

## Correlación de la Prueba de Indentación Miniatura contra pruebas mecánicas convencionales: Prueba de Impacto Charpy, Termofluencia y Tenacidad a la Fractura

SAUCEDO-MUÑOZ, Maribel\*†, RODRIGUEZ-CASTILLO, Mario, ORTIZ-MARISCAL, Arturo, LEDEZMA, Karen y LÓPEZ-HIRATA, Víctor

Recibido 5 de Abril, 2015; Aceptado 24 de Junio, 2015

### Resumen

La Prueba de Indentación Miniatura es una técnica de caracterización mecánica que usa especímenes miniatura de 10 x 10 x 0.5t mm y por ello, es considerada como prueba cuasi no destructiva [1]. En esta prueba, el espécimen se fija firmemente entre dos dados y se deforma hasta fallar en una cavidad de 4 mm; usando un indentador esférico de 2.5 mm de diámetro [2]. La carga aplicada se grafica contra la deflexión del punto central del espécimen [3]. La motivación de este trabajo es mostrar la correlación existente entre la Prueba de Indentación Miniatura y las pruebas mecánicas de: Termofluencia, Tenacidad a la Fractura y de Impacto Charpy. La metodología experimental consiste en obtener muestras de componentes en servicio de aceros en servicio, seccionar al tamaño necesario para la prueba y ensayarlas para obtener las curvas de carga-deflexión. Las curvas se compararán con los datos obtenidos de las pruebas mecánicas convencionales. Con base en los resultados logrados, las correlaciones presentan un comportamiento lineal, lo cual demuestra que los datos generados por la Prueba de Indentación Miniatura son equivalentes a los datos obtenidos por pruebas convencionales.

**Prueba de Indentación Miniatura, Termofluencia, Tenacidad a la fractura, Impacto Charpy.**

### Abstract

The Small Punch Test technique is a mechanical test that requires miniaturized plate specimens, 10 x 10 x 0.5t mm, thus, this test has been considering as a quasi-non-destructive technique [1]. In this test, the specimen is clamped between two cylindrical dies and is deformed up to failure in a 4 mm cavity; using a  $\Phi$  2.5 mm spherical indenter [2]. The load applied is plot versus central deflection in specimen [3]. The motivation in this paper aims to find correlations between Small Punch Test and conventional mechanical tests: Creep, Fracture Toughness and Charpy Impact test. The experimental procedure consists in obtain samples in service of steels in service, cutting them to the desire dimensions and test them in order to obtain load-deflection curves. Those curves will compare with data from conventional mechanical tests. Based on the results, the correlations show a lineal behaviour, wich is demonstrate that data from Small Punch Test is comparable to data from conventional test.

**Small Punch Test, Creep, Fracture Toughness, CVN Impact test.**

**Citación:** SAUCEDO-MUÑOZ, Maribel, RODRIGUEZ-CASTILLO, Mario, ORTIZ-MARISCAL, Arturo, LEDEZMA, Karen y LÓPEZ-HIRATA, Víctor. Correlación de la Prueba de Indentación Miniatura contra pruebas mecánicas convencionales: Prueba de Impacto Charpy, Termofluencia y Tenacidad a la Fractura. Revista de Aplicaciones de la Ingeniería 2015, 2-3: 181-186

\* Correspondencia al Autor (Correo Electrónico: maribelsaucedo@prodigy.net.mx)

† Investigador contribuyendo como primer autor.

## Introducción

En la actualidad existen muchos componentes fabricados con aceros. En turbinas se utilizan aceros ferríticos de baja aleación los cuales presentan cambios estructurales al encontrarse en servicio; para evaluar su temperatura de transición dúctil frágil, se utiliza la Prueba de Impacto Charpy. Esta prueba requiere ensayar tres especímenes por temperatura y las dimensiones de la probeta son de 55 x 10 x 10 mm [3]. Los reactores de fusión se fabrican con aceros inoxidables austeníticos y trabajan a temperaturas criogénicas. Al estar en servicio, los reactores presentan envejecido térmico y para caracterizar mecánicamente este cambio se utiliza la Prueba de Tenacidad a la Fractura [4]. La probeta utilizada para esta prueba tiene un grosor igual a la mitad del largo propuesto. Por último, los componentes de supercalentadores son de aceros grado SUS 316 HTB y para evaluar su tiempo de ruptura se utiliza la Prueba de Termofluencia Uniaxial; la cual requiere probetas de  $\Phi 25$  mm x 127 mm [2].

En años recientes, la Prueba de Indentación Miniatura es una alternativa para realizar las pruebas anteriores, siendo sus principales ventajas: probetas de forma simples y pequeñas (10 x 10 x 0.5t mm), evaluación local, la prueba se puede hacer de componentes en servicio, el costo de prueba es bajo en comparación a otras pruebas mecánicas, se realiza en estado de esfuerzos biaxiales y es útil en condiciones extremas de prueba (-195.8 hasta 1500 °C [5]).

La prueba se realiza colocando la muestra en una cavidad de 4 mm de profundidad entre dos dados cilíndricos y se aplica una carga con un indentador semiesférico hasta que falle la probeta, ver figura 1a.

El resultado se presenta en una gráfica “carga-deflexión central”; ver figura 1b, que de ella se pueden obtener varias propiedades del material por su similitud con la curva de “esfuerzo-deformación”.



**Figura 1** a) Esquema del dado de prueba y b) Curva carga-deflexión.

En trabajos recientes, se propusieron relaciones matemáticas para obtener equivalencias de varias propiedades mecánicas a partir de las curvas obtenidas por la Prueba de Indentación Miniatura [6].

La presente contribución de este trabajo consiste en demostrar que existen equivalencias entre la Prueba de Indentación Miniatura y las Pruebas de: Termofluencia uniaxial, Tenacidad a la Fractura y de Impacto Charpy. Además, se implica el establecimiento de correlaciones matemáticas con los resultados obtenidos.

## Metodología a desarrollar

## Materiales

El material utilizado para la determinación de la temperatura de transición dúctil-frágil (DBTT) son muestras de aceros ferríticos de baja aleación extraídas de componentes en plantas químicas y refineras. En la tabla 1 se presentan algunas de las composiciones químicas de los materiales usados para la prueba.

Material	C	Cr	Mo	Mn
A	0.24	---	0.53	0.85
B	0.18	1.23	0.48	0.64
C	0.10	2.18	0.95	0.40
D	0.35	1.03	1.08	0.78

**Tabla 1** Composición química (wt%) de aceros para DBTT.

Los materiales utilizados para la determinación de la tenacidad a la fractura son placas de acero inoxidable austenítico de 200 mm de espesor y sus composiciones químicas se presentan en la tabla 2. Se realizó un tratamiento de solubilizado a los aceros JN1, JJ1 y JK2 de 1075 °C por 0.2 h, 1060 °C por 5.5 h y 1000 °C por 5 h; respectivamente.

Material	C	Mn	Ni	Cr	Mo
JN1	0.040	3.88	15.07	24.32	-
JJ1	0.025	10.13	11.79	12.01	4.94
JK2	0.05	21.27	9.15	12.97	0.97

**Tabla 2** Composición química de los materiales (wt%).

Para determinar las propiedades de termofluencia se usó muestras de un acero inoxidable austenítico SUS 316 HTB cortadas de tubos de un supercalentador secundario expuesto a 609 °C por 100, 600 h, envejecido artificialmente a 700 °C por 1322 h. La composición química de este acero se presenta en la tabla 3. Las probetas de ensayo se etiquetaron como A0.

Material	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo
Wt%	0.08	0.45	1.50	12.90	16.55	2.14

**Tabla 3** Composición química del acero SUS 316 HTB.

### Procedimiento para las pruebas mecánicas para determinar DBTT

Las pruebas de Impacto Charpy se realizaron conforme al estándar ASTM E23. Las pruebas para determinar la DBTT usando la Prueba de Indentación Miniatura se hicieron en un dispositivo como el mostrado en la figura 1a. Se utilizó un indentador de acero con forma de balín de 2.5 mm con una dureza de 62-67 HRC. Se monitoreó la temperatura con un termopar de cromel-alumel colocado entre los dados cilíndricos y se estabilizó por 10 minutos antes de la prueba. La temperatura más baja de la prueba fue de -196.15 °C. La energía de fractura se determinó calculando el área bajo la curva de los resultados.

### Pruebas de Tenacidad a la fractura-JIC y EPIM

La tenacidad a la fractura JIC se determinó usando especímenes compactos de tensión de 2.55 x 1.25 cm. Las temperaturas de prueba fueron -270 (temperatura del helio líquido) y a -196 °C (temperatura del nitrógeno líquido). Hasta alcanzar la temperatura de prueba se mantuvo la probeta 10 minutos en el helio o nitrógeno. La integral J y los valores JIC se determinaron en base con la norma ASTM E81. Los especímenes de la Prueba de Indentación Miniatura se ensayaron por triplicado en cada condición del material. El aparato de prueba consistió en dos depósitos (uno de helio y otro de nitrógeno líquido), un tubo de transferencia de líquido y una unidad de carga de dos toneladas. Las pruebas se realizaron en 20 minutos y la energía obtenida se denominó ESP.

### Prueba de Termofluencia de Indentación Miniatura

Las pruebas de Termofluencia de Indentación Miniatura se realizaron en un equipo adaptado para soportar las temperaturas de prueba.

El indentador fue un balín de cerámico de  $\Phi 2.4$  mm. Se aplicó una carga constante mediante un peso colgante. Para prevenir cualquier oxidación la prueba se realizó en un ambiente controlado y el dispositivo de prueba se rodeó de una malla de titanio para atrapar el oxígeno restante en el ambiente. Las temperaturas empleadas fueron de 700 °C con cargas desde 234-478 N.

**Resultados**

**Relación entre CVNDBTT y PIMDBTT**

La figura 2 muestra la gráfica del comportamiento de la temperatura de transición dúctil-frágil determinada por la Prueba de Indentación Miniatura de los materiales de este trabajo.

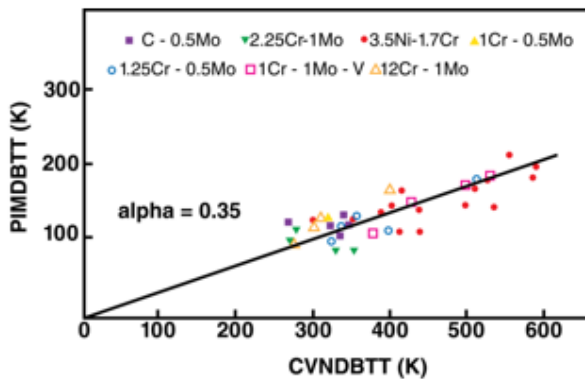


Figura 2 Gráfica de PIMDBTT vs CVNDBTT.

Se observa que hay una correlación lineal entre los datos obtenidos por la PIM y la Prueba de Impacto Charpy para los distintos materiales de prueba. Usando los datos de ambas pruebas junto con el contenido de los elementos esenciales de cada acero (S, C, Mn, y Mo) y el tamaño de grano del material, se realizó una regresión múltiple. Esta regresión considera estos factores como componentes de influencia en la temperatura de transición en cada material, de ella se obtuvo la ecuación 1.

$$CVNDBTT = 1.35PIMDBTT - 0.84 \times 10^{-3} d^{-\frac{1}{2}} + 136$$

(1)

Donde d, es el tamaño de grano y PIMDBTT la temperatura de transición obtenida por la Prueba de Indentación Miniatura. La regresión múltiple obtuvo un coeficiente de determinación del 86%.

**Relación existente entre JIC y ESP**

La variación de JIC de los distintos materiales de prueba y su relación con la energía de prueba ESP se presenta en la figura 3. Se observa que existe una clara correlación lineal entre ambos valores. Las ecuaciones de regresión obtenidas son:

$$J_{IC} = 171.95E_{SP} - 13.85$$

(2)

$$\epsilon_{qf} = 0.1266E_{SP} - 0.0155$$

(3)

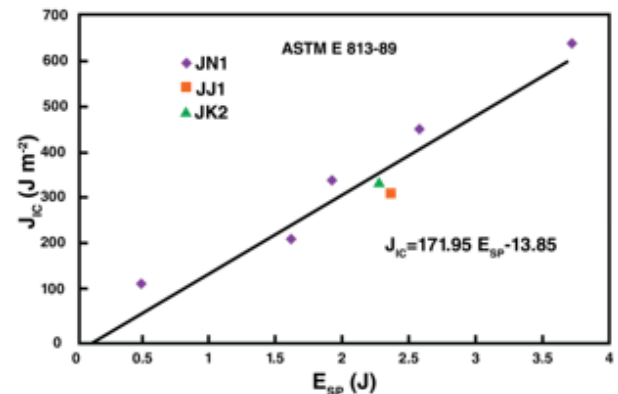
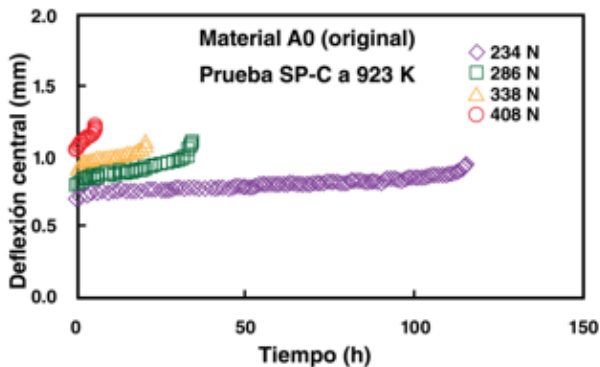


Figura 3 Gráfica de JIC vs ESP.

El coeficiente de determinación de las ecuaciones es de 91%.

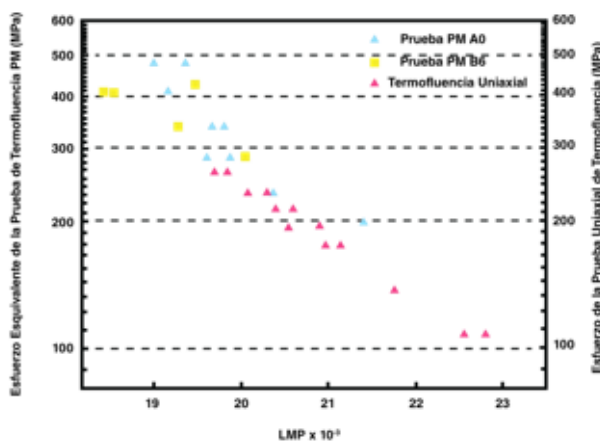
## Pruebas de Termofluencia

La figura 4 muestra la curva típica “deflexión-tiempo” obtenida por PIM. Se observa en la figura que todas las curvas obtenidas presentan las tres etapas de termofluencia características de la prueba.



**Figura 4** Curvas PIM de Termofluencia para el material A0.

Esta semejanza con las curvas tradicionales de termofluencia permitió el cálculo del parámetro de Larson-Miller para graficar las curvas obtenidas por PIM y la prueba de Termofluencia Uniaxial. En la figura 5 se presenta la comparación de los datos obtenidos por ambas pruebas y se observa que existe una relación directa entre ambos resultados.



**Figura 5** Comparación entre datos obtenidos por la Prueba de Termofluencia de Indentación Miniatura y Termofluencia Uniaxial.

Esta relación permite interpretar a los resultados de la Prueba de Indentación Miniatura como una prueba equivalente a la prueba convencional.

## Conclusiones

La Temperatura de Transición Dúctil-Frágil obtenida por la Prueba de Indentación Miniatura es equivalente a la DBTT obtenida por la prueba de Impacto Charpy ya que presenta una correlación lineal.

La relación JIC-ESP sigue una correlación lineal, lo cual hace de la PIM equivalente a la prueba convencional.

Con base en el Parámetro de Larson-Miller, se determinó que la Prueba de Termofluencia de Indentación Miniatura y la Prueba de Termofluencia Uniaxial, son equivalentes.

Se determinaron ecuaciones de regresión para calcular las equivalencias entre pruebas.

## Agradecimientos

El autor agradece el apoyo recibido de SIP-IPN y Conacyt 220984.

## Referencias

- Bulloch, J. (1995). The Small Punch Toughness Test: Some Detailed Fractographic Information. *Int. J. Pres. Ves. & Piping*(63), 177-194.
- Ule, B., Sturm, R., & Leskovsek, V. (2003). Effects of Test Specimen Geometry on Creep Behaviour of 12Cr Steel in Miniaturised Disc Bend Tests. *Materials Science and Technology*, 19, 1771-1776.

Komazaki, S., Kato, T., Kohno, Y., & Tanigawa, H. (2009). Creep Property Measurements of Welded Joint of Reduced-Activation Ferritic Steel by the Small-Punch Creep Test. *Materials Science and Engineering, A(510-511)*, 229-233.

Misawa, T., Nagata, S., Aoki, N., Ishizaka, J., & Hamaguchi, Y. (1989). Fracture Toughness Evaluation of Fusion Reactor Structural Steels at Low Temperatures by Small Punch Tests. *Journal of Nuclear Materials*, 169, 225-232.

Kim, B., Sim, Y., Lee, J., Kim, M., & Lim, B. (2011). Application of Small Punch Creep Test for Inconel 617 Alloy Weldment. *Procedia Engineering(10)*, 2579-2584.

Dobes, F., & Molicka, K. (2002). On the Monkman-Grant relation for Small Punch Test data. *MATERIALS Science and Engineering, A(336)*, 245-248. doi:10.1016/S0921-5093(01)01975-X