

**UNIVERSIDAD DE CANTABRIA**

**DEPARTAMENTO DE CIENCIA E INGENIERIA DEL  
TERRENO Y DE LOS MATERIALES**

**TESIS DOCTORAL**

**FISURACION INDUCIDA POR HIDROGENO DE ACEROS  
SOLDABLES MICROALEADOS: CARACTERIZACION Y  
MODELO DE COMPORTAMIENTO**

**JOSE ALBERTO ALVAREZ LASO**

**Santander, Mayo 1998**

## CAPITULO 6

### VALIDACION

### DE LA METODOLOGIA PROPUESTA

#### 1. INTRODUCCION Y OBJETIVOS

La metodología experimental y analítica propuesta en el Capítulo 4 tiene como objetivo describir el comportamiento frente a procesos de corrosión bajo tensión de diferentes materiales en condiciones ambientales y mecánicas variables. La metodología presentada ha demostrado, tras ser aplicada en el Capítulo 5, su idoneidad para definir de modo preciso el comportamiento de los aceros sobre los que fue aplicada, los aceros microaleados tipo E500 y E690 que motivan esta tesis, en situaciones diferentes de ambiente y de sollicitación mecánica.

El método analítico, aunque se muestra especialmente adecuado para predecir situaciones que pueden presentar una importante componente elastoplástica en los parámetros de control del proceso, es un método universal capaz de cubrir todo el espectro de comportamientos posibles. Así también, debe ser un método adecuado para aplicar a la caracterización de materiales que en condiciones ambientales y mecánicas propicien comportamientos de fisuración frágiles, para los que el factor de intensidad de tensiones,  $K_I$ , define las condiciones locales que los controlan. Este parámetro se puede obtener con la metodología expuesta a

partir de la parte elástica de la integral  $J$ . Por ello, en ensayos realizados en ambientes caracterizados por una gran agresividad, como los propiciados por un contenido elevado de hidrógeno para procesos de fisuración inducida por este elemento, o sobre materiales de comportamiento frágil, o bien por unas velocidades de sollicitación extremadamente bajas, la bondad de la metodología debe ser demostrada mediante la comparación de sus resultados con los obtenidos por medio de ensayos convencionales de caracterización de la CBT a través de probetas de tipo DCB o similares. Los parámetros característicos de estos ensayos, la velocidad en modo II,  $(da/dt)_{II}$ , y el factor umbral de intensidad de tensiones,  $K_{Iscv}$ , deben ser los utilizados al compararlos con los que resulten de la aplicación de la metodología propuesta.

Para llevar a cabo este planteamiento, el presente capítulo aborda la aplicación de la metodología generalista y universal propuesta para la caracterización de procesos de propagación de fisuras al análisis de la CBT de un tipo de aceros diferente al que motiva la tesis, los aceros de baja aleación, en un ambiente diferente, agua marina, cuyo comportamiento esté suficientemente contrastado, e incluso modelizado, por técnicas convencionales para todas sus variedades microestructurales. La comparación del comportamiento deducido de la aplicación de la metodología propuesta con los ya conocidos por técnicas de ensayo convencionales permitirá sacar consecuencias sobre la validez de aquélla.

Este proceso de validación, al desarrollar también ensayos a velocidades de sollicitación diferentes, podrá asimismo ser utilizado para comprobar las líneas generales de la influencia de la velocidad de sollicitación en los procesos de fisuración, en su acercamiento bien a situaciones subcríticas de CBT o bien a críticas de rotura mecánica.

Aunque podría parecer que el abandono de la línea conductora de este trabajo, la de caracterizar los procesos de FIIH de aceros microaleados, al que conduce este capítulo, debería ser incluido en un anejo, dar cumplimiento a la validación de la metodología aplicada a dicha línea conductora, requisito establecido en las consideraciones finales del capítulo anterior como necesario para reforzar la caracterización realizada, debe servir para reforzar los logros de este trabajo. Por ello se incluye en su cuerpo principal constituyendo este capítulo.

## 2. MATERIAL

Para el desarrollo de esta actividad de validación se ha seleccionado un acero de baja aleación y alto límite elástico de especificación 4140 de acuerdo a la normativa AISI. La elección de este tipo de material ha estado influenciada por el amplio conocimiento que se tiene sobre el comportamiento del mismo en condiciones ambientales de CBT, expresada incluso a través de varios modelos de comportamiento de precisión contrastada [25-26,32]. Asimismo este acero tiene un amplio espectro de aplicaciones industriales que lo hacen especialmente idóneo como material de referencia frente a estudios posteriores.

### 2.1. *Caracterización convencional*

Como paso previo a la aplicación del método y la experimentación asociada al mismo, se ha llevado a cabo una caracterización convencional del material bajo diferentes condiciones microestructurales obtenidas por tratamientos térmicos seleccionados, que secuencialmente comprende las siguientes actividades:

- Análisis químico
- Tratamientos térmicos
- Caracterización microestructural
- Caracterización mecánica, a través de:
  - Ensayos de microdureza
  - Ensayos de tracción
  - Ensayos de tenacidad a fractura.

#### 2.1.1. Análisis químico

En la Tabla 6.1 se puede ver la composición química del material estudiado. Es un acero de baja aleación con un contenido en carbono del 0.39% clasificado como A 4140 de acuerdo a la normativa AISI, lo que corresponde a un acero tipo F-125 según la normativa española.



**Tabla 6.1.** Composición química (% en peso) del acero estudiado

C	Cr	Ni	Mn	Si	Al
0.39	0.94	0.23	0.71	0.25	0.014

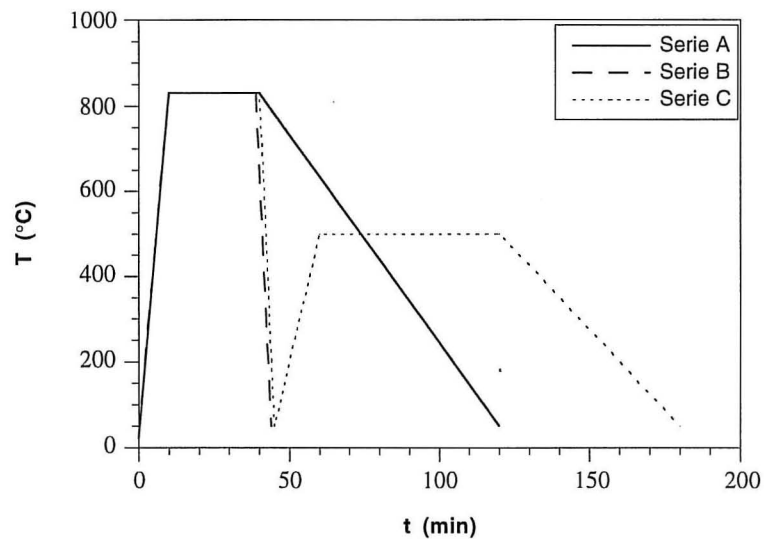
Mo	Sn	V	Cu	Ti	As
0.16	0.014	<0.01	0.14	0.013	0.019

### 2.1.2. Tratamientos térmicos

El objetivo perseguido al realizar diferentes tratamientos térmicos sobre el acero seleccionado fue la aplicación del método descrito a diferentes microestructuras, representativas de las condiciones de su uso, con comportamientos mecánicos diferentes y una esperada respuesta frente a los procesos de CBT a estudiar muy distinta. De esta forma se amplía el espectro de comportamientos de procesos de fisuración subcrítica en el que se contrasta el método propuesto.

Este acero habitualmente se emplea sometido a un tratamiento térmico de temple y revenido en sus aplicaciones para la industria. Aún así, situaciones microestructurales diferentes a las del tratamiento anterior pueden estar presentes, como es el caso de las correspondientes a las zonas afectadas térmicamente en componentes soldados.

Para simular un abanico de soluciones microestructurales se eligieron tres tratamientos, diferentes por su enfriamiento, tras austenitización común a 830°C durante 30 minutos. Por ello se dividió el material en tres cupones, cada uno de ellos sometido a un programa de enfriamiento diferente. Los cupones de la serie A fueron normalizados al aire. Los correspondientes a la serie B fueron templados en aceite con agitación y por último los de la serie C, tras ser templados en aceite con agitación, fueron revenidos a 500°C durante una hora con posterior enfriamiento al aire. Los tratamientos fueron elegidos, de acuerdo a experiencias previas [25-26,32,100], para obtener microestructuras bien diferentes en cuanto a su susceptibilidad a la CBT que desarrollan bajo mecanismos de fisuración diferenciada. La Figura 6.1 muestra un esquema del proceso térmico realizado sobre cada uno de los cupones descritos.



**Figura 6.1.** *Tratamientos térmicos efectuados sobre los diferentes cupones del acero 4140*

### 2.1.3. Caracterización microestructural

Se realizaron análisis metalográficos por microscopía óptica sobre los tres cupones tratados siguiendo la metodología descrita en el Capítulo 3. La Lámina 6.1 muestra el aspecto metalográfico de las tres series. La serie A presenta una microestructura bainítica, la serie B es mayoritariamente martensítica, mientras que el material correspondiente a la serie C presenta una microestructura de martensita revenida, todo ello acorde con el tratamiento recibido. El tamaño de grano austenítico en todas ellas alcanzó valores en torno a 14  $\mu\text{m}$ .

### 2.1.4. Caracterización mecánica

#### 2.1.4.1. Ensayos de microdureza

Los ensayos de microdureza se realizaron con un microdurómetro Vickers MATSUZAWA, modelo DMH-1, sobre las diferentes series del acero 4140. Se aplicó una carga de 500 g durante 20 segundos sobre probetas de 100  $\text{mm}^2$  de

superficie pulida. La Tabla 6.2 recoge los resultados obtenidos para los diferentes aceros, que son propios de las microestructuras de cada serie.

#### 2.1.4.2. Ensayos de tracción

Los ensayos de tracción sobre muestras de las series A y C se realizaron con probetas normalizadas de geometría cilíndrica de diámetro 10 mm, presentadas en el Capítulo 3. Los ensayos sobre muestra de la serie B se realizaron con probetas de diámetro reducido, 5 mm, tras producirse roturas frágiles en la zona roscada en unos primeros ensayos realizados con probetas normalizadas. La Figura 6.2 presenta las curvas tensión-deformación obtenidas sobre las tres series.

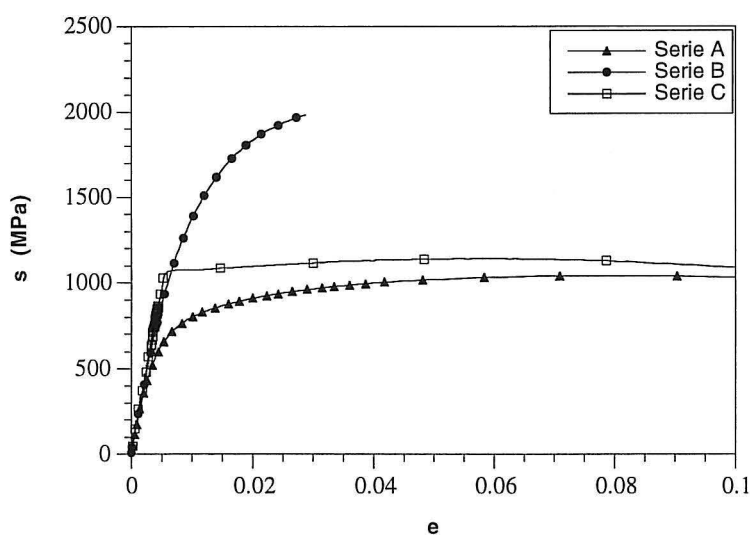
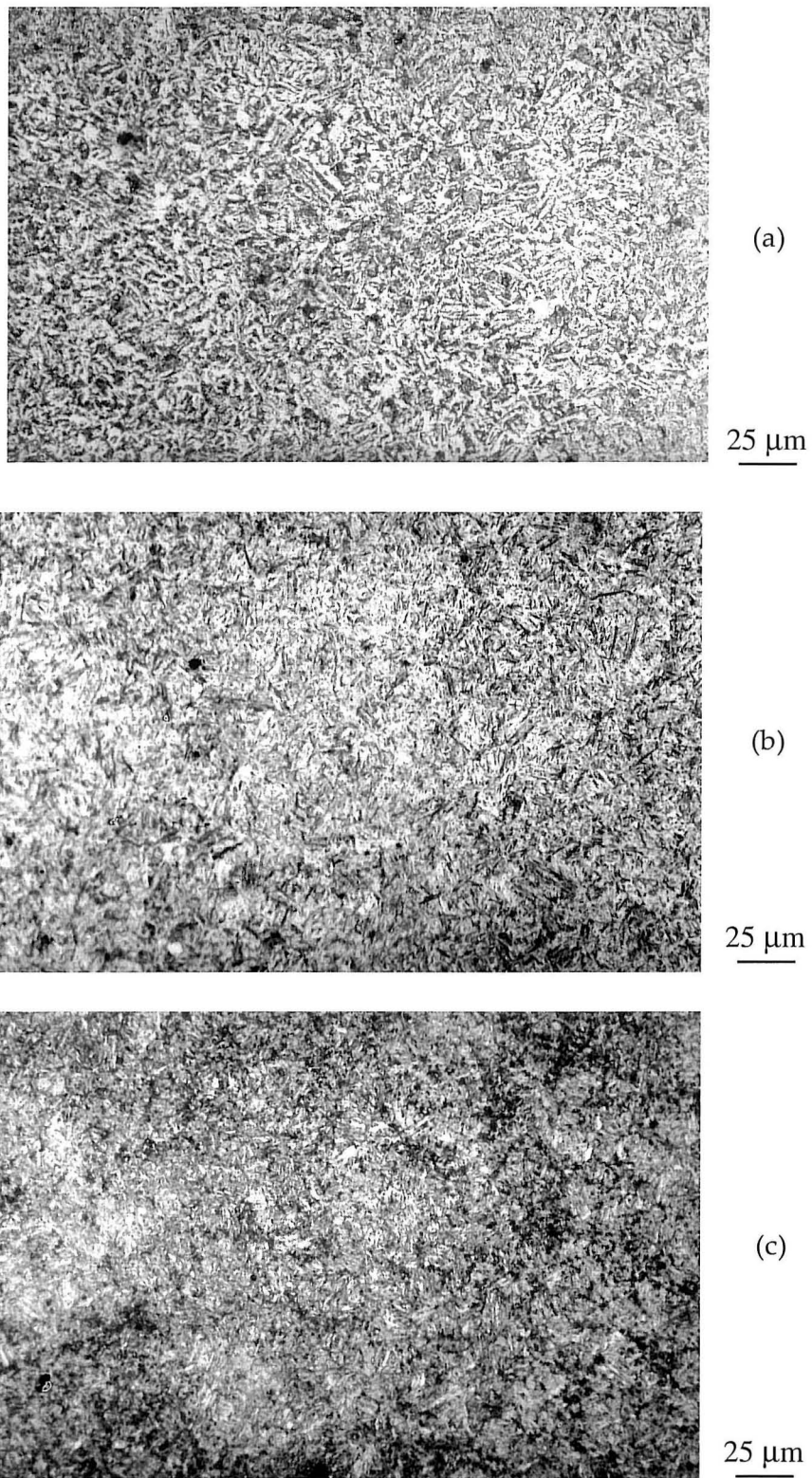


Figura 6.2. Curvas tensión-deformación de las diferentes series del acero 4140

La serie A, de estructura bainítica, mostró el comportamiento más dúctil con un alargamiento bajo carga máxima del 9.2%, siendo su límite elástico de 690 MPa y su carga de rotura de 1040 MPa. El material martensítico, correspondiente a la serie B, mostró el comportamiento más frágil, con un alargamiento en rotura de sólo 2.8%, junto con mayores prestaciones mecánicas, alcanzando un límite



**Lámina 6.1.** Metalografía óptica mostrando el aspecto general de las series ensayadas del acero 4140:  
(a) Serie A. Microestructura bainítica  
(b) Serie B. Microestructura martensítica  
(c) Serie C. Microestructura de martensita revenida

elástico de 1180 MPa y una carga de rotura de 1980 MPa. Por último, el material de la serie C, de estructura martensítica revenida, presenta un límite elástico de 1085 MPa y una carga de rotura de 1150 MPa, siendo el alargamiento bajo carga máxima del 7.5%. Sobre las tres series del material se realizó un ajuste en el campo plástico mediante la ley de Ramberg-Osgood, como se describió en el Capítulo 3, obteniéndose los parámetros  $\alpha$  y  $n$  necesarios para la aplicación del método analítico. La Tabla 6.2 presenta los resultados obtenidos en la caracterización a tracción de las tres series.

**Tabla 6.2.** Características mecánicas de las diferentes series del acero ensayado

TIPO DE MATERIAL	A 4140 Serie A	A4140 Serie B	A4140 Serie C
Dureza HV	330	670	380
Límite elástico $\sigma_Y$ (MPa)	690	1180	1085
Tensión de rotura $\sigma_R$ (MPa)	1040	1980	1150
$e_{m\acute{a}x}$ (%)	9.2	2.8	7.5
$\alpha$	0.002	0.67	4.14
$n$	6.6	4.6	17.9

Sobre la superficie de rotura de las probetas ensayadas a tracción se realizó un estudio fractográfico por microscopía electrónica de barrido. Las micrografías de la Lámina 6.2 muestran la morfología presente en cada rotura, que es mayoritariamente por formación de microhuecos para las series A y C, aunque en ésta última hay señales de desgarramiento, y mixta intergranular-transgranular para la serie martensítica B.

### 2.1.4.3. Ensayos de tenacidad a fractura

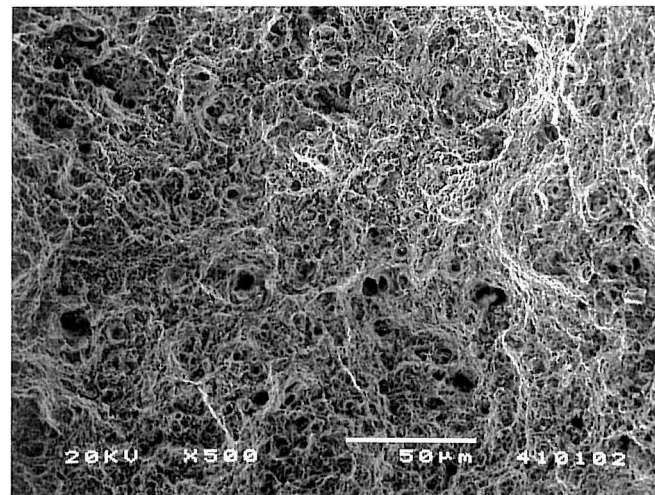
Para la caracterización de la tenacidad a la fractura del material bajo los tres tratamientos recibidos inicialmente se pensó en la determinación de la curva  $J_R$ , curva de resistencia a la fisuración de la integral  $J$ , para ser consistente con la caracterización realizada de los aceros microaleados. La metodología de ensayo seguida ha sido ampliamente descrita en el Capítulo 3 del presente trabajo. El tipo de probeta elegido fue el compacto con espesor de 25 mm, idéntico al utilizado en el trabajo sobre los aceros microaleados. Todos los ensayos se realizaron con una velocidad de sollicitación constante,  $4.1 \cdot 10^{-7}$  m/s, y al aire. Sin embargo, los resultados obtenidos no permitieron la determinación buscada al presentar las probetas una reducida zona de propagación estable, que dio paso posteriormente a roturas bruscas. Las Figuras 6.3 a 6.5 muestran las curvas carga-desplazamiento obtenidas para las tres series de tratamientos.

Según lo propuesto por la norma del Grupo Europeo de Fractura ESIS-P2-92 [176], el comportamiento observado corresponde al de transición dúctil-frágil, series A y C, o frágil, serie B. Por ello, los resultados obtenidos se reprocesan del modo adecuado para el cálculo de  $J$  y  $K$  cuando el material se encuentra en la zona de transición dúctil-frágil y hay un inicio de propagación dúctil estable seguido de fractura frágil que produce la rotura total de la probeta. Si esta propagación estable de la grieta es menor que 0.2 mm el parámetro  $J$  asociado a la fractura se denomina  $J_c$  y si es mayor que 0.2 mm  $J_u$ . Estos parámetros,  $J_c$  o  $J_u$  y  $K_c$  o  $K_u$  son dependientes del espesor de la probeta y por ello no son propiedades características del material como  $J_{Ic}$  o  $K_{Ic}$ .

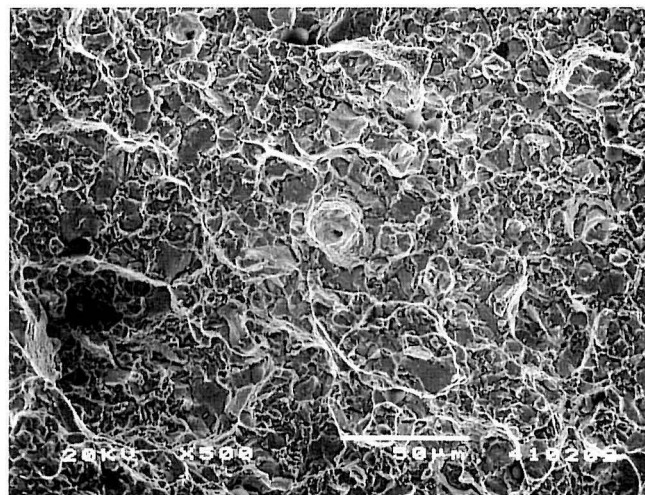
El valor de  $K$  correspondiente se calcula de acuerdo con la anteriormente referida relación:

$$K_i = \sqrt{\frac{J_i E}{1 - \nu^2}} \quad (6.1)$$

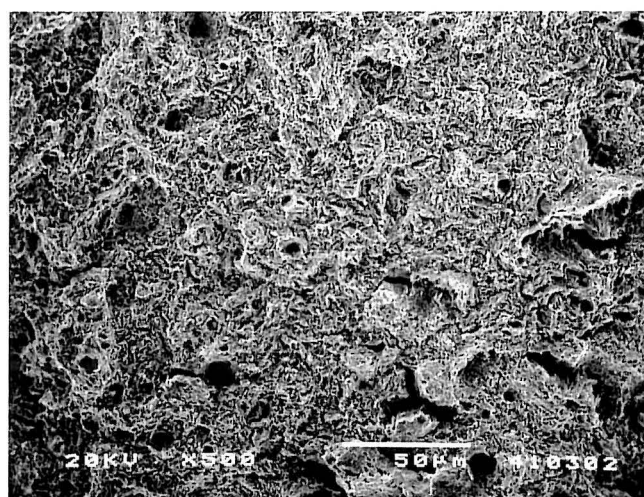
En las Figuras 6.3 a 6.5 se recogen también los valores de energía contenida bajo carga máxima,  $U$ , y el valor de propagación estable,  $\Delta a$ , como parámetros de partida básicos para obtener los referidos valores de  $J$  o  $K$ .



(a)



(b)



(c)

**Lámina 6.2.** *Fractografía de las muestras de acero 4140 ensayadas a tracción:*  
(a) *Serie A. Normalizado*  
(b) *Serie B. Temple en aceite*  
(c) *Serie C. Temple y revenido (500°C)*

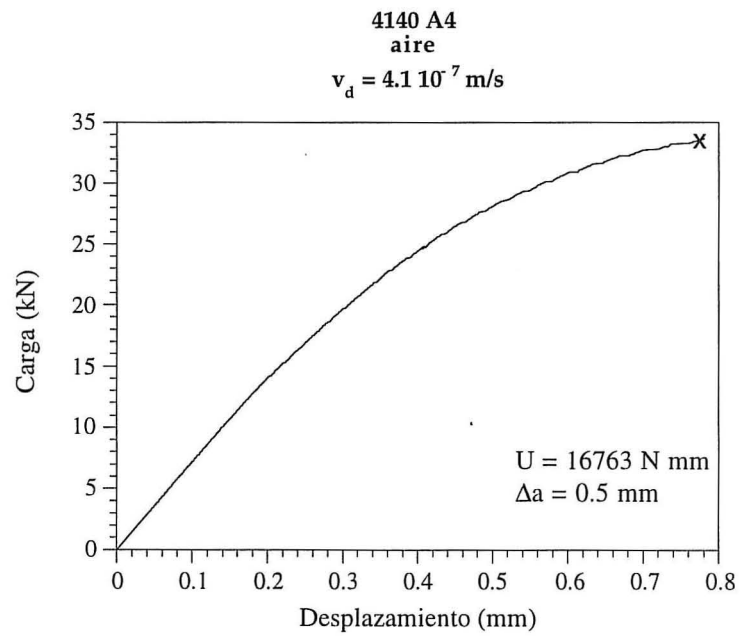


Figura 6.3. Curva carga-desplazamiento del ensayo de fractura de la serie A

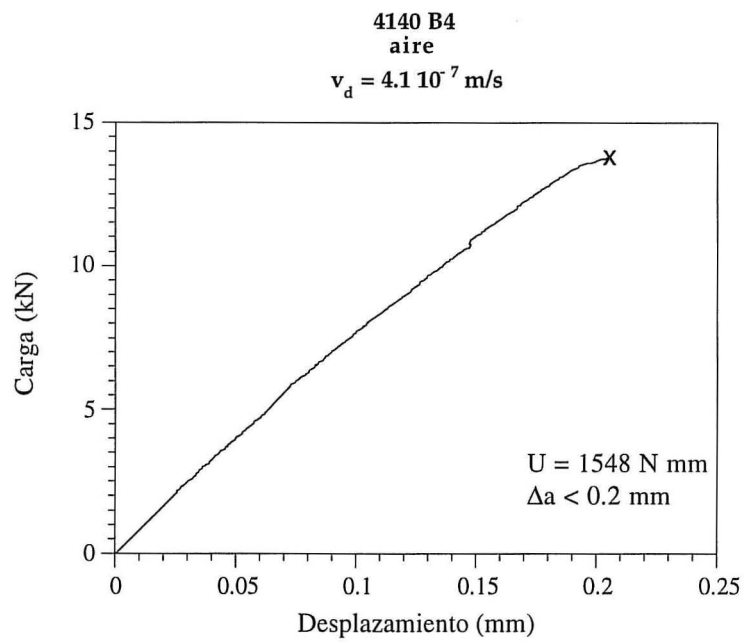


Figura 6.4. Curva carga-desplazamiento del ensayo de fractura de la serie B



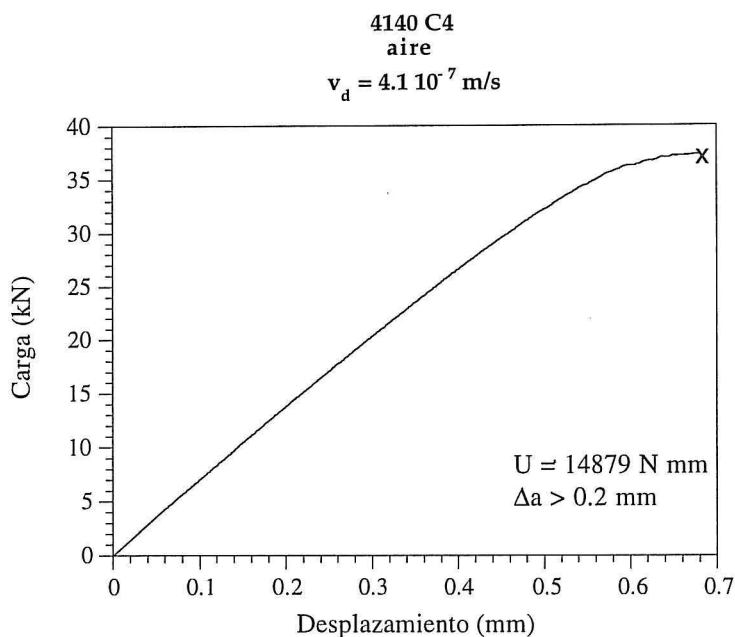
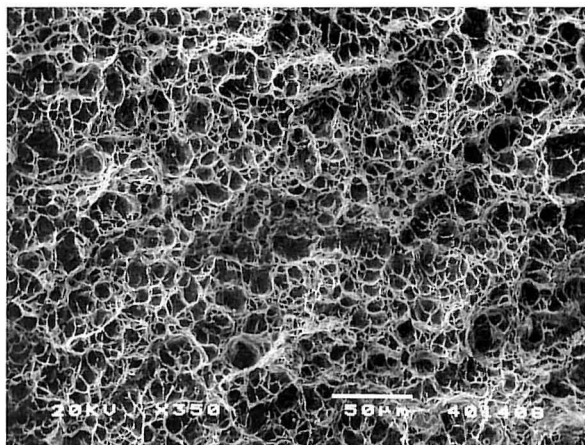


Figura 6.5. Curva carga-desplazamiento del ensayo de fractura de la serie C

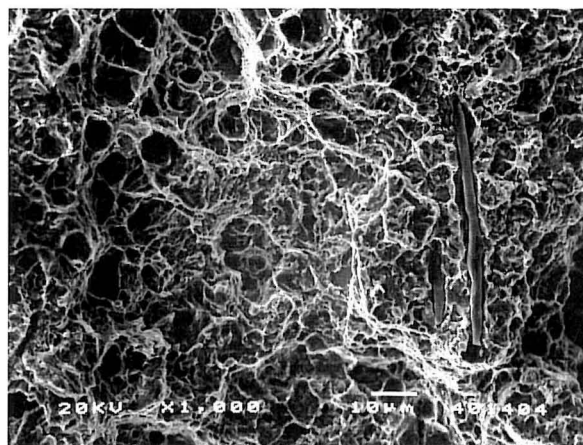
Con posterioridad a cada ensayo se realizó un estudio fractográfico de las zonas de propagación. En las Láminas 6.3 a 6.5 se muestran los aspectos a diferentes aumentos de las superficies de rotura del material analizado bajo los tres tratamientos.

El material correspondiente a la serie A, de microestructura bainítica, presentó un crecimiento inicialmente dúctil de aproximadamente 0.5 mm, con una superficie de rotura caracterizada por la presencia masiva de microhuecos, como se aprecia en la micrografía *a* de la Lámina 6.3. En esta zona se puede apreciar la presencia de inclusiones en el camino de rotura, fundamentalmente sulfuros de manganeso, tal como muestra la micrografía *b*. Esta etapa inicial desencadenó finalmente una rotura frágil e inestable por clivajes, como aparece en las micrografías *c* y *d*. El reducido valor del parámetro de iniciación  $J_u$  alcanzado,  $47 \text{ kJ/m}^2$ , muestra la baja tenacidad de este material.

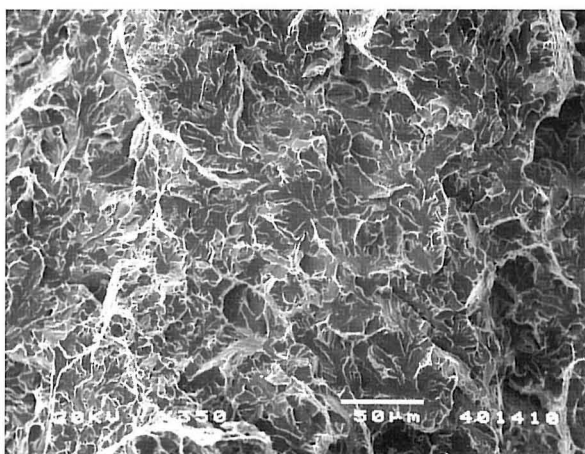
El material de la serie B, con microestructura mayoritariamente martensítica, presentó un crecimiento estable de fisura inapreciable, acorde con valores pequeños de la integral  $J$ . Así el parámetro  $J_c$  resultó ser de sólo  $7 \text{ kJ/m}^2$ . La superficie de rotura presentó una zona inicial con roturas mixtas intergranulares



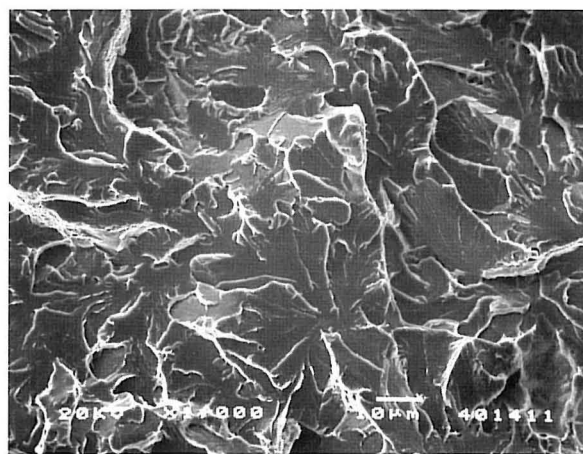
(a)



(b)

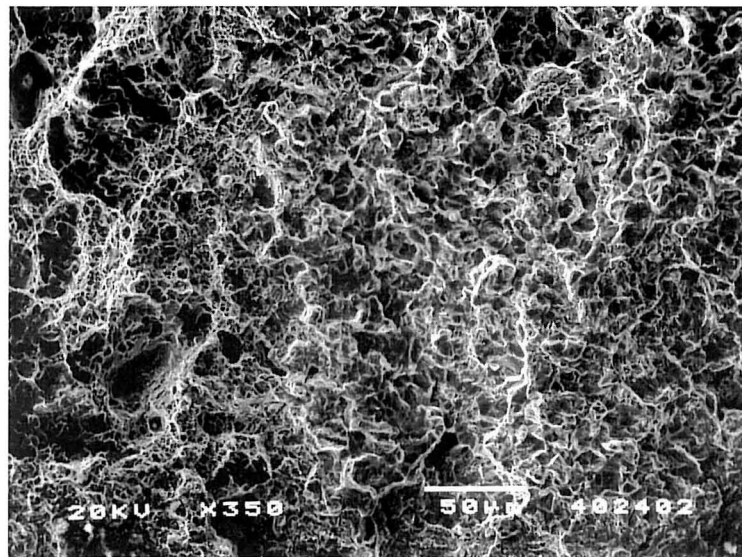


(c)

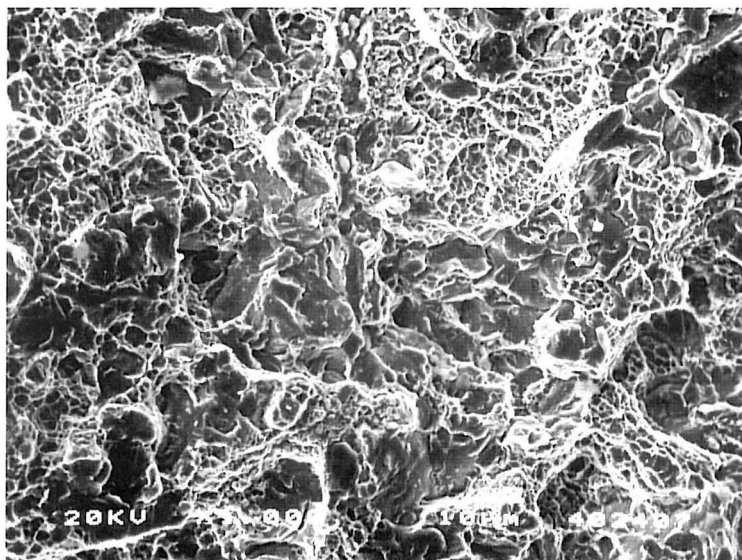


(d)

**Lámina 6.3.** *Fractografía de la probeta tipo CT de acero 4140 de la serie A ensayada al aire:*  
 (a) Zona de propagación estable por formación de microhuecos  
 (b) Detalle de la misma zona mostrando inclusiones de sulfuro de manganeso  
 (c) Zona de rotura final por clivaje  
 (d) Detalle de la anterior



(a)

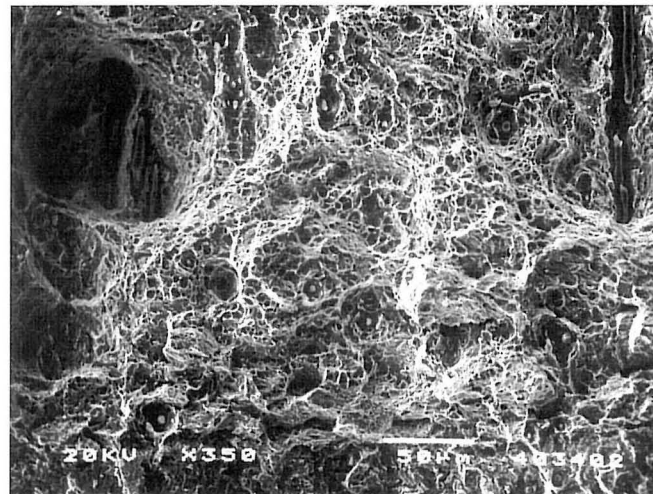


(b)

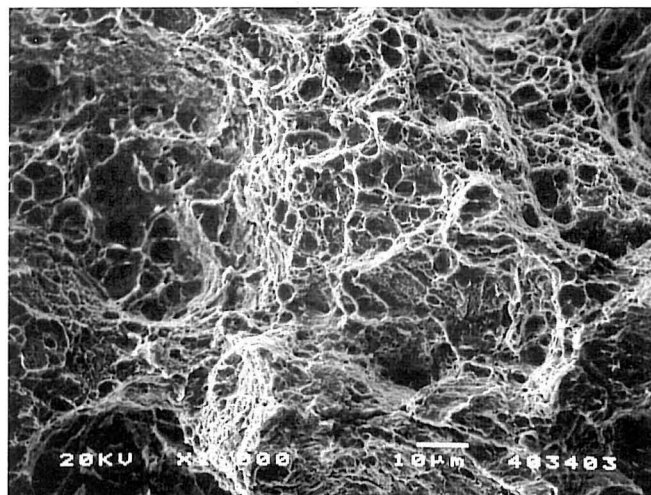
**Lámina 6.4.** *Fractografía de la probeta tipo CT de acero 4140 de la serie B ensayada al aire:*

*(a) Zona de rotura*

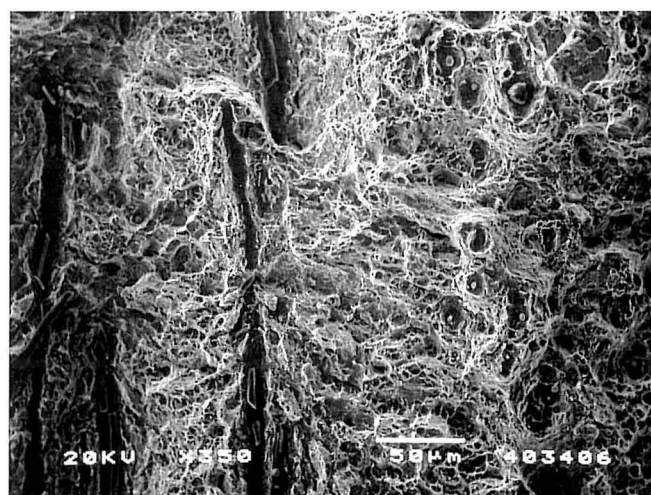
*(b) Detalle de la misma zona*



(a)



(b)



(c)

**Lámina 6.5.** *Fractografía de la probeta tipo CT de acero 4140 de la serie C ensayada al aire:*  
(a) *Aspecto general de la zona inicial de la propagación*  
(b) *Detalle de la anterior*  
(c) *Zona de propagación*

y transgranulares con formación de microhuecos. En la Lámina 6.4 se presentan dos microfotografías mostrando el aspecto de dicha zona. El resto de la superficie tiene presencia mayoritaria de microhuecos asociados a zonas de clivaje e incluso roturas intergranulares. El material de la serie B se puede considerar de extrema fragilidad.

El acero de la serie C, de microestructura martensítica revenida, se caracterizó por valores de tenacidad inicial superior a las de las otras dos series. El valor de la integral  $J$  en inicio de la propagación,  $J_u$ , presentó un valor de 50 kJ/m<sup>2</sup>. La propagación presentó una fase inicial estable con presencia de microhuecos, microfotografías *a* y *b* de la Lámina 6.5, de aproximadamente 0.5 mm de longitud. Esta fase es seguida por la rotura brusca caracterizada por la presencia masiva de inclusiones, normalmente sulfuros de manganeso, acompañando a los microhuecos, como muestra la microfotografía *c* de la misma Lámina 6.5. Este tratamiento se puede considerar globalmente como el más tenaz de los tres estudiados, tanto en la iniciación como en la propagación.

La Tabla 6.3 presenta los valores de los parámetros característicos obtenidos en los ensayos de fractura de las tres series. Se incluye en ella el valor  $K_c$  o  $K_u$  deducidos de los valor  $J_c$  o  $J_u$  respectivamente. Asimismo la tabla recoge los micromecanismos de rotura presentes en la propagación de las fisuras observadas.

**Tabla 6.3.** *Parámetros característicos del comportamiento en fractura de las series ensayadas del acero 4140*

Tratamiento	$J_c$ KJ/m <sup>2</sup>	$K_c$ MPa m <sup>1/2</sup>	$J_u$ KJ/m <sup>2</sup>	$K_u$ MPa m <sup>1/2</sup>	$\Delta a$ mm	Mecanismos (*)
Serie A	-	-	47	103	0.5	mH
Serie B	7	38	-	-	< 0.2	IG+mH
Serie C	-	-	50	106	> 0.2	mH

(\*) Tipos de rotura presentes en la fase de propagación inicial:

mH=microhuecos, IG= Intergranular

## **2.2. Comportamiento ante procesos de CBT en agua de mar**

Los tratamientos térmicos seleccionados, al igual que el propio material, fueron elegidos en atención al comportamiento de este acero frente a procesos de CBT en agua marina. Como ya ha sido mencionado este comportamiento se encuentra ampliamente estudiado, existiendo incluso modelos bien contrastados del mismo. Dicho comportamiento ha sido descrito a través de las curvas de velocidad de propagación en función del factor de intensidad de tensiones,  $K_I$ . De las mismas se obtienen los parámetros  $K_{Isc}$ , umbral de propagación, y  $(da/dt)_{II}$ .

La obtención de dichos parámetros se basa en la aplicación de la metodología descrita en el Capítulo 3 del presente trabajo, sobre probetas del tipo DCB. En trabajos anteriores [25] sobre materiales con la misma composición química y tratamientos térmicos que los estudiados en este capítulo, se ha caracterizado su comportamiento resistente a la CBT en agua de mar, cuyos parámetros característicos se presentan en la Tabla 6.4. Estos se toman como referencia comparativa para la validación de la metodología propuesta en el presente trabajo, no considerándose necesario la realización de nuevos ensayos de caracterización en CBT.

No obstante, hay una única consideración a tener en cuenta: la diferencia en los tamaños de grano de cada material. El material sobre el que se obtuvo el comportamiento de referencia tenía un tamaño de grano medio de 30  $\mu\text{m}$  [25], mientras que el tamaño de grano del material elegido para este trabajo no superó los 15  $\mu\text{m}$ . Esta diferencia puede influir sobre el tipo de rotura que presenta el material para cada microestructura, fundamentalmente en lo referente a la transición intergranular-transgranular observada para ellos [25-26, 102, 177].

El tipo de rotura en los ensayos sobre el material de referencia fue transgranular para la serie A, basado en rotura por clivajes característica de las estructuras bainíticas, intergranular para la serie B, propio de las estructuras martensíticas, y mixto IG-TG para la serie C, mostrando una fractografía transgranular de clivajes junto con roturas de tipo intergranular.



**Tabla 6.4.** *Parámetros característicos de la resistencia a la CBT en agua de mar del acero 4140*

Serie	$K_{Isc}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	$\delta_{Isc}$ ( $\mu$ m)	(da/dt) <sub>II</sub> (m/s)	Tipo de rotura
A	50	12	$2.6 \cdot 10^{-7}$	TG
B	8	0.16	$3 \cdot 10^{-6}$	IG
C	40	4.4	$2.2 \cdot 10^{-7}$	IG+TG

### 3. APLICACION DE LA METODOLOGIA DE CARACTERIZACION DE LOS PROCESOS DE FISURACION PROPUESTA AL ESTUDIO DE LA CBT DEL ACERO 4140 EN AGUA DE MAR

#### 3.1. Técnicas experimentales

La metodología experimental a aplicar al estudio propuesto es la definida en el Capítulo 4 y aplicada en el Capítulo 5 al estudio de la fisuración inducida por hidrógeno de aceros microaleados, la cual se pretende validar. Por ello los ensayos mecánicos se han llevado a cabo también en este caso sobre el mismo tipo de probetas, CT, y con el mismo tamaño, 25 mm de espesor. Los ensayos se realizaron a velocidad de desplazamiento constante en la misma máquina de tracción lenta utilizada para la caracterización de microaleados, sumergiendo las probetas en un único ambiente agresivo consistente en una solución 3.5% de NaCl en agua destilada, simulando las condiciones ambientales marinas. De cada serie de tratamientos se ensayaron dos probetas a diferente velocidad de sollicitación,  $4.1 \cdot 10^{-8}$  m/s y  $8.2 \cdot 10^{-10}$  m/s.

La evolución de la longitud de fisura y de la velocidad de propagación de la misma durante el ensayo fueron determinadas a partir de la metodología analítica desarrollada, que permite obtener estos valores a partir de los de carga y desplazamiento en línea de carga (COD) en cada instante del ensayo por comparación con las curvas teóricas para diferentes longitudes de fisura, como se ha aplicado en el Capítulo 5 para el estudio sobre microaleados. El comportamiento en CBT de los diferentes tratamientos del acero 4140 estudiados se define por medio de las curvas características de velocidad de

avance de la fisura frente al factor de intensidad de tensiones aplicado, determinado a partir de la componente elástica de la integral  $J$ , al ser este componente dominante en el valor de  $J$  en todos los procesos y situaciones analizadas.

Sobre cada probeta ensayada, dos por tratamiento, se llevó a cabo un análisis fractográfico por microscopía electrónica de barrido (SEM) de las zonas de rotura para determinar la tipología de rotura y observar la posible correlación entre sus micromecanismos y los accidentes microestructurales propios de cada tratamiento.

### 3.2. Resultados y análisis

Se ha tratado de caracterizar la respuesta de los ensayos realizados en la forma en que se hizo para el comportamiento de los aceros microaleados ante procesos de fisuración asistida por hidrógeno descrita en el Capítulo 5, es decir, a partir de los parámetros: umbral de iniciación,  $K_{th}$ , velocidad de crecimiento subcrítica,  $(da/dt)_{sc}$ , factor de intensidad de tensiones crítico,  $K_c$ , y velocidad de propagación crítica,  $(da/dt)_c$ . La Tabla 6.5 recoge los valores obtenidos en estos ensayos.

**Tabla 6.5.** *Parámetros característicos de la resistencia a CBT del acero 4140 obtenidos sobre las probetas ensayadas a diferentes velocidades de sollicitación*

Muestra	Veloc. ensayo (m/s)	$K_{th}$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	$(da/dt)_{sc}$ (m/s)	$K_c$ (MPa m <sup>1/2</sup> )	$(da/dt)_c$ (m/s)	Tipo de rotura
A2	$4.1 \cdot 10^{-8}$	71	-	-	-	TG
A3	$8.2 \cdot 10^{-10}$	50	-	-	-	TG
B2	$4.1 \cdot 10^{-8}$	18	$2.7 \cdot 10^{-6}$	33	$2 \cdot 10^{-5}$	IG
B1	$8.2 \cdot 10^{-10}$	8	$3 \cdot 10^{-7}$	-	-	IG
C1	$4.1 \cdot 10^{-8}$	110	$7.8 \cdot 10^{-6}$	170	$2 \cdot 10^{-6}$	TG
C2	$8.2 \cdot 10^{-10}$	50	$2 \cdot 10^{-8}$	-	-	TG



Para las dos velocidades ensayadas el acero bainítico de la serie A presenta una rotura brusca, lo que imposibilita realizar la caracterización completa de su comportamiento. Las Figuras 6.6 y 6.7 muestran las gráficas carga-desplazamiento obtenidas. Aunque no existen indicios de propagación por CBT, se puede considerar que, de acuerdo con lo visto en los ensayos al aire, una vez iniciada ésta, se alcanza rápidamente la inestabilidad por las condiciones del ensayo. Por ello, el valor del factor de intensidad de tensiones de iniciación determinado por la recta con una pendiente del 95% de la del comportamiento elástico inicial, función de la velocidad de sollicitación como puede verse en la Tabla 6.5, puede ser considerado como el factor de intensidad de tensiones umbral,  $K_{th}$ , de la fisuración por CBT. El análisis fractográfico de las probetas ensayadas de la serie A, resumido en la Lámina 6.6, muestra la presencia masiva de clivajes, cuyos efectos dinámicos provocan la inestabilidad en la propagación. Comparando los valores obtenidos para esta serie, muestras A2 y A3 de la Tabla 6.5, se observa el efecto de la velocidad de desplazamiento en el ensayo, por el que la muestra ensayada a velocidad más lenta,  $8.2 \cdot 10^{-10}$  m/s, presenta una menor resistencia a la fisuración con un comportamiento próximo a la CBT convencional, ya que tiene un valor umbral de propagación de  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , idéntico a la muestra de referencia de los ensayos estáticos, muestra de la serie A de la Tabla 6.4. Comparando las Figura 6.6 y 6.7 se observa cómo la desviación de la respuesta elástica en la probeta ensayada a la velocidad más lenta es más acusada, lo que denota que el proceso inestable tras el inicio subcrítico tarda más en desarrollarse cuando la velocidad de sollicitación es menor. Asimismo debe considerarse que los mecanismos de propagación obtenidos en estos ensayos son los propios de los procesos de CBT de las microestructuras bainíticas de este tratamiento.

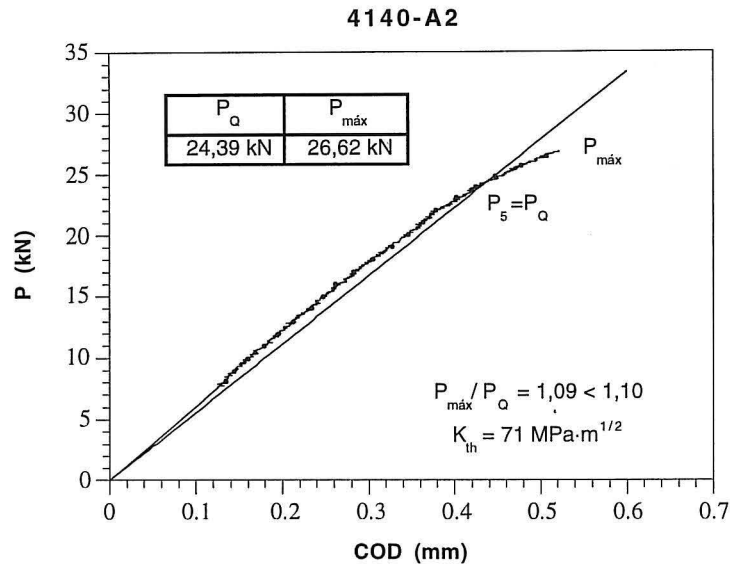


Figura 6.6. Curva carga-desplazamiento del ensayo de la serie A en agua marina a la velocidad de sollicitación de  $4.1 \cdot 10^{-8} \text{ m/s}$

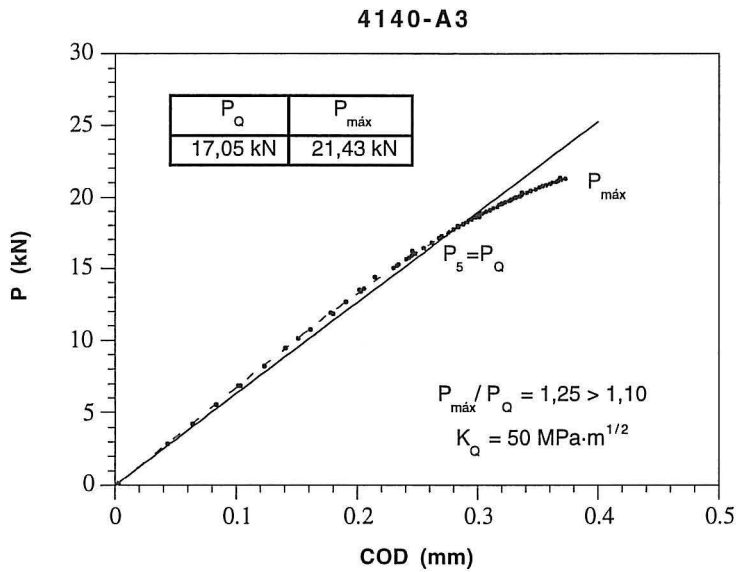
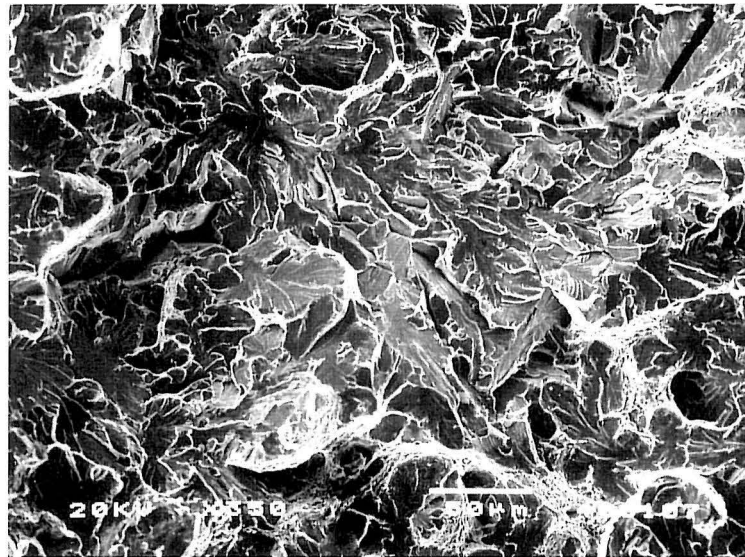
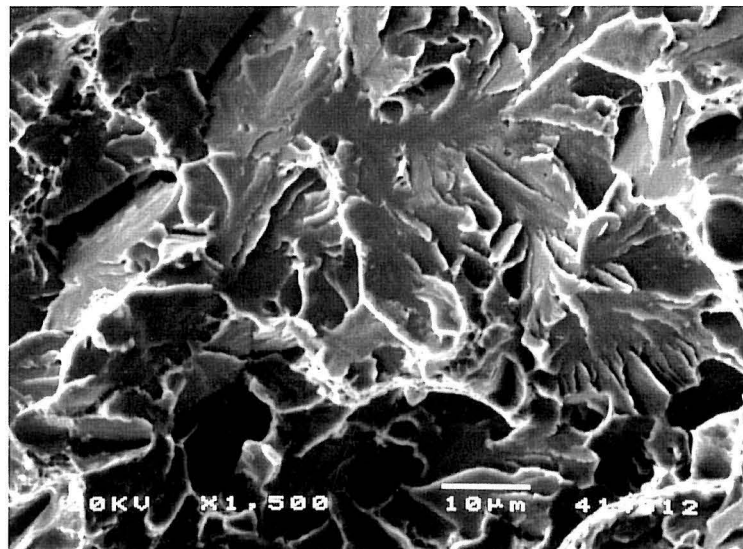


Figura 6.7. Curva carga-desplazamiento del ensayo de la serie A en agua marina a la velocidad de sollicitación de  $8.2 \cdot 10^{-10} \text{ m/s}$



(a)



(b)

**Lámina 6.6.** *Fractografía de la probeta tipo CT de acero 4140 de la serie A ensayada en agua marina:*  
 (a) *Aspecto general de la rotura en la probeta ensayada con  $v_d = 8.2 \cdot 10^{-10}$  m/s*  
 (b) *Detalle de rotura por clivaje en la probeta ensayada con  $v_d = 4.1 \cdot 10^{-8}$  m/s*

Las Figuras 6.8 y 6.9 muestran las curvas de caracterización del comportamiento en CBT de las probetas de la serie B. Al compararlas se puede apreciar la influencia de la velocidad de sollicitación, tanto en el valor umbral de inicio de crecimiento,  $K_{thr}$ , como en la velocidad de propagación. Los valores obtenidos, así como la curva de respuesta completa, en la probeta ensayada lentamente, Figura 6.9, son totalmente semejantes a las ensayadas sobre probetas DCB, presentando así un comportamiento próximo al de los procesos de CBT caracterizados convencionalmente, muestra serie B de la Tabla 6.4. La muestra ensayada a alta velocidad, Figura 6.8, ofrece unos valores de velocidad de propagación ligeramente superior, que pueden asociarse a la mayor sollicitación local presente durante la propagación, junto con una proximidad a las condiciones de rotura propias del material fragilizado.

Aunque las probetas muestran una rotura de tipo intergranular, micrografías *a* y *b* de la Lámina 6.7, idéntico al observado en los ensayos convencionales, se han observado algunas zonas de transgranularidad, principalmente en la muestra ensayada a la velocidad de sollicitación rápida, micrografía *c*, dándole un aspecto más próximo al de la muestra ensayada al aire, micrografía *d*.

Para analizar estas diferencias se ha recurrido a comparar los valores de la relación entre velocidad de sollicitación y velocidad de propagación, que debe permanecer constante siempre que la fisuración sea fruto exclusivo de efectos mecánicos, sin influencia del ambiente. La muestra ensayada a la velocidad más lenta tiene una relación entre dichas velocidades de aproximadamente 1/300 mientras que en la muestra ensayada a una velocidad superior,  $4.2 \cdot 10^{-8}$  m/s, dicha relación pasa a ser de 1/50 a 1/200 en el proceso subcrítico. A esta velocidad de sollicitación la relación pasa a ser de 1/500 en el proceso crítico, que al compararse con el valor que tiene dicha relación para los ensayos al aire, 1/50, indica la fragilización del material por efecto del ambiente, lo cual sin embargo no ocasiona un cambio importante en la tenacidad. Debe recordarse que la tenacidad a fractura,  $K_{Ic}$ , al aire es de  $36 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  frente a los 33 del valor crítico obtenido en este ensayo. Todos estos valores de la relación entre velocidades concuerdan bien con la fractografía observada en cada probeta, siendo la intergranularidad mucho más limpia en los procesos subcríticos, que son más rápidos de propagación. Los valores también revelan que la cinética de propagación de los procesos subcríticos en el ensayo de mayor velocidad de

solicitud están parcialmente condicionados por la cinética de solicitud, mostrando por su parte la correspondiente a los procesos críticos la fragilización alcanzada, al ser 10 veces más rápida que los procesos al aire.

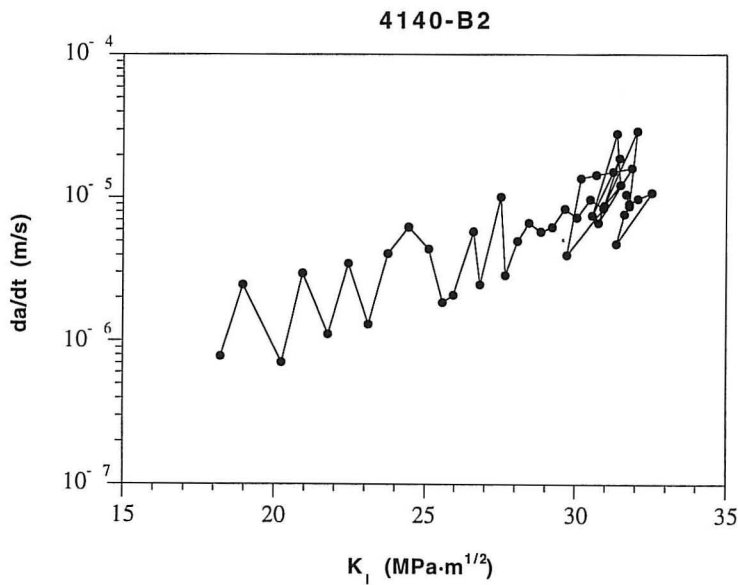


Figura 6.8. Curva característica  $K_I$ - $da/dt$  de la CBT de la serie B del acero 4140 en agua marina a la velocidad de solicitud de  $4.1 \cdot 10^{-8}$  m/s

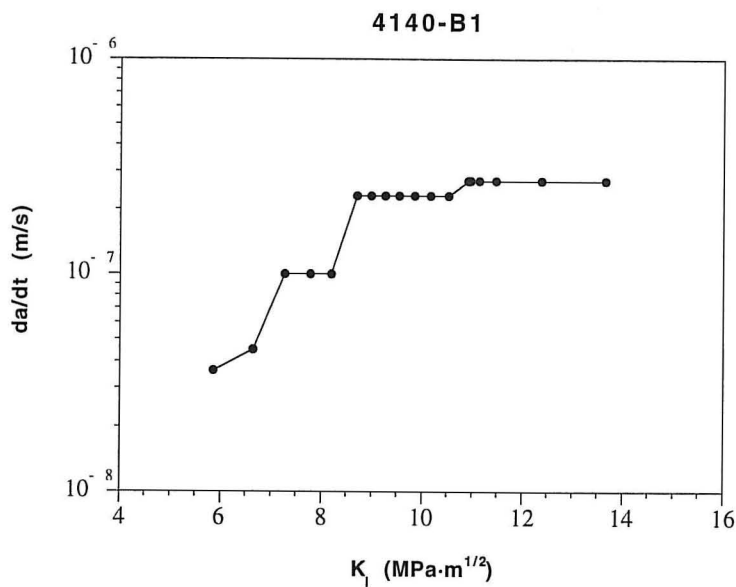
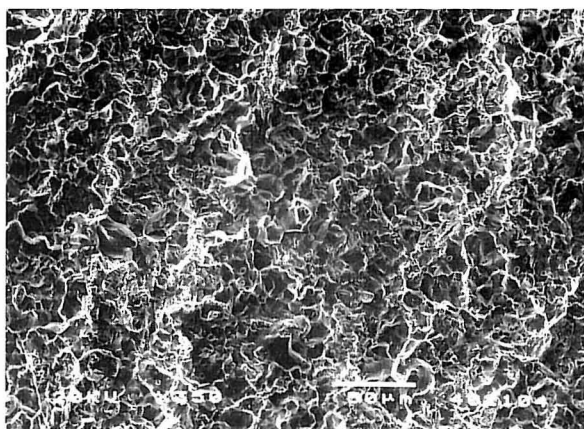
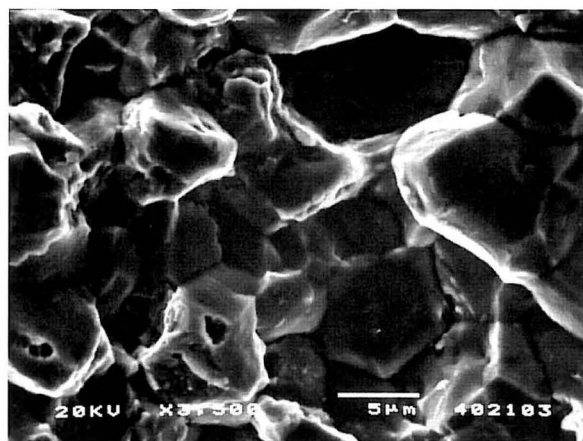


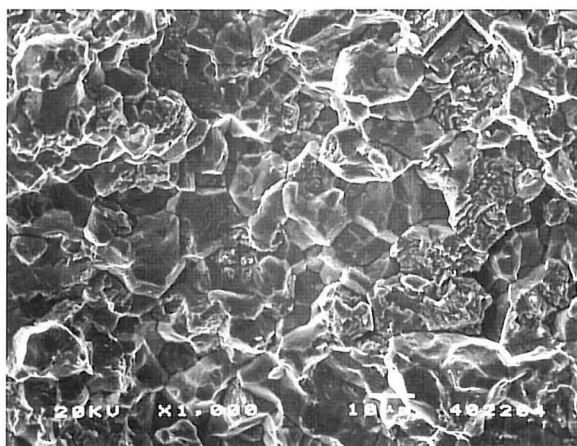
Figura 6.9. Curva característica  $K_I$ - $da/dt$  de la CBT de la serie B del acero 4140 en agua marina a la velocidad de solicitud de  $8.2 \cdot 10^{-10}$  m/s



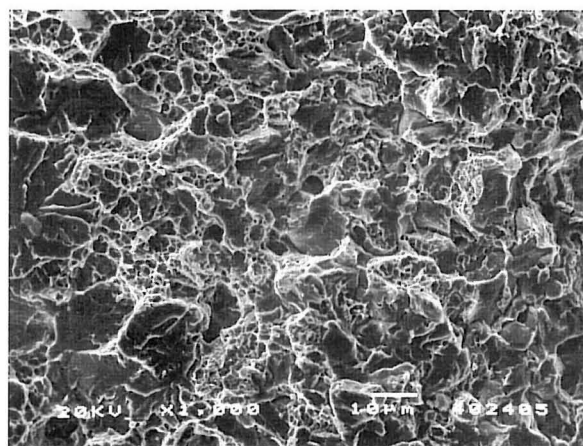
(a)



(b)



(c)



(d)

**Lámina 6.7.** *Fractografía de las probetas tipo CT de acero 4140 de la serie B ensayadas en diferentes condiciones ambientales:*

(a) *Aspecto general, intergranular. Ensayo en agua marina, velocidad de sollicitación,  $v_d = 8.2 \cdot 10^{-10}$  m/s*

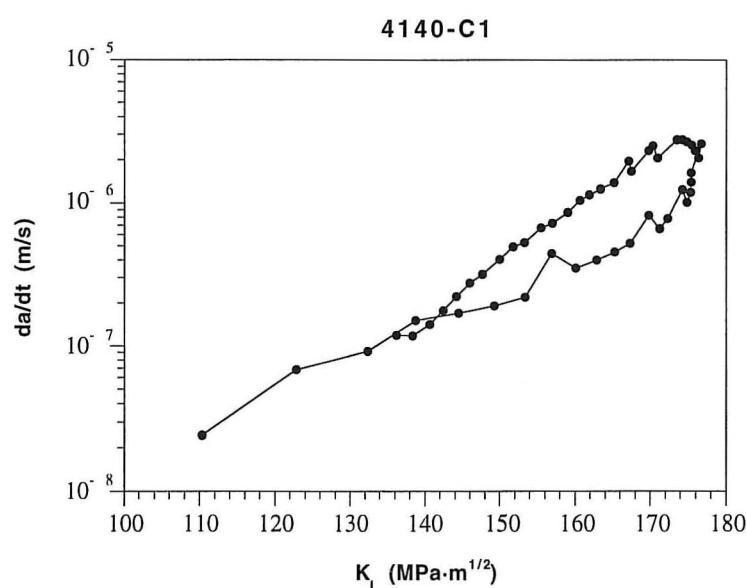
(b) *Detalle de la propagación intergranular en las mismas condiciones de la anterior*

(c) *Detalle de zona de propagación subcrítica. Ensayo en agua marina,  $v_d = 4.1 \cdot 10^{-8}$  m/s*

(d) *Detalle de zona de propagación. Ensayo al aire,  $v_d = 4.1 \cdot 10^{-7}$  m/s*

Las muestras ensayadas en la serie C permiten obtener unas curvas de velocidad de propagación,  $da/dt-K_I$ , como las obtenidas en los aceros microaleados. Estas curvas se presentan en las Figuras 6.10 y 6.11. Igual que en las series anteriores aparece una notable influencia de la velocidad de sollicitación en los valores umbrales de propagación,  $K_{thr}$ , pasando de  $110 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , para la muestra ensayada a mayor velocidad, a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  para la muestra ensayada a menor velocidad de sollicitación.

El comportamiento observado en la muestra ensayada a velocidad lenta, Figura 6.11, es el característico de un proceso de CBT,  $K_{Isc}$  definiendo el estado I y  $da/dt$  en estado II prácticamente constante. Los valores obtenidos,  $K_{th}$  de  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  y  $da/dt$  de  $2\cdot 10^{-8} \text{ m/s}$ , corresponden al comportamiento clásico de estos aceros en roturas transgranulares propias de estructuras revenidas. Efectivamente, la rotura que se observa, micrografía *a* de la Lámina 6.8, es de tipo transgranular producida por desgarramiento característico de esta microestructura. Aunque el valor de iniciación es superior al valor umbral  $K_{Isc}$  de los ensayos de referencia,  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , esto está de acuerdo con los mecanismos desarrollados, totalmente transgranulares frente a los mixtos IG-TG de la muestra de referencia. El diferente tamaño de grano entre esta muestra y la de referencia justifica esta diferencia de mecanismos [102, 177].



**Figura 6.10.** Curva característica  $K_I$ - $da/dt$  de la CBT de la serie C del acero 4140 en agua marina a la velocidad de sollicitación de  $4.1\cdot 10^{-8} \text{ m/s}$

La muestra ensayada a alta velocidad, Figura 6.10, inicia su propagación para estados locales para los que ya se propaga en el aire. Aún así los mecanismos de propagación subcrítica, de forma similar a la probeta anterior, son por desgarramiento, micrografía *b* de la Lámina 6.8, con velocidades de propagación de  $0.7$  a  $8 \cdot 10^{-7}$  m/s, más de un orden de magnitud por encima a las de la probeta ensayada lentamente. Los procesos de propagación crítica son por formación de microhuecos, en los que la presencia del hidrógeno hace disminuir la deformación de los huecos, micrografía *c*, de acuerdo con el estado tensional con el que se producen.

La muestra ensayada a la velocidad lenta presenta una relación entre velocidad de sollicitación y velocidad de propagación de aproximadamente  $1/25$ , mientras que en la muestra ensayada a la velocidad rápida esta relación pasa a ser de  $1/2$  a  $1/20$ , cercana al valor de la misma para los ensayos al aire,  $1/2.5$ . Ello confirma que la muestra ensayada a mayor velocidad de sollicitación presenta unos mecanismos de rotura condicionados por efectos mecánicos.

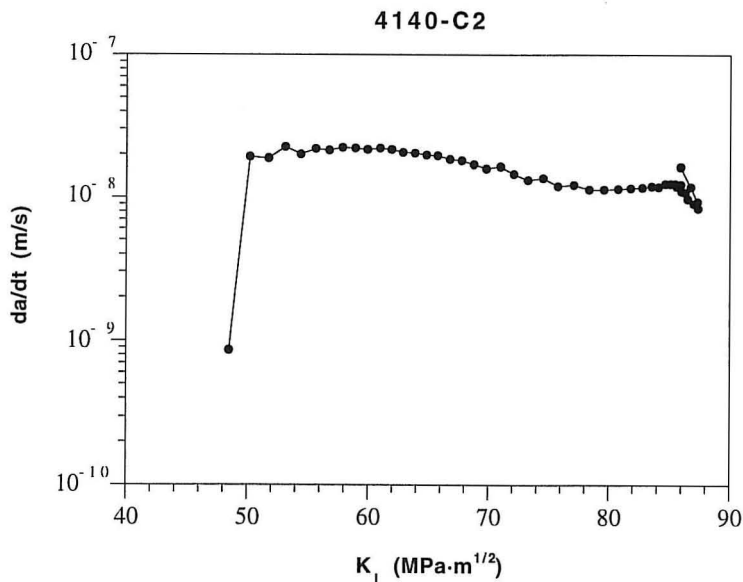
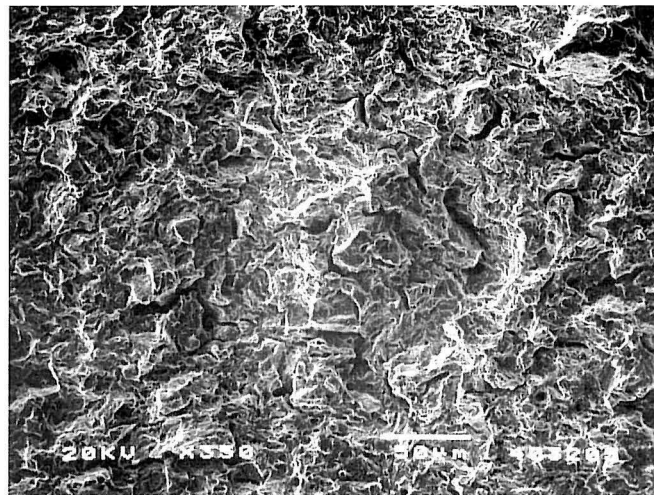
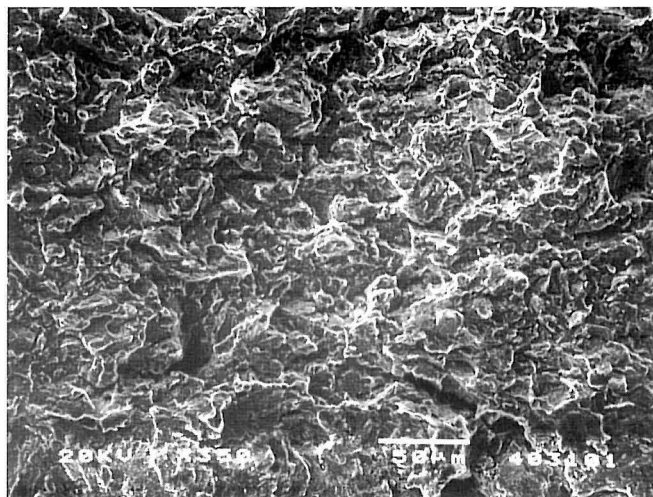


Figura 6.11. Curva característica  $K_I$ - $da/dt$  de la CBT de la serie C del acero 4140 en agua marina a la velocidad de sollicitación de  $8.2 \cdot 10^{-8}$  m/s

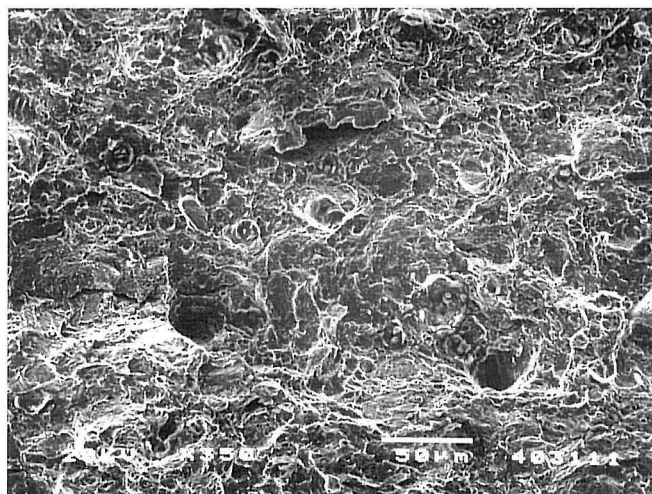




(a)



(b)



(c)

**Lámina 6.8.** *Fractografía de las probetas tipo CT de acero 4140 de la serie C ensayadas en agua marina:*

(a) *Zona de propagación de probeta ensayada con  $v_d = 8.2 \cdot 10^{-10}$  m/s*

(b) *Zona de propagación subcrítica en la probeta ensayada con  $v_d = 4.1 \cdot 10^{-8}$  m/s*

(c) *Zona de inestabilidad en la probeta anterior*

#### 4. CONSIDERACIONES FINALES

Se ha contrastado la metodología desarrollada para la caracterización de los procesos de propagación de fisuras en régimen elastoplástico, aplicándolo al estudio de la CBT en ambiente marino de un acero de baja aleación en diferentes estados microestructurales cuyo comportamiento es ampliamente conocido.

Los ensayos realizados demuestran una influencia clara de la velocidad de sollicitación en el comportamiento en CBT. De ello se deduce que resulta necesaria la realización de ensayos a una velocidad de sollicitación por debajo de una crítica, para obtener situaciones comparables a los ensayos convencionales de CBT. Los resultados ofrecidos por el método analítico propuesto en esta tesis son plenamente coincidentes con los aportados por los ensayos tradicionalmente desarrollados para cada tipo de material cuando las condiciones de ensayo son adecuadas.

De esta forma la metodología propuesta resulta adecuada, pero debe tenerse en cuenta la velocidad de sollicitación como parámetro fundamental a la hora de entender el comportamiento del material en ambiente agresivo. La realización de una serie de ensayos a diferentes velocidades, aunque complica el proceso experimental, ayuda a tener un conocimiento de los procesos de fisuración en ambiente agresivo que no se consigue por otros métodos.