



Projecte Final de Carrera

Enginyeria de Materials

Assaigs Stress Corrosion Cracking (SCC)

MEMÒRIA

Autor:

Urbici Selga i Basomba

Directors:

Anna Gironès i Molera (CTM)
Santiago Suriñach i Cornet (UAB)

Convocatòria:

Juny del 2010



El sotasignant, en Santiago Suriñach i Cornet, fa constar que ha fet el seguiment des dels seus inicis, mitjançant tutories, del projecte de fi de carrera concloent a la titulació d'Enginyeria de Materials amb el títol:

“Assaigs Stress Corrosion Cracking (SCC)”

de l'alumne ***Urbici Selga Basomba***

Al mateix temps, considerant que és apte, autoritza la seva presentació i posterior defensa.

I per que així consti, signa la present, a Cerdanyola del Vallès, a 22 de juny de 2010.

Santiago Suriñach



La sotasignat, na Anna Gironès i Molera, fa constar que ha fet el seguiment des dels seus inicis, mitjançant tutories, del projecte de fi de carrera conclouent a la titulació d'Enginyeria de Materials amb el títol:

“Assaigs Stress Corrosion Cracking (SCC)”

de l'alumne ***Urbici Selga Basomba***

Al mateix temps, considerant que és apte, autoritza la seva presentació i posterior defensa.

I per que així consti, signa la present, a Manresa, a 22 de juny de 2010.

Anna Gironès i Molera

Índex

0. Resum.....	8
1. Introducció	9
1.1 L'estampació en calent.....	9
1.1.1 Stress Corrosion Cracking en matrius d'estampació en calent.....	11
1.2 Objectius	11
2. Descripció general dels acers d'eina	12
2.1 Classificació dels acers d'eina.....	12
5.2 Acers d'eina per treball en calent	13
3. Stress Corrosion Cracking (SCC)	14
3.1 <i>Mecanismes de SCC</i>	16
3.1.1 SCC induït per hidrogen.....	17
3.1.2 Clivatge induït per adsorció.....	18
3.1.3 Mobilitat àtoms de la superfície	18
3.1.4 Ruptura de la capa o slip-step dissolution	18
3.1.5 Clivatge induït per la capa (FIC).....	18
3.1.6 Plasticitat localitzada a la superfície	19
3.2 SCC en acers d'alta resistència (High Strength Steels, HSS).....	19
3.2.1 Entrada de l'hidrogen a l'acer	19
3.2.2 Posició de l'hidrogen a l'acer	20
3.2.3 Transport de l'hidrogen a l'acer	21
3.2.4 Fonts d'hidrogen	21
3.2.5 Efecte de l'hidrogen en les propietats mecàniques.....	21
4. Assaigs d' Stress Corrosion Cracking (SCC).....	23
4.1 Assaigs de deformació constant.....	23
4.2 Assaigs a càrrega constant	24
4.3 Assaigs a velocitat de deformació constant.....	25
4.4 Altres mètodes d'assaig SCC	27
5. Disseny i construcció del sistema d'assaig	29
5.1 Introducció	29
5.2 Objectiu	29
5.3 Idea inicial.....	29
5.4 Proves.....	30

5.5 El materials	30
5.6 Dissenys descartats	31
5.7 Disseny definitiu	31
5.7.1 La cel·la	31
5.7.2 El bany	32
5.7.3 La tapa del bany	33
5.7.4 La cubeta de protecció	33
5.7.8 Canonades i rècords	33
5.7.9 Circulador termòstat	33
6. Metodologia experimental.....	34
6.1 Assaigs de tracció	34
6.1.1 Màquina universal d'assaigs	34
6.1.2 Càmera ambiental	35
6.1.3 Cel·la SCC.....	36
6.1.4 Provetes.....	36
6.2 Inspecció de les provetes assajades.....	37
6.2.1 Microscopi esterogràfic.....	37
6.2.2 Microscopi òptic.....	37
6.2.3 Microscopi electrònic de rastreig (SEM)	38
6.2.4 Caracterització microestructural i duresa	38
6.3 Metodologia assaigs SCC.....	38
6.3.1 Simulació de les condicions reals	39
6.3.2 El mètode d'assaig escollit	40
6.3.3 Muntatge assaigs SCC.....	40
6.4 Metodologia assaigs càmera ambiental.....	41
6.5 Càmera humidostàtica	41
6.5.1 Assaigs càmera ambiental precorrosionats	41
6.6 Aigües i inhibidor.....	42
6.6.1 Aigua de xarxa	42
6.6.2 Aigua desionitzada	42
6.6.3 Inhibidor de corrosió	42
6.7 Materials	43
6.7.1 Acer 1.2343	43
6.7.2 Acer 1.2367	45

7. Resultats assaigs SCC.....	48
7.1. Assaigs 1.2367 aigua desionitzada	48
7.1.1. assaigs mecànics.....	48
7.1.2 Superfícies laterals proveta.....	49
7.1.3 Estudis fractogràfics	51
7.1.4 Mostres metal.logràfiques	54
7.1.5 Discussió	54
7.2 Assaigs 1.2343 aigua desionitzada	55
7.2.1 Assaigs mecànics	55
7.2.2 Superfícies laterals proveta.....	56
7.2.3 Estudis fractogràfics	57
7.2.4 Mostres metal-logràfiques	60
7.2.5 Discussió	62
7.3 Assaigs 1.2367 aigua de xarxa	62
7.3.1 Assaigs mecànics	62
7.3.2 Superfícies laterals de les provetes.....	63
7.3.3 Anàlisi fractogràfic.....	63
7.3.4 Discussió	64
7.4 Assaigs 1.2343 aigua de xarxa	64
7.4.1 Assaigs mecànics	64
7.4.2 Superfícies laterals de les provetes.....	65
7.4.3 Anàlisi fractogràfic.....	66
7.4.4 Discussió	66
7.5 Assaig amb provetes 1.2367 pre-corrosionades.....	66
7.5.1 Assaigs mecànics	67
7.6 Assaig amb provetes 1.2343 precorrosionades	67
7.6.1 Assaigs mecànics	68
7.6.2 Discussió	69
7.7 Anàlisi aigües.....	70
7.7.1 Aigües final d'assaig aigua desionitzada	70
7.7.2 Discussió	71
7.8 Assaig amb inhibidor	71
7.8.1 Assaigs mecànics	71
7.8.2 Superfícies laterals de la proveta	72

7.8.3 Anàlisi fractogràfic.....	72
7.8.4 Discussió.....	73
8. Pressupost.....	74
9. Conclusions.....	75
10. Bibliografia.....	76
10.1 Articles.....	76
10.2 Llibres.....	76
10.3 Normatives.....	76
11. Agraïments.....	77

0. Resum

En aquesta projecte es presenta la realització d'un sistema d'assaig de la corrosió sota tensió (stress corrosion cracking, SCC) i un estudi de l'efecte de l'SCC sobre dos acers d'eina per matrius d'estampació en calent.

L'SCC és la formació i propagació d'esquerdes en un material degut a la interacció de tres factors: un medi corrosiu, un material susceptible i una tensió estàtica aplicada. Aquestes esquerdes són difícils de detectar i poden provocar fallades catastròfiques inesperades i, en concret, s'ha detectat aquest fenomen en matrius refrigerades d'estampació en calent.

Es pretén dissenyar i construir un dispositiu d'assaig SCC per tal d'utilitzar-lo per l'estudi dels materials 1.2367 i 1.2343 en condicions d'aigua de xarxa, aigua destil·lada i inhibidor. Aquests assaigs es realitzen a les temperatures de 40 i 80°C ja que un estudi previ ha simulat les condicions de temperatura als canals de refrigeració de les matrius d'estampació en calent i s'ha vist que aquestes són les temperatures assolides.

La raó d'estudiar aquests materials és perquè són dos acers d'eina per treball en calent convencionals, usats en l'àmbit de les matrius refrigerades d'estampació en calent i en general en processos de conformat en calent (forja, moldeig).

S'estudia el comportament a tracció d'aquests materials en aquestes condicions comparant-lo amb el mateix assaig però en condicions en aire, i s'avaluen les diferències en la tensió màxima, la ductilitat, el mecanisme de fractura o l'esquerdament sofert. Es fa un estudi fractogràfic de les mostres mitjançant microscòpia electrònica de rastreig (SEM) i un estudi de les superfícies laterals i del secondary cracking mitjançant microscòpia òptica.

Es comparen els diferents resultats obtinguts i es determina en quines condicions s'ha desenvolupat SCC i en quines no, en quina intensitat i quines opcions hi ha per evitar-lo.

1. Introducció

La combinació entre les més estrictes regulacions i la major consciència ambiental i de seguretat dels consumidors està forçant la indústria del transport a aconseguir estructures més lleugeres amb un manteniment o millora de la resposta sota càrregues extremadament altes. Per assolir aquests objectius, en l'actualitat s'està produint un creixent ús dels acers ultra resistents (*Ultra High Strength Steels, UHSS*) per components estructurals dins de la indústria de l'automoció. L'excel·lent combinació d'alta resistència mecànica, alta elongació i enduriment per deformació dels UHSS permet la reducció del gruix del component, i del seu pes, en el cos del vehicle sense reduir la resistència i tenint un excel·lent comportament al xoc.

Malgrat les excel·lents propietats mecàniques d'aquests materials, la seva aplicació extensiva i efectiva depèn en gran mesura de la capacitat del sector del processat de metalls de fabricar correctament peces fetes amb UHSS. El procés més comú per donar forma a les planxes d'acer és el conformat en fred, però degut a l'alt límit elàstic dels UHSS (particularment en UHSS amb una resistència a la tensió per sobre de 1000 MPa), les pressions necessàries pel seu conformat en fred són molt elevades, fet que accelera el desgast de les eines i sovint condueix a fractures prematures de les eines.

Recentment l'estampació en calent ha emergit com un camí prometedor per conformar components que tenen un valor de resistència al voltant de 1500 MPa. S'aplica en la producció de components d'automòbil relacionats amb la seguretat, com ara a les bigues de protecció a l'impacte lateral i als sistemes para-xocs. Una avantatge del conformat en calent respecte els processos de conformat en fred és la bona precisió dimensional, però presenta l'inconvenient que les sol·licitacions termomecàniques a què estan sotmeses les eines són elevades, fet que el desgast que pateixen és sever.

1.1 L'estampació en calent

En l'indústria automobilística, per obtenir components amb una alta resistència (al voltant de 1500 MPa) s'utilitza l'estampació en calent de planxes d'acer aliat amb B i Mn (generalment 22MnB5 sense recobriments o bé recobert amb AlSi per evitar problemes d'oxidació de la xapa durant el procés d'austenització). En aquest procés la conformació i l'enduriment es donen en una sola operació. Així doncs, abans d'iniciar el procés la microestructura dels acers és ferrita-perlita, però després del procés d'estampació l'objectiu és assolir una microestructura completament martensítica (Figura 1) la qual donarà les elevades propietats mecàniques del component final.

Així doncs, en el procés d'estampació en calent les planxes són primer austenitzades a uns 900 °C durant 3-5 minuts i llavors transferides a la premsa hidràulica, i es mantenen en aquesta posició mentre els motlles refrigerats refreden ràpidament les planxes conformades fins que la temperatura arriba per sota de la temperatura de finalització de la transformació martensítica, a uns 200°C (Figura 2a). La velocitat de refredament necessària per assegurar la transformació martensítica és de l'ordre de 40- 100 °C/s. Per aconseguir un refredament ràpid i homogeni de

les planxes d'acer els motlles tenen circuits interns de refrigeració. Al principi de la deformació, el motlle contacte amb l'acer calent i la seva temperatura augmenta, però tot seguit és refredat bruscament i la calor és extreta de l'acer cap al motlle (Figura 2b).

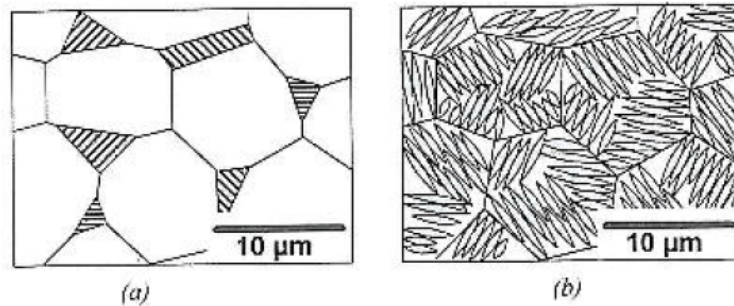


Figura 1. Esquema de les microestructures en el procés d'estampació en calent d'acer al Bor: (a) microestructura inicial ferrita- perlita; i (b) final: martensítica.

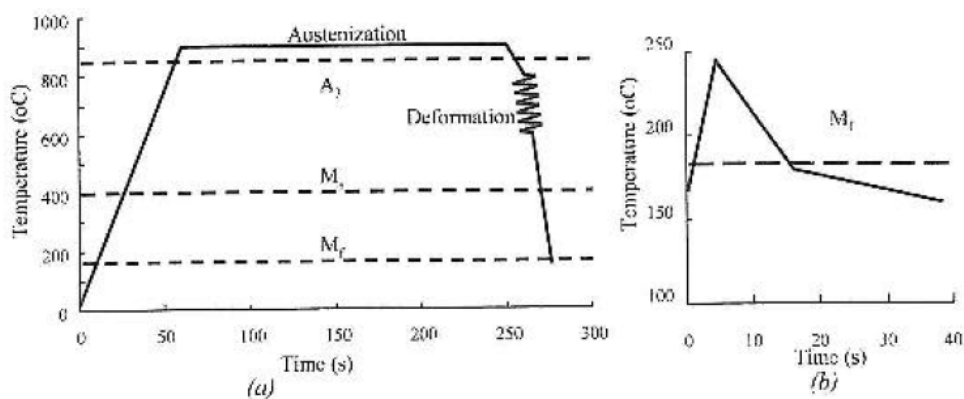


Figura 2. Cicles tèrmics durant el procés d'estampació en calent dels: (a) xapa a conformar i (b) matriu.

Per tant, en el procés d'estampació en calent, la velocitat d'extracció de calor és un factor molt important a tenir en compte, doncs les propietats mecàniques (microestructura) del component vindran determinades per la capacitat del sistema en refredar la xapa autenitzada. Així doncs, en aquest procés, és indispensable l'ús de sistemes de refrigeració de les matrius els quals permetin assolir aquestes velocitats de refredament.

Existeixen nombrosos estratègies per a refredar les matrius, especialment en les zones més crítiques del component. Generalment consisteixen en mecanitzar uns circuits de refrigeració pels quals hi circula oli o aigua, depenent de les necessitats d'extracció de calor.

1.1.1 Stress Corrosion Cracking en matrius d'estampació en calent

Un dels problemes que s'han detectat en matrius d'estampació en calent és que trenquen a relativament pocs cicles; essent una causa d'aquestes fractures la formació d'esquerdes al circuit de refrigeració interna, que acaben provocant la fallada total de la matriu. Estudis fractogràfics d'aquestes fissures han mostrat que aquestes són degudes al fenomen de corrosió sota tensions, també conegut com a Stress Corrosion Cracking (SCC), un tipus de corrosió que, interaccionant amb el medi i les tensions aplicades al component, forma esquerdes en el material difícilment detectables abans de la fallada. Així doncs el desenvolupament de nous materials per estampació en calent s'ha de fer tenint en compte la temperatura i les tensions al voltant del canals de refrigeració. No obstant, s'ha de remarcar que la resistència a l'SCC dels acers d'eina per treball en calent no ha estat gaire investigada, de manera que les investigacions actuals se centren principalment en un augment de la resistència al desgast i un augment de la tenacitat dels acers d'eines, però sense parar gens d'atenció a la susceptibilitat al SCC. Els resultats obtinguts del present treball ajudaran a augmentar el coneixement sobre la resistència dels acers d'eina utilitzats en conformat en calent sobre l'SCC. Doncs, tot i que en aquest projecte s'utilitzaran valors de temperatura obtinguts en estudis previs en estampació en calent, cal remarcar que l'ús d'aquests materials no se centra únicament en aquest procés sinó que són utilitzats en molts d'altres processos com ara injecció d'alumini i magnesi, forja en calent,...

1.2 Objectius

L'objectiu d'aquest projecte és dissenyar un dispositiu experimental que permeti avaluar la susceptibilitat dels materials a la corrosió sota tensions (SCC). Posteriorment, amb la metodologia desenvolupada, s'estudiarà la incidència del fenomen de SCC sobre diferent acers d'eines convencionals utilitzats en matrius d'estampació en calent. S'avaluarà la influència de la temperatura en el fenomen de SCC utilitzant aigua desionitzada com a medi agressiu. Finalment, es realitzaran estudis de l'efectivitat de diferents additius inhibidors de corrosió sobre l'SCC.

Per aconseguir aquests propòsits el present treball s'ha esquematitzat de la següent manera:

- 1- Recerca bibliogràfica
- 2- Disseny i construcció de la cel·la de corrosió i dispositiu experimental
- 3- Caracterització microestructural dels materials
- 4- Caracterització resistència a la corrosió en càmera humidostàtica a 40 °C
- 5- Assaigs de SCC (assaigs de tracció a velocitat de deformació lenta):
 - a) Materials: 1.2343 i 1.2367
 - b) Influència composició electròlit: aigua destil·lada, inhibidors
 - c) Influència de la temperatura (40 i 80 °C)
- 6- Inspecció per microscòpia òptica i microscopia electrònica d'escombreig (SEM) de les superfícies de fractura i superfície lateral de les provetes. Metal·lografia (cross sections) per observar secondary cracking, pitting,...

2. Descripció general dels acers d'eina

Els acers d'eina són usats per fabricar útils, matrius de tall i conformat per altres materials, inclosos els acers, metalls no fèrrics i plàstics. Aquesta definició d'acers d'eina ha sigut estesa a la següent descripció de l'apartat d'acers d'eina del *Steel Products Manual*:

“Els acers d'eina són qualsevol aliatge o acer ràpid al carboni capaç de ser endurit i revingut. Normalment són fosos en forns elèctrics i produïts per altres acers d'eina experimentals per satisfer requeriments especials. Poden ser usats per eines de mà, suports mecànics de tall, estampació, troquelat de materials tant a temperatura ambient com a temperatures elevades. Els acers d'eina són usats en una àmplia gamma d'altres aplicacions on la resistència al desgast, la resistència a esforços i altres propietats són seleccionades per un òptim rendiment.”

Aquesta descripció implica que la tecnologia dels acers d'eina sobrepassa la tecnologia dels acers al carboni i de baix aliatge, produïts en grans tonelatges i que poden ser endurits per tremp i revingut amb tractaments tèrmics.

2.1 Classificació dels acers d'eina

No existeix una única classificació que agrupi els diferents acers d'eines disponibles en el mercat. En la actualitat coexisteixen diversos criteris que intenten agrupar-los, essent el més utilitzat la classificació que agrupa els acers d'eina en funció de la seva aplicació de treball més destacada, com ara el conformat, treball en fred, motlles de fosa i mecanitzats a altes velocitats, en una gran varietat de condicions d'operació. Dintre de cada grup pot haver-hi classes que poden ser similars però que difereixen lleugerament una de l'altra per donar lloc a diferents requeriments de procés, condicions d'operació i de treball.

Un altre classificació utilitza el criteri d'agrupar-los en funció del medi de tremp utilitzat. Així existeixen les següents categories: acers de tremp a l'aigua, de tremp en oli i de tremp a l'aire. El contingut en elements d'aliatge també pot servir per agrupar els acers, així es divideixen en acers d'eina al carboni, acers de baix aliatge i acers d'aliatge mitjà. Finalment, en funció de l'aplicació que tindran, es classifiquen en acers ràpids i acers per treball en fred.

Segons la norma d'estandarització americana AISI els acers d'eina més comunament utilitzats han sigut classificats en sis grups principals, i dintre d'ells en subgrups, els quals tots s'identifiquen per una lletra de la forma següent:

W: Acers de tremp a l'aigua.

S: Acers per treballs de xoc.

O: Acers de treball en fred i de tremp en oli.

A: Acers de mitjà aliatge i tremp a l'aire.

D: Acers alts en crom i en carboni.

H: Acers de treball en calent.

T: Acers ràpids, acers al tungstè.

M: Acers al molibdè.

L: Acers especials, acers de baix aliatge.

F: Acers al tungstè.

P: Acers per motlles.

5.2 Acers d'eina per treball en calent

Els materials que s'han estudiat en aquest projecte són acers d'eina per treball en calent (Hot-Work Tool Steels), tipus H en la classificació AISI americana. Aquests materials pertanyen al grup d'acers de molt alta resistència (*Ultra High Strength Steels, UHSS*) degut a la seva gran resistència i elevats valors de duresa i límit elàstic.

Aquests materials (Hot-Work Tool Steels) destaquen per les següents característiques:

- **Resistència a la deformació a temperatures de treball.** La principal característica que els distingeix dels altres acers d'eina.
- **Resistència al xoc.** Tan al xoc mecànic com al xoc tèrmic.
- **Resistència al desgast a altes temperatures.** I a l'erosió a les temperatures de treball
- **Resistència a la distorsió per tractament tèrmic.** Especialment bo pels motlles per minimitzar canvis dimensionals
- **Maquinabilitat.** Bona en els primers tractaments tèrmics, sense adicions que puguin fer perdre propietats.
- **Resistència al heat checking.** L'exposició repetida a cicles tèrmics i de tensió pot conduir a la formació d'esquerdes a la superfície (heat checking) que limiten la vida del component. No obstant aquests materials presenten una elevada resistència a aquest fenomen, fet que justifica el seu ús en eines de treball en calent.

Aquest tipus d'acers d'eina poden estar basats en Crom, Tungstè o Molibdè. Els de Crom porten al voltant d'un 5% de Cr, el de Tungstè entre 10 i 15% de W i 3-4% Cr, i els de Molibdè un 5% de Mo, un 6% de W i un 4% de Cr. Aquesta classificació es basa en quin és l'element que dona les propietats de duresa en calent.

Concretament, en aquest projecte s'estudiarà la susceptibilitat al SCC de dos acers d'eina convencionals per a treball en calent: l'acer 1.2343 i el 1.2367. Ambdós acers són materials àmpliament utilitzats en la indústria matricera per a treballs de conformat en calent: estampació en calent, Injecció d'alumini i magnesi (High Pressure Die Casting), forja en calent... les característiques principals d'aquests materials es descriuen a l'apartat 6.7.

3. Stress Corrosion Cracking (SCC)

La corrosió sota tensions o Stress Corrosion Cracking (SCC) és un fenomen que es dona en certs materials degut a l'acció conjunta de tensions estàtiques de tracció i un medi corrosiu [ref.1,5,6]. Com a conseqüència d'aquesta interacció, sovint es produeix una fractura prematura i de caràcter fràgil. A més, una gran problemàtica associada a aquest fenomen és que les fissures formades per SCC poden iniciar-se i propagar sense que hi hagin evidències de corrosió a l'exterior del material i per tant sense indicacions que una fractura catastròfica es pot produir en un espai relativament curt de temps. Per tant, el SCC és un fenomen molt perjudicial per la seguretat de les diferents estructures sotmeses en ambients relativament agressius. A la Taula 1 es mostren alguns sistemes material- medi que presenten SCC si estan sotmesos a tensions de tracció.

Taula 1. Sistemes material-medi que presenten SCC.

Material	Medi corrosiu
Acer al carboni	Nitrats calents, hidròxids, solucions carbonatades i bicarbonatades
HSS	Electròlits aquosos, especialment quan tenen H ₂ S
Acer inoxidable austenític	Solucions concentrades i calentes de Cl ⁻ , vapor contaminat amb Cl ⁻
Aliatges d'alt níquel	Vapor d'alta puresa, solucions càustiques alcalines
α-llautó	Solucions d'amoníac
Aluminis	Solucions aquoses de Cl ⁻ , Br ⁻ i I ⁻
Titanis	Solucions aquoses de Cl ⁻ , Br ⁻ i I ⁻ , líquids orgànics, N ₂ O ₄
Magnesis	Solucions aquoses de Cl ⁻

El fenomen de SCC requereix necessàriament que es donin simultàniament tres condicions: un medi corrosiu, un material susceptible i una tensió estàtica de tracció mínima (veure Figura 3). Així doncs, anul·lant qualsevol d'aquests tres paràmetres el SCC deixa de tenir lloc. La influència en la susceptibilitat a SCC de cada un d'aquests tres paràmetres es detalla a continuació.

- **Medi corrosiu:** la susceptibilitat d'un material al fenomen de SCC depèn de les condicions ambientals: composició química, conductivitat, pH, temperatura, pressió, aireació,... Les espècies del medi agressiu són sovint específiques per a un determinat aliatge i en canvi poden no tenir cap efecte en altres aliatges. Habitualment els medis més agressius solen ser de tipus aquós i en forma líquida però també condensacions de vapors procedents de solucions molt diluïdes o no agressives poden induir aquest fenomen degut a la concentració de soluts crítics a la superfície del material. En termes generals, els ions més agressius en termes de SCC són els clorurs (Cl⁻) i els sulfurs (S²⁻).

- **Material:** no tots els materials són susceptibles al SCC, i el tractament tèrmic a què han estat sotmesos també influeix sobre el grau de susceptibilitat al SCC. En la literatura es poden trobar taules on es detallen possibles combinacions d'aliatge – medi que causen SCC (veure Taula 1), però aquesta llista es continua expandint constantment, de manera que les combinacions són virtualment infinites.
- **Tensió de tracció.** Les tensions necessàries per causar SCC són baixes, generalment per sota del límit elàstic i són del tipus estàtic i de tracció. L'origen d'aquesta tensió de tracció a la qual està sotmès el material pot procedir de la tensió a la qual el material està sotmès durant servei, vibracions, expansió tèrmica, tensions residuals o combinacions d'aquestes. L'SCC és un fenomen extremadament perillós perquè en condicions de sol·licitacions mecàniques considerades com a segures, l'SCC pot causar un lent creixement de fissures per sota del llindar (K_{IC}). Posteriorment, un cop la mida de fissura crítica és assolida, aleshores la combinació de la fissura i les càrregues de tensió aplicades provocaran la fractura sobtada i catastròfica.

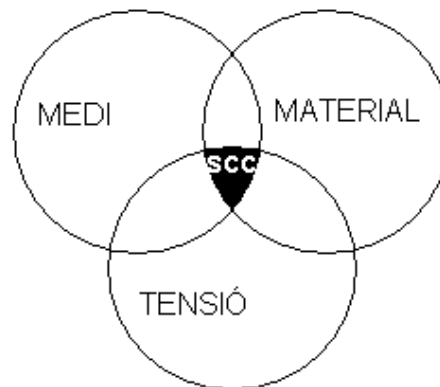


Figura 3. La interacció de condicions necessària per tenir SCC.

En el fenomen de SCC la nucleació de fissures pot tenir lloc en discontinuïtats en la superfície (ratlles, solcs, rebaves,...) o en defectes induïts per corrosió, bé sigui per formació de picadures (pitting) o bé per corrosió intergranular. En el cas de les picadures, la nucleació d'una fissura al fons de la picadura dependrà de les condicions electroquímiques i tensions en el fons de la picadura, la geometria i el material.

De forma general, aquests defectes en la superfície del material actuaran com a concentrador de tensions provocant una ràpida nucleació de fissures. Posteriorment, aquestes fissures propagaran sempre seguint un camí macroscòpicament perpendicular a la tensió de tracció. Les esquerdes formades en SCC poden créixer de manera intergranular (seguint les vores de gra) o transgranular (a través dels grans, generalment seguint plans cristal·logràfics específics, sovint amb índex de Miller baixos com {100}, {110} i {210}) [ref.8, ref.10]), segons es mostra en la Figura 4. Generalment aquestes fissures presenten ramificacions, les quals són indicacions inequívocues de què el fenomen de SCC té lloc (veure Figura 5). A més, sovint s'hi poden observar els productes de la corrosió al seu interior. Tal com s'ha comentat anteriorment, generalment aquestes fissures condueixen a una fractura molt prematura i de caràcter fràgil, sovint sense poder detectar a temps la fissura inicial.

Macroscòpicament la superfície de fractura sol ser fràgil, mat o enfosquida per capes d'òxid formades per exposició del material darrera de la punta de la fissura al medi agressiu. A vegades la superfície de fractura mostra evidències de l'avanç discontinu de l'esquerda, especialment en fractures transgranulars.

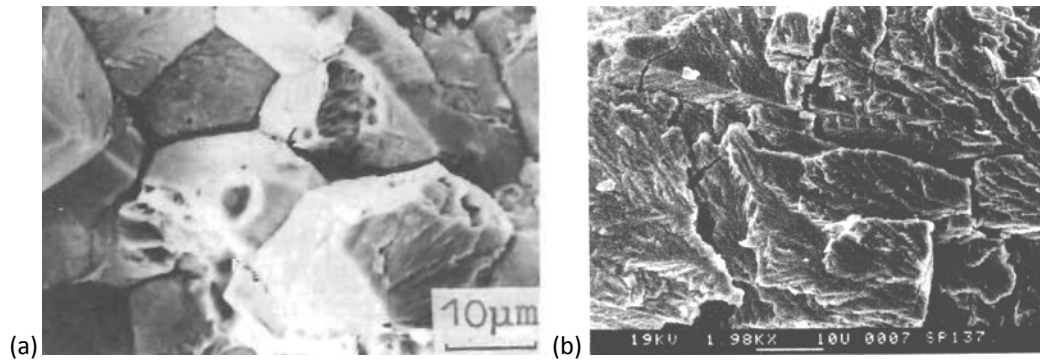


Figura 4. Exemples d'imatges SEM de superfícies de fractures de SCC: (a) SCC intergranular en un acer d'alta resistència CrMo i (b) SCC transgranular en un α -bronze.



Figura 5. Exemple d'esquerda de SCC altament ramificada en un acer inoxidable.

3.1 Mecanismes de SCC

El mecanisme de desenvolupament de l'esquerda quan el fenomen de SCC té lloc dependrà de la combinació entre medi i material. De totes maneres, diversos models de mecanismes han estat proposats en la literatura, però malauradament no existeix un únic mecanisme que sigui capaç d'explicar el fenomen de SCC per a totes les combinacions de material – medi. Per tant, cada un dels mecanismes que s'exposen a continuació s'ajusten a unes condicions específiques, i possiblement, el veritable mecanisme sigui una combinació de diferents mecanismes.

3.1.1 SCC induït per hidrogen

Numerosos investigadors han suggerit que el caràcter fràgil del SCC pot ser únicament explicat a través d'un mecanisme controlat per hidrogen, el qual també és el responsable de la fragilització del material quan el fenomen de fragilització per hidrogen (Hydrogen Embrittlement, HE) té lloc. En aquest mecanisme s'assumeix que l'hidrogen atòmic ingressa a dins del material, i debilita els enllaços interatòmics a la regió de davant de la punta de la fissura, donant lloc a una fractura típicament de caràcter fràgil. No obstant, aquesta explicació simplificada no ha pogut explicar el fenomen de SCC en moltes de les combinacions medi – material.

En canvi, aquest mecanisme s'ajusta "perfectament" a l'hora de descriure el fenomen de SCC per a acers d'alta resistència en solucions aquoses poc agressives, acers austenítics en solucions diluïdes d'àcid sulfúric, aliatges de titani en solucions d'halògens i aliatges d'urani en solucions aquoses.

Així doncs, aquest mecanisme implica de manera molt simplificada l'ingrés d'hidrogen atòmic a dins del material, difusió d'aquest a través del material fins a la punta de la fissura i debilitament dels enllaços davant de la punta de la fissura. Cal tenir en compte que l'hidrogen atòmic es dissol de forma moderada en pràcticament tots els metalls. És un àtom de mida molt reduïda, i encaixa entre els àtoms metàl·lics de la xarxa del metall, de manera que pot difondre molt més ràpid que altres àtoms més grans. L'hidrogen té tendència a ser atret per les zones amb altes tensions triaxials de tracció, on l'estructura del metall està dilatada, com ara la punta de les esquerdes o entalles [ref.6].

Els àtoms d'hidrogen de la reacció catòdica (eq.2) són només parcialment combinats per formar hidrogen gas, H_2 . Els altres àtoms H difonen cap al material, particularment a les zones on la tensió de tracció és més alta, com per exemple a la punta de l'esquerda (Figura 6). L'hidrogen fa el material més fràgil, obstrueix la deformació plàstica i incrementa la concentració de tensions a la punta de l'esquerda, cosa que condueix a una petita fractura fràgil que es propaga cap regions més dúctils del material. Altra vegada aquesta zona es recarrega d'hidrogen i es dona un nou pas de creixement d'esquerda.

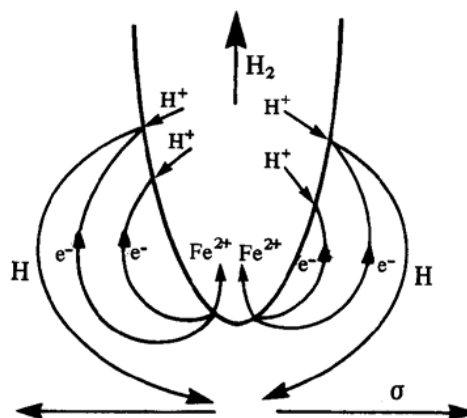
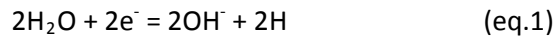


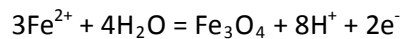
Figura 6. Procés a la punta de l'esquerda en el mecanisme de SCC per hidrogen.

La font d'hidrogen pot venir donada en la producció de l'acer, de manera que l'hidrogen pot quedar atrapat en vacants, al costat d'inclusions, etc. També l'hidrogen pot procedir del procés de soldadura, o com a producte de la corrosió, tal com oxidació, protecció catòdica i deposició de recobriments electroquímicament.

En solucions aquoses, l'hidrogen es forma en medis lliures d'oxigen, neutres o bàsics per la reducció de les molècules d'aigua:



O com a resultat de l'hidròlisi dels productes de corrosió (en picadures, esclatxes):



SCC induït per Hidrogen vs. Fragilització per hidrogen (HE)

La fragilització per hidrogen és un mecanisme de creixement d'esquerda independent del SCC, però el mecanisme explicat forma part clarament del SCC ja que la corrosió és un element indispensable per la producció d'hidrogen a la punta de l'esquerda [ref.2,3]. Sovint però, és difícil diferenciar-los. La corrosió en la fragilització per hidrogen sovint es dona després de la fractura, i és una corrosió en forma de pegats oxidats. En canvi en SCC la corrosió és més uniforme i normalment negra, i mostra més ramificacions de les esquerdes.

3.1.2 Clivatge induït per adsorció

En aquest cas l'esquerda es propaga degut a la debilitat dels enllaços a la punta de l'esquerda [ref.8]. Aquesta debilitat és provocada per adsorció d'anions provinents de la dissolució anòdica que ha iniciat l'esquerda, els quals es posen en posicions de defectes tot debilitant els enllaços entre àtoms a la punta de l'esquerda.

L'adsorció en aquest mecanisme depèn del potencial, en un cas de protecció catòdica per evitar SCC és possible que tinguem adsorció per sota del potencial crític.

3.1.3 Mobilitat àtoms de la superfície

En condicions de temperatura per sota de 0.5 vegades la temperatura de fusió i amb la presència de components superficials de baixa fusió, quan la mobilitat superficial es maximitza especialment en difusió cap a la matriu, l'SCC es pot donar [8]. L'efecte d'aquestes condicions per donar SCC s'explica pels components de baixa fusió que milloren la mobilitat superficial.

3.1.4 Ruptura de la capa o slip – step dissolution

Aquest és un dels mecanismes més acceptats [ref.8]. La tensió de tracció produeix suficient deformació per trencar la capa superficial en una banda de lliscament, i llavors l'esquerda es crea per dissolució anòdica de la superfície no recoberta del punt de ruptura. Aquest procés es pot anar repetint consecutivament i propagar esquerdes.

3.1.5 Clivatge induït per la capa (FIC)

Quan un material està recobert per una capa fràgil, una esquerda iniciada a la capa es pot propagar cap al material dúctil en una curta distància abans no sigui aturada (al voltant d'1

μm) [ref.4]. Si la capa fràgil s'ha format per un procés de corrosió, aquesta es pot tornar a formar a l'esquerda i es pot tornar a repetir el procés (Figura 7). Usualment aquest procés dóna una fractura transgranular.

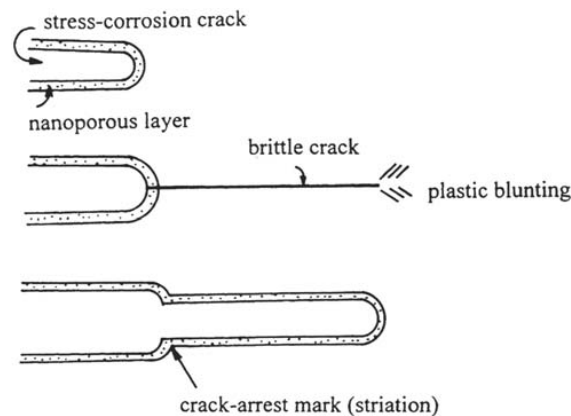


Figura 7. Esquema del creixement d'esquerda en el mecanisme de clivatge induït.

3.1.6 Plasticitat localitzada a la superfície

En el mecanisme de plasticitat localitzada a la superfície (LSP), la ruptura de la capa inicia grans corrents anòdics al punt de fractura degut a l'acoblament galvànic entre la superfície activa no recoberta i la superfície passivada que l'envolta, seguint el mecanisme d'iniciació anteriorment descrit [ref.8]. Aquestes corrents galvàniques anòdiques provoquen un defecte d'estovament estructural localitzat al punt de ruptura, que coincideix amb la punta de l'esquerda en creixement. L'estructura estovada, que podria deformar-se plàsticament, només pot fer-ho en un volum microscòpicament limitat a la punta de l'esquerda, ja que està envoltat per material de plena duresa i resistència. La microdeformació que s'hi dóna produeix un estat de triaxial de tensions, el qual suprimeix el lliscament plàstic. D'aquesta manera, la contínua deformació només pot propagar una esquerda fràgil.

3.2 SCC en acers d'alta resistència (High Strength Steels, HSS)

Els acers d'alta resistència (HSS) presenten límits elàstics molt elevats (alguns fins i tot per sobre dels 2000 MPa), cosa que els hi dóna un gran potencial d'aplicacions degut a les seves propietats mecàniques. Però un dels grans inconvenients d'aquests materials és que, amb unes poques excepcions, són susceptibles a SCC. Aquest fenomen en els HSS ha estat observat en un gran rang d'ambients i aplicacions: indústria química, petroquímica, aeronàutica, nuclear, etc. Actualment, està ben establert que la majoria d'aquestes fallides per SCC en HSS són degudes al mecanisme de fragilització per hidrogen [ref.7].

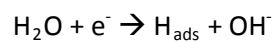
El mecanisme de fragilització per hidrogen en HSS es descriu a continuació:

3.2.1 Entrada de l'hidrogen a l'acer

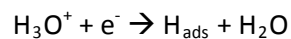
L'hidrogen pot entrar a l'acer tan des de la fase gasosa com per la reducció electroquímica d'espècies que continguin hidrogen, en aquest cas des de la fase aquosa.

Entrada des de la fase gasosa. La reacció consta de l'adsorció de l'hidrogen molecular (o un altre gas com H₂S), la dissociació d'aquest en hidrogen atòmic que s'adsorbeix a la superfície i la difusió dels àtoms a la xarxa del metall. Per una superfície perfecta de ferro el pas limitant del procés és la dissociació de l'H₂. En superfícies més reals (capes d'òxid, altres gasos presents,...) altres paràmetres controlen el procés.

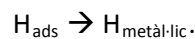
Entrada des de la fase aquosa. La reacció s'esdevé en dos passos principals, el primer és la generació d'hidrogen atòmic adsorbit i el segon és l'entrada de l'hidrogen cap a l'interior del material. És molt important remarcar que l'hidrogen per ser absorbit dins del material, necessàriament ha d'estar com a hidrogen atòmic, doncs si estigués com a hidrogen molecular (H₂) el seu major tamany n'impediria la seva ràpida difusió. L'hidrogen es forma tant en solucions sense oxigen, com en medis neutres o alcalins per la reducció de les molècules d'aigua.



En canvi en medis àcids (pH<4) els protons H⁺ són reduïts a hidrogen segons la següent reacció:

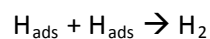


Seguidament és possible que es doni la reacció és l'entrada d'hidrogen atòmic a l'acer:

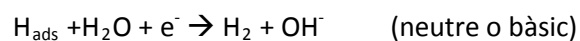
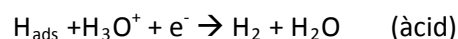


Aquesta reacció és particularment important a les puntes d'esquerda, on l'hidrogen pot ser transportat cap el material mitjançant el moviment de dislocacions.

No obstant existeixen diverses reaccions que competeixen amb l'entrada de l'hidrogen atòmic cap a l'interior del material, tal com la recombinació química i la desorció electroquímica. En el primer procés dos hidrògens atòmics es recombinen per produir la molècula:



En canvi en la desorció electroquímica, es produeixen les següents reaccions en funció del medi:



3.2.2 Posició de l'hidrogen a l'acer

L'hidrogen existeix en metalls en forma atòmica. No es coneix exactament la seva càrrega però sembla ser que té una lleugera càrrega negativa degut a que atreu els orbitals de valència de la xarxa metàl·lica. Això provocaria una debilitat en els enllaços metall – metall que seria la responsable de la fragilització.

L'hidrogen ocupa una posició intersticial a la xarxa bcc de ferro, usualment en els espais octaèdrics i tetraèdrics (Figura 8). Però a més l'hidrogen és fortament atret cap a posicions de defectes com ara vacants, àtoms dissolts, dislocacions, vores de gra, buits o inclusions no

metàl·liques. Aquestes posicions són anomenades “traps”. Els traps més importants en acers són les fronteres entre fases, dislocacions, buits i inclusions.

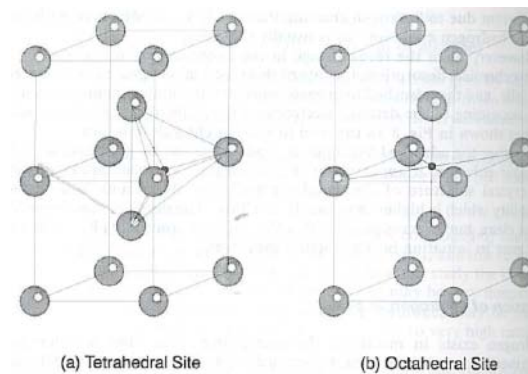


Figura 8. Posicions tetraèdriques (a) i octaèdriques (b) en una xarxa bcc.

3.2.3 Transport de l'hidrogen a l'acer

Degut a que l'hidrogen és un àtom de tamany molt reduït, aquest difon ràpidament dins les matrius metàl·liques. No obstant, la presència de vacants i altres llocs on aquest pot quedar atrapat, fa que la difusió aparent sigui molt més baixa, depenent de l'estat metal·lúrgic de l'acer així com de la seva composició química. Els valors típics del coeficient de difusió aparent de l'hidrogen en un acer d'alta resistència a temperatura ambient estan dins l'ordre de 10^{-11} m²/s.

3.2.4 Fonts d'hidrogen

La termodinàmica de la reacció del ferro amb l'aigua és tal que el ferro sempre és capaç de desplaçar l'hidrogen de l'aigua, tot i que la cinètica és molt lenta a temperatura ambient i en medi no àcid. Però encara que no es produeixen grans quantitats d'hidrogen necessaris per provocar una corrosió significativa, l'hidrogen format pot ser suficient per a crear un problema de fragilització en els HSS. L'hidrogen es dissol fàcilment a l'acer i baixes concentracions d'hidrogen (menys d'1 ppm) poden causar fragilització.

A més de la corrosió pròpiament dita, també existeixen altres fonts d'hidrogen cap a l'interior del material, tals com: soldadures, decapatge àcid, neteja i desengreixat, galvanoplàstia, fosfatats o pintures.

3.2.5 Efecte de l'hidrogen en les propietats mecàniques

Constants elàstiques. Hi ha evidències de petits canvis en les propietats elàstiques degudes a l'hidrogen dissolt, però les conseqüències a la pràctica són petites.

Límit elàstic. Efecte imprevisible. Per policristalls de ferro pur usualment disminueix, però pot augmentar o no variar en funció de l'estructura de dislocacions, l'orientació cristal·lina o la puresa del metall.

Comportament plàstic. L'influència és complexa i tan pot endurir com estovar el metall en funció de l'estructura i el mode de lliscament.

Procés de fractura fràgil. La fractura fràgil és l'impacte més important que provoca l'hidrogen dissolt sobre les propietats mecàniques dels acers. Si l'acer conté hidrogen dissolt això pot comportar una fractura immediata a tensions properes a la tensió de fractura en absència d'hidrogen o retardada a tensions més baixes. Aquest impacte és més acusat en assaigs de tracció de mostres amb entalla o pre-esquerdades, ja que el camp de tensions al voltant de l'entalla crea altes tensions triaxials que dilaten la xarxa del metall i atrauen l'hidrogen d'altres parts de la mostra.

Algunes de les propietats més típiques d'acers convencionals exposats en ambients que proporcionen hidrogen, són mostrades en la Taula 2. Aquesta taula pretén mostrar l'ordre de magnitud de l'efecte de fragilització per hidrogen, i resulta important destacar que el tractament tèrmic i el processat mecànic d'un material, poden afectar marcadament la resistència a la fragilització per hidrogen.

Taula 2. Propietats típiques de diversos HSS en solucions salines.

<i>Material</i>	<i>Yield stress</i> (MPa)	<i>Failure time*</i> (h)	K_{Ic} (MPa \sqrt{m})	K_{Isc} (MPa \sqrt{m})	<i>Plateau velocity</i> (m/s)
HY130	900	no failure	130-170	60-140	5×10^{-8}
300M	1600	40-150	—	115	10^{-8}
4340	1400-1800	—	—	20	10^{-5} - 10^{-2}
4340	< 1400	—	—	30-80	—
4130	1300	—	—	30	10^{-6} - 10^{-4}
4130	1050	—	—	120	—
18Ni maraging steel	1900	400	40-100	5-35	—
18Ni maraging steel	1500	10 000	180	40-100	—
18Ni maraging steel	1200	no failure	160	120	10^{-5}

*The failure time presented is the approximate time to failure at an applied stress of 75% of the yield stress of the material.

4. Assaigs d' Stress Corrosion Cracking (SCC)

Essencialment els assajos de Stress Corrosion Cracking (SCC) consisteixen a sotmetre la mostra de material o component a estudiar a una certa tensió i ambient controlat. En la literatura existeixen nombrosos tipus d'assaigs per tal d'avaluar la incidència del SCC sobre les propietats del material [ref.9] però cap que estigui per sobre els altres ja que cada mètode té els seus avantatges particulars a l'hora de simular les condicions reals en les què es dona el fenomen de SCC. De forma general, un bon mètode d'assaig ha de ser prou sever per no permetre l'ús en servei de materials que podrien fallar i prou lleuger per no condemnar materials que podrien resultar adequats. Els diferents mètodes utilitzats es poden classificar principalment en tres categories segons si es realitzen a deformació constant, a càrrega constant o a velocitat de deformació constant [ref.7].

4.1 Assaigs de deformació constant

Els assaigs a deformació constant són aquells mètodes que tensionen (deformació constant) la mostra mentre aquesta està en contacte amb una solució. La susceptibilitat a SCC s'avalua mitjançant el temps necessari perquè falli la mostra o es desenvolupin esquerdes a la seva superfície. Generalment, les tensions per sota el límit elàstic són calculades o determinades a través de galgues extensomètriques adherides a la superfície de les provetes. El mètode més comú és el U-bend test (Figura 9d), en què es flexiona una mostra plana fins aconseguir la forma d'U, i es manté en aquesta posició mitjançant un cargol i uns forats a les puntes de la mostra. En canvi en el mètode C-ring (Figura 9c) és el mètode més comú per avaluar la susceptibilitat de canonades al SCC, especialment dins de la indústria petrolera on el fenomen de SCC degut a la presència d'àcid sulfhídric en el medi redueix dràsticament la vida útil de les canonades. La Figura 9 mostra altres disposicions d'assaigs on la proveta està sotmesa a tensions constants bé sigui per posicionament en una estructura fixa (tipus cargol o mordassa) o bé assaig mecànic (4-point bending).

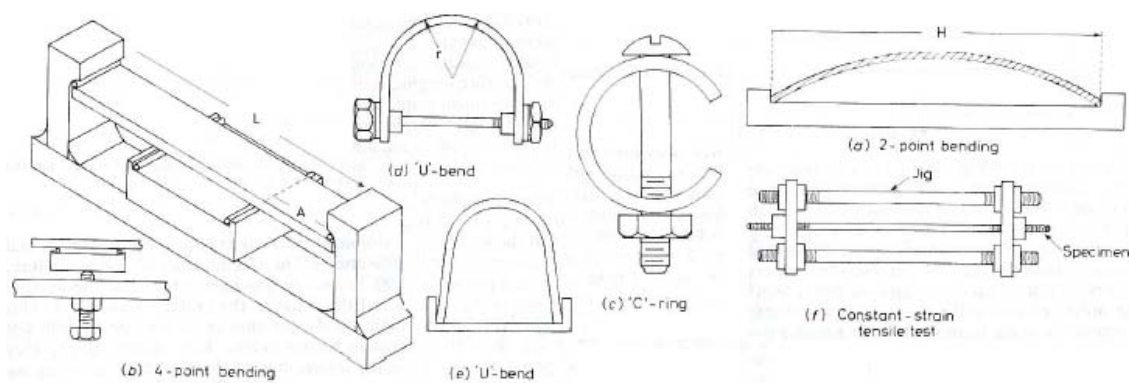


Figura 9. Mètodes diferents d'assaigs a deformació constant.

Les principals avantatges d'aquests mètodes són la senzilla preparació de mostra requerida, el baix cost i la variabilitat de geometries adaptables als diferents tipus de provetes i components.

Com a principals inconvenients existeix el llarg temps necessari per dur a terme l'assaig així com també el desconeixement d'aquest temps, ja que per unes condicions medi – material noves és difícil preveure quant tardaran a fallar o a desenvolupar SCC (si és que arribem a desenvolupar-ne). Un altre possible inconvenient és la relaxació de tensions de les mostres, especialment en materials dúctils, fet que comporta un error en les tensions calculades. Un altre inconvenient és que al submergir tant la proveta com l'estructura que la tensiona en la solució electrolítica, és possible que la corrosió de l'estructura faci variar la composició de la solució i afecti la susceptibilitat a SCC de l'assaig, així com que es produeixi corrosió galvànica entre el metall de l'estructura i el de la proveta. Una possible solució a aquest problema són els recobriments plàstics de l'estructura, però no sempre podrem recobrir tota l'estructura ni evitar el contacte elèctric entre els dos metalls.

El mètode de deformació a tracció constant requereix d'una estructura molt més gran respecte la proveta que els mètodes de flexió constant; tot i això sovint és preferit degut a que en molts casos aplica la deformació més d'acord a les condicions reals d'utilització, malgrat que no permet calcular de forma acurada la tensió aplicada.

4.2 Assaigs a càrrega constant

Els assajos a càrrega constant són força semblants als de deformació constant, ja que els dos suposen una estructura estàtica submergida en una solució corrosiva durant un temps indeterminat que ens avaluarà la susceptibilitat del material a SCC en aquest medi. Per tant comparteixen molts dels avantatges i inconvenients abans esmentats, però presenten també diferències que els poden fer interessants per diversos casos concrets.

Un tipus d'assaig consisteix en l'aplicació d'un pes mort a les provetes, el qual té l'avantatge d'evitar alguns dels inconvenients dels mètodes anteriors (com ara la relaxació de tensions) però no el de determinar de manera acurada la tensió si l'element és tensionat uniaxialment. L'aplicació d'un pes mort suposaria una estructura relativament grossa i pesada que pot ser evitada mitjançant l'ús de la molla de compressió (Figura 10) que suposa unes condicions d'assaig molt semblants als assaigs realitzats a càrrega constant.

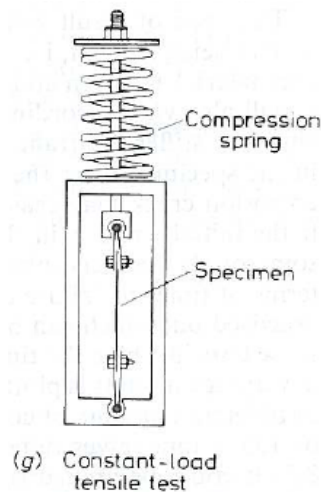


Figura 10. Sistema d'aplicació de càrrega constant mitjançant una molla.

Tot i això l'estructura d'assaig segueix sent més grossa i pesada que en els mètodes de deformació constant; per reduir-la una possibilitat és tenir provetes al màxim petites possible, com ara un fil. Però això comporta el perill de que la corrosió ordinària (per exemple una picadura) ja pugui comportar un augment de la tensió per sobre del UTS del material degut a la secció massa petita de la proveta, i per tant falli sense SCC.

La relaxació de tensions que es pot esdevenir en els mètodes de deformació constant aquí no succeeix, però sí que succeeix el fet de que la tensió augmenta a mesura que la secció es redueix degut a la propagació de les esquerdes. D'aquesta manera les esquerdes difícilment aturaran el seu creixement i la fractura es donarà abans que en les condicions de deformació constant.

4.3 Assaigs a velocitat de deformació constant

L'assaig a velocitat de deformació lenta (*Slow Strain Rate Test, SSRT*) consisteix en deformar una proveta submergida en una solució electrolítica a velocitat de deformació de la zona calibrada constant, generalment gràcies a l'ús d'un extensòmetre lligat a la proveta submergida. No obstant, en la majoria dels casos no és possible disposar d'un dispositiu que permeti fer aquestes mesures en presència d'un medi agressiu, pel que una variant àmpliament utilitzada és els assaigs a velocitat de deformació aparent constant, en què l'assaig es realitza a desplaçament constant, aplicant un desplaçament molt lent a la proveta.

Amb aquest tipus d'assaig s'assegura una contínua deformació plàstica a la superfície de la proveta i es fomenta la formació i creixement d'esquerdes per SCC. Els resultats de l'assaig són avaluats en termes del temps necessari per assolir la fractura, l'extensió fins la fractura i l'aparència de la superfície de la fractura. Aquest mètode presenta diversos avantatges com ara el temps limitat (la fractura mecànica és inevitable encara que no s'esdevingui SCC) o la naturalesa severa de l'assaig, que fa que usualment doni resultats conservadors (la fallada difícilment es donarà en servei si no s'ha donat a l'assaig). Usualment és aplicat a provetes polides i sense entalla, tot i que també es fa en provetes cilíndriques pre-entallades.

Usualment s'aplica un desplaçament entre 10^{-3} i 10^{-6} mm/s, cosa que implica que la fractura en provetes de laboratori de les dimensions habituals no tardarà més de pocs dies a produir-se, sent normalment menys de 2 dies. Aquesta fractura pot ser deguda a l'SCC o que la simple tracció sobre el material ens faci sobrepassar l' UTS. El fet de que l'assaig acabi en aquest curt període de temps tan si s'ha desenvolupat SCC com si no constitueix un dels seus principals atractius.

A més, aquests assaigs són excel·lents per comparar la susceptibilitat relativa de diferents aliatges al SCC o bé per estudiar la influència de variables metal·lúrgiques en la susceptibilitat al SCC d'un aliatge. No obstant, l'aplicació d'aquesta informació per a la predicció del comportament d'un aliatge en servei és difícil i no fiable.

L'equip necessari per dur a terme un assaig de desplaçament constant és un dispositiu que permeti l'aplicació d'una velocitat de desplaçament a la proveta, tingui la suficient capacitat d'aplicació de càrrega per trencar-la i pugui enregistrar totes les dades de desplaçament i força que s'assoleixen durant l'assaig. D'aquesta manera es pot representar els resultats de l'assaig en comparació amb els del material en un altre ambient, tenint en compte els valors de ductilitat, reducció d'àrea, càrrega màxima assolida o el temps fins la fractura, així com també les anàlisis metal·logràfiques i la fractura. La forma de la corba tensió- desplaçament obtinguda mostrarà clarament la influència del SCC en el cas que es doni, degut als seus efectes sobre la ductilitat i la tensió de fractura, tal com es mostra a la Figura 11. En aquesta figura es pot observar el diferent comportament a tracció d'un acer en un medi inert (oli) i en un medi agressiu que provoca SCC en aquest acer (NaNO_3). A més s'observa que no només el desplaçament fins la fractura ha canviat en el cas de SCC (NaNO_3) sinó que també la càrrega màxima assolida és inferior. El valor més fàcil de mesurar amb cura és el temps fins la fractura, que està directament relacionat amb els paràmetres de ductilitat, la qual està directament influenciada per la presència de SCC (com més intensitat de SCC menys dúctil serà la fractura i més petit el temps de fractura per una velocitat de desplaçament donada).

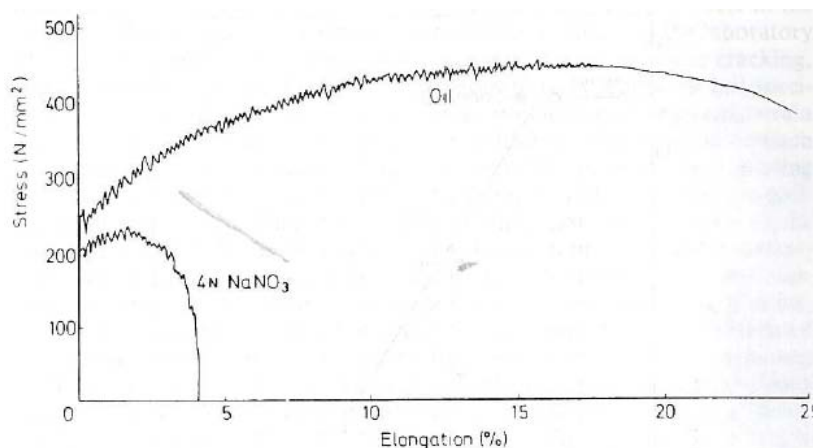


Figura 11. Comparació entre les corbes tensió-desplaçament d'un acer en dos medis diferents: oli i NaNO_3 , on en aquest últim medi SCC té lloc.

4.4 Altres mètodes d'assaig SCC

La LEFM (*Linear Elastic Fracture Mechanics*) s'usa per avaluar l'efecte del SCC sobre provetes i components pre-fissurats (sovint mitjançant fatiga). Els assajos poden ser avaluats a través del temps fins a fractura, tot i que és més habitual mesurar el canvi de longitud de l'esquerda amb el temps i així obtenir un gràfic del creixement de l'esquerda en funció del factor d'intensitat de tensions, tal com es mostra en la Figura 13. [ref.6].

El paràmetre que determina quan una esquerda es propagarà no és la tensió nominal al material sinó la intensitat de la tensió a la punta de l'esquerda. Aquesta intensitat es pot expressar com el factor d'intensitat de tensió K (equació 1):

$$K = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad \text{(Equació 1)}$$

on σ és la tensió nominal, a és la llargada de l'esquerda i Y és una funció geomètrica que depèn de la forma del component i de l'orientació de la càrrega relativa a l'esquerda.

Quan la intensitat de tensió la punta de la fissura creix finalment assoleix un valor crític K_{IC} per sobre del qual l'esquerda es propaga de forma estable. Si la càrrega i l'orientació de l'esquerda són com els de la Figura 12, els factors d'intensitat actual i crític són anomenats K_I i K_{IC} . K_{IC} és també anomenada la resistència de fractura del material. Una condició necessària per l'aplicabilitat de la LEFM (*Linear Elastic Fracture Mechanics*) és que la zona plàstica per sobre de la punta de l'esquerda ha de ser petita en comparació amb el gruix del component i la llargada de l'esquerda. Per satisfer aquestes condicions hem de tenir que:

$$B \geq 2.5(K_{IC}/\sigma_y)^2; \quad (2)$$

$$a \geq 2.5(K_{IC}/\sigma_y)^2; \quad (3)$$

On B és el gruix de la mostra i σ_y és el límit elàstic del material (Figura 12).

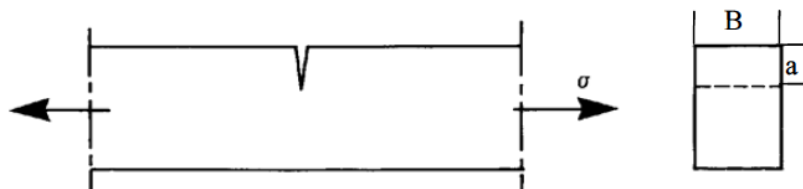


Figura 12. Orientació geomètrica i mida de l'esquerda.

Sota condicions de SCC l'esquerda es propagarà amb intensitats de tensió per sota de les crítiques per condicions de no corrosió (K_I). Per tant, s'ha definit un nou factor d'intensitats de tensió per a la propagació de fissures en SCC, anomenat K_{ISCC} . Quan les equacions (2) i (3) amb K_{ISCC} enlloc de K_{IC} es satisfan, K_{ISCC} és un valor molt útil, més rellevant que el valor lliard de la tensió nominal.

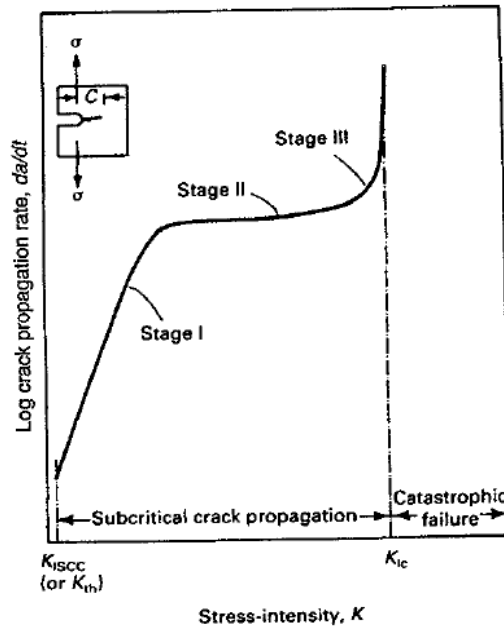


Figura 13. Propagació de l'esquerda en funció del factor K.

A la Figura 13 es mostra la variació de la velocitat de la propagació de l'esquerda (da/dt) en medis on es dona SCC en funció del factor d'intensitat de tensió [ref.5]. A la primera etapa (stage I) es produeix la nucleació i un cert creixement, a la segona s'estabilitza sense créixer i la tercera l'esquerda creix de manera molt ràpida fins a provocar la fractura total del component. En components sotmesos a medis no agressius, es defineix un valor de K_{IC} per sobre del qual es produeix el creixement de fissura, en canvi quan el fenomen de SCC té lloc aquest valor no es pot utilitzar ja que les esquerdes es formen i propaguen a valors molt més baixos de K . Per tant, s'ha de definir un valor de K_{ISCC} el qual defineix la K per sota la qual no es produeix nucleació i propagació de fissures.

Amb una mida donada de defecte iniciador d'esquerda (a) i una funció geomètrica coneguda Y , els valors de K_{IC} i K_{ISCC} es poden utilitzar per calcular la tensió permissible amb l'equació (1) per valors en aire o en un ambient susceptible a corrosió SCC. En condicions de corrosió hem de tenir en compte el defecte de corrosió local més profund que es pugui desenvolupar durant tota la vida prevista del component.

5. Disseny i construcció del sistema d'assaig

5.1 Introducció

Aquest projecte consta de diversos apartats, però principalment es podrien separar en dues fases. La primera fase és el disseny i construcció del sistema d'assaig i la segona és dur a terme uns assajos amb aquest sistema d'assaig per tal de determinar la susceptibilitat al SCC de diversos materials en diferents condicions ambientals. Aquestes dues parts es diferencien clarament i fins i tot podrien ser dos projectes diferents, i és per això que s'explica el disseny i construcció del sistema d'assaig com un apartat molt independent de la resta del projecte.

El disseny i la construcció és el primer pas del projecte, i és totalment indispensable per poder continuar-lo, ja que consisteix en la construcció de l'eina principal que s'utilitzarà a la segona part. I com que, més enllà d'utilitzar-se a la segona part, pot tenir un ús futur molt ampli en el camp d'assajos de tracció en medi líquid, és tant important com la resta del projecte.

5.2 Objectiu

Es vol aconseguir un sistema d'assaig que permeti fer assajos de tracció de provetes circulars en un medi d'aigua calenta en circulació. La idea és reproduir al màxim possible les condicions ambientals del material en ús real (en matrius refrigerades d'estampació en calent) de la manera més senzilla possible, o sigui amb un disseny pràctic i fàcil de construir.

5.3 Idea inicial

Aquest projecte parteix d'unes proves que consistien en el muntatge d'un tupperware al voltant de la proveta (amb forats a dalt i a baix per permetre el seu pas) subjectat sobre l'útil inferior, uns ràcords per l'entrada i sortida d'aigua a la part superior i un bany des d'on s'alimentava d'aigua el taper mitjançant una circulador termostàtic, que escalfava l'aigua i la feia circular fins al tupper per uns tubs. També disposava d'una cubeta entre el tupper i l'útil per recollir possibles pèrdues d'aigua i així protegir la màquina d'assaig (Figura 14).

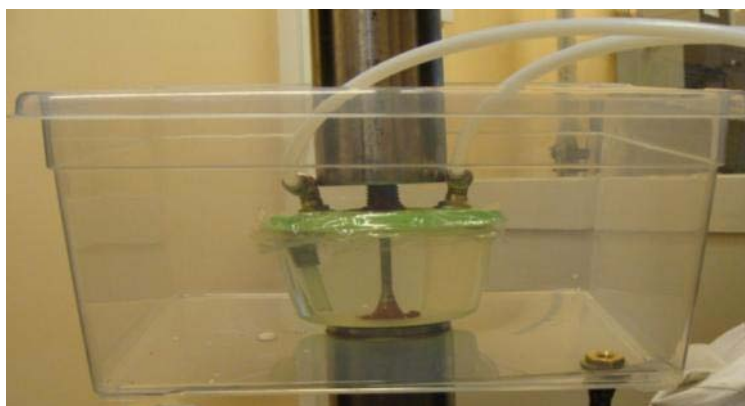


Figura 14. primeres proves.

Es va considerar que, malgrat que aquest sistema de prova fallés en alguns llocs, era una bona base de partida i que l'idea de la circulació d'aigua mitjançant una bomba termostàtica des d'un bany fins a la cel·la podia ser un plantejament adequat, només calia fer-ho amb els elements correctes de la forma adequada.

5.4 Proves

El primer que es fa és muntar uns assajos provisionals amb tappers. Aquests assajos mostren moltes fallades que impossibiliten fer-ne cap de sencer, però així es veuen els punts febles del sistema que s'han de millorar. A la següent taula (Taula 3) es mostren alguns dels problemes trobats i l'idea per resoldre'ls.

Taula 3. Problemes detectats a les proves

Problema	Solució
Segellament de la cel·la al pas superior de la proveta, hi ha una pressió elevada	Cel·la quadrada i entrada i doble sortida d'aigua pels laterals, per evitar tenir pressió a la tapa de la cel·la
Oxidació de l'útil superior degut a l'evaporació d'aigua de la cel·la	Tapa a la cel·la i recobriment de la part de l'útil propera a la cel·la amb pintura de zinc.
Contaminació de l'aigua per ions metàl·lics provinents de les parts metàl·liques del sistema que s'oxiden	Eliminar el màxim possible de parts metàl·liques del sistema; ràcords, bany, termòstat
Pèrdua d'aigua al bany per evaporació	Tapa pel bany
Potència de la bomba del circulador no adequada	Circulador termostàtic amb bomba regulable en cabal.
Resistència a la temperatura de treball	Buscar els materials adequats
Control visual de l'estat de la proveta i del nivell d'aigua tant a la cel·la com al bany	Buscar un material transparent

Es segueixen fent proves fins que es creu que ja es pot dissenyar un sistema que serà el definitiu. Això inclou la cel·la, el bany, tubs, ràcords i el circulador termostàtic. A la següent taula (Taula 4) es mostren els requeriments determinats per cada element del sistema.

Taula 4. Requeriments per cada element del sistema.

Element	Requeriments
Cel·la	Resistència a la T de treball, nivell constant d'aigua, bon segellat, transparència, mínima evaporació,
Bany	Resistència a la T de treball, mínima evaporació, aïllament tèrmic, volum suficient
Cubeta de protecció	Protegir la màquina de les pèrdues, no molestar en el muntatge de la cel·la i la proveta, evacuar les pèrdues,
Canonades i ràcords	Resistència a la T de treball, Fàcil muntatge i desmuntatge, flexibilitat, estanqueïtat,
Circulador termostàtic	Parts metàl·liques de màxima qualitat inoxidable, alta profunditat de funcionament, cabal regulable, control de temperatura

5.5 El materials

En la recerca d'un material adequat per la construcció de les diferents parts del sistema, hi ha els següents requeriments: Resistència a les temperatures de treball, resistència a petits impactes, si pot ser transparència en el cas de la cel·la i bany, alta resistència a la corrosió, nul·la interacció amb l'aigua, aïllament tèrmic, preu ajustat, construcció ràpida.

Els principals candidats que compleixen els requeriments per la fabricació de cel·la i bany són vidres i materials polimèrics. Degut però a la més difícil i cara construcció amb vidre, així com al seu pes i fragilitat, la balança es decanta per un material polimèric. Dins dels polímers el

material més comú per construccions d'aquest tipus és el metacrilat (PMMA), però no compleix un dels requeriments indispensables com és la resistència a les temperatures de treball. És per això que finalment l'escollit és el policarbonat (PC), un polímer amb unes característiques semblants al PMMA però amb una resistència superior a la temperatura i als impactes. L'únic inconvenient respecte el metacrilat és el seu preu superior, és per això que la cubeta de protecció es fa de metacrilat, ja que no ha de suportar temperatures tan elevades.

Pel que fa a les canonades i els ràncords s'utilitzen elements fets del polímer tefló (PTFE), ja que té una elevada resistència a la temperatura i als agents químics, així com una flexibilitat molt pràctica. També s'ha utilitzat una junta de goma feta d'un polímer desconegut però que possiblement és una silicona; originàriament és una goma per juntes d'olles a pressió. També hi ha un petit tram de canonada que és un tub de silicona, és el que va des de la sortida de la bomba fins al ràncord connector de la tapa del bany, i que treballa quasi totalment submergit.

Pel que fa al circulador termostàtic hi ha dos materials en contacte amb l'aigua, un polímer i un acer inoxidable. El cos de la bomba està fet del polímer polipropilè i els suports, resistència escalfadora, sonda de temperatura, marcador de nivell i eix de la bomba estan fets d'acer inoxidable tipus 316 d'alta resistència a la corrosió.

5.6 Dissenys descartats

Durant el procés de definició del sistema d'assaig han estat considerats altres possibles dissenys que, per un motiu o altre s'han descartat. Veure Annex D per més detalls.

5.7 Disseny definitiu

El disseny definitiu té en compte els requeriments de la Taula 3 i es basa en les idees de la Taula 4 per oferir un disseny basat en l'idea inicial però optimitzat per un funcionament correcte en totes les condicions. La cel·la, bany, tapa i peixera són fets construir per una empresa especialista en productes de plàstic, el circulador és comprat a una distribuïdora d'elements per laboratori i les canonades i ràncords a un venedor d'elements per fluids.

5.7.1 La cel·la

Realment hi ha dues cel·les, que són exactament iguals però de diferent altura (degut a que hi ha provetes de dues altures diferents), fabricades en Policarbonat transparent encolat de 3 mm de gruix (Figura 15). La tapa no va encolada ni fixada a la cel·la per cap tipus de subjecció, simplement posada. La cel·la s'aguanta per simple contacte (amb un adhesiu) sobre els cargols que subjecten la cubeta de protecció i per l'encaix amb la proveta, el qual està segellat amb silicona.

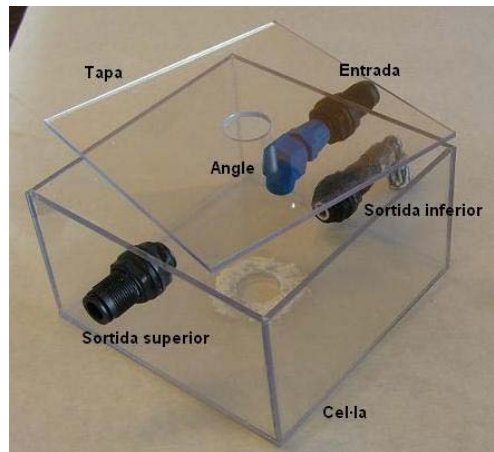


Figura 15. La cel·la de policarbonat.

La cel·la té una entrada d'aigua superior amb un angle que impedeix l'impacte directe del flux d'aigua sortint de la canonada sobre la proveta (fet que podria provocar problemes de corrosió per cavitació) i dues sortides, una de superior i una altra d'inferior. La connexió a les entrades i les sortides es fa a través d'uns ràcords de teflon amb un sistema senzill i ràpid d'encaix als tubs. Veure plànol a l'annex A.

5.7.2 El bany

És una cubeta rectangular de Policarbonat transparent encolat de 8 mm de gruix, que garanteix un bon aïllament tèrmic, resistència mecànica i a la temperatura (Figura 16). Els peus són també de Policarbonat i mantenen el bany separat del terra per minimitzar pèrdues de temperatura. Té un volum màxim de 20'4 litres però no s'omple mai del tot per evitar vessaments. Veure plànol a l'annex A.

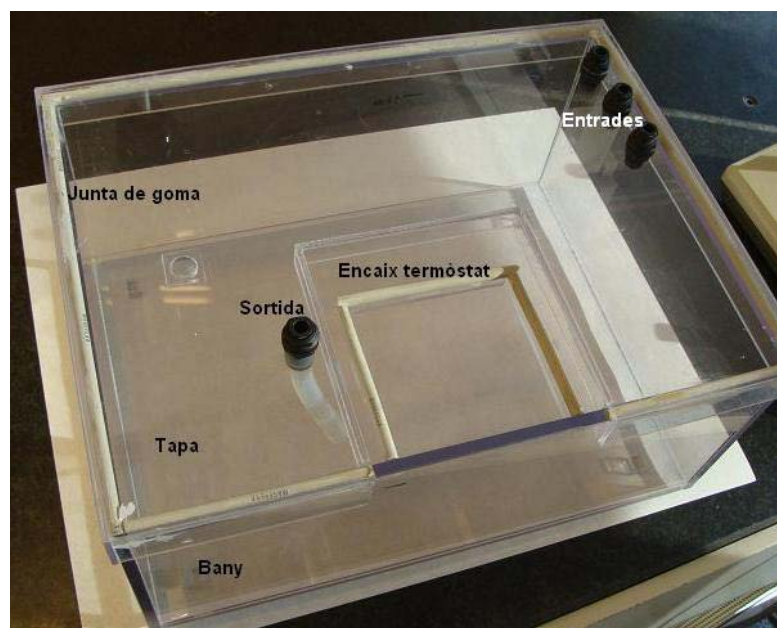


Figura 16. Bany i tapa.

5.7.3 La tapa del bany

La tapa del bany s'avé sobre aquest i té un encaix pel circulador termòstat, així com uns forats per permetre la sortida i entrada d'aigua (Figura 16). Feta també de Policarbonat transparent encolat de 4 mm de gruix, té l'objectiu d'evitar el màxim possible de pèrdues per evaporació. La goma hi és per minimitzar les pèrdues per condensació a la junta. Hi ha una sortida d'aigua provinent del circulador termostàtic i 3 entrades provinents de les sortides de la cel·la i la cubeta de protecció. Veure plànol a l'annex A.

5.7.4 La cubeta de protecció

Feta en metacrilat (PMMA) ja que no ha d'aguantar les mateixes sol·licituds tèrmiques (Figura 17). Es subjecta a l'útil mitjançant 4 cargols i un segellament amb silicona, té una sortida d'aigua per si s'omple i un forat per on travessa el tub de la sortida inferior de la cel·la. Serveix per protegir la màquina de tracció de possibles pèrdues d'aigua de la cel·la. Veure annex A.



Figura 17. Cubeta de protecció muntada a l'útil inferior.

5.7.8 Canonades i ràcords

Canonades de tefló (PTFE) de 8 mm de diàmetre interior. El seu color blanc translúcid permet veure quan s'embruten de corrosió i cal canviar-les.

Els ràcords són també de tefló i permeten un muntatge fàcil a la peça (roscats amb femella a banda i banda, amb junta inclosa) i una ràpida connexió i desconexió dels tubs. El sistema de subjecció del tub té unes petites parts metàl·liques, però estan totes tapades pels propis tubs o per un trosset de tub afegit.

El petit tros de tub entre la bomba i el ràcord de sortida de la tapa és un tub flexible de silicona que permet una fàcil connexió a la bomba. És transparent i de 10 mm de diàmetre interior, i simplement va encaixat tan al ràcord com a la bomba.

5.7.9 Circulador termòstat

És un aparell de la marca Julabo, model ED. És de gamma alta ja que ofereix unes grans prestacions en quant a resistència a l'oxidació, control de temperatura, control de cabal de la bomba, senzillesa de funcionament, control del nivell d'aigua i acabats pràctics i resistents. Es subjecta a la paret lateral del bany mitjançant una pinça.

6. Metodologia experimental

6.1 Assaigs de tracció

6.1.1 Màquina universal d'assaigs

La màquina de tracció utilitzada en aquests estudis és una màquina electromecànica de la casa comercial Instron, model 5585 (Figura 18a). Disposa d'una cel·la de càrrega amb una capacitat màxima de 200 kN i el capçal es desplaça gràcies a 2 visensfins molt llargs accionats per un motor elèctric situat a la base de la màquina. Es controla des d'un panell de control i des de l'ordinador on està connectada, mitjançant el programa "Bluehill 2" (Figura 18b). A la Figura 18a s'hi observen les columnes principals a l'interior de les quals hi ha els visensfins (A), la cel·la de càrrega (B), uns útils mordassa (els quals són diferents als que s'utilitzaran en aquest projecte ja que s'han hagut de ser dissenyat expressament per a aquests assaigs de SCC)(C), el panell de control (D) i l'interruptor principal (E).

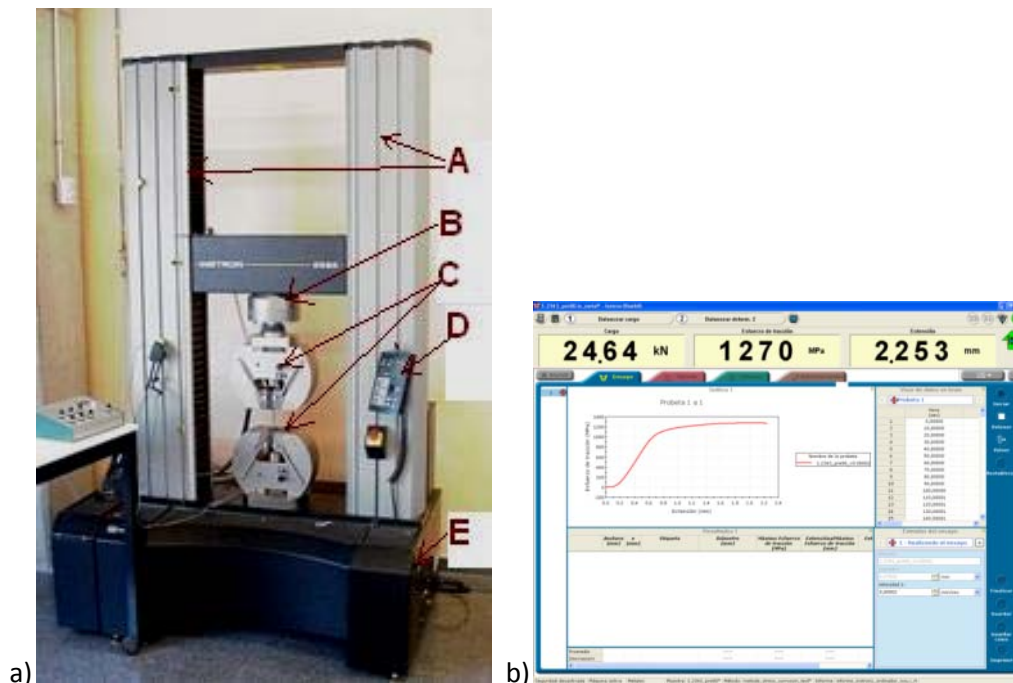


Figura 18. Màquina de tracció i pantalla de seguiment del programa de control "Bluehill 2".

Els assaigs SCC es controlaran per desplaçament tot fixant una velocitat constant del capçal en mm/s i registrant totes les dades de força, tensió, extensió i temps. Aquestes dades seran les que posteriorment s'analitzaran i serviran per avaluar els resultats de l'assaig.

6.1.1.1 Útils

Els útils que s'utilitzaran s'han hagut de dissenyar expressament per a aquest tipus d'assaigs de manera que puguin ser utilitzats pels assaigs que es realitzaran a temperatura i en aire dins de la càmera ambiental com en aigua. L'utilatge (Figura 19) consta de l'útil inferior, collat a la base de la màquina i fixat per una contrafemella, i l'útil superior, encaixat a la cèl·lula de

càrrega mitjançant un passador i també una contrafemella per fixar-lo. A les seves cares enfrontades hi ha una rosca mecanitzada a cada útil a la qual s'hi colla la proveta. A l'útil inferior també hi ha 4 rosques més que serviran per collar-hi la cubeta de protecció dels assaigs SCC.

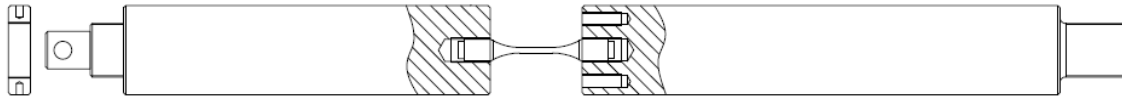


Figura 19. Utilatge en posició horitzontal (d'esquerra a dreta és de dalt a baix).

Aquests útils estan construïts amb un acer d'eina d'alta resistència a la deformació adequat per la construcció d'utilatges. La part inferior de l'útil superior, la que està just sobre la cel·la de corrosió, s'ha hagut de recobrir amb pintura de zinc. Això és degut a que aquesta zona està sotmesa a una mica de vapor d'aigua que s'escapa de la cel·la i d'aquesta manera es protegeix l'útil de la corrosió.

6.1.2 Càmera ambiental

La càmera ambiental és una càmera que permet fer assajos amb la màquina de tracció en aire i fins a temperatura màxima de 450 °C. Aquesta càmera disposa de un ventilador a l'interior que assegura una distribució de temperatura completament homogènia en el seu interior (veure Figura 20). Des d'un petit display es controla la temperatura (en aquest projecte es realitzaran els assaigs 40 i 80 °C) i a través d'una finestreta de vidre es pot observar la proveta.

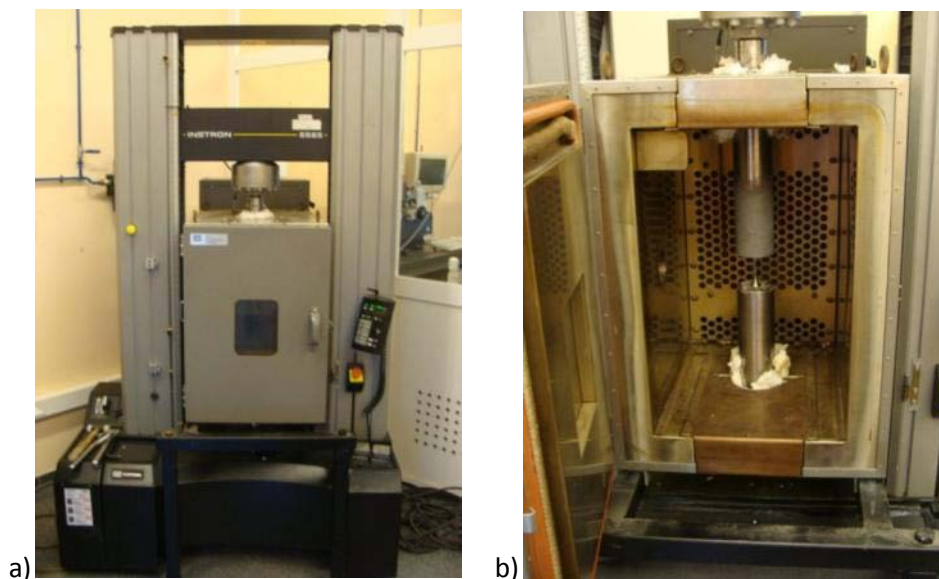


Figura 20. Màquina d'assaig de tracció amb la càmera ambiental instal·lada: (a) aspecte general; (b) interior de la càmera ambiental.

6.1.3 Cel·la SCC

El concepte “cel·la SCC” es refereix a tot el sistema dissenyat per ser muntat a la màquina de tracció i dur a terme assajos per avaluar l'acció de l'Stress Corrosion Cracking (SCC) (Figura 21). Explicat a l'apartat 5 disseny i construcció del sistema d'assaig.

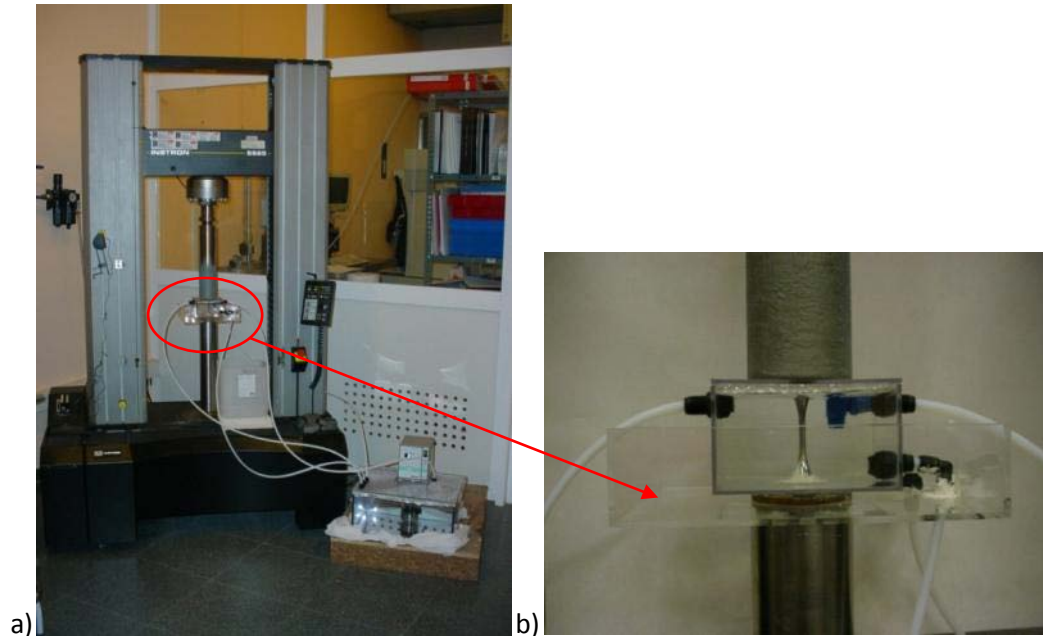


Figura 21. Màquina d'assaig amb el sistema SCC (a) i detall de la cel·la (b).

6.1.4 Provetes

Es disposa d'unes provetes circulars d'un diàmetre de 5mm a la zona calibrada i amb acoblament mitjançant rosca (M20) als útils. La longitud de la zona calibrada així com la longitud total varia en funció del material; les d'1.2343 són 10 mm més llargues que les de 1.2367, cosa que és simplement degut a la diferent quantitat de material disponible. Aquestes provetes estan d'acord amb la norma ASTM G 49 – 85 [ref. 12] sobre preparació de provetes per assajos de SCC, que recomana llargades superiors a 10 mm i espessors superiors als 3 mm a la zona calibrada.

El material de les provetes en estat de recepció no presentava tractament tèrmic per endurir-lo, de manera que primer es va fer un pre-mecanitzat de les provetes. Posteriorment, aquestes foren tractades tèrmicament fins a assolir la duresa necessària (és important destacar que els tractaments tèrmics foren realitzats per la mateixa empresa subministradora de l'acer i que per tant va realitzar tractaments tèrmics convencionals utilitzats en la indústria matricera en general). Un cop tractades tèrmicament, les provetes foren re-mecanitzades fins aconseguir la geometria final. Posteriorment, s'ha hagut de fer un sorrejat a les rosques ja que com a conseqüència del tractament tèrmic, s'ha format cascarilla a les rosques i això impedeix poder rosca correctament les provetes als útils. El sorrejat s'ha realitzat amb una sorrejadora, la qual

mitjançant aire comprimit expulsa grans de sorra per una pistola que permeten arrancar la cascarilla i deixar les rosques netes.

6.1.4.1 Geometria

Com ja s'ha dit es tracta de provetes circulars d'acoblament per rosca, les quals tenen la zona calibrada a la part central i una forma cònica entre la zona central i les rosques. Hi ha dues llargades diferents, corresponents a les diferents llargades de la zona calibrada. Les rosques i les zones còniques són iguals per les dues llargades. Veure plànols a l'annex C.

6.1.4.2 Preparació i polit de les provetes

Per als assaigs de SCC és molt important realitzar un polit de la superfície de les provetes, doncs la presència d'entalles o elevada rugositat concentraria la corrosió en aquestes zones, de manera que els resultats dels diferents assaigs serien difícilment comparables. Així doncs, totes les provetes han estat polides fet que permet eliminar les marques de mecanitzat de la superfície calibrada i deixar-la pràcticament especular. Es poleix amb la màquina de polit de provetes cilíndriques passant la proveta per dos panys diferents, primer un de més rugós i després un de més fi. En el cas d'algunes provetes que presenten ratllades o alteracions superficials més grosses, prèviament al polit s'han desbastat amb un paper de vidre fent-les girar amb el torn. Just abans d'assajar-les es netegen amb alcohol i acetona per tal de treure la resta de grassa i altres substàncies que puguin estar adherides a la superfície de les provetes. Aquesta metodologia està d'acord amb la norma G 129 – 00 [ref.11] d'assajos de velocitat de deformació lenta per ruptures assistides pel medi.

6.2 Inspecció de les provetes assajades

Un cop s'han assajat les provetes, aquestes han estat immediatament netejades amb etanol per tal de treure les restes d'aigua que puguin haver quedar a les superfícies de fractura, i per tant evitar una oxidació addicional de la superfície de fractura fet que dificultaria l'observació de l'aspecte de la superfície de fractura.

6.2.1 Microscopi estereogràfic

Totes les mostres han estat inspeccionades mitjançant un microscopi estereogràfic Olympus SZX10 (fins a 63x). S'ha estudiat principalment la superfície lateral de les provetes i s'ha determinat la presència o no de picadures i esquerdes. També s'han observat les superfícies de fractura i, en alguns casos s'ha determinat el punt/punts d'iniciació de la fractura.

6.2.2 Microscopi òptic

S'han preparat mostres metal·logràfiques per tal d'avaluar el recorregut de les fissures cap a l'interior del material (i.e. si es produïa ramificacions típiques del SCC) i la incidència de la corrosió també cap a l'interior del material. Per fer-ho les provetes han estat seccionades, tant a nivell longitudinal com a nivell circumferencial i posteriorment s'han posat en bakelita per tal

de ser polides mecànicament. Un cop es té la mostra embaquelitada es passa al desbast i al polit utilitzant una seqüència de papers de SiC i després una suspensió de diamant de 3 i μm , fins aconseguir un polit totalment mirall. En aquest punt les mostres ja estaran a punt per ser observades amb el microscopi òptic.

Es disposa d'un microscopi òptic de llum reflectida, marca Nikon model Epiphot 200 amb augments des de 50x fins a 1000x. Porta incorporada una càmera connectada a un ordinador i a un software de tractament d'imatges per tal d'extreure les imatges convenients.

6.2.3 Microscopi electrònic de rastreig (SEM)

Es disposa d'un microscopi electrònic de rastreig Field Emission (FE-SEM) de la casa comercial ZEISS, model Ultraplus (Figura 24). Totes les superfícies de fractura seran inspeccionades amb aquest microscopi i es determinarà l'inici i el mecanisme de fractura.

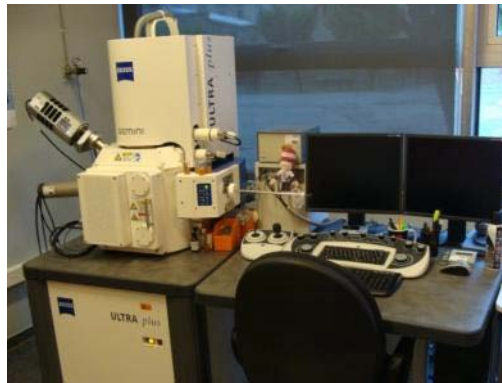


Figura 22. El microscopi electrònic de rastreig.

6.2.4 Caracterització microestructural i duresa

S'obtenen mostres dels dos materials (1.2343 i 1.2367) tallant un tros de les rosques de provetes ja assajades. S'embaqueliten, es desbasten i es poleixen seguint la mateixa seqüència que per les mostres pel microscopi òptic. Seguidament s'ataquen amb Nital 2 (solució d'àcid nítric al 2% en etanol) fins aconseguir veure correctament la microestructura, la qual s'observa amb el microscopi òptic.

Per altra banda també es mesura la duresa dels dos materials amb un microduròmetre Vickers utilitzant una càrrega de 2 kg sobre les mateixes mostres embaquelitades. Es calcula la duresa com el promig de 5 mesures en diferents llocs de la mostra.

6.3 Metodologia assaigs SCC

La determinació del mètode d'assaig SCC s'ha basat per una banda en la simulació de les condicions reals de treball d'aquest material (veure apartat 1.1 introducció) i en l'estudi dels diferents mètodes existents (veure apartat 3.2 assaigs SCC), i s'ha construït l'utilatge necessari per realitzar-los en les condicions desitjades (veure apartat 5).

6.3.1 Simulació de les condicions reals

En estudis previs realitzats pel departament de simulació del CTM Centre Tecnològic, es van simular les sol·licitacions termomecàniques als utilatges mitjançant elements finits, tenint en compte la transferència de calor, els contacte entre l'eina i la planxa, la pressió mantinguda, els sistemes d'extracció de calor i els temps de cicle. La Figura 25 mostra un esquema de la matriu d'estampació en calent simulada i la posició dels canals de refrigeració estudiats. En aquest estudi es va simular el material 1.2344, el qual també és un acer d'eines per a treball en calent, amb diversos diàmetres de conducte i distància conducte – superfície.

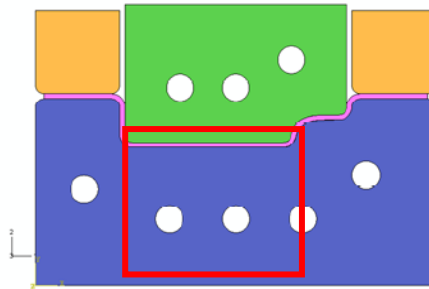


Figura 23. Esquema de la matriu d'estampació en calent simulada i detall dels canals de refrigeració estudiats.

La Figura 26 i Figura 27 mostren les sol·licitacions tèrmiques a les que està sotmès el material a la zona del circuits de refrigeració; entenent com a exterior la part del conducte més propera a la superfície de la matriu en contacte amb la xapa calenta, i com a interior la part del conducte més llunyana d'aquesta superfície. Es presenten 4 casos diferents de diàmetre dels conductes de refrigeració i de la distància conducte- superfície; veure Taula 5.

Taula 5. Casos diàmetre- distància simulats.

	Cas 1	Cas 8	Cas 10	Cas 12
Diàmetre (mm)	8	12	8	20
Distància (mm)	8	12	20	20

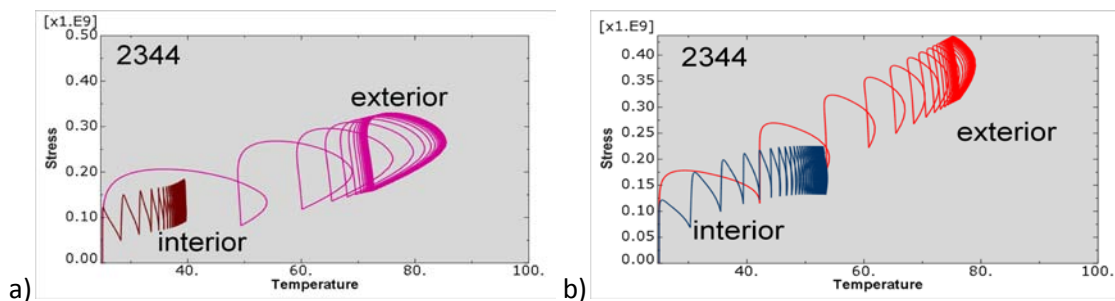


Figura 24. Simulació dels casos: (a) 1 i (b) 8.

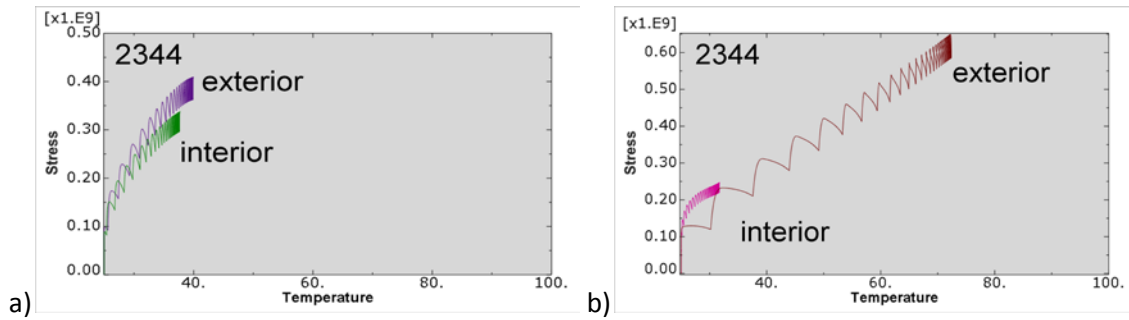


Figura 25. Simulació dels casos: (a)10 i (b) 12.

A partir d'aquests estudis es va determinar que per l'acer 1.2344 les temperatures assolides a la zona exterior eren al voltant de 80 $^{\circ}\text{C}$, arribant com a màxim a uns 85 $^{\circ}\text{C}$. En canvi, a la zona interior les temperatures eren al voltant dels 40 $^{\circ}\text{C}$. Així doncs, aquests dos valors de temperatura són els valors que s'utilitzaran en aquest projecte per a avaluar la susceptibilitat de diferents materials de treball en calent al fenomen de SCC.

6.3.2 El mètode d'assaig escollit

S'ha escollit el mètode *assaig a velocitat de deformació constant* (veure apartat 3.2.3), ja que permet fer uns assajos ràpids (2 dies màxim), controlar la càrrega aplicada en tot moment i treure unes corbes tensió – desplaçament que serveixin per, juntament amb el temps necessitat per la fractura i el seu aspecte metal·logràfic, comparar l'efecte de l'SCC entre materials i condicions.

La Taula 6 descriu els principals paràmetres que s'han utilitzat per a portar a terme els assaigs de tracció tant en aire (càmera ambiental) com en aigua (cel·la de corrosió). Cal remarcar que els paràmetres del mètode estan d'acord amb la norma ASTM G 129 – 00 [ref.11].

Taula 6. Paràmetres del mètode escollit.

Control per desplaçament del capçal a velocitat constant
Velocitat de desplaçament del capçal de 0.00002 mm/s
Adquisició de dades cada 8 segons (10 en els assajos més llargs)
Adquisició de dades de temps (s), càrrega (kN), desplaçament (mm) i tensió (MPa)
Càrrega màxima rebuda per la proveta durant el repòs: 20 N
Assaigs a temperatures de 40 i 80 $^{\circ}\text{C}$

6.3.3 Muntatge assaigs SCC

Primer es munta la cubeta de protecció a l'útil inferior, després la proveta, la cel·la, es segella la junta entre la cel·la i la proveta amb silicona i es posa la tapa de la cel·la i l'útil superior. Llavors s'escalfa l'aigua de dins el bany i, un cop assolida la temperatura desitjada, es procedeix al bombeig continu de l'aigua cap a la cel·la de corrosió on hi ha la proveta. Posteriorment s'esperarà un mínim d'una hora, previ a l'inici de l'assaig de tracció, per tal d'assegurar que la proveta i les mordasses han assolit l'equilibri tèrmic. Durant aquest període

de temps, la proveta es va dilatant, de manera que la màquina d'assaig estarà programada fent que la càrrega a la proveta sigui en tot moment entorn a zero, del contrari, la proveta seria sotmesa a esforços de compressió.

6.4 Metodologia assaigs càmera ambiental

Els assaigs amb la càmera ambiental tenen l'objectiu de d'assajar les provetes de manera que estiguin en les mateixes condicions que en els assaigs SCC excepte el medi, que en aquest cas és aire, amb l'intenció de poder comparar entre uns assaigs i els altres i determinar l'efecte del medi sobre el comportament del material. Per tant la resta de paràmetres de l'assaig seran exactament iguals que en els assaigs SCC, des de la velocitat de desplaçament del capçal a la temperatura.

6.5 Càmera humidostàtica

Es fan uns assaigs dels materials en una càmera humidostàtica (o Cambra Kesternich) marca Dycometal, model VCK-300 per poder comparar la seva resistència a la corrosió general en un estat lliure de tensions. Tan sols podem fer aquests assaigs a la temperatura de 40°C, i no a la de 80°C, degut a que el dispositiu no arriba a aquesta temperatura. Aquesta càmera permet crear una atmosfera saturada d'humitat a temperatura controlada. S'ha utilitzat la mateixa aigua desionitzada que la utilitzada pels assaigs de SCC. Per a la realització d'aquests assaigs, s'han preparat provetes cilíndriques dels diferents materials i s'han polit mecànicament amb papers de SiC fins a 4000. Posteriorment, han estat netejades amb etanol en ultrasons, per tal d'eliminar qualsevol tipus de residu present a la superfície de la proveta. Seguidament les provetes han estat penjades verticalment dins de la càmera humidostàtica i s'han realitzat inspeccions visuals i amb microscopi estereogràfic a intervals curts de temps per a tal de determinar l'inici i evolució de la corrosió. Les mostres s'observen al cap d'1 hora, 2 hores, 5 hores, 24 hores i finalment al cap de 48 hores.

6.5.1 Assaigs càmera ambiental precorrosionats

Addicionalment, es faran assaigs a tracció amb la càmera ambiental, de provetes que hauran estat prèviament dins la càmera humidostàtica, per tal de provocar-los-hi corrosió general. Això servirà per comprovar que la fragilització soferta per les provetes no és deguda a la corrosió general (uniforme o picadures) sinó que efectivament és degut a l'SCC.

Per precorrosionar les provetes de tracció, aquestes simplement es penjaran dins la càmera humidostàtica a 40°C i al cap de 45 hores (la duració màxima dels assaigs) es treuran i s'eixugaran. Però precorrosionar les provetes a 80°C no és possible utilitzar la càmera humidostàtica degut a la limitació de temperatura de la màquina; en aquest cas es sotmetrà la proveta 40 hores dins del bany a 80°C amb aigua desionitzada circulant.

6.6 Aigües i inhibidor

Els assaigs SCC es duen a terme en diferents medis aquosos. Principalment es duen a terme amb aigua desionitzada, la qual és relativament poc agressiva degut a la seva baixa conductivitat. També es duen a terme alguns assajos en aigua de xarxa, però pocs perquè és tan agressiva en tots els materials que de seguida es descarta com a medi a estudiar. Finalment es fa un assaig utilitzant un inhibidor de corrosió, el qual s'afegeix a l'aigua desionitzada per tal de veure si poden ser efectius per protegir de l'SCC.

6.6.1 Aigua de xarxa

S'ha utilitzat l'aigua de xarxa del CTM, la qual és aigua de la xarxa de Manresa que distribueix l'empresa Aigües de Manresa. És altament agressiva amb els materials assajats, sobretot a alta temperatura. Se n'han analitzat els clorurs, el pH i la conductivitat prenent-los com els paràmetres clau en el seu efecte corrosiu (veure Taula 7).

Taula 7. Resultats analítics de l'aigua de xarxa de Manresa.

	Clorurs (mg Cl/l)	pH (unitats pH)	Conductivitat ($\mu\text{S/cm}$)
Aigua de xarxa	37.26	7.7	570

6.6.2 Aigua desionitzada

També coneguda com *aigua desmineralitzada*, és aigua a la qual se li han tret els seus ions tals com els cations de sodi, calci, ferro o coure i anions com clorurs o bromurs. La desionització és un procés físic que fa servir resines de bescanvi d'ions que filtren l'aigua alliberant-la de les sals minerals. S'obté una aigua de puresa similar a la destil·lada, però no treu molècules orgàniques sense càrrega elèctrica ni virus ni bacteris excepte els pocs que puguin quedar atrapats en el filtre. Tampoc elimina els ions OH^- i H_3O^+ procedents de l'autoionització de l'aigua.

L'aigua desionitzada s'obté per un procés molt més barat i ràpid que el de l'aigua destil·lada, donant unes prestacions en molts casos equiparables. La Taula 8 mostra els resultats analítics de l'aigua desionitzada utilitzada en aquests estudis.

Taula 8. Resultats analítics de l'aigua desionitzada utilitzada.

	Clorurs (mg Cl/l)	pH (unitats pH)	Conductivitat ($\mu\text{S/cm}$)
Aigua desionitzada	1.68	6	7.84

6.6.3 Inhibidor de corrosió

Els inhibidors són additius que es posen a l'aigua desionitzada i que tenen com a objectiu reduir la capacitat corrosiva de l'aigua, és a dir, reduir el seu potencial de bon electròlit. Això ho fan reduint-ne paràmetres com la reactivitat, conductivitat, pH o concentració d'oxigen.

L'inhibidor utilitzat és de la companyia PROQUIMIA i consta de dos productes, un segrestador d'oxigen anomenat VAPEN 280 i un inhibidor pròpiament dit anomenat VAPEN 111:

VAPEN 280: Líquid incolor de densitat 0.99 g/cm^3 i pH 8.5 a l'1%. Formulats a base de dietilhidroxilamina (DEHA), té una excel·lent reactivitat amb l'oxigen formant nitrògens,

acetats i aigua. És altament volàtil i promou la formació d'una capa passivant de magnetita. Cal posar 18 ppm de VAPEN 280 per cada 1 ppm d'oxigen dissolt a l'aigua.

VAPEN 111: Líquid transparent de color groc de densitat 1.08 g/cm³ i pH 11.5 a l'1%. Formulats a base de zinc (II), molibdat sòdic, terpolímer sintètic, àcid fosfònic i tolitriazol, que donen propietats com a inhibidor catòdic (zinc), inhibidor anòdic (molibdat), poder dispersant (terpolímer) o reductor de la duresa de l'aigua (àcid fosfònic). Cal posar 2 grams de VAPEN 111 per cada litre d'aigua.

6.6.3.1 Dosi d'inhibidor afegida

S'ha mesurat amb una sonda d'oxigen la concentració d'oxigen a l'aigua desionitzada a 80°C, donant un valor de 6 mg/l. Tenint en compte que s'han de posar 18 ppm de VAPEN 280 per cada 1 ppm de VAPEN 111 i que el bany té un volum de 20 litres, s'afegeixen **2.16 grams de VAPEN 111** al circuit d'aigua.

Pel que fa a l'inhibidor VAPEN 280, calen 2 grams per litre d'aigua, per tant s'afegeixen un total de **40 grams de VAPEN 280** al circuit d'aigua.

6.7 Materials

6.7.1 Acer 1.2343

L'acer 1.2343 (H11 segons la nomenclatura AISI) és un acer d'eina per treball en calent basat en Crom (veure composició química en la Taula 9). Té una composició relativament baixa en carboni i una bona tenacitat i enduriment en profunditat donat per trempat en aire en el tractament tèrmic. Se li pot donar forma per mecanitzat i forjat, i es pot soldar mitjançant els mètodes convencionals. L'acer 1.2343 presenta una bona tenacitat amb alta resistència fins i tot a altes temperatures, així com també una excel·lent homogeneïtat, alt nivell d'isotropia, bona maquinabilitat, alta resistència a l'impacte i facilitat de polit.

6.7.1.1 Composició

La composició química de l'acer 1.2343, es detalla a la Taula 9.

Taula 9. Composició química en pes (%) de l'acer 1.2343.

C	Mn	Si	Cr	Mo	V	P	S
0.36-0.42	0.30-0.50	0.90-1.20	4.80-5.50	1.10-1.40	0.25-0.50	0.02max	0.02max

6.7.1.2 Aplicacions

És un metall dissenyat pel moldeig per fosa de metalls i aliatges lleugers (alumini), per forja d'acers i metalls no fèrrics (per exemple coure) i els seus aliatges, per extrusió de tubs i perfils de metalls lleugers, per fosa i processat de diversos plàstics i per processat de vidre.

També és sovint usat per parts estructurals molt tensionades com ara el tren d'aterratge dels avions.

6.7.1.3 Característiques

Resisteix l'estovament fins a temperatures de 500 °C mantenint una bona ductilitat i tenacitat fins a alts nivells de tensió i es distingeix per la seva resistència a la tracció i tenacitat en calent així com per la seva resistència al revingut.

La Taula 10 mostra diferents valors de les propietats mecàniques d'aquest material.

Taula 10. Propietats mecàniques de l'1.2343 a 44 HRc.

Temperatura	Resistència a la tracció	Límit elàstic 2%	Allargament a 50 mm	Reducció d'àrea	Resiliència Charpy V
293 K	1390 MPa	1290 MPa	12.5 %	50.6 %	39 J
373 K	1350 MPa	1180 MPa	12.8 %	50.8 %	-

6.7.1.5 Microestructura

La Figura 28 mostra la microestructura del material 1.2343 utilitzat en aquest projecte. Tal com es pot veure en aquestes imatge, el material presenta una microestructura típicament martensítica.

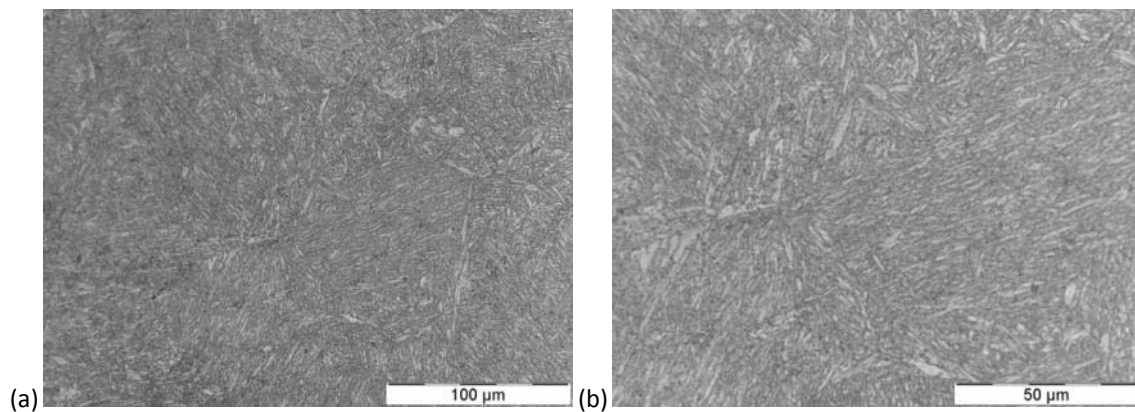


Figura 26: Microestructura acer 1.2343 a: (a) 500x i (b) 1000x.

6.7.1.7 Duresa

La Taula 11 mostra els resultats de duresa Vickers obtinguts pel material 1.2343.

Taula 11. Taula dureses HV 2 kg obtinguda experimentalment, i conversió en HRc, per a l'acer 1.2343.

nº mesura	1	2	3	4	5	mitja
HV 2kg	406,5	399,5	395,7	399,3	405	401,2
HRc	41,45	40,75	40,37	40,73	41,3	40,92

6.7.1.8 Resistència a la corrosió

Es posa una mostra del material durant 48 hores en un ambient d'humitat 100% a 40°C i se'n treuen imatges periòdicament per avaluar-ne la susceptibilitat a la corrosió. Tal com es pot

veure en la Figura 29 i Figura 30, el material presenta corrosió en forma de picadures al cap d'una hora d'assaig. Al cap de 48 hores, la corrosió es fa més generalitzada.

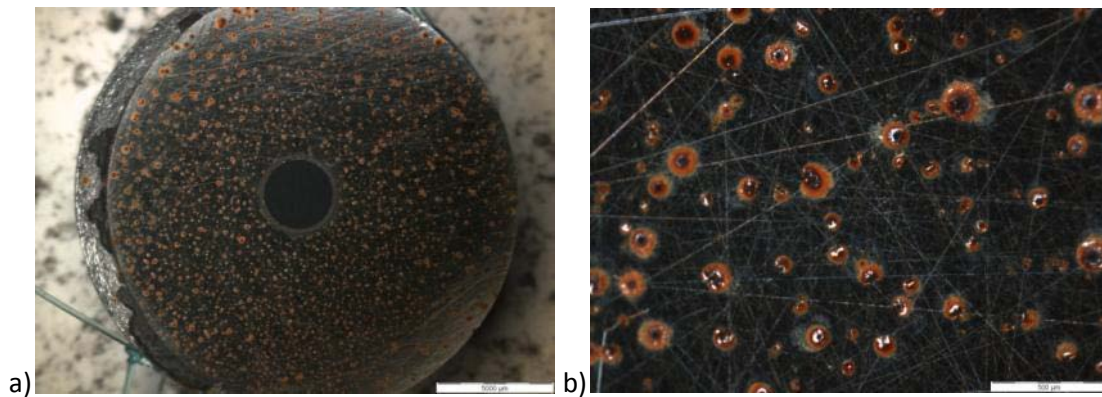


Figura 27. (a)Estat de la mostra de 1.2343 al cap d'1 hora, (b)detall.

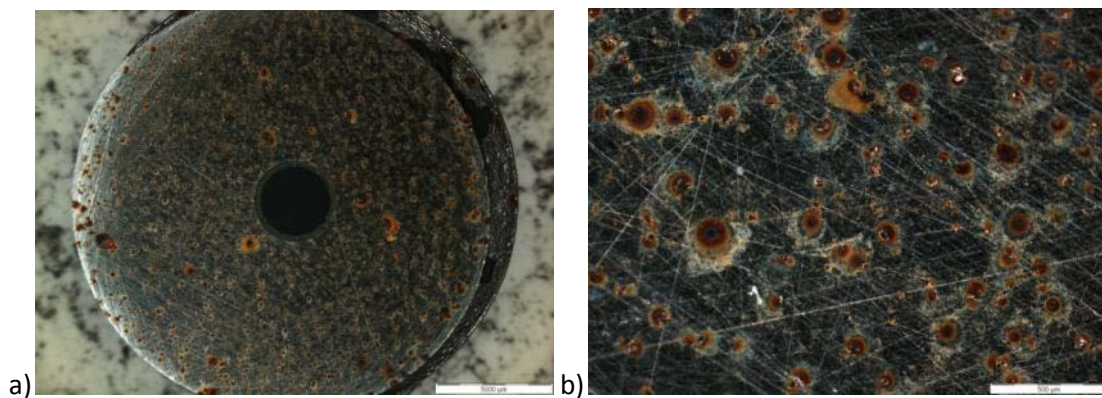


Figura 28. (a)Estat de la mostra de 1.2343 al cap de 48 hores, (b)detall.

6.7.2 Acer 1.2367

L'acer 1.2367 és un acer d'eina per treball en calent. Acer d'enduriment secundari amb alta resistència i alta resistència al desgast en calent. Alt enduriment i tenacitat. Les eines poden ser refrigerades amb aigua.

6.7.2.1 Composició

La composició química de l'acer 1.2367, es detalla a la Taula 12.

Taula 12. Composició química en pes (%) de l'acer 1.2367.

C	Mn	Si	Cr	Mo	V	P	S
0.35-0.40	0.30-0.60	0.30-0.50	4.70-5.20	2.70-3.30	0.40-0.70	0.02max	0.02max

6.7.2.2 Aplicacions

Eines resistents al desgast, eines per moldeig pressuritzat, eines de premsa per metalls lleugers i pesats, motlles de termoplàstics i termoestables, forja i estampació en calent, encluses, laminació en calent, tall en calent.

6.7.2.3 Característiques

Gran tenacitat, elevat grau de polit i deformació en tremp controlada i uniforme. Gran resistència a la fatiga tèrmica.

La Taula 13 mostra diferents valors de les propietats mecàniques d'aquest material.

Taula 13. Propietats mecàniques de l'acer 1.2367 a 48.5 HRc.

Temperatura	Resistència a la tracció	Límit elàstic 2%	Allargament a 50 mm	Reducció d'àrea	Charpy sense entalla
293 K	1590 MPa	1420 MPa	8 %	38 %	295 J
373 K	1570 Mpa	1410 MPa	8 %	38 %	-

6.7.2.6 Microestructura

L'acer 1.2367 estudiat en aquest projecte presenta una estructura martensítica, tal com es mostra en la Figura 31

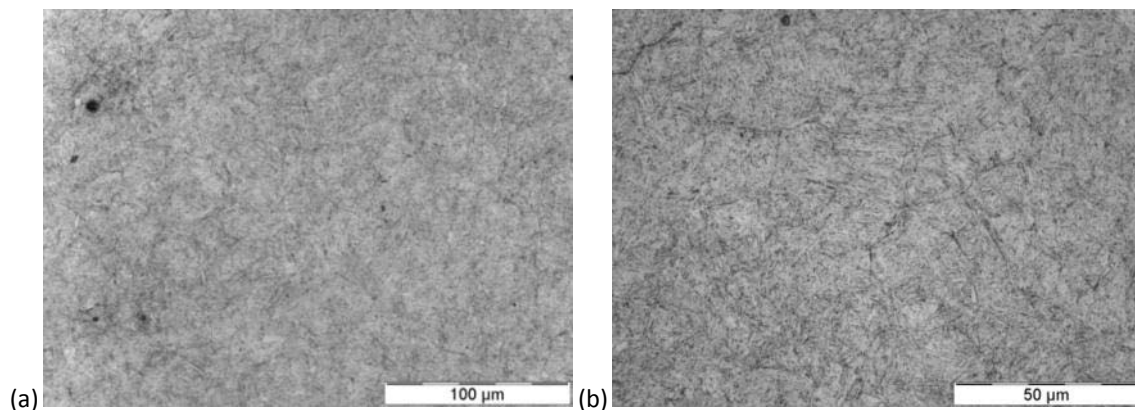


Figura 29. Microestructura acer 1.2367: (a) 500x i (b) 1000X.

6.7.2.7 Duresa

La Taula 14 mostra els resultats de duresa Vickers obtinguts pel material 1.2367.

Taula 14. Taula dureses HV 2 kg obtinguda experimentalment, i conversió en HRc per a l'acer 1.2367.

nº mesura	1	2	3	4	5	mitja
HV 2kg	540,1	552,9	547,4	545,6	553,5	547,9
HRC	51,7	52,5	52,2	52,1	52,5	52,2

6.7.2.7 Resistència a la corrosió

Es posa una mostra del material durant 48 hores en una ambient d'humitat 100% a 40 °C i se'n treuen imatges periòdicament per avaluar-ne la susceptibilitat a la corrosió. Tal com es mostra en la Figura 32 i Figura 33, al cap d'una i 48 hores d'assaig el material 1.2367 no presentava cap mena de picadura en la superfície de la proveta. Únicament es van observar zones amb corrosió vermella fruit de l'oxidació del ferro, en zones a la rosca de la proveta les quals estaven pre-oxidades com a conseqüència del tractament tèrmic, i per tant ofereixen una menor resistència a la corrosió.

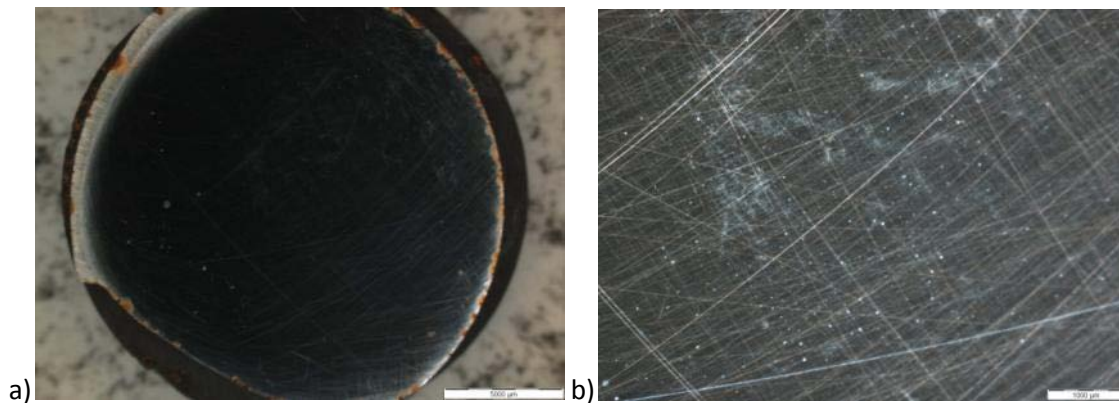


Figura 30. (a) Estat de la mostra al cap 1 hora, (b) detall.

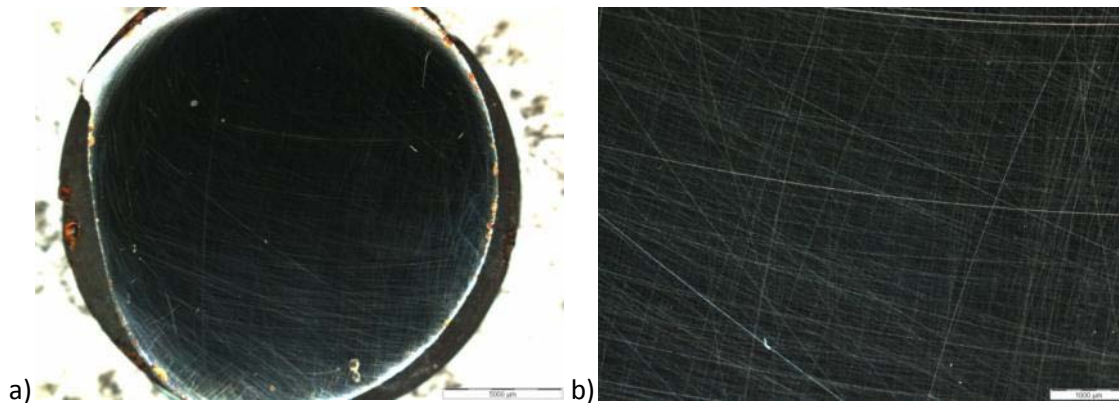


Figura 31. (a) Estat de la mostra al cap de 48 hores, (b) detall.

7. Resultats assaigs SCC

Tots els assaigs han estat fets seguint el mètode explicat a l'apartat 6.3.

En primer lloc, s'han realitzat una sèrie d'assaigs a les temperatures de 40 i 80 °C en aire, utilitzant la càmera ambiental. Els resultats d'aquests assaigs s'utilitzaran com a comportament de referència del material, i per tant, mitjançant la comparació d'aquests resultats amb la resposta obtinguda en aigua permetran determinar la susceptibilitat del material al medi.

A continuació es presenten els resultats obtinguts dels materials 1.2367 i 1.2343 assajats en aigua desionitzada a 40 i 80 °C. Els resultats es compararan amb els resultats obtinguts en aire. Posteriorment, es mostraran els resultats obtinguts utilitzant aigua de xarxa com a medi agressiu. Finalment, s'estudiarà el comportament de provetes pre-corrosionades en aigua desionitzada i a temperatura (durant un període de temps igual al temps que dura un assaig, i.e. entorn a 40 hores), en el seu comportament a tracció en temperatura.

7.1. Assaigs 1.2367 aigua desionitzada

7.1.1. assaigs mecànics

La Figura 34 mostra les corbes tensió –desplaçament obtingudes per l'acer 1.2367 assajat en aire i en aigua desionitzada, a les dues temperatures: 40 i 80 °C. Tal com es pot veure en aquesta gràfica, a 40°C, el comportament en aire i en aigua és pràcticament igual. En canvi, al augmentar la temperatura, es produeix una significativa reducció de l'allargament de la proveta en aigua.

En la Taula 15 es mostren els resultats obtinguts en cada una de les condicions temperatura-medi. Destacar, que aparentment, a 40 °C el material 1.2367 no mostra a nivell mecànic signes de SCC, però en canvi sí que ho fa a 80 °C, fet que es corroborarà posteriorment mitjançant inspecció fractogràfica per SEM.

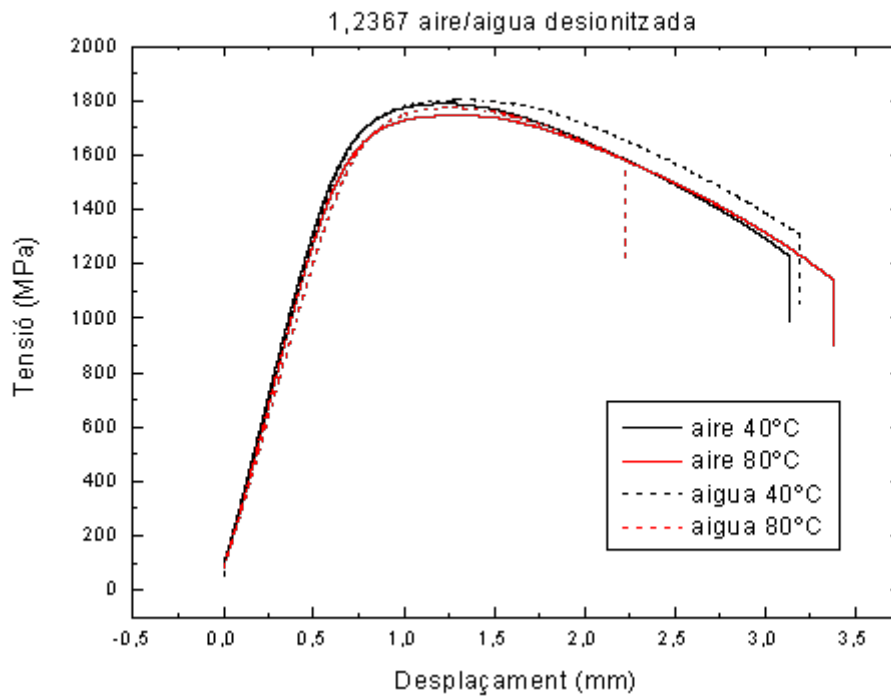


Figura 32: Corbes tensió – desplaçament

Taula 15. Resultats dels assaigs en aigua desionitzada i aire per l'acer 1.2367.

Assaig	Aire 40°C	Aigua 40°C	Aire 80°C	Aigua 80°C
Temps (h)	43.6	44.3	47.0	30.9
Allargament (mm)	3.14	3.19	3.38	2.22
Tensió max. (MPa)	1788	1802	1746	1774
Tensió fract. (MPa)	1224	1305	1135	1580
Relació allargament aigua/aire		1.016		0.657

7.1.2 Superfícies laterals proveta

La Figura 35 mostra l'aspecte de la superfície de la proveta després d'haver estat assajada en aigua desionitzada en aire i en aigua desionitzada a 40 °C, respectivament.

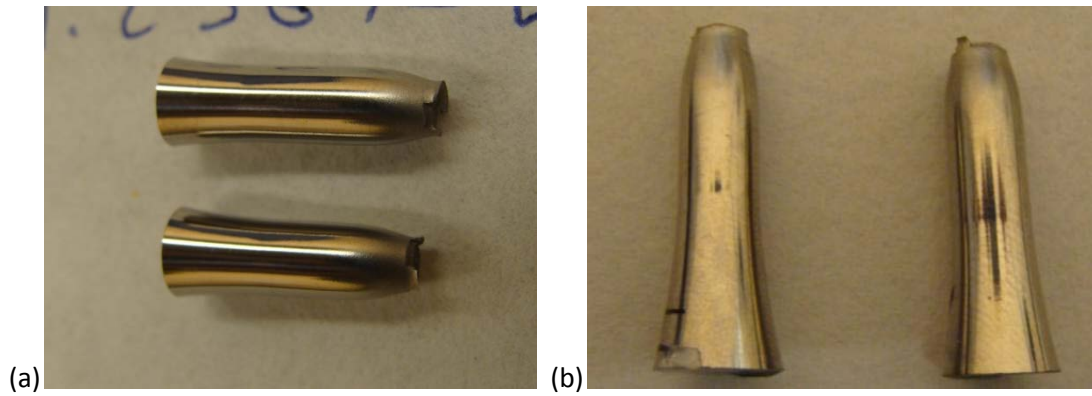


Figura 33. Aspecte de la proveta01.2367 fracturada a 40 °C: (a) aire i (b) aigua desionitzada.

La Figura 36 mostra la superfície lateral de les provetes assajades en aire i en aigua desionitzada a 80 °C. En l'assaig en aire la proveta ha trencat pel coll de la zona d'estricció, tal com és habitual en les fractures dúctils (Figura 36a). En canvi en l'assaig en aigua desionitzada es veu que, malgrat que hi ha hagut estricció, la proveta ha trencat fora del coll, d'una manera molt més fràgil (Figura 36b). A més, a la superfície lateral d'aquesta proveta també s'hi va poder observar la presència d'algunes picadures, tal com es mostra en la Figura 37.

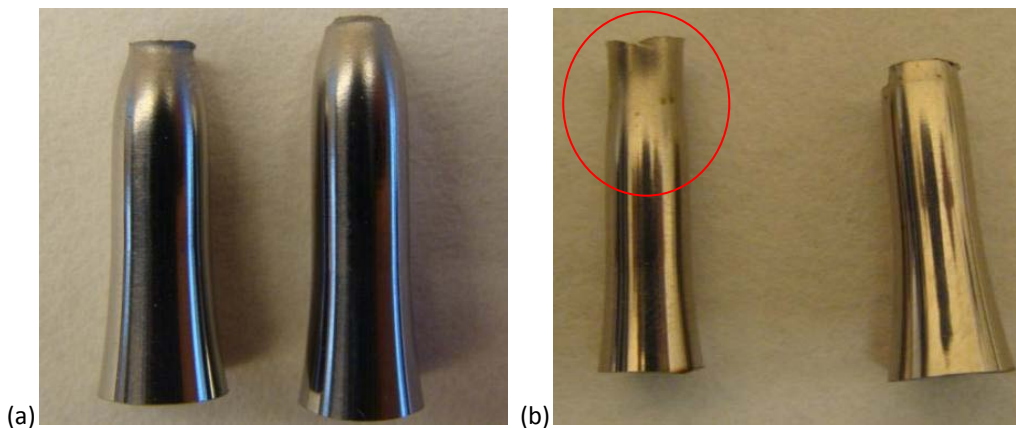


Figura 34: Aspecte proveta fracturada a 80 °C: (a) en aire i (b) en aigua desionitzada.

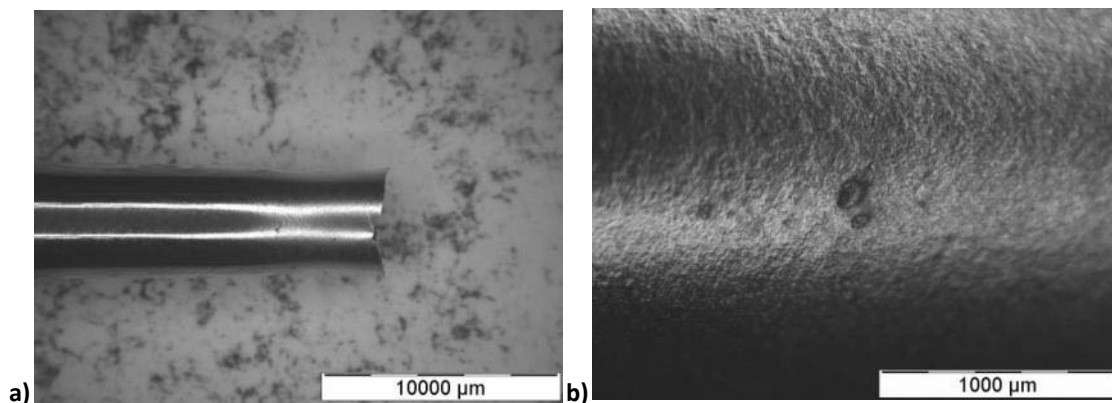


Figura 35: Imatge amb la lupa: (a) coll d'estricció (b) picadura.

7.1.3 Estudis fractogràfics

7.1.3.1 Mostra assajades a 40 °C

a) Mostra assajada en aire

L'aspecte de la superfície de fractura de la mostra assajada en aire a 40 °C és mostrat en la Figura 38. En aquesta proveta no s'ha pogut observar un únic punt d'iniciació de la fractura, tal com es pot veure en la Figura 38. La superfície de fractura presenta un caràcter marcadament dúctil amb la presència de cavitats tipus copa-conus i sovint es pot veure la presència de carburs secundaris en el seu interior.

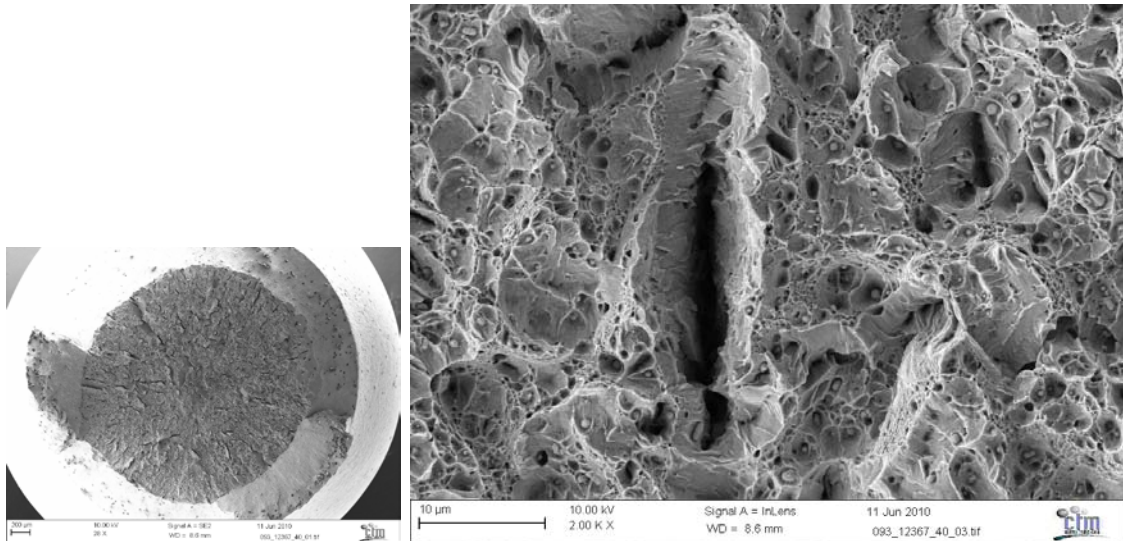


Figura 36: Superfície de fractura de la proveta de 1.2367 assajada en aire a 40°C.

b) Mostra assajada en aigua desionitzada

La Figura 39 mostra l'aspecte de la superfície de fractura de la proveta d'acer 1.2367 assajada en aigua desionitzada a 40 °C. Tal com es pot veure en aquestes imatges, la superfície de fractura conserva el caràcter marcadament dúctil, similar al desenvolupat en aire.

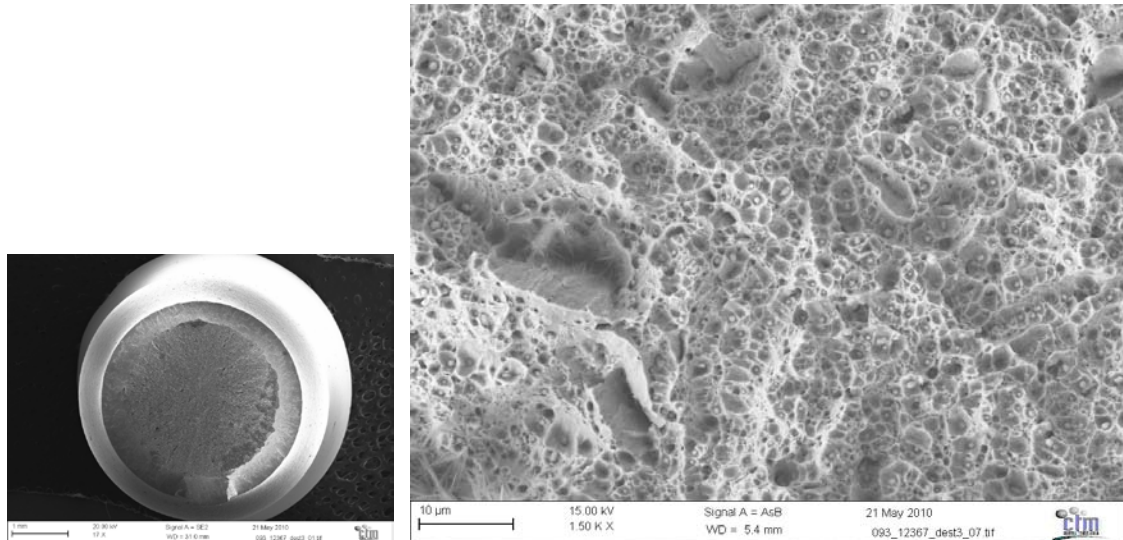


Figura 37. Superfície de fractura de la proveta de 1.2367 en aigua desionitzada a 40 °C.

7.1.3.2 Mostra assajades a 80 °C

a) Mostres assajades en aire

La proveta de 1.2367 assajada en aire a 80°C no presentava una zona d'inici de fractura (veure Figura 40). En aquestes imatges queda completament palès l'aspecte completament dúctil de la fractura.

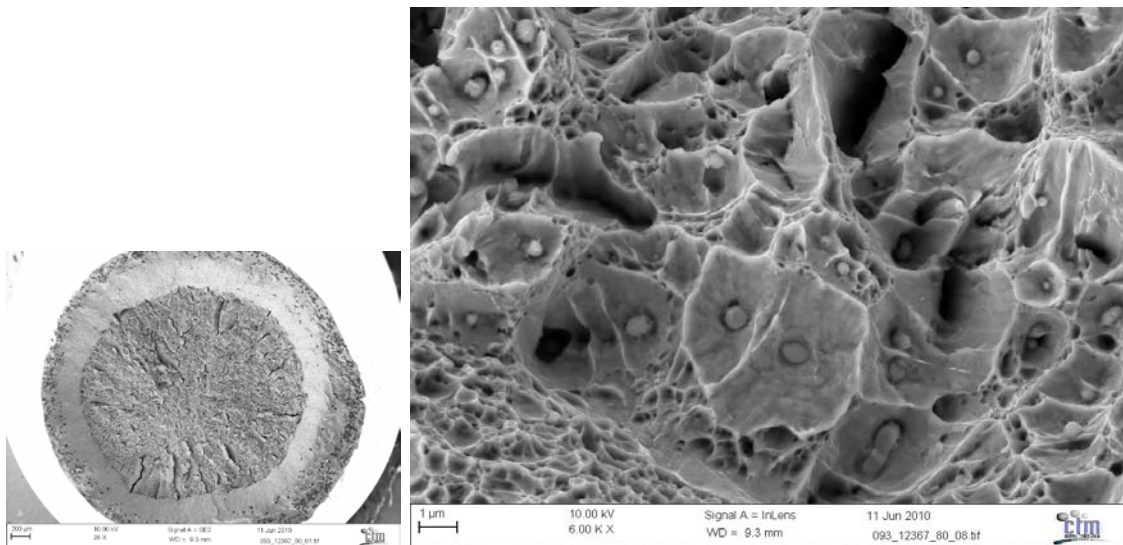


Figura 38. Superfície de fractura, sense zona d'inici, típica fractura dúctil.

b) Mostres assajades en aigua desionitzada

En la proveta de 1.2367 assajada en aigua desionitzada a 80°C s'hi podia veure molt clarament una zona d'inici de fractura (veure cercle vermell en la Figura 41). A més, resulta important destacar que en la zona d'inici l'aspecte de la fractura era clarament de caràcter fràgil

intergranular, tot i que mantenint una certa ductilitat. En canvi, en el centre de la proveta, no es pot observar l'aspecte de fractura intergranular que es veia en l'inici de la fractura, però es manté l'aspecte fràgil de la fractura però mantenint zones amb una certa ductilitat (veure Figura 42). Així, doncs, si es comparen les superfícies de fractura de les provetes assajades en aire i en aigua desionitzada a 80 C es pot veure una important fragilització del material assajat en aigua, fet que pot estar directament relacionat al fenomen de SCC.

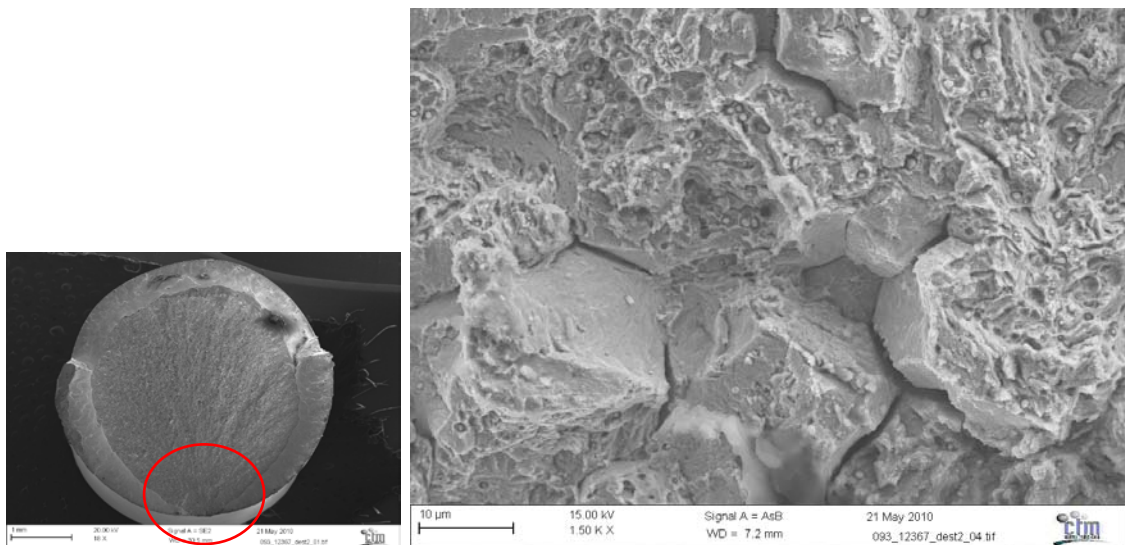


Figura 39: Superfície de fractura, amb l'evident zona d'inici, de la proveta de 1.2367 assajada en aigua desionitzada a 80C.

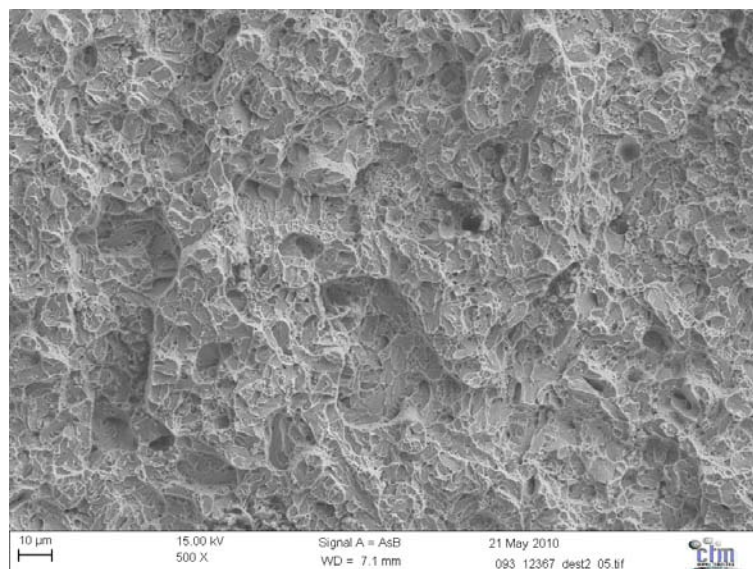


Figura 40: Detall zona central, sense fractura intergranular de la proveta assajada en aigua desionitzada a 80C.

7.1.4 Mostres metal·logràfiques

A més, en la secció metal·logràfica preparada de la proveta assajada en aigua a 80°C, s'ha observat la presència d'una fissura iniciada a la superfície de la proveta i propagant-se amb un cert angle cap a l'interior de la proveta. Aquesta fissura és una indicació més de què el fenomen de SCC té lloc.

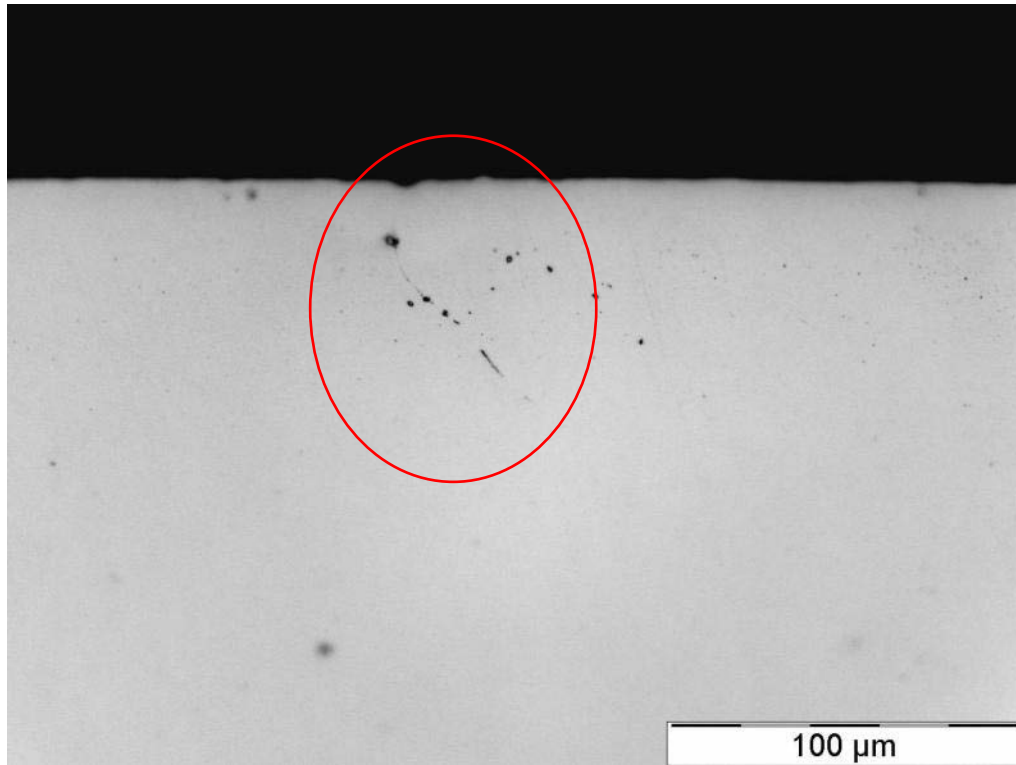


Figura 41. Traça d'esquerda en el tall longitudinal de la mostra d'acer 1.2367 assajat en aigua desionitzada a 80°C.

7.1.5 Discussió

A les corbes tensió – desplaçament per l'acer 1.2367 s'observa que el comportament del material a 40°C ha estat el mateix tant en medi d'aigua desionitzada com en aire. Les imatges del SEM també corroboren la no diferència en el comportament del material en ambdós medis. La fractura presenta un comportament clarament dúctil en ambdós casos, sense aparentment cap tipus de fragilització. Les imatges obtingudes amb la lupa de l'aspecte de la proveta i amb el microscopi òptic del tall longitudinal de les provetes d'aigua desionitzada no mostren res rellevant respecte l'efecte de l'SCC. Per tant, es pot afirmar que no hi ha SCC en el material 1.2367 en aigua desionitzada a 40°C.

En canvi, la comparativa entre les corbes tensió – desplaçament per l'acer 1.2367 assajat a 80°C es veu clarament l'efecte del medi sobre el comportament del material, tot i que cal tenir en compte que la proveta en aigua desionitzada no ha trencat per la zona d'estricció. No obstant, la presència d'un inici de fractura clarament de tipus fràgil i intergranular però amb un cert caràcter dúctil, així com la presència de secondary cracking amb ramificacions a l'interior de la proveta, confirmen que el fenomen de SCC té lloc a 80°C.

7.2 Assaigs 1.2343 aigua desionitzada

7.2.1 Assaigs mecànics

Els resultats dels assaigs de SCC per l'acer 1.2343 són mostrats en la Figura 44. En aquesta gràfica es posa de manifest que a ambdues temperatures l'acer presenta una certa reducció de l'allargament en aigua, en comparació en aire.

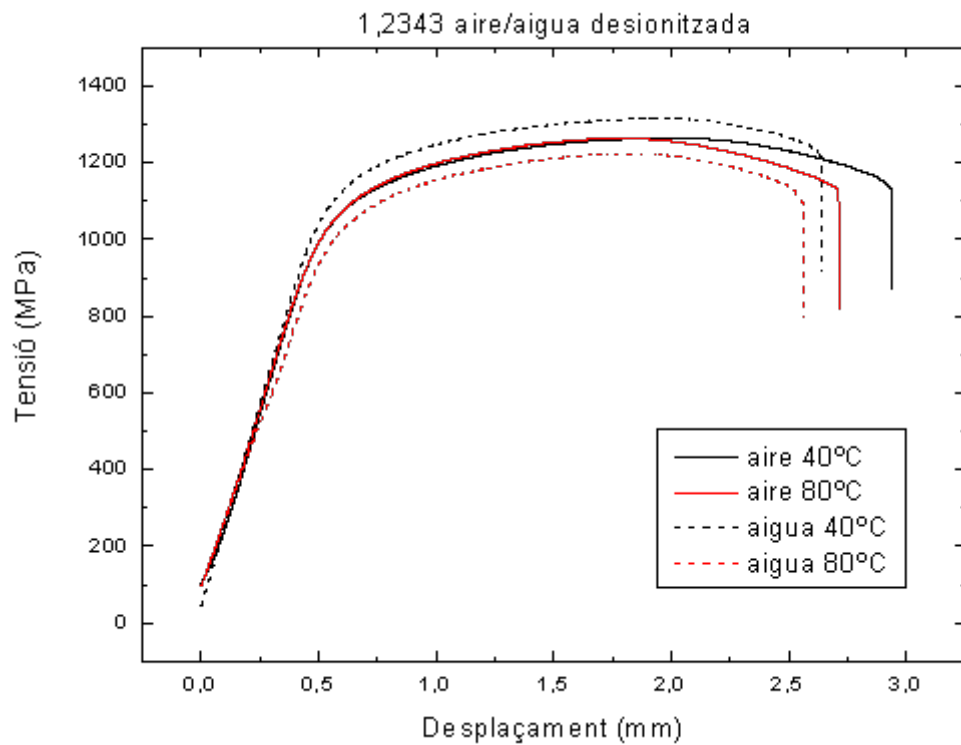


Figura 42: Corbes tensió – desplaçament

La Taula 16 mostra els resultats obtinguts per l'acer 1.2343.

Taula 16: Resultats dels assaigs en aigua i aire per a l'acer 1.2343.

Assaig	Aire 40°C	Aigua 40°C	Aire 80°C	Aigua 80°C
Temps (h)	40.8	36.7	37.7	35.7
Allargament (mm)	2.94	2.64	2.71	2.57
Tensió max. (MPa)	1264	1314	1263	1223
Tensió fract. (MPa)	1116	1192	1098	1046
Relació allargament aigua/aire		0.898		0.948

7.2.2 Superfícies laterals proveta

La Figura 45 mostra l'aspecte de les superfícies laterals de les provetes de 1.2343 assajades a 40°C en aire i en aigua desionitzada, respectivament. Les provetes assajades en aquests medis a 80°C es mostren en la Figura 46.

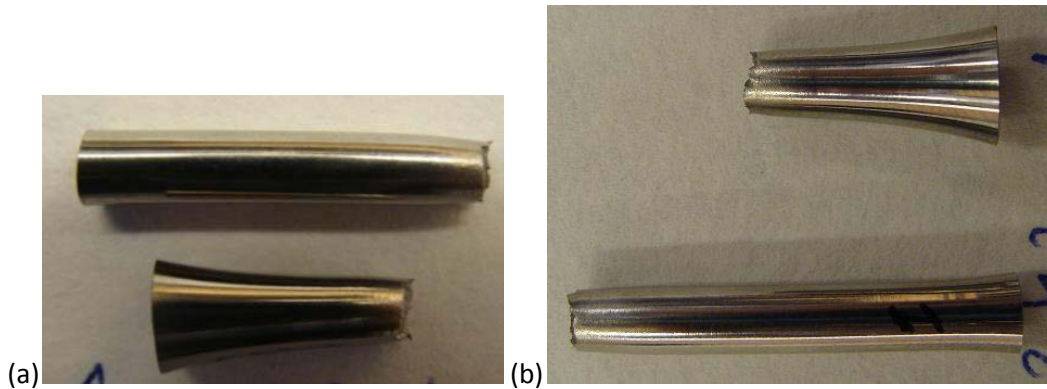


Figura 43. Aspecte de la proveta fracturada en del 1.2343 assajada 40C en: (a) aire i (b) aigua desionitzada.

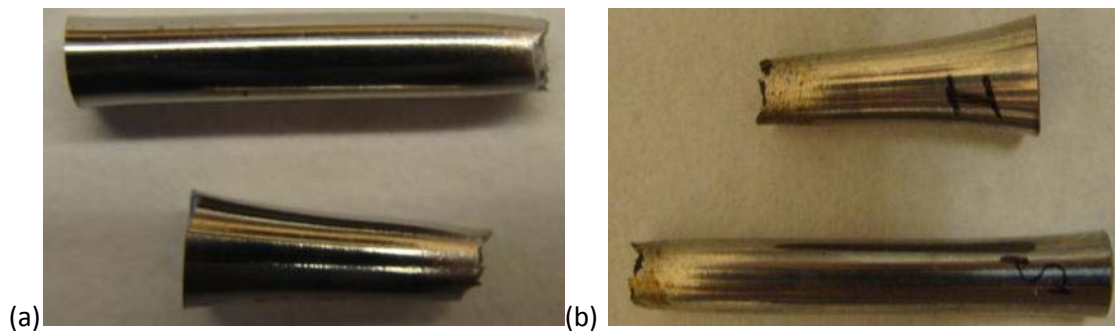


Figura 44. Aspecte de la proveta de 1.2343 assajada a 80C en: (a) aire i (b) aigua desionitzada.

Estudis mitjançant microscopi estereogràfic de la superfície lateral de la proveta assajada en aigua desionitzada han mostrat la presència de nombroses fissures seguint les voreres de gra (i.e. fractura intergranular), tal com es mostra en la Figura 47. També s'observa la presència de picadures. Al augmentar la temperatura d'assaig el nombre de fissures a la superfície lateral augmenta considerablement, així com la seva longitud (veure Figura 48). Per tant, al augmentar la temperatura d'assaig es produeix una major fragilització del material.

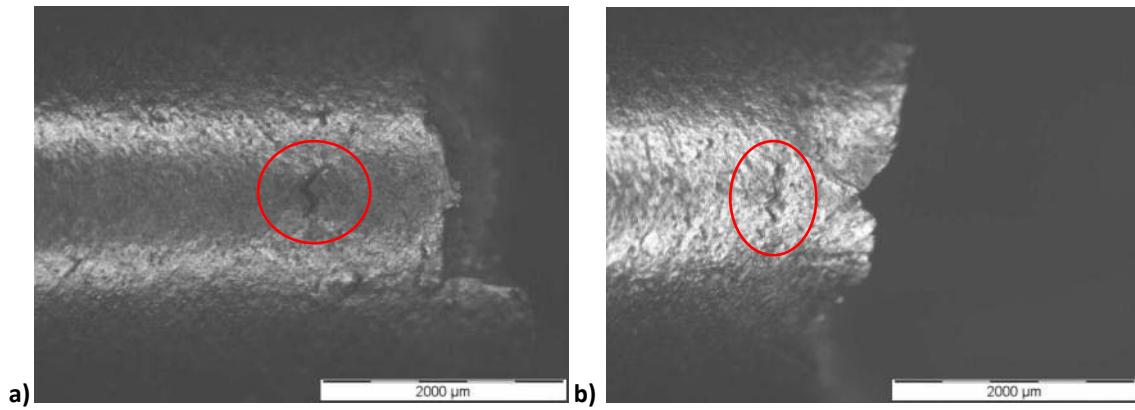


Figura 45. Imatge amb la lupa d'una esquerdada vora la superfície de fractura del 1.2343 assajat amb aigua desionitzada a 40C.

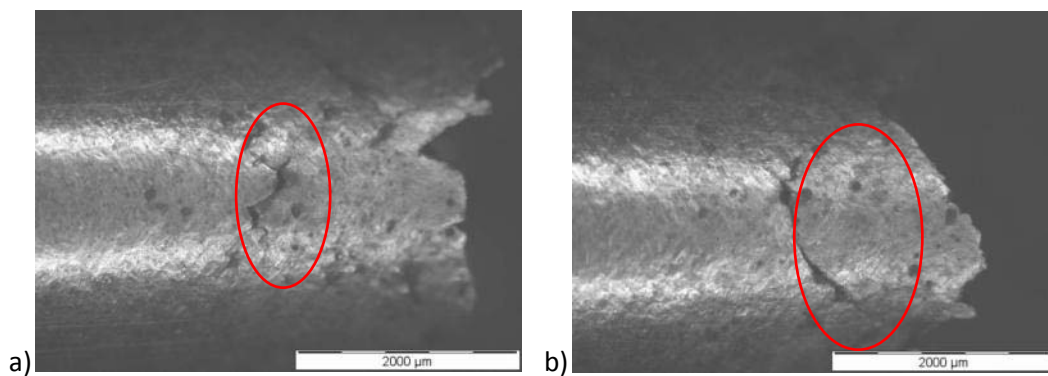


Figura 46. Esquerdes vora la superfície de fractura de la proveta de 1.2343 assajada en aigua desionitzada a 80C.

7.2.3 Estudis fractogràfics

7.2.3.1 Mostra assajades a 40 °C

a) Mostra assajada en aire

En les imatges del SEM de la proveta de 1.2343 assajada a 40°C en aire (Figura 49) s'hi veu en general una fractura que combina un cert caràcter fràgil intergranular amb algunes voreres de gra molt marcades, amb una fractura tipus dúctil. Es podria dir que hi ha una fractura aparentment fràgil però amb un detall dúctil, una espècie de fractura "dúctil intergranular".

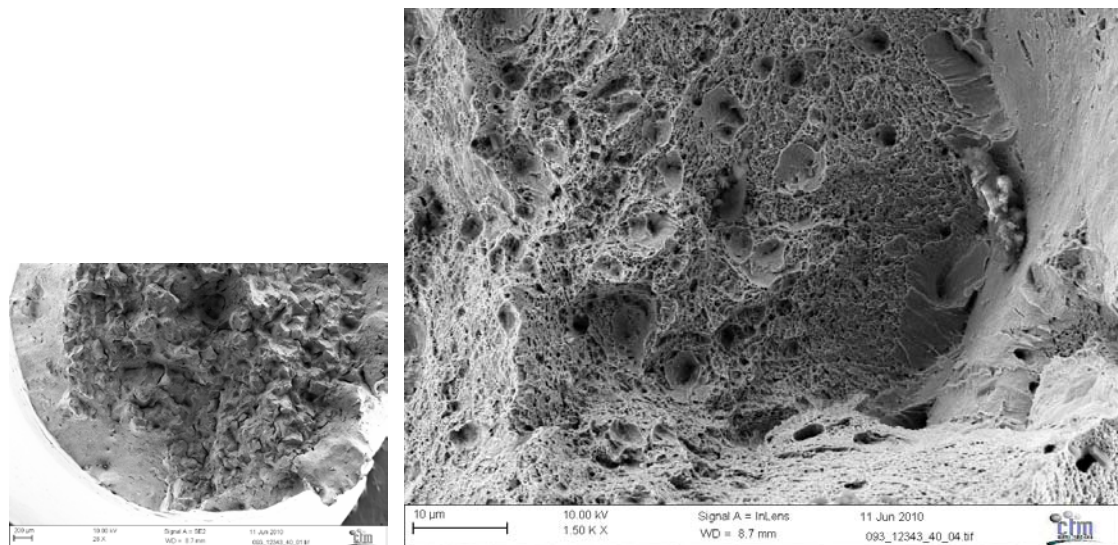


Figura 47. Superfície de fractura de la proveta de 1.2343 assajada en aire a 40°C.

b) Mostra assajada en aigua desionitzada

En les imatges del SEM de la superfície de fractura en aigua desionitzada s'hi veu en general una fractura fràgil de caràcter intergranular (veure Figura 50), sobretot a la zona d'inici de la fractura. També es veuen partícules d'impureses a la zona d'inici d'esquerra, i en general tota la superfície està recoberta per una capa d'òxid, fruit del contacte del material amb l'aigua durant la propagació de la fissura primària que condueix a la fractura de la proveta.

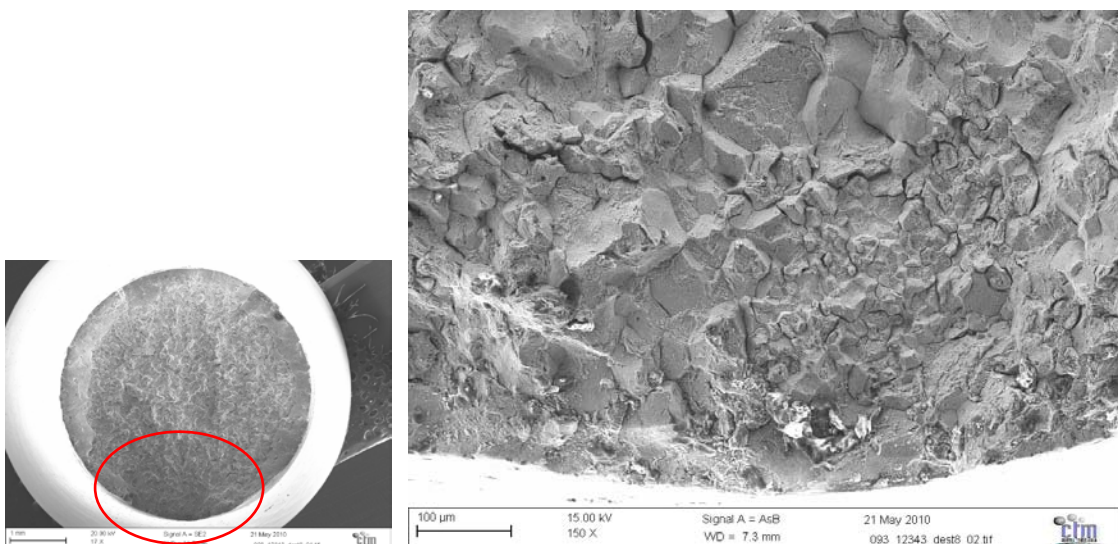


Figura 48. Superfície de fractura, amb la zona d'inici a la part inferior de la proveta 1.2343 assajat en aigua desionitzada a 40°C.

7.2.3.2 Mostra assajades a 80 °C

a) Mostra assajada en aire

En les imatges de la proveta de 1.2343 assajada en aire a 80°C es veu una superfície de fractura fràgil intergranular i amb un inici de fractura poc clar, però, també presenta una certa ductilitat en algunes cares dels grans (veure Figura 52).

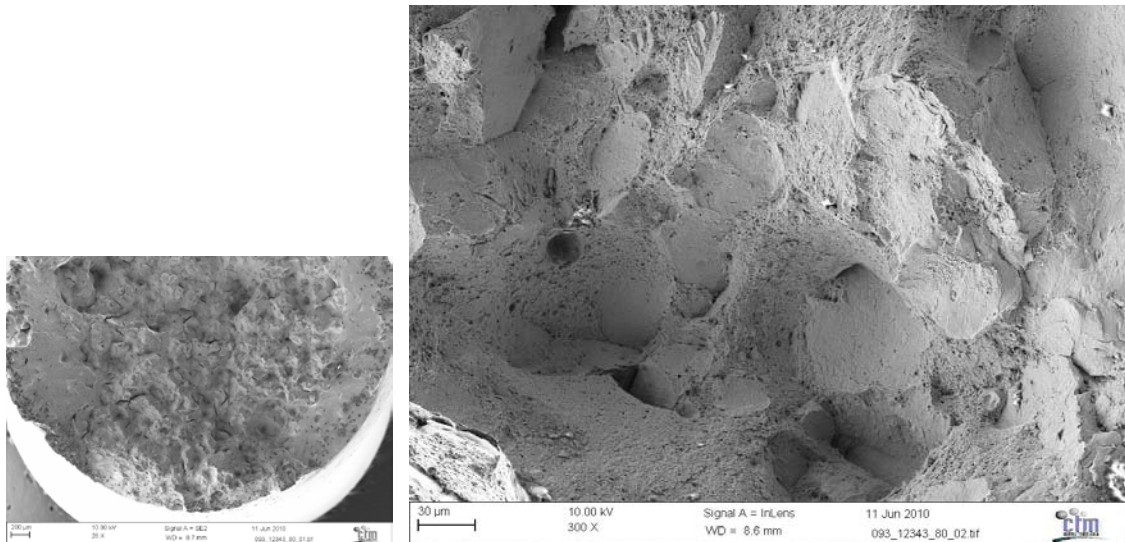


Figura 49. Superfície de fractura de la proveta de 1.2343 assajada a 80C en aire.

b) Mostra assajada en aigua desionitzada

Les imatges del SEM de la proveta de 1.2343 assajada en aigua desionitzada a 80°C mostren una superfície de fractura fràgil intergranular, però sense cap punt clar d'inici de fractura (veure Figura 53). També s'hi observa una gran quantitat d'òxid que recobreix totes les superfícies, que impedeix un anàlisi més en detall.

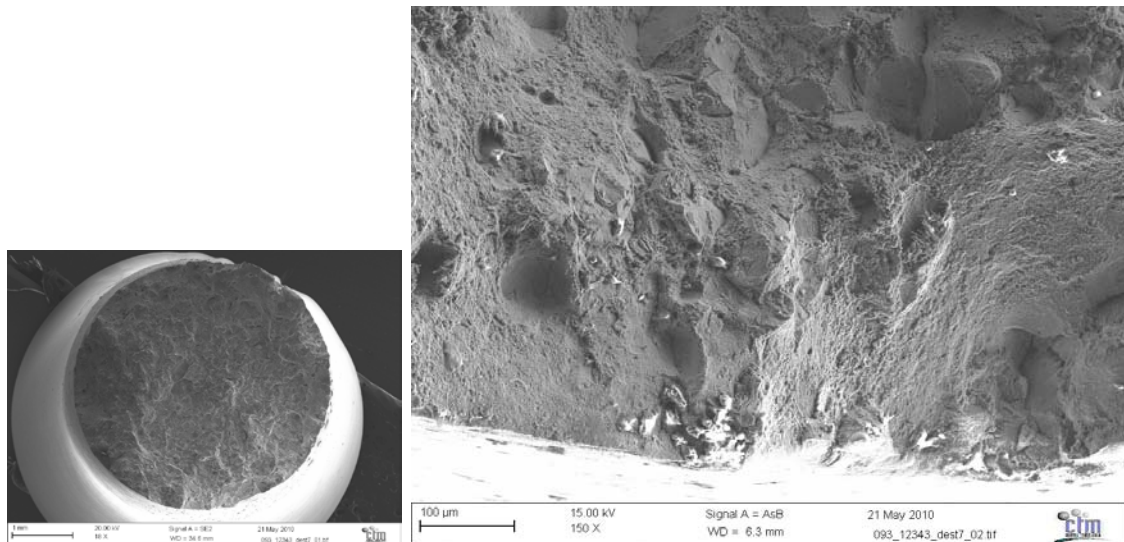


Figura 50. Superfície de fractura, zona d'inici poc definida, de la proveta de 1.2343 assajada en aigua desionitzada a 80°C.

7.2.4 Mostres metal·logràfiques

7.2.4.1 Aigua desionitzada a 40°C

Al tall longitudinal de la proveta assajada en aigua a 40°C s'observen les parts inicials d'esquerdes de secondary cracking (veure Figura 51). No s'hi veu la continuació ni si són intergranulars o transgranular, però tenint en compte les imatges amb la lupa de la superfície i les imatges SEM de la superfície de fractura (Figura 50), es pot suposar que són intergranulars.

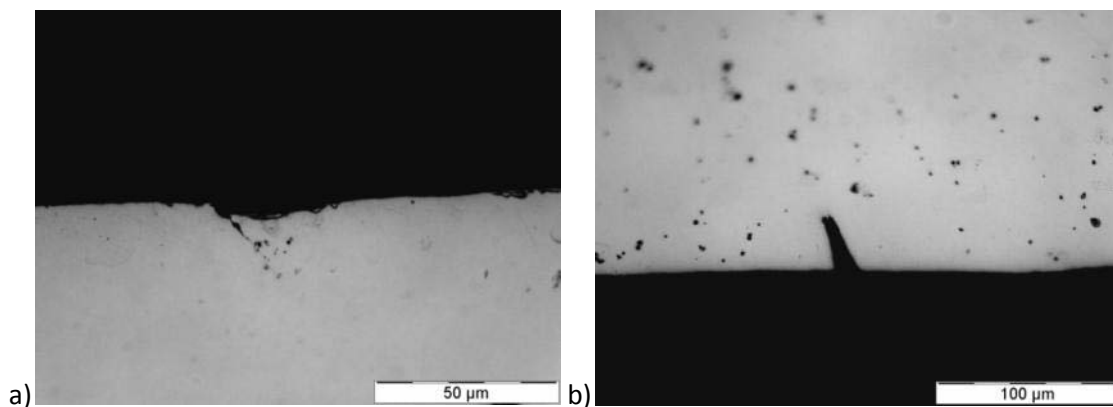


Figura 51. inicis d'esquerda en la secció longitudinal de la proveta 1.2343 assajat en aigua desionitzada a 40°C.

7.2.4.2 Aigua desionitzada a 80°C

A les imatges del tall longitudinal de la proveta en aigua destil·lada a 80°C observem una gran propagació de les esquerdes de secondary cracking (Figura 54 -Figura 56). Aquestes esquerdes no són rectes i van seguint la vora de gra, tal com es pot apreciar a la mostra atacada (Figura

56). També s'hi veuen algunes petites bifurcacions, que fan pensar en el típic "branching" de les esquerdes de SCC.

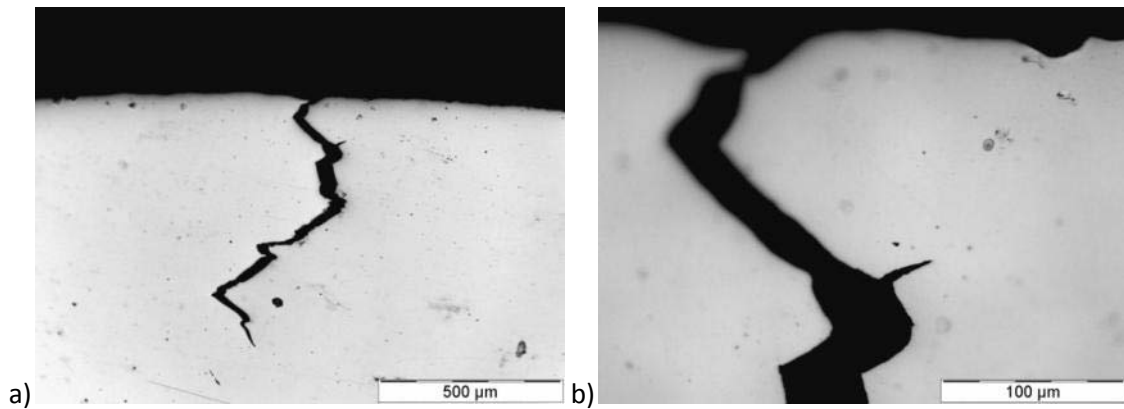


Figura 52: Secondary cracking i detall de bifurcació de l'esquerda, de la proveta de 1.2343 assajada en aigua desionitzada a 80°C.

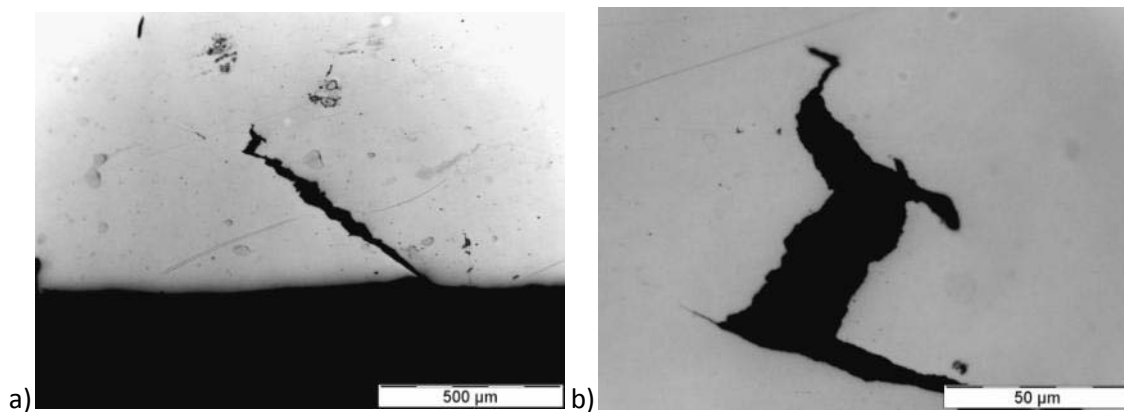


Figura 53: Secondary cracking i detall de la punta de l'esquerda, de la proveta de 1.2343 assajada en aigua desionitzada a 80°C.

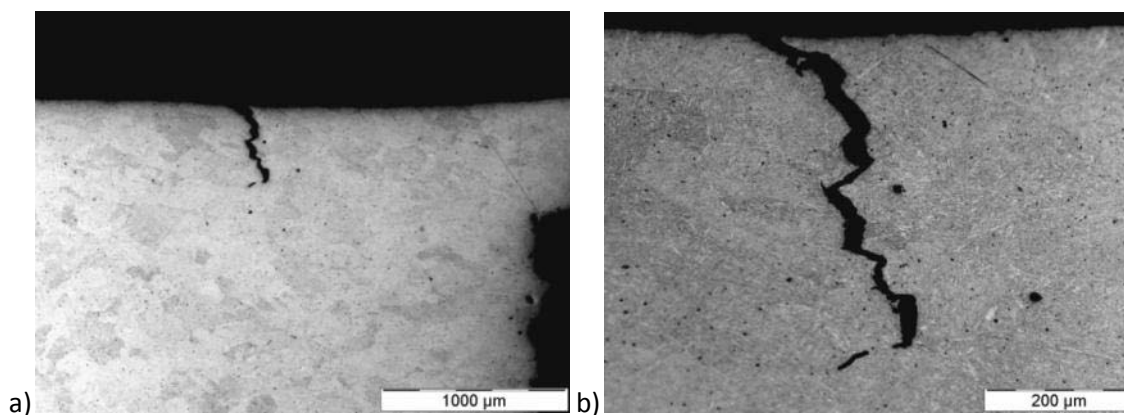


Figura 54: Esquerda en mostra atacada per veure els grans, de la proveta de 1.2343 assajada en aigua desionitzada a 80°C.

7.2.5 Discussió

En les corbes tensió – desplaçament de les provetes de 1.2343 assajades a 40°C i a 80°C s'observa que hi ha hagut fragilització en el cas de l'assaig en medi d'aigua desionitzada. En el cas en aigua desionitzada, i per a ambdues temperatures de treball, s'observen a la superfície lateral de la proveta un seguit d'esquerdes vora la superfície de fractura que denoten una propagació d'esquerda intergranular, seguint les vores de gra. Estudis per SEM també han mostrat una fractura de caràcter marcadament fràgil i integranular. Finalment, les mostres metal·logràfiques han mostrat la presència de secondary cracking i amb una certa tendència al branching. Totes aquestes observacions, són clars indicis que el fenomen de SCC té lloc per al material 1.2343 sotmesos a assaigs amb aigua desionitzada tant a 40°C com a 80°C.

7.3 Assaigs 1.2367 aigua de xarxa

S'ha estudiat la susceptibilitat de l'acer 1.2367 a l'aigua de xarxa i únicament a la temperatura de 80 °C, doncs és la temperatura a la qual s'ha trobat una clara influència del SCC.

7.3.1 Assaigs mecànics

En la Figura 55 es mostra el comportament de l'acer 1.2367 en aire i en aigua de xarxa. Tal com es pot veure en aquesta gràfica, l'ús de l'aigua de xarxa deteriora moltíssim el comportament mecànic de l'acer, de manera que no s'assoleix la tensió màxima a ruptura, i a més trenca de forma fràgil a esforços relativament baixos, tal com es detalla en la Taula 17.

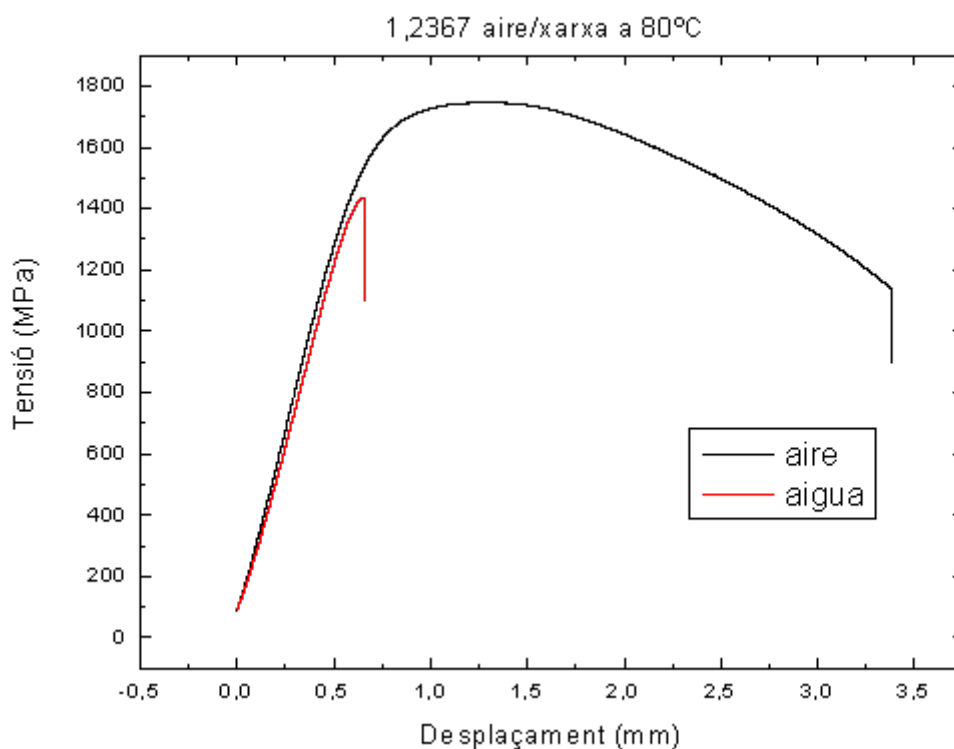


Figura 55. Corbes tensió – desplaçament de l'acer 1.2376 en aire i aigua de xarxa a 80 °C.

Taula 17. Resultats dels assaigs en aire i aigua de xarxa per a l'acer 1.2367 a 80°C.

Assaig	Aire 80°C	Xarxa 80°C
Temps (h)	47.0	9.2
Allargament (mm)	3.38	0.66
Tensió max. (MPa)	1746	1435
Tensió fract. (MPa)	1135	1434
Relació allargament aigua xarxa/aire		0.195

7.3.2 Superfícies laterals de les provetes

La Figura 56 mostra l'aspecte de la proveta de 1.2367 després de ser assajat a 80C en aigua de xarxa, i on es pot veure clarament com la proveta presenta corrosió intensa i generalitzada a tota la seva superfície.



Figura 56. Aspecte de la proveta assajada en aigua de xarxa

7.3.3 Anàlisi fractogràfic

Estudis per microscòpia electrònica de la superfície de fractura de la proveta han mostrat clarament que l'origen de la fractura estava localitzat a la superfície de la proveta, en una zona on hi havia corrosió per picadura. A més, l'aspecte de la fractura en tota la proveta és de caràcter marcadament intergranular, on les voreres de gra queden clarament definides i amb nombroses esquerdes secundàries vorejant els diferents grans (Figura 57). A més, la superfície de fractura també era de caràcter fràgil però amb algunes zones amb un cert caràcter dúctil, especialment en zones allunyades de l'inici de la fractura, i que per tant han tingut un menor contacte amb el medi.

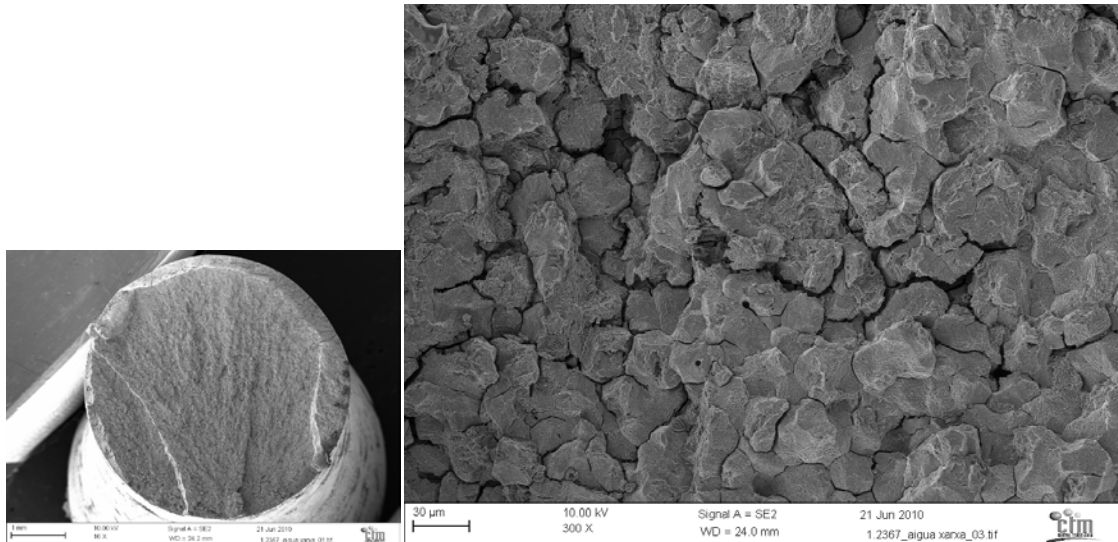


Figura 57. Superfície de fractura i zona d'inici de fractura per l'acer 1.2367 en aigua de xarxa a 80°C

7.3.4 Discussió

Tal com s'ha comentat anteriorment, la reducció de ductilitat amb respecte els assaigs en aire així com una fractura fràgil amb secondary cracking, són indicacions que el fenomen de SCC té lloc. A més, la major reducció del comportament mecànic en comparació amb el comportament en aigua desionitzada, es deu a la major agressivitat del medi: una major conductivitat i la presència d'espècies agressives (principalment clorurs). Aquesta major agressivitat es manifestarà amb una major corrosió en la superfície del material, i per tant una més ràpida nucleació de fissures, però també assistirà en el mecanisme de propagació de fissures.

7.4 Assaigs 1.2343 aigua de xarxa

7.4.1 Assaigs mecànics

La Figura 58 mostra el comportament a tracció a 80 °C de l'acer 1.2343 en aire i en aigua de xarxa. Tal com succeïa en l'acer 1.2367, en aquest acer també es produeix una reducció molt significativa de l'allargament. No obstant, el material presenta menys susceptibilitat a aquest medi, doncs aquest sí que assoleix la càrrega màxima a ruptura, tal com es detalla a la Taula 18.

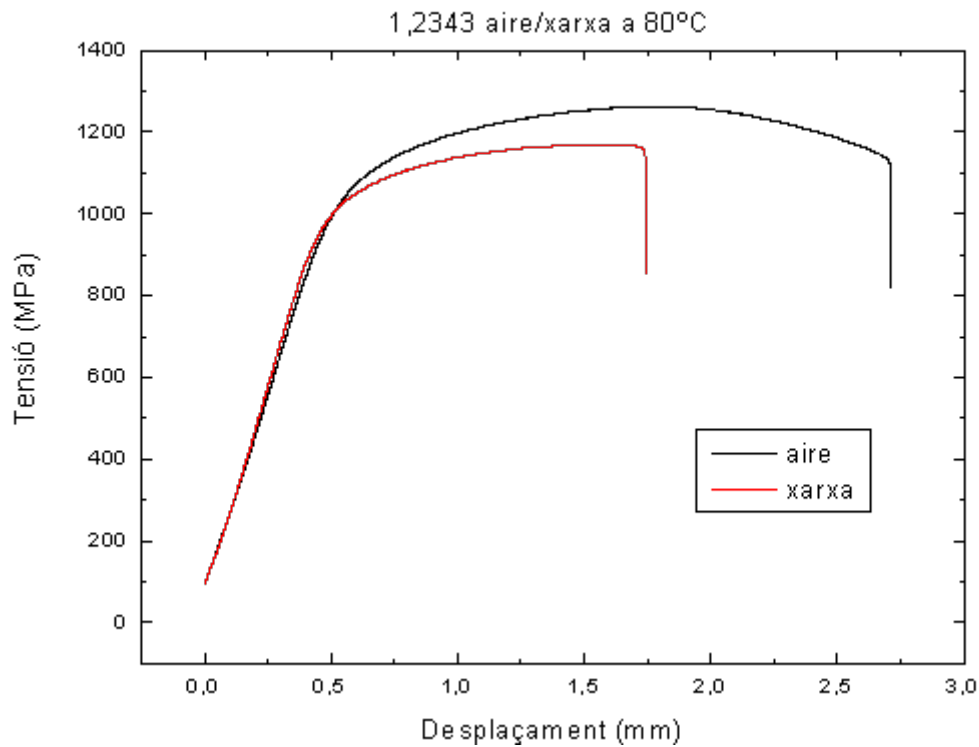


Figura 58. Corbes tensió – desplaçament per a l'acer 1.2343 en aire i aigua de xarxa a 80°C.

Taula 18. Resultats dels assaigs en aire i aigua de xarxa de l'acer 1.2343 a 80°C.

Assaig	Aire 80°C	Xarxa 80°C
Temps (h)	37.7	24.2
Allargament (mm)	2.71	1.74
Tensió max. (MPa)	1263	1170
Tensió fract. (MPa)	1098	1126
Relació allargament xarxa/aire		0.642

7.4.2 Superfícies laterals de les provetes

Pel que fa a la superfície lateral de la proveta, aquesta també presenta una corrosió molt generalitzada (veure Figura 59).



Figura 59. Aspecte de la proveta d'1.2343 assajada en aigua de xarxa a 80°C.

7.4.3 Anàlisi fractogràfic

La Figura 60 mostra la superfície de fractura de la proveta de 1.2343 assajada en aigua de xarxa. Tal com es pot veure en aquestes imatges, la superfície de fractura presentava un aspecte clarament de tipus fràgil i intergranular, tot i que en regions del centre de la provetes, les cares dels grans presentaven un cert caràcter dúctil.

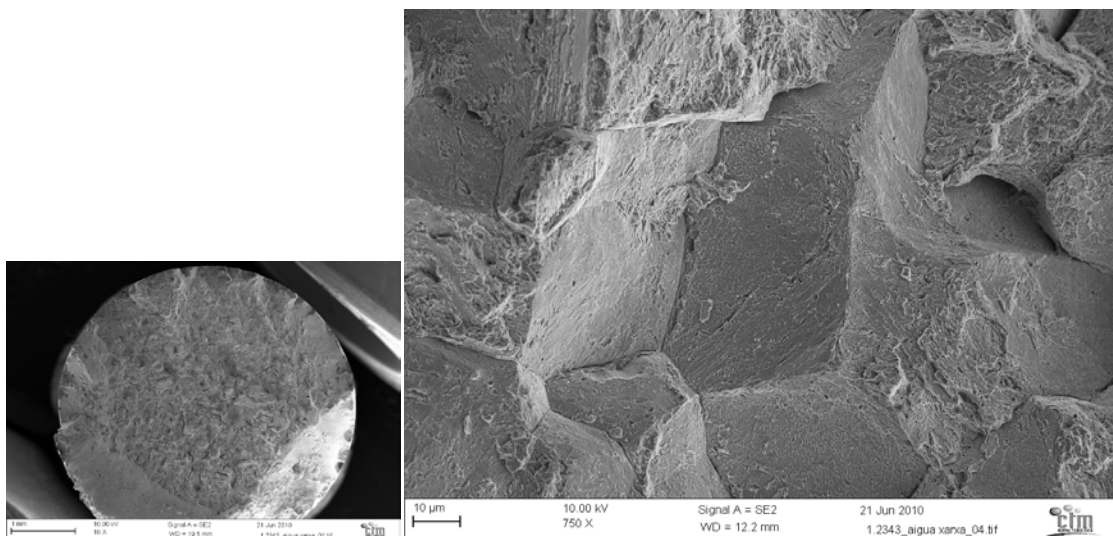


Figura 60. Superfície de fractura i detall de l'acer 1.2343 assajat en aigua de xarxa a 80°C

7.4.4 Discussió

En vista dels resultats obtinguts, es pot concloure que el fenomen de SCC en l'acer de 1.2343 es veu potenciat al utilitzar un medi més agressiu, tal com l'aigua de xarxa, fet que suposa una reducció significativa de les propietats del material.

7.5 Assaig amb provetes 1.2367 pre-corrosionades

Amb la finalitat d'assegurar que el fenomen de SCC tingui lloc, i que no sigui únicament un problema de corrosió en la superfície del material el qual crea picadures que per efecte de concentració de tensions, puguin reduir les propietats mecàniques del material, s'ha dissenyat

una sèrie d'assaigs utilitzant provetes pre-corrosionades. Tal com s'ha detallat anteriorment, les provetes han estat dins la càmera humidostàtica durant el mateix període de temps que dura un assaig en aigua. Posteriorment, la proveta ha estat assajada a tracció a la mateixa temperatura utilitzant una càmera ambiental.

7.5.1 Assaigs mecànics

Per a l'acer 1.2367 s'ha assajat una proveta pre-corrosionada durant aproximadament 40 hores en la càmera humidostàtica. La Figura 61 mostra les corbes tensió – desplaçament obtinguts per a una proveta convencional i per a una proveta pre-corrosionada assajades en aire a 40 °C, i també per a una proveta convencional assaja en aigua desionitzada. Tal com s'observa en aquesta gràfica, totes tres provetes presenten un comportament pràcticament idèntic. Els resultats experimentals són detallats en la Taula 19.

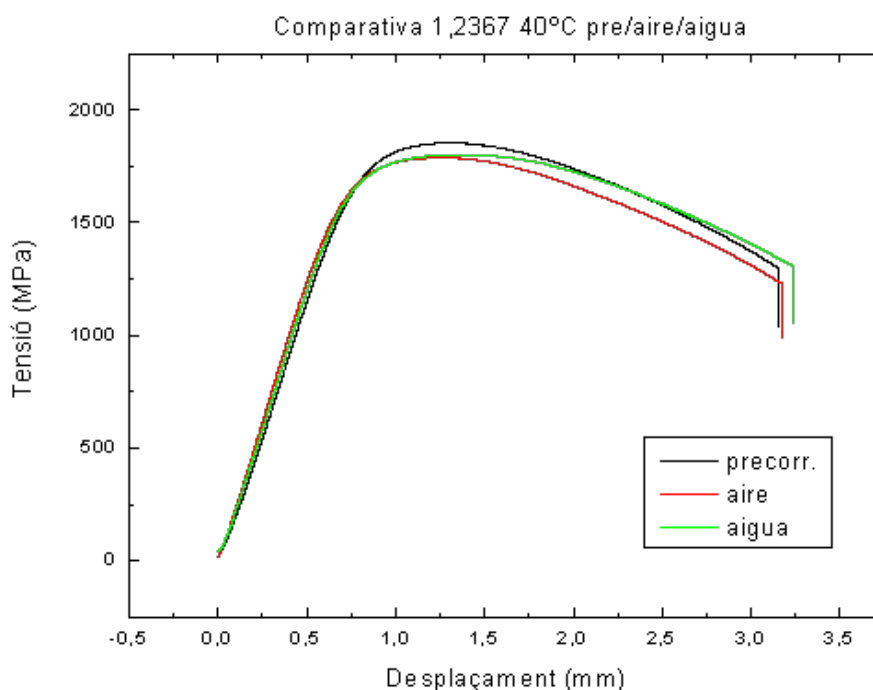


Figura 61. Corbes tensió – desplaçament per a una proveta pre-corrosionada i una proveta convencional assajades en aire a 40 °C; i una proveta convencional assajada en desionitzada a 40 °C.

Taula 19. Resultats dels assaigs d'una proveta convencional i una proveta precorrosionada de l'acer 1.2367 assajat en aire a 40 °C.

Assaig	Aire 40°C	Precorr. 40°C
Temps (h)	43.6	43.2
Allargament (mm)	3.14	3.11
Tensió max. (MPa)	1788	1853
Tensió fract. (MPa)	1224	1294
Relació allargament Pre/aire		0.990

7.6 Assaig amb provetes 1.2343 precorrosionades

7.6.1 Assaigs mecànics

Anàlogament, per l'acer 1.2343 s'han realitzat assaigs amb provetes pre-corrosionades i assajades a 40 °C. Però, addicionalment, també s'ha estudiat el comportament d'una proveta pre-corrosionada a 80 °C i assajada també a 80 °C. Els resultats de tensió- desplaçament són mostrats en la Figura 62 i són detallats en la Taula 20.

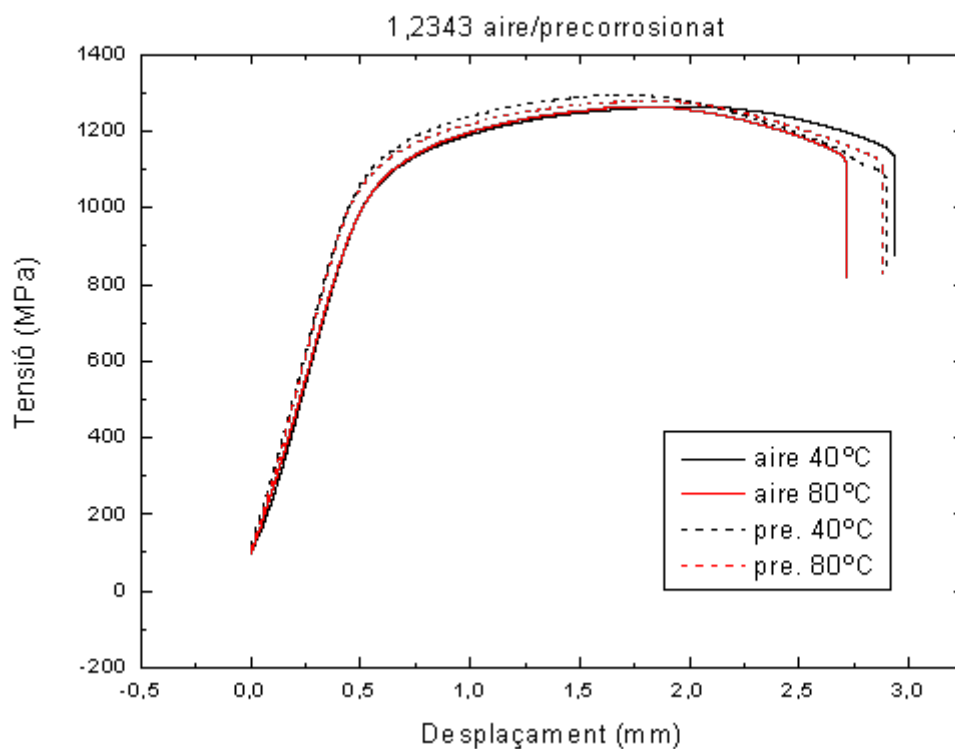


Figura 62. Corbes tensió – desplaçament de provetes convencionals i provetes pre-corrosionades de l'acer 1.2343 (40 i 80 °C).

Taula 20: Resultats dels assaigs en aire i precorrosionats

Assaig	Aire 40°C	Pecorr. 40°C	Aire 80°C	Pecorr. 80°C
Temps (h)	40.8	40.27	37.7	40.0
Allargament (mm)	2.94	2.90	2.71	2.88
Tensió max. (MPa)	1264	1294	1263	1279
Tensió fract. (MPa)	1116	1060	1098	1073
Relació allargament pre/aire		0.986		1.063

7.6.2 Discussió

Tal com es pot veure en la Figura 63, a 40°C, la proveta pre-corrosionada i la proveta convencional presenten pràcticament el mateix comportament i allargament a fractura. En canvi la proveta assajada en aigua desionitzada presenta un menor allargament, fet que permet suposar que la corrosió induïda en la càmera humidostàtica té una relativa poca incidència en el comportament mecànic del material, mentre que és l'etapa de propagació de fissures assistida pel medi qui veritablement determina el comportament. Per tant, aquesta observació acaba de corroborar que el fenomen de SCC té lloc en aquestes condicions d'assaig.

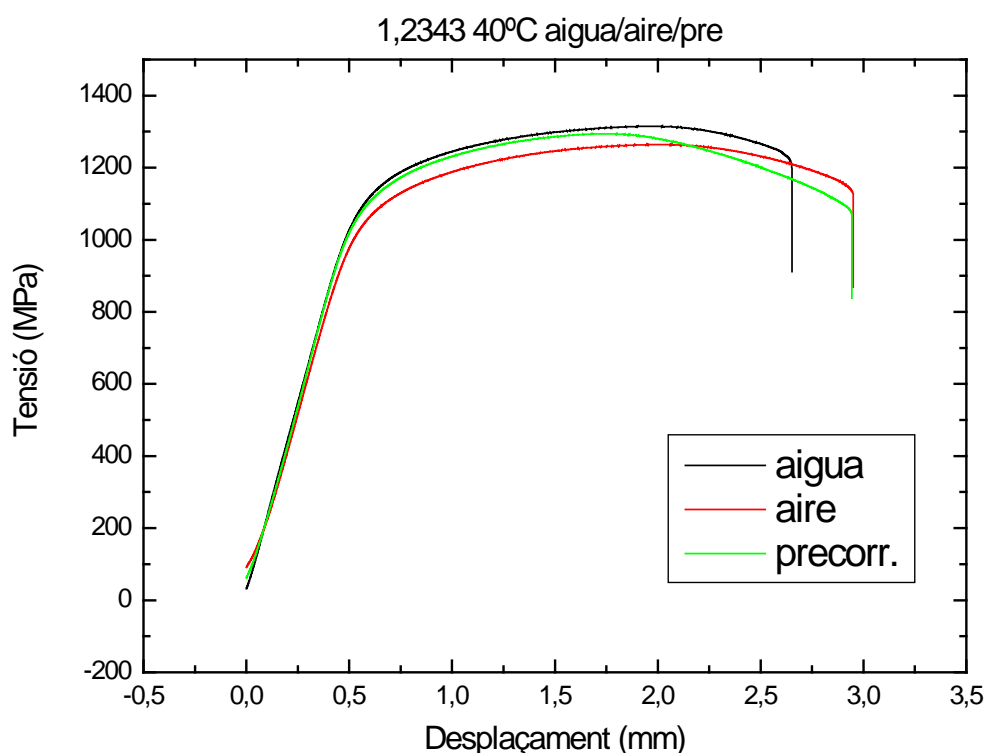


Figura 63. Corbes tensió – desplaçament de provetes convencionals i provetes pre-corrosionades de l'acer 1.2343 assajades en aire i en aigua desionitzada a 40C.

A continuació es mostra el comportament de l'acer 1.2343 a 80°C en aire, aigua desionitzada i aigua de xarxa i també d'una proveta pre-corrosionada i posteriorment assajada en aire a 80°C (veure Figura 65). Tal com es pot veure en aquesta gràfica, el comportament de la proveta pre-corrosionada és millor que el comportament de les provetes convencionals en aire i en aigua, fet que és difícil de poder explicar.

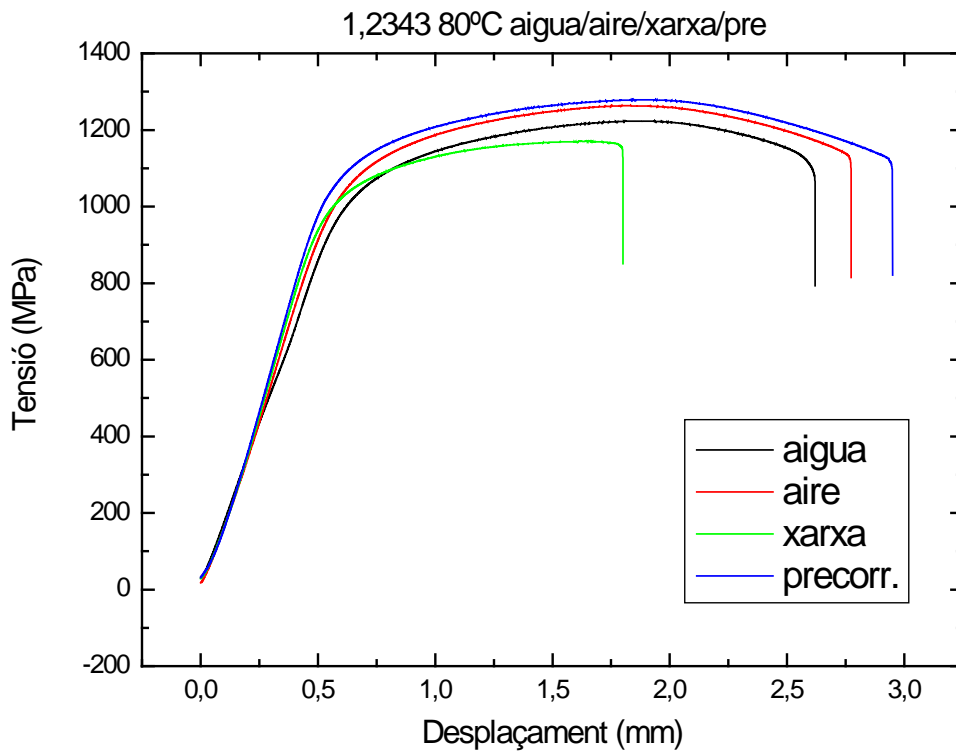


Figura 64. Corbes tensió – desplaçament per a provetes de 1.2343 assajades a 80°C en diferents condicions ambientals per a provetes convencionals i tb en aire per a una proveta pre-corrosionada.

7.7 Anàlisi aigües

7.7.1 Aigües final d'assaig aigua desionitzada

En els assajos fets en el medi d'aigua desionitzada s'han pres mostres de l'aigua abans i després de l'assaig. La d'abans és aigua desionitzada sempre igual d'un dipòsit de 1000 litres, amb els valors següents dels paràmetres:

Taula 21: Resultats analítics de l'aigua desionitzada utilitzada

	Clorurs (mg Cl/l)	pH (unitats pH)	Conduct. ($\mu\text{S}/\text{Cm}$)
Aigua desionitzada	1.68	6	7.84

En les mostres d'aigua extretes de cada assaig s'hi ha tornat a analitzar aquests paràmetres i a més a més també s'ha analitzat la quantitat de cations metàl·lics dissolts. Aquests cations provenen de l'oxidació de la proveta, però també és possible que alguns provinquin de la resistència del circulador termostàtic, ja que són els dos únics elements metàl·lics del sistema en contacte amb l'aigua.

Taula 22: Resultats analítics de l'aigua post assaig

	Clorurs (mg Cl/l)	pH (unitats pH)	Conduct. (µS/Cm)
1.2367 a 40°C	4.52	5.9	1.95
1.2367 a 80°C	2.96	6.5	18.74
1.2343 a 40°C	3.55	6.3	2.16
1.2343 a 80°C	9.61	6.5	3.74

Taula 23: Concentracions de cations metàl·lics a l'aigua post assaig

	Cr (µg/l)	Mo (µg/l)	Fe (µg/l)	Ni (µg/l)
1.2367 a 40°C	<0.38	0.40	7.67	0.16
1.2367 a 80°C	<0.38	0.73	16.10	0.64
1.2343 a 40°C	<0.38	<0.33	13.07	0.19
1.2343 a 80°C	<0.38	<0.33	4.56	0.45

7.7.2 Discussió

En els anàlisis analítics s'observa com després dels assajos l'aigua ha augmentat lleugerament la seva concentració de clorurs, però en canvi en general ha disminuït la conductivitat i mantingut més aviat estable el pH. Tot i això les variacions són mínimes ja que tots els casos es mouen en valors molt petits, la reactivitat de l'aigua només ha augmentat molt lleugerament a mida que es desenvolupava l'assaig.

S'observa també que les concentracions de metalls dissolts a l'aigua han estat molt petites; el ferro és l'element més abundant, com és lògic al ser també l'element més abundant a l'acer i el més susceptible a l'oxidació, però els altres quasi o del tot estan fora del límit de detecció dels aparells de mesura. Això ens fa veure que realment l'oxidació ha sigut mínima, tal com s'ha vist en els assaigs experimentals.

7.8 Assaig amb inhibidor

S'ha realitzat un assaig d'una proveta del material 1.2343 amb un inhibidor de corrosió a l'aigua a 80°C. L'inhibidor és el VAPEN 111 amb una dosi de 2 gr/l i el reductor d'oxigen VAPEN 280 amb una dosi de 18 ppm per cada 1ppm d'oxigen (veure apartat 6.6)

7.8.1 Assaigs mecànics

La corba tensió desplaçament de la proveta de 1.2343 assajada a 80°C amb una solució d'aigua desionitzada que contenia l'agent inhibidor de la corrosió és graficada en la Figura 66 juntament amb les altres gràfiques obtingudes pel mateix material assajat a 80°C.

Resulta molt important destacar que el comportament d'aquesta proveta ha estat significativament superior que fins i tot el comportament en aire.

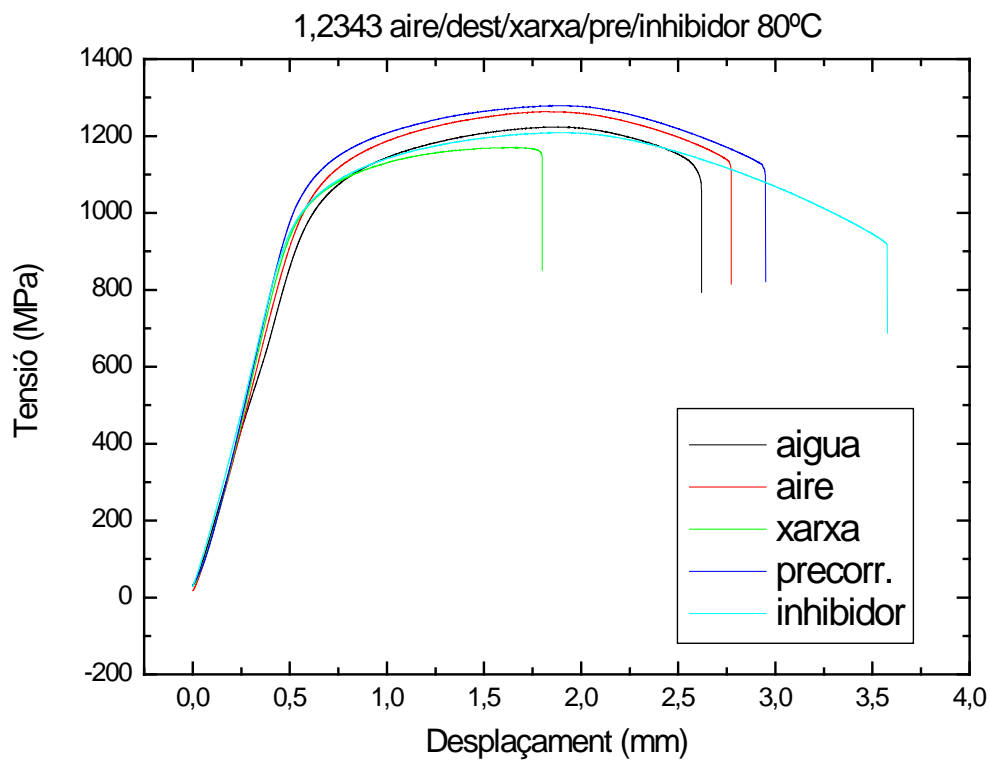


Figura 65: Corbes tensió – desplaçament

7.8.2 Superfícies laterals de la proveta

L'aspecte de la superfície de la proveta assajada amb inhibidor es pot veure en la Figura 67. No s'ha observat la presència de picadures ni de signes de corrosió en la seva superfície. Tampoc s'ha observat la presència d'esquerdes.



Figura 66. Aspecte de la proveta d'1.2343 assajada amb inhibidor a 80°C

7.8.3 Anàlisi fractogràfic

Estudis per microscopia electrònica de la superfície de fractura de la proveta assajada amb l'inhibidor han mostrat un aspecte completament dúctil, tal com es pot veure en la Figura 68. Destacar que no s'ha observat la fractura fràgil de caràcter intergranular que s'havia visualitzat en les mostres assajades en aigua desionitzada.

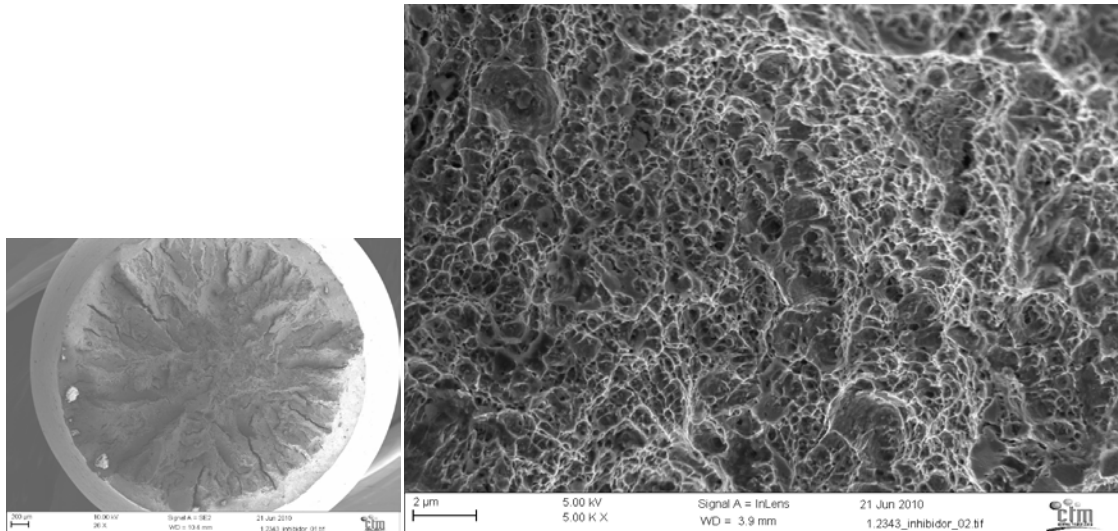


Figura 67. Superfície de fractura i detall de l'alta ductilitat de l'acer 1.2343 assajat amb inhibidors a 80°C

7.8.4 Discussió

L'assaig en aigua desionitzada amb inhibidor de corrosió ha estat una simple prova per veure si el camí del inhibidors de corrosió pot ser adequat. S'observa com clarament l'assaig amb inhibidor ha tingut una ductilitat molt més gran que la resta d'assaigs i alhora presenta una fractografia de caràcter dúctil.

En vista dels resultats obtinguts, es pot assegurar que el fenomen de SCC queda completament anul·lat per a la proveta d'acer 1.2343 assajat en aigua destil·lada+inhibidor a 80°C. No obstant, el millor comportament del material en comparació als assaigs en aire, és difícil d'explicar i requereix de més estudis, els quals estan fora de l'abast d'aquest projecte.

8. Pressupost

A la Taula 24 es presenta el pressupost del projecte. El cost del projecte s'ha dividit entre les parts de construcció del sistema d'assaig, assajos, material d'oficina i cost del projectista.

A la construcció del sistema d'assaig s'hi inclou tot lo referent a un dels objectes del projecte com és el disseny i la construcció d'un sistema d'assaig de SCC. S'hi inclouen des dels útils a consumibles com silicona.

A la part d'assajos s'hi compta tant el cost del material (provetes) com les tarifes d'utilització de les diverses màquines del centre utilitzades.

El material d'oficina són tots aquells petits costos que van des de bolígrafs a ordinadors.

El cost del projectista és un sou de becari establert per un conveni entre el centre i la universitat.

Taula 24: relació de costos associats al projecte

Concepte	Cost unitari/hora (€)	Unitats/hores	Cost total (€)
<u>Sistema d'assaig:</u>			
Útils		1	1500
Cel·la	113.8	2	227.59
Bany	148.48	1	148.48
Tapa bany	237.80	1	237.80
Cubeta de protecció	153.12	1	153.12
Varis I (tubs, ràcords)	140.08	1	140.08
Varis II (silicona, teflon, adhesiu doble cara, tappers, brides, cola, capsa mostres...	50	1	50
Circulador termòstat	917.47	1	917.47
Subtotal:			3374.54
<u>Assajos:</u>			
Provetes	25	50	1250
Tracció	162.7	27	4392.9+2500=6892.9
SEM	143	7	1000
Microscopi òptic	65	22	1430
Sorrejadora	50	8	400
Prep. Provetes	10.25	40	410
Prep. Mostres	43.7	22	961.4
Anàlisi d'aigües	94.22	11	1036.4
Subtotal:			13380.7
<u>Cost projectista:</u>			
Sou de becari			2928

COST TOTAL	19683.24 €
-------------------	-------------------

9. Conclusions

En aquest apartat final es pretén fer una repàs de la feina feta durant la realització d'aquest projecte i avaluar el compliment dels objectius, així com també comentar possibles accions futures a desenvolupar.

S'ha estudiat bibliogràficament el fenomen de l'SCC en HSS així com els mètodes existents per assajar-lo.

S'ha dissenyat i construït el dispositiu experimental per fer assaigs SCC a la màquina de tracció amb el mètode de desplaçament lent, i s'ha comprovat que aquesta metodologia d'assaigs funciona per simular el fenomen de SCC.

S'han caracteritzat microestructuralment i respecte la resistència a la corrosió els materials 1.2367 i 1.2343.

S'han fet assaigs SCC d'aquests materials en medi d'aigua desionitzada, xarxa i un amb inhibidor. També s'han fet assaigs en les mateixes condicions però en aire per tal d'establir comparacions.

S'ha estudiat la influència del medi, la temperatura i el material en l'SCC mitjançant la comparació del comportament a tracció, l'inspecció per microscòpia electrònica de rastreig (SEM) de les superfícies de fractura i l'inspecció de les superfícies laterals i el secondary cracking mitjançant microscòpia òptica.

També s'ha estudiat la influència de la corrosió superficial en el comportament a tracció en aire, com a mètode per a determinar la influència del medi en l'etapa de propagació de fissures, i per tant corroborar que el fenomen de SCC està bàsicament determinat per l'etapa de propagació.

Els principals resultats obtinguts han sigut la determinació de l'existència del fenomen de l'SCC a l'1.2367 en aigua desionitzada a 80°C i a l'1.2343 en aigua desionitzada a 40°C i 80°C. S'ha obtingut una major reducció de les propietats del material en aigua de xarxa degut a la major agressivitat d'aquesta. Per altra banda s'ha vist que els inhibidors de corrosió poden ser un bon sistema per impedir el desenvolupament de l'SCC en aigua desionitzada.

Els objectius plantejats inicialment s'han acomplert en gran part, però per falta de temps no s'ha pogut aprofundir més en l'estudi de l'efecte dels inhibidors sobre l'SCC.

Com a possibles accions futures destaquen l'aprofundiment en l'estudi de l'efecte dels inhibidors sobre l'SCC, una ampliació dels materials i condicions estudiades i l'estudi d'altres tècniques per impedir el desenvolupament de l'SCC, tal com el *shot peening* que introdueix tensions residuals a la superfície de la proveta o l'aplicació de recobriments en la superfície de la proveta.

10. Bibliografia

Aquí es glossen els articles, llibres i normatives més interessants i utilitzats per dur a terme el present treball.

10.1 Articles

[Ref.1]Cottis R.A. Stress Corrosion Cracking. National Physical Laboratory.

[Ref.2]Eliaz N. Characteristics of hydrogen embrittlement, stress corrosion cracking and tempered martensite embrittlement in high-strength steels. Elsevier Science 2002.

[Ref.3]Woodtli J. Damage due to hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking. Elsevier Science 2000.

10.2 Llibres

[Ref.4]Newman, R.C. Corrosion Mechanisms in Theory and Practice. Ed. Marcel Dekker. Pàg. 399-450

[Ref.5]ASM international. Corrosion, understanding the basics. Davis & associates. Pàg. 164-175

[Ref.6]Bardal E. Corrosion and Protection. Springer, 2004. Pàg: 156-170

[Ref.7]Parkins R.N. Corrosion 1. Pàg. 8:3-8:31, 8:84-8:114, 8:215-8.242

[Ref.8]Jones D.A. Principles and prevention of Corrosion. Prentice Hall, 1996. Pàg: 279-285

[Ref.9] Phull B. Evaluating Stress-Corrosion Cracking, Corrosion: Fundamentals, Testing and Protection, Vol 13A, ASM Handbook, ASM International, 2003, pàg: 575-616

[ref.10]R. Liu, N. Narita, C. Alstetter, H. Birnbaum and E.N. Pugh, Metall. Trans. A, vol. 11A, pp. 1563, 1980

10.3 Normatives

[Ref.11] G 129 – 00. Standard Practice for Slow Strain Rate Testing to Evaluate the Susceptibility of Metallic Materials to Environmentally Assisted Cracking. ASTM International, reapproved 2006.

[Ref.12] G 49 – 85. Standard Practice for Preparation and Use of Direct Tension Stress – Corrosion Test Specimens. ASTM International, reapproved 2005.

11. Agraïments

Voldria expressar el meu agraïment al CTM en general i al Daniel Casellas en particular per l'oportunitat i la confiança rebuda per què realitzés aquest projecte. També a la directora del projecte, l'Anna Gironès, l'ajuda i la paciència tinguda en mi per tal de que les coses acabessin sortint bé.

Per altra banda també agrair a tots els treballadors del CTM amb els qui he tractat en un moment o altre, que han estat molts, la cordialitat rebuda i el bon ambient de treball, així com la seva inestimable ajuda en qualsevol qüestió plantejada. M'enduc un bon record de tots ells i espero també haver deixat un empremta positiva.



Projecte Final de Carrera

Enginyeria de Materials

Assaigs Stress Corrosion Cracking (SCC)

ANNEX

Autor:

Urbici Selga i Basomba

Directors:

Anna Gironès i Molera (CTM)
Santiago Suriñach i Cornet (UAB)

Convocatòria:

Juny del 2010

Índex

Annex A: Plànols del sistema d'assaig

Bany.....	4
Tapa bany.....	5
Cel·la 68.....	6
Cel·la 78.....	7
Tapa cel·la.....	8
Cubeta de protecció.....	9

Annex B: Plànols de l'utilatge

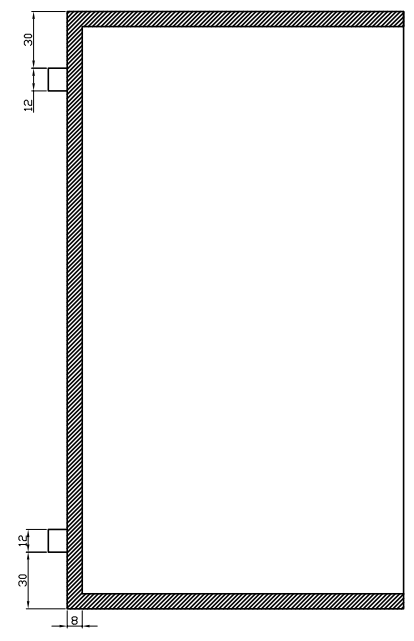
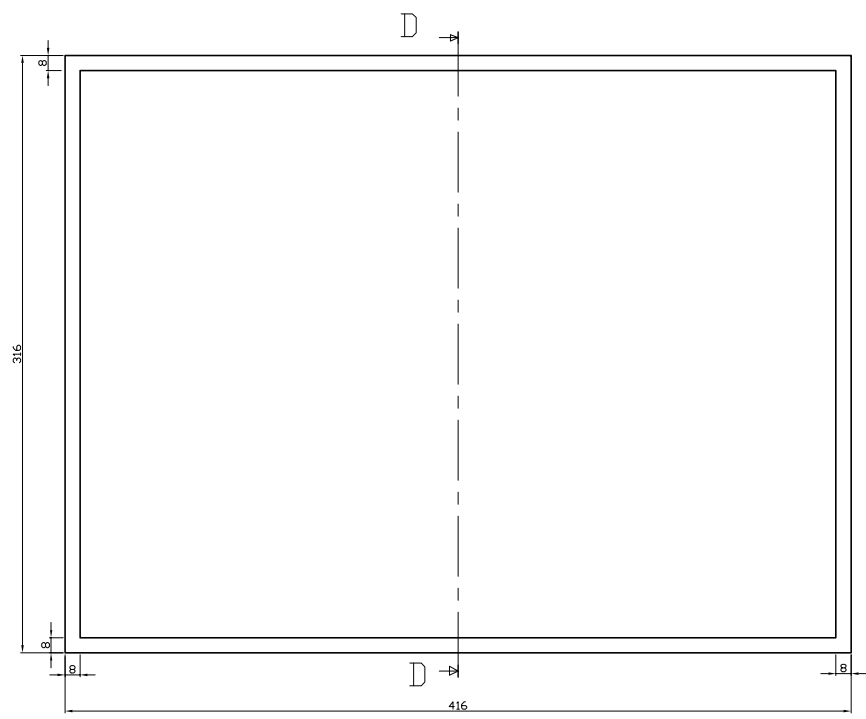
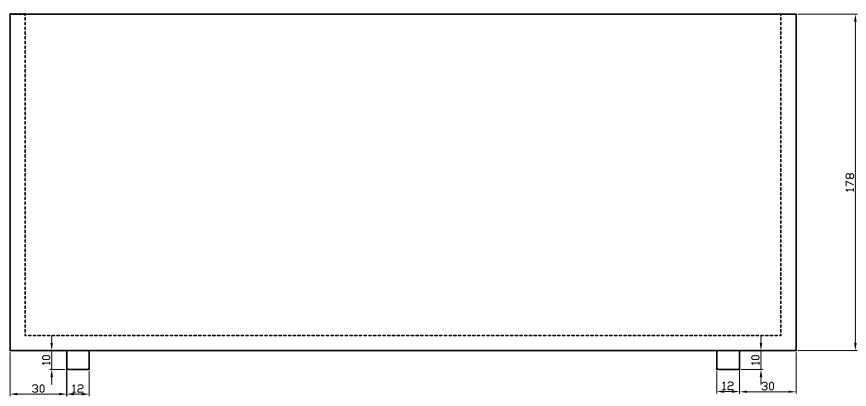
Útil inferior.....	11
Útil superior.....	12

Annex C: Plànols de les provetes

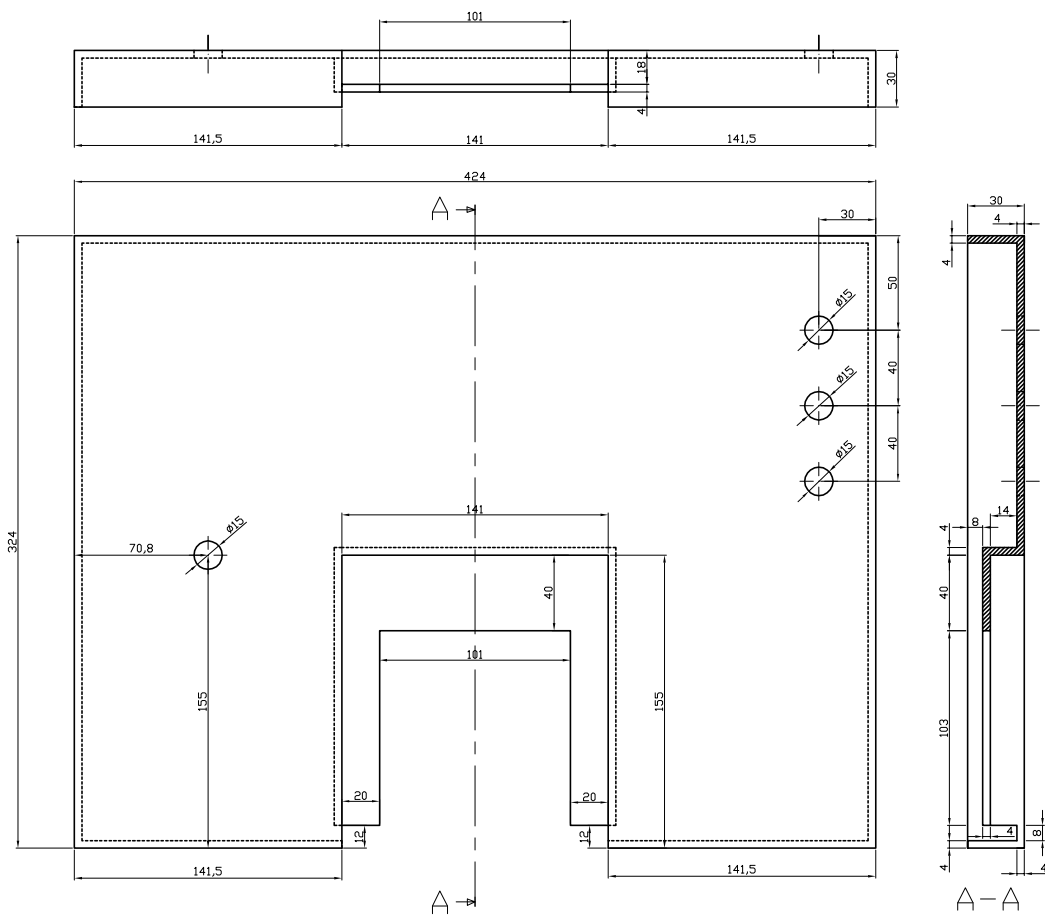
Proveta curta.....	14
Proveta llarga.....	15

Annex D: Dissenys descartats.....16

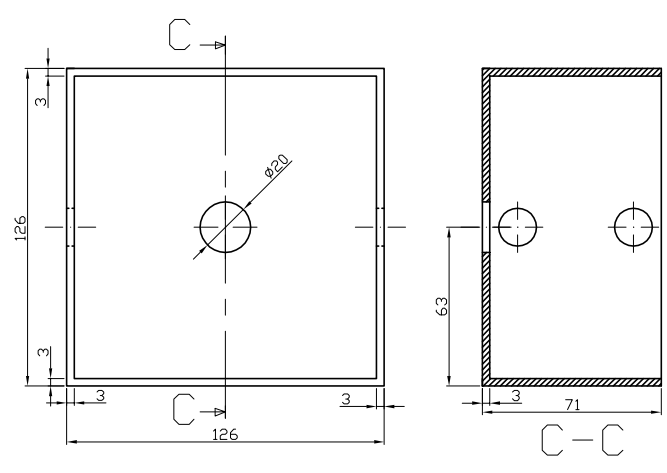
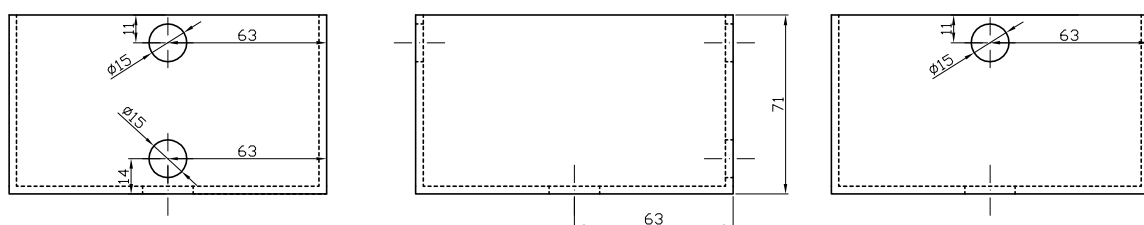
Annex A: Plànols del sistema d'assaig



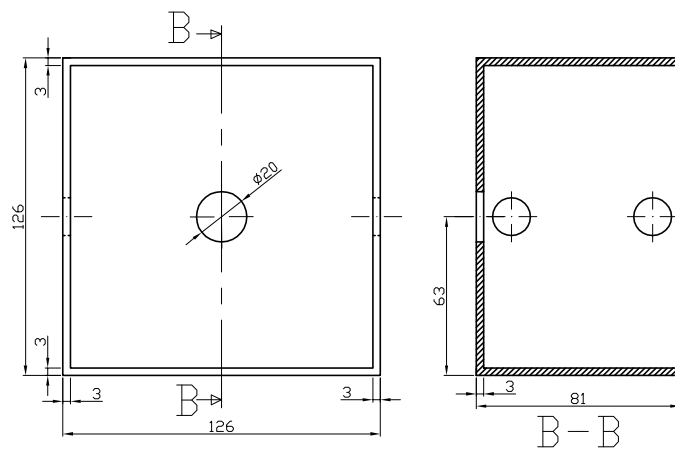
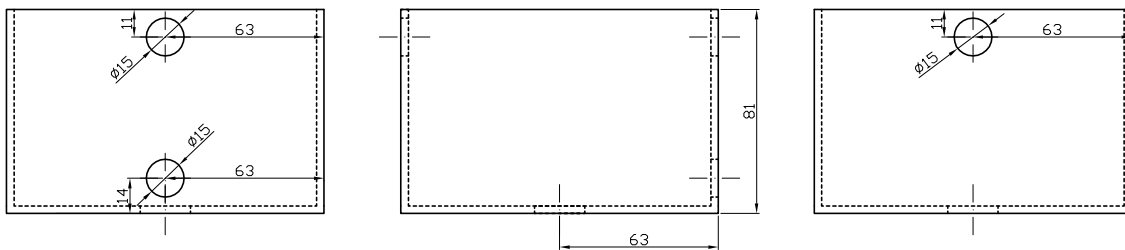
Nom peça: Bany	
escala: 1:4	material: PC
	número de peças: 1



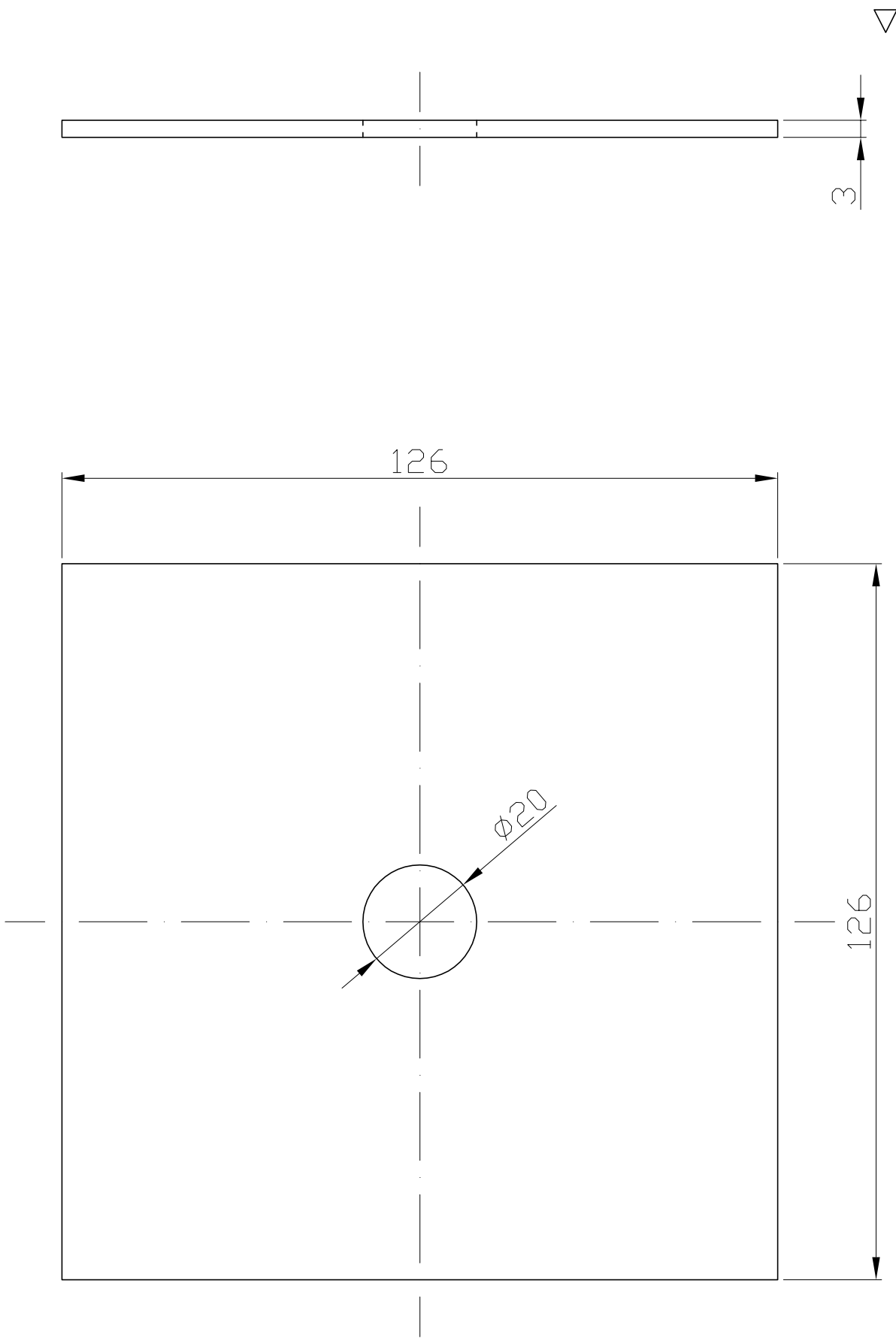
Nom peça: Tapa bany	
escala: 1:4	material: PC
	número de peças: 1



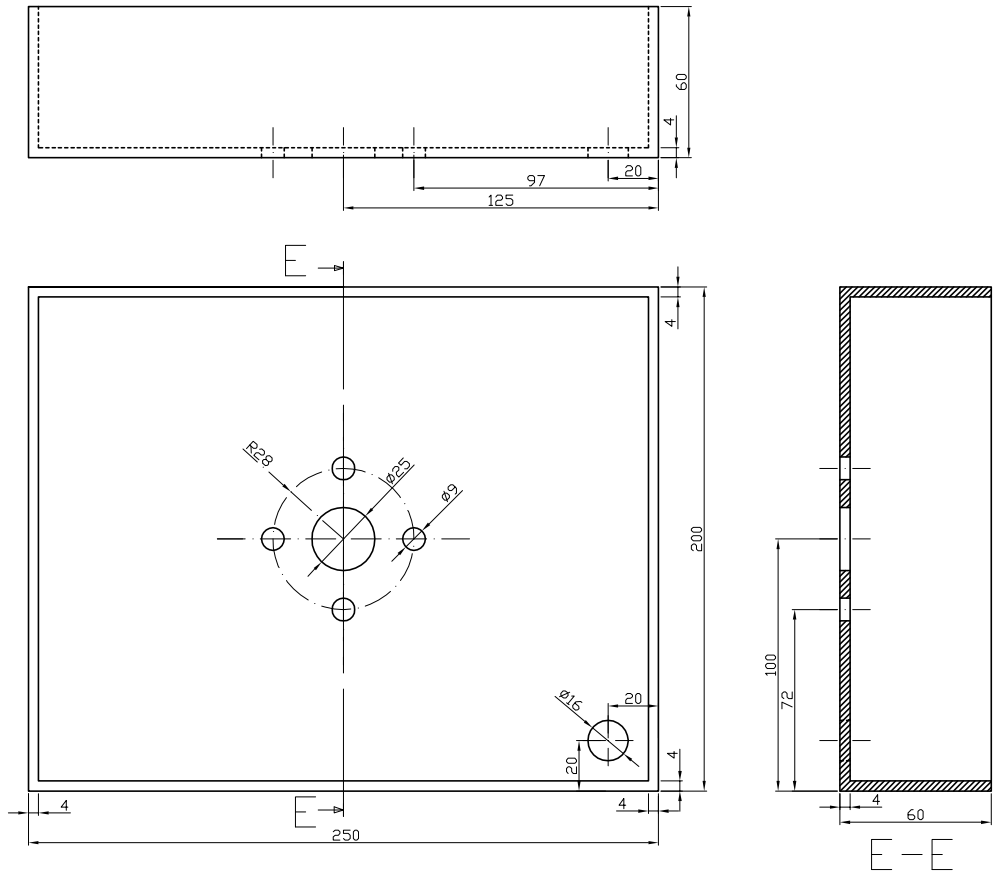
Nom peça: Cella 68	
escala: 1:3	material: PC
	número de peças: 1



Nom peça: Cella 78	
escala: 1:3	material: PC
	número de peças: 1



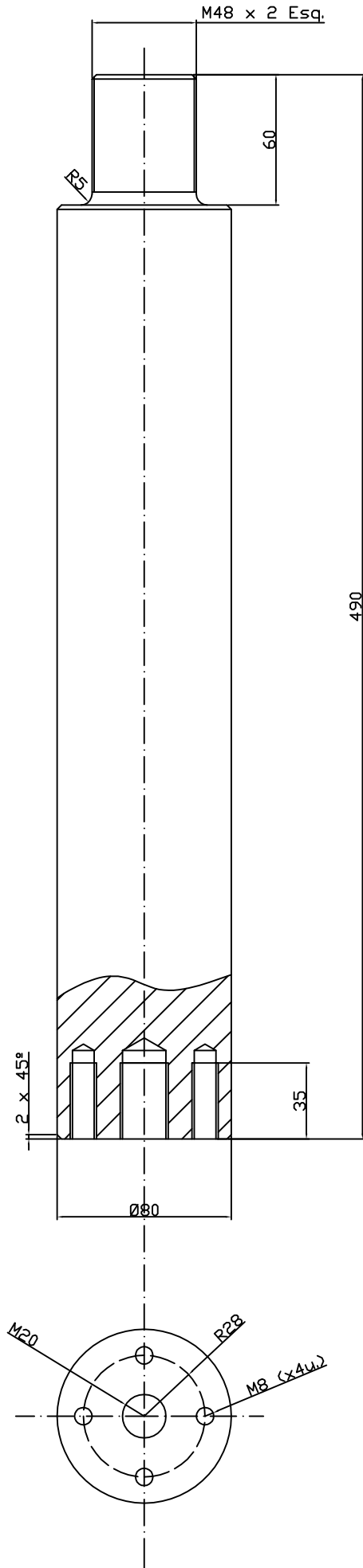
Nom peça: Tapa cella	
escala: 1:1	material: PC
	número de peças: 2



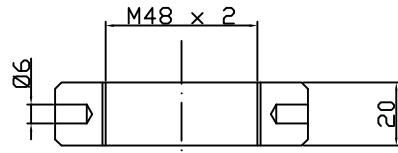
Nom peça: Cubeta de protecció	
escala: 1:3	material: PMMA
	número de peces: 1

Annex B: Plànols de l'utilatge

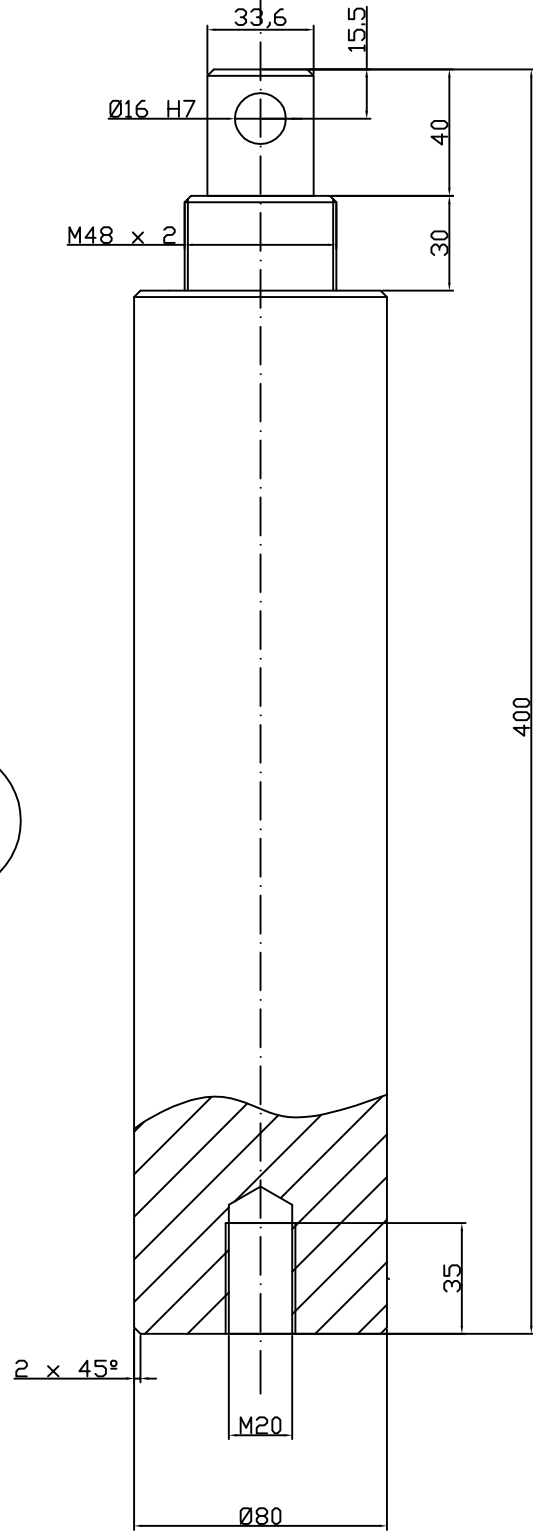
3



1

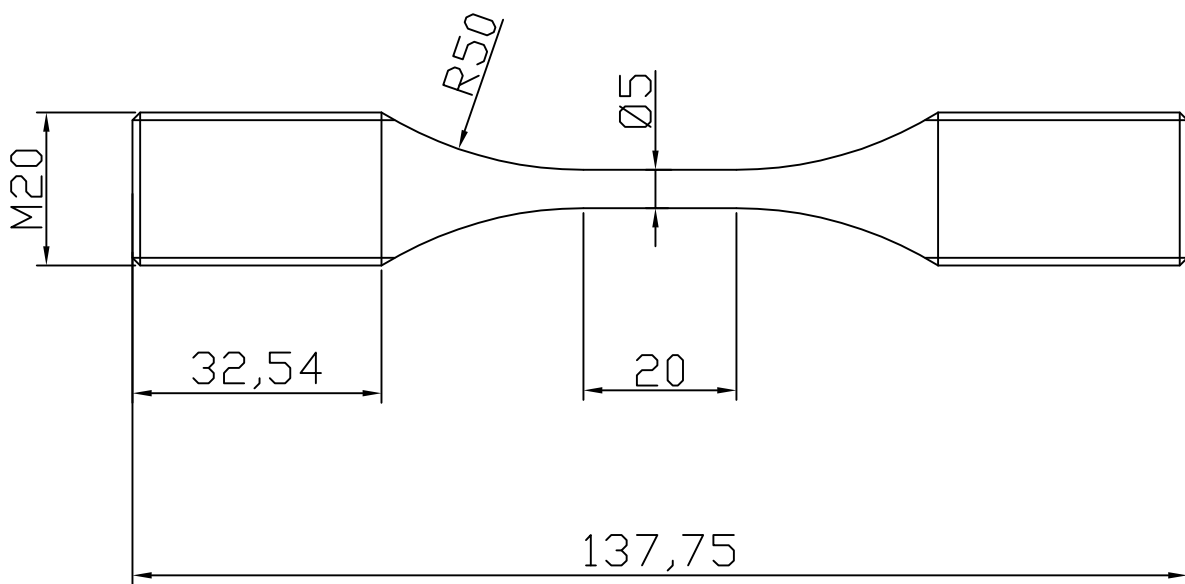


2



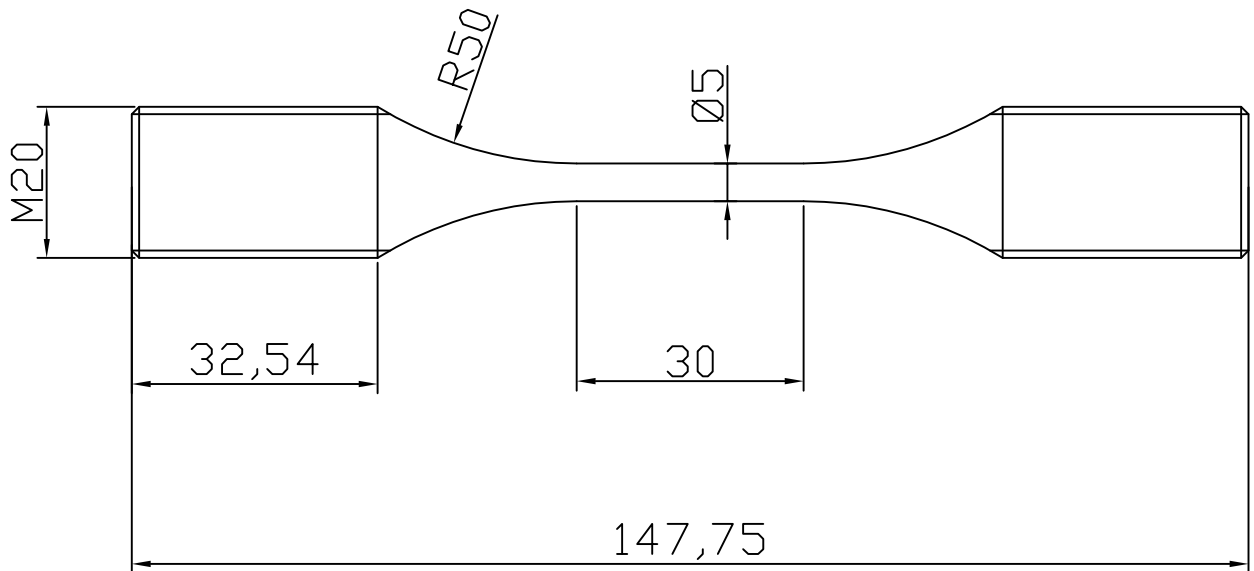
Annex C: Plànols de les provetes

CONTROL DE MODIFICACIONS			
Versió	Descripció	Data	Nom
1	-	-	-
2	-	-	-



01B	Provetes de Tracció		10u.	1.2343		-					
Ref.	Descripció		Qt.	Material/tractament			Norma				
N10 / N8 / (\checkmark) Acabats de superfície	Toleràncies generals segons UNE EN 22768 1:1993		Dimensió	0,5 fins 3	3,1 fins 6	6,1 fins 30	30,1 fins 120	120,1 fins 400	400,1 fins 1000	1000,1 fins 2000	2000,1 fins 4000
	Toleràncies			± 0,10	± 0,10	± 0,20	± 0,30	± 0,50	± 0,60	± 1,20	± 2,0
Fulla nº:	Plànol nº:			Escala:		Anul.lar arestes no indicades amb xarxa		0,5x45º			
	Denominació:			1:1		Data		Nom			
	Corrosion Tension Test			Dibuixat		15/06/09		ATM			
				Comprovat		15/06/09		ATM			
Fulla nº:		Total fulles:	Format DIN-A4		Sustitueix al:						

CONTROL DE MODIFICACIONS			
Versió	Descripció	Data	Nom
1	-	-	-
2	-	-	-



01B	Provetes de Tracció		10u.	1.2367	-						
Ref.	Descripció		Qt.	Material/tractament	Norma						
N10 / N8 / Acabats de superfície	Toleràncies generals segons		Dimensió	0,5 fins 3	3,1 fins 6	6,1 fins 30	30,1 fins 120	120,1 fins 400	400,1 fins 1000	1000,1 fins 2000	2000,1 fins 4000
	UNE EN 22768 1:1993		Tolerànci	± 0,10	± 0,10	± 0,20	± 0,30	± 0,50	± 0,80	± 1,20	± 2,0
	Plànol nº:			Escala:	Anul.lar arestes no indicades amb xarfrà						
	Denominació:				1:1		0,5x45º				
	Stress Corrosion Test			Dibuixat	15/06/09	Nom					
				Comprovat	15/06/09	ATM					
Fulla nº:	Total fulles:	Format DIN-A4		Sustitueix al:							

Annex D: Dissenys descartats

AnnexD: Dissenys descartats

Durant el procés de definició del sistema d'assaig han estat considerats altres possibles dissenys que, per un motiu o altre s'han descartat. Bàsicament han estat dues les opcions descartades; una que és un pas previ al disseny definitiu (A) i una altra que és un sistema completament diferent (B).

Opció A:

Va ser la primera idea considerada i la més semblant a les proves fetes amb tappers. Es tracta d'una cel·la cilíndrica amb entrada i sortida superior, amb la resta del sistema igual que el definitiu (Figura 2).

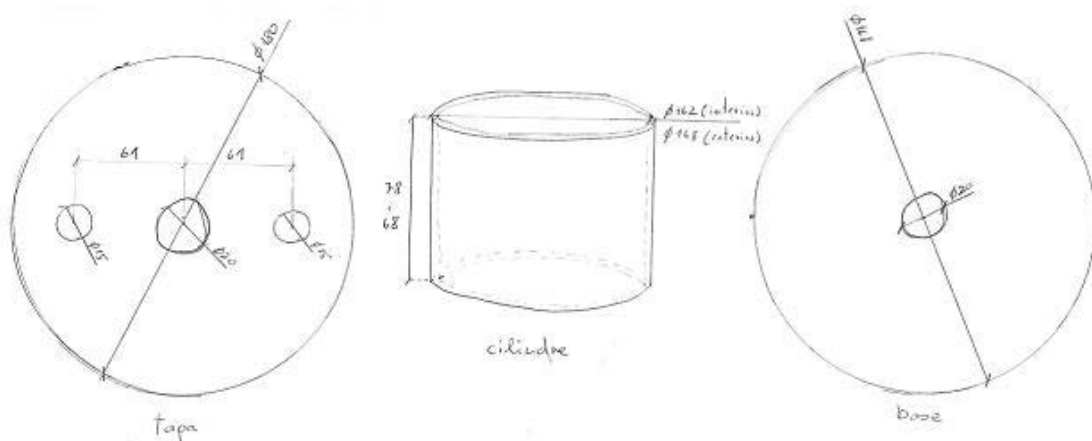


Figura 1. cel·la cilíndrica.

L'avantatge d'aquest sistema és que la geometria cilíndrica té una distribució del flux més homogènia; els inconvenients que la sortida superior requereix d'un bon segellament de la tapa de la cel·la ja que hi tenim pressió i que la geometria cilíndrica impedeix fer les entrades i sortides pel lateral.

Opció B:

L'altra opció plantejada és un sistema completament diferent: es tracta de muntar una cel·la molt més gran que directament escalfem i removem (Figura 3).

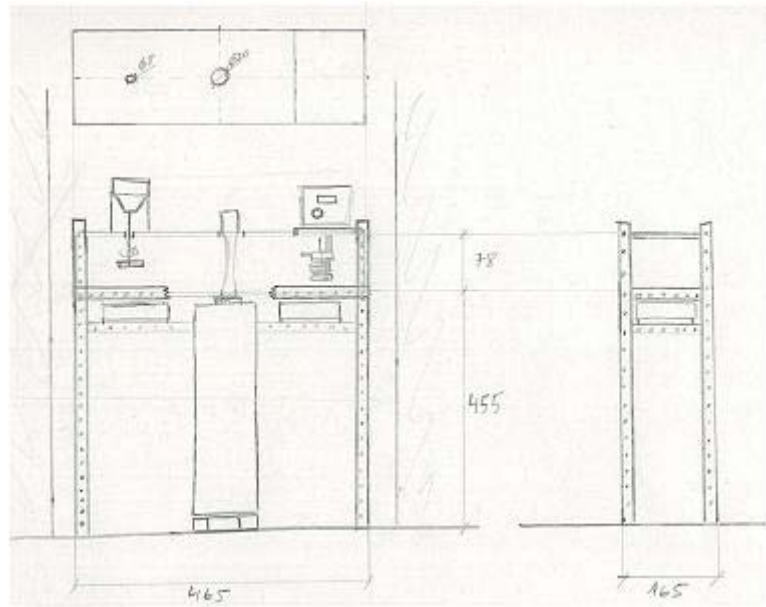


Figura 2. Piscina.

L'avantatge principal d'aquest sistema és la senzillesa: tenim només una sola cubeta i ens estalviem tubs, sistemes de bombatge i retorn i possibles pèrdues al circuit. Però té l'inconvenient que l'evaporació és inevitable, i la pèrdua d'aigua implica una disminució directa del nivell d'aigua de la proveta, i això és crític.