after welding (heat affected zones, HAZ). Two experimental grades of Eurofer steel obtained from a melting pilot plant (Eurofers 1 and 2) were analyzed. This reduced activation ferritic/martensitic (RAFM) steel is considered the primary candidate alloy for use as first wall and breeder blanket structural material for the DEMO fusion reactor because of its advantages of low swelling and reduced helium embrittlement compared to austenitic steels [21,22]. Four grades of vanadium-modified 2.25Cr1Mo steels used in the manufacture of hydrogen conversion reactors in the petrochemical industry, which are nowadays currently being used in continuous services at 480 °C, 24 MPa and 17 MPa of hydrogen partial pressure, were also tested [23]. In this case, besides the quenched and tempered base steel (CrMoV 1), the as-welded weld metal (CrMoV 2) and the same weld metal after an intermediate heat treatment (CrMoV 3) and after the conventional post-weld heat treatment (CrMoV 4) were also assessed. All these welds were simulated by appropriate heat treatments to avoid the typical heterogeneity of these products. Moreover, in order to analyze a broad range of metallic products, automobile dual phase sheets (DP 1, 2, 3 and 4), general structural steels with different strengths (S460, API X70 and AR) and finally an aluminum alloy (Al2024) with a wide range of applications in the aeronautic industry were also selected for testing. The tensile mechanical properties and microstructures of all these metallic alloys are given in Table 1. Note that a broad range of microstructures was assessed and the mechanical properties of the selected alloys also varied widely (yield strengths between 324 and 1240 MPa, and tensile elongations between 11% and 56%).

Table 1
Mechanical properties of the analyzed alloys.

Material	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	A (%)	J_{IC} (kJ/m ²)	K_{IC} (MPa m ^{0.5})	Microstructure
<i>High strength steels</i>						
Eurofer 1	550	724	21.07	260	–	Tempered martensite
Eurofer 2	578	758	17	290	–	
AR ^b	1245	1380	11.5	52	104	
CrMoV 1	600	700	20	533	–	Tempered bainite
CrMoV 2 ^b	1020	1120	17	22	77	
CrMoV 3	745	808	18.5	200	–	
CrMoV 4	533	631	22.7	800	–	
<i>Structural steels</i>						
DP 1 ^a	460	825	20	–	–	Ferrite + martensite
DP 2 ^a	454	854	–	–	–	
DP 3 ^a	632	870	15	–	–	
DP 4 ^a	622	990	14	–	–	
S460	475	660	28	–	–	Ferrite + pearlite
API X70	555	658	24	374	–	
<i>Stainless steels</i>						
AISI 304	408	720	56	–	–	Austenite
D2205	570	810	36	–	–	Austenite + ferrite
<i>Aluminum alloy</i>						
Al2024 ^b	324	469	19	11	32	Aluminum alloy

^a Mechanical properties furnished by manufacturers or by research partners.

^b Brittle material, with J_{IC} assessed as $J_{IC} = K_{IC}^2(1 - \nu^2)/E$.

Tensile tests were performed following the ASTM E 8M code [24]. At least three specimens of each material were tested and the average results of the yield strength (σ_{ys}), the ultimate tensile strength (σ_{ut}) and elongation (A) are given in Table 1.

The fracture toughness (J_{IC} or K_{IC}) was determined from laboratory tests carried out in compliance of the ASTM E 1820 standard [25]. The J - R curves of ductile materials were obtained according to the resistance curve procedure (using the compliance method and a COD extensometer), while the critical stress intensity factor were determined from the load versus COD record. Due to material availability, only 9 out of the total of 16 alloys were characterized on fracture, performing at least 3 tests in each case. The fracture toughness is also given in Table 1.

3.2. Small punch tests

The small punch tests were carried out using an experimental device like the one shown in Fig. 4, custom designed and manufactured in our laboratory, which was mounted on a universal testing machine fitted with a 5 kN load cell. The hemispherical-head punch diameter was 2.4 mm, and the lower die hole diameter was 4 mm, with a 0.2 mm chamfer edge. A displacement rate of 0.2 mm/min was employed. The punch and the specimen were lubricated before testing to minimize the effect of friction. Punch displacement was accurately measured by means of a COD type extensometer, and was also corrected taking into account the compliance of the testing device as a whole. All these SPT variables complied with the European Code of Practice [14].

The SPT specimens were obtained in the form of rectangular 0.500 ± 0.100 mm thickness slabs, extracted from the parent plates making use of electro-discharge machining. They were subsequently cut using a precision saw to a final size of 10×10 mm². The surface white layer produced in the cutting process was removed by means of soft grinding with 600 grit sandpaper. Finally, the thickness of the specimens was defined as the average of five measurements from a precision micrometer.

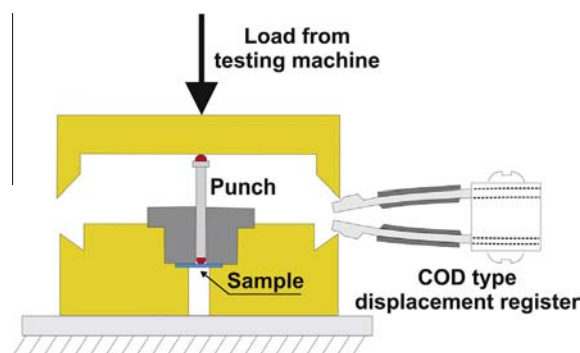


Fig. 4. Schematic representation of the SPT testing device.

A minimum of five samples were used to characterize each alloy. In order of avoid any subjective influence on the assessment of the inflexion point ($P_{y,inf}$) (Fig. 2), a polynomial fit of the first zone of the curve was performed, obtaining the second derivative and assessing this inflexion point when the second derivative was equal to zero.

Measurement of the final thickness (t_f) required for assessing the biaxial strain at fracture, ϵ_{ef} , was carried out making use of a suitable low magnification microscope, after cutting the specimen in two halves using a precision saw. This ϵ_{ef} parameter was only assessed in the case of the alloys characterized on fracture. A fractographic study by scanning electron microscopy was finally performed in order to determine the operative fracture micromechanism in each alloy.

4. Numerical simulation

With the aim of analyzing the specimen thickness effect, a numerical model of the SPT was developed using ABAQUS 6.11-2 standard code. Due to the specimen geometry and test setup, an axisymmetric model was assumed, with the squared specimen being firmly clamped along its entire contour. Isotropic material behavior was also assumed and 8-node biquadratic axisymmetric quadrilateral elements, with reduced integration (CAX8R) were used. This element type was chosen as it is the most suitable one for analyzing cases involving large stress and strain gradients, and also in order to deal with contact interaction problems. A sensibility analysis was performed for different meshes, seeking a good agreement between the experimental and numerical curves with the lowest computational cost. A model with 2860 elements was used for the 0.5 mm thick specimen. The scheme of the mesh employed and the axisymmetric model is shown in Fig. 5.

The lower matrix, the fixer and the punch were modelled as rigid bodies. The friction coefficient was set at $\mu = 0.1$, which is a typical frictional coefficient for steel-to-steel contacts in the presence of lubrication. A vertical displacement boundary condition of -2 mm (compression) was applied to the punch. All degrees of freedom of the lower matrix and the fixer, as well as the horizontal and rotational movement of the punch, were restricted. A damage model was not implemented, so we assumed that the numerical model is only valid until crack/necking initiation.

The numerical simulation was performed on two ductile materials, Eurofer 2 and API X70. Specimen thicknesses from 0.350 to 0.650 mm were simulated in order to have enough information to analyze the thickness effect. Table 2 shows the mechanical properties employed in the simulation, where n and K are the potential coefficients of Hollomon’s law, which fits the final plastic zone of the tensile stress–strain curve (expression 8).

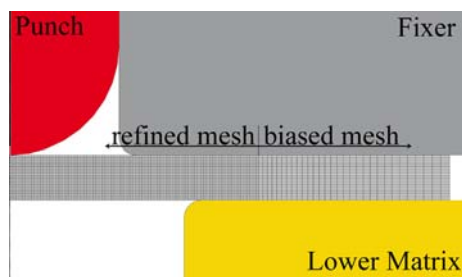


Fig. 5. Axisymmetric numerical model of the SPT (measurements in mm).

Table 2 Mechanical properties employed in the numerical simulation.

Steel	E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	n	K (MPa)
Eurofer 2	196	580	0.434	847
API X70	210	549	0.642	822

$$\begin{aligned} \sigma &= E \cdot \epsilon & \sigma &\leq \sigma_{ys} \\ \sigma &= \sigma_{ys} + K \cdot \epsilon_p^n & \sigma &> \sigma_{ys} \end{aligned} \tag{8}$$

5. Results and discussion

Fig. 6a–c show one representative SPT curve for each material, while Tables 3 and 4 show the mean values and the coefficients of variation obtained for all of the characteristic SPT parameters.

Fig. 7 shows a comparison of the numerical and experimental curves corresponding to Eurofer 2. A number of considerations regarding the numerical simulation should be recalled here. As we have not implemented a damage model, numerical curves only correctly represent the behavior of ductile materials before crack initiation or necking, which usually takes place close to the maximum load registered in the test [26]. Thus, we expect the P_y value

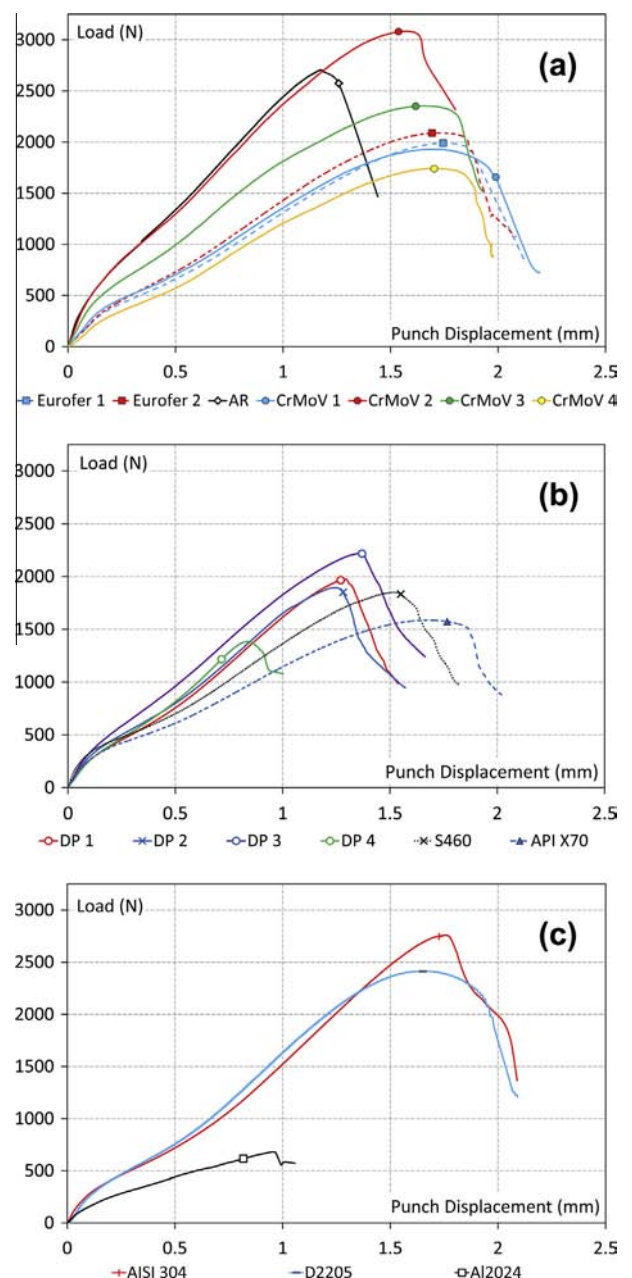


Fig. 6. SPT curves of: (a) high strength steels, (b) structural steels, (c) stainless steels and aluminum alloy.

Table 3
Specimen thicknesses and results for the different P_y/t^2 proposals (Mean \pm Coeff. of variation, %).

Steel	t (mm)	P_{y_Mao}/t^2 (MPa)	P_{y_CEN}/t^2 (MPa)	$P_{y_1/10}/t^2$ (MPa)	$P_{y_1/100}/t^2$ (MPa)	P_{y_inf}/t^2 (MPa)
<i>High strength steels</i>						
Eurofer 1	0.474 \pm 2	1438 \pm 8	1325 \pm 11	1934 \pm 5	1187 \pm 19	592 \pm 48
Eurofer 2	0.471 \pm 1	1632 \pm 6	1510 \pm 5	1990 \pm 3	1308 \pm 16	877 \pm 13
AR	0.478 \pm 1	2096 \pm 4	2711 \pm 3	3447 \pm 3	2468 \pm 3	1263 \pm 6
CrMoV 1	0.457 \pm 3	1606 \pm 10	1454 \pm 15	1858 \pm 12	1299 \pm 18	776 \pm 41
CrMoV 2	0.480 \pm 3	2208 \pm 9	1888 \pm 9	2609 \pm 8	1564 \pm 22	843 \pm 35
CrMoV 3	0.536 \pm 15	1802 \pm 11	1572 \pm 10	2132 \pm 7	1351 \pm 17	705 \pm 35
CrMoV 4	0.487 \pm 14	1374 \pm 10	1175 \pm 12	1579 \pm 13	889 \pm 30	452 \pm 63
<i>Structural steels</i>						
DP 1	0.485 \pm 2	1099 \pm 4	962 \pm 4	1437 \pm 3	825 \pm 8	408 \pm 16
DP 2	0.517 \pm 1	1254 \pm 4	1045 \pm 4	1528 \pm 3	852 \pm 7	333 \pm 24
DP 3	0.502 \pm 1	1251 \pm 5	1098 \pm 8	1696 \pm 11	982 \pm 10	535 \pm 14
DP 4	0.473 \pm 1	1273 \pm 4	1147 \pm 4	1810 \pm 1	1030 \pm 6	541 \pm 7
S460	0.500 \pm 1	1201 \pm 2	936 \pm 13	1355 \pm 5	729 \pm 16	282 \pm 49
API X70	0.479 \pm 2	1387 \pm 4	1169 \pm 11	1648 \pm 8	917 \pm 21	419 \pm 53
<i>Stainless steels</i>						
AISI 304	0.546 \pm 5	966 \pm 5	737 \pm 5	1135 \pm 5	604 \pm 6	156 \pm 18
D2205	0.469 \pm 7	1173 \pm 20	1051 \pm 20	1528 \pm 8	1012 \pm 19	370 \pm 22
<i>Aluminum alloy</i>						
Al2024	0.485 \pm 1	830 \pm 8	683 \pm 16	963 \pm 14	402 \pm 26	137 \pm 37

Table 4
SPT results: d_m , P_m and ϵ_{qf} (Mean \pm Coeff. of variation, %).

Steel	d_m (mm)	d_m/t (-)	P_m/t^2 (MPa)	P_m/t (MPa)	$P_m/(t \cdot d_m)$ (MPa)	ϵ_{qf} (-)
<i>High strength steels</i>						
Eurofer 1	1.68 \pm 2	3.55 \pm 2	8541 \pm 4	4047 \pm 4	2402 \pm 3	0.88 \pm 9
Eurofer 2	1.63 \pm 3	3.47 \pm 4	8813 \pm 4	4153 \pm 4	2541 \pm 4	0.93 \pm 4
AR	1.06 \pm 7	2.21 \pm 7	11,664 \pm 5	5569 \pm 5	5283 \pm 4	0.31 \pm 20
CrMoV 1	1.63 \pm 2	3.58 \pm 4	8875 \pm 8	4050 \pm 8	2477 \pm 7	1.21 \pm 1
CrMoV 2	1.53 \pm 3	3.19 \pm 4	12,618 \pm 7	6055 \pm 7	3961 \pm 9	0.70 \pm 9
CrMoV 3	1.67 \pm 3	3.17 \pm 14	8440 \pm 10	4469 \pm 10	2678 \pm 7	0.94 \pm 10
CrMoV 4	1.66 \pm 2	3.46 \pm 11	7850 \pm 8	3788 \pm 8	2283 \pm 7	1.15 \pm 10
<i>Structural steels</i>						
DP 1	1.33 \pm 3	2.74 \pm 5	8411 \pm 4	4076 \pm 4	3066 \pm 2	-
DP 2	1.21 \pm 23	2.34 \pm 24	7000 \pm 20	3602 \pm 20	3007 \pm 8	-
DP 3	1.30 \pm 6	2.59 \pm 6	8280 \pm 4	4157 \pm 4	3207 \pm 5	-
DP 4	0.83 \pm 4	1.77 \pm 5	6260 \pm 4	2959 \pm 4	3348 \pm 3	-
S460	1.55 \pm 4	3.10 \pm 2	7627 \pm 2	3814 \pm 2	2464 \pm 1	-
API X70	1.70 \pm 3	3.54 \pm 1	7213 \pm 6	3461 \pm 6	2035 \pm 6	1.05 \pm 8
<i>Stainless steels</i>						
AISI 304	1.76 \pm 3	3.22 \pm 5	9569 \pm 3	5221 \pm 3	2971 \pm 4	-
D2205	1.67 \pm 10	3.57 \pm 6	10,598 \pm 6	4946 \pm 6	2974 \pm 5	-
<i>Aluminum alloy</i>						
Al2024	0.89 \pm 6	1.84 \pm 6	2865 \pm 3	1389 \pm 3	1560 \pm 4	0.09 \pm 51

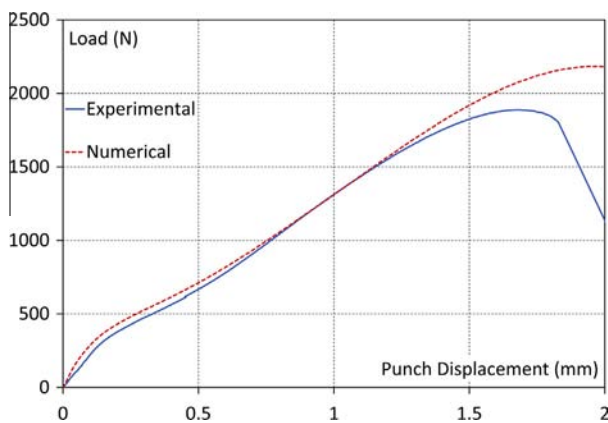


Fig. 7. Comparison between the numerical and experimental SPT curves (Eurofer 2).

obtained from the numerical simulation to be close to the real value. However, the numerical P_m and d_m values will be larger than the experimental ones, especially in the case of brittle materials. Nevertheless, assuming these limitations, we analyzed the trend of the relationship between P_m and d_m and the specimen thickness, and the effect of normalizing the parameters by dividing them by t^2 , t or $d_m \cdot t$.

Another interesting detail that can be appreciated in Fig. 7 is that numerical SPT curves exhibit a higher stiffness than their experimental counterparts do. The reason for this is that we are modelling the punch as a perfectly rigid solid, while the real punch comprises a bar and two balls for transmitting the load and the device as a whole has a defined compliance. Although other authors have performed a calibration of the experimental curve taking into account the numerical behavior [27], we have preferred to make use of an experimental calibration based on the compliance of the experimental device as a whole. Nevertheless, both the numerical and experimental curves can be seen to be parallel, and the

numerical behavior obtained with a perfectly rigid punch is close to the experimental curve.

5.1. Yield strength estimation

A useful criteria when analyzing the best way to assess the P_y load seems to be the study of the estimation procedure that assures the least scattering (once this load is divided by t^2). The coefficient of variation of each material is shown in Table 3. As regards this parameter, the least scattering was observed for P_{y_Mao} , P_{y_CEN} and $P_{y_t/10}$, while the highest values were observed for $P_{y_t/100}$ and P_{y_inf} . These latter loads are always obtained at the very beginning

of the curve. This region is more influenced by the inaccuracies of the extensometer and the load cell measurements, the indentation on the specimen, the settlement of the different parts of the experimental device, etc. Accordingly, we have discarded these last two ways of assessing P_y in the subsequent analysis.

Fig. 8 shows the relationship between P_{y_Mao}/t^2 , P_{y_CEN}/t^2 and $P_{y_t/10}/t^2$ and the yield strength of each material. A linear fit passing through the origin ($\alpha_2 = 0$, expression 1) was obtained in the three evaluations, along with expressions 9–11:

$$\sigma_{ys} [\text{MPa}] = 0.442 \frac{P_{y_Mao}}{t^2} \quad (R^2 = 0.772) \quad (9)$$

$$\sigma_{ys} [\text{MPa}] = 0.476 \frac{P_{y_CEN}}{t^2} \quad (R^2 = 0.889) \quad (10)$$

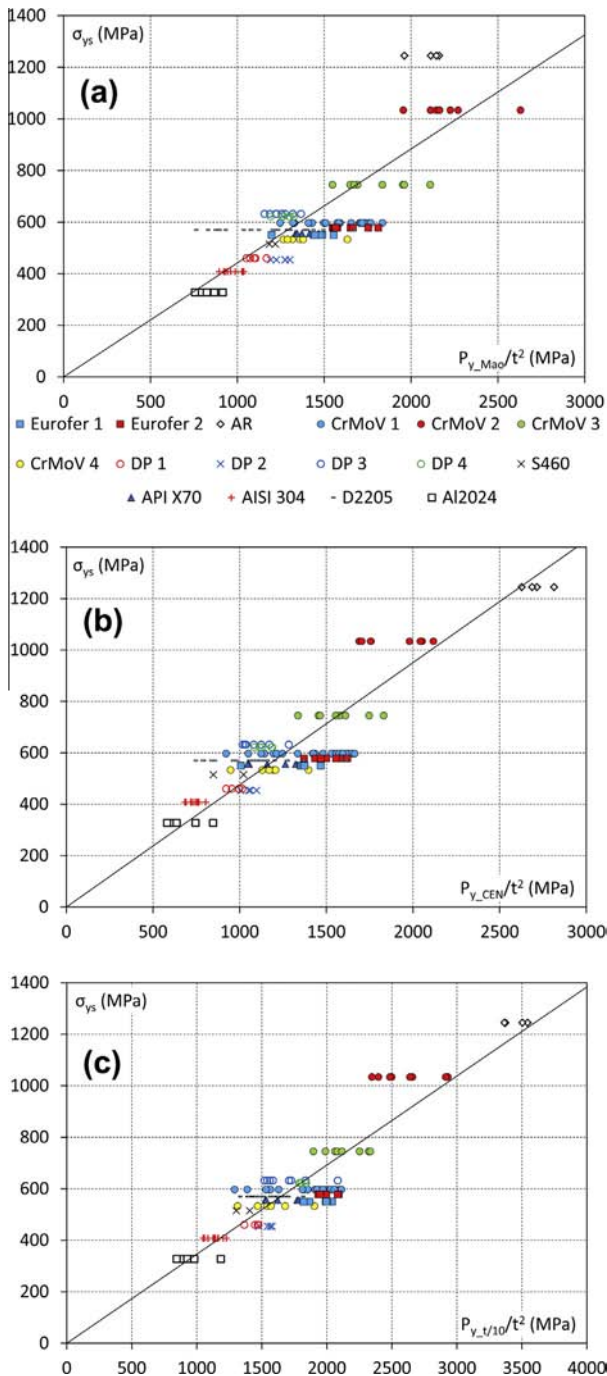


Fig. 8. Relationship between different P_y/t^2 and yield strength (σ_{ys}): (a) P_{y_Mao}/t^2 , (b) P_{y_CEN}/t^2 and (c) $P_{y_t/10}/t^2$.

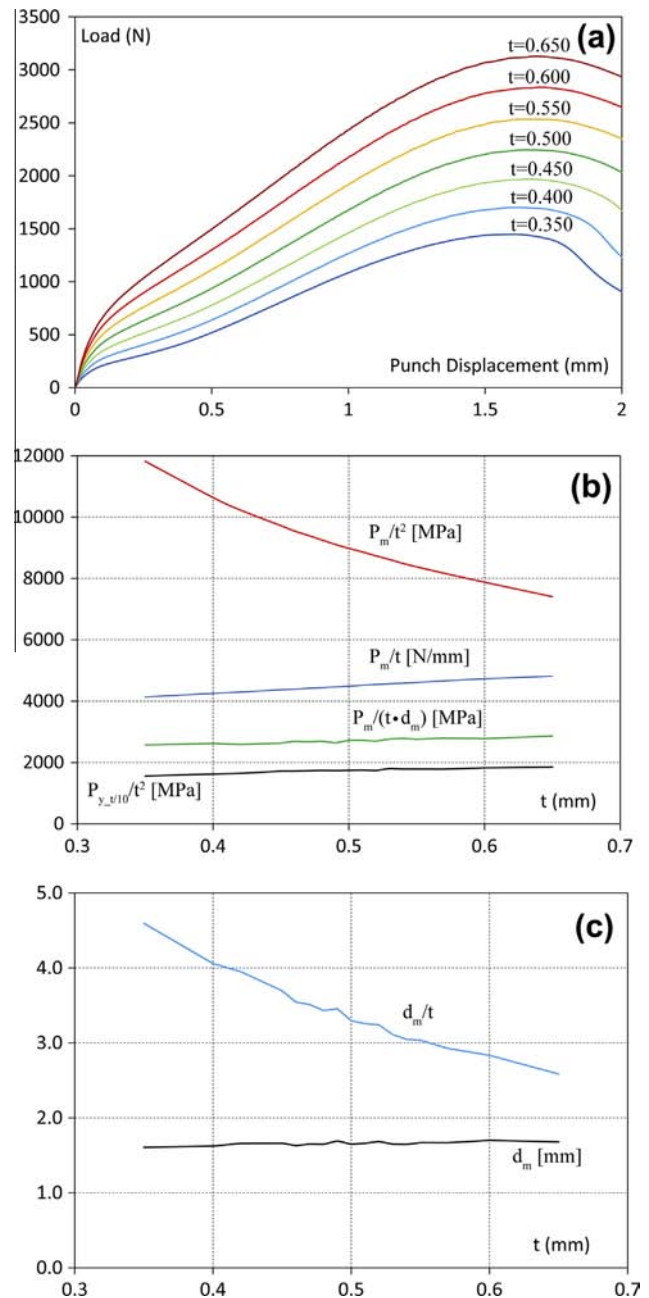


Fig. 9. Effect of specimen thickness: (a) SPT curves (t expressed in mm), (b) P_y and P_m related parameters, (c) d_m related parameters.

$$\sigma_{ys}[\text{MPa}] = 0.346 \frac{P_{y-t/10}}{t^2} \quad (R^2 = 0.922) \quad (11)$$

As observed in the literature, the value of the α_1 coefficient obtained by means of P_{y_Mao} can vary between 0.32 and 0.45 depending on the material [3,4,6,7,15,16]. We obtained a coefficient $\alpha_1 = 0.442$, although the correlation given by the broad range of analyzed materials is not suitable ($R^2 = 0.772$).

However, the European Code of Practice proposal [14] ($\alpha_1 = 0.476$, $R^2 = 0.889$) and especially the proposal based on $P_{y-t/10}$ [5,19] ($\alpha_1 = 0.346$, $R^2 = 0.922$) are less dependent on the material, providing a better estimation of the yield strength in a wide range of alloys. Moreover, the definition of $P_{y-t/10}$ is an easier, less subjective procedure, because only one tangent to the curve need be drawn.

It is well known that normalizing the P_y value by dividing by t^2 works well when P_{y_Mao} or P_{y_CEN} are employed [3,4,6,7,15,16]. However, to provide support to the argument that $P_{y-t/10}$ is a good way of assessing the P_y load, we analyzed the evolution of this parameter versus specimen thickness. Fig. 9a shows the SPT curves derived from Eurofer 2 specimens with different thicknesses, obtained by numerical simulation. A clear dependence can be observed between $P_{y-t/10}$ and specimen thickness: the larger the specimen thickness, the larger the values of $P_{y-t/10}$ and P_m . However, the dependence on thickness is practically eliminated when $P_{y-t/10}$ is divided by t^2 , as can be seen in Fig. 9b. This fact provides numerical evidence that expression 11 has a low dependence on specimen thickness.

5.2. Ultimate tensile strength estimation

In order to analyze the relationship between the maximum load of the SPT curve (P_m) and the ultimate tensile strength, we used the three proposals described by expressions 2–4. As can be seen in Table 4, the scattering of these proposals is very similar and quite low, so the three criteria consisting in dividing by t^2 , t or $(d_m \cdot t)$ all seem suitable. Fig. 10 shows the relationship between P_m/t^2 , P_m/t and $P_m/(d_m \cdot t)$ and the ultimate tensile strength of each material. A linear fit making use of expressions 12–14 was obtained.

$$\sigma_{ut}[\text{MPa}] = 0.065 \frac{P_m}{t^2} + 268.81 \quad (R^2 = 0.456) \quad (12)$$

$$\sigma_{ut}[\text{MPa}] = 0.129 \frac{P_m}{t} + 286.7 \quad (R^2 = 0.422) \quad (13)$$

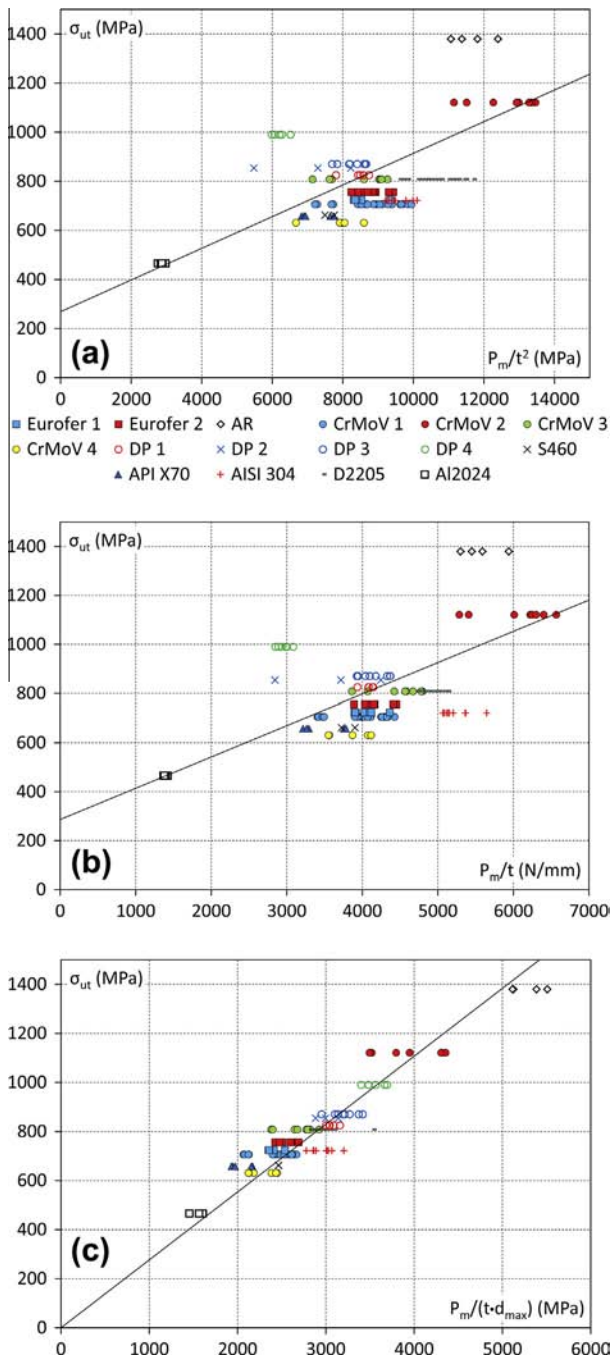


Fig. 10. Relationship between ultimate tensile strength and (a) P_m/t^2 , (b) P_m/t and (c) $P_m/(d_m \cdot t)$.

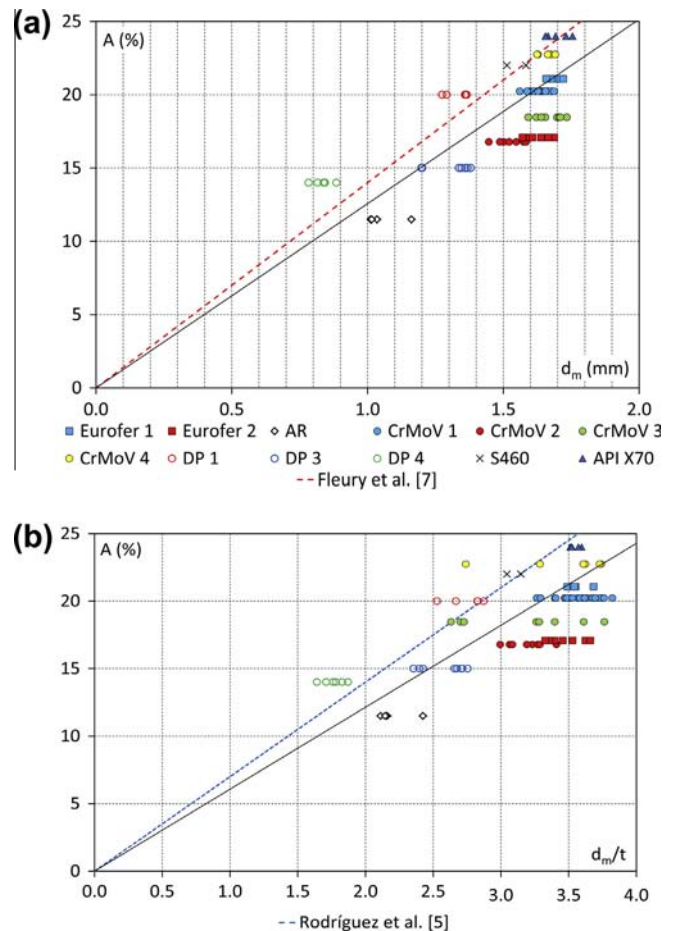


Fig. 11. Relationship between tensile elongation (A) and (a) d_m , (b) d_m/t .

$$\sigma_{ut}[\text{MPa}] = 0.277 \frac{P_m}{(d_m \cdot t)} \quad (R^2 = 0.940) \quad (14)$$

It is obvious that the relationship obtained by means of expression 14 ($R^2 = 0.940$) is much better than those obtained from expressions 12 ($R^2 = 0.456$) and 13 ($R^2 = 0.422$). These latter relationships seem to depend strongly on the tested material. Despite the fact that dividing P_m by the squared thickness (t^2) is included in the most widely used expressions in the reviewed literature [3,5–8,19], the more recent proposal [18], consisting in dividing the maximum load by the product of the thickness and the displacement at maximum load, affords a better estimation for a wide range of metallic alloys. It should be borne in mind that necking initiates in the SPT before the maximum load is attained and, when a given material experiments necking before final rupture, as is the case in most common

structural materials, the maximum load of the SPT curve acts on a reduced thickness. However, the P_m/t^2 parameter does not consider this fact. In contrast, the displacement at maximum load (d_m) indirectly represents the reduction in thickness taking place during the test (the larger the d_m , the larger the reduction in thickness during the course of the SPT). Hence, the $P_m/(d_m \cdot t)$ parameter seems to be a more consistent way of deriving the ultimate tensile strength, as it is seen in Fig. 12c and expression 14. This was clearly observed with the AR and CrMoV 2 steels: although AR has a larger tensile strength than CrMoV 2, the latter has a higher P_m . Accordingly, the prediction based on P_m/t^2 gives a larger tensile strength for CrMoV 2 (1075 MPa, versus 1014 MPa obtained for AR, using expression 12). However, this effect is compensated for when dividing P_m by $t \cdot d_m$, providing predictions of 1097 MPa for CrMoV 2 and 1463 MPa for AR (expression 14).

Another finding providing support for the fact that expression 14 is more suitable than expression 12 is the thickness dependence of P_m . As can be seen in Fig. 9a and b, numerical predictions show that P_m depends strongly on the sample thickness. However, it is not properly normalized by dividing by t^2 , whereas dividing it by t or, even better, by $t \cdot d_m$ affords results that are less dependent on the sample thickness. This finding is in agreement with the study performed by Lacalle et al. [17], who concluded that the first part of the curve, and thus P_y , depends on t^2 , while its upper part, including P_m , depends on t .

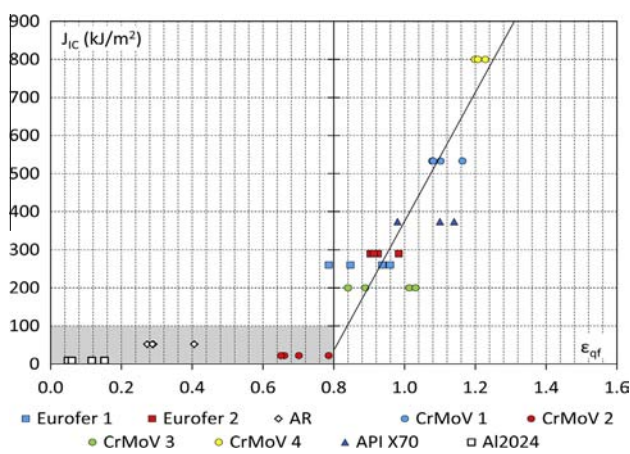


Fig. 12. Relationship between ϵ_{qf} and fracture toughness.

5.3. Tensile elongation estimation

The correlation between the tensile elongation and a SPT parameter, such as the displacement at the maximum load, is generally much poorer. We thus applied the analysis only to the steels. Moreover, we also eliminated the stainless steels from the analysis, as the properties of these products were highly dependent on the direction of the applied load.

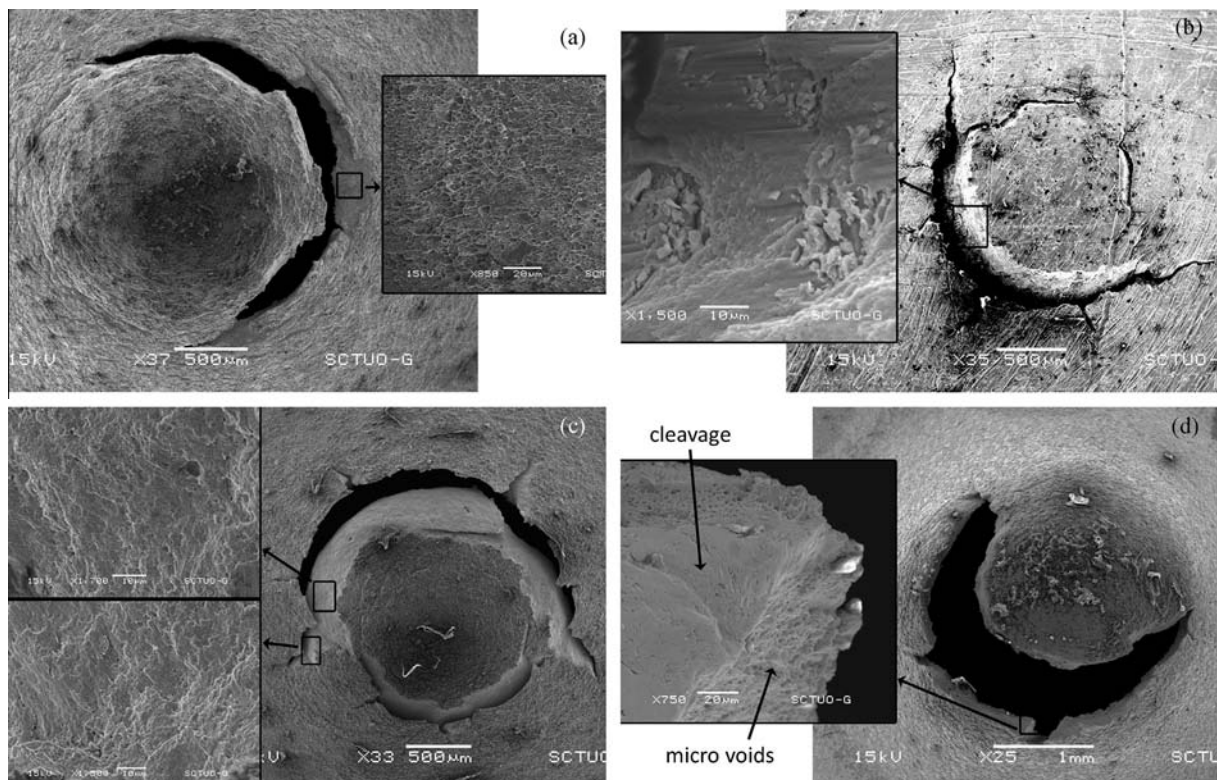


Fig. 13. SEM images of the fracture zone: (a) CrMoV 3, (b) Al2024, (c) AR and (d) CrMoV 2.

Fig. 11 shows the relationship between both d_m and d_m/t and tensile elongation. The correlation obtained by Fleury and Ha [7] and Rodríguez et al. [5] have also been plotted in the figure. Expressions 15 and 16 describe the linear fit of both proposals.

$$A[\%] = 12.57 d_m \quad (R^2 = 0.554) \quad (15)$$

$$A[\%] = 6.07 \frac{d_m}{t} \quad (R^2 = 0.534) \quad (16)$$

Although both expressions are similar to those proposed by other authors [5,7], it can be seen that they are not able to predict the tensile elongation of all the investigated alloys correctly. Moreover, as shown in Fig. 9c, d_m is practically independent of thickness, at least for ductile materials, and dividing it by t is not a good way to normalize this parameter. This fact explains the difference in the scatter of both proposals plotted in Fig. 11, as the scatter of d_m/t is also due to differences in the specimen thickness. Expression 5, proposed by Fleury and Ha [7], though more suitable, is not accurate enough to predict the tensile elongation of steels.

5.4. Fracture toughness estimation

The relationship between the biaxial strain at fracture, given in Table 4, and the J_{IC} fracture toughness is shown in Fig. 12. We observed two different trends, depending on the behavior of the material in the standard fracture test.

A linear relationship was obtained (expression 17) when using only the steels which had an elasto-plastic behavior in the fracture toughness tests, characterized by a J_{IC} value (see Table 1).

$$J_{IC}[\text{kJ/m}^2] = 1695 \varepsilon_{qf} - 1320 \quad (R^2 = 0.8932) \quad (17)$$

Note that the value of J_{IC} for brittle materials (Al2024, AR and CrMoV 2) was obtained from K_{IC} ($J_{IC} = K_{IC}^2(1 - \nu^2)/E$). Moreover, the lower constraint conditions in the SPT (low thickness and biaxial strain conditions) compared with the standard fracture test can lead to ductile behavior in the SPT, whereas the same material behaves in a brittle way in standard fracture toughness tests. We were unable to establish a coherent relationship between ε_{qf} and the fracture toughness of our brittle alloys, as they exhibited some ductile fracture micromechanisms in the SPT, as can be seen in Fig. 13, which shows the fracture surfaces of some broken specimens from the SPT. When the SPT fracture is 100% ductile, a circumferential crack is always observed along the contact between the punch and the specimen (Fig. 13a). When the fracture micromechanism is fully brittle (cleavage), however, radial cracks develop [19]. The analyzed materials which exhibited the most brittle behavior (Al2024, AR and CrMoV 2), characterized by low fracture toughness, give rise to a mixed fracture appearance, showing circumferential as well as some radial cracks (Fig. 13b–d). However, the SPT fracture surface of all these brittle materials exhibit dimples, indicative of a certain degree of ductility, even for the most brittle material, Al2024 (Fig. 13b). CrMoV 2 constitutes another example of this phenomenon (Fig. 13d): the main fracture mechanism is cleavage, which takes place along the circumferential crack, while microvoid coalescence also takes place leading to the radial crack.

6. Conclusions

A wide range of materials has been characterized making use of the small punch test and the characteristic SPT parameters have been compared with the results obtained from standard tests (tensile and fracture toughness). The different ways of assessing the characteristic parameters derived from the SPT curve were also analyzed, as well as their dependence on the specimen thickness, using in this case a finite element model.

The most suitable proposal for estimating the yield strength was found to be the one in which the P_y load is defined by the crossing point between the SPT curve and a straight line parallel to the initial slope of the graph, with an offset displacement of $t/10$. Using this proposal, we obtained a regression coefficient $\alpha = 0.346$ (units on N/mm^2).

The most suitable estimation of the ultimate tensile strength, also showing the least dependence on thickness, was obtained when the maximum load of the SPT graph is normalized by dividing by the thickness and by the displacement at maximum load. The regression coefficient obtained when employing this parameter was $\beta = 0.277$ (units on N/mm^2).

The proposed correlations between tensile elongation and displacement at the SPT maximum load (d_m) are generally poor and do not afford sufficiently reliable results. Nevertheless, it was shown that the displacement at the SPT maximum load is practically independent of thickness, at least for ductile materials in the range of thicknesses analyzed (0.35 from 0.65 mm).

The fracture toughness of ductile steels can be estimated from the biaxial fracture strain using the empirical relationship $J_{IC} = 1695 \varepsilon_{qf} - 1320$, which is considered to be valid for alloys with a SPT biaxial strain at fracture greater than 0.8.

An empirical relationship between fracture toughness and biaxial fracture strain was not obtained in the case of brittle alloys, as ductile fracture micromechanisms were observed in the SPT due to the lower constraint conditions existing in this test (low thickness and biaxial strain conditions) compared with the brittle behavior exhibited in the standard fracture test.

Acknowledgements

The authors are grateful for the financial support for this study provided by the Spanish *Ministerio de Ciencia e Innovación*, through project MICINN-12-MAT2011-28796-C03-03. T.E. García is also grateful for financial support from the *Principado de Asturias* Government through the Severo Ochoa programme (contract BP12-160).

References

- [1] E. Lucon, Material damage evaluation and residual life assessment of primary power plant components using specimens of non-standard dimensions, *Mater. Sci. Technol.* 17 (2001) 777–785.
- [2] M.P. Manahan, A.S. Argon, O.K. Harling, The development of a miniaturized disk bend test for the determination of postirradiation mechanical properties, *J. Nucl. Mater.* 104 (1981) 1545–1550.
- [3] M. Suzuki, M. Eto, K. Fukaya, et al., Evaluation of toughness degradation by small punch (SP) tests for neutron-irradiated 21/4 Cr–1 Mo steel, *J. Nucl. Mater.* 179–181 (1991) 441–444.
- [4] D. Finarelli, M. Roedig, F. Carsughi, Small punch tests on austenitic and martensitic steels irradiated in a spallation environment with 530 MeV protons, *J. Nucl. Mater.* 328 (2004) 146–150.
- [5] C. Rodríguez, J. García, E. Cárdenas, C. Betegón, Mechanical properties characterization of heat-affected zone using the small punch test, *Weld. J.* 88 (2009) 188–192.
- [6] X. Mao, H. Takahashi, Development of a further-miniaturized specimen of 3 mm diameter for TJM disk (0.3 mm) small punch tests, *J. Nucl. Mater.* 150 (1987) 42–52.
- [7] E. Fleury, J.S. Ha, Small punch tests to estimate the mechanical properties of steels for steam power plant: I. Mechanical strength, *Int. J. Pres. Ves. Pip.* 75 (1998) 699–706.
- [8] Y. Ruan, P. Spätig, M. Victoria, Assessment of mechanical properties of the martensitic steel EUROFER97 by means of punch tests, *J. Nucl. Mater.* 307–311 (2002) 236–239.
- [9] K. Guan, L. Hua, Q. Wang, X. Zou, M. Song, Assessment of toughness in long term service CrMo low alloy steel by fracture toughness and small punch test, *Nucl. Eng. Des.* 241 (2011) 1407–1413.
- [10] E. Budzakoska, D.G. Carr, P.A. Stathers, et al., Predicting the J integral fracture toughness of Al6061 using the small punch test, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 30 (2007) 796–807.
- [11] T. Misawa, S. Nagata, N. Aoki, et al., Fracture toughness evaluation of fusion reactor structural steels at low temperatures by small punch tests, *J. Nucl. Mater.* 169 (1989) 225–232.

- [12] M.L. Saucedo-Muñoz, S.C. Liu, T. Hashida, H. Takahashi, H. Nakajima, Correlation between J_{IC} and equivalent fracture strain determined by small-punch tests in JN1, JJ1 and JK2 austenitic stainless steels, *Cryogenics* 41 (2001) 713–719.
- [13] W.K. Lee, D.R. Metzger, A. Donner et al. The use of a small punch test procedure to determine mechanical properties, in: *Small Specimen Test Techniques*, ASTM STP1329, Philadelphia, USA, 1998, pp. 539–556.
- [14] CEN Workshop Agreement, CWA 15627:2006 E, “Small Punch Test Method for Metallic Materials”, CEN, Brussels, 2006.
- [15] I.I. Cuesta, J.M. Alegre, Hardening evaluation of stamped aluminium alloy components using the small punch test, *Eng. Fail. Anal.* 26 (2012) 240–246.
- [16] D. Finarelli, F. Carsughi, P. Jung, The small ball punch test at FZJ, *J. Nucl. Mater.* 377 (2008) 65–71.
- [17] R. Lacalle, J. García, J.A. Álvarez, et al., Analysis of key factors for the interpretation of small punch test results, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 31 (2008) 841–849.
- [18] R. Hurst, K. Matocha, Where are we now with the European code of practice for small punch testing?, in: *Proceedings of the International Conference on Small Sample Test Techniques*, Ostrava, Czech Republic, 2012, pp. 4–18.
- [19] M.A. Contreras, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón, Use of the small punch test to determine the ductile-to-brittle transition temperature of structural steels, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 31 (2008) 727–737.
- [20] R. Lacalle, J. García, J.A. Álvarez et al., Obtención mediante el ensayo small punch de las propiedades de tracción de materiales metálicos, in: *Anales de Mecánica de la Fractura*, vol. 2, Santander, Spain, 2009, pp. 501–506.
- [21] A. Hishinuma, A. Kohyama, R.L. Klueh, et al., Current status and future R&D for reduced-activation ferritic/martensitic steels, *J. Nucl. Mater.* 258–263 (1998) 193–204.
- [22] B. Van der Schaaf, D.S. Gelles, S. Jitsukawa, et al., Progress and critical issues of reduced activation ferritic/martensitic steel development, *J. Nucl. Mater.* 283–287 (2000) 52–59.
- [23] R.W.J. Koers, Hydrogen assisted crack growth in the wall of pressure vessels made of conventional and V-modified steels, in: *2nd Creusot-Loire Industry Workshop*, Chateau de Gilly, France, 1998, p. 44.
- [24] ASTM E 8M, Standard Test Methods of Tension Testing of Metallic Materials [metric], Annual Book of ASTM Standards, vol. 3.01. American Society for Testing and Materials.
- [25] ASTM E 1820-08a, Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, American Society for Testing and Materials.
- [26] C. Rodríguez, E. Cárdenas, F.J. Belzunce, C. Betegón, Fracture characterization of steels by means of the small punch test, *Exp. Mech.* 53 (2013) 385–392.
- [27] E.N. Campitelli, P. Spätig, R. Bonadé, W. Hoffelner, M. Victoria, Assessment of the constitutive properties from small ball punch test: experiment and modeling, *J. Nucl. Mater.* 335 (2004) 366–378.

4.2. Development of a new methodology for estimating the CTOD of structural steels using the small punch test

Referencia de publicación: T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, I.I. Cuesta. Development of a new methodology for estimating the CTOD of structural steels using the small punch test. *Engineering Failure Analysis* 50 (2015) 88-99.

Índice de impacto: 1.130 MATERIALS SCIENCE, CHARACTERIZATION TESTING (8/33, Q1).



Contents lists available at ScienceDirect

Engineering Failure Analysis

journal homepage: www.elsevier.com/locate/engfailanal

Development of a new methodology for estimating the CTOD of structural steels using the small punch test

T.E. García^{a,*}, C. Rodríguez^a, F.J. Belzunce^a, I.I. Cuesta^b^a SIMUMECAMAT (University of Oviedo), Edificio Departamental Oeste 7.1.17, Campus Universitario, 33203 Gijón, Spain¹^b Structural Integrity Group, Escuela Politécnica Superior, Avda. Cantabria s/n, 09006 Burgos, Spain

ARTICLE INFO

Article history:

Received 23 October 2014

Received in revised form 12 January 2015

Accepted 15 January 2015

Available online 4 February 2015

Keywords:

Small punch test

Notches

Fracture toughness

Structural steel

ABSTRACT

The small punch test (SPT) is very convenient for estimating tensile mechanical properties, being the estimation of fracture toughness still a controversial subject of debate. One of the new strategies developed is the use of notched specimens. In this paper, two different grades of CrMoV steels were employed to analyse the evolution of the notch mouth opening displacement of the small punch sample (δ_{SPT}). Complete and interrupted tests were performed on specimens with longitudinal non-through notches with a notch length to thickness ratio of 0.3. A numerical model was also developed for corroborating the experimental results. A material-independent relationship between δ_{SPT} and the punch displacement (d) was found: $\delta_{SPT} = 0.217d$. Since crack length measurement is not possible on SPT samples, the value of δ_{SPT} at crack growth onset (δ_{SPT_ini}) was used for comparison with the CTOD values for crack initiation in the standard tests (δ_{ini}). Crack growth onset in the SPT specimens was verified by observation after splitting them in two halves, as well as comparing the numerical curves (without damage model) and the experimental ones. Larger values have been obtained by means of the SPT, due to the lower constraint of the test. However, the developed methodology seems to be suitable when dealing with ductile steels, although other different materials are needed to be tested.

© 2015 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

The small punch test (SPT) is a miniature non-standard test which employs very small specimens (generally 8 mm diameter and 0.5 mm thickness). It was developed in the early 1980s with the aim of determining the post-irradiation mechanical properties of materials used in the nuclear industry [1]. The specimen is clamped between two matrices and deformed by the action of a punch which passes through a hole in the lower matrix. The load versus punch displacement curve provides information that allows mechanical properties such as the yield stress or the ultimate tensile strength to be estimated [2–7]. Good correlations have been found between SPT parameters and the actual mechanical properties of a wide range of materials, making the SPT a suitable test when structural in-service elements need to be analysed [2–5,7], or when standard specimens cannot be extracted from small regions of the structure [6,8]. However, it is still a non-standard test, although a European Code of Practice [9,10] was published in 2006 providing general recommendations for its application.

* Corresponding author at: Campus de Gijón, Edificio Departamental Oeste 7.1.17, 33203 Gijón, Spain. Tel.: +34 985 18 19 67; fax: +34 985 18 24 33.

E-mail address: garciatomas@uniovi.es (T.E. García).¹ www.simumecatam.com.

Nomenclature

a	notch length of the small punch specimen
d	punch displacement
t	small punch specimen thickness
t_f	small punch specimen thickness in the failure zone
SPT	small punch test
ε_{qf}	biaxial strain at fracture
δ_{ini}	CTOD at crack onset
δ_{SPT_ini}	notch mouth opening displacement of the small punch notched specimen at crack onset
δ_{SPT}	notch mouth opening displacement of the small punch notched specimen
A	notch width + δ_{SPT}

Fracture toughness is one of the key properties when analysing structural components, especially components in power applications (neutron-irradiated or thermally-aged materials). A very thin uncracked specimen is employed in the conventional SPT test. Consequently, test conditions have no stress concentrators and are very far from plane strain, as is required in standard fracture toughness tests [11]. Thus, the estimation of this parameter by means of the SPT still remains a controversial subject of debate.

Different strategies for estimating fracture toughness have been adopted since the appearance of the SPT. The first was proposed by Mao et al. in 1987 [2]. This consists of the measurement of the so-called biaxial strain at fracture, ε_{qf} , which relates the original specimen thickness, t , to the thickness measured in the failure zone, t_f (expression 1). Several authors [2,5,9,11–14] have found good relationships between this parameter and fracture toughness, although very different, totally empirical expressions have been obtained, showing a clear dependence on the type of material. Other reported strategies include the measurement of the energy furnished by the test until a 20% drop after the application of the maximum load [6,15] or the estimation of the parameters of an appropriate damage model by applying neural networks to the SPT result and subsequently simulating the mechanical behaviour of the standard fracture toughness test [16,17].

$$\varepsilon_{qf} = \ln\left(\frac{t}{t_f}\right) \quad (1)$$

In recent years, several researchers have tended to use notched small punch specimens [5,18–23]. This type of specimen seems to be more suitable due to having an initial defect which acts as a stress concentrator. One of the proposals based on this concept is the use of defect opening displacement (δ_{SPT}) as a fracture parameter, similar to the CTOD (δ) concept employed in standard fracture tests [11,21].

The present paper proposes a methodology for measuring δ_{SPT} on small punch test specimens provided with a longitudinal non-through notch [21]. This methodology was validated testing two different grades of CrMoV steels: one with ductile behaviour and the other with brittle behaviour. Numerical simulations were also carried out to corroborate the experimental measurement of δ_{SPT} . Measurement of the δ_{SPT} parameter could open up a new method for estimating fracture toughness using the SPT.

2. Materials and conventional tests

Two different CrMoV steels were analysed, one with ductile behaviour at room temperature (base metal) and the other one with brittle behaviour (weld metal).

A 108 mm thick plate of 2.25Cr1Mo0.25V steel (SA 542 Grade D-Class 4) was used as the base metal. It was normalized at 950 °C, quenched in water from 925 °C and tempered at 720 °C for 3 h. The chemical composition of this steel is shown in Table 1.

A weld coupon with a length of 1300 mm and a width of 600 mm was produced using a maximum gap of 30 mm by means of a submerged arc welding procedure using alternating current, a 4 mm diameter Thyssen Union S1 CrMo2V consumable and a heat input of 2.2 kJ/mm (29–32 V, 425–550 A and 45–55 cm/min). A minimum preheat temperature of 205 °C and a maximum inter-pass temperature of 250 °C were likewise employed. A 4 h de-hydrogenation treatment was performed at 350 °C immediately after welding. This treatment is absolutely essential at all times when dealing with this steel. Table 1 also gives the chemical composition of the weld metal.

Table 1

Chemical composition of the SA 542 Grade D-Class 4 steel (base metal) and the weld metal [%wt].

STEEL	%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%V	%Ni
CrMoV base metal	0.15	0.09	0.52	2.17	1.06	0.31	0.19
CrMoV weld metal	0.08	–	–	2.28	0.93	0.24	0.03

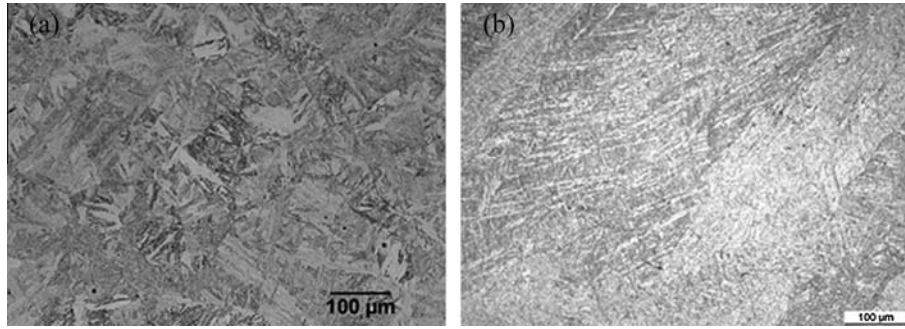


Fig. 1. Microstructures of the base metal (a) and weld metal (b).

Fig. 1a shows the microstructure of the base metal, which is composed of tempered bainite and tempered martensite. Fig. 1b shows the microstructure of the weld metal directly obtained after welding, which is composed of fine randomly-oriented acicular bainite packets.

2.1. Tensile tests

Tensile tests were performed at ambient temperature according to the ASTM E 8M standard [24]. Three specimens of each material were tested. The plastic region of the stress–strain curve was fitted by means of an exponential law (expression 2). This law was employed to extrapolate the plastic behaviour to large deformations in the numerical simulation.

$$\sigma = k\epsilon_p^n \quad (2)$$

2.2. Fracture tests

Fracture toughness tests were carried out using three-point bending specimens, SE(B), with a crack length-to-width ratio $a/W = 0.5$, in compliance with the ASTM E1820 standard [11]. Specimens were fatigue pre-cracked at ambient temperature to the required initial crack length using an R-ratio of 0.1 and were subsequently side-grooved in the case of the material with ductile behaviour (base metal).

Fracture tests were carried out on the base metal following the ASTM E1820 standard [11]. The single-specimen method, based on the elastic unloading compliance technique, was used to determine the δ – Δa resistance curve (CTOD-R curve). The results thus obtained were corrected using the physical measurement of the crack determined at the end of each test by means of a suitable low magnification microscope. The value of δ for each unload (δ_i) was determined after splitting up its elastic and plastic components (expressions 3–5). The elastic component, defined by expression 4 (where ν , σ_{ys} and E are Poisson's ratio, the yield stress and elastic modulus, respectively), was obtained from the stress intensity factor, K_i [11]. The value of the plastic rotation factor, $r_p = 0.44$, is given in the ASTM E1820 standard [11]. W and a_i are the width and actual crack length, respectively, while v_{pli} is the actual plastic component of the crack mouth opening displacement (CMOD). Experimental points δ_i – Δa_i were fitted by means of the power law of expression 6. The δ_{IC} for the weld metal (brittle material) was assessed by means of expression 4.

$$\delta_i = \delta_{eli} + \delta_{pli} \quad (3)$$

$$\delta_{eli} = \frac{K_i^2(1 - \nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \quad (4)$$

$$\delta_{pli} = \frac{r_p(W - a_i)v_{pli}}{r_p(W - a_i) + a_i} \quad (5)$$

$$\delta = C_1 \cdot (\Delta a)^{C_2} \quad (6)$$

3. Small punch tests

Fig. 2a shows a scheme of the small punch test device, which was connected to a universal testing machine [5–7,21,26]. The specimen was placed on the lower matrix, which has a 4 mm diameter hole with a 0.2 mm fillet radius. The specimen was firmly clamped by means of a threaded fixer and the load was applied by means of a 2.5 mm hemispherical diameter punch. A free-standing extensometer attached to the experimental device was employed to accurately measure the punch

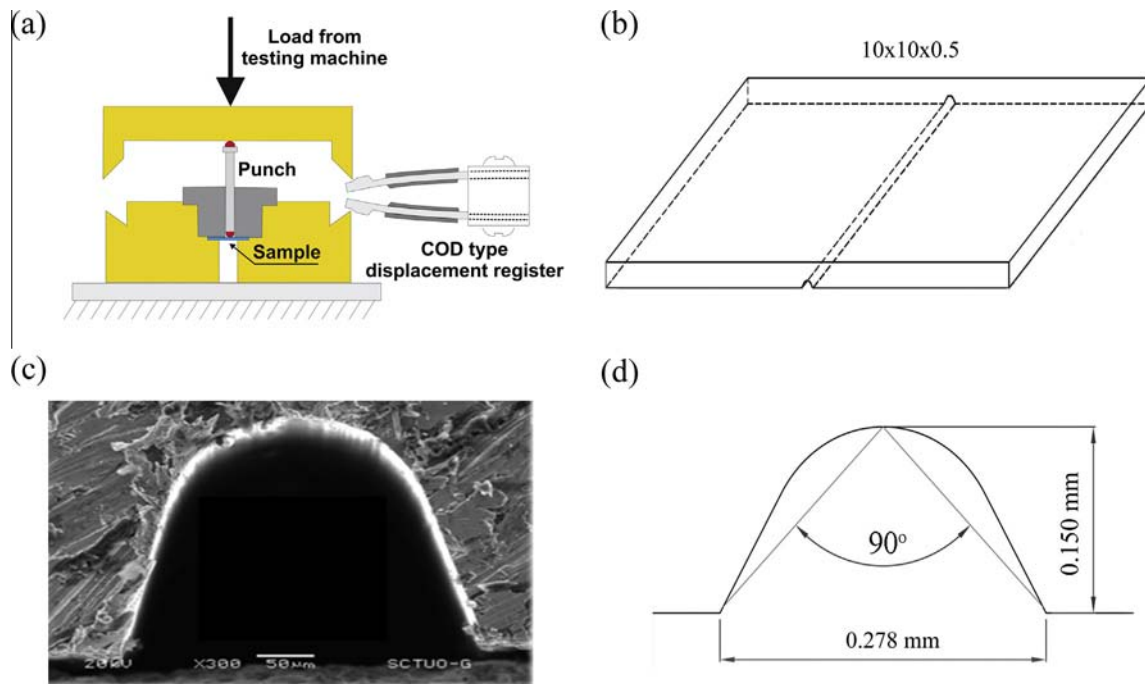


Fig. 2. (a) SPT device (b) notched specimen (mm) (c) SEM image of the notch (d) notch geometry.

displacement. A high stiffness material was previously tested in order to correct the obtained SPT curves eliminating the machine and equipment stiffness [5–7,27]. All the tests were carried out at a constant displacement rate of 0.2 mm/min. Lubrication was employed in order to avoid any effect of friction.

Notched 10×10 mm square specimens with a thickness (t) of 0.5 ± 0.01 mm were used (Fig. 2b). These specimens were prepared with a notch length-to-thickness ratio $a/t = 0.3$. The notches were extended from the centre of one side to the centre of the opposite side of the square specimens. They were machined using a 30° micro milling tool, with a $100 \mu\text{m}$ tip radius. It was observed that this kind of notch is able to act as a crack initiator, with the micromachining ensuring its reliability (uniform shape and depth along the entire specimen length) [21]. Fig. 2c shows a scanning electron microscopy (SEM) image of the notch profile after cutting the specimen into two halves, while Fig. 2d gives its characteristic dimensions.

In accordance with the definition of CTOD given by Rice [25] (displacement at the intersection of a 90° vertex with the crack flanks), the measurement of the crack tip opening displacement of the SPT specimen (δ_{SPT}) can be performed from the notch mouth opening displacement, as it is very close to Rice's definition (Fig. 2d):

$$\delta_{SPT} \text{ (mm)} = \Delta - 0.278 \quad (7)$$

In order to analyse the evolution of the δ_{SPT} parameter during the loading of the sample, interrupted tests were performed at different punch displacement values, in addition to complete tests until specimen failure. At least three complete tests were carried out for each material, with 11 tests being interrupted between punch displacements of 0.25 and 1.25 mm so as to monitor the evolution of the notch opening until the maximum recorded load. Measurements of Δ were performed using SEM and image analysis software. This value was always measured on the central section of the specimen (maximum deformation), as shown in Fig. 3a.

At the end of the tests, specimens were brittle fractured into two halves inside liquid nitrogen with the aim of establishing the fracture micromechanisms developed during the SPT and to determine whether crack initiation took place at each level of punch displacement or not.

4. Numerical simulation

A finite element model of the SPT was developed using the ABAQUS/Standard version 6.13 commercial software. A 3-D approach was adopted to model the specimen geometry and test setup. Due to the symmetry of the specimen and load, only one quarter of the specimen was modelled by means of 44400 8-node linear brick elements (C3D8). A more refined mesh was used near the notch, where the minimum element length was equal to $25 \mu\text{m}$, in accordance with the sensitivity analysis performed in a previous study [26]. The lower matrix, the fixer and the punch were modelled as rigid bodies and their degrees of freedom were constrained, except for the vertical displacement of the punch. The friction coefficient was set to $\mu = 0.1$, which is a commonplace value for steel-to-steel contacts in the presence of lubrication [7,28]. The general scheme

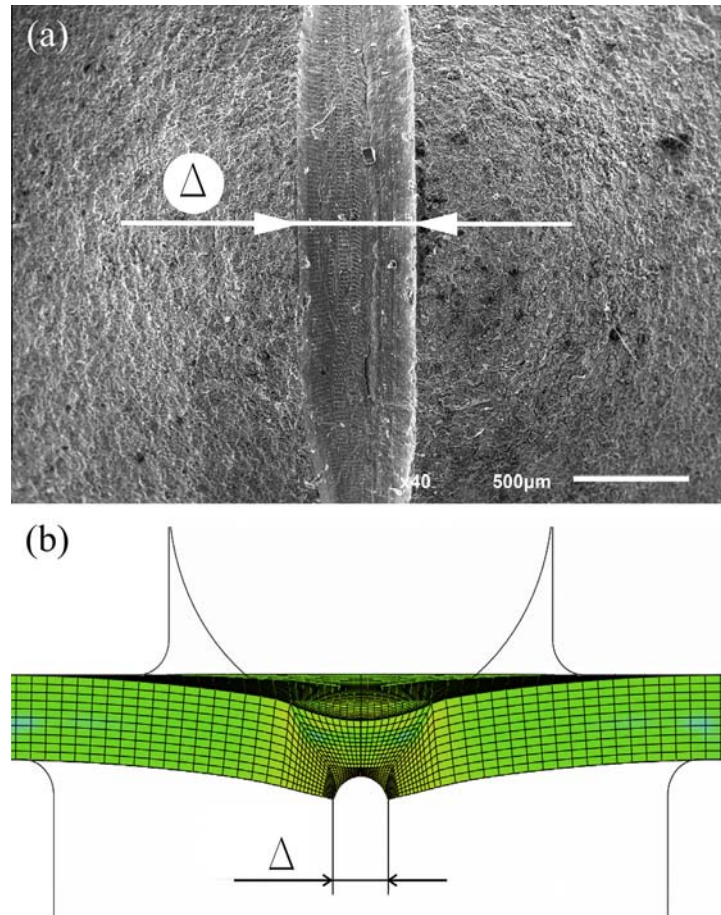


Fig. 3. (a) Experimental measurement of Δ (b) numerical measurement of Δ .

of the model is shown in Fig. 4a, while Fig. 4b shows the mesh employed and Fig. 4c shows the mesh refinement used in the notch region.

Results obtained from tensile tests were used to characterise the elasto-plastic behaviour of the material, making use of the entire stress–strain curve and extrapolating it for large deformations through the exponential fit of expression 2. δ_{SPT} was measured in a similar way to the experimental value, as described in Fig. 3b.

5. Results and discussion

5.1. Conventional characterization

The results of the tensile tests are shown in Table 2, where n and k are the coefficients of the stress–strain exponential fit (expression 2). Fig. 5 shows a comparison between the experimental and calculated stress–strain curves.

Fig. 6a shows the δ – Δa curve of the base metal, while Fig. 6b shows the Load–CMOD curve of the weld metal. Table 3 shows the mean results obtained in the fracture tests. Values of δ_{IC} , K_{IC} and J_{IC} were assessed as per the ASTM standard [11]. The value of δ_{ini} was also assessed (Table 3) due to the fact that these critical parameters (δ_{IC} , K_{IC} and J_{IC}) are assessed when the crack has grown to a certain value (usually 0.2 mm [11]) and as it is not possible to measure crack growth in the SPT, it only being possible to estimate crack initiation. This value represents the crack tip opening displacement when the crack has started to grow. In the case of the CrMoV base metal, due to its ductile behaviour, δ_{ini} would theoretically correspond to the δ value where the blunting line separates from the δ – Δa curve. In the case of the CrMoV weld metal, the value of δ_{ini} corresponds to the point of instability, being equal to δ_{IC} . Operating this way, it is possible to compare this δ_{ini} parameter with the δ_{SPT} determined when the crack starts to grow in the small punch specimen (δ_{SPT_ini}).

Fig. 7 shows a SEM image of the fracture surface of the base metal, which presented wholly ductile behaviour, showing the typical ductile fracture micromechanism: nucleation, growth and coalescence of microvoids. In contrast, the fracture behaviour of the weld metal was mainly brittle (Fig. 8a). However, as can be seen in Fig. 8b, some regions were also detected with a mixed mode of fracture: cleavage and ductile fracture micromechanisms.

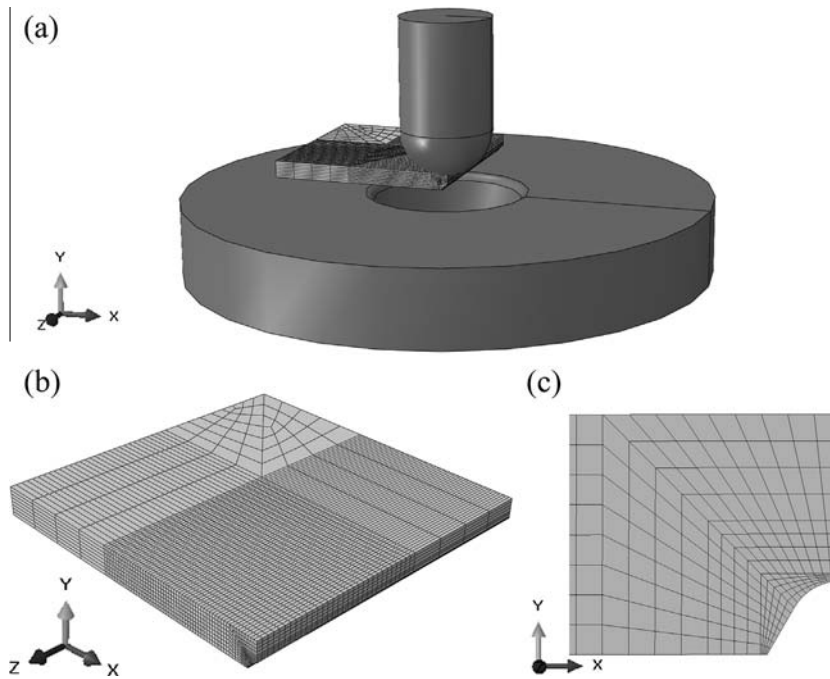


Fig. 4. Numerical model of the SPT: (a) General scheme (fixer not shown) (b) mesh employed (c) mesh refinement at specimen notch.

Table 2
Results of tensile tests (mean ± standard deviation).

STEEL	E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	n	k (MPa)
CrMoV base metal	209 ± 11	587 ± 19	700 ± 16	0.107 ± 0.007	1019 ± 16
CrMoV weld metal	221 ± 21	1019 ± 21	1120 ± 1	0.079 ± 0.005	1486 ± 16

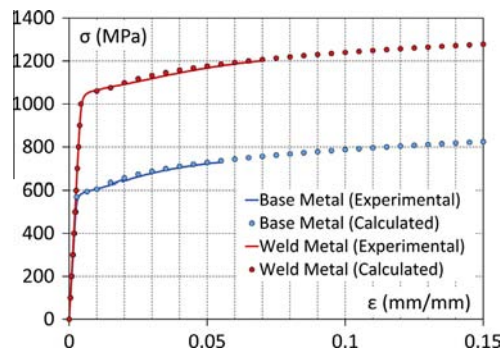


Fig. 5. Experimental and calculated stress–strain curves.

5.2. Small punch test

Fig. 9 shows the characteristic SPT curves obtained from the analysed steels. The points along the curves indicate the punch displacement values where the different interrupted tests were arrested. The higher maximum load obtained with the weld metal is in accordance with the higher tensile properties of this steel (see Table 2). Comprehensive analysis of the behaviour of steels together with other materials, studying the relationship between the SPT parameters (using un-notched specimens) and actual mechanical properties, can be found in [7].

Fig. 10 shows SEM images of some specimens tested until failure. As can be seen in Figs. 10a (CrMoV base metal) and 10c (CrMoV weld metal), the cracks always started at the tip of the notch. In the case of the base metal, ductile fracture micromechanisms can be observed in both the standard and SPT specimens (Figs. 7 and 10b). In the case of the weld metal,

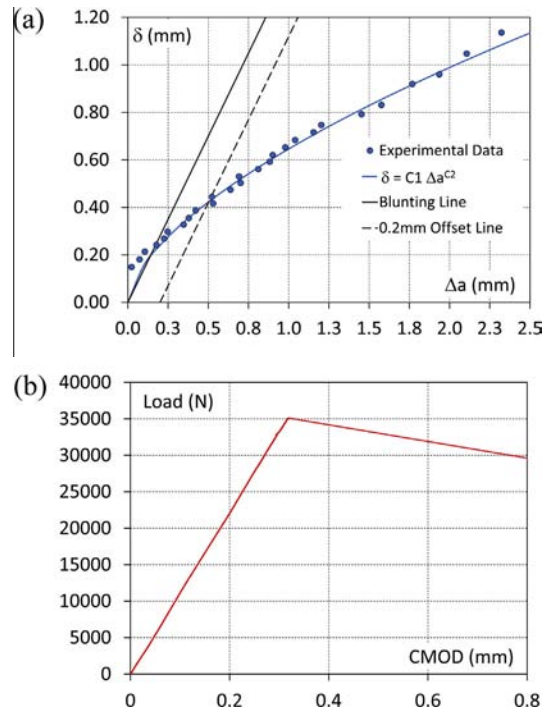


Fig. 6. (a) δ - Δa curve of the base metal (b) load-CMOD curve of the weld metal.

Table 3
Mean results of fracture tests.

STEEL	δ_{ini} (mm)	δ_{IC} (mm)	J_{IC} (kJ/m ²)	K_{IC} (MPa m ^{0.5})
CrMoV base metal	0.214	0.417	555	–
CrMoV weld metal	0.008	0.008	–	81

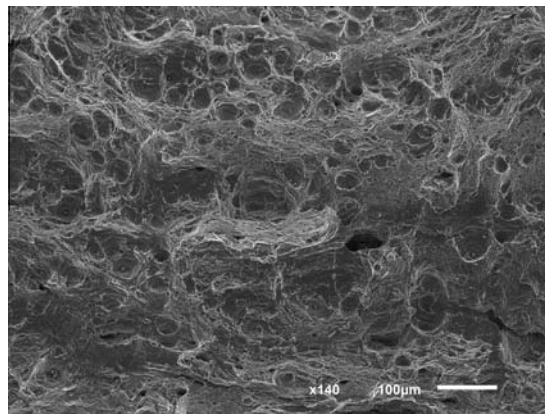


Fig. 7. Fracture surface of the CrMoV base metal.

a mixed mode of fracture was observed in the standard fracture toughness specimen (Fig. 8), but only ductile micromechanisms in the SPT specimens, as can be seen in Fig. 10d, where only elongated microvoids are observed.

The punch displacement values where the interrupted tests were arrested and the values of the δ_{SPT} experimentally measured at these points are shown in Table 4.

The relationships between punch displacement, d , and δ_{SPT} (both experimental and numerical) are plotted in Fig. 11. The numerical and experimental results are quite close. As can be seen, for a certain value of punch displacement, δ_{SPT} does not

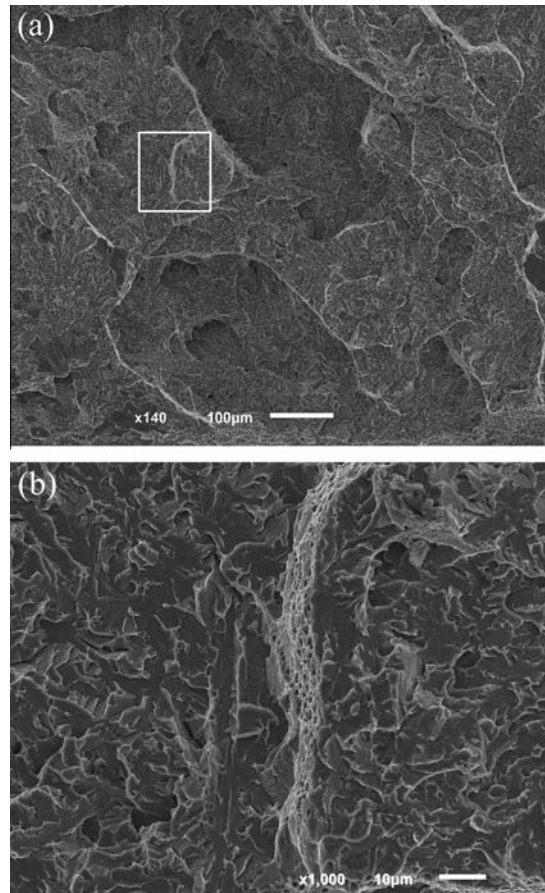


Fig. 8. (a) Fracture surface of the CrMoV weld metal (b) detail of the mixed mode of fracture of the CrMoV weld metal.

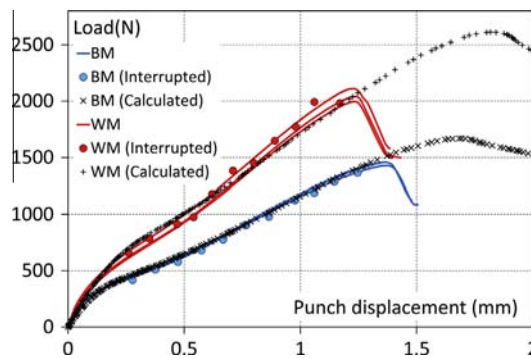


Fig. 9. Experimental (both complete and interrupted tests) and calculated SPT curves of base metal (BM) and weld metal (WM).

seem to depend on the tested material. Moreover, the relationship between punch displacement and δ_{SPT} could be fitted by means of a simple linear equation (expression 8), also plotted in Fig. 11:

$$\delta_{SPT} = 0.217 \cdot d \tag{8}$$

This finding is very interesting if a consistent methodology based on these concepts would be developed, as it would not be necessary to perform interrupted tests in order to obtain the evolution of δ_{SPT} , if expression 8 is taken as a general expression.

The comparison of the experimental SPT curves and those obtained by means of numerical simulation can be seen in Fig. 9. In the case of the CrMoV base metal, the numerical curve matches the experimental one perfectly up to a load close to the maximum load of the experimental curve. Beyond this point, the numerical specimen is able to bear a much higher

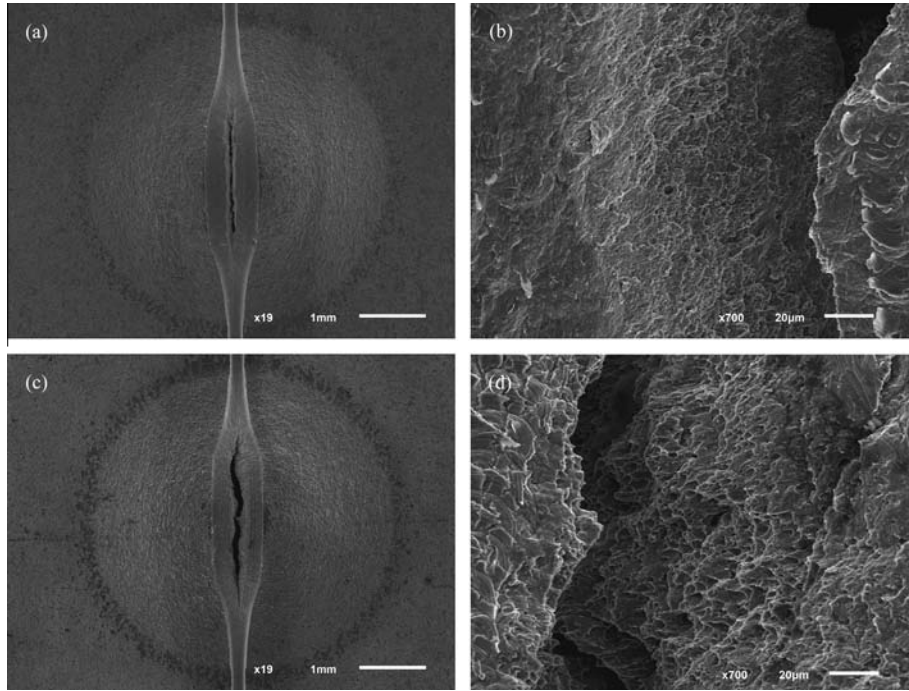


Fig. 10. SEM images of small punch specimens tested until failure: (a) General view of the base metal. (b) Detail of the base metal's fracture mechanisms (c) general view of the weld metal. (d) detail of the weld metal's fracture mechanisms.

Table 4

Experimental results obtained from the interrupted SPT tests. The values for crack onset are underlined.

Base metal		Weld metal	
Punch displacement (mm)	δ_{SPT} (mm)	Punch displacement (mm)	δ_{SPT} (mm)
0.28	0.047	<u>0.26</u>	<u>0.066</u>
0.38	0.081	0.35	0.112
0.47	0.113	0.47	0.125
0.57	0.137	0.54	0.136
0.67	0.140	0.62	0.142
0.77	0.147	0.71	0.148
0.86	0.172	0.80	0.171
0.98	0.177	0.89	0.185
1.06	0.255	0.98	0.197
1.15	0.231	1.06	0.227
<u>1.25</u>	<u>0.284</u>	1.17	0.273

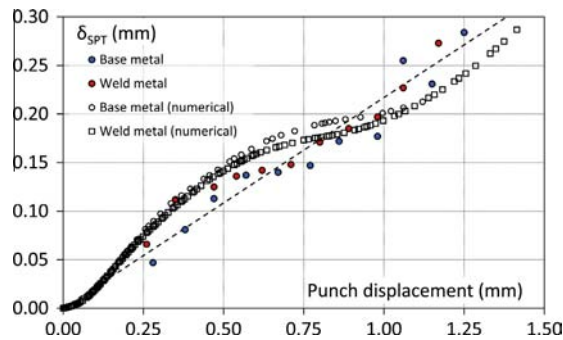


Fig. 11. Experimental and numerical relationships between punch displacement and δ_{SPT} .

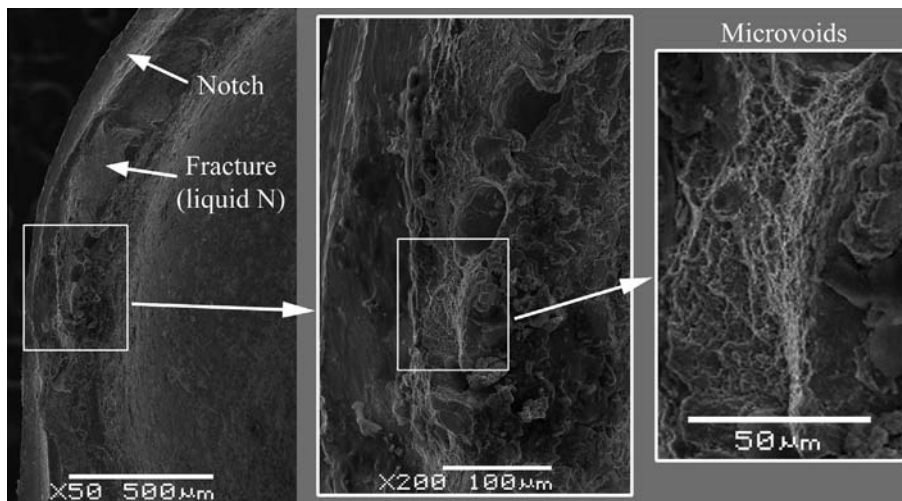


Fig. 12. Middle section of a CrMoV base metal SPT specimen after splitting it inside liquid nitrogen: $d = 1.25$ mm.

load. The reason for this is the following: whereas a crack starts to grow from the notch in the experimental test, the numerical model represents only the behaviour of an ideal specimen without crack growth, including only crack blunting and necking, as no damage model was implemented. This fact is interesting for helping in the estimation of the punch displacement at crack onset. Figs. 12 and 13 show the middle section of CrMoV base metal small punch specimens after splitting them inside liquid nitrogen. The specimen whose SPT was arrested at a displacement level close to the maximum load (Fig. 12, $d = 1.25$ mm) showed a small zone (between the notch and the final brittle fracture zone produced inside the liquid nitrogen) in which stable growth micromechanisms (microvoids) were observed. However, as can be seen in Fig. 13, when the test was arrested at a displacement value of 1.15 mm, only a brittle fracture surface was observed due to breakage inside the liquid nitrogen. This observation suggests that crack onset takes place near the maximum load of the test for the base metal, at displacement values similar to those in which the numerical and experimental curves separate. Thus, assuming that crack onset takes place at a displacement value of 1.25 mm, a notch opening displacement value of 0.284 mm (Table 4) was taken as δ_{SPT_ini} for comparison with the standard value of $\delta_{ini} = 0.214$ mm (Table 3).

It should be noted that the stress state of the small punch test specimen is far from the stress condition of the standard fracture toughness test specimen. Whereas the constraint level is high in the standard test, close to plane strain (thus obtaining a very conservative value of fracture toughness), the constraint level in the SPT is quite low, close to plane stress (hence a less conservative value of fracture toughness should be obtained). The stress triaxiality (ratio between the hydrostatic and the Von Mises stress, $\xi = \sigma_h/\sigma_{vm}$) of the notched SPT specimens used in this study just ahead the crack tip is around $\xi = 1.1$ [21], while in the standard test it is close to $\xi = 4$. This fact should give rise to higher values of δ_{SPT_ini} in relation to the δ_{ini} values obtained in the standard fracture toughness test. Accordingly, the results obtained for the CrMoV base metal seems to be

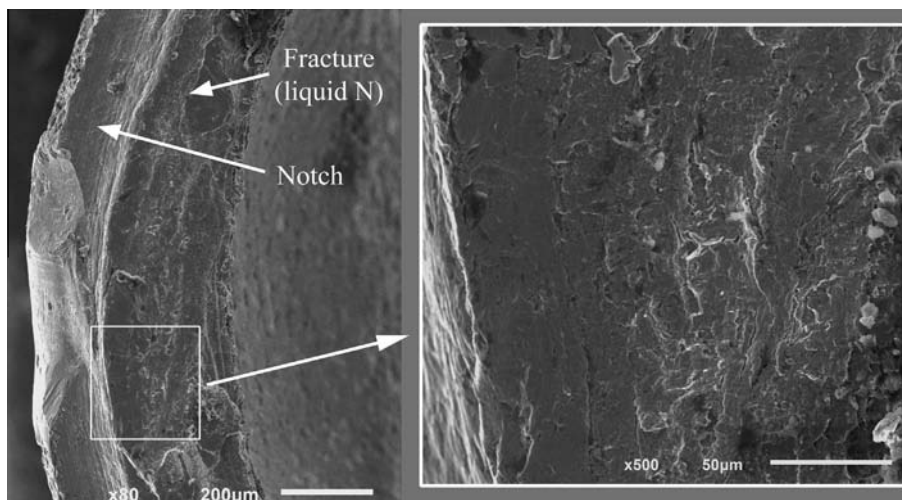


Fig. 13. Middle section of a CrMoV base metal SPT specimens after splitting it inside liquid nitrogen: $d = 1.15$ mm.

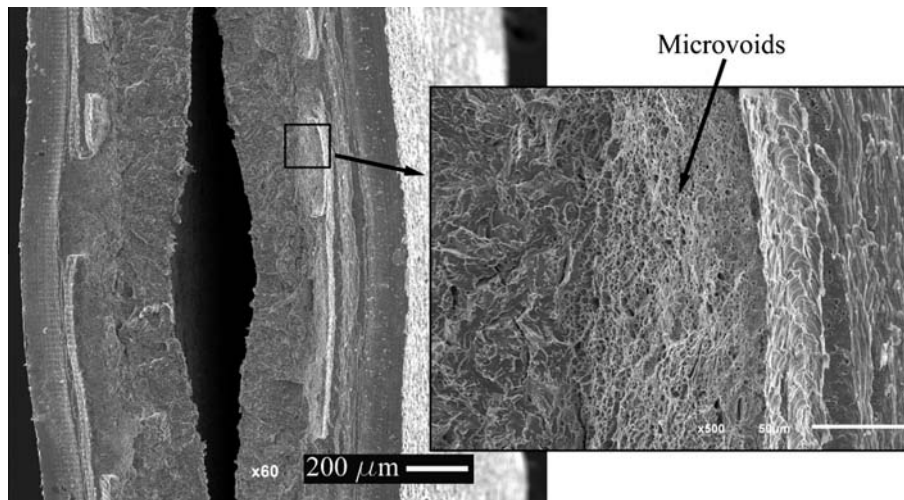


Fig. 14. Halves of a CrMoV weld metal SPT specimen tested up to a punch displacement of 0.26 mm after splitting it inside liquid nitrogen.

acceptable (0.283 mm in the SPT and 0.214 mm in the fracture toughness standard test), but more ductile materials should be tested in order to establish a sound relationship between δ_{SPT_ini} and δ_{ini} .

In the case of the CrMoV weld metal, the SPT experimental curve separates from the numerical plot at a much early stage of the test (see Fig. 9). This fact might indicate that crack onset in the experimental specimen is taking place at an early stage of the test, giving rise to the observed differences between numerical and experimental results. Fig. 14 shows SEM images of the two halves of a specimen tested up to a punch displacement of only 0.26 mm, after splitting it inside liquid nitrogen. Ductile fracture micromechanisms were observed for this early level of displacement, so a value of $\delta_{SPT_ini} = 0.066$ mm was assumed for comparison with the standard $\delta_{ini} = 0.008$ mm (see Tables 4 and 3). In this case, the difference between the two values is much larger than in the case of the CrMoV base metal. Now, the aforementioned lower constraint characteristic of the SPT has led not only to an increase in the fracture toughness of the CrMoV weld metal, but also to a change in the fracture micromechanics, from near brittle behaviour in the standard fracture toughness test (Fig. 8) to wholly ductile behaviour in the SPT, as can be seen in both Figs. 10d and 14.

6. Conclusions

The following conclusions can be drawn from the present study, all of which are valid only for the described SPT notched specimens and test setup:

- A new methodology for estimating fracture toughness by means of SPT notched specimens has been developed.
- The relationship between punch displacement and δ_{SPT} seems to be material independent, at least before crack initiation, only being dependent on the test setup and specimen geometry.
- The measurement of δ_{SPT} could be a good strategy for estimating the CTOD at the onset of crack growth in materials that exhibit ductile behaviour. In this case, crack onset can be estimated at the point where the experimental and the numerically calculated SPT curves separate.
- It does not seem possible to estimate the fracture toughness of materials which behave in a brittle way in the standard fracture toughness test, as the characteristic loss of constraint of the SPT test can lead to a change in the fracture micromechanism (from brittle to ductile).

Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge financial support from the Spanish Ministry of Science and Innovation through Project: MICINN-12-MAT2011-28796-C03-03. T.E. García is likewise grateful for financial support from the Principado de Asturias Regional Government through the Severo Ochoa Scholarship Programme (BP12-160).

References

- [1] Manahan MP, Argon AS, Harling OK. The development of a miniaturized disk bend test for the determination of postirradiation mechanical properties. *J Nucl Mater* 1981;104:1545–50.
- [2] Mao X, Takahashi H. Development of a further-miniaturized specimen of 3 mm diameter for TJZM disk (0.3 mm) small punch tests. *J Nucl Mater* 1987;150:42–52.

- [3] Fleury E, Ha JS. Small punch tests to estimate the mechanical properties of steels for steam power plant: I. Mechanical strength. *Int J Pres Ves Pip* 1998;75:699–706.
- [4] Finarelli D, Roedig M, Carsughi F. Small punch tests on austenitic and martensitic steels irradiated in a spallation environment with 530 MeV protons. *J Nucl Mater* 2004;328:146–50.
- [5] Rodríguez C, Cárdenas E, Belzunze FJ, Betegón C. Fracture characterization of steels by means of the small punch test. *Exp Mech* 2013;53:385–92.
- [6] Rodríguez C, García J, Cárdenas E, et al. Mechanical properties characterization of heat-affected zone using the small punch test. *Weld J* 2009;88:188–92.
- [7] García TE, Rodríguez C, Belzunze FJ, Suárez C. Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test. *J Alloys Compd* 2014;582:708–17.
- [8] Dymáček P, Dobes F. Investigation of fracture in pure aluminium after ECAP by means of small punch test. *Acta Metall Slovaca Conf* 2013;3:57–64.
- [9] CEN Workshop Agreement, CWA 15627:2006 E, “Small punch test method for metallic materials”, CEN, Brussels; 2006.
- [10] Hurst R, Matocha K. Experiences with the European Code of Practice for small punch testing for creep, tensile and fracture behaviour. In: 3rd International Conference SSTT, Graz, Austria; 2014.
- [11] ASTM E 1820-08a, Standard test method for measurement of fracture toughness, American Society for Testing and Materials.
- [12] Saucedo-Muñoz ML, Liu SC, Hashida T, et al. Correlation between J_{IC} and equivalent fracture strain determined by small-punch tests in JN1, JJ1 and JK2 austenitic stainless steels. *Cryogenics* 2001;41:713–9.
- [13] Budzakoska E, Carr DG, Stathers PA, et al. Predicting the J integral fracture toughness of Al6061 using the small punch test. *Fatig Fract Eng Mater* 2007;30:796–807.
- [14] Guan K, Hua L, Wang Q, et al. Assessment of toughness in long term service CrMo low alloy steel by fracture toughness and small punch test. *Nucl Eng Des* 2001;241:1407–13.
- [15] Baik JM, Kameda J, Buck O. *Scripta Metall Mater* 1983;17:1443–7.
- [16] Alegre JM, Cuesta II, Bravo PM. Implementation of the GTN damage model to simulate the small punch test on pre-cracked specimens. *Eng Proc* 2011;10:1007–16.
- [17] Abendroth M, Kuna M. Identification of ductile damage and fracture parameters from the small punch test using neural networks. *Eng Fract Mech* 2006;73:710–25.
- [18] Cuesta II, Alegre JM. Determination of the fracture toughness by applying a structural integrity approach to pre-cracked small punch test specimens. *Eng Fract Mech* 2011;78:289–300.
- [19] Cuesta II, Rodríguez C, Belzunze FJ, Alegre JM. Analysis of different techniques for obtaining pre-cracked/notched small punch test specimens. *Eng Fail Anal* 2011;18:2282–7.
- [20] Turba K, Gülçimen B, Li YZ, et al. Introduction of a new notched specimen geometry to determine fracture properties by small punch testing. *Eng Fract Mech* 2011;78:2826–33.
- [21] Peñuelas I, Rodríguez C, Belzunze FJ, Betegón C. Analytical and experimental determination of the fracture toughness by means of small punch test specimens notched with a femtolaser. In: 19th International Conference of Fracture, Kazan, Russia; 2012.
- [22] Barbáchano H. Ph.D. Thesis, University of Burgos; 2012.
- [23] Lacalle R. Ph.D. Thesis, University of Cantabria; 2012.
- [24] ASTM E 8M, “Standard test methods of tension testing of metallic materials [metric]”, Annual book of ASTM standards, vol. 3.01. American Society for Testing and Materials.
- [25] Rice JR. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *J Appl Mech* 1968;35(2):379–86.
- [26] Peñuelas I, Rodríguez C, Belzunze FJ, García TE, Betegón C. Analytical and experimental determination of the fracture toughness of structural steels through small punch test specimens notched by micromachining, laser and femtolaser techniques. In: 2nd International Conference SSTT, Ostrava, Czech Republic; 2012.
- [27] Campitelli EN, Spätig P, Bonadé R, Höffelner W, Victoria M. Assessment of the constitutive properties from small ball punch test: experiment and modeling. *J Nucl Mater* 2004;335:366–78.
- [28] Dymáček P, Milicka K. Creep small-punch testing and its numerical simulations. *Mater Sci Eng A-Struct* 2009;510–511:444–9.

4.3. Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement of steels by means of the small punch test

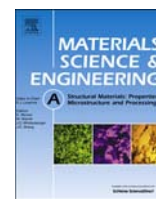
Referencia de publicación: T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, I. Peñuelas, B. Arroyo. Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement of steels by means of the small punch test. Materials Science and Engineering A.

Índice de impacto: 2.409 METALLURGY METALLURGICAL ENGINEERING (6/75, Q1).



Contents lists available at ScienceDirect

Materials Science & Engineering A

journal homepage: www.elsevier.com/locate/msea

Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement of steels by means of the small punch test

T.E. García^{a,*}, C. Rodríguez^a, F.J. Belzunce^a, I. Peñuelas^a, B. Arroyo^b^a SIMUMECAMAT (University of Oviedo), Edificio Departamental Oeste 7.1.17, Campus Universitario, 33203 Gijón, Spain^b LADICIM, Materials Science and Engineering Department, Civil Engineering School, University of Cantabria, Spain

ARTICLE INFO

Article history:

Received 26 November 2014

Received in revised form

20 December 2014

Accepted 22 December 2014

Available online 31 December 2014

Keywords:

Small punch test

Hydrogen embrittlement

Structural steel

ABSTRACT

Two different methodologies for analysing the deterioration of mechanical properties due to hydrogen embrittlement by means of the small punch test (SPT) have been studied. In the first, specimens were electrochemically pre-charged before testing, while in the second, they were charged at the same time as testing. A novel, simple, easy-to-manage SPT device was developed for the latter purpose. Two different CrMoV steel grades, a base and a weld metal, tempered at different temperatures, were tested. Tensile tests of hydrogen pre-charged specimens as well as hydrogen content measurements were also performed. Greater hydrogen absorption was observed in the higher strength CrMoV weld metal due to its microstructure composed of low tempered bainite. This steel was fully embrittled in both tensile and small punch tests in the presence of hydrogen, and no significant difference between the two SPT methodologies were found in this case. The CrMoV base metal was only embrittled, however, when hydrogen charging was performed at the same time as testing, showing the greater suitability of this small punch test methodology. The fracture pattern of SPT specimens changed completely from ductile to brittle when testing in hydrogen. Typical SPT parameters also exhibited a marked decrease in ductility and fracture toughness, the CrMoV weld metal being more susceptible to hydrogen embrittlement. Finally, the feasibility of the small punch test for ranking the hydrogen embrittlement susceptibility in steels was demonstrated, and the most suitable SPT parameters for analysing the reduction in mechanical properties were defined.

© 2014 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

1.1. Background

Hydrogen embrittlement (HE) is a process by means of which the mechanical properties of metals become degraded [1]. Its study is very important in the case of equipment exposed to aggressive environments, such as vessels or pipes employed in the power industry [2–4], off-shore platforms [5] and hydrogen powered vehicles [6,7]. It is also an issue that must be taken into account during manufacturing processes, as hydrogen could be introduced during welding, acid cleaning or in electrolytic coatings [8,9].

The mechanisms which hydrogen employs to damage steels are still relatively unknown. Roughly speaking, they can be divided in three different types of embrittlement [1]:

1. Hydrogen blistering (HB): hydrogen reacts with the surface of the steel, leading to the formation of blisters which act as crack initiators.
2. Environmental hydrogen embrittlement (EHE), which starts with the adsorption of environmental molecular hydrogen by the surface of the steel, followed by absorption within the lattice after dissociation into the atomic form.
3. Internal hydrogen embrittlement (IHE), produced when hydrogen is introduced into the steel in the course of the manufacturing process.

Different methodologies for testing hydrogen embrittlement have been investigated since the publication of the ASTM Selected Technical Paper in 1974 [10]. The most important test applied by industry is the tensile test at low strain rate, the so-called slow strain rate test (SSRT) [2,6,7,11]. However, several researchers have also employed conventional tensile tests with good results [3,12,13]. Both types of test may be performed inside an aggressive environment which provides hydrogen to the steel during testing [6,11], or immediately after pre-charging the specimen with hydrogen [5,7,8,12,13].

* Correspondence to: Campus de Gijón, Edificio Departamental Oeste 7.1.17, 33203 Gijón, Spain. Tel.: +34 985 18 19 67; fax: +34 985 18 24 33.

E-mail address: garciatomas@uniovi.es (T.E. García).

URL: <http://www.simumecamat.com> (T.E. García).

The small punch test (SPT) is a quasi-non-destructive test which employs a small amount of material, generally small disks of about 10 mm in diameter and 0.5 mm thick. It was developed in the early 1980s with the aim of estimating the grade of deterioration caused by irradiation in nuclear vessel steels [14,15]. Since then, this miniature test has gained importance due to its capability for estimating (or more properly, ranking) the tensile mechanical [15–17], fracture [15,16,18] or creep properties [19–21] of metallic alloys with high accuracy. A European Code of Practice [22] was developed in 2006, confirming the current importance of the SPT, with several research groups worldwide pushing for its standardization [23].

Several studies have been carried out aimed at estimating hydrogen embrittlement (mainly EHE) deterioration by means of the small punch test [5,24–27]. In a pioneering paper published in 1988, Misawa et al. [24] developed a small punch (SP) testing apparatus using miniaturized specimens submerged in high temperature and high pressure aqueous solutions to assess the resistance to stress corrosion cracking (SCC) and the corrosion of candidate structural steels in water-coolant environment under irradiation. More recently, different researchers have sought to estimate the effect of HE by means of the SPT following two strategies: pre-charging the specimens immediately before testing [5,25], or charging the specimens at the same time as testing [26,27]. The first methodology has the drawback that hydrogen can diffuse out during testing. The main problem with the second methodology is that a special testing device must be used, in some cases employing hydrogen gas at high temperature and pressure, thereby increasing the risk associated with the test.

In order to clarify which SPT methodology might be the most suitable for estimating the deterioration induced by EHE in structural steels, different small punch tests were performed at room temperature, both pre-charging the specimens before testing and charging them at the same time as testing. A novel, simple, easy-to-manage device was developed for the latter purpose. Two different grades of CrMoV steels employed in the petrochemical industry were analysed: a high strength weld metal, which is very susceptible to HE [1,25]; and a base metal usually employed in equipment submitted to hydrogen atmospheres and hence much less susceptible to this phenomenon. Tensile tests with pre-charged specimens were also conducted in order to compare the results with those obtained by the SPT.

1.2. Small punch test parameters and correlations

Fig. 1 shows the characteristic load (P)–punch displacement (d) curve of a ductile metallic alloy, in which different zones have been defined. Zone I corresponds to the elastic bending of the sample along with the indentation produced by the contact of the head of the punch on the surface of the sample. Zone II describes the progressive spread of plastic bending to the entire sample. From a certain moment onward, plastic bending leads to a membrane regime (general plastic deformation), which predominates in most of the curve, this phase corresponding to Zone III. On approaching the maximum load, the slope of the curve decreases due to the failure micromechanisms that arise, resulting in Zone IV, where a visible crack is finally produced and the load decreases until total failure of the specimen occurs.

According to a previous study [16], the SPT load $P_{y,t/10}$ (calculated at the offset $t/10$, where t is the initial specimen thickness) seems to be the most suitable parameter for estimating the yield strength of structural steels by means of expression (1), where the coefficient α depends on the material type and testing setup.

$$\sigma_{ys} = \alpha \frac{P_{y,t/10}}{t^2} \tag{1}$$

$$\sigma_{ut} = \beta_1 \frac{P_m}{t^2} \tag{2}$$

$$\sigma_{ut} = \beta_2 \frac{P_m}{(d_m t)} \tag{3}$$

$$\epsilon_{qt} = \ln\left(\frac{t}{t_f}\right) \tag{4}$$

With regard to the estimation of the ultimate tensile strength, both expressions (2) and (3) are found in the literature [15–17,23], expression (2) being the most common (P_m is the maximum test load and d_m the displacement at maximum load). Once again, the constants β_1 or β_2 are dependent on the material and test setup.

On the other hand, some authors have related d_m with elongation at failure, but the relationships thus obtained are highly dependent on the tested material [16,17]. Nevertheless, it seems to be a good parameter for comparing the ductility of structural steels (the larger the d_m , the greater the ductility). Another parameter that can be related to the toughness of steel is W_m ,

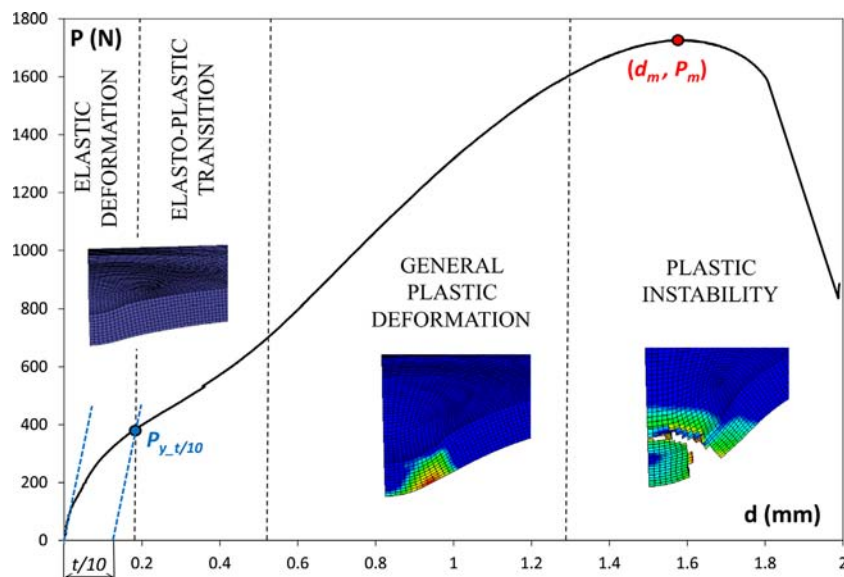


Fig. 1. Typical SPT curve of a structural steel.

assessed as the area under the SPT curve until the maximum load [25,28,29]. It is also usually used to define the ductile-to-brittle transition temperature.

Finally, the measurement of the so-called biaxial strain at fracture, ϵ_{qf} [15], which relates the original specimen thickness to the minimum thickness measured in the failure zone, t_f (expression (4)), has also been employed by several authors [15,16,22,31,32] to obtain acceptable predictions of steel fracture toughness. However, very different and fully empirical expressions have been obtained, showing a clear dependence on the type of material.

2. Materials and methods

2.1. Materials

A 108 mm thick plate of 2.25Cr1Mo0.25V steel (SA 542 Grade D-Class 4) was used as the base metal (CrMoV-1). It was normalized at 950 °C, quenched in water from 925 °C and tempered at 720 °C for 3 h. The chemical composition of this steel is shown in Table 1.

A weld coupon with a length of 1300 mm and a width of 600 mm was produced using a maximum gap of 30 mm by means of a submerged arc welding procedure using alternating current, a 4 mm diameter Thyssen Union S1 CrMo2V consumable and a heat input of 2.2 kJ/mm (29–32 V, 425–550 A and 45–55 cm/min). A minimum preheat temperature of 205 °C and a maximum inter-pass temperature of 250 °C were likewise employed. A 4-hour de-hydrogenation treatment was performed at 350 °C immediately after welding. This treatment is absolutely essential at all times when dealing with this steel in order to avoid cold cracking. Table 1 also gives the chemical composition of the weld metal (CrMoV-2).

Fig. 2a shows the microstructure of the CrMoV-1 (base metal), which is composed of tempered martensite. Fig. 2b shows the microstructure of the CrMoV-2 (weld metal), which is composed of fine randomly-oriented acicular bainite packets.

2.2. Experimental methodology

Fig. 3 shows the geometry and dimensions of both the SPT (Fig. 3a) and plane tensile specimens (Fig. 3b) used in this study. Both types of specimens had the same initial thickness,

Table 1
Chemical composition of the SA 542 Grade D-Class 4 steel (CrMoV-1) and the weld metal (CrMoV-2) [%wt].

Material	%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo	%V	%Ni
CrMoV-1	0.15	0.09	0.52	2.17	1.06	0.31	0.19
CrMoV-2	0.08	–	–	2.28	0.93	0.24	0.03

$t=0.500 \pm 0.010$ mm, and were extracted in the directions and positions depicted in Fig. 3c.

Three specimens per steel were electrochemically hydrogen pre-charged at room temperature. A 1 N solution of H₂SO₄ in distilled water with 10 drops of CS₂ and 10 mg of As₂SO₃ per litre was employed as electrolyte. The As₂SO₃ solution was prepared using the methodology proposed by Pressouyre [33]. Fig. 4a shows one of the devices employed for hydrogen pre-charging both the tensile and the SPT specimens. In the case of tensile specimens, the entire calibrated length was introduced into the electrolyte. In the case of SPT specimens, they were completely submerged in the electrolyte by means of a conductor fastening material, which also allowed several specimens to be submerged at the same time. Two different kinds of electrodes (graphite and stainless steel) were used to supply a 20 mA/cm² current density to the specimen, observing no influence of the type of electrode used. The time of hydrogen charging was 1 h in all cases, as it was experimentally observed that the embrittlement effect stabilised in both types of steels beyond this time. Moreover, it is known that surface damage of the specimens can be produced when using excessively high current densities or charging times during the electro-chemical hydrogen charge [7]. All specimens were mechanically polished (up to 1200 emery paper) and cleaned before hydrogen pre-charging.

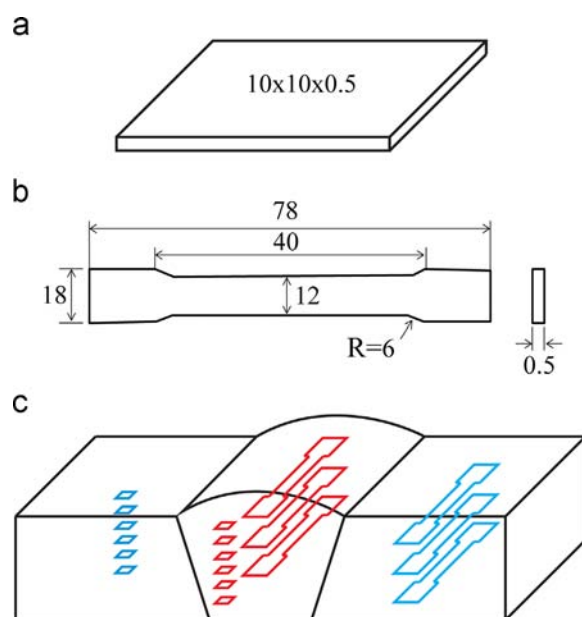


Fig. 3. (a) Dimensions (in mm) of the SPT specimens. (b) Dimensions (in mm) of the tensile specimens. (c) Scheme of the extraction of the specimens from the weld coupon.

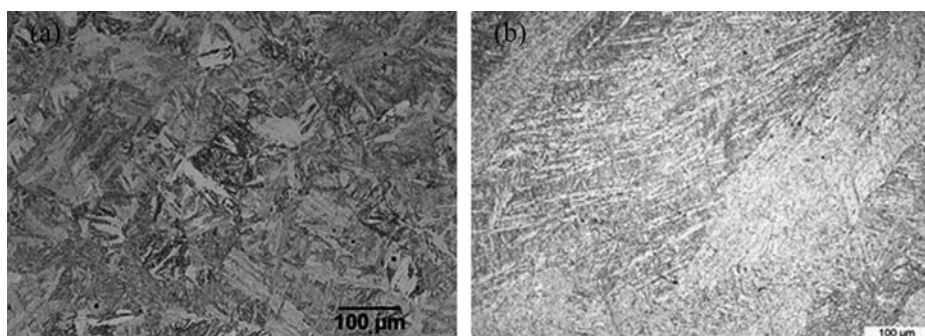


Fig. 2. Microstructures of the CrMoV-1 (a) and CrMoV-2 (b).

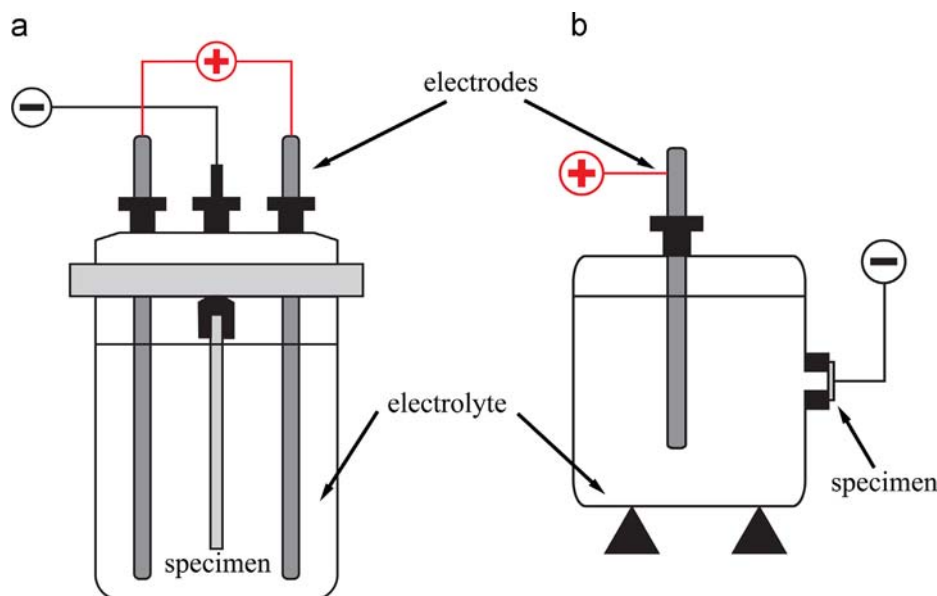


Fig. 4. Devices employed for hydrogen pre-charging: (a) full submersion (b) one-side submersion.

In the case of the SPT specimens, another hydrogen pre-charging method was also evaluated (Fig. 4b) using a different electrolytic cell. The same electrolyte and current density (20 mA/cm^2) was employed, the main difference being that only a 4 mm diameter area on one side of the specimen was placed in contact with the electrolyte. The reason for using this latter device was to ascertain whether the degree of embrittlement produced was the same as that obtained after submerging the whole specimen in the electrolyte and thus determine whether a SPT device for charging the specimens during testing, with the electrolyte contacting the specimen only through a 4 mm diameter hole, would be suitable.

Three tensile tests per type of steel (base and weld metal) were performed immediately after extracting the specimens from the electrolytic cell in order to limit hydrogen degassing at room temperature. A universal servo-hydraulic testing machine, equipped with a 15 kN load cell, was employed and the ISO 6892-1:2009 standard [34] was followed. Deformation of the specimens was measured by means of a 4 mm gage length extensometer. Three hydrogen-free specimens were also tested. Mean values of the yield modulus, E , yield strength (0.2% offset), σ_{ys} , ultimate tensile strength, σ_{ut} , and elongation at failure, e , were determined.

Fig. 5a shows a scheme of the small punch test device used to test the hydrogen-free and the pre-charged specimens. A minimum of six specimens of each type (free and pre-charged) was tested. The SPT device was connected to a universal testing machine with a 5 kN load capacity [16,18]. The specimen was placed in the lower matrix, which has a 4 mm diameter hole with a 0.2 mm fillet radius. It was firmly clamped by means of a threaded fixer and the load was applied by means of a 2.5 mm hemispherical diameter punch. A COD-type extensometer was used to accurately measure the punch displacement. A high stiffness material was previously tested in order to measure the machine and equipment stiffness and hence correct the obtained SPT curves [16,30]. All the tests were carried out at a constant displacement rate of 0.2 mm/min employing lubrication to avoid frictional effects. This test setup was in compliance with the SPT Code of Practice [22].

In order to avoid the effect of hydrogen degassing while small punch testing pre-charged specimens and with the aim of simulating a condition closer to the service conditions of real components, tests were also performed in which hydrogen was introduced at the same time as loading. A modified SPT device of similar geometry,

but custom designed (Fig. 5b) was employed. The new device had a tank filled with electrolyte placed just above the die hole. A small stainless steel rod, introduced inside this tank, was used as the electrode.

The total hydrogen content of the steels was determined using a Leco DH603 hydrogen analyser based on thermal conductivity measurements after heating the sample above 1100°C . These determinations were performed on non-charged samples and after hydrogen saturation (pre-charged during 24 h under the aforementioned conditions). In order to avoid hydrogen degassing in these last samples, they were cooled in liquid nitrogen until determining their hydrogen content.

3. Results and discussion

Fig. 6 compares the representative true stress (σ)–true strain (ϵ) curves of each steel with those obtained after hydrogen pre-charging. Table 2 summarizes the average tensile mechanical properties obtained from the two steels and the two analysed conditions. The CrMoV-2 was the only steel embrittled (exhibiting only elastic deformation and final sudden fracture), while no significant differences were observed in the case of the CrMoV-1, demonstrating the lower susceptibility of this steel (quenched and tempered at a high temperature) to hydrogen embrittlement.

Fig. 7 shows the different types of fracture which took place in the CrMoV-2 tensile specimens. In the case of the hydrogen-free samples, a typical ductile fracture along a 45° plane (maximum shear stress) was observed; while in the case of the hydrogen pre-charged samples, two transversal cracks developed in the lower part of the specimen, indicating that brittle fracture had taken place due to hydrogen pre-charging. Fig. 8 shows SEM micrographs of the tested CrMoV-2 tensile specimens, which highlight the different fracture mechanisms. While ductile mechanisms with nucleation, growth and coalescence of microvoids were predominant in the hydrogen free specimens, a totally brittle mechanism (cleavage) was observed in the hydrogen pre-charged specimens.

Fig. 9 shows representative SPT ‘load–displacement’ curves of the hydrogen-free CrMoV-2 and the pre-charged specimen using the two methods described previously (full immersion in the electrolyte and one side in contact with it). As can be seen, the

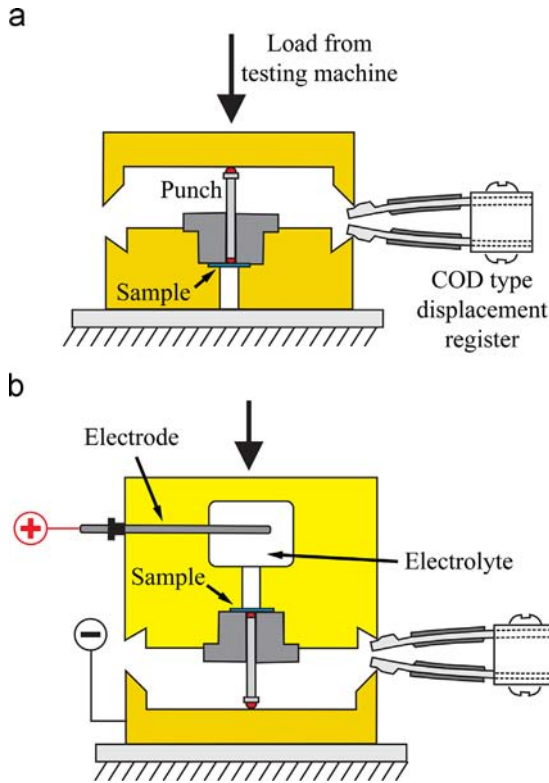


Fig. 5. (a) SPT device for testing hydrogen-free and pre-charged specimens and (b) SPT device for tests performed at the same time as hydrogen charging.

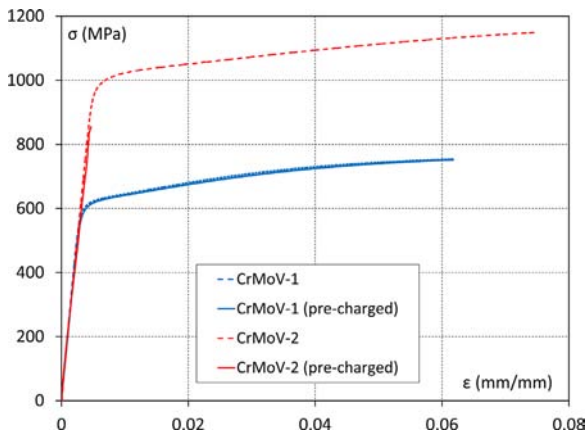


Fig. 6. True stress (σ)–true strain (ϵ) curves of the analysed steels.

Table 2
Average results of tensile tests with hydrogen-free and pre-charged specimens.

CrMoV	Condition	E (GPa)	σ_{ys} (MPa)	σ_{ut} (MPa)	e (%)
CrMoV-1	Hydrogen free	201	614	708	20.1
	Hydrogen pre-charged	213	625	716	19.2
CrMoV-2	Hydrogen free	199	993	1067	16.7
	Hydrogen pre-charged	190	851	851	0

behaviour after pre-charging the specimens in the electrolytic cell in Fig. 4a (full immersion of the specimens in the electrolyte) was the same as that obtained with the one-side submerged specimens (Fig. 4b). In fact, one of these latter specimens (CrMoV-2) was tested with the previously submerged surface in contact with the

punch (the most stressed surface in this case being the opposite one). The result was very similar, an even lower maximum load being obtained (curve marked with * in Fig. 9). These results confirmed that hydrogen is able to embrittle the specimen when only a 4 mm diameter area is placed in contact with the electrolyte. This finding has validated the design of the device used for small punch testing at the same time as hydrogen charging (sketched in Fig. 5b).

Representative curves obtained with both steels under three different conditions: hydrogen-free, pre-charged in the electrolytic cell and hydrogen charged during mechanical testing, are plotted in Fig. 10. The obtained SPT parameters (mean values \pm standard deviation) are summarized in Table 3.

As regards the CrMoV-1, if we compare the SPT results between the hydrogen-free and pre-charged specimens, any important effect of hydrogen pre-charge is detected. Fig. 11 shows a comparison between SEM images of hydrogen-free and pre-charged CrMoV-1 specimens after testing. These specimens exhibited the typical aspect of a ductile fracture in both cases, with a circular crack developing under the punch diameter. A ductile micromechanism (void nucleation, growth and coalescence) can likewise be observed (Figs. 11 b and 11d). No significant differences were found between the SPT parameters of these two conditions, with the exception of ϵ_{qf} , which was slightly lower in the case of the pre-charged conditions. Nevertheless, this small decrease was not considered important, bearing in mind the large scatter in the measurement of this parameter and the fact that no differences were found in the SPT curves or failure pattern.

In contrast, the behaviour of the material in the case of the CrMoV-2 changed drastically between the hydrogen-free and the pre-charged conditions: while the former behaved in a ductile way, the latter showed mainly brittle failure. The curves for the hydrogen-charged product plotted in Fig. 10 have the typical shape obtained when testing brittle materials [16]. Moreover, Fig. 12a shows the fracture aspect of the hydrogen-free specimen, with a circumferential crack where a great amount of microvoids can be observed (Fig. 12b), indicating ductile failure. In spite of this fact, although a circumferential crack was also observed in the hydrogen pre-charged specimen (Fig. 12c), with similar micromechanisms to those observed in Fig. 12b, several radial cracks also developed, denoting brittle behaviour. Transgranular brittle fracture mechanisms were observed in these radial cracks (Fig. 12d). As for the SPT parameters assessed with the pre-charged specimens (Table 3), a decrease was observed when compared with those assessed with the hydrogen-free specimens. Parameters related to ductility and fracture toughness (d_m , W_m and ϵ_{qf}) suffered the largest decrease.

In the case of the SPTs performed at the same time as hydrogen charging, a major change in the SPT behaviour of the CrMoV-1 was observed (Fig. 9 and Table 3). Much lower maximum load and displacement values were obtained, which mainly affected the SPT parameters related to ductility and toughness: d_m , W_m and ϵ_{qf} . However, the parameter related with yield strength, P_{y-t}/t^2 , remained practically the same as in the hydrogen-free condition. The shape of the representative SPT curve obtained from this condition, shown in Fig. 10, is now close to that obtained after testing a brittle material. Fig. 13 shows SEM images of one of the tested specimens, which confirm the embrittlement suffered by the steel: numerous radial cracks and crack ramifications were developed. Moreover, not only brittle fracture mechanisms (cleavage and transgranular fracture) were found (see zoom pictures in Fig. 13), but microvoids were also located in the circumferential crack, similar to those shown in Fig. 12b.

As regards the CrMoV-2, a very similar level of embrittlement to that obtained after pre-charging the specimen was obtained when the tests were performed at the same time as hydrogen charging, as can be observed by comparing the curves presented in Fig. 10 (SPT

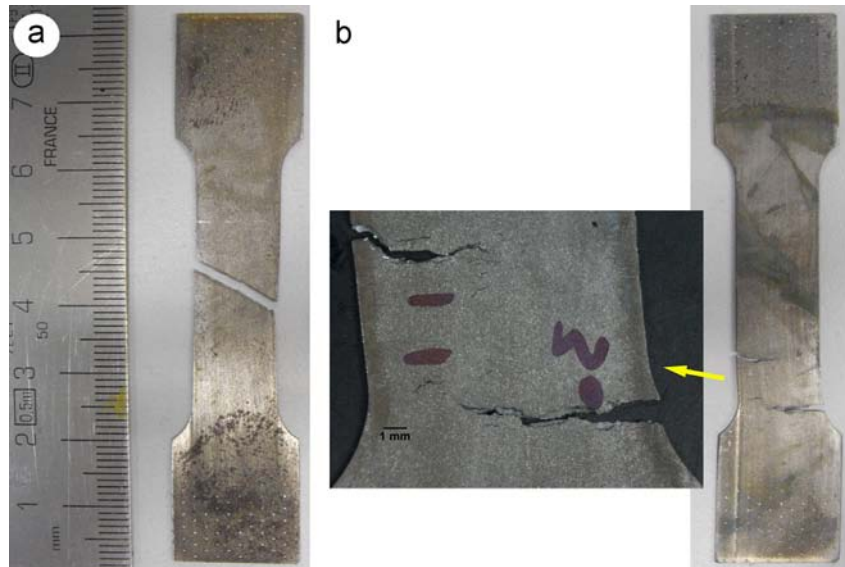


Fig. 7. CrMoV-2 tensile specimens after testing: (a) hydrogen free and (b) hydrogen pre-charged.

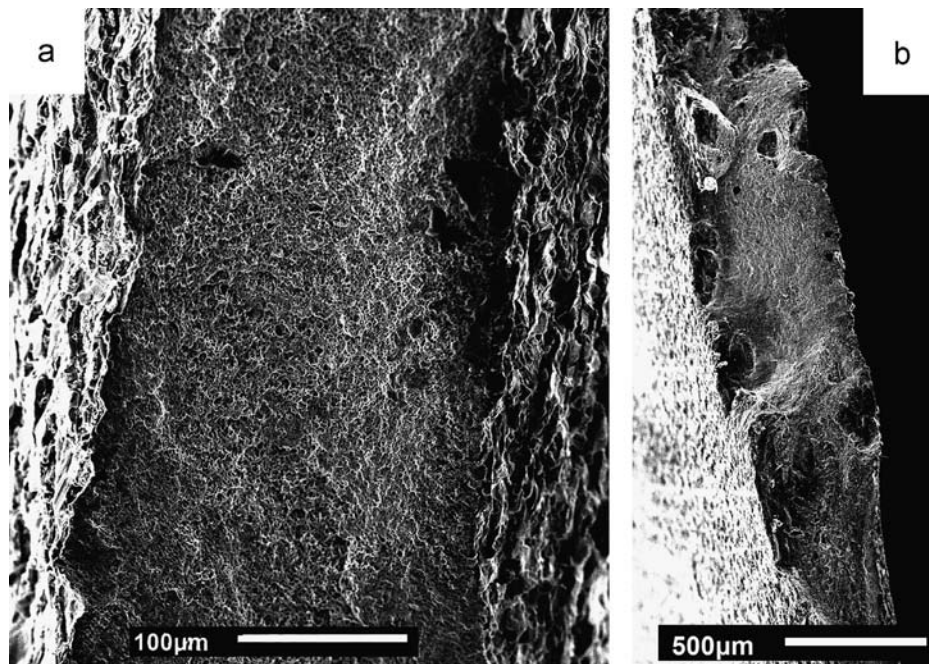


Fig. 8. SEM micrographs of the fracture surfaces of the CrMoV-2 tensile specimens: (a) hydrogen free and (b) hydrogen pre-charged.

curves) and the SPT parameters in Table 3. SEM images of a weld metal specimen tested at the same time as hydrogen charging are shown in Fig. 14. Multiple radial cracks can be observed around a now non-well-defined circumferential crack (Fig. 14a). These cracks were developed by brittle fracture mechanisms, as can be seen in Fig. 14b (transgranular cleavage and intergranular fracture). Some damage at the specimen dome could also be observed (Fig. 14a), denoting greater embrittlement than in the hydrogen pre-charged specimen (compare with Fig. 12c).

Traditionally, the material yield strength is estimated from the SPT by means of expression (1). The criteria for assessing the SPT load, P_y , can change, but the proposed expression (1) was used because it has shown good results with metallic materials which exhibited both ductile and brittle behaviour [16]. This parameter barely changes between SPTs performed on hydrogen-free specimens and SPTs performed at the same time as hydrogen is charged (in fact, it seems to show a small increase in the embrittled

condition), indicating that the yield strength of these steels is not very different under these two conditions. However, the most important observation was the change in mechanical behaviour, from ductile failure in SPT hydrogen-free specimens to brittle failure when hydrogen is charged at the same time as the load is applied. This change can be clearly observed when comparing the SPT curves and the failure pattern of the specimens, which revealed the presence of numerous radial cracks in the embrittled steel instead of a unique circumferential crack in the conventional SPT sample. As for the parameters related to the ultimate tensile strength, P_m/t^2 and $P_m/(d_m t)$, a marked decrease was observed in the former (31% in case of the CrMoV-1 and 50% in the case of the CrMoV-2), while no significant differences were found in the latter. This finding indicates that the decrease in ultimate tensile strength due to hydrogen embrittlement should be studied by means of the P_m/t^2 parameter. A possible explanation of the poor results obtained with the $P_m/(d_m t)$ parameter is that it only works

well with ductile materials [16] and hence is not a suitable parameter when dealing with embrittled materials. The major decrease in the parameters related to ductility and toughness, d_m , W_m and ϵ_{qf} , also indicate the drastic change in the mechanical behaviour of the steel. The decrease in the aforementioned parameters was slightly higher in the case of the CrMoV-2. The embrittled specimens of weld metal suffered a 46% decrease in d_m versus the 37% decrease in the CrMoV-1. Similarly, there was a 68% reduction in W_m in the CrMoV-2, while this parameter decreased 56% in the CrMoV-1. The reduction in the parameter related to fracture toughness, ϵ_{qf} , was approximately 75% in both steels, although the CrMoV-2 showed more brittle behaviour than the CrMoV-1, with a mean value of 0.18 versus 0.29.

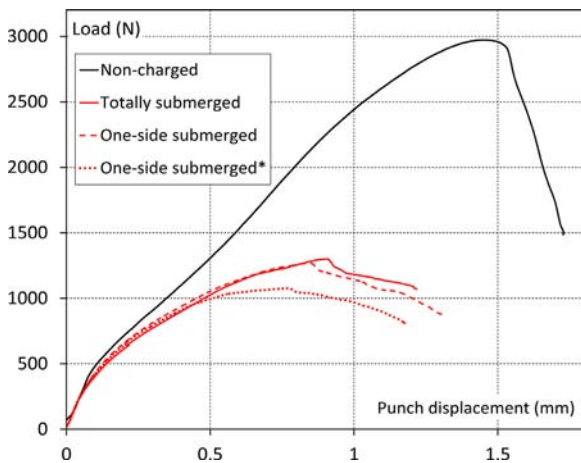


Fig. 9. SPT curves after pre-charging the specimens in different ways (CrMoV-2).

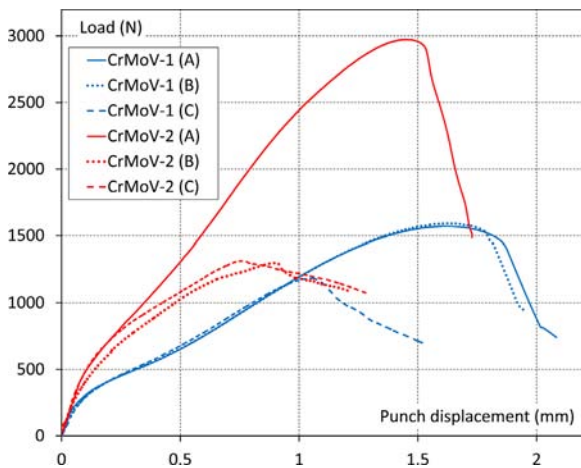


Fig. 10. Representative SPT curves of the steels tested under three different conditions: A – Hydrogen-free; B – hydrogen pre-charged; and C – tested in a hydrogen environment.

Table 3
Results of small punch tests (mean ± standard deviation) under three different conditions: A – Hydrogen-free; B – hydrogen pre-charged; and C – tested in a hydrogen environment.

CrMoV	Condition	$P_{y,10}/t^2$ (MPa)	P_m/t^2 (MPa)	$P_m/(d_m t)$ (MPa)	d_m (mm)	W_m (J)	ϵ_{qf} (dimensionless)
CrMoV-1	A	1475 ± 106	7714 ± 623	2231 ± 204	1.62 ± 0.04	1.62 ± 0.10	1.03 ± 0.12
	B	1404 ± 24	7521 ± 103	2089 ± 15	1.63 ± 0.02	1.58 ± 0.05	0.71 ± 0.13
	C	1597 ± 94	5292 ± 549	2413 ± 27	1.02 ± 0.10	0.71 ± 0.14	0.29 ± 0.03
CrMoV-2	A	2401 ± 146	12138 ± 932	3759 ± 203	1.54 ± 0.05	2.48 ± 0.27	0.70 ± 0.06
	B	2171 ± 94	5463 ± 680	3293 ± 368	0.80 ± 0.16	0.69 ± 0.19	0.16 ± 0.03
	C	2554 ± 82	6125 ± 616	3624 ± 150	0.83 ± 0.06	0.79 ± 0.10	0.18 ± 0.06

Table 4 shows the results obtained in the hydrogen determination tests. The CrMoV-2 (weld metal) has a somewhat higher hydrogen content than the CrMoV-1 (base metal) in both states, uncharged and after a 24-hour charge (saturation). Microstructural differences between the two steels, low tempered bainite in the case of the CrMoV-2 and high temperature tempered martensite in that of the CrMoV-1, may explain the greater hydrogen absorption observed in the CrMoV-2, which finally also gave rise to a higher susceptibility to embrittlement. The microstructure of the CrMoV-2 with a higher yield strength and greater dislocation density can also explain these differences.

The main goal of this study was not to establish a precise relationship between the SPT parameters and mechanical properties obtained in standard tests. To do so, more steel grades should obviously be tested and standard tensile tests would need to be performed at the same time as hydrogen charging. The main goal of the study was to determine whether the SPT is able to rank the behaviour of structural steels in aggressive hydrogen environments. As was shown, the CrMoV-2 was more susceptible to hydrogen embrittlement than the CrMoV-1, as both tensile tests and the SPT performed on pre-charged specimens showed a marked decrease in mechanical properties and in the characteristic SPT parameters in the case of the former steel. The CrMoV-1 exhibited a higher resistance to hydrogen embrittlement, as no significant difference was observed with hydrogen-free and hydrogen pre-charged tensile and SPT specimens. The CrMoV-2 has a very similar chemical composition to the base steel CrMoV-1, but quite a different microstructure, bainite tempered at only 350 °C (de-hydrogenation treatment) instead of high temperature (720 °C) tempered martensite, and a much greater yield strength and ultimate tensile strength. It is well known that hydrogen embrittlement increases with increasing steel yield strength [3,4,6].

It should also be noted that, when dealing with the CrMoV-1 steel, it was necessary to perform the SPT at the same time as charging in order to promote hydrogen embrittlement. Under the aforementioned condition, embrittlement was fully achieved, as hydrogen had been continuously introduced in the most stressed region of the specimen (convex side), facilitating the diffusion of larger quantities of hydrogen to the process zone where the greatest plastic deformation takes place and fracture mechanisms initiate. As in many real situations, in which mechanical loading takes place at the same time as hydrogen enters the material, the SPT methodology, in which hydrogen charging takes place at the same time as testing the specimens, is more suitable to study the effect of hydrogen and to rank the behaviour of different materials. However, when hydrogen pre-charged specimens are used, only steels which are severely embrittled by hydrogen, such as the CrMoV-2, are mechanically affected.

All the aforementioned findings show that the small punch test can be a powerful tool for ranking the resistance of materials to environmental hydrogen embrittlement (EHE), especially if the specimen is hydrogen charged at the same time as testing. Many advantages of this latter methodology may be highlighted. First of

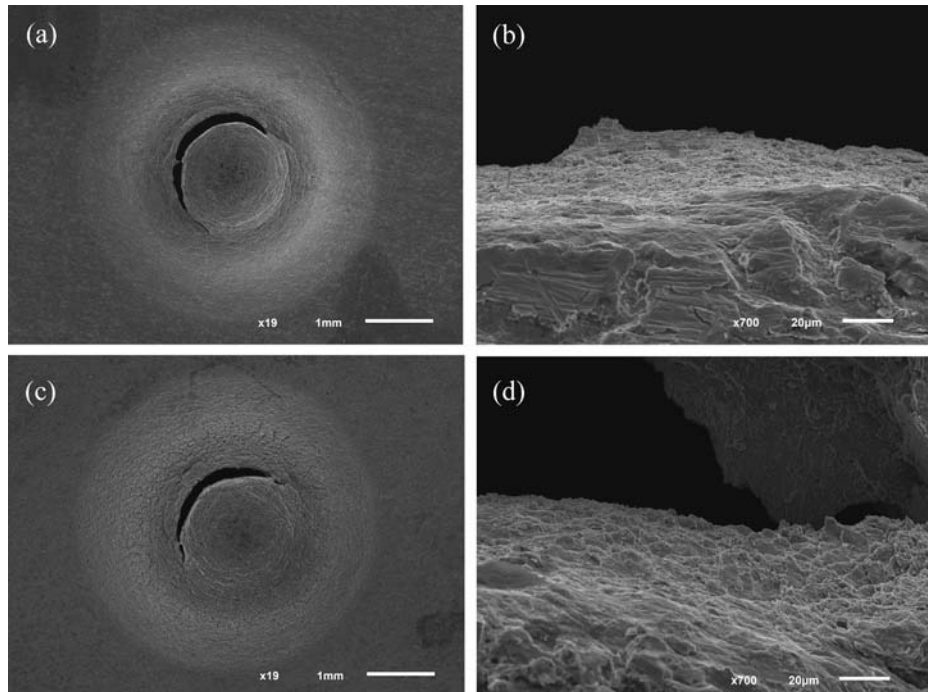


Fig. 11. SEM images of CrMoV-1 specimens: (a) hydrogen-free: general view, (b) hydrogen-free: failed region, (c) hydrogen pre-charged: general view, and (d) hydrogen pre-charged: failed region.

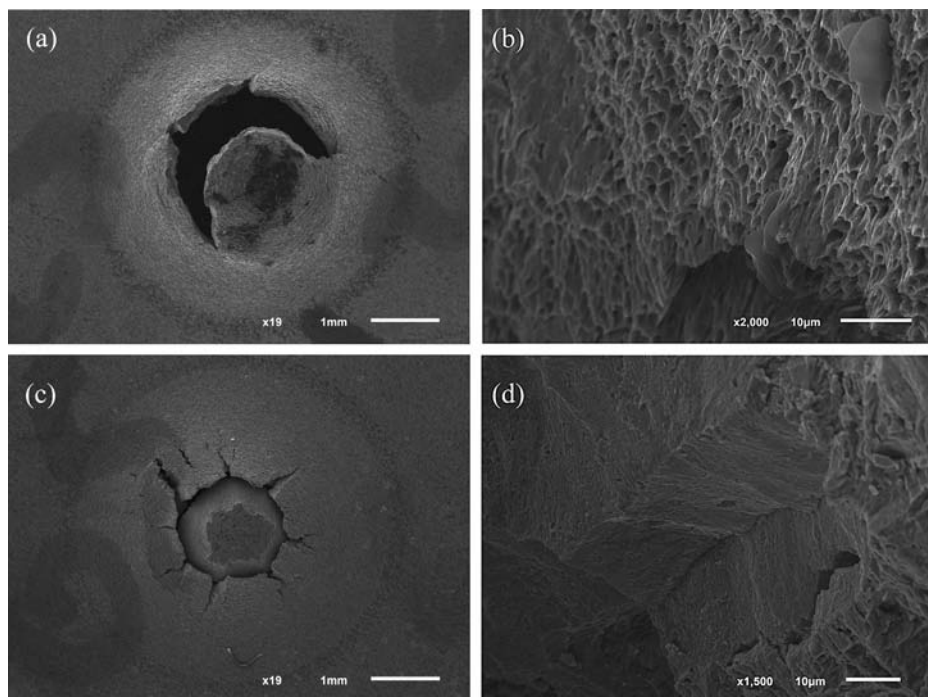


Fig. 12. SEM images of CrMoV-2 specimens: (a) hydrogen-free: general view, (b) hydrogen-free: failed region, (c) hydrogen pre-charged: general view, and (d) hydrogen pre-charged: failed region, radial crack.

all, SP tests only require a small piece of material, and very small regions of structural components (such as the heat affected zones of welded joints or surface treated regions) can be tested. The small size of the SPT device also allows working with small volumes of electrolyte (in the order of ml), which is very convenient to improve safety conditions in the laboratory. Another very important aspect is that the low thickness of the SPT specimens (0.5 mm) means that room temperature hydrogen charging only requires a short time to take place.

4. Conclusions

The following conclusions can be drawn from the present study:

- The feasibility of the small punch test for ranking hydrogen embrittlement in steels was demonstrated.
- Small punch test specimens can be effectively hydrogen embrittled by passing the selected current density onto a small area of the sample in contact with the electrolyte.

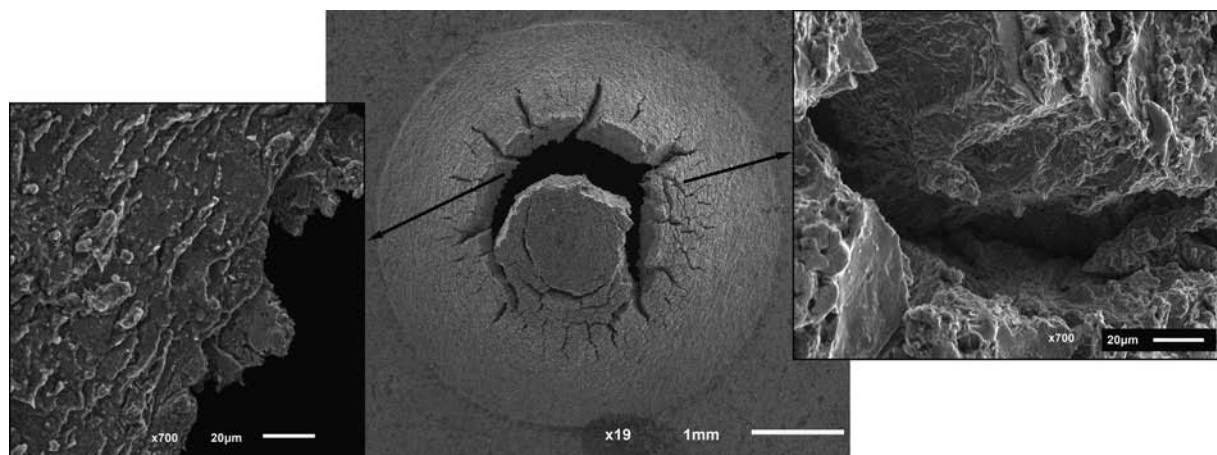


Fig. 13. SEM images of a CrMoV-1 specimen tested at the same time as hydrogen charging.

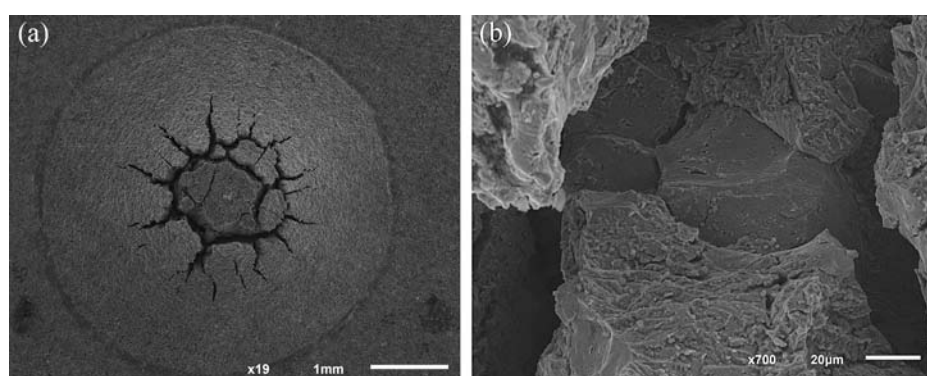


Fig. 14. SEM images of a CrMoV-2 specimen tested in contact with the electrolyte: (a) general view of the failed region and (b) detail of the failed region, radial crack.

Table 4

Hydrogen content (in ppm) of both uncharged and 24-h charged steels (mean \pm standard deviation).

CrMoV	Uncharged	24 h
CrMoV-1	1.0 \pm 0.1	10.6 \pm 2.3
CrMoV-2	1.6 \pm 0.5	13.6 \pm 1.5

- A more embrittled condition is obtained when the SPT specimen is hydrogen charged at the same time as testing, as this methodology was shown to be able to embrittle steels that were not embrittled when the SPT was performed after hydrogen pre-charging.
- The SPT P_m/t^2 parameter is the most suitable SPT parameter for analysing the reduction in strength properties in the case of hydrogen embrittled steels.
- The SPT parameters d_m and W_m seem to be suitable for analysing the decrease in ductility and toughness which takes place in hydrogen embrittled structural steels. The biaxial strain at fracture, ϵ_{qf} , can also be used for estimating the reduction in fracture toughness of hydrogen embrittled steels.
- The CrMoV-2 (weld metal) is more susceptible to hydrogen embrittlement than the CrMoV-1 (base metal) due to the higher yield strength and ultimate tensile strength of the former, mainly as a result of the application of a lower temperature tempering treatment.

Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge funding from the Ministry of Science and Innovation of Spain through project MICINN-12-

MAT2011-28796-C03-03. T.E. García also acknowledges financial support from the Principado de Asturias Government through the Severo Ochoa Programme (BP12-160).

References

- [1] G.P. Tiwari, A. Bose, J.K. Chakravarty, et al., *Mater. Sci. Eng. A—Struct.* A286 (2000) 269–281.
- [2] A.H.S. Bueno, E.D. Moreira, J.A.C.P. Gomes, *Eng. Fail. Anal.* 36 (2014) 423–431.
- [3] R.A. Siddiqui, H.A. Abdullah, *J. Mater. Process Technol.* 170 (2005) 430–435.
- [4] R.K. Dayal, N. Parvathavarthini, *Sadhana—Acad. Proc. Eng. Sci.* 28 (2003) 431–451.
- [5] B. Arroyo, J.A. Álvarez, R. Lacalle, F. Gutiérrez-Solana, T.E. García, Environmental effects on R5 steel under cathodic protection and cathodic charge. Characterization using the small punch tests, in: Proceedings of the 3rd International Conference SSTT, Graz, Austria, 2014.
- [6] T. Michler, J. Naumann, *Int. J. Hydrog. Energy* 35 (2010) 1485–1492.
- [7] J. Rehrl, K. Mraczek, A. Pichler, E. Werner, *Mater. Sci. Eng. A—Struct.* 590 (2014) 360–367.
- [8] V.I. Shvachko, *Int. J. Hydrog. Energy* 25 (2000) 473–480.
- [9] G. Magudeeswaran, V. Balasubramanian, G.M. Reddy, *Int. J. Hydrog. Energy* 33 (2008) 1897–1908.
- [10] H.H. Gray, *ASTM STP* 543, 1974, p. 3.
- [11] H. Xu, X. Xia, L. Hua, Y. Sun, Y. Dai, *Eng. Fail. Anal.* 19 (2012) 43–50.
- [12] Y. Yagodzinsky, E. Malitckii, M. Ganchenkova, et al., *J. Nucl. Mater.* 444 (2014) 435–440.
- [13] Y. Wang, X. Wang, J. Gong, L. Shen, W. Dong, *Int. J. Hydrog. Energy* 39 (2014) 1309–13918.
- [14] M.P. Manahan, A.S. Argon, O.K. Harling, *J. Nucl. Mater.* 104 (1981) 1545–1550.
- [15] X. Mao, H. Takahashi, *J. Nucl. Mater.* 150 (1987) 42–52.
- [16] T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Suárez, *J. Alloys Compd.* 582 (2014) 708–717.
- [17] E. Fleury, J.S. Ha, *Int. J. Press. Vessel Pip.* 75 (1998) 699–706.
- [18] T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, I.I. Cuesta, Fracture toughness estimation of structural steels by means of the CTOD measured in notched small punch specimens, in: Proceedings of the 3rd International Conference SSTT, Graz, Austria, 2014.
- [19] P. Dymáček, K. Milicka, *Mater. Sci. Eng. A—Struct.* 510–511 (2009) 444–449.

- [20] M.T. Whittaker, W.J. Harrison, R.J. Lancaster, S. Williams., *Mater. Sci. Eng. A–Struct.* 577 (2013) 114–119.
- [21] M. Lorenzo, I.I. Cuesta, J.M. Alegre, *Mater. Sci. Eng. A–Struct.* 614 (2014) 319–325.
- [22] CEN Workshop Agreement, CWA 15627:2006 E, Small Punch Test Method for Metallic Materials, CEN, Brussels, 2006.
- [23] R. Hurst, K. Matocha. Experiences with the European Code of Practice for small punch testing for creep, tensile and fracture behaviour, in: Proceedings of the 3rd International Conference SSTT, Graz, Austria, 2014.
- [24] T. Misawa, Y. Hamaguchi, M. Saito, *J. Nucl. Mater.* 155–157 (1988) 749–753.
- [25] S.-I. Komazaki, A. Koyama, T. Misawa, *Mater. Trans.* 43–49 (2002) 2213–2218.
- [26] T. Nambu, K. Shimizu, Y. Matsumoto, et al., *J. Alloy. Compd.* 446–447 (2007) 588–592.
- [27] Y. Matsumoto, H. Yukawa, T. Nambu. Quantitative evaluation of hydrogen embrittlement of metal membrane detected by in-situ small punch test under hydrogen permeation, in: Proceedings of the 1st International Conference SSTT, Ostrava, Czech Republic, 2010.
- [28] N. Okuda, R. Kasada, A. Kimura., *J. Nucl. Mater.* 386–388 (2009) 974–978.
- [29] C. Rodríguez, J. García, E. Cárdenas, F.J. Belzunce, C. Betegón, *Weld. J.* 88 (2009) 188–192.
- [30] E.N. Campitelli, P. Spätig, R. Bonadé, W. Hoffelner, M. Victoria, *J. Nucl. Mater.* 335 (2004) 366–378.
- [31] E. Budzakoska, D.G. Carr, P.A. Stathers, et al., *Fatigue Fract. Eng. M* 30 (2007) 796–807.
- [32] K. Guan, L. Hua, Q. Wang, et al., *Nucl. Eng. Des.* 241 (2011) 1407–1413.
- [33] G.M. Pressouyre, Role of trapping on hydrogen transport and embrittlement. Ph.D. thesis, Carnegie Mellon University, 1977.
- [34] ISO 6892-1:2009, Metallic materials – Tensile testing – Part 1: Method of Test at Room Temperature, ISO European Standards.

Capítulo 5

Discusión general

El presente capítulo pretende servir como complemento a las discusiones presentadas en cada una de las publicaciones del compendio, con objeto de dar una coherencia global al trabajo. También se presentan una serie de potenciales aplicaciones y ventajas del ensayo.

En nuestro análisis de los parámetros más adecuados para correlacionar de manera empírica los resultados del ensayo SPT con los obtenidos en ensayos normalizados hemos buscado tres objetivos. El primero, que dichos parámetros fueran robustos, es decir, que presentaran una baja variabilidad en los resultados. El segundo, que esos parámetros fueran lo más independientes posible del espesor de la probeta, para poder comparar de manera fiable valores obtenidos con probetas de diferente espesor. Somos conscientes de que el Código Europeo recomienda un espesor de 0.5 mm con unas tolerancias muy estrictas, y que la mayoría de los autores se ciñen a ello. Si bien es cierto que esta precisión es muy importante cuando se realizan ensayos SPT de fluencia bajo carga constante, debido a la dependencia de la carga aplicada con el espesor de la probeta, en el caso de ensayos a temperatura ambiente y velocidad de desplazamiento constante no la consideramos necesaria. De hecho, la inmensa mayoría de las propuestas reflejadas en la literatura en este sentido incluyen el espesor de la probeta en las expresiones de correlación, para eliminar en la medida de lo posible su efecto. Fruto de este razonamiento, se utilizaron probetas con espesores en torno a 0.5 mm pero sin unas tolerancias exigentes, moviéndonos en un rango desde aproximadamente 0.35 mm a 0.65 mm. Esto simplifica la extracción y preparación de probetas, y por lo tanto facilita la realización del ensayo. Sin embargo, esto no quiere decir que no haya que ser cuidadoso con la preparación, en el sentido de que es importante que las muestras estén perfectamente planificadas y tengan una baja rugosidad. Finalmente, el tercer objetivo, que resulta obvio, fue que las correlaciones obtenidas con esos parámetros tuvieran un coeficiente de correlación R^2 alto.

Para la estimación del límite elástico, σ_{ys} , pese a que la tendencia actual es utilizar el parámetro propuesto por el Código Europeo ($P_{y,CEN}/t^2$) [3, 4, 15, 43, 57–60], nuestros resultados han sido más satisfactorios utilizando el parámetro $P_{y,t/10}/t^2$. La expresión 5.1 es la mejor propuesta para la estimación del límite elástico, tal y como se indicó en la sección 4.1.

$$\sigma_{ys}[MPa] = 0.346 \cdot \frac{P_{y,t/10}}{t^2} \quad (R^2 = 0.922) \quad (5.1)$$

Las ventajas del parámetro $P_{y,t/10}/t^2$ radican en que, a diferencia de $P_{y,CEN}/t^2$, sólo es necesario trazar una pendiente en la curva, dejando menos lugar a una posible subjetividad del analista. Además, esa única pendiente de la zona I resulta bastante clara, mientras que la determinación de la pendiente de la zona II, necesaria para el cálculo de $P_{y,CEN}/t^2$, es menos objetiva. Así mismo, como se ha comprobado en nuestro estudio por elementos finitos, el parámetro $P_{y,t/10}/t^2$ es prácticamente independiente del espesor dentro del rango considerado (0.35-0.65 mm). Cabe destacar que, recientemente, investigadores implicados directamente en la redacción del Código Europeo [3,4,43], han observado una menor variabilidad de resultados utilizando el parámetro $P_{y,0.1}/t^2$, que se calcula de manera muy similar a $P_{y,t/10}/t^2$ (ver sección 2.1.1), lo que refuerza aún más nuestra propuesta. Finalmente, se puede destacar que utilizando el parámetro propuesto se obtuvo prácticamente el mismo coeficiente de correlación para materiales con comportamientos dúctiles, mixtos y frágiles en el ensayo SPT. Sobre estos últimos no se había realizado ningún ensayo en el trabajo presentado en la sección 4.1, puesto que todos los materiales presentaron comportamientos dúctil o mixto, pero en la Tesis de María Fernández [27], realizada también en la Universidad de Oviedo y defendida recientemente, se obtuvo un coeficiente de correlación muy similar al que se propone en la presente Tesis para aceros pulvimetalúrgicos (porosos) que mostraban un comportamiento totalmente frágil en el ensayo SPT. La figura 5.1 muestra una representación gráfica de la relación entre límite elástico y $P_{y,t/10}/t^2$ que obtuvo M. Fernández [27], comparada con las relaciones que hemos obtenido en la sección 4.1. Enlazando con la metodología de análisis de la fragilización por hidrógeno mediante SPT, presentada en la sección 4.3, consideramos que $P_{y,t/10}/t^2$ es también el parámetro idóneo para estimar el efecto de la fragilización en el límite elástico, dado que la correlación obtenida parece independiente de que el comportamiento del acero sea dúctil o frágil.

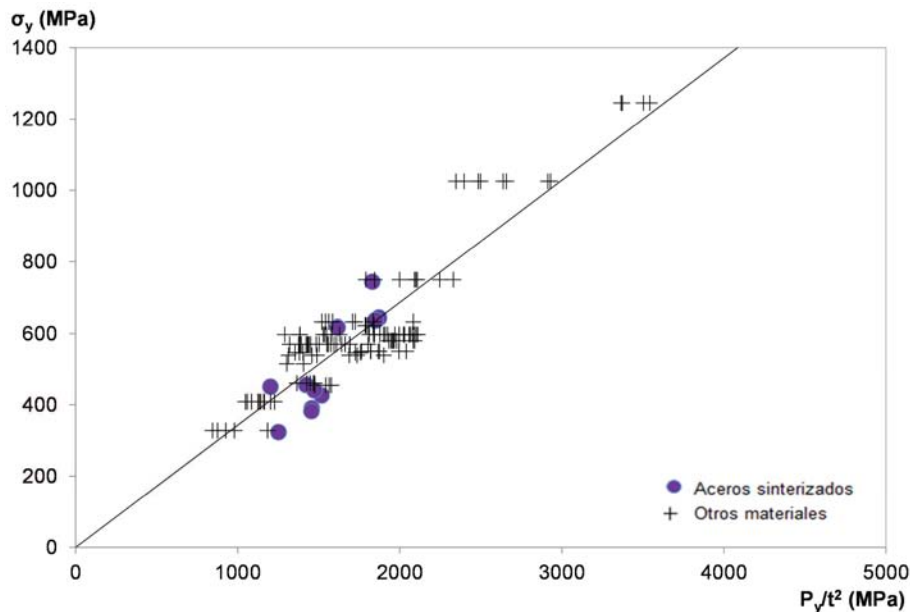


Figura 5.1: Comparativa entre las relaciones $\sigma_{ys} - P_{y,t/10}/t^2$ obtenidas por M. Fernández [27] y las obtenidas en la sección 4.1

Campitelli et al. [62], como se comentó en la sección 2.1.1, fueron críticos con la forma tradicional de calcular la carga de fluencia P_y (P_{y_Mao}) porque consideraban que la misma se calculaba en una zona de la curva SPT afectada por las propiedades plásticas del material. El análisis del parámetro P_y que propusieron estos autores quedó fuera del alcance del artículo presentado en la sección 4.1. Realmente en el ensayo SPT la deformación plástica se empieza a producir prácticamente desde el comienzo del ensayo, justo en el contacto punzón-probeta, por lo que cualquier parámetro, incluso el propuesto por Lacalle et al. [45, 51], P_{y_inf} , calculado en una zona muy temprana de la curva, está afectado por el comportamiento plástico del material.

La normalización del espesor de la probeta propuesta por Lacalle et al. [45, 63] tampoco ha sido incluida en la publicación presentada en la sección 4.1, pero sí puede encontrarse un análisis de la misma en un trabajo previo que hemos presentado en la reunión anual del Grupo Español de Fractura (GEF) del año 2012 [151]. En dicho trabajo, obtuvimos una variabilidad en los resultados obtenidos tras normalizar las curvas a un espesor de referencia de 0.5 mm muy similar a la obtenida sin normalizar las curvas, por lo que decidimos no utilizar dicha metodología, entendiendo que la variabilidad de los resultados se ve más influida por las características del ensayo (probetas muy pequeñas y extraídas de diferentes zonas del material base) que por el espesor.

En lo que respecta a la estimación de la resistencia a la tracción, σ_{ut} , se obtuvo la expresión 5.2 en el estudio recogido en la sección 4.1. En este caso, la dispersión de los resultados fue mucho menor cuando la carga máxima del ensayo *small punch*, P_m , se dividió por $(d_m \cdot t)$ (expresión 5.2).

$$\sigma_{ut}[MPa] = 0.277 \cdot \frac{P_m}{d_m \cdot t} \quad (R^2 = 0.940) \quad (5.2)$$

Como quedó reflejado en el estudio por elementos finitos, el parámetro P_m/t^2 tiene una gran dependencia del espesor. No obstante, debe resaltarse que una de las limitaciones del citado estudio fue que no se implementó modelo de daño en la simulación, por lo que no se reprodujo la iniciación y el crecimiento del daño. De todas formas, el efecto del espesor en P_m/t^2 probablemente haya contribuido al pobre ajuste obtenido al ser correlacionado con σ_{ut} .

El parámetro $P_m/(d_m \cdot t)$ se mostró prácticamente independiente del espesor para un rango 0.35-0.6 mm, y el coeficiente de correlación obtenido fue incluso mejor que el utilizado en la estimación del límite elástico. No obstante, debe recordarse nuevamente que ninguno de los materiales analizados en la sección 4.1 presentó comportamiento frágil en el ensayo SPT. Roberto Lacalle ya postuló en su Tesis [45] dos expresiones diferentes para estimar la resistencia a la tracción según el comportamiento, dúctil o frágil, del material (ver sección 2.1.2). Este aspecto podría justificarse en base a la diferente localización de la rotura. Mientras que en un acero con comportamiento frágil, la rotura se localiza en el centro de la cúpula (originando la típica forma de estrella representada en la figura 1.4), en un acero con comportamiento dúctil ésta se localiza en el final del contacto entre probeta y punzón (HACER ESQUEMA). Tras el trabajo realizado por María Fernández [27], parece que el mejor parámetro para estimar la resistencia a la tracción de materiales con comportamiento

frágil en el ensayo SPT es P_m/t^2 . En nuestro propio estudio de fragilización por hidrógeno (sección 4.3), este parámetro reflejó con mayor coherencia la pérdida de capacidad de carga del acero fragilizado que el parámetro $P_m/(d_m \cdot t)$.

Respecto a la estimación del alargamiento a rotura, A , no parece que se pueda obtener una correlación única con parámetros derivados del desplazamiento en carga máxima, d_m , del ensayo *small punch*, puesto que se ha observado una gran dependencia del tipo de material analizado. No obstante, d_m , junto con la energía en carga máxima W_m , parecen parámetros adecuados para analizar la pérdida de ductilidad de un acero debida a la fragilización por hidrógeno (ver sección 4.3).

Como ha quedado patente en un estudio de Matocha et al. [60], la flexibilidad del dispositivo utilizado puede influir directamente en las correlaciones obtenidas mediante SPT, debido a que afecta significativamente a la forma de la curva obtenida. Es por esto que en nuestros ensayos siempre se corrigieron los registros obtenidos sustrayendo la flexibilidad inherente al utillaje y a la máquina de ensayo, que ha sido medida en un ensayo realizado en vacío sobre un material de gran dureza y rigidez. Este punto concreto, que no es una práctica generalizada, lo consideramos interesante para futuras mejoras del Código Europeo. La corrección de la flexibilidad cobra especial importancia en el caso de aceros estructurales, con los que la carga máxima en el ensayo SPT convencional (espesor de 0.5 mm) ronda o incluso supera los 2000 N.

En la estimación de la tenacidad a fractura a partir del parámetro de la deformación biaxial equivalente, ε_{qf} , medido en el ensayo SPT, hemos obtenido una buena correlación para los aceros que presentaron comportamiento dúctil tanto en los ensayos convencionales y como en los *small punch* (expresión 5.3, válida para $\varepsilon_{qf} > 0.8$). No obstante, debe remarcarse la elevada dispersión de los resultados, así como la gran diferencia entre propuestas realizadas por unos y otros autores (ver tabla A.1, Apéndice A), lo que hace entrever que esta correlación depende demasiado del tipo de material analizado. De todas formas, atendiendo a los resultados presentados en la sección 4.3, ε_{qf} parece un buen parámetro para estimar la merma en la tenacidad a fractura de un acero fragilizado por hidrógeno, al menos de manera cualitativa, a falta de utilizar otras metodologías.

$$J_{IC}[kJ/m^2] = 1695\varepsilon_{qf} - 1320 \quad (R^2 = 0.893) \quad (5.3)$$

Sin duda las mejores estimaciones de la tenacidad a fractura no esperamos que se obtengan a través de la deformación biaxial equivalente medida en probetas sin entalla, sino que la medida de la abertura de la boca de la entalla de una probeta SPT entallada, que hemos denominado δ_{SPT} , parece ser un parámetro más prometedor. La metodología de estimación de la tenacidad a fractura presentada en la publicación de la sección 4.2 tiene además fundamento físico, algo de lo que carece ε_{qf} , con el que se han obtenido correlaciones totalmente empíricas. Está claro que aún queda mucho por hacer en este campo, y que esta metodología debe ser probada y calibrada con otros aceros, pero abre las puertas de cara a la utilización de este parámetro para estimar el CTOD de inicio del agrietamiento de un ensayo normalizado (δ_{ini}). Las condiciones tensionales del ensayo SPT, próximas a la tensión plana, van a hacer sin duda que δ_{SPT_ini} sea siempre mayor que δ_{ini} pero, obviando la influencia del estado tensional, se

propone buscar la relación que existe entre ambos parámetros.

La medida de δ_{SPT} resulta muy sencilla en las entallas micromecanizadas, y sólo se necesita disponer de un microscopio con la resolución adecuada. La clave por tanto radica en determinar de la manera más exacta posible cuándo se produce el inicio del agrietamiento en el ensayo SPT. Como se ha visto en la sección 4.2, esto a priori no es sencillo. Muchos autores han aproximado el inicio del agrietamiento en probetas SPT con diferentes tipologías de entalla, bien a la carga máxima o en un porcentaje dado de la carga máxima [45,46,48]. Al menos con la tipología de entalla utilizada el trabajo presentado en la sección 4.2 hemos comprobado que no siempre ocurre así. Para un material con una tenacidad a la fractura relativamente alta, como el CrMoV metal base analizado en la sección 4.2, se ha visto que efectivamente el inicio del agrietamiento en el ensayo *small punch* tiene lugar para un desplazamiento muy próximo a la carga máxima. Sin embargo, en el caso de un acero más frágil, como el CrMoV *weld metal*, se observó claramente que el inicio del agrietamiento se producía en un estadio muy temprano del ensayo, dando como resultado un valor δ_{SPT} mucho menor que el medido sobre el metal base, algo en total consonancia con los resultados obtenidos utilizando los ensayos convencionales de fractura. No obstante, de cara a facilitar el uso de esta metodología, hemos observado tras nuevas pruebas que el inicio de grieta puede ser detectado en una simple inspección visual a pocos aumentos de la superficie de la entalla. La figura 5.2 muestra imágenes en el MEB de una grieta generada en la entalla de un ensayo SPT de un acero blindado.

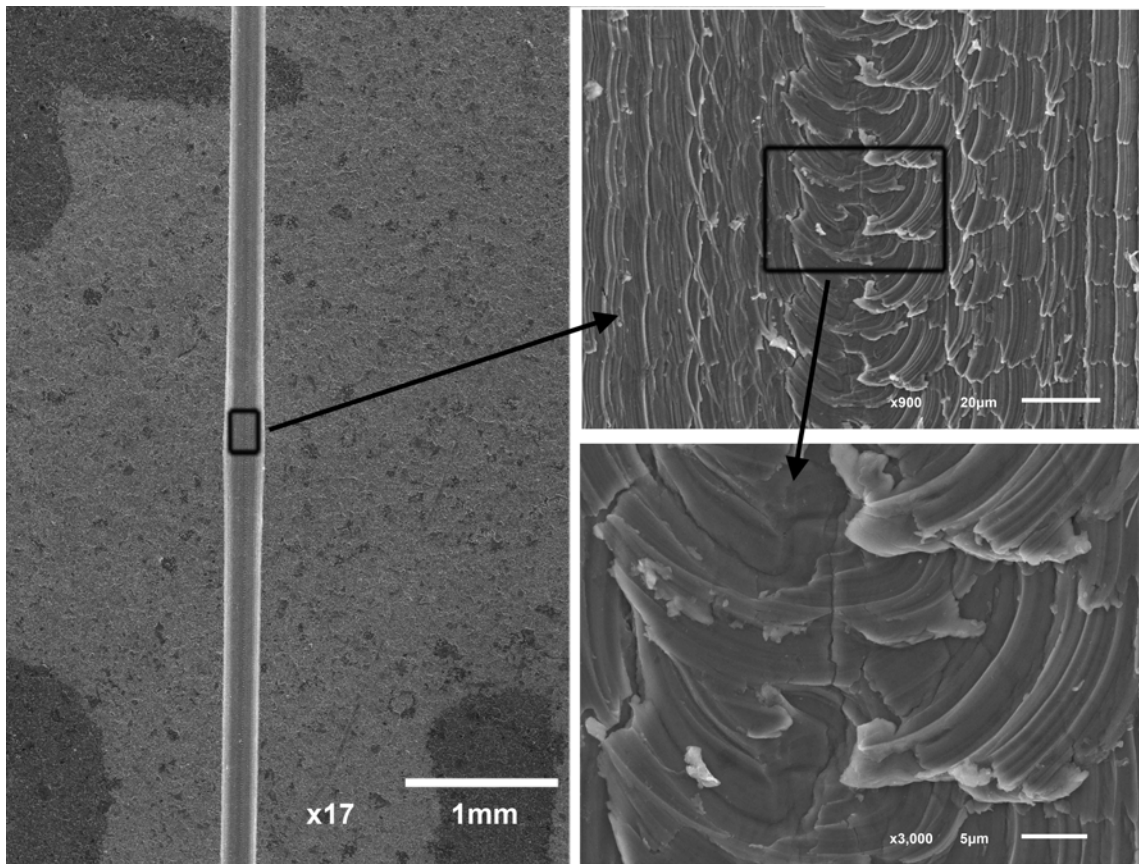


Figura 5.2: Detección del inicio del agrietamiento en la probeta SPT entallada mediante inspección al MEB de la superficie de la entalla

La expresión 5.4 obtenida en la sección 4.2, que relaciona el desplazamiento del punzón con δ_{SPT} , debe ser validada con más aceros. Esta relación puede ser muy interesante de cara a definir una metodología simple que permita detectar el inicio del agrietamiento en la probeta SPT durante el ensayo, utilizando por ejemplo técnicas de emisión acústica o un endoscopio con la resolución adecuada que permita observar la superficie de la entalla durante el ensayo.

$$\delta_{SPT}[mm] = 0.217 \cdot d \quad (5.4)$$

A lo largo de la presente discusión ya se han dado pinceladas que ponen de manifiesto el nexo entre los estudios de las publicaciones presentadas en las secciones 4.1 y 4.2 y la metodología desarrollada para el análisis del fenómeno de fragilización por hidrógeno mediante SPT (sección 4.3). Con dicha metodología, es posible analizar el fenómeno de una manera muy rápida, económica y eficaz. Además, desde un punto de vista práctico, se trata de una técnica de ensayo muy sencilla y segura, que maneja cantidades de electrolito y densidades de corriente muy pequeñas. La contribución de la publicación presentada en la sección 4.3 es más notoria aún si cabe teniendo en cuenta la escasa bibliografía encontrada sobre el tema. Se ha demostrado así que el ensayo SPT resulta muy apropiado para estudiar los fenómenos de fragilización por hidrógeno que tienen lugar en los aceros a temperatura ambiente. A temperaturas en el entorno de la ambiente, el coeficiente de difusión del hidrógeno en los aceros es muy bajo, por lo que si se utilizan probetas de ensayo convencionales, se necesitan tiempos de difusión muy largos para que la acumulación de hidrógeno en la microestructura promueva la fragilización del acero. A este respecto, el uso de probetas SPT, en virtud de su pequeño espesor (0.5 mm), reduce significativamente el tiempo necesario para la fragilización. Se hace notar que en una condición de difusión estacionaria, la relación que existe entre la distancia, x , el coeficiente de difusión, D , y el tiempo, t , para alcanzar una determinada concentración de hidrógeno viene dictada por el parámetro $D \cdot t/x^2$ [152], es decir, si se reduce la distancia de difusión en un orden de magnitud (pasamos de un espesor de 5 mm a otro de 0.5 mm), el tiempo necesario se reduce en un factor igual a 100. Todo esto es así, tanto en el caso de realizar pre-cargas con hidrógeno, como también en el caso de realizar la carga con hidrógeno al mismo tiempo que se realiza el propio ensayo mecánico; en este último caso y en virtud de las razones apuntadas, con objeto de lograr la fragilización buscada, se necesitaría utilizar una velocidad de aplicación de la carga muy lenta cuando se usan probetas convencionales, mientras que es posible realizar el ensayo de fragilización a velocidades convencionales cuando se utilizan probetas SPT. En el apartado 4.3 se constató que el acero CrMoV metal base fragilizaba en el ensayo SPT cuando se cargaba simultáneamente con hidrógeno, al utilizar una velocidad de carga de 0.2 mm/min. Por otro lado, en el caso de trabajar con pre-cargas de hidrógeno, debe tenerse en cuenta que al igual que la entrada inducida de hidrógeno en los aceros es muy rápida, la salida lo es igualmente, por lo que es necesario realizar el ensayo SPT inmediatamente después de cargar la probeta y, en el caso de que no se opere de este modo, resulta necesario mantener las probetas en nitrógeno líquido hasta el mismo momento del ensayo.

Se destaca igualmente que, a pesar de que el estado tensional que se genera en el ensayo SPT es diferente al que se desarrolla en las probetas convencionales de mayor tamaño, se ha logrado también modificar el micromecanismo de fractura de las probetas SPT con la entrada de hidrógeno, al igual que sucede cuando se utilizan probetas convencionales, pasando de un

mecanismo dúctil, de nucleación, crecimiento y coalescencia de microcavidades en ausencia de hidrógeno, a un mecanismo frágil, de clivaje y fractura intergranular, cuando el nivel de hidrógeno acumulado en la microestructura del acero alcanza un valor crítico.

Un último aspecto que, aunque bien conocido, merece la pena destacar es la importancia que tiene la microestructura del acero en la fragilización por hidrógeno y la relación inversa que existe entre la resistencia mecánica del acero y la susceptibilidad a la fragilización citada. Este aspecto concreto ha quedado claramente reflejado al comparar el comportamiento en el ensayo SPT en presencia de hidrógeno de los aceros CrMoV metal base y *weld metal* (la composición química de los dos aceros era prácticamente idéntica). El primero ha mostrado ser un acero mucho menos susceptible a la fragilización por hidrógeno que el segundo. A este respecto, debe recordarse que el acero CrMoV metal base tenía una resistencia mecánica bastante inferior al CrMoV *weld metal* (límite elástico de 614 MPa frente a los 993 MPa del *weld metal*), motivada por la superior temperatura de revenido utilizada (720 °C en el metal base y 350 °C en el *weld metal*).

5.1. Aplicaciones y ventajas del ensayo SPT

Desde nuestro punto de vista, basado en la experiencia en diferentes proyectos de investigación y en colaboraciones activas con la empresa, el ensayo SPT tiene un campo de aplicación industrial muy interesante y aún por explotar. El esquema representado en la figura 5.3 muestra de manera muy gráfica el uso del ensayo *small punch* para la determinación de las propiedades de los aceros que se que se utilizarían en el diseño de los componentes industriales.

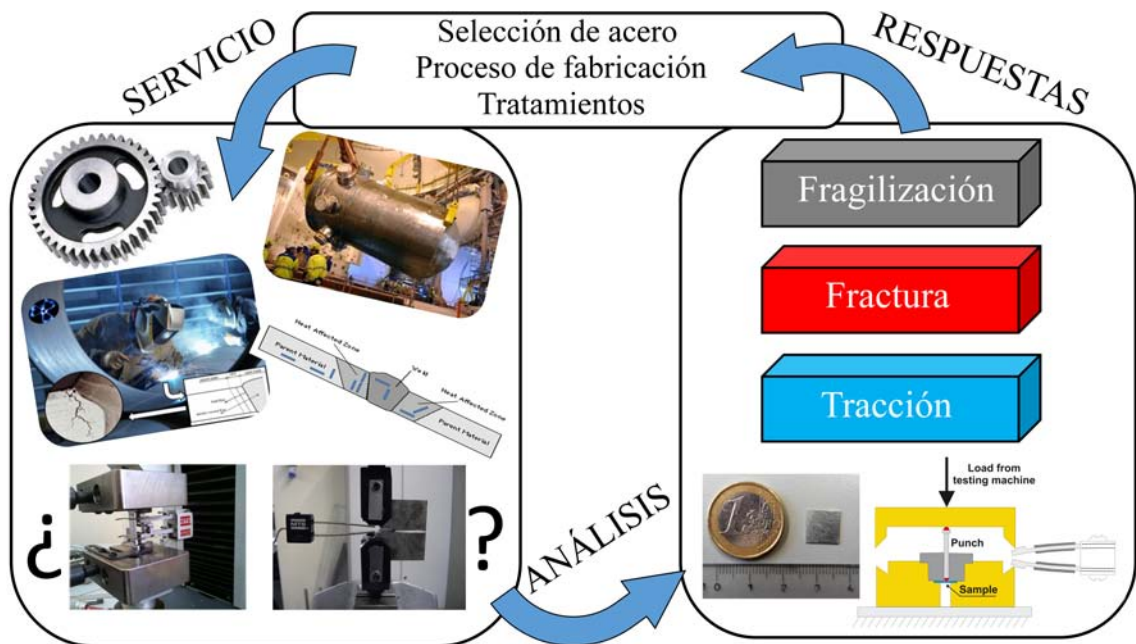


Figura 5.3: Ejemplo de interacción del ensayo *small punch* con el mundo de la industria

Una de las aplicaciones más interesantes radica en el análisis de la ZAT de las uniones

soldadas. Ésta es una región muy complicada de analizar, debido a que tiene un tamaño muy reducido (generalmente sólo unos milímetros) y además consta de diferentes sub-zonas (grano fino, grano grueso, etc.). Normalmente estas zonas afectadas térmicamente son las que presentan el comportamiento más crítico. Con las metodologías que se han presentado en esta Tesis no sólo podría hacerse un mapa de las propiedades mecánicas a tracción en las diferentes zonas de la ZAT, sino que podría cuantificarse la evolución de la tenacidad a fractura del acero en las zonas citadas. Todavía sería posible ir más allá aún, y analizar la susceptibilidad de esas zonas a la fragilización por hidrógeno. Toda esa información recabada en un análisis *small punch* permitiría estudiar por ejemplo qué metales de aporte son los más adecuados para ejecutar la soldadura, determinar las variables del procedimiento de soldeo más adecuadas o el tratamiento térmico post-soldeo más conveniente e idóneo. Todo ello tiene un gran valor desde el punto de vista industrial, y además se podría obtener de una manera rápida, eficaz y barata.

Supongamos que en el contexto de la industria energética se necesita seleccionar un acero para hacer frente a condiciones agresivas desconocidas, susceptibles de producir fragilización por hidrógeno. Por el momento (piensa seguirse con su desarrollo), no es posible determinar parámetros de diseño en una situación de fragilización por hidrógeno utilizando la metodología descrita en la sección 4.3, pero sí se puede hacer un ranking del comportamiento de diferentes aceros y de sus ZATs, y determinar cuál va a ser el que mejor se comportará en esa aplicación. Y nuevamente, como en el ejemplo del análisis de la ZAT, de una manera sencilla, rápida, eficaz y económica.

El análisis de pequeños componentes, que son imposibles de caracterizar por técnicas convencionales, es una posibilidad que ofrece el ensayo *small punch*, como ha quedado muy bien reflejado en el trabajo de María Fernández [27] sobre piezas sinterizadas para el mercado automovilístico. Se puede analizar el comportamiento de diferentes zonas y direcciones de esos componentes, proporcionando por ejemplo información acerca de qué secciones son las más débiles con objetivo de plantear mejoras efectivas. Otro evidente ejemplo de aplicación del ensayo SPT de gran valor para la industria.

Fuera del mundo de los aceros, el ensayo *small punch* también tiene utilizad industrial. Por ejemplo, se pueden consultar varias referencias del grupo de investigación en colaboración con el Centro Catalán del Plástico [39,40,153,154], en las que hemos analizado la influencia de la composición y los tratamientos térmicos en el comportamiento de compuestos poliméricos que se emplean en la industria del empaquetamiento. Los resultados obtenidos han sido muy satisfactorios y de gran aplicación industrial, ayudando a decidir qué composiciones y tratamientos son los más adecuados.

Capítulo 7

Conclusiones

7.1. Objetivo 1: Estimación de propiedades mecánicas mediante probetas SPT convencionales

Tras haber analizado de manera experimental y numérica muchos aceros estructurales, abarcando un amplio rango de microestructuras y propiedades mecánicas, podemos extraer las siguientes conclusiones, en relación a la metodología descrita en la sección 4.1:

- El parámetro más adecuado para la estimación del límite elástico es $P_{y,t/10}/t^2$, siendo definido $P_{y,t/10}$ como el punto de corte entre la curva SPT y la pendiente inicial del registro gráfico desplazada una distancia $t/10$.
- El parámetro $P_{y,t/10}/t^2$ es prácticamente independiente del espesor para un rango $0.35\text{mm} < t < 0.65\text{mm}$.
- El límite elástico puede estimarse mediante el ensayo *small punch* utilizando la siguiente expresión: $\sigma_{ys}[\text{MPa}] = 0.346 \cdot P_{y,t/10}/t^2$.
- La resistencia a la tracción de un acero con comportamiento mayoritariamente dúctil en el ensayo SPT se puede estimar mediante la expresión siguiente: $\sigma_{ut}[\text{MPa}] = 0.277 \cdot P_m/(d_m \cdot t)$.
- El parámetro $P_m/(d_m \cdot t)$ es prácticamente independiente del espesor para un rango $0.35 \text{ mm} < t < 0.65 \text{ mm}$.
- Las correlaciones entre el alargamiento a rotura y el desplazamiento en carga máxima del ensayo *small punch* (d_m) son generalmente pobres y muy dependientes del material analizado.
- Para aceros con comportamiento dúctil en el ensayo SPT, el parámetro d_m es prácticamente independiente del espesor, para el rango $0.35 \text{ mm} < t < 0.65 \text{ mm}$.
- La tenacidad a fractura de un acero con comportamiento dúctil tanto en el ensayo SPT como en el convencional de fractura puede estimarse mediante la deformación biaxial

equivalente, ε_{qf} , a través de la siguiente expresión: $J_{IC}[kJ/m^2] = 1695\varepsilon_{qf} - 1320$, válida para $\varepsilon_{qf} > 0.8$.

- No ha sido posible obtener una correlación empírica entre ε_{qf} y la tenacidad a fractura para aceros con comportamiento frágil en el ensayo convencional y dúctil en el ensayo *small punch*, debido al cambio en los micromecanismos de fractura operativos en virtud de la diferente condición tensional existente en los ensayos citados (tensión plana en *small punch* y deformación plana en el ensayo convencional de fractura).

7.2. Objetivo 2: Estimación de la tenacidad a fractura mediante probetas SPT entalladas

Tras el estudio experimental y numérico de dos grados de acero CrMoV empleados en industria energética, con comportamientos dúctil y frágil en los ensayos convencionales de fractura, se pueden extraer las siguientes conclusiones, válidas en relación a la metodología descrita en la sección 4.2:

- Se ha desarrollado una nueva metodología para estimar la tenacidad a fractura del acero utilizando probetas SPT entalladas.
- La relación entre δ_{SPT} y el desplazamiento del punzón parece independiente del material, al menos hasta antes del inicio de agrietamiento que tiene lugar en el frente de entalla. Dicha relación sólo parece depender de la configuración del dispositivo de ensayo y de la geometría de la probeta.
- La medida de δ_{SPT} podría ser una buena estrategia para la estimación del CTOD de inicio de grieta en el caso de los aceros con comportamiento dúctil. A este respecto, se ha obtenido una estimación aceptable en un acero CrMoV templado y revenido a alta temperatura.
- El desplazamiento del punzón para el que se inicia la grieta en el ensayo *small punch* puede ser determinado como el punto de separación entre las curvas experimental y numérica sin modelo de daño.
- El desplazamiento del punzón para el que se inicia la grieta en el ensayo *small punch* puede ser determinado mediante la observación al microscopio de la superficie del fondo de la entalla en ensayos interrumpidos a diferentes niveles de desplazamiento.

7.3. Objetivo 3: Desarrollo de una metodología para estudiar el fenómeno de fragilización por hidrógeno mediante SPT

Tras el estudio experimental de dos grados de acero CrMoV empleados en la industria energética, uno con gran resistencia a la fragilización por hidrógeno y otro muy susceptible a

la fragilización, se pueden extraer las siguientes conclusiones, en relación a las metodologías descritas en la sección 4.3:

- Se ha demostrado la idoneidad del ensayo *small punch* para evaluar el comportamiento de los aceros ante el fenómeno de fragilización por hidrógeno. En este sentido, el acero CrMoV - metal base es mucho más resistente a la fragilización por hidrógeno que el acero CrMoV - *weld metal*, ya que posee una microestructura con una menor dureza y resistencia mecánica que se ha obtenido tras aplicar una temperatura de revenido apreciablemente mayor.
- Las probetas SPT convencionales (sin entalla) pueden ser fragilizadas por hidrógeno de manera efectiva haciendo pasar la densidad de corriente seleccionada a través de un pequeño área de las mismas en contacto con el electrolito apropiado.
- Se ha demostrado que la condición de fragilización es mucho más agresiva cuando la probeta se carga con hidrógeno al mismo tiempo que se realiza el ensayo. De esta manera se ha conseguido fragilizar aceros que no se habían podido fragilizar mediante pre-carga de hidrógeno.
- El parámetro SPT P_m/t^2 es el más adecuado para analizar la reducción en la resistencia a la tracción de los aceros fragilizados por hidrógeno.
- Los parámetros SPT d_m y W_m parecen adecuados para analizar la merma en la ductilidad debida a la fragilización por hidrógeno.
- La deformación biaxial equivalente, ε_{qf} , puede ser utilizada para estimar la reducción en la tenacidad a fractura de los aceros fragilizados por hidrógeno.

Capítulo 7

Conclusions

7.1. Aim 1: Estimation of mechanical properties by means of conventional SPT specimens

After the experimental and numerical analysis of many different structural steels, covering a wide range of microstructures and mechanical properties, we can extract the following conclusions, according to the methodology described in section 4.1:

- The most suitable parameter for estimating the yield strength is $P_{y,t/10}/t^2$, in which $P_{y,t/10}$ is defined by the crossing point between the SPT curve and a straight line parallel to the initial slope of the graph, with an offset displacement of $t/10$.
- The parameter $P_{y,t/10}/t^2$ is practically thickness independent in the range $0.35\text{mm} < t < 0.65\text{mm}$.
- The yield strength can be estimated by means of the small punch tests by using the following expression: $\sigma_{ys}[MPa] = 0.346 \cdot P_{y,t/10}/t^2$.
- The ultimate tensile strength of a steel with mainly ductile behaviour in the SPT can be estimated by means of the following expression: $\sigma_{ut}[MPa] = 0.277 \cdot P_m/(d_m \cdot t)$.
- The parameter $P_m/(d_m \cdot t)$ is practically thickness independent in the range $0.35 \text{ mm} < t < 0.65 \text{ mm}$.
- The proposed correlations between tensile elongation and displacement at the SPT maximum load (d_m) are generally poor and do not afford sufficiently reliable results.
- The parameter d_m is practically independent of thickness in the range $0.35 \text{ mm} < t < 0.65 \text{ mm}$, considering steels with ductile behaviour.
- The fracture toughness of ductile steels can be estimated from the biaxial fracture strain using the empirical relationship $J_{IC}[kJ/m^2] = 1695\varepsilon_{qf} - 1320$, which is considered to be valid for alloys with a SPT biaxial strain at fracture greater than 0.8.

- An empirical relationship between fracture toughness and biaxial fracture strain was not obtained in the case of brittle alloys, as ductile fracture micromechanisms were observed in the SPT due to the lower constraint conditions existing in this test (low thickness and multiaxial strain conditions) compared with the brittle behavior exhibited in the standard fracture test

7.2. Aim 2: Estimation of the fracture toughness by means of notched SPT specimens

The following conclusions can be drawn from study presented in section 4.2, all of which are valid only for the described SPT notched specimens and test setup:

- A new methodology for estimating fracture toughness by means of SPT notched specimens has been developed.
- The relationship between punch displacement and δ_{SPT} seems to be material independent, at least before crack initiation, only being dependent on the test setup and specimen geometry.
- The measurement of δ_{SPT} could be a good strategy for estimating the CTOD at the onset of crack growth in materials that exhibit ductile behaviour. An acceptable relationship was obtained for a high temperature tempered CrMoV steel.
- Crack onset punch displacement can be obtained at the point where the experimental and the numerically calculated SPT curves separate.
- Crack onset punch displacement can be obtained by means of microscopic observation of the bottom surface of the notch of specimens subjected to interrupted tests.

7.3. Aim 3: Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement by means of the SPT

After the experimental study of two different grades of CrMoV steels employed in the power industry, one with high resistance to the hydrogen embrittlement and the other one very susceptible to embrittlement, The following conclusions can be drawn, considering the methodologies described in section 4.3:

- The feasibility of the small punch test for ranking hydrogen embrittlement in steels was demonstrated.
- Small punch test specimens can be effectively hydrogen embrittled by passing the selected current density onto a small area of the sample in contact with the electrolyte.

- A more embrittled condition is obtained when the SPT specimen is hydrogen charged at the same time as testing, as this methodology was shown to be able to embrittle steels that were not embrittled when the SPT was performed after hydrogen pre-charging.
- The SPT P_m/t^2 parameter is the most suitable SPT parameter for analysing the reduction in strength properties in the case of hydrogen embrittled steels.
- The SPT parameters d_m and W_m seem to be suitable for analysing the decrease in ductility and toughness which takes place in hydrogen embrittled structural steels.
- The biaxial strain at fracture, ε_{qf} , can also be used for estimating the reduction in fracture toughness of hydrogen embrittled steels.
- The CrMoV - weld metal is more susceptible to hydrogen embrittlement than the CrMoV - base metal due to the higher yield strength and ultimate tensile strength of the former, mainly as a result of the application of a lower temperature tempering treatment.

Apéndice A

Diferentes relaciones entre parámetros SPT y propiedades mecánicas

Referencia	Año	t (mm)	$\phi_{punzón}$ (mm)	ϕ_{matriz} (mm)	Cálculo	Estimación σ_{ys} (MPa)	Estimación σ_{ut} (MPa)	Estimación A (%)	Estimación J_{IC} (kJ/m ²)
Mao et al. [6]	1987	0.25	1	1.5	P_{y_Mao}	$0.36 \cdot \frac{P_y}{t^2}$	$0.13 \cdot \frac{P_m}{t^2} - 320$	-	$345 \cdot \varepsilon_{qf} - 113$
Suzuki et al. [8]	1991	0.5 0.25	2.4 1	¿?	P_{y_Mao}	$0.37 \cdot \frac{P_y}{t^2}$	$0.106 \cdot \frac{P_m}{t^2}$	-	$357 \cdot \varepsilon_{qf} - 121$
Mao et al. [9]	1992	0.25	1	1.5	-	-	-	-	$339 \cdot \varepsilon_{qf} - 119$
Fleury et al. [52]	1998	0.5	2.4	¿?	P_{y_Mao}	$0.35 \cdot \frac{P_y}{t^2}$	$(0.086 - 0.114) \cdot \frac{P_m}{t^2}$	$7 \cdot d_m$	-
Saucedo et al. [71]	2001	0.5	2.4	¿?	-	-	-	-	$1304.1 \cdot \varepsilon_{qf} + 8.09$
Ruan et al. [10]	2002	0.25	1	¿?	P_{y_Mao}	$0.35 \cdot \frac{P_y}{t^2}$	$218 + 0.077 \cdot \frac{P_m}{t^2}$	-	-
Finarelli et al. [53]	2004	0.25	1	1.5	P_{y_Mao}	$0.38 \cdot \frac{P_y}{t^2}$	-	-	-
Autillo	2006	0.5	2.5	4	-	-	-	-	-
Contreras [47]	2007	0.5	2.5	4	$P_{y,t}/10$	-	-	-	-
Rodríguez et al. [23]	2009	0.5	2.5	4	$P_{y,t}/10$	$0.38 \cdot \frac{P_y}{t^2}$	$218 + 0.077 \cdot \frac{P_m}{t^2}$	$7 \cdot \frac{d_m}{t}$	-
Lacalle et al. [51]	2009	0.5	2.4	4	P_{inf}	$1.16 \cdot (1 + \nu) \cdot \frac{P_y}{t^2}$	$0.92 \cdot P_I + 0.18 \cdot (P_m - P_I)$	-	-
Cárdenas et al. [61]	2009	0.5	2.5	4	$P_{y,t}/10$	$0.5095 \cdot \frac{P_y}{t^2} - 348.33$	-	$5.1816 \cdot \frac{d_m}{t} + 2.9237$	-
Volák et al. [64]	2010	0.5	¿?	¿?	-	-	$\frac{P_m}{4.612 \cdot \phi_{matriz}^{-0.2} \cdot \phi_{punzón}^{1.2} \cdot t}$	-	$280 \cdot \varepsilon_{qf} - 50$
Guan et al. [72]	2011	0.5	2.5	5	-	-	-	-	$276.77 \cdot \varepsilon_{qf} + 0.5207$
Hurst y Matocha [43]	2012	0.5	2.5	4	$P_{y,CEN}$	$0.578 \cdot \frac{P_y}{t^2} - 30.148$	$0.444 \cdot \frac{P_m}{d_{mt}} - 86.832$	-	-
Konopík y Dzugan [58]	2012	0.5	2.5	4	$P_{y,CEN}$	$0.4853 \cdot \frac{P_y}{t^2} + 118.01$	$0.4810 \cdot \frac{P_m}{d_{m,t}} - 399.19$	-	-

Tabla A.1: Resumen con las expresiones más relevantes para la estimación de propiedades mecánicas mediante SPT

Bibliografía

- [1] M.P. Manahan, A.S. Argon, O.K. Harling. The development of a miniaturized disk bend test for the determination of postirradiation mechanical properties. *J Nucl Mater*, 103 104:1545–1550, 1981.
- [2] D. Finarelli, F. Carsughi, P. Jung. The small ball punch test at FZJ. *J Nucl Mater*, 377:65–71, 2008.
- [3] CEN Workshop Agreement, CWA 15627:2006 E. *Small Punch Test Method for Metallic Materials*, 2006.
- [4] R. Hurst, K. Matocha. Experiences with the European Code of Practice for small punch testing for creep, tensile and fracture behaviour. En *3rd International Conference SSTT*, páginas 1–26, 2014. Castle Seggau, Austria.
- [5] J. Kameda, O. Buck. Evaluation of the ductile-to-brittle transition temperature shift due to temper embrittlement and neutron irradiation by means of a small-punch test. *Mater Sci Eng A-Struct*, 83:29–38, 1986.
- [6] X. Mao, H. Takahashi. Development of a further-miniaturized specimen of 3 mm diameter for TJZM disk (0 3 mm) small punch tests. *J Nucl Mater*, 150:42–52, 1987.
- [7] T. Misawa, S. Nagata, N. Aoki, J. Ishizaka, Y. Hamaguchi. Fracture toughness evaluation of fusion reactor structural steels at low temperatures by small punch tests. *J Nucl Mater*, 169:225–232, 1989.
- [8] M. Suzuki, M. Eto, K. Fukaya, Y. Nishiyama, T. Kodaira, T. Oku, M. Ada, A. Umino, I. Takahashi, T. Misawa, Y. Hamaguchi. Evaluation of toughness degradation by small punch (SP) tests for neutron-irradiated 2 1/4 Cr - 1 Mo steel. *J Nucl Mater*, 179-181:441–444, 1991.
- [9] X. Mao, H. Takahashi, T. Kodaira. Supersmall punch test to estimate fracture toughness J_{IC} and its application to radiation embrittlement of 2.25Cr-1Mo steel. *Mater Sci Eng A-Struct*, 150:231–236, 1992.
- [10] Y. Ruan, P. Spätig, M. Victoria. Assessment of mechanical properties of the martensitic steel EUROFER97 by means of punch tests. *J Nucl Mater*, 307-311(1):236–239, 2002.
- [11] E.N. Campitelli, P. Spätig, J. Bertsch, C. Hellwig. Assessment of irradiation-hardening on Eurofer97 and Zircaloy 2 with punch tests and finite-element modeling. *Mater Sci Eng A-Struct*, 400-401:386–392, 2005.

- [12] T. Linse, M. Kuna, J. Schuhknecht, H.W. Viehrig. Usage of the small-punch-test for the characterisation of reactor vessel steels in the brittle-ductile transition region. *Eng Fract Mech*, 75(11):3520–3533, 2008.
- [13] K. Turba, R.C. Hurst, P. Hähner. Anisotropic mechanical properties of the MA956 ODS steel characterized by the small punch testing technique. *J Nucl Mater*, 428:76–81, 2012.
- [14] J. Petzova, M. Bal’ák, M. Brezina, M. Kapusnák, L. Kupca. Application of small punch testing methods for material property monitoring of primary piping of nuclear power plant. En *3rd International Conference SSTT*, páginas 75–80, 2014. Castle Seggau, Austria.
- [15] R. Kopriva, M. Kytka, I. Eliášova, J. Siegl, P. Hausild, K. Matocha. Small punch test specimen in determination of tensile properties for nuclear power plant components. En *3rd International Conference SSTT*, páginas 225–233, 2014. Castle Seggau, Austria.
- [16] A. Morán, R. Coto, J. Belzunce, J.M. Artímez. Experimental development at a pilot plant scale of a reduced activation ferritic/martensitic RAFM steel, *Asturfer*[®]. *Adv Sci Tech*, 73:36–40, 2010.
- [17] ITER. <http://www.iter.org/>. Consulta: Diciembre 2014.
- [18] A. Hishinuma, A. Kohyama, R.L. Klueh, D.S. Gelles, W. Dietz, K. Ehrlich. Current status and future RD for reduced-activation ferritic/martensitic steel development. *J Nucl Mater*, 258-263:193–304, 1998.
- [19] B. van der Schaaf, D.S. Gelles, S. Jitsukawa, A. Kimura, R.L. Klueh, A. Möslang, G.R Odette. Progress and critical issues of reduced activation ferritic/martensitic steel development. *J Nucl Mater*, 283-287:5259, 2000.
- [20] I. Peñuelas, R. González, M.A. García, A. Higuera, C. Rodríguez, R. Vijande. Caracterización mecánica de recubrimientos mediante ensayos miniatura de punzonado. En *CIBIM9 (Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica)*, volumen 13, páginas 25–31, 2009. Las Palmas de Gran Canaria, España.
- [21] M.A. García, I. Peñuelas, E.Cárdenas, A. Higuera, R. González, C. Rodríguez. Aplicación de la microscopía electrónica de barrido a la caracterización mecánica de recubrimientos mediante el ensayo miniatura de punzonamiento. En *XI Congreso Nacional de Materiales*, páginas 1–4, 2010. Zaragoza, España.
- [22] M.A. Contreras, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón. Uso del ensayo miniatura de punzonado para la caracterización mecánica de zonas afectadas térmicamente en uniones soldadas. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 24, páginas 521–526, 2007.
- [23] C. Rodríguez, J. García, E. Cárdenas, F.J. Belzunce, C. Betegón. Mechanical properties characterization of heat-affected zone using the small punch test. *Weld J*, 88:188–192, 2009.
- [24] B. Gülçimen, A. Durmus, S. Ülkü, R.C. Hurst, K. Turba, P. Hähner. Mechanical characterisation of a P91 weldment by means of small punch fracture testing. *Nucl Eng Des*, 247:58–65, 2013.

- [25] L. Pomikálek, L. Kander, S. Hermanová. Evaluation of material properties of new austenitic steels and welded joints for use in boilers with higher steam parameters using SPT and miniaturized test specimens. En *3rd International Conference SSTT*, páginas 204–211, 2014. Castle Seggau, Austria.
- [26] T.E. García, C. Rodríguez, F.J. Belzunce. Influence of intermediate postweld heat treatments on the fracture toughness of CrMoV steel welds. En *19th European Conference on Fracture*, 2012. Kazan, Rusia.
- [27] María Fernández Vega. *Utilización del ensayo miniatura de punzonado en la caracterización mecánica de productos sinterizados*. Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo, 2014.
- [28] PMG Asturias. http://www.pmgsinter.com/group_asturias.htm. Consulta: Diciembre 2014.
- [29] R.J. Lancaster, R. Banik, R.C. Hurst, M.R. Bache, G. Baxter. Application of small punch test methods to advanced manufactured structures. En *3rd International Conference SSTT*, volumen 3, páginas 170–178, 2014. Castle Seggau, Austria.
- [30] F. Dobes, K. Milicka. On the Monkman-Grant relation for small punch test data. *Mater Sci Eng A-Struct*, 336:245–248, 2002.
- [31] P. Dymáček, K. Milicka. Creep small-punch testing and its numerical simulations. *Mater Sci Eng A-Struct*, 510-511:444–449, 2009.
- [32] D.T. Blagoeva, R.C. Hurst. Application of the CEN (European Committee for Standardization) small punch creep testing code of practice to a representative repair welded P91 pipe. *Mater Sci Eng A-Struct*, 510-511:219–223, 2009.
- [33] M.T. Whittaker, W.J. Harrison, R.J. Lancaster, S. Williams. An analysis of modern creep lifing methodologies in the titanium alloy Ti6-4. *Mater Sci Eng A-Struct*, 577:114–119, 2013.
- [34] M. Lorenzo, I.I. Cuesta, J.M. Alegre. The relationship between the Uniaxial Creep Test and the Small Punch Creep Test of the AZ31 magnesium alloy. *Mater Sci Eng A-Struct*, 614:319–325, 2014.
- [35] S. Soltysiak, M. Selent, S. Roth, M. Abendroth, M. Hoffmann, H. Biermann, M. Kuna. High-temperature small punch test for mechanical characterization of a nickel-base super alloy. *Mater Sci Eng A-Struct*, 613:259–263, 2014.
- [36] S.P. Jeffs, R.J. Lancaster. Evaluated temperature creep deformation of a single crystal superalloy through the small punch creep method. *Mater Sci Eng A-Struct*, 626:330–337, 2015.
- [37] S. Rasche, S. Strobl, M. Kuna, R. Bermejo, T. Lube. Determination of strength and fracture toughness of small ceramic discs using the small punch test and the ball-on-three-balls test. *Procedia Materials Science*, 3:961–966, 2014.
- [38] S. Soltysiak, M. Abendroth, M. Kuna, Y. Klemm, H. Biermann. Strength of fine grained carbon-bonded alumina (Al₂O₃-C) materials. *Ceram Int*, 40(7A):9555–9561, 2014.

- [39] C. Rodríguez, D. Arencón, J. Belzunce, M.Ll. MasPOCH. Small punch test on the analysis of fracture behaviour of PLA-nanocomposite films. *Polym Test*, 33:21–29, 2014.
- [40] C. Rodríguez, M.Ll. MasPOCH, F.J. Belzunce. Análisis de la transición dúctil-frágil en nanocompuestos de PLA mediante el ensayo SPT. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 31, páginas 391–396, 2014.
- [41] S.M. Kurtz, J.R. Foulds, C.W. Jewett, S. Srivastav, A.A. Edidin. Validation of a small punch testing technique to characterize the mechanical behaviour of ultra-highmolecular-weight polyethylene. *Biomaterials*, 18:1659–1663, 1997.
- [42] D.J. Jaekel, D.W. MacDonald, S.M. Kurtz. Characterization of PEEK biomaterials using the small punch test. *J Mech Behav Biomed*, 4:1275–1282, 2011.
- [43] R. Hurst, K. Matocha. Where are we now with the European Code of Practice for Small Punch Testing? En *2nd International Conference SSTT*, páginas 4–18, 2012. Ostrava, República Checa.
- [44] Isidoro Iván Cuesta Segura. *Evaluación de la tenacidad a fractura en aceros mediante el uso de probetas miniatura prefisuradas*. Tesis Doctoral, Universidad de Burgos, 2010.
- [45] Roberto Lacalle Calderón. *Determinación de las propiedades de tracción y fractura de materiales metálicos mediante ensayos small punch*. Tesis Doctoral, Universidad de Cantabria, 2012.
- [46] Héctor Luis Barbáchano Dehesa. *Aplicación del ensayo miniatura de punzonado para la determinación de los parámetros de fractura en aceros*. Tesis Doctoral, Universidad de Burgos, 2012.
- [47] Miguel Ángel Contreras Verdi. *Validación del ensayo miniatura de punzonado para el estudio de propiedades mecánicas de materiales*. Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo, 2007.
- [48] Donato Emerson Cárdenas Paredes. *Caracterización del comportamiento a fractura de un acero para gasoductos mediante el ensayo miniatura de punzonado*. Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo, 2010.
- [49] J. Autillo, M.A. Contreras, C. Betegón, C. Rodríguez, F.J. Belzunce. Utilización del ensayo miniatura de punzonamiento (Small Punch Test) en la caracterización mecánica de aceros. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 23, páginas 77–83, 2006.
- [50] M.A. Contreras, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón. Use of the small punch test to determine the ductile-to-brittle transition temperature of structural steels. *Fatigue Fract Eng M*, 31:727–737, 2008.
- [51] R. Lacalle, J. García, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana. Obtención mediante el ensayo small punch de las propiedades de tracción de materiales metálicos. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 26, páginas 501–506, 2009.
- [52] E. Fleury, J.S. Ha. Small punch tests to estimate the mechanical properties of steels for steam power plant: I. Mechanical strength. *Int J Pres Ves Pip*, 75:699–706, 1998.

- [53] D. Finarelli, M. Roedig, F. Carsughi. Small punch tests on austenitic and martensitic steels irradiated in a spallation environment with 530 MeV protons. *J Nucl Mater*, 328:146–150, 2004.
- [54] S.H. Song, R.G. Faulkner, P.E.J. Flewitt, P. Marmy, L.Q. Weng. Small punch test evaluation of neutron-irradiation-induced embrittlement of a CrMo low-alloy steel. *Mater Charact*, 53:35–41, 2004.
- [55] Y.W. Ma, K.B. Yoon. Assessment of tensile strength using small punch test for transversely isotropic aluminum 2024 alloy produced by equal channel angular pressing. *Mater Sci Eng A-Struct*, 527:3630–3638, 2010.
- [56] M. Song, K. Guan, W. Qin, J.A. Szpunar. Comparison of mechanical properties in conventional and small punch tests of fractured anisotropic A350 alloy forging flange. *Nucl Eng Des*, 247:58–65, 2012.
- [57] K. Guan, Z. Wang. SPT code of tensile test. En *1st International Conference SSTT*, 2010. Ostrava, República Checa.
- [58] P. Konopik, J. Dzugan. Determination of tensile properties of low carbon steel and alloyed steel 34CrNiMo6 by small punch test and micro-tensile test. En *2nd International Conference SSTT*, páginas 89–97, 2012. Ostrava, República Checa.
- [59] M. Song, K. Guan, W. Qin, J.A Szpunar, J. Chen. Size effect criteria on the small punch test for AISI316L austenitic stainless steel. *Mater Sci Eng A-Struct*, 606:346–353, 2014.
- [60] K. Matocha, P. Cízek, M. Filip, O. Dorazil, K. Guan, Y. Xu. Comparison of empirical correlations for determination of tensile and fracture characteristics of low alloy CrMoV steel in the frame of Czech Chinese scientific cooperation. En *3rd International Conference SSTT*, páginas 142–149, 2014. Castle Seggau, Austria.
- [61] E. Cárdenas, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón. Estudio de las propiedades mecánicas de aceros de doble fase mediante el ensayo miniatura de punzonado. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 26, páginas 166–171, 2009.
- [62] E.N. Campitelli, P. Spätig, J. Bertsch. Numerical investigation by finite element simulations of the ball punch test: Application to tempered martensitic steels. *J Nucl Mater*, 386-388:319–322, 2009.
- [63] R. Lacalle, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana. Analysis of key factors for the interpretation of small punch test results. *Fatigue Fract Eng M*, 31:841–849, 2008.
- [64] J. Volák, V. Mentl. Comparison of fracture toughness values determined by standardized method and small punch test. En *18th European Conference on Fracture*, 2010. Dresden, Alemania.
- [65] J.M. Baik, J. Kameda, O. Buck. Small punch test evaluation of intergranular embrittlement of an alloy steel. *Scripta Metall Mater*, 17:1443–1447, 1983.
- [66] T. Misawa, T. Adachi, M. Saito, Y. Hamaguchi. Small punch tests for evaluating ductile-brittle transition behaviour of irradiated ferritic steels. *J Nucl Mater*, 150:194–202, 1987.

- [67] E. Fleury, J.S. Ha. Small punch tests to estimate the mechanical properties of steels for steam power plant: II. Fracture toughness. *Int J Pres Ves Pip*, 75:707–713, 1998.
- [68] J.H. Bulloch. Toughness losses in low alloy steels at high temperatures: an appraisal of certain factors concerning the small punch test. *Int J Pres Ves Pip*, 75:791–804, 1998.
- [69] A. Shekhter, S. Kim, D.G. Carr, A.B.L. Croker, S.P. Ringer. Assessment of temper embrittlement in an ex-service 1Cr1Mo0.25V power generating rotor by Charpy V-notch testing, k_{IC} fracture toughness and small punch test. *Int J Pres Ves Pip*, 19(8-10):611–615, 2002.
- [70] S-H. Chi, J-H. Hong, I-S. Kim. Evaluation of irradiation effects of 16 MeV proton irradiated 12Cr-1MoV steel by small punch (SP) tests. *Scripta Metall Mater*, 12:1521–1525, 1994.
- [71] M.L. Saucedo-Muñoz, S.C. Liu, T. Hashida, H. Takahashi, H. Nakajima. Correlationship between J_{IC} and equivalent fracture strain determined by small-punch tests in JN1, JJ1 and JK2 austenitic stainless steels. *Cryogenics*, 41:713–719, 2001.
- [72] K. Guan, L. Hua, Q. Wang, X. Zou, M. Song. Assessment of toughness in long term service CrMo low alloy steel by fracture toughness and small punch test. *Nucl Eng Des*, 241:1407–1413, 2011.
- [73] C. Rodríguez C, E. Cárdenas, F.J. Belzunce, C. Betegón. Fracture characterization of steels by means of the small punch test. *Exp Mech*, 53:385–392, 2013.
- [74] E. Budzakoska, D.G. Carr, P.A. Stathers, H. Li, R.P. Harrison, A.K. Hellier, W.Y. Yeung. Predicting the J integral fracture toughness of Al6061 using the small punch test. *Fatigue Fract Eng M*, 30:796–807, 2007.
- [75] J.H. Bulloch. A study concerning material fracture toughness and some small punch test data for low alloy steels. *Eng Fail Anal*, 11:635–653, 2004.
- [76] M. Abendroth, M. Kuna. Determination of deformation and failure properties of ductile materials by means of the small punch test and neural networks. *Comp Mater Sci*, 28(3-4):633–644, 2003.
- [77] J. Isselin, A. Iost, J. Golek, D. Najjar, M. Bigerelle. Assessment of the constitutive law by inverse methodology: Small punch test and hardness. *J Nucl Mater*, 352:97–106, 2006.
- [78] P. Egan, M.P. Whelan, F. Lakestani, M.J. Connelly. Small punch test: An approach to solve the inverse problem by deformation shape and finite element optimization. *Comp Mater Sci*, 40:33–39, 2007.
- [79] I. Peñuelas, I.I. Cuesta, C. Betegón, C. Rodríguez, F. J. Belzunce. Inverse determination of the elastoplastic and damage parameters on small punch tests. *Fatigue Fract Eng M*, 32(11):872–885, 2009.
- [80] S. Foletti, M. Madia, A. Cammi, G. Torsello. Characterization of the behavior of a turbine rotor steel by inverse analysis on the small punch test. *Engineering Procedia*, 10:3628–3635, 2011.

- [81] M. Abendroth. A WEB based approach to identify material properties from SPT experiments. En *2nd International Conference SSTT*, páginas 339–348, 2012. Ostrava, República Checa.
- [82] D. Purdy, K. Cameron, J. Foulds. Increasing reliability of small punch fracture toughness testing with acoustic emission monitoring. En *3rd International Conference SSTT*, páginas 55–64, 2014. Castle Seggau, Austria.
- [83] ASTM International. *Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness*, 2007.
- [84] ESIS. *Procedure for Determining the Fracture Behaviour of Materials*, 1992.
- [85] J-B. Ju, D. Kwon. Evaluation of fracture toughness by small punch testing techniques using sharp notched specimens. *Int J Pres Ves Pip*, 80:221–228, 2003.
- [86] R. Lacalle, J.A. Álvarez, J. García, F. Gutiérrez-Solana. Estimación de la tenacidad a fractura a partir de probetas small punch entalladas. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 25, páginas 689–694, 2008.
- [87] I.I. Cuesta, J.M. Alegre, R. Lacalle, J.A. Álvarez, F. Gutierrez-Solana. Cálculo de la integral j en probetas spt para la estimación de la tenacidad a fractura. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 25, páginas 486–491, 2008.
- [88] K. Tanaka, T. Amita, T. Satou, K. Koba, J. Kusumoto, A. Kanaya. Evaluation on high temperature fracture toughness of crmov cast steel by small punch testing. *Int J Pres Ves Pip*, 86:643–648, 2009.
- [89] I. Peñuelas, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, C. Betegón. Análisis de la determinación de la tenacidad a la fractura mediante el ensayo SPT. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 26, páginas 572–577, 2009.
- [90] I. Peñuelas, R. Montero, C. Rodríguez. Triaxialidad en probetas SPT entalladas: efecto de la geometría, configuración, temperatura y proceso de fabricación. En *XVIII Congreso Nacional de Ingeniería Mecánica*, 2010. Ciudad Real.
- [91] I. Peñuelas, R. Montero, C. Rodríguez, C. Betegón, F.J. Belzunce. Influencia de la geometría y de la profundidad de la entalla en la triaxialidad y comportamiento a fractura de probetas SPT entalladas. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 27, páginas 503–508, 2010.
- [92] R. Lacalle, B. Arroyo, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana. Aproximación basada en el concepto de CTOD para la determinación de la tenacidad mediante probetas small punch. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 28, páginas 749–754, 2011.
- [93] K. Turba, B. Gülçimen, Y.Z. Li, D. Blagoeva, P. Hähner, R.C. Hurst. Introduction of a new notched specimen geometry to determine fracture properties by small punch testing. *Eng Fract Mech*, 78:2826–2833, 2011.
- [94] J.M. Alegre, I.I. Cuesta, P.M. Bravo. Implementation of the GTN damage model to simulate the small punch test on pre-cracked specimens. *Engineering Procedia*, 10:1007–1016, 2011.

- [95] I.I. Cuesta, J.M. Alegre. Determination of the fracture toughness by applying a structural integrity approach to pre-cracked small punch test specimens. *Eng Fract Mech*, 78(2):289–300, 2011.
- [96] I.I. Cuesta, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, J.M. Alegre. Analysis of different techniques for obtaining pre-cracked/notched small punch test specimens. *Eng Fail Anal*, 18(8):2282–2287, 2011.
- [97] I.I. Cuesta, J.M. Alegre. Determination of plastic collapse load of pre-cracked small punch test specimens by means of response surfaces. *Eng Fail Anal*, 23:1–9, 2012.
- [98] E. Cárdenas, F.J. Belzunce, C. Rodríguez, I. Peñuelas, C. Betegón. Application of the small punch test to determine the fracture toughness of metallic materials. *Fatigue Fract Eng M*, 35:441–450, 2012.
- [99] R. Lacalle, B. Arroyo, J.A. Álvarez, F. Gutiérrez-Solana. Determinación analítica y experimental de la tenacidad a fractura de aceros mediante el uso de probetas spt entalladas mediante femtoláser. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 29, páginas 749–754, 2012.
- [100] Y. Xu, K. Guan. Evaluation of fracture toughness by notched small punch tests with Weibull stress method. *Mater Design*, 51:605–611, 2013.
- [101] J. Adams, M.R. Bache, R.C. Hurst, J.B. Borradaile. Ductile-brittle transition characterisation of reactor pressure vessel steels using notched small punch specimens. En *3rd International Conference SSTT*, páginas 81–90, 2014. Castle Seggau, Austria.
- [102] J.M. Alegre, I.I. Cuesta, H.L. Barbachano. Determination of the fracture properties of metallic materials using pre-cracked small punch tests. *Fatigue Fract Eng M*, 38:104–112, 2014.
- [103] T.L. Anderson. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications, Third Edition*. Taylor Francis, 2005.
- [104] I. Peñuelas, C. Rodríguez, F. J. Belzunce, T.E García, C. Betegón. Analytical and experimental determination of the fracture toughness of structural steels through small punch test specimens, notched by micromachining, laser and femtolaser techniques. En *2nd International Conference SSTT*, 2012. Ostrava, República Checa.
- [105] ASTM. *ASTM E192197, Standard test method for determination of reference temperature, T_0 , for ferritic steels in the transition range*, 1998.
- [106] British Energy Generation Ltd. *R6, Assessment of the integrity of structures containing defects*, 1999.
- [107] BSI. *British Standard BS 7910, Guide on methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures*, 2000.
- [108] ASME. *API 579-1/ASME FFS-1*, 2007.
- [109] G.R. Irwin. Onset of fast crack propagation in high strength steel and aluminium alloys. *Sagamore Research Conference Proceedings*, 2:289–305, 1956.

- [110] C.F. Shih. Relationship between the J-integral and the crack opening displacement for stationary and extending cracks. *J Mech Phys Solids*, 29:305–326, 1981.
- [111] G.P. Cherepanov. The propagation of cracks in a continuous medium. *J Appl Math Mech*, 31:503–512, 1967.
- [112] J.R. Rice. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks. *J Appl Mech*, 35(2):379–386, 1968.
- [113] R. Montero, C. Rodríguez, F.J. Belzunce, I. Peñuelas, C. Betegón. Aplicación del ensayo miniatura de punzonado para la determinación de las propiedades mecánicas de los materiales metálicos. En *Congreso Nacional de Materiales*, 2010. Zaragoza.
- [114] A. Gurson. Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth. Part I - yield criteria and flow rules for porous ductile media. *J Eng Mater Technol*, 99(1):2–15, 1977.
- [115] V. Tvergaard. Influence of voids on shear band instabilities under plane strain conditions. *Int J Fracture Mech*, 17:389–417, 1981.
- [116] V. Tvergaard, A. Needleman. Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. *Acta Mech Sinica*, 32(1):157–169, 1984.
- [117] C. Betegón, C. Rodríguez, F.J. Belzunce. Analysis and modelisation of short crack growth by ductile fracture micromechanisms. *Fatigue Fract Eng M*, 20(5):633–644, 1997.
- [118] N. Benseddiq, A. Imad. A ductile fracture analysis using a local damage model. *Int J Pres Ves Pip*, 85:219–227, 2008.
- [119] M. Abendroth, M. Kuna. Identification of ductile damage and fracture parameters from the small punch test using neural networks. *Eng Fract Mech*, 73:710–725, 2006.
- [120] Y-S. Chang, J-M. Kim, J-B. Choi, Y-J. Kim, M-C. Kim, B-S. Lee. Derivation of ductile fracture resistance by use of small punch specimens. *Eng Fract Mech*, 75:3413–3427, 2008.
- [121] I.I. Cuesta, J.M. Alegre, L.Sarabia, M.S. Sánchez. Determinación de los parámetros del modelo de daño de Gurson-Tvergaard para la simulación del ensayo de small punch. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 24, páginas 429–434, 2007.
- [122] R. Hu, X. Lin. Three-dimensional numerical simulation on plastic damage in small punch specimen of Zirconium. *Int J Pres Ves Pip*, 86:813–817, 2009.
- [123] R.V. Prakash, T. Ramesh. Numerical simulation of shear punch and small punch tests using Gurson-Tvergaard-Needleman damage model. En *2nd International Conference SSTT*, páginas 355–365, 2012. Ostrava, República Checa.
- [124] M. Abendroth. FEM analysis of small punch tests. En *3rd International Conference SSTT*, páginas 37–47, 2014. Castle Seggau, Austria.
- [125] F.M. Beremin. A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel. *Metall Mater Trans Actions A*, 14(11):2277–2287, 1983.

- [126] G.P. Tiwari, A. Bose, J.K. Chakravartty, S.L. Wadekar, M.K. Totlani, R.N. Arya, R.K. Fotedar. A study of internal hydrogen embrittlement of steels. *Mater Sci Eng A-Struct*, A286:269–281, 2000.
- [127] A.H.S. Bueno, E.D. Moreira, J.A.C.P. Gomes. Evaluation of stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement in an API grade steel. *Eng Fail Anal*, 36:423–431, 2014.
- [128] R.A. Siddiqui, H.A. Abdullah. Hydrogen embrittlement in 0.31 % carbon steel used for petrochemical applications. *J Mater Process Tech*, 170:430–435, 2005.
- [129] R.K. Dayal, N. Parvathavarthini. Hydrogen embrittlement in power plant steels. *Sadhana-Acad P Eng S*, 28:431–451, 2003.
- [130] B. Arroyo, J.A. Álvarez, R. Lacalle, F. Gutiérrez-Solana, T.E. García. Environmental effects on R5 steel under cathodic protection and cathodic charge. characterization using the small punch tests. En *3rd International Conference SSTT*, páginas 191–203, 2014. Castle Seggau, Austria.
- [131] T. Michler, J. Naumann. Microstructural aspects upon hydrogen environment embrittlement of various bcc steels. *Int J Hydrogen Energy*, 35:1485–1492, 2010.
- [132] J. Rehr, K. Mraczek, A. Pichler, E. Werner. Mechanical properties and fracture behavior of hydrogen charged AHSS/UHSS grades at high-and low strain rate tests. *Mater Sci Eng A-Struct*, 590:360–367, 2014.
- [133] V.I. Shvachko. Cold cracking of structural steel weldments as reversible hydrogen embrittlement effect. *Int J Hydrogen Energy*, 25:473–480, 2000.
- [134] G. Magudeeswaran, V. Balasubramanian, G.M. Reddy. Hydrogen induced cold cracking studies on armour grade high strength, quenched and tempered steel weldments. *Int J Hydrogen Energy*, 33:1897–1908, 2008.
- [135] H.H. Gray. *ASTM STP*, 543:3, 1974.
- [136] H. Xu, X. Xia, L. Hua, Y. Sun, Y. Dai. Evaluation of hydrogen embrittlement susceptibility of temper embrittled 2.25Cr1Mo steel by SSRT method. *Eng Fail Anal*, 19:43–50, 2012.
- [137] Y. Yagodzinsky, E. Malitckii, M. Ganchenkova, S. Binyukova, O. Emelyanova, T. Saukkonen, H. Hänninen, R. Lindau, P. Vladimirov, A. Moeslang. Hydrogen effects on tensile properties of EUROFER 97 and ODS-EUROFER steels. *J Nucl Mat*, 444:435–440, 2014.
- [138] Y. Wang, X. Wang, J. Gong, L. Shen, W. Dong. Hydrogen embrittlement of cathodically hydrogen-precharged 304L austenitic stainless steel: Effect of plastic pre-strain. *Int J Hydrogen Energy*, 39:13909–13918, 2014.
- [139] H-S. Yu, E-G. Na, S-H. Chung. Assessment of stress corrosion cracking susceptibility by a small punch test. *Fatigue Fract Eng M*, 22:889–896, 1999.
- [140] I. Serre, J.B. Vogt. Liquid metal embrittlement of T91 martensitic steel evidenced by small punch test. *Nucl Eng Des*, 237(7):677–685, 2007.

- [141] T. Auger, I. Serre, G. Lorang, Z. Hamouche, D. Gorse, J.B. Vogt. Role of oxidation on LME of T91 steel studied by small punch test. *J Nucl Mater*, 376:336–340, 2008.
- [142] J. Isselin, T. Shoji. Crack initiation resistance characterization of weld by small-punch test in boiling water reactor environment. *Int J Pres Ves Pip*, 93-94:22–28, 2012.
- [143] T. Bai, P. Chen, K. Guan. Evaluation of stress corrosion cracking susceptibility of stainless steel 304L with surface nanocrystallization by small punch test. *Mater Sci Eng A-Struct*, 561:498–506, 2013.
- [144] T. Misawa, Y. Hamaguchi, M. Saito. Stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement studies of austenitic and ferritic steels by small punch test. *J Nucl Mat*, 155-157:749–753, 1988.
- [145] S-I. Komazaki, A. Koyama, T. Misawa. Effect of morphology of copper precipitation particles on hydrogen embrittlement behaviour in Cu-added ultra low carbon steels. *Mater Trans*, 43-9:2213–2218, 2002.
- [146] T. Nambu, K. Shimizu, Y. Matsumoto, R. Rong, N. Watanabe, H. Yukawa, M. Morinaga, I. Yasuda. Enhanced hydrogen embrittlement of Pd-coated niobium metal membrane detected by in situ small punch test under hydrogen permeation. *J Alloy Compd*, 446-447:588–592, 2007.
- [147] Y. Matsumoto, H. Yukawa, T. Nambu. Quantitative evaluation of hydrogen embrittlement of metal membrane detected by In-situ small punch test under hydrogen permeation. En *1st International Conference SSTT*, 2010. Ostrava, República Checa.
- [148] Y. Matsumoto, H. Yukawa, T. Nambu. Boundary determination for ductile-to-brittle transition of group 5 metals in hydrogen environment. En *3rd International Conference SSTT*, páginas 185–190, 2014. Castle Seggau, Austria.
- [149] Y. Matsumoto, H. Yukawa, T. Nambu. Fracture toughness characterization of structural steels in the brittle and ductile states by small punch test. En *3rd International Conference SSTT*, páginas 185–190, 2014. Castle Seggau, Austria.
- [150] Y. Matsumoto, H. Yukawa, T. Nambu. Determination of ductile-to-brittle transition hydrogen concentrations for V and Nb alloys using in-situ Small Punch Test. En *2nd International Conference SSTT*, páginas 132–137, 2012. Ostrava, República Checa.
- [151] C. Rodríguez, T.E. García, F.J. Belzunce, I. Peñuelas. Aplicación del ensayo SPT en la caracterización mecánica de distintos tipos de acero. En *Anales de Mecánica de la Fractura*, volumen 29, páginas 579–584, 2012.
- [152] P.F.F. Walker. Improving the reliability of highly loaded rolling bearings: the effect of upstream processing on inclusions. *Mater Sci Tech-Lond*, 30(4):385–410, 2014.
- [153] Centre Català del Plàstic. <http://www.upc.edu/ccp/>. Consulta: Febrero 2015.
- [154] C. Rodríguez, T.E. García, M.Ll. MasPOCH, F.J. Belzunce. Small punch test applied to the analysis of the mechanical behaviour of PLA-Nanocomposite films. En *3rd International Conference SSTT*, volumen 3, páginas 150–158, 2014. Castle Seggau, Austria.