

**UNIVERSIDAD DE BURGOS**  
**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA CIVIL**



**TESIS DOCTORAL**

**EVALUACIÓN Y APLICACIÓN DEL ENSAYO  
DE FLUENCIA MINIATURA DE PUNZONADO  
(SPCT) PARA LA DETERMINACIÓN DE LAS  
PROPIEDADES A CREEP EN LA ALEACIÓN  
DE MAGNESIO AZ31B**

**MIRIAM LORENZO BAÑUELOS**

**Burgos, Febrero de 2015**



**UNIVERSIDAD DE BURGOS**  
**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA CIVIL**

**TESIS DOCTORAL**

**EVALUACIÓN Y APLICACIÓN DEL ENSAYO  
DE FLUENCIA MINIATURA DE PUNZONADO  
(SPCT) PARA LA DETERMINACIÓN DE LAS  
PROPIEDADES A CREEP EN LA ALEACIÓN  
DE MAGNESIO AZ31B**

*Autor:*

**MIRIAM LORENZO BAÑUELOS**

*Directores:*

**JESÚS MANUEL ALEGRE CALDERÓN**

**ISIDORO IVÁN CUESTA SEGURA**

*Tesis Doctoral presentada en la Universidad de Burgos para la obtención  
del Título de Doctor*

**Burgos, Febrero de 2015**

*“El genio se compone del dos por ciento de talento y del noventa y ocho por ciento de perseverante aplicación” Ludwing van Beethoven.*

## ***AGRADECIMIENTOS***

Este trabajo de investigación va especialmente dedicado a los profesores Jesús Manuel Alegre e Isidoro Iván Cuesta, directores de ésta Tesis, en primer lugar por su excelente calidad humana e inestimable ayuda aportada, por animar en los momentos difíciles y dar la confianza necesaria para seguir adelante. En segundo lugar por su excelente y admirable labor profesional como docentes e investigadores, por su capacidad resolutive y amplia visión Ingenieril ante cualquier problema. Muchas gracias de todo corazón por todo lo aprendido a vuestro lado.

Agradecer la financiación recibida del Proyecto del Ministerio (MCI-Ref.: MAT2011-28796-C03-02.), al profesor y compañero del Departamento de Ingeniería Civil Wilco Verbeeten por su interés e implicación en consultas a cerca de resultados, así como al parque tecnológico de I+D, en especial a Pilar Castroviejo por la ayuda en la realización de las micrografías mediante MEB Microscopía Electrónica de Barrido.

Con todo mi cariño a mis hijas Mónica y Mireya por el sacrificio hecho por su madre en especial estos últimos cuatro años, a mis padres Teodoro y M<sup>a</sup> José, a mi hermana Mónica y a mis abuelos (especialmente a Fermín y Josefa), por todo el apoyo, confianza y los valores inculcados.

Finalmente, mención especial a mi marido Iñaki, por su apoyo y confianza incondicional, optimismo y todo el sacrificio realizado que me han ayudado a seguir adelante en los momentos de mayor dificultad. Sin ti esta Tesis no habría sido posible.



# ÍNDICE

<b>NOMENCLATURA .....</b>	<b>1</b>
<b>CAPÍTULO 1 .....</b>	<b>5</b>
<b>INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS .....</b>	<b>5</b>
1.1    Introducción.....	5
1.2    Objetivos.....	7
1.3    Esquema del documento .....	8
<b>CAPÍTULO 2 .....</b>	<b>9</b>
<b>ESTADO DEL ARTE.....</b>	<b>9</b>
2.1    Introducción.....	9
2.2    El fenómeno de Creep uniaxial.....	9
2.2.1 <i>Creep I primario o transitorio (Etapa I):</i> .....	14
2.2.2 <i>Creep II secundario o estabilizado (Etapa II):</i> .....	15
2.2.3 <i>Creep III terciario o acelerado (Etapa III):</i> .....	17
2.3    Modelos de estimación de tiempo de fallo: .....	18
2.3.1 <i>Larson-Miller</i> .....	21
2.3.2 <i>Orr-Sherby-Dorn</i> .....	22
2.3.3 <i>Ecuaciones de Wilshire</i> .....	23
2.3.4 <i>Modelos de Monkman-Grant y Monkman-Grant Modificado</i> .....	25
2.3.5 <i>Otros modelos paramétricos de previsión</i> .....	27
2.4    Mecanismos de creep en metales.....	27
2.4.1 <i>Difusión</i> .....	30
2.4.2 <i>Dislocación</i> .....	31
2.4.3 <i>Deslizamiento y Trepado de dislocaciones</i> .....	31
2.4.4 <i>Deslizamiento en borde de grano</i> .....	32
2.5    Fenómeno de creep en aleaciones de magnesio. ....	33
2.5.1 <i>Aleaciones de magnesio</i> .....	33
2.5.1.1 <i>Designación de las aleaciones de magnesio</i> .....	34
2.5.1.2 <i>Elementos de aleación de las aleaciones de magnesio</i> .....	36
2.5.1.3 <i>Relación entre la microestructura y las propiedades mecánicas en aleaciones de magnesio</i> .....	38

2.5.2	<i>Mecanismos de creep en aleaciones de magnesio</i> .....	41
2.5.3	<i>Propiedades a alta temperatura de las aleaciones Mg-Al</i> .....	44
2.6	Comportamiento a creep de la aleación AZ31 .....	45
2.7	Ensayos miniatura para caracterización de las propiedades de creep.....	48
2.7.1	<i>El ensayo miniatura de punzonado (SPT)</i> .....	48
2.7.2	<i>El ensayo Small Punch Creep Test (SPCT)</i> .....	50
2.7.3	<i>Revisión histórica del uso del ensayo SPCT</i> .....	52
2.7.3.1	<i>Relación <math>P/\sigma</math> entre los ensayos UCT y SPCT</i> .....	52
2.7.3.2	<i>Relación <math>\delta/\varepsilon</math> de UCT con SPCT</i> .....	66
2.7.3.3	<i>Relación <math>t_f</math>, <math>n</math> y <math>Q_c</math> de UCT con SPCT</i> .....	70
2.7.3.4	<i>Relación modelos de previsión de <math>t_f</math> de UCT con SPCT</i> .....	77
2.7.3.5	<i>Relaciones numéricas UCT con SPCT</i> .....	85
<b>CAPÍTULO 3</b> .....		<b>89</b>
<b>CARACTERIZACIÓN CONVENCIONAL DEL MATERIAL</b> .....		<b>89</b>
3.1	Introducción .....	89
3.2	Material .....	89
3.3	Caracterización microestructural .....	91
3.3.1	<i>Observación por microscopía óptica</i> .....	92
3.3.2	<i>Observación y análisis por microscopía electrónica de barrido</i> .....	94
3.4	Ensayos de tracción uniaxial.....	96
3.5	Ensayos SPT .....	100
<b>CAPÍTULO 4</b> .....		<b>109</b>
<b>METODOLOGÍA Y PROGRAMA EXPERIMENTAL</b> .....		<b>109</b>
4.1	Introducción .....	109
4.2	Definición de las probetas.....	109
4.2.1	<i>Probetas uniaxiales para los ensayos UCT</i> .....	110
4.2.2	<i>Probetas miniatura para los ensayos SPCT</i> .....	110
4.3	Esquema metodológico .....	110
4.4	Metodología y programa experimental de tracción .....	113
4.5	Metodología y programa experimental de UCT .....	118



4.6	Metodología y programa experimental de SPCT .....	125
<b>CAPÍTULO 5 .....</b>		<b>131</b>
<b>RESULTADOS EXPERIMENTALES.....</b>		<b>131</b>
5.1	Introducción.....	131
5.2	Resultados del programa experimental de tracción .....	132
5.3	Resultados del programa experimental UCT.....	137
5.4	Resultados del programa experimental SPCT .....	146
5.5	Análisis Fractográfico.....	154
5.6	Ensayos interrumpidos .....	158
<b>CAPÍTULO 6 .....</b>		<b>161</b>
<b>APLICACIÓN DE LA METODOLOGÍA Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....</b>		<b>161</b>
6.1	Introducción.....	161
6.2	Cálculo del exponente de tensión y de la energía de activación.....	162
6.2.1	<i>Aplicación a los resultados UCT .....</i>	<i>162</i>
6.2.2	<i>Aplicación a los resultados SPCT.....</i>	<i>164</i>
6.3	Modelo de previsión de Larson-Miller .....	169
6.3.1	<i>Aplicación a los resultados UCT .....</i>	<i>169</i>
6.3.2	<i>Aplicación a los resultados SPCT.....</i>	<i>172</i>
6.3.3	<i>Comparativa entre UCT y SPCT.....</i>	<i>174</i>
6.4	Modelo de previsión de Orr-Sherby-Dorn.....	175
6.4.1	<i>Aplicación a los resultados UCT .....</i>	<i>176</i>
6.4.2	<i>Aplicación a los resultados SPCT.....</i>	<i>177</i>
6.4.3	<i>Comparativa entre UCT y SPCT.....</i>	<i>178</i>
6.5	Modelo de previsión de Monkman-Grant Modificado.....	179
6.6	Modelo de previsión de Wilshire.....	185
6.6.1	<i>Parámetros del modelo para los ensayos UCT.....</i>	<i>186</i>
6.6.2	<i>Parámetros del modelo para los ensayos SPCT.....</i>	<i>188</i>
6.6.3	<i>Comparativa entre UCT y SPCT.....</i>	<i>190</i>
6.7	Comparativa entre los diferentes modelos analizados.....	192

<b>CAPÍTULO 7.....</b>	<b>195</b>
<b>CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO .....</b>	<b>195</b>
7.1 Conclusiones .....	195
7.2 Trabajo futuro .....	203
<b>BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>205</b>

## NOMENCLATURA

$A$	Constante que depende del material en la ecuación de Arrhenius
$D, D^*$	Direcciones de laminación normal y codificada
$d_p$	Diámetro del punzón
$d_m$	Diámetro de la matriz superior
$D_m$	Diámetro de la matriz inferior
$e$	Deformación ingenieril
$e_f$	Alargamiento en rotura en el ensayo de tracción
$E$	Módulo de Young
$E_p$	Módulo plástico
$h, t$	Espesor de la probeta en contacto con el borde
$h_0, t_0$	Espesor inicial de la probeta
$k$	Coefficiente de fijación o sujeción
$k_1, k_2, u, v$	Constantes del modelo de Wilshire
$k_{sp}$	Constante de ductilidad del material
$n$	Exponente de tensión
$P, P^*$	Carga aplicada normal y codificada
$P_{max}$	Carga máxima de la curva carga-desplazamiento del SPT
$P_y$	Carga de fluencia de la curva carga-desplazamiento del SPT
$Q_c$	Energía de activación
$Q_c^*$	Energía de activación de autodifusión en la red cristalográfica
$r$	Radio del punzón
$r_m$	Radio de redondeo de la matriz inferior
$R$	Constante ideal de los gases, $J/mol \cdot K$
$R$	Radio de la matriz inferior
$s$	Tensión ingenieril

---

$s_u$	Tensión ingenieril última, igual que $\sigma_{uts}$
$S$	Sección de la probeta UCT
$t$	Tiempo
$t_m$	Tiempo en el que se alcanza la velocidad de deformación mínima
$t_f$	Tiempo de fallo
$T, T^*$	Temperatura normal y codificada
$T_h$	Temperatura homóloga
$T_m, T_f$	Temperatura de fusión del material
$V, V^*$	Velocidad de desplazamiento normal y codificada
$x_i$	Valor codificado de los parámetros variables
$X_i$	Valor real de los parámetros variables
$X_{iNInf}$	Valor real del nivel más bajo del factor $i$
$X_{iNSup}$	Valor real del nivel más alto del factor $i$
$\tilde{X}_i$	Media de $X_{iNSup}$ y $X_{iNInf}$
$\Delta_{p_{max}}$	Desplazamiento del punzón cuando la carga es máxima
$\delta = u_1$	Desplazamiento del punzón o deflexión en $\varphi = 0$
$\delta_f$	Desplazamiento del punzón o deflexión final o a fractura
$\delta_R$	Desplazamiento del punzón o deflexión relativo
$\delta_{R,f}$	Desplazamiento del punzón o deflexión relativo final o a fractura
$\dot{\delta}$	Velocidad de desplazamiento del punzón o de deflexión
$\dot{\delta}_R$	Velocidad de desplazamiento del punzón o deflexión relativo
$\dot{\delta}_m = \dot{\delta}_{min}$	Velocidad de desplazamiento del punzón o de deflexión mínima
$\dot{\delta}_{R,min}$	Velocidad de desplazamiento del punzón o deflexión relativo mínima
$\varepsilon$	Deformación verdadera o real
$\varepsilon_0$	Deformación inicial
$\varepsilon_f$	Deformación en el instante de rotura de la probeta
$\varepsilon_p, \varepsilon_s, \varepsilon_t$	Deformaciones debidas al creep
$\dot{\varepsilon}$	Velocidad de deformación
$\dot{\varepsilon}_s$	Velocidad de deformación correspondiente al estado secundario (II)
$\dot{\varepsilon}_m = \dot{\varepsilon}_{min}$	Velocidad de deformación mínima
$\theta$	Ángulo $\varphi$ en $d = R$ (borde del empotramiento)

$\theta_0$	Ángulo $\varphi$ en la superficie de contacto $\theta_0 = \varphi_{m\acute{a}x}$
$\sigma$	Tensión de membrana
$\sigma$	Tensión verdadera o real
$\sigma^*$	Tensión verdadera o real codificada
$\sigma_{eq}$	Tensión equivalente
$\sigma_m$	Tensión media
$\sigma_{uts}, \sigma_{TS}$	Tensión ingenieril última, igual que $s_u$
$\sigma_y$	Tensión de fluencia o límite elástico
$\sigma_{0.2}$	Límite elástico convencional para una deformación plástica del 0.2%
$\nu$	Coefficiente de Poisson
$\varphi$	Ángulo entre la superficie normal y el eje vertical
$\chi$	Coefficiente de fluidez del material



# **CAPÍTULO 1**

## **INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS**

### **1.1 INTRODUCCIÓN**

En la década de los 80, comenzaron a implementarse las técnicas de ensayo con probetas miniatura o (small punch testing techniques) en el sector nuclear, para solucionar el problema que suponía caracterizar el material irradiado de componentes en servicio, donde la escasez de material para mecanizar probetas normalizadas era un serio inconveniente.

Dada la sencillez del ensayo y los buenos resultados obtenidos, en la actualidad el ensayo miniatura de punzonado o (Small Punch Test) (SPT) está siendo utilizado como una alternativa factible para la caracterización de las propiedades mecánicas de materiales en aquellas situaciones donde no se dispone de material suficiente para la realización de ensayos convencionales. El ensayo consiste básicamente en el punzonado de una probeta con forma de disco ( $\text{Ø}8 \times 0.5 \text{mm}$ ) o cuadrada ( $10 \times 10 \times 0.5 \text{mm}$ ) de reducidas dimensiones, estando sus extremos empotrados por una matriz.

Por otro lado, para poder caracterizar el comportamiento a creep (fluencia a temperatura) de un material en general, se utilizan probetas convencionales estándar (cilíndricas o planas) para la realización de ensayos de fluencia uniaxiales normalizados o (Uniaxial Creep Test) (UCT). En ocasiones, no es posible contar con la cantidad de material suficiente para poder llevar a cabo esta caracterización, por ello, en esta Tesis se pretende evaluar y adecuar una metodología para poder obtener las propiedades a creep en un material utilizando probetas miniatura de punzonado. Esta técnica de ensayo se designa como ensayo de fluencia miniatura de punzonado o (Small Punch Creep Test) (SPCT).

Desde que *Parker et al.* en 1993 [1] propusieron el empleo de probetas miniatura de punzonado para determinar las propiedades a creep de un acero de baja aleación 1/2Cr1/2Mn1/4V que operaba a altas temperaturas, se han realizado varias investigaciones con diferentes materiales, siendo la extrapolación de resultados, provenientes del ensayo SPCT un tema pendiente de resolver.

La mayoría de las investigaciones se centran en aceros, siendo la aplicabilidad de esta técnica en aleaciones ligeras como las de magnesio, una novedad hasta la fecha.

En ese sentido el material utilizado en la presente Tesis ha sido una aleación de magnesio AZ31B, perteneciente al grupo de las magnesio-aluminio. Las razones por las que se ha optado este tipo de aleación son varias:

En primer lugar, la temperatura de trabajo. Debido a que el fenómeno de creep está activado por factores como la temperatura, este tipo de aleaciones de magnesio presentan puntos de fusión inferiores a los de otras aleaciones más convencionales como los aceros, siendo la temperatura un factor clave en el desarrollo experimental de la Tesis.

En segundo lugar, el conocimiento que se tiene a nivel microestructural de este tipo de aleaciones de magnesio, así como su facilidad de suministro.

Y en tercer lugar, la importancia de este tipo de aleaciones ligeras, ya que presentan gran interés en la industria aeroespacial y en particular en la industria del automóvil. Las aleaciones de magnesio, son una alternativa importante a otras aleaciones (acero, aluminio) para la fabricación de componentes de automoción, dado que proporcionan buenas propiedades con un reducido peso de los componentes. Por otra parte, otro de los factores que hacen que este tipo de aleaciones sea competitivo en este tipo de sectores, es que presentan un buen compromiso entre la resistencia y la ductilidad haciendo que los procesos de fabricación sean más cortos y económicos.

Algunos de estos componentes, fabricados con aleaciones de magnesio, están sometidos en servicio a temperaturas que pueden llegar a alcanzar los 200°C, lo cual hace que en el tiempo, y bajo la acción de los esfuerzos que soportan, desarrollen el fenómeno de creep.

En resumen, en esta Tesis se pretende evaluar y desarrollar una metodología para obtener mediante probetas miniatura de punzonado (SPCT) las propiedades a creep de la aleación de magnesio AZ31B.



Apoyado en un amplio programa experimental, se presenta la correlación existente entre los resultados de los ensayos de fluencia uniaxiales convencionales UCT y los ensayos SPCT. Para ello, el análisis se ha centrado en dos aspectos fundamentales:

En primer lugar, en la obtención de los parámetros de fluencia convencionales como exponente de tensión  $n$  y energía de activación  $Q_c$ . En segundo lugar, aplicando y analizando la viabilidad del uso, en las probetas SPCT de los modelos paramétricos de previsión tiempo-temperatura de Larson-Miller, Orr- Sherby-Dorn, Monkman-Grant y Wilshire.

El trabajo presentado se apoya en dos amplios programas experimentales, para la caracterización a creep del material a diferentes niveles de temperatura y tensión abarcando tiempos de fallo o vida a creep que oscilan desde 0.2h hasta 1300h.

Para ello, ha sido necesario diseñar e instrumentar dos equipos de ensayo (UCT y SPCT), desde el utillaje, los equipos de extensometría, las células de carga, termopares, la adquisición (DAQ) y elaboración del software para el tratamiento de datos.

## 1.2 OBJETIVOS

En base a las consideraciones anteriores se establecen como principales objetivos de la presente Tesis los siguientes:

- Evaluar la posibilidad de correlacionar los valores del ensayo de creep uniaxial UCT con el ensayo SPCT.
- Desarrollar una metodología para poder correlacionar los resultados de un ensayo de creep con probetas miniatura punzonado SPCT con los resultados obtenidos en un ensayo de creep uniaxial convencional UCT.
- Aplicar esta metodología a la aleación de magnesio AZ31B, previamente bien caracterizada.
- Definir un procedimiento para extender la aplicación de esta metodología a otras aleaciones ligeras de magnesio.

### 1.3 ESQUEMA DEL DOCUMENTO

Para cumplir los objetivos mencionados, el documento ha sido dividido en siete capítulos, sin tener en cuenta los correspondientes a la nomenclatura y a la bibliografía. En el capítulo actual se han introducido la motivación y los objetivos a alcanzar en este trabajo.

El Capítulo 2 recoge el estado del arte en lo que se refiere a creep uniaxial UCT, aleaciones de magnesio, creep en aleaciones de magnesio, el ensayo SPT y el ensayo SPCT.

El Capítulo 3 incluye la caracterización del material que se ha empleado para la consecución de los objetivos de la presente Tesis.

En el Capítulo 4 se presenta las metodologías propuestas para la determinación de las propiedades a creep mediante los ensayos UCT y SPCT.

En el Capítulo 5 se recogen los resultados experimentales obtenidos, tanto para los ensayos de tracción, como para los ensayos SPT, UCT y SPCT, así como el correspondiente análisis fractográfico de las probetas miniatura.

En el Capítulo 6 se aplican, en base a los resultados del capítulo anterior, las leyes de creep y modelos de previsión presentados para la obtención de parámetros de creep y estimación de la vida a creep del material analizado, mediante las dos técnicas de ensayo empleadas (UCT y SPCT). Además en este capítulo se presenta la correlación existente entre el UCT y el SPCT así como un análisis de los resultados obtenidos.

Finalmente, el Capítulo 7 contiene las principales conclusiones alcanzadas en el transcurso de la presente Tesis, así como los retos futuros en relación con el estudio desarrollado.

# **CAPÍTULO 2**

## **ESTADO DEL ARTE**

### **2.1 INTRODUCCIÓN**

Los dos pilares fundamentales del presente trabajo lo forman el ensayo de fluencia uniaxial (UCT) y el ensayo de fluencia miniatura de punzonado (SPCT). El objetivo de éste capítulo es fundamentar las bases científicas en la relación entre el ensayo de fluencia convencional UCT y el ensayo SPCT para obtener las propiedades a creep en la aleaciones de magnesio, en particular para la AZ31B.

En primer lugar se describe el fenómeno de creep y los parámetros típicos de las curvas de fluencia convencionales. En segundo lugar se describen generalidades a cerca de las aleaciones de magnesio, así como una revisión de su comportamiento a creep existente en la bibliografía. En tercer lugar, se describe el ensayo miniatura de punzonado. En cuarto lugar, se presenta una profunda revisión en la que se recogen los diferentes procedimientos para obtener los parámetros de creep de un material, mediante el empleo de probetas miniatura. Esta técnica de ensayo SPCT y la convencional o uniaxial UCT, serán las utilizadas en la presente Tesis para obtener las propiedades a creep de la aleación de magnesio AZ31B.

### **2.2 EL FENÓMENO DE CREEP UNIAXIAL.**

El fenómeno de fluencia a alta temperatura, conocido como creep, se define como un mecanismo de deformación plástica dependiente del tiempo, de la temperatura y de la carga aplicada [2], de tal forma que podemos expresar dicho valor de deformación mediante una función genérica del tipo:

$$\varepsilon = f(\sigma, T, t) \quad (2.1)$$

La deformación por creep es un fenómeno activado térmicamente que puede darse a niveles de tensión muy por debajo del límite de fluencia o cedencia del material para la temperatura específica de trabajo [3]. La temperatura a partir de la cual comienzan a fluir los metales depende de la temperatura de fusión  $T_m$  del material. En el caso de los metales ( $T > 0.3 \cdot T_m - 0.4 \cdot T_m$ ). Para un material concreto, se entiende que se trabaja a alta temperatura, cuando el fenómeno de creep o termofluencia es significativo y existe riesgo de fractura.

Para la caracterización del comportamiento a creep de un material, es habitual la utilización de probetas de tracción uniaxiales. El ensayo de creep uniaxial consiste en aplicar una carga constante, mantenida en el tiempo y a temperatura constante, sobre una probeta cilíndrica o plana del material de interés como se muestran en la Figura 2.1. Durante el transcurso del ensayo se registra la deformación diferida que experimenta dicho material con el tiempo y registrando el tiempo de fallo, si este tiene lugar durante el ensayo. Los ensayos de creep uniaxiales, para un mismo material, se realizan a diferentes niveles de tensión y temperatura, oscilando sus tiempos de fallo desde minutos hasta varios años.

Cuando se realizan ensayos de creep uniaxiales convencionales UCT, se obtiene una curva  $\varepsilon(t)$  en la que se registran valores de deformación por creep frente al tiempo, cuya forma típica es la que presenta en la Figura 2.2 a).

Se define la velocidad de deformación por creep  $\dot{\varepsilon}$  como la derivada de la función de creep con respecto al tiempo, la cual es dependiente de la temperatura, tensión aplicada y el tiempo transcurrido.

En general, para ( $T > 0.4 \cdot T_m$ ), se observa que la velocidad de deformación o velocidad de creep bajo carga constante presenta tres estados diferentes denominados: Creep primario o transitorio (I), creep secundario o estabilizado (II) y creep terciario o acelerado (III), tal y como se muestra en la Figura 2.2 a).

Como se puede observar, inicialmente se produce un valor de deformación inicial  $\varepsilon_0$  que contiene una parte elástica, más una deformación plástica si la tensión es suficientemente alta. Este valor se obtiene instantáneamente bajo la acción de la carga aplicada y correspondería a la deformación ordinaria que proporcionaría el diagrama tensión-deformación.

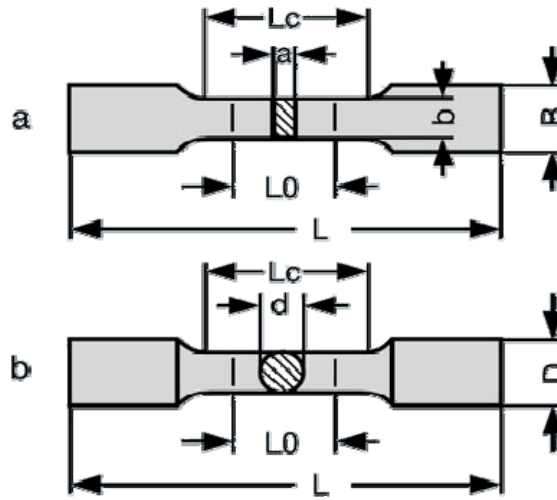


Figura 2.1. Geometría de probetas a) plana y b) cilíndrica de creep uniaxial.

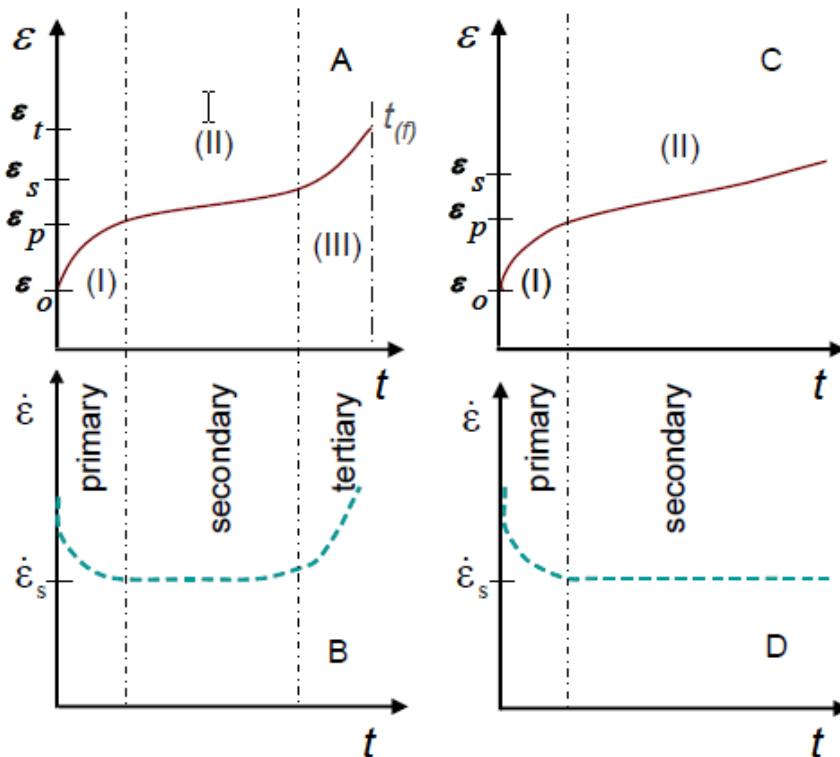


Figura 2.2. a) Curva de creep típica de tracción y b) velocidad de deformación en creep asociada. c) Curva típica de creep en compresión y d) velocidad de deformación en creep asociada [4].

Posteriormente se inicia el fenómeno de creep y en primer lugar, aparece el creep primario (I) o transitorio, en el que se aprecia una velocidad de deformación  $\dot{\epsilon}$  decreciente, como muestra la Figura 2.2 b). Inicialmente la deformación es rápida pero, a medida que se aproxima a un valor determinado, su velocidad disminuye. La duración de esta etapa es relativamente corta en relación con la curva total de creep. Esta disminución puede ser ocasionada por un aumento de la energía de activación  $Q_c$  necesaria, o por una disminución de los mecanismos atómicos que puedan activarse (ajustes plásticos asociados a borde de grano y vacantes). Además, en esta etapa de creep (I) transitorio, se desarrolla la relajación de tensiones en el material siendo este un factor de importancia considerable.

En segundo lugar aparece una etapa de creep secundario (II), estacionario o uniforme. Esta etapa se desarrolla una vez que el creep transitorio ha alcanzado un punto en el que comienza a producirse una evolución de la deformación continua que va evolucionando a una velocidad de deformación prácticamente constante. Los mecanismos que están asociados en esta fase, son generalmente, de deslizamiento. Esta segunda etapa, a medida que aumenta la tensión o la temperatura, se hace cada vez más corta, aumentando paralelamente la pendiente de la curva como se puede observar en la Figura 2.3.

En tercer lugar está el creep terciario (III) o acelerado, en el que la velocidad de deformación comienza a aumentar rápidamente hasta alcanzar la rotura del material. Esta tercera etapa no siempre aparece, como por ejemplo, en materiales que presentan fractura frágil, en los que puede desaparecer completamente [5].

Esta tercera etapa de creep (III) se asocia a:

- a) La acción de la temperatura, en la que la deformación por creep se acelera debido a la disminución de la capacidad de un metal a endurecerse por deformación.
- b) La acción de aplicar una carga constante produce una disminución de la sección transversal (estricción), lo que hace que se provoque un aumento de la tensión verdadera y que a su vez hace que aumente la velocidad de deformación por creep. Esta situación se puede corregir si en lugar de aplicar una carga constante, se mantiene una tensión constante en la probeta (disminuyendo la carga en proporción directa a la reducción de área). En esta situación, la curva de creep del ensayo seguiría, teóricamente, la misma tendencia que el estado de creep secundario hasta que ocurriese la rotura.

En la Figura 2.3 se observa como varían las curvas de creep en función de la temperatura de ensayo la y tensión aplicada. En este caso, al aumentar la temperatura o la carga se aprecia que:

- En el momento de aplicar la carga, la deformación instantánea aumenta.
- En el estado estacionario, la velocidad de deformación aumenta.
- El tiempo de vida del material, disminuye.

Matemáticamente las etapas de creep se pueden expresar como [4]:

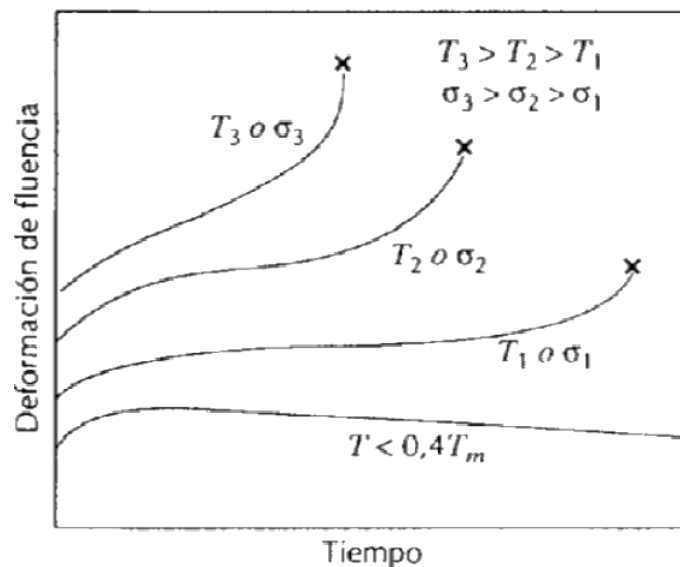
$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + \varepsilon_p + \varepsilon_s + \varepsilon_t \quad (2.2)$$

donde  $\varepsilon_0$  corresponde a la deformación instantánea y  $\varepsilon_p$ ,  $\varepsilon_s$  y  $\varepsilon_t$ , son las deformaciones correspondientes a las etapas de creep, (I) primario o transitorio, (II) secundario o estabilizado y (III) terciario o acelerado, respectivamente.

Si la carga se aplica en compresión, la deformación producida por el estado acelerado de creep desaparece y, en este caso, la ecuación correspondiente es la definida por:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + \varepsilon_p + \varepsilon_s \quad (2.3)$$

A continuación se presentan en detalle las expresiones más utilizadas para la definición de cada una de las etapas de creep mencionadas en este apartado.



**Figura 2.3.** Curva de creep ideal de un material por efecto de  $T$  y  $\sigma$ .

### 2.2.1 Creep I primario o transitorio (Etapa I):

Respecto al estado primario de creep o transitorio, el primer modelo para representar la evolución de la deformación frente al tiempo fue desarrollada por Andrade [6] donde el parámetro  $\beta$  es una constante del material:

$$\varepsilon(t) = \beta \cdot t^{1/3} \quad (2.4)$$

Posteriormente, Cottrell [7, 8] complementó la postulación de Andrade añadiendo el valor de la deformación instantánea  $\varepsilon_0$  y la velocidad de deformación correspondiente al estado secundario  $\dot{\varepsilon}_s$ , según la ecuación:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + \beta \cdot t^{1/3} + \dot{\varepsilon}_s \cdot t \quad (2.5)$$

En trabajos posteriores, esta misma ecuación fue modificada por Garofalo [2] estableciendo un modelo definido según una función del tipo:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + \varepsilon_t [1 - \exp(-m \cdot t)] + \dot{\varepsilon}_s \cdot t \quad (2.6)$$

En este modelo, se introducen nuevos parámetros del material como  $m$  y  $\varepsilon_t$ , correspondientes a una constante de tiempo en el estado de creep primario (I) y a la longitud de este primer tramo, respectivamente. Con esta ecuación se proponen interpretaciones físicas como que la etapa de creep transitorio (I) se define por una expresión exponencial debido a un proceso de agotamiento del material.

Respecto a la deformación instantánea  $\varepsilon_0$ , su valor es prácticamente despreciable en la curva  $\varepsilon - t$ . En la Figura 2.3 se puede apreciar cómo se produce un cambio en la tendencia de la curva respecto a la deformación del material en la etapa de creep transitoria (I), produciéndose una disminución en la velocidad de deformación.

La duración de esta etapa (I) es típicamente corta en relación con la curva total de creep y su velocidad de deformación disminuye rápidamente en el tiempo debido al trabajo de endurecimiento que restringe la deformación [9].

En la mayoría de los metales, la deformación por creep de esta etapa transitoria (I) se determina por una ley de fluencia o creep que la incluye dentro de la etapa de creep secundario (II) o estabilizado, como se comenta en párrafos posteriores.



### 2.2.2 Creep II secundario o estabilizado (Etapa II):

La etapa secundaria o estabilizada de creep (II) se caracteriza por presentar una velocidad de deformación constante y que ocupa la mayor parte del tiempo del ensayo de creep. En general, en esta etapa de creep secundario la disminución de la velocidad de deformación se asocia al trabajo de endurecimiento, mientras que el aumento de la velocidad de deformación en esta etapa se asocia a la recuperación del material debido a los mecanismos de recristalización y ablandamiento [9]. El balance dinámico entre estos dos mecanismos es el que hace que esta etapa sea relativamente estable. Este estado estabilizado depende principalmente de dos variables: la temperatura de ensayo y la tensión aplicada.

Si se considera que, en el estado de creep secundario, los efectos de la temperatura y la tensión son independientes, los ensayos realizados con dependencia de la temperatura demuestran que el estado transitorio se puede describir de manera similar a los procesos de oxidación y difusión descritos por la ecuación de aproximación de Arrhenius, según una ecuación del tipo:

$$\dot{\epsilon}_s \sim \exp\left(\frac{-Q_c}{R \cdot T}\right) \quad (2.7)$$

donde  $R$  es la constante de los gases,  $T$  la temperatura y  $Q_c$  es la energía de activación que toma diferentes valores en función del mecanismo de creep, para un material determinado. Este valor se puede identificar como una medida de la velocidad que determina los procesos de difusión [10].

Por otro lado, el efecto de la tensión en la velocidad de deformación por creep viene definido por la ley potencial de Norton [11] según la ecuación:

$$\dot{\epsilon}_s \sim s^n \quad (2.8)$$

donde  $n$  es el exponente de tensión y  $s$  es la tensión ingenieril definida según:  $s = P/A_0$ .

Esta ecuación es la base de la ley potencial de creep conocida como (power-law-creep), la cual se utiliza para describir el comportamiento a creep a altas temperaturas. Además su utilidad se ha demostrado mediante los resultados obtenidos con métodos experimentales.

Si se combinan el efecto de la tensión con el efecto de la temperatura se obtiene la expresión tipo Arrhenius según la ecuación (2.9) [12], en la que  $A$  es una constante que depende del material.

$$\dot{\epsilon}_s = A \cdot s^n \cdot \exp\left(\frac{-Q_c}{R \cdot T}\right) \quad (2.9)$$

Para tensiones muy altas, cercanas a la tensión de rotura del material a tracción, Garofalo en [2, 13] propone la expresión de seno hiperbólico como se muestra en la ecuación (2.10), donde  $\beta$  es una constante que depende de la tensión.

$$\dot{\epsilon}_s = \sinh(\beta \cdot \sigma)^n \quad (2.10)$$

El exponente de tensión  $n$ , depende del cambio de los mecanismos de creep y de otros factores que tenga el material, (se puede considerar como un indicador de creep a escala microscópica). En general, en metales puros, al variar el nivel de tensión aplicada en creep, se observa que el exponente  $n$  toma diferentes valores así, para niveles de tensión bajos,  $n$  toma valores en torno a 1, mientras que para tensiones elevadas toma valores superiores.

Para materiales metálicos  $n$  toma valores entre (3–5) siendo el mecanismo asociado de tipo dislocación. Si  $n = 1$  el mecanismo de creep asociado a la ecuación (2.9) es de difusión y si  $n = 2$  el mecanismo asociado es deslizamiento en borde de grano.

Como se ha comentado, el fenómeno de creep es debido a diferentes mecanismos a nivel microestructural. Los metales y las aleaciones metálicas pertenecen al grupo de los materiales cristalinos, clasificándose los mecanismos físicos de creep en tres grupos: Difusión (diffusional flow), dislocación (dislocation creep) y deslizamiento en borde de grano (grain boundary sliding) (GBS), cuya descripción más detallada se encuentra en el apartado 2.4.

Estos mecanismos de creep son independientes unos de otros y la deformación total a creep que sufre un material es la suma de todos los procesos. Para materiales metálicos, se puede expresar según la ecuación.

$$\epsilon_T = \epsilon_{dif} + \epsilon_{disl} + \epsilon_{GBS} \quad (2.11)$$

En el caso de los materiales con estructura cristalina, para definir el estado de creep secundario o estabilizado (II), se puede utilizar la expresión generalizada de la ecuación (2.12) [14].

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{A_2 \cdot \sigma^m}{d^q \cdot T} e^{\frac{-Q_c}{R \cdot T}} \quad (2.12)$$

En este caso, las variables en esta expresión que influyen en la velocidad de deformación en creep en el estado estabilizado son la temperatura  $T$ , la tensión  $\sigma$  y el diámetro medio del tamaño de grano  $d$ .

Por otro lado, aparecen exponentes como  $m$  y  $q$ , el coeficiente  $A_2$  y la energía de activación  $Q_c$ , cuyos valores dependen del material y del tipo de mecanismo desarrollado. Además, todos los mecanismos de creep descritos anteriormente, se considera que son activados térmicamente al igual que ocurre en la ecuación (2.1), aunque en este caso existe una dependencia débil debido a la inversa de la temperatura  $1/T$ .

### 2.2.3 Creep III terciario o acelerado (Etapa III):

Esta etapa terciaria, en materiales metálicos comienza en el final de la etapa secundaria y se caracteriza por que la velocidad de deformación  $\dot{\epsilon}$  comienza a aumentar rápidamente hasta alcanzar la rotura del material. La etapa de creep (III) tiene lugar cuando en el material aparece estricción y pequeñas micro-roturas o micro-poros que finalmente conducen a la rotura por creep del material. El fallo es inducido por la nucleación, crecimiento y coalescencia de cavidades [2].

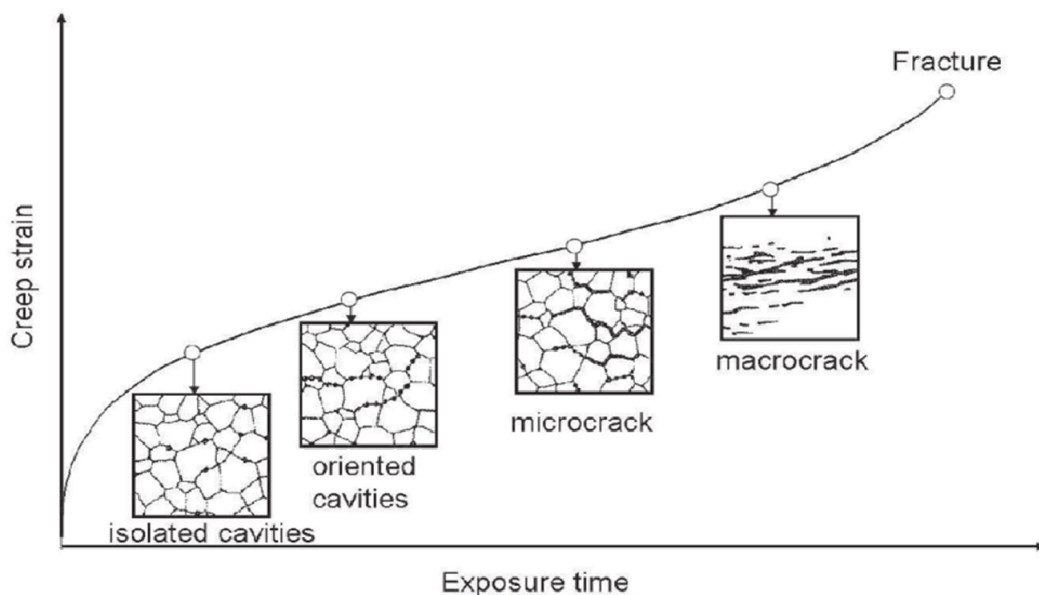
En la imagen de la Figura 2.4 se observa la evolución con el tiempo del modo de fallo durante un ensayo de creep típico para materiales metálicos.

Como se puede observar, la rotura final del material, se debe principalmente a inestabilidades de diferentes tipos, que disminuyen la resistencia del material como las descritas a continuación [10]:

- a) Mecánicas como disminución de sección y estricción localizada
- b) A nivel microestructural relacionadas con:
  - Crecimiento de borde de grano
  - Fenómenos de recristalización

- Coalescencia de precipitados
- Fenómenos envejecimiento
- Crecimiento o nucleación de microgrietas y cavidades en borde de grano, fenómeno conocido como cavitación.

En esta última zona, las deformaciones crecen exponencialmente con el tiempo, existiendo diferentes mecanismos de fallo como los descritos por autores como M. F. Ashby y H. J. Frost [15].



**Figura 2.4.** Evolución del mecanismo de creep [16].

### 2.3 MODELOS DE ESTIMACIÓN DE TIEMPO DE FALLO:

Desde un punto de vista ingenieril, cuando se diseña un componente susceptible de estar sometido al fenómeno de fluencia no interesa que, durante la vida en servicio, esté sometido a grandes deformaciones ni a roturas. A la hora de obtener resultados de fluencia experimentales, generalmente los tiempos están limitados a 1000h (42 días), 10.000h (14 meses) y en raras ocasiones se ha llegado hasta 100.000h (11 años). Si se quiere estimar el comportamiento a velocidades de deformación bajas y altas es necesario en general acudir a modelos de previsión.

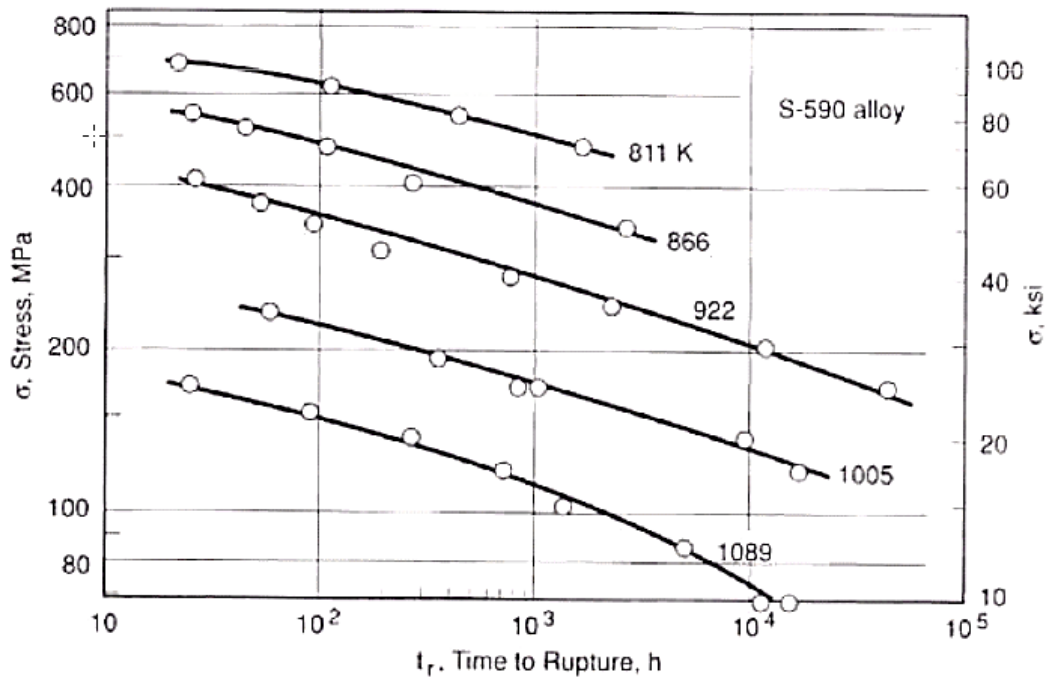
Una posibilidad es aproximar la estimación para la temperatura de interés, extrapolando la curva adecuada tensión-velocidad de deformación  $\sigma(MPa)-\dot{\epsilon}(1/h)$ , las curvas tensión-tiempo de fallo  $\sigma(MPa)-t_f(h)$  o bien las curvas tensión-tiempo  $\sigma(MPa)-t_\epsilon(h)$ , para adquirir una deformación determinada. Dos ejemplos de dichas curvas se presentan en la Figura 2.5 y Figura 2.6 respectivamente.

Estas extrapolaciones son sensibles a varios parámetros como el propio modelo de ajuste (lineal-logarítmico, logarítmico-logarítmico) teniendo en cuenta que también pueden producirse cambios en los mecanismo de deformación por fluencia.

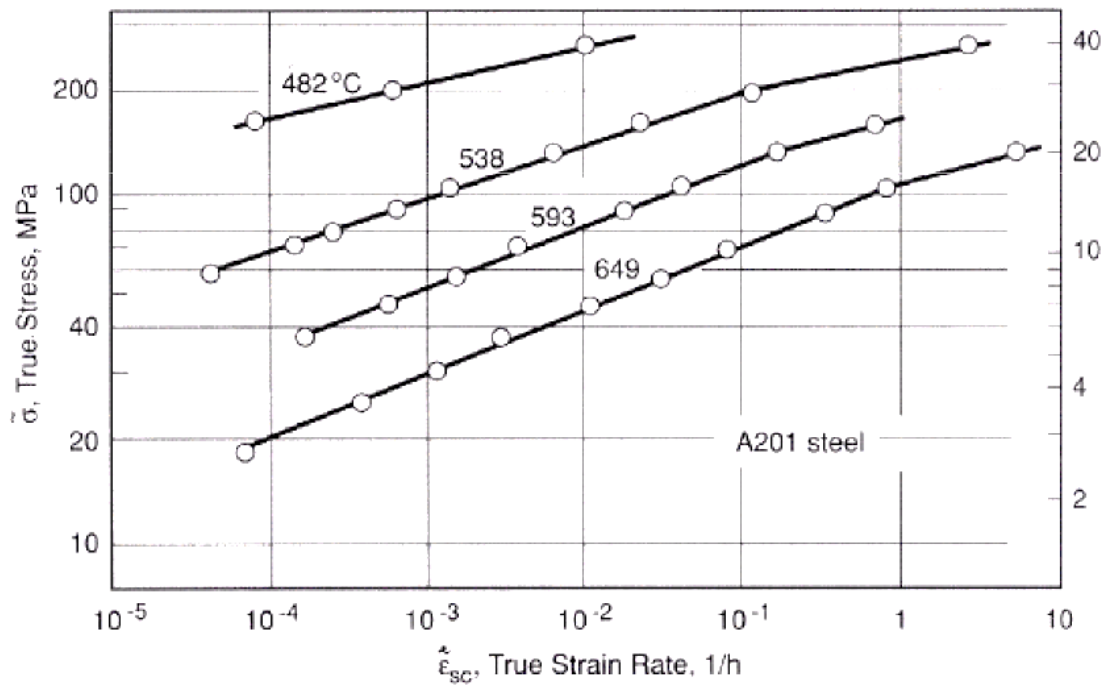
Para solventar estos inconvenientes, una manera más exacta en la estimación es utilizar tiempos de ensayos relativamente cortos, adaptados a las temperaturas de ensayo de interés o de servicio. Este último caso, es más adecuado que extrapolar a temperaturas constantes, como en el caso descrito en el párrafo anterior en el que se utilizan curvas como las de la Figura 2.5. Para obtenerlo es necesario obtener parámetros tiempo-temperatura [14] como los que se van a describir en este apartado.

El uso de modelos de previsión no es algo nuevo. Desde 1950 se han desarrollado numerosos métodos de correlación y extrapolación de resultados de vida a creep para periodos de tiempo más largos. Todos estos métodos se basan en la premisa de que el fenómeno de creep aumenta con la temperatura y con la tensión (ecuación (2.7) de Arrhenius).

Estos métodos de predicción de resultados de creep se denominan (métodos paramétricos) ya que están basados tanto en parte teórica (modificación de la ecuación (2.7) de Arrhenius) como en parte empírica. Los más importantes se comentan a continuación:



**Figura 2.5.** Tensión frente a tiempo de rotura para diferentes temperaturas en aleación S-590 [14].



**Figura 2.6.** Tensión frente a velocidad de deformación en estado estacionario para diferentes temperaturas en acero A201 [14].

### 2.3.1 Larson-Miller

En creep, uno de los modelos paramétricos de previsión más utilizados (tiempo-temperatura) es el propuesto en 1953 por Larson-Miller (LM) [8, 17]. Este modelo se basa en la suposición de que la energía de activación  $Q_c$  varía con la tensión  $\sigma$ .

El modelo de Larson-Miller considera un parámetro, denominado parámetro de Larson-Miller (PLM), según la ecuación:

$$PLM = T \cdot (C + \log t_f) \quad (2.13)$$

donde  $C$  es una constante que depende del material y suele tomar el valor de 20,  $t_f$  es el tiempo de fallo y  $T$  es la temperatura, expresados en horas y grados Kelvin respectivamente [8, 17].

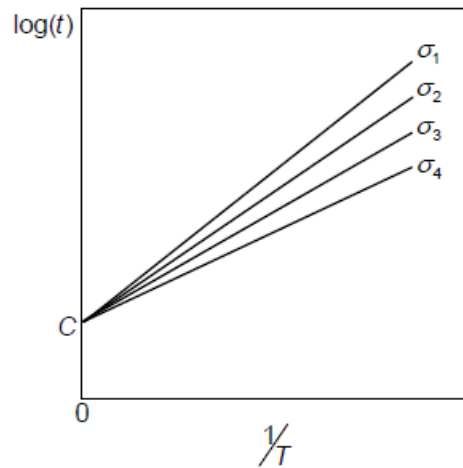
El valor propuesto de la constante  $C$  dentro del PLM, es una media de los valores de varias aleaciones, lo cual hace que en ocasiones se pierda precisión en la previsión y sea deseable utilizar valores adaptados a cada material [18].

Para un material en concreto, el valor de la constante  $C$ , se calcula extrapolando la intersección de una recta de isotensión  $\sigma = cte.$  a diferentes niveles de temperatura con el eje abscisas, representando los resultados experimentales en un gráfico  $\log t_f$  frente a  $1/T$  en Kelvin, según se esquematiza en la Figura 2.7.

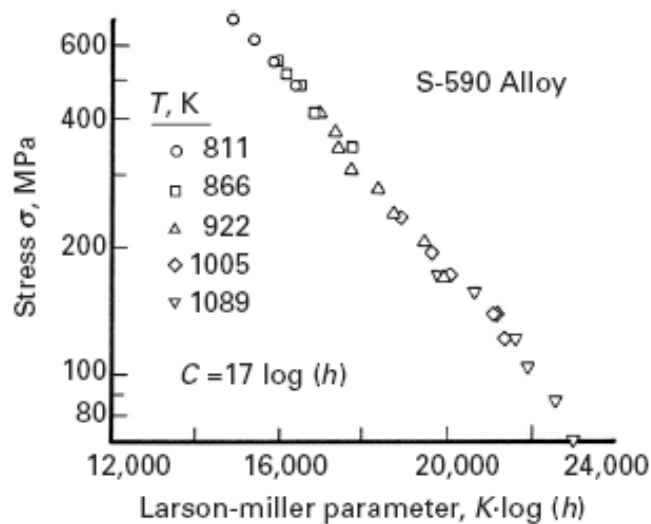
Una vez calculado el valor de la constante  $C$ , se obtiene el valor del parámetro de Larson-Miller según la ecuación (2.13), el cual varía en función del nivel de tensión  $\sigma$ . Si se representan los valores del PLM frente a la tensión  $\sigma$  aplicada, se obtienen las curvas maestras o patrón (master curve) para ese material como se presenta en el ejemplo de la Figura 2.8.

De este modo, si se quiere predecir el tiempo de fallo para una temperatura y tensión dada, se obtiene mediante la curva maestra el valor del PLM correspondiente y sustituyendo en la ecuación (2.13) junto con el valor de la temperatura, se obtiene el valor de la predicción del tiempo de fallo en horas, despejando según la ecuación (2.14).

$$t_f = 10^{\left(\frac{PLM}{T} - C\right)} \quad (2.14)$$



**Figura 2.7.** Obtención de la constante  $C$  del PLM para un material dado.



**Figura 2.8.** Curva maestra del PLM para la aleación S-590 [14].

### 2.3.2 Orr-Sherby-Dorn

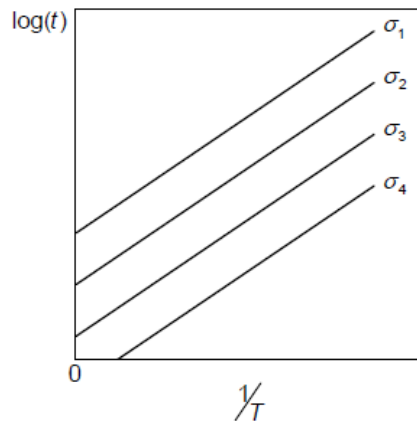
Otra de las correlaciones más utilizadas en creep uniaxial es la propuesta por Orr-Sherby-Dorn (OSD) [8, 19]. En este caso, la energía de activación  $Q_c$ , se supone constante e independiente de la tensión  $\sigma$ . El parámetro de Orr-Sherby-Dorn (POSD), viene definido según la ecuación:



$$POSD = \log t_f - \left( \frac{Q_c}{2.303 \cdot R \cdot T} \right) \quad (2.15)$$

donde  $t_f$  y  $T$  tienen las mismas unidades que en la ecuación (2.13),  $R$  es la constante universal de los gases y  $Q_c$  es la energía de activación.

En este caso, y de forma análoga al modelo de Larson-Miller, se calcula el valor de la constante  $M = (Q_c/2.303 \cdot R)$  como la pendiente paralela de las curvas de isotensión según se esquematiza en la Figura 2.9. Mediante este valor  $M$  y considerando  $R \approx 2(\text{cal/molK})$  en la ecuación (2.15) se calcula el valor de la energía de activación como  $Q_c = M/0.217$ .



**Figura 2.9.** Obtención de la constante  $M$  del POSD.

Una vez obtenido el valor de la constante  $M$  a partir de los resultados experimentales, se obtienen las curvas maestras o patrón para el modelo de OSD, estimando en este caso, el tiempo de fallo para una temperatura y tensión mediante la expresión:

$$t_f = 10^{\left( \frac{M}{POSD \cdot T} \right)} \quad (2.16)$$

### 2.3.3 Ecuaciones de Wilshire

Los últimos estudios de creep indican que las metodologías tradicionales, como las ecuaciones de la Ley Potencial (Power Law), son insuficientes para describir el comportamiento a creep en un amplio rango de materiales.

Las investigaciones más recientes, como las ecuaciones de Wilshire, han presentado buenos resultados en varios materiales [20-28], concretamente en la extrapolación de

predicciones a largo plazo basadas en resultados a corto plazo. Estas ecuaciones definidas por Wilshire se fundamentan en una serie de aproximaciones alternativas a las clásicas, las cuales se centran en la existencia del estado secundario de creep (II).

Según Wilshire, el concepto de estado estabilizado de creep o (steady state) se debe considerar como un proceso gobernado por una fase decadente del estado de creep primario (I) que da paso a una acumulación de daño a través de una fase acelerada de creep terciario (III). Es decir, considera que la existencia de la etapa secundaria de creep (II), definida como un tramo en el que  $\dot{\epsilon} = cte$ , es un fenómeno cuestionable. Por otra parte, el uso de los mapas de mecanismos de fractura en función de los valores del exponente de tensión  $n$  de las ecuaciones de creep tradicionales también debe tomarse con cierta precaución ya dado que el exponente  $n$  no puede tomarse como una constante.

Finalmente Wilshire propone que las aproximaciones para predecir la vida a creep basadas en la ley potencial deben sustituirse por una serie de ecuaciones exponenciales, las cuales permiten llegar a obtener una predicción correcta incluso para tiempos de creep cercanos a 100.000h. La extrapolación de los datos mediante las ecuaciones de Wilshire [29], evita las variaciones del exponente de tensión  $n$ , en función de la variación de la temperatura y del nivel de tensión, que derivan del uso de la ley potencial. Esto se realiza mediante la compensación de la temperatura de  $t_f(h)$  y  $\dot{\epsilon}_m$  normalizando  $\sigma$  mediante  $\sigma/\sigma_{TS}$ .

Por otra parte, el valor empleado de la energía de activación  $Q_c$  (kJ/mol) se considera aproximadamente igual al de autodifusión del material en la red cristalográfica o (lattice self diffusion)  $Q_c^*$ .

Para el tiempo de fallo  $t_f$  la ecuación propuesta por Wilshire es:

$$\left(\sigma/\sigma_{TS}\right) = \exp\left\{-k_1 \cdot \left[t_f \cdot \exp\left(-Q_c^*/R \cdot T\right)\right]^u\right\} \quad (2.17)$$

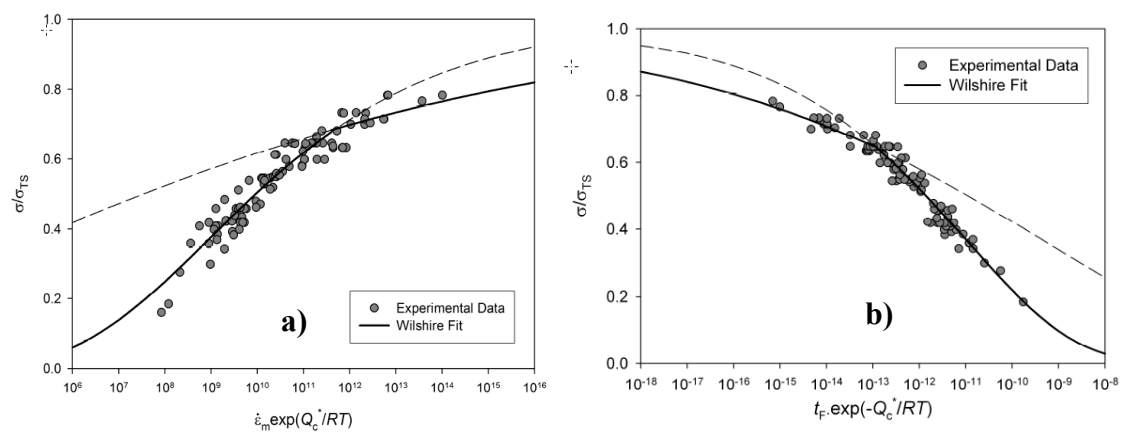
donde las constantes  $k_1$  y  $u$  se determinan graficando  $\ln(-\ln(\sigma/\sigma_{TS}))$  frente a  $\ln(t_f \cdot \exp(-Q_c^*/R \cdot T))$  a partir de los resultados experimentales.

Para la velocidad de deformación mínima  $\dot{\epsilon}_m$ , la ecuación de Wilshire presenta la forma:

$$\left(\frac{\sigma}{\sigma_{TS}}\right) = \exp\left\{-k_2 \cdot \left[\dot{\epsilon}_m \cdot \exp(Q_c^*/RT)\right]^v\right\} \quad (2.18)$$

Donde las constantes  $k_2$  y  $v$  se determinan graficando  $\ln(-\ln(\sigma/\sigma_{TS}))$  vs  $\ln(\dot{\epsilon}_m \cdot \exp(Q_c^*/RT))$ .

Estas ecuaciones (2.17) y (2.18) proporcionan una representación sigmoideal de los datos de manera que, si  $\dot{\epsilon}_m \rightarrow \infty$  y  $t_f \rightarrow 0$  entonces  $(\sigma/\sigma_{TS}) \rightarrow 1$  y del mismo modo, si  $(\sigma/\sigma_{TS}) \rightarrow 0$  entonces  $\dot{\epsilon}_m \rightarrow 0$  y  $t_f \rightarrow \infty$  como se puede observar en la Figura 2.10 a) y b).



**Figura 2.10.** Representación sigmoideal de las ecuaciones de Wilshire para la aleación 720Li para a)  $\dot{\epsilon}_m$  y b)  $t_f$  [30].

### 2.3.4 Modelos de Monkman-Grant y Monkman-Grant Modificado

Los modelos de Larson-Miller, Orr-Sherby-Dorn, o las ecuaciones de Wilshire proporcionan unas expresiones que relacionan el tiempo de rotura, la temperatura de ensayo y la tensión aplicada en la probeta. Se centran por lo tanto en establecer las conexiones entre las diferentes condiciones de entrada (tensión, temperatura) para predecir la variable de salida (tiempo de rotura).

Sin embargo, los modelos que se definen en este apartado están enfocados en la reducción de la duración de un ensayo de creep. La aplicación ingenieril de estos

modelos, es que una vez determinada la constante que lo define a partir de un número reducido de ensayos, en general de corta duración, puede utilizarse para predecir el tiempo de rotura de un ensayo de larga duración, que haya sido interrumpido, una vez alcanzada la etapa secundaria de creep. La etapa secundaria de creep, o más concretamente, el tiempo en el que se alcanza la velocidad de deformación mínima  $\dot{\epsilon}_{\min}$ , suele producirse en tiempos inferiores a la mitad del tiempo de rotura  $t_f$  de la probeta, por lo que la duración de los ensayos puede reducirse considerablemente.

Autores como Monkman y Grant [31] desarrollaron una expresión muy utilizada para predecir el tiempo de vida de una muestra concreta. En ella se relaciona de forma empírica el tiempo de fallo por creep  $t_f$  y la velocidad de deformación mínima  $\dot{\epsilon}_{\min}$  según la expresión:

$$C = t_f \cdot \dot{\epsilon}_{\min}^m \quad (2.19)$$

Donde  $m$  y  $C$  son constantes, siendo este último un parámetro dependiente de la temperatura y de la tensión. Para los metales evaluados por Monkman y Grant, el exponente  $m$  varía entre 0.8–0.9.

Con la finalidad de reproducir mejor el comportamiento de muchos materiales, la expresión de Monkman-Grant (MG) ha sido modificada [32], introduciendo la deformación máxima en el momento del fallo  $\epsilon_f$ , dentro de la ecuación (2.19). Dicha relación se conoce como el modelo de Monkman-Grant Modificado (MGM), según la expresión:

$$C' = \frac{t_f \cdot \dot{\epsilon}_{\min}^{m'}}{\epsilon_f} \quad (2.20)$$

En este caso  $m'$  tiene un valor muy próximo a la unidad y  $C'$  es una constante independiente de la temperatura de ensayo. Dependiendo del material,  $C'$  suele tomar valores entre (0.4–0.6). Cuando el valor de  $m'=1$  la expresión (2.20) indica que la deformación secundaria  $\epsilon_2 = t_f \cdot \dot{\epsilon}_{\min}$  es proporcional a la deformación máxima alcanzada por el ensayo en el momento de la rotura  $C' \cdot \epsilon_f$ , y que dicha fracción permanece constante de un ensayo a otro.

Una vez determinada la constante  $C$  para el modelo de MG o  $C'$  para el modelo de MGM, a partir de un número reducido de ensayos, en general de corta duración, la

ecuación (2.19) o (2.20) puede utilizarse para predecir el tiempo de rotura de un ensayo de larga duración, siempre que se haya alcanzado la velocidad de deformación mínima  $\dot{\epsilon}_{min}$ .

### 2.3.5 Otros modelos paramétricos de previsión

Además de los modelos paramétricos de previsión presentados, existen otros relacionados como los propuestos por Manson-Haferd [33], Goldhoff-Sherby [34] o Manson-Succop [35]. En las referencias propuestas pueden consultarse dichos modelos, aunque en esta revisión no se incluyen dado que no van a ser empleados en esta Tesis. Además estos modelos presentan limitaciones, concretamente en aspectos como la Ley Potencial de Rotura o (Power Law Break Down) a tensiones elevadas o en la falta de precisión en aproximaciones como las de Larson-Miller.

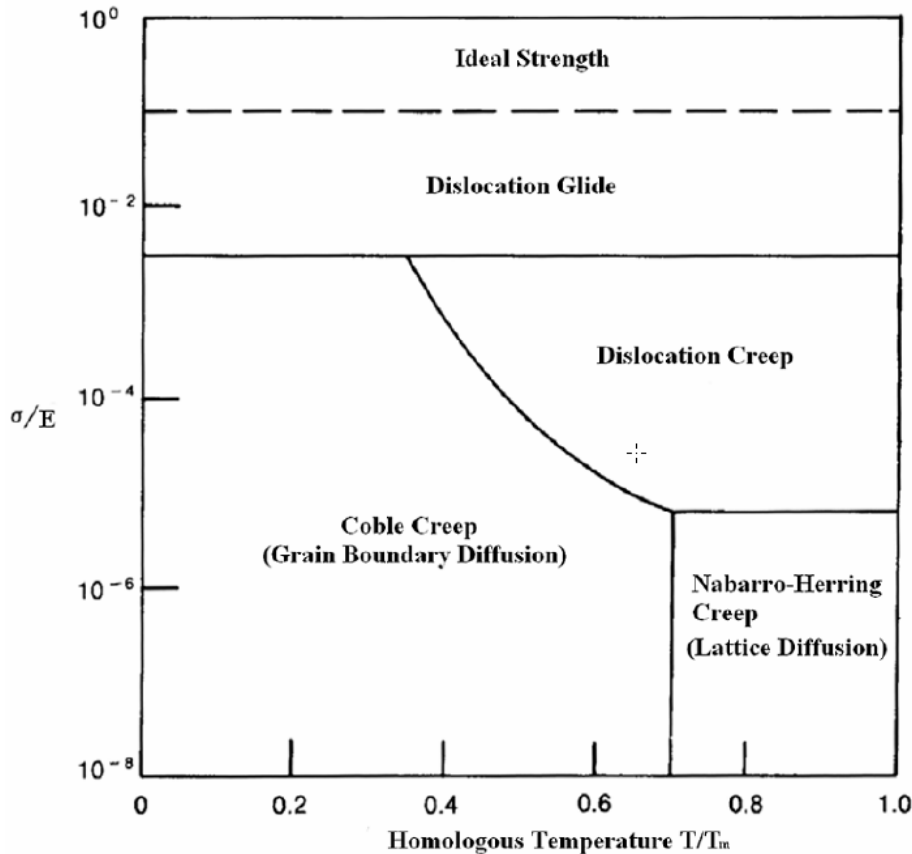
## 2.4 MECANISMOS DE CREEP EN METALES

La mayoría de los mecanismos de creep se clasifican según el diagrama de la Figura 2.11 desarrollado por Ashby en 1972 [36]. Se representa la tensión normalizada mediante el módulo elástico  $E$  (varía con la temperatura) frente a la temperatura homóloga  $T_h$  (siendo  $T_h$  un valor empírico calculado como el coeficiente entre la temperatura del material  $T$  y su temperatura de fusión  $T_f$  [37]).

El movimiento de dislocaciones por deslizamiento (Dislocation Glide) ocurre a tensiones elevadas en todo el rango de temperatura homóloga siendo el mecanismo de deformación, el producido por el movimiento a lo largo de los planos de deslizamiento [38]. El movimiento de dislocaciones por fluencia o (Dislocation Creep) ocurre a temperaturas elevadas ( $T_h > 0.5T_f$ ) y a niveles de tensión medio-altos. Este mecanismo de creep fue descrito anteriormente por Weertman [8, 39] y se cree que las deformaciones que se producen se controlan por movimientos de dislocación y difusión así como el salto de barreras de dislocación.

Por otro lado, en 1993 Coble [40] introdujo un mecanismo de deformación basado en la difusión (a nivel atómico) a lo largo de los bordes de grano que ocurre a niveles de tensión y temperatura más bajos (Grain Boundary Diffusion). Y finalmente Nabarro en 1948 [41] y Herring en 1950 [42], postularon que a bajos niveles de tensión y a temperaturas elevadas, el mecanismo de deformación se produce por difusión a nivel de red cristalográfica (migración intersticial a nivel de átomos y vacantes a lo largo del

borde de grano cuando hay tensiones de tracción o compresión en direcciones opuestas). Este fenómeno es conocido como (Lattice Diffusion).

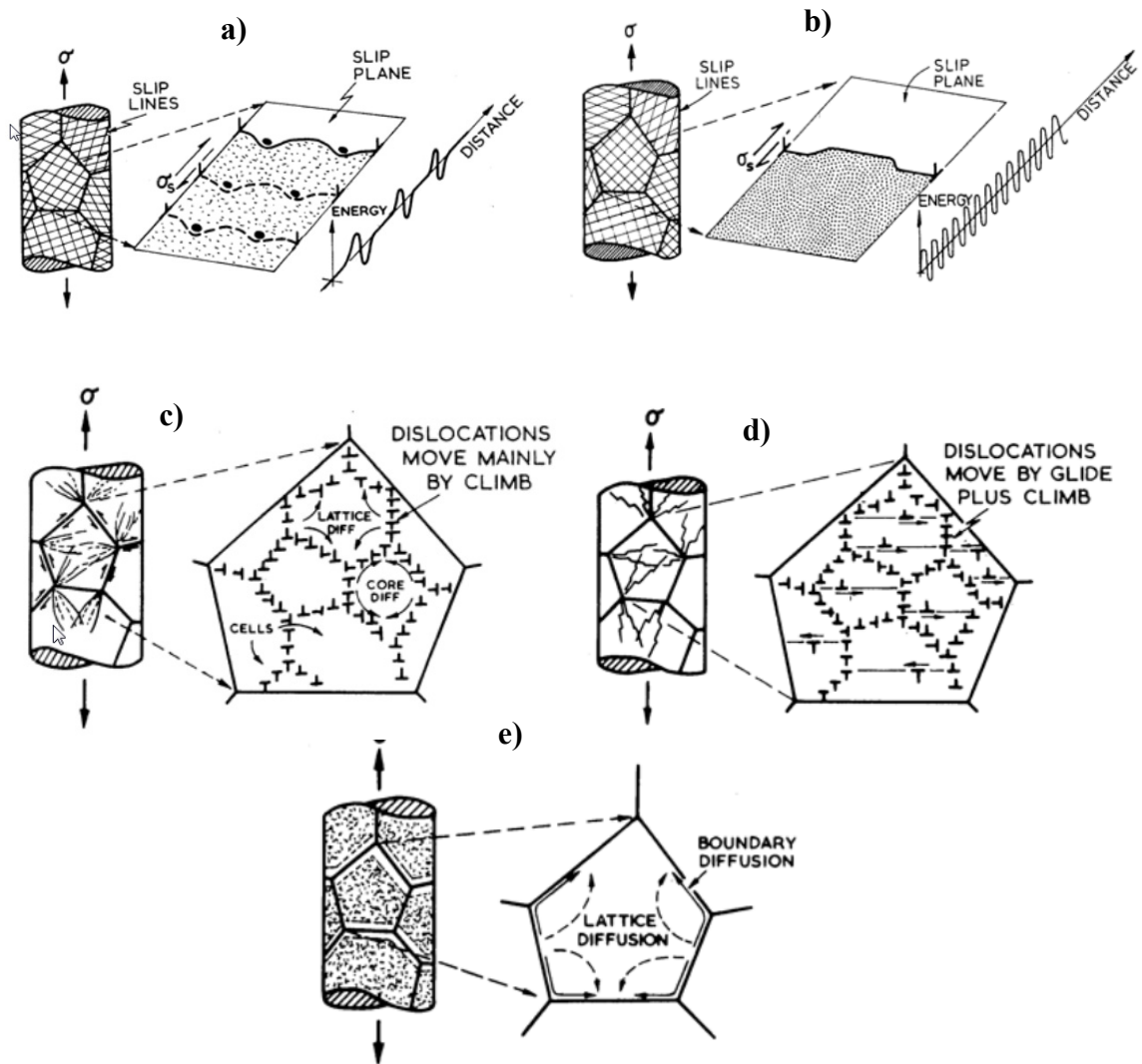


**Figura 2.11.** Diagrama de mecanismos de deformación por creep [38].

Cuando no hay tensiones, los átomos y vacancias migran proporcionalmente al gradiente de la concentración de tensiones. Bajo tensión, estos defectos cristalográficos tienden a moverse en cualquier dirección compensando el desequilibrio tensional causante de la deformación por creep [42].

El deslizamiento en borde de grano (Grain Boundary Sliding) o GBS, a temperaturas elevadas también puede producir la deformación por creep (el desplazamiento de estos granos también puede ser inducido por la tensión a temperaturas elevadas). Además, GBS no es un mecanismo independiente, ya que puede ir acompañado de otros mecanismos.

Los diferentes mecanismos de creep descritos, se aprecian con más detalle en las Figura 2.12 a) y b) para baja temperatura y en las Figura 2.12 c), d) y e) a alta temperatura.



**Figura 2.12.** a) Plasticidad a baja temperatura limitada por obstáculos. La velocidad de deformación se determina por la cinética de corte de obstáculos b) Plasticidad a baja temperatura limitada por la resistencia de la red cristalina. La velocidad de deformación se determina por la cinética de nucleación y propagación. c) Relación de la Ley potencial de creep con la formación de celdas por trepado. También es posible que se limite por los procesos de deslizamiento. d) Ley potencial de rotura: En general, el deslizamiento contribuye al aumento de la velocidad de deformación. e) Fluencia mediante flujo de difusión a alrededor y a través de grano. La velocidad de deformación está limitada por la velocidad de difusión y por la respuesta del medio [15].

Pero esta clasificación de mecanismos físicos de creep varía en función del tipo de material. Y, para un material en concreto, los mecanismos cambian en función de la combinación de temperatura y tensión.

Para materiales cristalinos, o fases de aleaciones, existen mecanismos de creep físicos similares y se clasifican según la Tabla 2.1 en la que se muestran los valores que toman los exponentes  $m$  y  $q$  de la ecuación (2.3) en función de los mecanismos de creep.

**Tabla 2.1.** Exponentes de creep según los mecanismos [14].

<b>MECANISMO DE CREEP</b>	$m$	$q$	<b>DESCRIPCIÓN</b>
<b>Difusión (Nabarro-Herring Creep)</b>	1	2	Difusión de vacantes a través de la red cristalina
<b>Difusión (Coble Creep)</b>	1	3	Difusión de vacantes a lo largo de los bordes de grano
<b>Deslizamiento en borde de grano (GBS)</b>	2	2 o 3	Deslizamiento acomodado mediante difusión de vacantes <ul style="list-style-type: none"> <li>• a través de la red cristalina (q=2)</li> <li>• a lo largo de borde de grano (q=3)</li> </ul>
<b>Dislocación (Ley Potencial de Creep)</b>	3 a 8	0	Movimiento de dislocaciones que trepan sobre los obstáculos de la microestructura.

### 2.4.1 Difusión

Si el mecanismo de creep es de difusión, tendrá lugar a temperaturas elevadas y a tensiones bajas, dándose el movimiento de vacantes (huecos) dentro de la estructura cristalina del material. Estos huecos o vacantes se forman espontáneamente en los bordes de grano orientados en la dirección normal a la tensión aplicada. Como la distribución es desigual, hace que se produzcan un flujo de vacantes o huecos hacia zonas en las que hay menor concentración de estos, y acompañado existirá un flujo de átomos en sentido contrario [14].



## 2.4.2 Dislocación

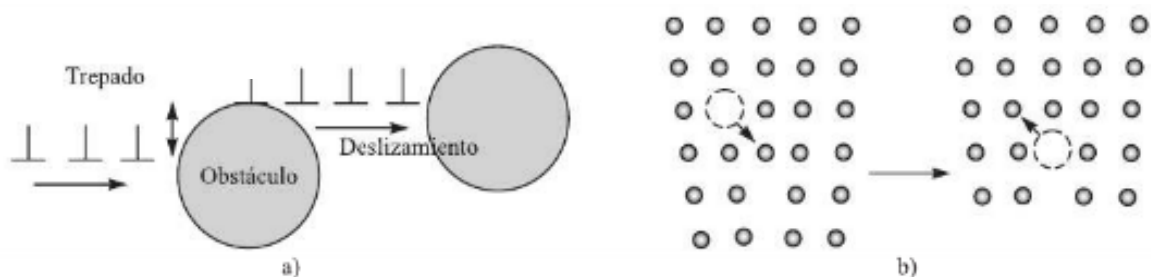
Si el mecanismo de creep es de dislocación se conoce como ley potencial de creep (Power Law) y requiere tensiones elevadas, aunque puede desarrollarse a temperaturas intermedias, siendo en este caso el flujo de difusión escaso, ya que el mecanismo de creep por dislocaciones involucra el movimiento de vacancias o huecos (defectos puntuales) además del movimiento de dislocaciones (defectos lineales). Aun así, este mecanismo es bastante complejo y no se conoce en su totalidad, pero sí se estima que el movimiento de dislocaciones por trepado (climbing) es un factor importante [14].

## 2.4.3 Deslizamiento y Trepado de dislocaciones

Si una dislocación de borde (edge dislocation) se mueve a lo largo de los planos de la estructura cristalina debido a la aplicación de una carga, al encontrarse con un obstáculo (partícula, precipitado o un nudo de otras dislocaciones) se produce el cambio de plano de la red cristalina en la trayectoria de la dislocación como se observa en la Figura 2.13.

Este movimiento o cambio de plano, se denomina trepado (climb) y, para producirse, necesita una redistribución de átomos mediante difusión de vacantes o huecos. Si se acumulan varios eventos (climb) se tienen más deslizamientos, que pueden llegar a apreciarse como una gran deformación a nivel macroscópico. Esta deformación va a depender del tiempo debido a que el trepado de dislocaciones también depende del tiempo.

En las aleaciones metálicas, el tamaño de grano no afecta significativamente a la velocidad de deformación, sin embargo la resistencia del material al trepado de dislocaciones es tal, que presenta una dependencia muy fuerte con la tensión. Por ello, el exponente de tensión suele tomar el valor  $n = 5$ , y normalmente entre (3–8) [14].



**Figura 2.13.** Trepado de dislocaciones frente a un obstáculo. b) Movimiento de vacantes o huecos en el proceso de trepado [43].

#### 2.4.4 Deslizamiento en borde de grano

Respecto al deslizamiento en borde de grano o GBS (grain boundary sliding), numerosos autores consideran que es un mecanismo diferente a los de difusión y dislocación [14]. GBS se considera un mecanismo de deformación por creep en materiales policristalinos asociados a temperaturas elevadas. Se cree que es debido al movimiento o deslizamiento de los granos alrededor de los bordes de grano cercanos. Los granos sufren movimientos relativos entre sí, deslizando unos sobre otros en la dirección en la que se aplica la tensión.

En este mecanismo, el tamaño de grano juega un factor importante. Si el tamaño de grano es fino, el desplazamiento relativo entre átomos es más fácil. Sin embargo, si el tamaño de grano es grueso y es alargado en la dirección en la que se aplica la tensión, la deformación por GBS es más difícil. Este GBS se considera un mecanismo de superplasticidad, ya que está asociado a deformaciones plásticas muy grandes que suelen tener lugar cuando los tamaños de grano son muy pequeños [43].

En la Figura 2.14 a) se muestra un esquema del mecanismo de GBS. Arriba a la izquierda se muestran dos granos sin deformar (A y B) con dos líneas discontinuas. Arriba a la derecha se muestra el mecanismo de GBS en estos granos debido a un salto por deformación, abajo a la derecha debido a un salto por rotación y abajo a la izquierda debido a un salto por traslación.

Sin embargo en ocasiones esta combinación de movimientos o saltos puede no desencadenar este mecanismo de GBS, como es el caso que se muestra en el esquema de la Figura 2.14 b) donde (A y B) son los granos sin deformar en la parte izquierda, y en la parte derecha el grano A está sometido a esfuerzos cortantes mientras que el grano B se traslada permaneciendo rígido.

En este caso, aunque el grano A se ha sometido a rotación y traslación mientras que el grano B sólo se ha sometido a traslación, no se ha dado el mecanismo de GBS debido a que las partículas de material existentes en el límite del grano (puntos negros en la Figura 2.14 b) se han desplazado en las mismas posiciones para cada deformación de los granos.

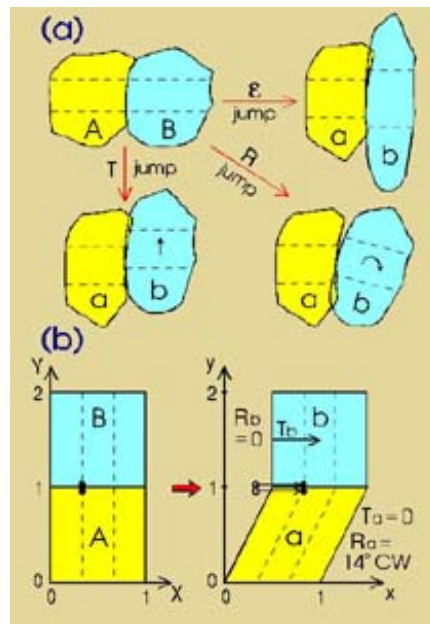


Figura 2.14. Mecanismo de GBS [44].

## 2.5 FENÓMENO DE CREEP EN ALEACIONES DE MAGNESIO.

Antes de pasar a describir los fenómenos de creep en aleaciones de magnesio, material utilizado en la presente Tesis, recogemos en este apartado una serie de generalidades relacionadas con las aleaciones de magnesio, que permitan comprender mejor los fenómenos de creep en este tipo de aleaciones.

### 2.5.1 Aleaciones de magnesio

En la actualidad las aleaciones de magnesio se están utilizando cada vez más para fabricar componentes estructurales, hasta ahora desarrollados con otro tipo de aleaciones (por ejemplo acero o aluminio). Esto es debido principalmente a su baja densidad, elevada resistencia mecánica y al impacto, buena soldabilidad bajo gases inertes, una excelente capacidad de fundición y capacidad de formar paredes muy finas reticuladas, todo ello unido a una facilidad de reciclado de este material [10]. En definitiva, estas aleaciones están siendo cada vez más utilizadas por su excelente relación resistencia-peso.

Actualmente, la industria del automóvil presenta un incremento en la demanda de componentes fabricados con aleaciones de magnesio debido principalmente a las buenas propiedades comentadas, fundamentalmente por su resistencia a corrosión, buena colabilidad y ligereza. Además la fabricación de éste tipo de componentes con aleaciones de magnesio, emplean técnicas de moldeo y conformado que permiten

obtener elevados volúmenes de producción y en menor tiempo que si se realizasen con otros métodos [45]. Pero, en general, este tipo de componentes suelen estar sometidos a elevadas temperaturas y cargas de trabajo, en torno a  $(150-200)^{\circ}\text{C}$  y entre  $50\text{MPa}$  y  $70\text{MPa}$  [46].

Las aleaciones de magnesio convencionales, como las de la serie AZ y AM, presentan todas esas propiedades pero no están preparadas para soportar esas temperaturas tan elevadas. No obstante, en la presente Tesis, para la consecución de los objetivos descritos en el capítulo anterior, se ha empleado la aleación de magnesio AZ31B, dado que interesa conseguir que se manifiesten los fenómenos de creep de manera clara, lo que permitirá la validación del ensayo SPT para la caracterización de las propiedades a creep del material.

### **2.5.1.1 Designación de las aleaciones de magnesio**

Las aleaciones de magnesio se pueden clasificar en cinco grupos en función de su elemento mayoritario de aleación Manganeso, Aluminio, Zinc, Zirconio y Tierras raras conocidas como RE (Rare Earth Elements) como por ejemplo: Y (Yttrio) o lantánidos como: Ce (Cerio), Nd (Neodimio).

Esta primera clasificación a su vez, se subdividen en los siguientes subgrupos:

- Magnesio-Manganeso
- Magnesio-Aluminio-Manganeso
- Magnesio-Aluminio-Zinc-Manganeso
- Magnesio-Zirconio
- Magnesio-Zinc-Zirconio
- Magnesio-Tierras raras -Zirconio
- Magnesio-Plata-Tierras raras-Zirconio
- Magnesio-Yttrio-Tierras raras-Zirconio

En la última década se ha investigado con aleaciones de magnesio resistentes a temperaturas elevadas. Estas son principalmente aleaciones de magnesio-aluminio y magnesio-zinc con diferentes elementos de aleación como RE (Rare Earth Elements) y Ca, y se clasifican en [45]:

- Mg-Al-RE
- Mg-Al-Ca
- Mg-Al-Ca-RE
- Mg-Zn-Al-Ca

- Mg-Al-Sr
- Mg-Al-Si
- Mg-RE-Zn

Debido a que no existe una designación internacional para las aleaciones de magnesio [47], se adopta el método definido según el código de la American Society for Testing and Materials, concretamente la ASTM B275 [48]. Este código define, inicialmente, dos letras y dos números tal y como se presenta en la Tabla 2.2. Las dos primeras letras corresponden al contenido de los dos elementos de aleación mayoritarios después del magnesio y las dos cifras siguientes corresponden al porcentaje de cada elemento de aleación respectivamente.

En segundo lugar, después de las dos letras y de los dos números, se introduce una tercera letra. Ésta indica el grado de desarrollo de la aleación, correspondiente en muchos casos al grado de pureza de la aleación [10]. (A, B, C, D,..)

En tercer lugar, se designa a estas aleaciones con otra letra que representa el tratamiento térmico de revenido. Estos tratamientos térmicos de revenido, para el caso de las letras H (Endurecido por deformación) y T (Tratamiento para producir revenidos estables distintos a los F, O, o H) presentan a su vez otro tipo de subdivisiones según se indica en la Tabla 2.2 La designación de estos tratamientos térmicos se rige según ASTM-B296 [49].

En la Tabla 2.2 se muestra la designación de los tratamientos térmicos de las aleaciones de magnesio más típicos.

Por ejemplo, para la aleación de la presente Tesis AZ31B-O, se trata de una aleación de magnesio con un contenido nominal de un 3% de aluminio (Al) y un 1% de zinc (Zn). Su estado de desarrollo es el correspondiente a la segunda letra (B).

Los requisitos de composición en % peso de esta aleación AZ31B para la aplicación en producto laminado son: (Al) 2.5-3.5; (Zn) 0.7-1.3; (Si) máximo 0.05; (Mn) 0.2 mínimo; (Cu) máximo 0.05; (Fe) máximo 0.005; (Ni) máximo 0.005; (Ca) máximo 0.04, otras impurezas metálicas máximo 0.3. Concretamente en este tipo de aleación, el hierro (Fe), cobre (Cu) y níquel (Ni) tienen efectos muy negativos en cuanto a la resistencia a corrosión por ello esos valores están limitados. El tratamiento térmico al que se ha sometido dicha aleación ha sido el recocido y recristalizado.

**Tabla 2.2.** Designación de Revenidos para aleaciones de magnesio.

<b>ASTM-Tratamientos Térmicos de las aleaciones de magnesio</b>	
<b>División general</b>	
F	En condiciones de fabricación, en bruto (sin TT).
O	Recocido, recristalizado. Sólo productos de forja.
H	Endurecido por deformación.
T	Tratamiento para producir revenidos estables distintos a los F, O, o H
W	Tratamiento de solución (revenido inestable) ( solubilizar precipitados)
<b>Subdivisión de H</b>	
H1, con uno o más dígitos	Sólo endurecido por deformación.
H2, con uno o más dígitos	Endurecido por deformación y recocido.
H3, con uno o más dígitos	Endurecido por deformación y estabilizado.
<b>Subdivisión de T</b>	
T1	Enfriado y de maduración natural.
T2	Recocido (solo productos de fundición)
T3	TT de solución y trabajo en frío.
T4	TT de solución.
T5	Enfriado y de maduración artificial.
T6	TT de solución y de maduración artificial.
T7	TT de solución y estabilizado.
T8	TT de solución, de trabajo en frío y de maduración artificial.
T9	TT de solución, de maduración artificial y de trabajo en frío.
T10	Enfriado, de maduración artificial y de trabajo en frío.

### 2.5.1.2 Elementos de aleación de las aleaciones de magnesio

Como se ha comentado, las aleaciones de magnesio se clasifican según los elementos de aleación aportados al material base (Mg). En función de la aplicación a la que se destine la aleación de magnesio, se busca potenciar más unas propiedades que otras y en función de éstas se selecciona la aleación.

Para la aleación utilizada la presente Tesis, los principales elementos de aleación con los que se suele asociar son los que se describen a continuación:

**Aluminio (Al):** Mejora la resistencia a tracción y la dureza. De hecho la dureza la proporciona la fase  $Mg_{12}Al_{17}$  que precipita como compuesto intermetálico, sólo por encima de  $120^{\circ}C$ . Además de mejorar las propiedades mecánicas, el aluminio también aporta mejoras en la colabilidad, siendo la temperatura de su eutéctico  $TE = 473^{\circ}C$ . Pero uno de los principales inconvenientes que tiene este elemento de aleación, en las aleaciones de magnesio, es su elevada tendencia a formar microporosidad. Según la investigación de Zhang et al. [50] en la que se evalúa el contenido de aluminio en la

microestructura y en las propiedades mecánicas de las aleaciones de Mg-Al se obtiene, caracterizando tres aleaciones, que un aumento en el contenido en aluminio hace que aparezcan cambios en la microestructura y un aumento de la microdureza de las aleaciones.

**Zinc (Zn):** Este elemento de aleación se comporta de manera similar al aluminio en cuanto a la mejora de propiedades mecánicas y de fundición. La resistencia a tracción de la aleación de magnesio mejora y se compensa la aparición de microrrechupes añadiendo cantidades de Zn superiores al 3%. Al igual que el contenido de aluminio, hay tendencia a la microporosidad, pudiendo producirse fisuración en caliente con adiciones superiores al 2%.

**Manganeso (Mn):** Aporta mejoras en cuanto a la resistencia a tracción y a la corrosión de la aleación (controlando el contenido en hierro) mediante la pérdida de solubilidad). También proporciona una estructura de grano fino y mejora el comportamiento de la aleación de magnesio en soldaduras.

**Silicio (Si):** Este elemento de aleación mejora las propiedades a fluencia (creep) de las aleaciones de magnesio, debido a la formación de siliciuros estables, aunque aporte una disminución de la colabilidad.

**Cobre (Cu):** Este elemento de aleación tiene limitada su solubilidad en magnesio formando compuestos intermetálicos de  $Mg_2Cu$ . Existen estudios en los que se ha observado que la adición de cobre ayuda en la resistencia a temperatura ambiente y a temperaturas elevadas de las aleaciones de magnesio, aunque la ductilidad se vea comprometida y se empeore la resistencia a corrosión [45].

**Hierro (Fe):** La adición de hierro en aleaciones de magnesio, es perjudicial incluso si es en pequeñas cantidades, su presencia empeora la resistencia a corrosión. Su valor está limitado como máximo al 0.005% [45].

**Berilio (Be):** Este elemento de aleación se añade al metal fundido y en pequeñas cantidades. Se añade a las aleaciones de magnesio ya que reduce la oxidación superficial del material durante los procesos de fundido, conformado y soldado del metal aunque a nivel microestructural produce engrosamiento del tamaño de grano [45].

**Calcio (Ca):** Tiene un efecto positivo en el refinamiento del grano y mejora la resistencia a creep. Por otro lado, puede dar lugar a fenómenos de adherencia al utillaje durante el proceso de fundición y producir fisuración en caliente.

Existen otros elementos de aleación, como las tierras raras descritas a continuación, empleados para obtener mejores propiedades a temperaturas elevadas en aleaciones de magnesio.

**Elementos de tierras raras (RE):** Todos los elementos de tierras raras, incluido el Itrio, forman sistemas eutécticos que limitan la solubilidad con el magnesio. Por lo tanto, es posible el endurecimiento por precipitación. Estos precipitados son muy estables y aumentan la resistencia a creep, resistencia a corrosión y alta resistencia a temperaturas. Técnicamente, los elementos de aleación son Ytrio (Y), Neodimio (Nd) y Cerio (Ce) [10].

### ***2.5.1.3 Relación entre la microestructura y las propiedades mecánicas en aleaciones de magnesio***

Este apartado se centra en presentar la relación entre las fases de la microestructura y las propiedades mecánicas de las aleaciones magnesio-aluminio. Las fases presentes en este tipo de aleaciones son las siguientes:

**Fase  $\alpha$ :** Corresponde a la fase sólida, con composición de un 99% de magnesio o superior en la que se encuentra disuelto el aluminio. A partir del diagrama de fases que se presenta en la Figura 2.15, se puede observar que la solubilidad del aluminio en magnesio crece hasta un 12,3% cuando alcanza la temperatura eutéctica de 473°C.

Debido a la concentración tan elevada de magnesio, la estructura cristalina de esta fase, será similar que la del magnesio, es decir, hexagonal compacta (hcp) como se esquematiza en la Figura 2.16.

La estructura de fase  $\alpha$  no es uniforme, debido a que la distribución del aluminio dentro de la solución sólida de magnesio, una vez que la aleación ha solidificado, tampoco es uniforme. Esto se debe a que el aluminio se desplaza por difusión, concentrándose sobre todo en los bordes de grano. Cuando se observa al microscopio es la fase predominante, de color más claro y fácilmente identificable.

**Fase  $\beta$ :** También es fase sólida y está compuesta por el compuesto intermetálico ( $Mg_{17}Al_{12}$ ), con concentraciones de magnesio inferiores al 62,3%. La correcta formación o no de esa fase es determinante en las propiedades mecánicas de las aleaciones magnesio-aluminio. Si este compuesto intermetálico ( $Mg_{17}Al_{12}$ ) no llega a formarse correctamente, o si el volumen de éste es muy pequeño, o no precipita inmediatamente en los huecos cercanos, estos huecos se definen como microporosidad [47, 51].





Esta fase, tiene una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (bcc), incompatible con la estructura hexagonal compacta (hcp) de la matriz de magnesio, lo que hace que la superficie de contacto Mg/ Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> sea muy frágil.

Además, el punto de fusión bajo de esta fase, también influye negativamente en la resistencia a fluencia con la temperatura (creep). Por ello, la morfología y el volumen de este compuesto intermetálico, influye en gran manera en las propiedades mecánicas de las aleaciones de magnesio-aluminio.

**Estructura eutéctica:** Esta fase se forma durante la solidificación de la aleación con un contenido de aluminio del 32% en peso respecto al magnesio. Este precipitado se sitúa rodeando a los bordes de grano, y su composición característica se muestra formando láminas de *fase α + fase β* de manera alterna. Su morfología es variable y depende de la velocidad de solidificación y la concentración en cada uno de sus componentes.

En el caso de la aleación AZ91, la cantidad de aluminio, es menor del 10% en peso, y debido a la adición de zinc (Zn), la estructura eutéctica que aparece es completamente divorciada [47].

Cuando se presenta una estructura eutéctica completamente divorciada en las aleaciones de magnesio, las fases de eutéctico están perfectamente separadas en la microestructura. La presencia de esta fase, aumenta la fragilidad de la aleación y disminuye notablemente su ductilidad. Pero en la aleación empleada en esta Tesis, AZ31B, la cantidad de aluminio es menor del 3% en peso, siendo el volumen de estas fases notablemente inferior al de la AZ91D, y por lo tanto su ductilidad mayor.

**Al-Mn:** Son compuestos intermetálicos que aparecen a diferentes proporciones y con diferentes formas geométricas. Están presentes de manera dispersa en toda la estructura, pero normalmente se sitúan próximos a los bordes de grano.

**Siliciuros de Magnesio:** Son compuestos incrustados dentro de la fase β, muy próximos a la fase eutéctica. Se encuentran como pequeños cristales con estructura hexagonal con aristas muy suaves, como un precipitado dentro de la matriz. Su presencia es positiva ya que contribuyen a mejorar las propiedades de la aleación.

En el capítulo de caracterización de la aleación AZ31B utilizada en la presente Tesis se puede observar la morfología de alguna de las fases descritas en este apartado.

## 2.5.2 Mecanismos de creep en aleaciones de magnesio

En aleaciones de magnesio, los mecanismos de creep son debidos a fenómenos descritos anteriormente como difusión, dislocaciones y deslizamientos en borde de grano (GBS).

Estos dos últimos mecanismos son los más relevantes en aleaciones de magnesio debido a que el creep por difusión se produce a tensiones más bajas [10] y requiere temperaturas altas. Sin embargo, el mecanismo de creep por deslizamiento en borde de grano (GBS) es debido a una baja resistencia de las fases de borde de grano, a la temperatura y a una red perturbada justo en la zona de borde de grano. También puede ser debido a los complejos procesos de solución/precipitación y respuestas de dislocación que ocurren en el material al aplicar temperatura y carga.

Durante el deslizamiento en borde de grano, los granos deslizan unos sobre otros sin sufrir una deformación notable, siendo este mecanismo de creep el más típico para aleaciones de magnesio con contenido de aluminio y con baja resistencia a creep [10], como es el caso de la aleación AZ31B estudiada en la presente Tesis. Concretamente la baja resistencia a elevadas temperaturas que presentan las aleaciones de magnesio-aluminio se atribuyen a la precipitación discontinua de la fase  $\beta$  ( $Mg_{17}Al_{12}$ ) sobre la matriz saturada de solución sólida  $\alpha$ -Mg y al engrosamiento de esta fase  $\beta$  en las zonas del eutéctico interdendrítico, cuando el material se somete a temperaturas elevadas [55-57].

En el caso de las aleaciones de magnesio, en el estado (I) de creep primario o transitorio el material se endurece por deformación (deslizamiento (sliding)) mientras la velocidad de deformación decrece. En el estado (II) de creep secundario o estabilizado la velocidad de deformación permanece constante, lo cual indica un equilibrio entre los mecanismos de endurecimiento o ablandamiento del material. Y finalmente, el estado (III) de creep terciario o acelerado, se caracteriza por la contribución dominante de mecanismos de ablandamiento del material hasta que éste rompe.

Debido a que el proceso de deformación por creep en este tipo de aleaciones es aún desconocido y está ampliamente ligado a cambios microestructurales causados por el aumento de la temperatura, existen investigaciones como las de Huang et al. [58] en las que se estudia el efecto de los fenómenos de la segregación de los elementos de aleación primarios en el comportamiento a creep en aleaciones de magnesio, entre ellas la AZ91 en condiciones (as cast) y con tratamientos térmicos T4 y T6. En su investigación observó que en esta aleación, el fallo por creep presentaba un aspecto de fractura intergranular.

Como se ha comentado antes, las dislocaciones conducen al material a deformación plástica causando deformación en toda la muestra. En creep, las dislocaciones se basan en este efecto, dejando un endurecimiento por deformación en borde de grano si las temperaturas son bajas debido a que los precipitados, los bordes de grano y otras dislocaciones hacen de barrera. Sin embargo, a altas temperaturas las dislocaciones (cross-slip) son capaces de saltar estas barreras, utilizando el calor como energía de activación para trepar por las dislocaciones, estando cerca de los procesos de difusión. Por esta razón, la velocidad de creep no sólo depende de la temperatura y de la tensión sino también de las propiedades específicas del material, especialmente del módulo de Young (lo cual parece ser la razón principal por la cual las aleaciones de aluminio presentan mayor resistencia a creep que las de magnesio), del coeficiente de difusión y de la energía de fallo por apilamiento (stacking fault energy) [10].

En las aleaciones de magnesio, según investigaciones anteriores [3], las deformaciones por creep son debidas a la activación de los mecanismos de recuperación del material con el aumento de la temperatura. Incluso por debajo de la temperatura de recristalización, se desencadenan mecanismos como el trepado de dislocaciones (climbing) que hacen que se muevan las dislocaciones inicialmente fijas. De este modo se produce a nivel micro, un transporte de material haciendo que estas deformaciones se propaguen. Además, estas deformaciones también se incrementan debido al crecimiento del número de dislocaciones que tienen lugar por la acumulación de tensiones dentro del propio material.

El magnesio puro presenta un único mecanismo de deformación a temperaturas bajas (movimientos de dislocación de planos basales (0001) en dos direcciones lineales independientes ( $\langle 11-20 \rangle$ ) como se muestran en la Figura 2.16. En materiales policristalinos, la capacidad para someterse a deformación plástica viene dada por el criterio de Von-Mises, donde para llevar a cabo alguna deformación sin rotura en borde de grano se necesita activar cinco sistemas de deslizamiento independientes en cada cristal [10].

Sin embargo, el magnesio a falta de tres sistemas de deslizamiento, es muy duro para deformarse a temperatura ambiente, siendo el maclado otro sistema de deformación plástica mediante deslizamiento muy importante en este material. A temperatura ambiente, el maclado ocurre en planos piramidales {10-12} indicados en la Figura 2.16. De hecho, sólo es posible que ocurra el maclado cuando se aplican tensiones de compresión perpendicular o paralela a estos planos. En la deformación plástica y a temperaturas elevadas, el maclado es un proceso de desgaste térmico que tiene poca influencia, pero sin embargo su contribución en el creep primario no debe ser despreciada [10].

Por otra parte, el magnesio y sus aleaciones cuando se someten a velocidades de deformación bajas (low strain rate) presentan diferentes mecanismos de deformación. La recopilación de las últimas investigaciones realizadas en este campo puede encontrarse más detalladamente en la revisión realizada por Ulacia [59].

En general, el mecanismo de rotura de este material a temperaturas bajas es frágil, intergranular e interdendrítico y se denomina cavitación (unión de cavidades). La cavitación se produce en zonas de contacto entre granos y seguida de un agrietamiento, sobre todo cuando el material se somete a temperaturas elevadas, debido a que la unión entre granos es más débil que dentro del propio grano. Cuando existe deformación por fluencia en forma de deslizamiento en los bordes de grano, la nucleación y crecimiento de huecos se concentran en estas zonas de contacto entre grano.

Particularizando, en las aleaciones de magnesio-aluminio, este mecanismo de cavitación por creep ocurre principalmente en los bordes de grano dendrítico (huecos interdendrítico) donde residen las partículas del eutéctico. El crecimiento y la coalescencia de esas cavidades conducen a la fractura final por creep en este material [60].

La resistencia a creep de las aleaciones magnesio-aluminio, depende del fortalecimiento de la solución sólida de aluminio (Al), de la precipitación de la fase  $\beta$  ( $Mg_{17}Al_{12}$ ) dentro de los granos y en el borde de grano en forma de eutéctico. El eutéctico  $\beta$  ( $Mg_{17}Al_{12}$ ) en borde de grano, contribuye a la resistencia a creep obstaculizando la eliminación o aniquilación de dislocaciones de creep (recuperando), o inhibiendo la migración y/o deslizamiento en difusión por creep [60].

En general los mecanismos de creep en la aleaciones de magnesio, dependen de las fases y compuestos intermetálicos presentes en cada aleación, así como la evolución de estos cuando están sometidos a tensión y temperatura durante tiempo. El tamaño de grano de la aleación también influye en la respuesta a creep del material. Un tamaño de grano fino, al tener más superficie de borde de grano que un tamaño de grano grueso, está sujeto a más difusión y en consecuencia más creep cuando las temperaturas son elevadas [8].

Del mismo modo, la aleación AZ31, cuando se somete a temperaturas elevadas, puede producir la precipitación de fases en borde de grano, las cuales conducen a una disminución de la ductilidad, ya que favorecen la formación y propagación de grietas intergranulares.

La aparición de precipitados en la aleación AZ91, perteneciente al grupo AZ de magnesio-aluminio, después de someterse a creep, está asociado a un proceso de precipitación dinámico producido por la aparición de dislocaciones de creep, ya que estas dislocaciones actúan como zonas heterogéneas para la nucleación de precipitados [61].

Por otro lado, al contrario de lo que ocurre en el estado acelerado de creep convencional (creep terciario), que da lugar a la pérdida de sección por daño externo, como la estricción (necking) o para daño interno, en forma de cavitación, el creep terciario está asociado a la degradación microestructural [62]. Esta degradación de la microestructura se puede dar de dos formas:

- Como un engrosamiento y/o disolución de partículas de precipitados.
- Como endurecimiento por deformación debido a un incremento en la densidad o en la velocidad de movimiento de dislocaciones [63].

Existen diversos resultados sobre los valores que toman los parámetros de exponente de carga  $n$  y energía de activación  $Q_c$  en relación a la ecuación de Arrhenius para describir los mecanismos de creep en aleaciones de magnesio [46, 56]. Y sin embargo, existen más investigaciones [64] en las que existen dificultades para deducir los mecanismos de deformación a creep en aleaciones de magnesio (con estructura cristalográfica hcp) utilizando esta misma ecuación.

### 2.5.3 Propiedades a alta temperatura de las aleaciones Mg-Al

En general, para mejorar las propiedades mecánicas de las aleaciones de magnesio, existen dos mecanismos: el endurecimiento por precipitación (hardening precipitation) y/o el endurecimiento por solución sólida (solid-solution hardening).

Mientras que el endurecimiento por solución sólida se determina por las diferencias del radio atómico de los elementos involucrados, el endurecimiento por precipitación, se determina por la reducida solubilidad a bajas temperaturas del contenido de la fase de compuesto intermetálico en el magnesio y su estabilidad cuando se aplica temperatura. Esta fase de compuesto intermetálico formado en las aleaciones de magnesio, se puede formar con varios de sus elementos de aleación, mejorando la estabilidad de esta fase con la electronegatividad de otros compuestos.

Uno de los elementos de aleación que mejora la resistencia a tracción de las aleaciones de magnesio es el aluminio, formando la fase con el compuesto intermetálico  $Mg_{17}Al_{12}$ , presente en la AZ31B, obteniendo efectos similares con el Zn y el Mn [10].

Las propiedades mecánicas de las aleaciones de magnesio del grupo AZ, disminuyen considerablemente a temperaturas superiores a  $(120-130)^{\circ}\text{C}$ . Este comportamiento se atribuye, a que las aleaciones se someten a creep principalmente por deslizamiento de borde de grano, y los compuestos intermetálicos  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ , no sirven para fijar los límites de grano de estas aleaciones. Esto es porque el  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  tienen un punto de fusión aproximadamente de  $460^{\circ}\text{C}$  que comparativamente, es más suave a temperaturas más bajas.

Por otra parte, existen estudios anteriores en los que se ha relacionado la resistencia a creep de diferentes aleaciones de magnesio en función del contenido de aluminio. Para más detalle, en [10] se encuentran recopilados los resultados obtenidos a creep de diferentes aleaciones de magnesio de diferentes autores a diferentes rangos de temperatura y carga.

Pero los resultados que se han obtenido en esas investigaciones, difieren unos de otros para un mismo material, debido a que tanto las dimensiones de las probetas, como el proceso de fabricación que utilizan son diferentes. Generalmente los procesos de fabricación empleados para componentes realizados con este tipo de aleaciones de magnesio, hacen que las propiedades del material sean diferentes.

En [10], se han recopilado valores de exponente de carga  $n$  y energía de activación  $Q_c$  para varias aleaciones de magnesio aluminio y sus valores oscilan entre  $n = (2-17.6)$  y  $Q_c = (30-220)\text{kJ/mol}$ . Además estos valores se han relacionado con mecanismos de deformación por creep que se han clasificado en:

- Formación de dislocaciones no deslizantes fuera del movimiento de dislocaciones.
- Trepado o ascenso de dislocaciones por difusión, controlado en el plano basal.
- Intersección mediante el paso de obstáculos de dislocaciones.
- Deslizamientos de dislocación transversales.
- Deslizamiento en borde de grano (GBS).

## 2.6 COMPORTAMIENTO A CREEP DE LA ALEACIÓN AZ31

Actualmente, aunque las aleaciones de magnesio para fundición (cast) son las más comunes debido a su buena colabilidad, las aleaciones forjadas (wrought) como la

aleación AZ31, es una de las aleaciones de magnesio más empleada para aplicaciones estructurales en la industria aeroespacial y de automoción [65].

Generalmente, en este tipo de aplicaciones las aleaciones forjadas se prefieren a las de fundición ya que se pueden alcanzar mejoras en sus procesos de transformación si se compara con las de fundición [66]. Una de las más comunes es la AZ31, la cual presenta unas propiedades razonables en cuanto a resistencia y conformado a temperaturas moderadas [67].

La mayoría de las investigaciones realizadas del comportamiento a creep de esta aleación, se han centrado en la obtención de exponentes de tensión  $n$  y energías de activación  $Q_c$  ( $kJ/mol$ ) para determinar los mecanismos de deformación a creep mediante el ensayo de creep uniaxial UCT.

Somekawa et al [68] en 2005, estudiaron el comportamiento a creep de la aleación AZ31 de grano grueso y de otras aleaciones Mg-Al-Zn entre  $200^{\circ}C$  y  $350^{\circ}C$ . A temperaturas elevadas,  $n = 5$  y el valor de la energía de activación  $Q_c$  fue cercano al de difusión (lattice diffusion) del magnesio. Sin embargo, a temperaturas bajas,  $n = 7$  y el valor de  $Q_c$  fue cercano al de la difusión tubular (pipe diffusion) en todas las aleaciones. Concluyeron que el trepado controlado de dislocaciones estaba gobernado por el mecanismo de (pipe diffusion) a bajas temperaturas y a altas temperaturas por el de (lattice diffusion) en estas aleaciones.

A su vez, estos resultados estaban de acuerdo con los de Vagarali et al. [69] realizados en 1982, en los que  $n = (5 - 6.5)$  y  $Q_c = 135 kJ/mol$  correspondiente a (lattice self diffusion) y en los que el mecanismo estaba controlado por trepado de dislocaciones.

Por otra parte, a temperaturas entre  $(300 - 420)^{\circ}C$  el estudio del comportamiento a deformación de la aleación AZ31, realizado por Kim et al. en 2001 [70], mostró que a bajas velocidades de deformación, el flujo plástico estaba gobernado por los mecanismos de (lattice difusión controlled) y deslizamiento en borde de grano o GBS. Sin embargo, a velocidades de deformación elevadas estaba gobernado por los mecanismos de (lattice diffusion controlled) and (dislocation climb creep) o (pipe diffusion).

En 2004, el estudio realizado por Chuahg et al. [71], en la aleación AZ31 de grano grueso, en el rango de  $(300 - 400)^{\circ}C$ , indicó que el creep controlado por deslizamiento viscoso y por trepado de dislocaciones mediante (pipe diffusion), eran los dos procesos que controlaban la velocidad de flujo al incrementar el nivel de tensión.



Posteriormente, en 2007, Kim et al. [72] a temperaturas más bajas ( $150-200$ )°C indicaron en una aleación AZ31 de grano grueso, a niveles de tensión bajos, que la deformación por creep era debida al mecanismo (solute drag creep). Sin embargo a niveles de tensión más altos, la deformación por creep se describía mediante trepado de dislocaciones asociado con (pipe diffusion) o (lattice difusión).

A temperaturas entre ( $180-250$ )°C, en 2006, Tian et al. [73] mediante un estudio microestructural y fractográfico de la aleación AZ31 antes y después de ser ensayada a creep a 50MPa y mediante ensayos interrumpidos, observaron que: durante el creep primario, las características de deformación de la aleación eran tan significativas, que la gran cantidad de dislocaciones producidas por deslizamiento, eran activadas tanto en planos basales como en no basales. Según los autores, estas dislocaciones inicialmente se concentraban en las celdas o paredes de dislocación, y posteriormente se desarrollaban en los subgranos. Por ello, el maclado ocurría como un modo de deformación adicional durante el proceso de creep, debido a la compatibilidad plástica con la tensión, lo cual mejoraba la ductilidad de la aleación.

Los salientes de los bordes de los subgranos indicaban la presencia de recuperación dinámica o DRV (dynamic recovery). A su vez, los granos más finos de la aleación eran el resultado de la recrystalización dinámica o DRX durante creep en estado estacionario o secundario, mientras que el tamaño de grano en el equilibrio después de DRX (dynamic recrystallization), estaba estrechamente relacionado con la temperatura de creep. Por otra parte, los múltiples deslizamientos que aparecían en los interiores de los granos eran considerados como el principal mecanismo de deformación después de la recrystalización DRX justo en la etapa posterior a la de creep en estado estacionario o secundario, es decir, en el inicio del creep acelerado.

En el estado terciario o acelerado, estaba relacionado con la aparición de grietas en borde de grano. Mientras el fenómeno de creep continuaba, estas grietas se expandían por los bordes de grano hasta que finalmente, se producía la fractura de la aleación.

Las dislocaciones producidas por deslizamiento y el maclado, eran los principales mecanismos de deformación por creep en la aleación AZ31. Después de la recrystalización DRX, la gran cantidad de dislocaciones y las grietas que se propagaban de modo viscoso a lo largo de los bordes de grano, aparecían homogéneamente en toda la longitud de la probeta, y junto con el maclado y la recrystalización dinámica DRX, producirán el aumento rápido de la velocidad de deformación en la última etapa de creep.

## 2.7 ENSAYOS MINIATURA PARA CARACTERIZACIÓN DE LAS PROPIEDADES DE CREEP.

Como se ha comentado en la motivación de esta Tesis, uno de los objetivos es analizar la viabilidad de este ensayo SPCT para caracterizar el comportamiento a creep de una aleación de magnesio. Para ello, en primer lugar presentamos brevemente el ensayo SPT, y posteriormente nos centramos en su aplicación para determinar las propiedades a creep (SPCT).

### 2.7.1 El ensayo miniatura de punzonado (SPT)

El ensayo miniatura de punzonado comenzó a ser desarrollado en la década de los 80, con el objetivo principal de obtener las propiedades mecánicas del material analizado en aquellos casos en los que no se disponía de material suficiente para la realización de ensayos convencionales. El ensayo consiste básicamente en un punzonado sobre una probeta cuadrada o circular de reducidas dimensiones ( $10 \times 10 \text{ mm}$ ,  $t = 0.5 \text{ mm}$ ), mediante un punzón de gran rigidez, estando la periferia de la probeta empustrada mediante dos matrices.

Para evitar deformaciones locales muy elevadas en la probeta, la matriz inferior lleva mecanizado un redondeo, cuyo radio de acuerdo es uno de los parámetros con cierta influencia en los resultados obtenidos. El utillaje del ensayo suele estar diseñado para poder ser acoplado a una máquina universal de ensayo. La compresión de la probeta entre la matriz superior e inferior es de gran importancia para evitar el deslizamiento de la probeta que se traduciría en una interpretación errónea de los resultados obtenidos. En la Figura 2.17 se presenta un esquema del utillaje típico para el ensayo SPT.

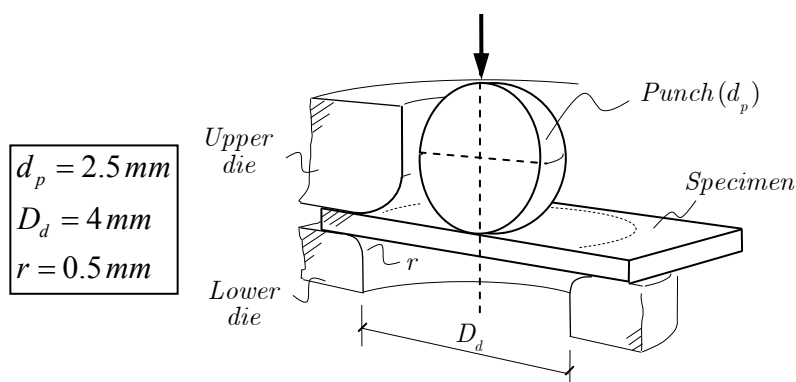
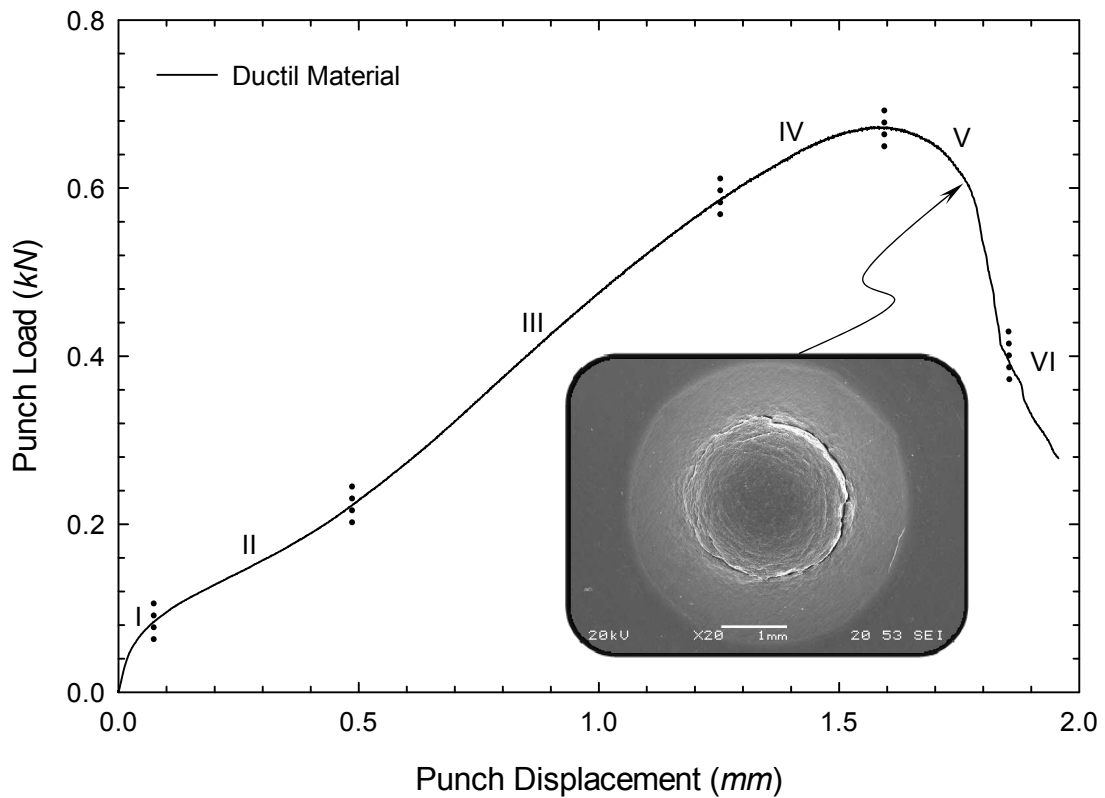


Figura 2.17. Esquema del ensayo SPT.



**Figura 2.18.** Curva carga-desplazamiento típica obtenida en el SPT para el caso de materiales dúctiles.

Durante el ensayo se recogen los valores de carga aplicada y desplazamiento del punzón, y tras el correcto tratamiento de los datos almacenados, se obtiene como resultado del ensayo SPT la curva carga-desplazamiento del punzón. Una curva carga-desplazamiento y el modo de fallo típico para el caso de materiales dúctiles, se pueden ver en la Figura 2.17, correspondiente a un ensayo de una probeta SPT convencional de  $10 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}$ . En general, en dicha curva se pueden diferenciar hasta seis zonas, aunque la finalización de una y el comienzo de la siguiente no se puede determinar exactamente. Cada una de las zonas está influenciada por el comportamiento elastoplástico del material, y se explican en detalle en los siguientes párrafos.

**Zona I.** Es la zona en la que el material tiene un comportamiento puramente elástico. Los parámetros del material que tienen influencia en esta zona son los que definen el comportamiento elástico del mismo. Sin embargo, se observa generalmente una ligera influencia debida a la indentación inicial del punzón sobre la probeta.

**Zona II.** Es la zona de transición elasto-plástica. El material comienza a plastificar en algunas zonas de la probeta, fundamentalmente la que se encuentra en contacto con la periferia del punzón, empezando así a tener importancia los parámetros que definen el

comportamiento plástico del material. En esta zona también puede comenzar a tener cierta influencia el coeficiente de rozamiento entre el punzón y el material ensayado.

**Zona III.** Es la zona en la que el material alcanza un comportamiento plástico en todos los puntos de la probeta que no están restringidos por las matrices. Podríamos decir que la plastificación va avanzando hasta alcanzar prácticamente toda la probeta. Se alcanzan elevadas deformaciones plásticas en determinadas zonas de la probeta. En muchas ocasiones, el tramo de curva comprendido en esta zona se podría ajustar mediante una recta.

**Zona IV.** Es la zona en la que se alcanza el valor de carga máxima. Se produce un adelgazamiento importante del espesor de la probeta que está asociado con la inestabilidad plástica local y el inicio de la fractura en determinadas zonas, alcanzando la carga máxima del punzón.

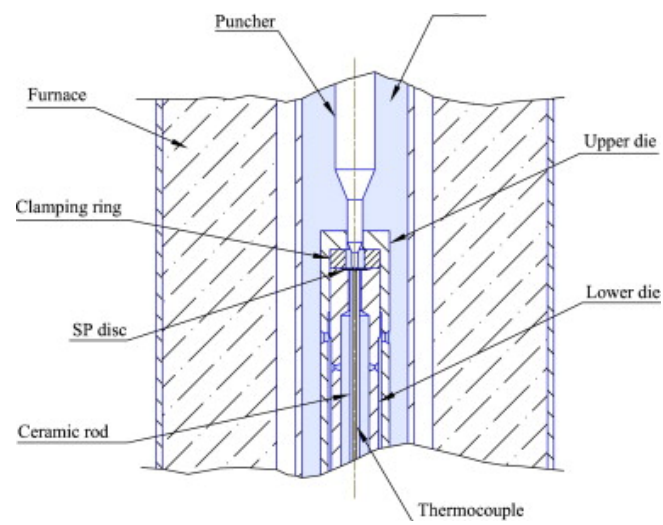
**Zona V.** Es la zona de ablandamiento de la curva, una vez que en algunas zonas de la probeta se ha alcanzado la condición de rotura. La rotura avanza y la capacidad resistente de la probeta disminuye rápidamente. La fisura comienza a crecer de forma circunferencial entorno al centro de la probeta, como puede observarse en la Figura 2.18.

**Zona VI.** Representa la rotura final de la probeta, en la que el punzón la atraviesa por completo. En los ensayos experimentales no es una zona de especial interés.

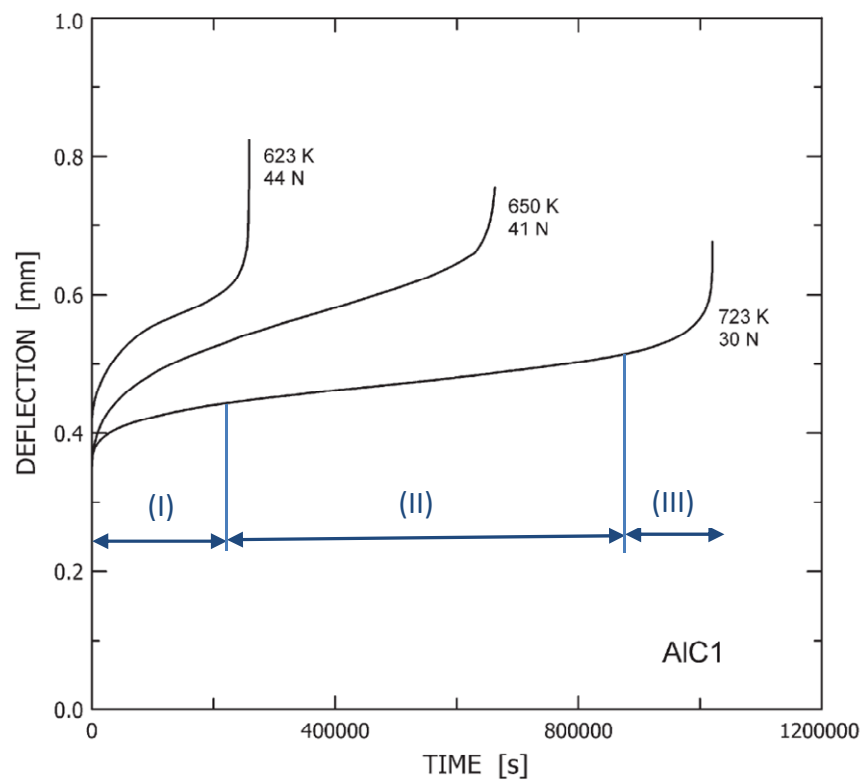
### 2.7.2 El ensayo Small Punch Creep Test (SPCT)

En la Figura 2.19 se muestra el esquema descriptivo del ensayo SPCT en el que, para una carga y temperatura constantes, se registra en el tiempo y el desplazamiento del punzón hasta que se produce la rotura de la probeta.

Mediante este ensayo se obtienen curvas desplazamiento del punzón o deflexión  $\delta$  frente al tiempo  $t$  como los ejemplos presentados en la Figura 2.20. Estas curvas muestran una clara similitud con la curvas de fluencia del ensayo uniaxial. A priori, se aprecian los tres estados de creep, transitorio (I), estabilizado (II) y acelerado (III) y por otra parte, la influencia del nivel de carga y temperatura empleadas en el ensayo, varía del mismo modo según se ha descrito en el apartado 2.2. A mayor nivel de carga y temperatura, mayor pendiente de la curva en el estado de creep (II) y menor tiempo de fallo.



**Figura 2.19.** Esquema del ensayo SPCT [74].



**Figura 2.20.** Curvas SPCT a diferentes niveles de carga y temperatura.[75].

### 2.7.3 Revisión histórica del uso del ensayo SPCT.

El presente apartado se centra especialmente en recopilar aquellas investigaciones que son verdaderamente afines a los objetivos planteados en la presente Tesis, es decir, los trabajos que han utilizado, de uno u otro modo, el ensayo SPCT para la determinación de las propiedades a creep de materiales metálicos.

Desde los primeros estudios desarrollados por Manaham et al. [76-80] en 1982 o Parker et al. [81] en 1993, uno de los principales retos de los investigadores ha consistido en establecer la relación entre el ensayo de creep uniaxial y el ensayo miniatura. De esta forma se pretende estudiar la viabilidad o no del uso del ensayo SPCT para caracterizar el comportamiento de creep de un material.

En ese sentido en este apartado se presenta una revisión bibliográfica y cronológica clasificada en los diferentes modos existentes para relacionar el ensayo SPCT con el ensayo UCT.

#### 2.7.3.1 Relación $P/\sigma$ entre los ensayos UCT y SPCT

Una de las ideas básicas en el uso del SPCT es determinar cuál es el valor de la carga a aplicar  $P$  en el ensayo SPCT, para obtener tiempos de rotura  $t_f$  similares a los del UCT bajo una tensión  $\sigma$ . Resolver esta cuestión no es sencillo ya que el estado tensional durante la ejecución del ensayo SPCT no es constante debido al complejo proceso de deformación que ocurre durante el fenómeno de creep.

Al cargar la probeta, la deflexión  $\delta$  (valor de desplazamiento de la probeta en la zona del punzón) es muy pequeña y el equilibrio con la carga  $P$  es debido a los momentos de flexión originados por los esfuerzos de cortantes. Sin embargo, cuando la deflexión es mayor, como ocurre en creep, el equilibrio con la carga  $P$  se fundamenta en la teoría de la membrana, variando la tensión en función de la deflexión  $\delta$  y del espesor de la probeta.

Sobre esta base de comportamiento de la probeta SPT, una de las maneras de relacionar los ensayos UCT con SPCT es determinar el valor de la tensión de membrana en el estado estacionario (II) de la curva, comúnmente utilizado para estimar el tiempo de rotura durante un ensayo.

Un modelo basado en una tensión de membrana en probetas SPT fue el definido por Chackrabaty en 1970 [82]. Chakrabarty propuso una aproximación considerando un punzón hemisférico y la geometría definida en la Figura 2.21 según la ecuación:

$$\frac{P}{\sigma} = 2 \cdot \pi \cdot h \cdot r \cdot \sin^2 \theta_0 \quad (2.26)$$

Donde  $h = h_0 \cdot \{1 + \cos \theta_0 / 1 + \cos \theta\}^2$  en la superficie de contacto, según la geometría de la Figura 2.21.

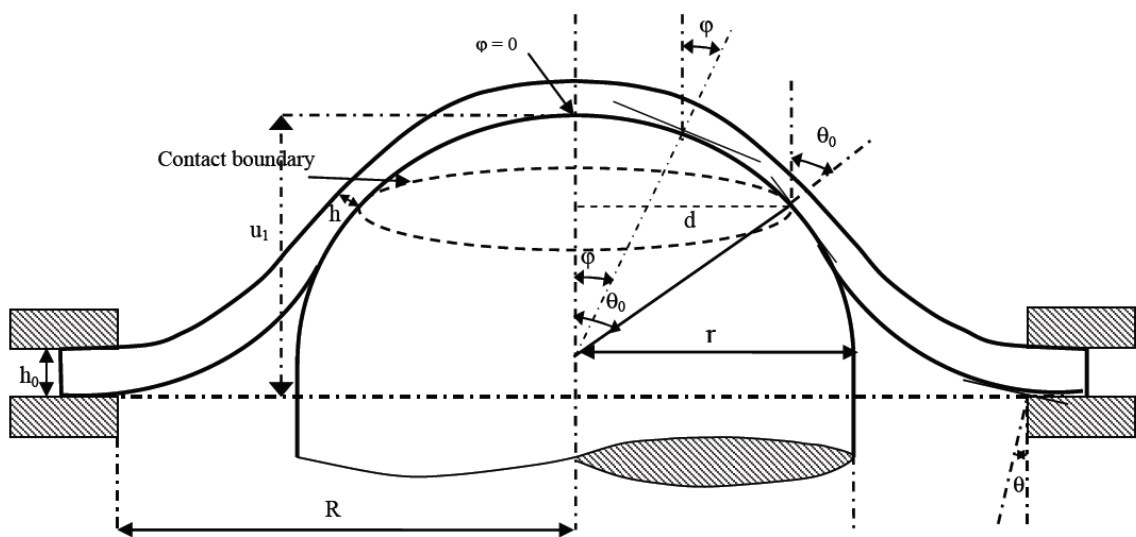
El modelo de la teoría de la membrana propuesto por Chakrabarty se considera como una relación estrictamente derivada de la teoría elasticidad y que proporciona un conjunto completo de relaciones.

Además, Chakrabarty propuso expresiones para el desplazamiento central del punzón  $u_1$  en  $\varphi = 0$ , quedando según la geometría de la Figura 2.21 una expresión del tipo:

$$u_1 = R \cdot \sin \theta \cdot \ln \frac{\tan\left(\frac{\theta_0}{2}\right)}{\tan\left(\frac{\theta}{2}\right)} + r \cdot (1 - \cos \theta_0) \quad (2.27)$$

La expresión que relaciona  $\theta$  y  $\theta_0$  se describe mediante la ecuación:

$$\sin \theta = \frac{r}{R} \cdot \sin^2 \theta_0 \quad (2.28)$$



**Figura 2.21.** Geometría de deformación propuesta por Chakrabarty adaptado en [8].

En 1998, Bicego et al [83] definieron el valor de la relación entre  $P$  y  $\sigma$  mediante una expresión del tipo:

$$\frac{P}{\sigma} = \left[ 2 \cdot \pi \cdot h \cdot \left( r + \frac{h}{2} \right) \cdot \sin \theta_0 \right] \cdot \sin \theta_0 \quad (2.29)$$

Donde el valor de  $\theta_0$  se obtenía empíricamente comparando los resultados entre el UCT y el SPCT. Para un acero X20, se obtuvieron valores  $P/\sigma = 1.876$  y consecuentemente  $\theta_0 = \pi/4.6$

Ese mismo año, Tettamanti et al. [84] también propusieron una ecuación relacionada con la deflexión de la probeta SPT aplicada a grandes deformaciones, según la expresión:

$$\frac{P}{\sigma} = K \cdot \left[ 2 \cdot \pi \cdot h \cdot r \left( \frac{D}{2 \cdot r} - \chi \right) \right] \quad (2.30)$$

Donde  $D$  era el diámetro de la matriz,  $\chi$  era un coeficiente de fluidez del material y  $K$  era un coeficiente de sujeción o fijación en el empotramiento que toma diferentes valores: desde  $K = 5$ , si la probeta no está empotrada (sólo apoyada entre la matriz superior y la inferior) y  $K = 0.6 - 0.8$ , si la probeta está perfectamente empotrada entre la matriz superior y la matriz inferior del utillaje del SPT. El coeficiente de fluidez variaba entre  $0.6 \sim 0.7$  en función de la temperatura y la carga aplicada ( $\chi = 0.7$  para viscosidad baja y  $\chi = 0.6$  para alta).

Considerando esta segunda aproximación, aplicando la expresión (2.30) se obtuvieron valores de  $P/\sigma = 1.95 \sim 2.06$  (dependiendo de las características del ensayo para probetas empotradas). Los autores Tettamanti y Crudeli, en su primera aproximación, obtuvieron valores de  $P/\sigma = 2$ .

Por otra parte, en 2001 Dobeš et al. [85] establecieron para un tiempo determinado de ensayo, una correlación simple entre la carga  $P$  aplicada en los ensayos SPCT y la tensión  $\sigma$  en el UCT en aceros de baja aleación. Propusieron una correlación de la tensión de membrana según la ecuación (2.31), donde se hace referencia a cualquier punto de la superficie de contacto, siendo  $h$  el valor del espesor de la probeta en el punto examinado.



$$\frac{P}{\sigma} = \frac{[2 \cdot \pi \cdot h \cdot r \cdot \tan \varphi]}{[1 + \tan^2 \varphi]^{1/2}} \quad (2.31)$$

Sin embargo, simplificando el modelo al considerar que las tensiones relevantes se evalúan concretamente en el punto de inflexión en la curvatura de la probeta (superficie de contacto en la probeta SPCT) la relación quedó:

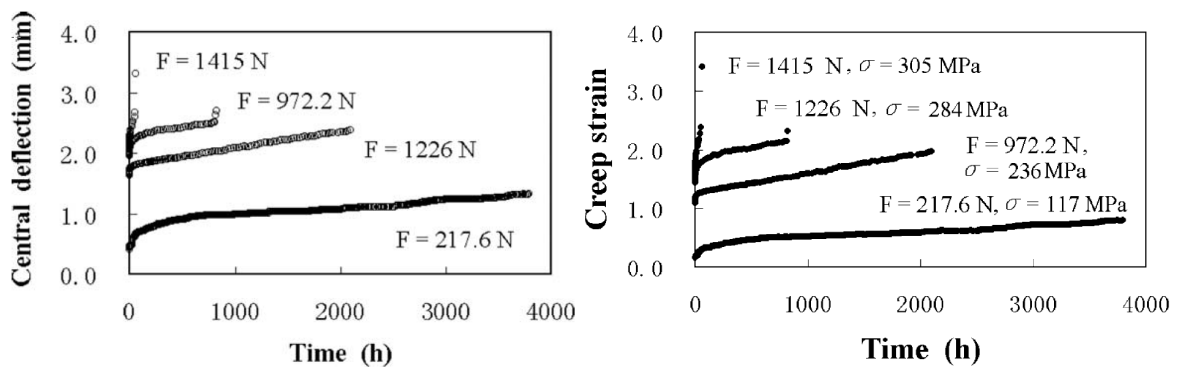
$$\frac{P}{\sigma} = \frac{[2 \cdot \pi \cdot h \cdot r \cdot \sin \theta_0 \cdot \tan \theta_0]}{[1 + \tan^2 \theta_0]^{1/2}} \quad (2.32)$$

Con ello, Dobeš y Milicka obtuvieron la expresión semiempírica  $\sigma = P/2.6$  que relacionaba los ensayos SPCT con los UCT para un acero de baja aleación, igualando los resultados obtenidos en UCT y SPCT para mismos tiempos de fallo.

Por otra parte, Saucedo et al. [86] en 2002 obtuvieron también, para un mismo tiempo de fallo, una relación  $P/\sigma \sim 1$  entre la carga  $P$  aplicada de los ensayos SPCT y la tensión  $\sigma$  de un ensayo creep convencional UCT para un acero austenítico (SU 316) en servicio.

Yang et al. [87] en 2003 con la transformación de resultados experimentales  $\delta-t$  en curvas  $\varepsilon-t$  y mediante el análisis tensional de la probeta SPCT obtuvieron que para cada nivel de carga  $P(N)$  existía una tensión correspondiente  $\sigma(MPa)$  según la ecuación (2.33) en función de  $\delta(mm)$  según muestran los resultados de la Figura 2.22.

$$\sigma = 0.654 \cdot \delta^{-1.1442} \cdot P \quad (2.33)$$



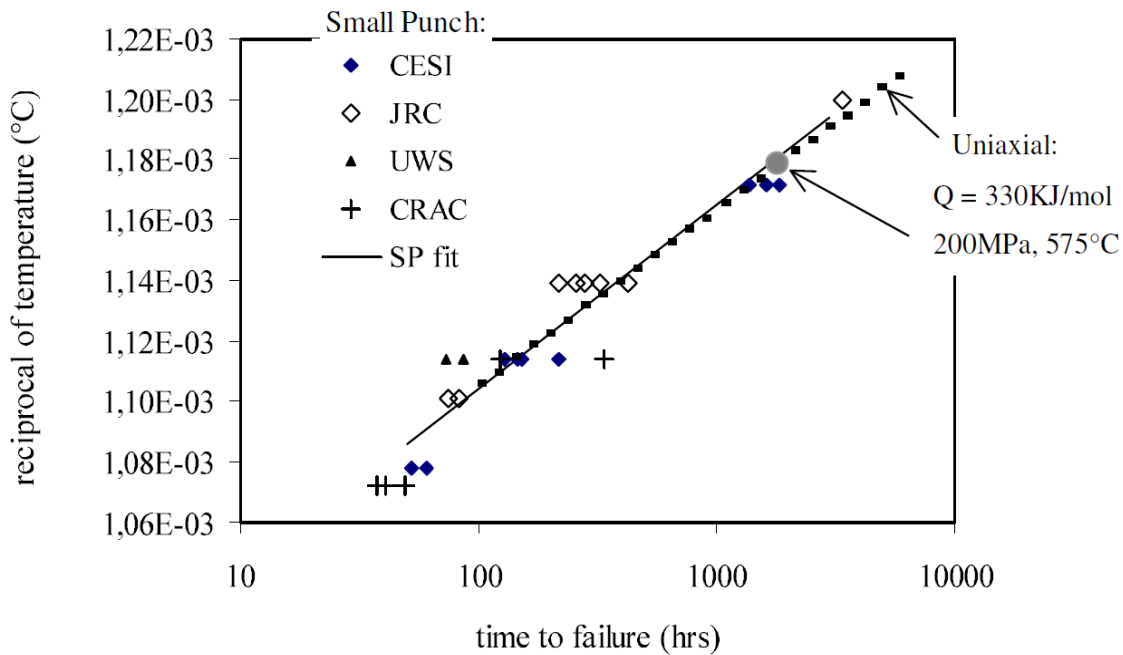
**Figura 2.22.** Resultados SPCT a) para 12CrMoV a 540°C y b) transformados en deformación en UCT [87].

Por otra parte, Bicego et al. [88] en 2003, de las ecuaciones (2.26) y (2.27) obtuvieron un conjunto de valores para  $P/\sigma$  y  $u_1$  calculados con dimensiones de probeta  $h_0 = 0.5mm$  y  $R = 2mm$ , y  $r = 1.5mm$  y con  $\theta_0$  variando entre  $0^\circ - 90^\circ$ . Con estos valores obtuvieron una relación entre  $P/\sigma$  y  $u_1$  según la ecuación polinomial (2.34), para valores de  $u_1 > 0.8mm$ .

$$\frac{P}{\sigma} = 1.72476 \cdot u_1 - 0.0563 \cdot u_1^2 - 0.17688 \cdot u_1^3 \quad (2.34)$$

Observaron que cuando la deflexión del punzón  $u_1 \rightarrow 0$ , lo que ocurría es que  $P/\sigma \rightarrow 0$ , y entonces la tensión de membrana  $\sigma \rightarrow \infty$ .

Para obtener el valor de la tensión equivalente en el UCT, Bicego et al. [89] emplearon la relación  $P_{sp}/\sigma_{sp} = 1.5$  derivada de la interpretación de la teoría de membrana  $P_{sp}/\sigma_{sp} = \sin \Phi \cdot [\pi \cdot t \cdot (D+t) \cdot \sin \Phi]$  definida en [90], donde  $t$  es el espesor de la probeta,  $\sin \Phi$  es la medida del ángulo entre el eje de aplicación de la carga  $P$  y la superficie perpendicular de la probeta en el punto de inflexión, justo cuando se produce la deflexión de la misma. La comparativa de los resultados SPCT que obtuvieron de varios laboratorios, con los resultados de ensayos UCT se muestra en la Figura 2.23.



**Figura 2.23.** Comparativa de resultados SPCT frente a UCT [89].

En 2005, Dobeš et al. [91] presentaron una relación nueva entre la carga aplicada en el SPCT y la tensión en el UCT para una aleación de aluminio 2124Al reforzada con fibras de carburo de silicio en rangos de temperatura entre  $350^{\circ}\text{C}$  y  $500^{\circ}\text{C}$ . Junto con Milicka et al. [92], obtuvieron en un acero P91 una relación lineal  $P_{sp} / \sigma_{sp} \sim 2.6$  entre la carga aplicada en los ensayos SPCT y la tensión en UCT en rangos de temperatura comprendidos entre  $550^{\circ}\text{C}$  y  $600^{\circ}\text{C}$ , basándose en tiempos de rotura similares.

Dobeš y Milicka [93], en 2006 de nuevo encontraron una relación lineal  $P_{sp} / \sigma_{sp} = 2.85$  para tiempos de fallo idénticos en ambos ensayos, como se indica en la Figura 2.24, siendo próximo ese valor al obtenido anteriormente para otros aceros ensayados por ellos mismos  $P_{sp} / \sigma_{sp} \sim 2.6$  [92].

Sturm et al. [94], también en 2006 caracterizaron a creep cuatro zonas del ZAT de una soldadura en acero P91 mediante SPCT. Para interpretar las curvas deflexión-tiempo  $\delta - t$ , utilizaron la teoría de membrana propuesta por Chakrabarty [82] y la ley de creep de Kachanov [95]. Mediante Chakrabarty, obtuvieron los valores de tensión según la ecuación:

$$\sigma = P_{sp} / \left( 1.26613 \cdot \delta - 0.12866 \cdot \delta^2 - 0.04344 \cdot \delta^3 \right) \quad (2.35)$$

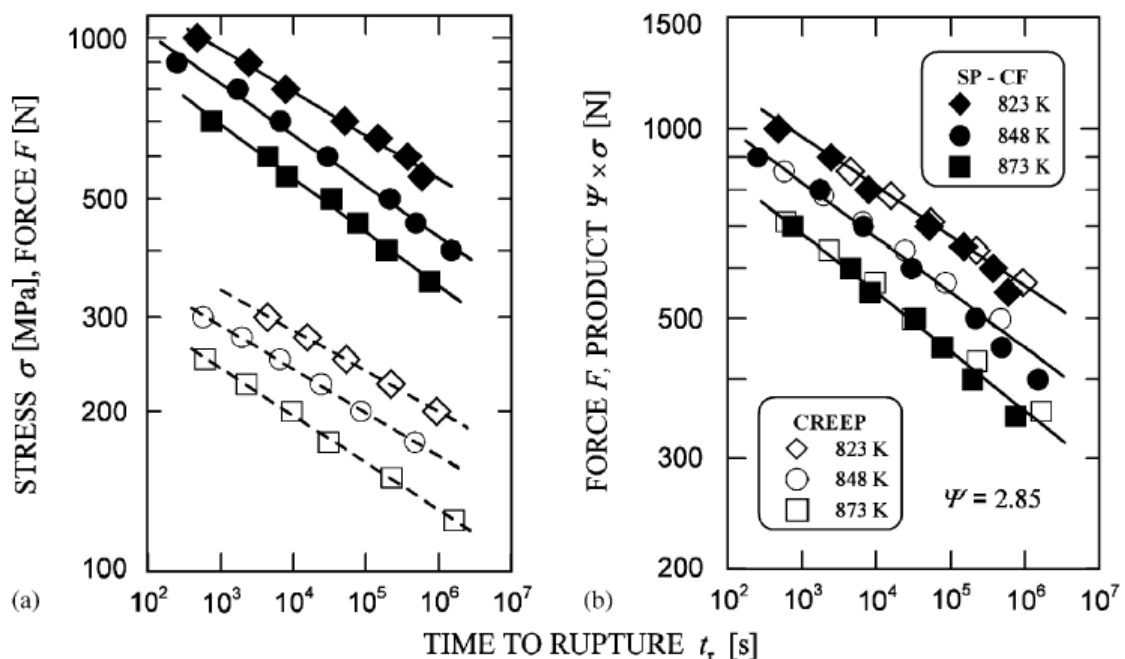


Figura 2.24. Relación entre  $t_f - \sigma$  (MPa) y  $t_f - P$  (N) para el UCT y el SPCT [93].

Debido a que la mayoría de los paquetes de elementos finitos sólo centran sus cálculos en las zonas de Creep I y Creep II, mediante la obtención de los parámetros de Kachanov se consigue definir todo el comportamiento a creep en el cálculo (Incluye Creep III). Sturm et al, de acuerdo con la indicaciones de [96], consiguieron los datos a creep, para cualquier zona de la soldadura y para ese material, a la temperatura de ensayo  $620^{\circ}\text{C}$  y a carga constante  $P = 520\text{N}$ .

Como ha quedado registrado en los párrafos anteriores existe una gran cantidad de estudios centrados en la búsqueda de la relación  $P/\sigma$  entre los resultados uniaxiales y los miniatura de punzonado.

Con la finalidad de unificar criterios el Comité Europeo de Normalización (CEN) desarrolló en 2006, el código europeo de buenas prácticas para el ensayo SPT, CEN-CWA-15627 [8], donde se recopilan los principales trabajos hasta la fecha y se establece una serie de recomendaciones en la relación  $P/\sigma$ .

Según se resume en dicho código, de la ecuación (2.29), si la periferia de la superficie de contacto entre la cabeza del punzón y la probeta se considera como  $2 \cdot \pi \cdot h(r + h/2) \cdot \sin \theta_0$ , esto conduciría a un equilibrio en la dirección de la carga y considerando la pendiente  $P/\sigma = 2$  de la tensión membrana, directamente de la ecuación (2.29) se obtenía que  $P/\sigma$  era directamente proporcional al espesor  $h_0$  inicial de la probeta o al espesor  $h$  de la superficie de contacto.

Además, en todas las ecuaciones descritas anteriormente, el cociente  $P/\sigma$  era proporcional a  $h_0$  o  $h$ , es decir, se basan en el modelo de membrana y sin que los esfuerzos de flexión sean tenidos en cuenta. Por lo tanto, aparte de las diferencias sutiles, se comenta que estas ecuaciones son esencialmente iguales.

Por otro lado, si se toma la ecuación (2.29) de nuevo, y se considera que el radio de la superficie de contacto toma el valor de  $(r + h/2)$ , la periferia de la superficie de contacto toma el valor de  $2 \cdot \pi \cdot h \cdot (r + h/2) \cdot \sin \theta_0$ , mientras que en otras ecuaciones las periferias de contacto se consideraban como  $2 \cdot \pi \cdot h \cdot r \cdot \sin \theta_0$ .

Hasta la fecha, el uso de las ecuaciones descritas anteriormente para determinar el valor de la carga  $P$  en el ensayo SPCT, seguía siendo un problema común centrado en determinar el valor de  $\theta_0$  en la superficie de contacto. Las ecuaciones (2.29) y (2.30) proporcionan valores empíricos de este parámetro, pero sólo para casos específicos. Por

ello, era necesario realizar un análisis de regresión para poder emplear la ecuación de forma más sencilla.

Por otra parte, respecto a la expresión (2.34) derivada de la teoría de la membrana propuesto por Chakrabarty (ecuaciones (2.26), (2.27) y (2.28)), el código europeo de buenas prácticas CEN-CWA-15627 comenta que esa relación no se puede aplicar en el caso en el que las deformaciones sean muy pequeñas, estado en el que se desprecian los esfuerzos de flexión. Adoptando un criterio ingenieril, los resultados obtenidos para grandes deformaciones, se consideraban válidos si el desplazamiento del punzón (deflexión) era mayor de un 20% de la dimensión estructural máxima.

En base a las consideraciones anteriores, los autores del CEN-CWA-15627, visto esto, realizaron un análisis de regresión para obtener una fórmula general para determinar el valor de la carga en el ensayo SPCT. La finalidad de esta fórmula era encontrar una relación entre  $P/\sigma$  y las dimensiones de la probeta (radio de la matriz y del punzón). Debido a que  $P/\sigma$  era proporcional al espesor de la probeta  $h_0$ , dicha relación quedó finalmente expresada como:

$$\frac{P}{\sigma} = b_1 \cdot R^{b_2} \cdot r^{b_3} \cdot h_0 \quad (2.36)$$

Tomando logaritmos a ambos lados, se podían calcular los valores de las constantes ( $b_1$ ,  $b_2$ ,  $b_3$ ) mediante un ajuste multivariable lineal al cuadrado, según la expresión:

$$\log\left(\frac{P}{\sigma}\right) - \log(h_0) = \log(b_1) + b_2 \cdot \log R + b_3 \cdot \log r \quad (2.37)$$

Mediante las ecuaciones (2.26) y (2.27), se calcularon una serie de valores de  $P/\sigma$  en función de las dimensiones de la probeta, concretamente en función de  $h_0$ ,  $R$ ,  $r$ , y del ángulo  $\theta_0$ . El rango de valores utilizado para las variables en el cálculo fue:

- $R$ : Valores entre  $(2-3)mm$ .
- $r$ : Valores entre  $(1-1.5)mm$ .
- $\theta_0$ : Valores entre  $(0-90)^\circ C$ .

De este modo, se obtuvo una fórmula general para determinar la carga  $P$  para realizar los ensayos SPCT, según la ecuación:

$$\frac{P}{\sigma} = 3.332 \cdot R^{-0.202} \cdot r^{1.1952} \cdot h_0 \quad (2.38)$$

Finalmente el CEN-CWA-15627 propone una relación entre la carga  $P$  de los ensayos SPCT con la tensión  $\sigma$  de los ensayos UCT según la expresión:

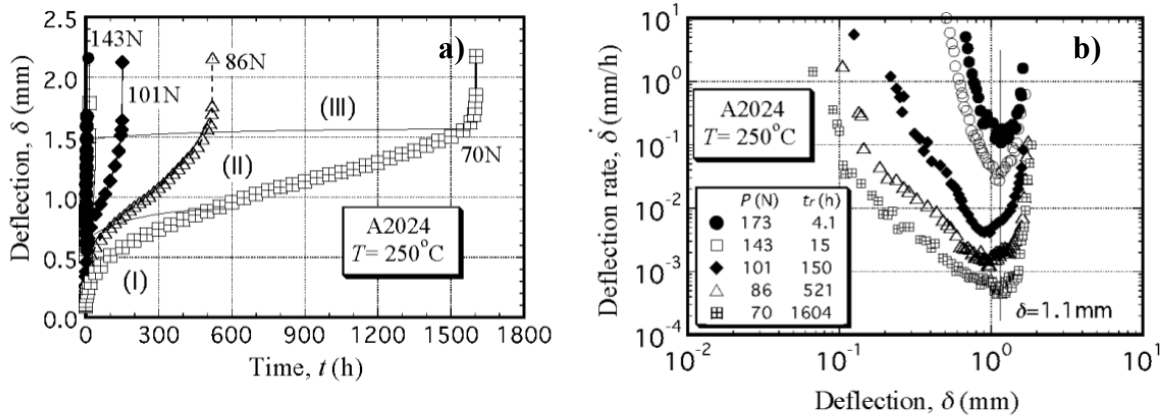
$$\frac{P}{\sigma} = 3.33 \cdot K_{sp} \cdot R^{-0.2} \cdot r^{1.2} \cdot h_0 \quad (2.39)$$

Donde, además de redondear los valores de los exponentes de la ecuación (2.38), se introdujo un factor de corrección adimensional  $K_{sp}$  que considera la ductilidad presente en diferentes materiales, e incluso dentro de un mismo material a diferentes temperaturas, y niveles de tensión.

Posteriormente al desarrollo del CEN-CWA-15627 en 2008, de nuevo Dobeš et al. [75], esta vez para una aleación de aluminio reforzada con alúmina y partículas de carburos, establecieron un método para estimar la constante de proporcionalidad entre  $P$  en el SPCT y  $\sigma$  en el UCT, la cual dependía de la deflexión a fractura observada en el SPCT. Obtuvieron la relación  $\psi = P/\sigma = [A_c/A_{sp}]^{1/n}$  para mismos tiempos de fractura, que dependía de la ductilidad del material y observando los resultados, propusieron comparar el SPCT con el UCT, mediante un nuevo ratio  $\psi' = P/\sigma \cdot \delta_F$ , siendo  $\delta_F$  la deflexión a fractura.

En 2009, Blagoeva et al. [97] caracterizaron a creep también uniones soldadas de acero P91 mediante ensayos SPCT y aplicando las recomendaciones del CEN-CWA-15627, obtuvieron una relación lineal  $P_{sp}/\sigma = 1.4$  considerando inicialmente  $K_{sp} = 1$ . Sin embargo observaron que esta relación no podía ser empleada para ensayos de corta duración y con cargas elevadas, en cuyo caso el factor de ductilidad más adecuado era  $K_{sp} = 1.3$ .

Por otro lado, en 2010, Kobayashi et al. [98] estudiaron en un duraluminio A2024BE la forma de la fractura y la deformación de la probeta SPCT mediante ensayos interrumpidos. Observaron los tres estados típicos de creep (I, II y III), siendo el primario o transitorio (I) más prolongado que el terciario o acelerado (III), ya que éste último sólo aparecía instantes antes de la fractura final (Figura 2.25 a).



**Figura 2.25.** a) Curvas del SPCT  $\delta-t$  b) Relación entre la deflexión  $\delta$  y su velocidad  $\dot{\delta}$  [98].

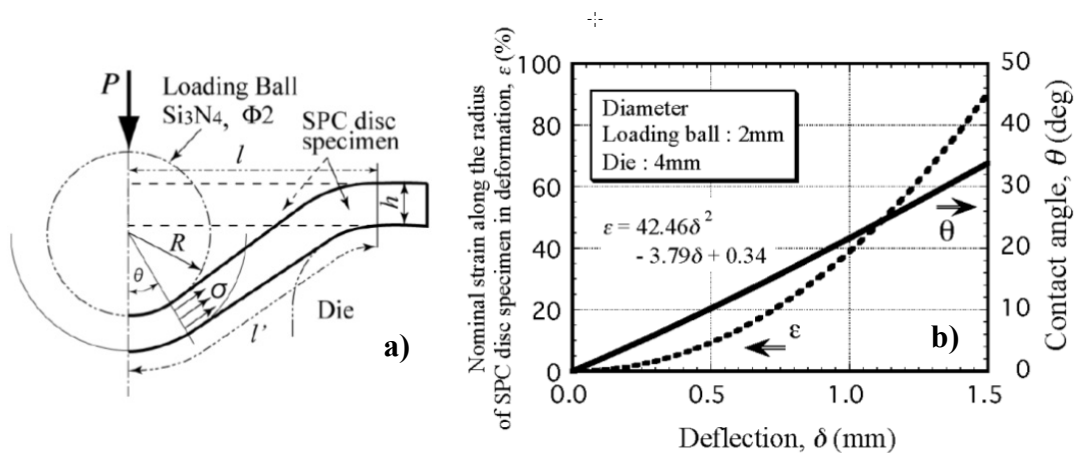
Generalmente, en las curvas del UCT para el duraluminio, el estado (III) ocupaba la mayoría del tiempo del ensayo, sin embargo en SPCT el estado (I) era ligeramente superior, el (II) ocupaba la mayor parte del tiempo y el (III) aparecía justo antes de la fractura final.

Según los autores, en el estado (I) de SPCT se producían pequeñas microfisuras, que crecían en distribución circular hasta  $0.2\text{mm}$  de profundidad, cuando se alcanzaba el ratio  $t/t_f = 0.2$ . En el estado (II), el desarrollo de las fisuras se extendía, en modo de cortadura, hacia la zona de contacto con el borde de la bola del punzón. Finalmente en el estado (III), la bola al atravesar la probeta expandía el agujero siendo este modo en el que se producía la rotura final.

Respecto a la velocidad de creep  $\dot{\delta}$  durante el ensayo SPCT, esta era la mínima cuando se alcanzaban deflexiones de  $\delta = (0.9-1.1)\text{mm}$  independiente del nivel de carga  $P$  empleado, como se observa en la Figura 2.25 b). Estos autores, a la hora de correlacionar tiempos de fallo  $t_f$  en SPCT con UCT emplearon la conversión de  $P$  en  $\sigma$  según la expresión:

$$\frac{P}{\sigma} = 2 \cdot \pi \cdot h \cdot \left( \frac{R+h}{2} \right) \cdot \sin^2 \theta \quad (2.40)$$

Esta ecuación (2.40) derivaba de la suposición de que la tensión de membrana  $\sigma$  para el eje radial en la probeta SPT, era constante en todo el espesor, según indica la Figura 2.26, y que la suma de su componente vertical de la tensión  $\sigma$ , es igual a la carga aplicada  $P$  en el ensayo SPCT.



**Figura 2.26.** a) Modelo de conversión de la carga  $P$  en tensión  $\sigma$  de membrana en el SPCT. b)  $\varepsilon$  (%) a lo largo de la deformación del radio  $\varepsilon = (l' - l) \cdot 100 / l$  durante el ensayo SPCT [98].

Finalmente el  $Ratio = P / \sigma_0$  que obtuvieron de los resultados para tiempos de vida similares variaba entre  $P / \sigma_0 = (1.05 - 1.15)$ .

En 2011, Blagoeva et al. [99] emplearon la metodología basada en la última aproximación del CEN-CWA-15627 para evaluar a creep soldaduras de acero P91 a  $600^\circ\text{C}$  empleadas en plantas de combustible fósil. Obtuvieron inicialmente para una ductilidad  $K_{sp} = 1$  que la relación entre el UCT y el SPCT era  $P / \sigma = 1.4$  para el material fundido. Sin embargo para el material de grano fino de la ZAT (zona afectada térmicamente) de la soldadura, la relación entre los resultados experimentales del SPCT y los uniaxiales obtenidos mediante simulación, eran convincentes a pesar de que el material comparado no era el mismo.

En 2013, Gülçimen et al. [74] relacionaron  $P$  y  $\sigma$  con un método nuevo. Obtuvieron buenos resultados en la relación  $\sigma - t_f$  y con dispersión similar a la del CEN-CWA-15627, con la salvedad de que con el nuevo método se analizaba individualmente el comportamiento a deflexión real, lo cual no ocurría con el método del CEN-CWA-15627.

El nuevo método definía un valor de tensión efectiva  $\sigma_{eff} \approx \sigma_{II}$  que gobernaba el estado (II) de creep a partir de la mínima velocidad de deflexión  $\dot{\delta}_m$  según la ecuación:



$$\begin{aligned}\sigma_{eff} = \langle \sigma \rangle &= \frac{1}{t_f} \int_0^{t_f} \sigma dt \approx \frac{1}{Z_f - Z_i} \int_{Z_i}^{Z_f} \left( \sigma_{II} + \frac{d\sigma}{dZ} \Big|_{II} (Z - Z_{II}) \right) dZ \\ &\approx \sigma_{II} (\delta_{II}) + \frac{d\sigma}{dZ} \Big|_{II} \left( \frac{Z_f + Z_i}{2} - Z_{II} \right)\end{aligned}\quad (2.41)$$

Donde  $\sigma_{II}$  correspondiente a  $\delta_{II}$  y  $Z = \sin \theta$  según el esquema de la Figura 2.27

Este punto II de inflexión lo calcularon de dos formas: la primera calculando el punto en el que se producía el valor  $\dot{\delta}_{min}$ , pero como se producía gran dispersión a la hora de seleccionar ese punto, eligieron un ajuste polinomial de tercer orden  $\delta(t)$  en el que la segunda derivada era igual a cero. Y para reducir la incertidumbre del valor del desplazamiento asociado al límite de fluencia  $\delta_y$  y corregir los errores de los esfuerzos de flexión de la teoría de membrana, aplicaron correcciones a los valores de  $\delta_y$  obtenidos experimentalmente según la ecuación:

$$\delta_{y(teórico)} = \frac{r}{2} \cdot \frac{P}{(2 \cdot \pi \cdot r \cdot h_o) \cdot \sigma_{UTS}} \cdot \left( 1 + \ln \left( \frac{(2 \cdot \pi \cdot r \cdot h_o) \cdot \sigma_{UTS}}{\left(\frac{r}{R}\right)^2 \cdot P} \right) \right) \quad (2.42)$$

Siendo  $h_o$  el espesor inicial de la probeta, y  $\sigma_{UTS}$  la tensión última de rotura a tracción de ese material a esa temperatura en concreto.

De tal forma que al representar las curvas  $\delta-t$ , a cada ensayo se le aplicaba la corrección  $(\delta_{y(teórico)} - \delta_{y(experimental)})$ , calculando el valor de  $\delta_y$  experimental según la Figura 2.28.

Los resultados que obtuvieron para las diferentes zonas de la soldadura se muestran en la Figura 2.29.

Concluyeron que su metodología propuesta, podía reflejar la fuerte dependencia de la carga  $P$  que presentaba el valor  $K_{sp}$  propuesto por el CEN-CWA-15627, lo cual indicaba la necesidad de obtener este valor de  $K_{sp}$  distinto de la unidad para obtener las propiedades a creep mediante el SPCT.

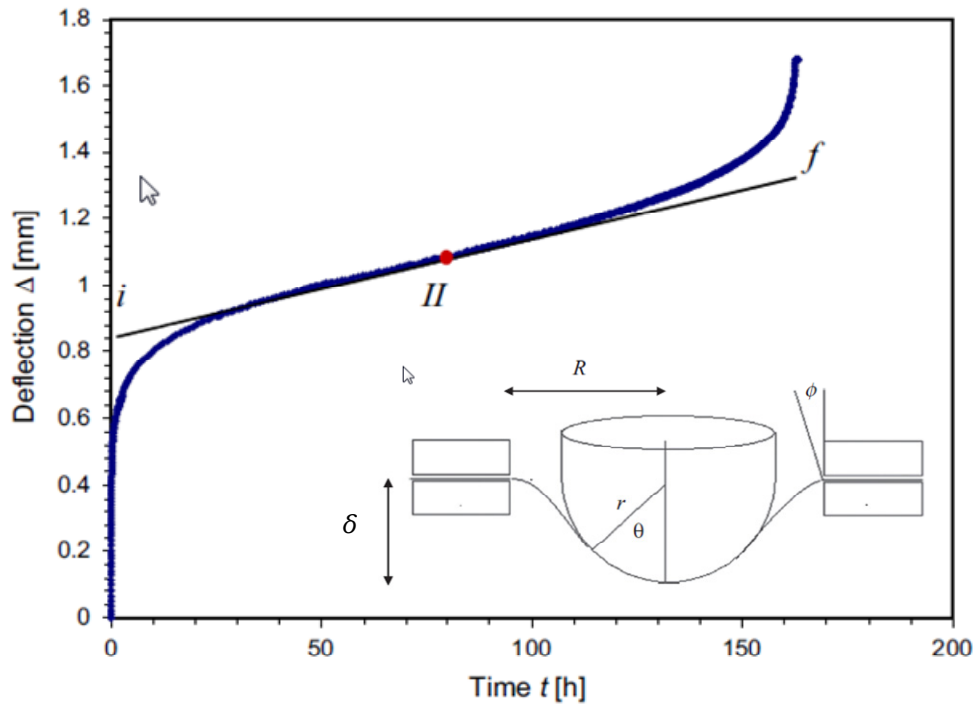


Figura 2.27. Punto de inflexión II a partir del cual gobierna  $\sigma_{II}$  y geometría de deformación de membrana [74] de acuerdo con Chakrabarty.

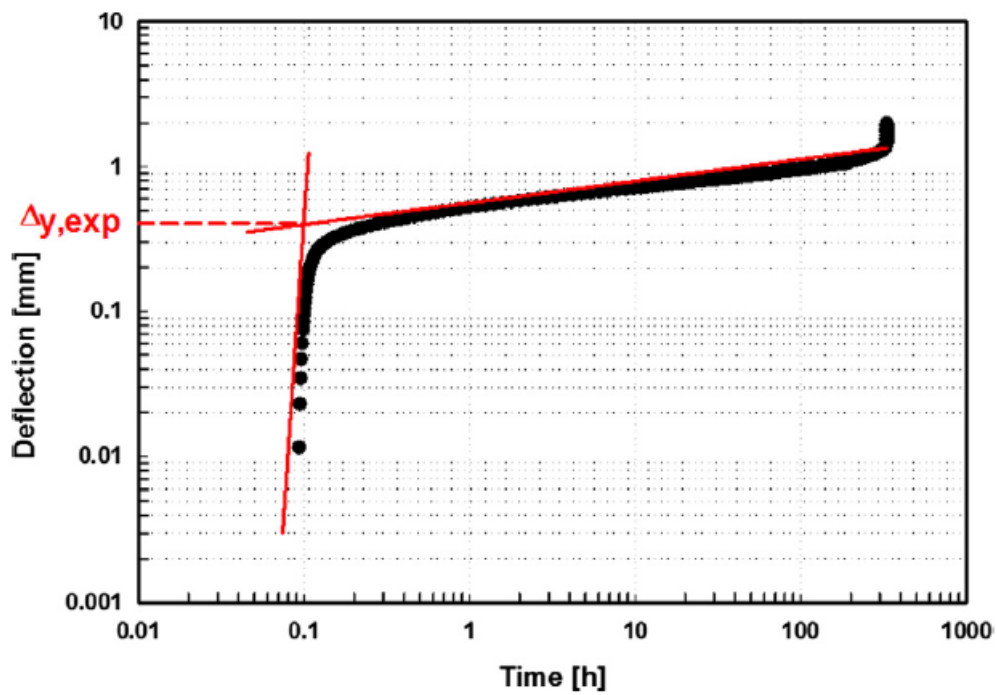
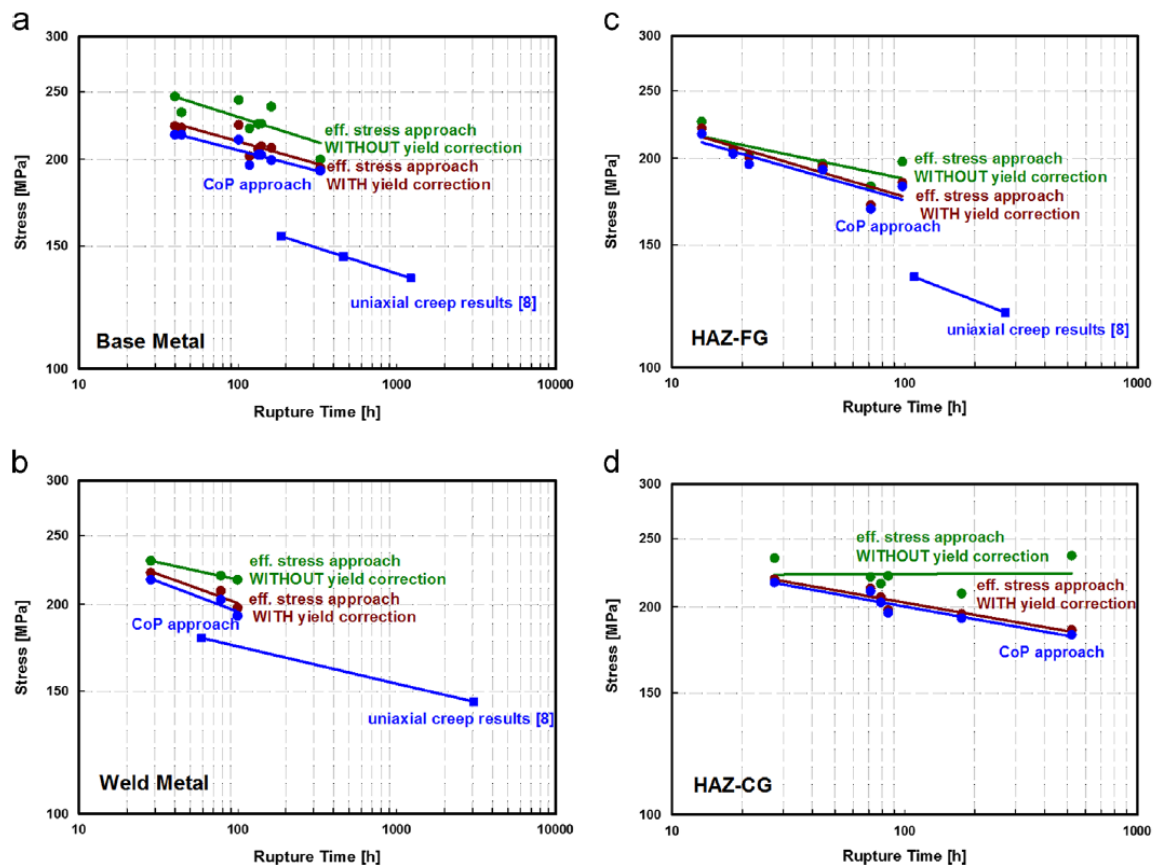


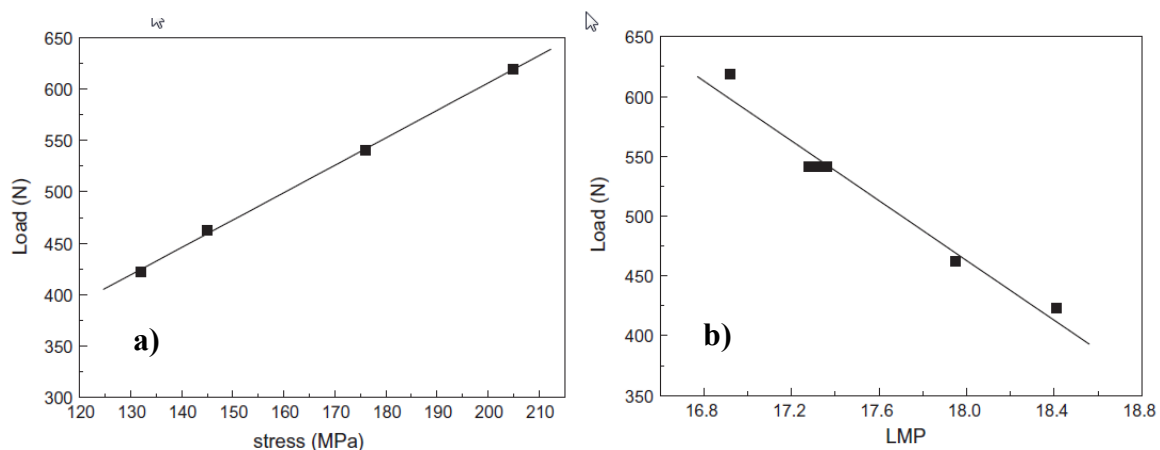
Figura 2.28. Determinación del valor  $\delta_y$  experimental [74].



**Figura 2.29.** Resultados para las diferentes zonas estudiadas de la soldadura [74].

El ensayo SPCT también se ha aplicado a recubrimientos como en el trabajo de Chen et al. [100] en 2013. Los autores ensayaron probetas miniatura de dos tipos de recubrimientos de CoNiCrAlY pulverizado a elevada velocidad y a alta temperatura hasta obtener probetas de  $0.5\text{mm}$  de espesor. Al observar su microestructura al MEB, antes y después de ensayar las probetas, concluyeron que era un método adecuado para caracterizar a creep este tipo de recubrimientos, ya que los cambios microestructurales que se producían, eran similares a los de los recubrimientos de componentes en servicio. Para convertir la carga  $P$  de los ensayos SPCT en tensión  $\sigma$ , emplearon la relación propuesta por el CEN-CWA-15627, tomando un valor  $K_{sp} = 1$ , aunque relataban que para aceros este valor estaba en torno a  $K_{sp} = 1.2$ .

En 2013, Hou et al. [101] también aplicaron la técnica SPCT a aceros perlíticos 1.25Cr0.5Mo para obtener las propiedades a creep. Obtuvieron una relación lineal  $P/\sigma = 2.7$ , según la Figura 2.30 a), empleando la expresión  $P/\sigma = K \cdot [\pi \cdot h_0 \cdot (D/d - \chi)]$  de Tetamanti y Crudeli [102], con  $k = 0.5$  y  $\chi = 0.6 - 0.7$  comparando tiempos de fallo similares en el SPCT y en el UCT.



**Figura 2.30.** a) Relación  $P-\sigma$  y b)  $PLM$  vs  $P$  [101].

Recientemente, Holmström et al. [103] en 2014, han comparado resultados del SPCT con los del UCT en uniones soldadas de acero P91 de componentes en servicio. En esta investigación, los autores proponen dos alternativas para predecir la deformación uniaxial de alguna zona en concreto de la soldadura. La primera, es aplicar los datos  $\delta-t$  de fallo del SPCT y acomodar la forma de la curva de creep uniaxial  $\varepsilon-t$ , del material base, a la de la zona de interés de la soldadura en el ensayo SPCT. Mientras que la segunda alternativa, se centra en el uso de los datos de deflexión  $\delta$  del SPCT y una función de conversión apropiada para la curva de creep uniaxial  $\varepsilon-t$ .

Empleando las ecuaciones de Wilshire, para  $600^{\circ}\text{C}$  y aplicando el método propuesto en el CEN-CWA-15627 obtienen una relación  $P/\sigma=1.8$  para todas las zonas de la soldadura, salvo para una, la cual presenta la relación  $P/\sigma=1.4$ .

### 2.7.3.2 Relación $\delta/\varepsilon$ de UCT con SPCT

Además de las relaciones comentadas en el apartado anterior varios autores han intentado relacionar el ensayo UCT y el SPCT, mediante la búsqueda de la relación entre la deformación uniaxial  $\varepsilon$  y la deflexión central de la probeta SPCT  $\delta$ .

Yang et al. [87] en 2003 realizaron un análisis elasto-plástico mediante un modelo en numérico en el que relacionaban el desplazamiento central  $\delta$  en probetas SPCT con la deformación  $\varepsilon$  en creep uniaxial UCT  $\varepsilon$  en un acero Cr12-Mo1V, basado también en el modelo de aproximación de membrana de Chakrabarty [82], obteniendo la expresión polinomial:

$$\varepsilon = 0.211 \cdot \delta^2 + 0.3299 \cdot \delta \quad (2.43)$$

Concluyeron que la relación entre la deflexión  $\delta$  y la máxima deformación por creep  $\varepsilon$  en el centro de la probeta SPCT, es decir cuando  $\varphi=0$ , era aproximadamente independiente de la carga, de la temperatura, y del comportamiento elastoplástico del material.

Concluyeron que la relación entre la deflexión  $\delta$  y la máxima deformación por creep  $\varepsilon$  en el centro de la probeta SPCT, es decir cuando  $\varphi=0$ , era aproximadamente independiente de la carga, de la temperatura, y del comportamiento elastoplástico del material.

Mediante la expresión (2.43) transformaron los resultados experimentales  $\delta-t$  en curvas  $\varepsilon-t$  para la aleación de acero  $12Cr1MoV$  estudiada a  $540^\circ\text{C}$ . De estos resultados se obtuvieron valores de  $\dot{\varepsilon}$  para cada nivel de  $P$ . Debido a que las curvas  $\varepsilon-t$  mediante SPCT presentaban similitud con las de creep uniaxial UCT, mediante la ecuación de Norton para ese material, obtenida mediante ensayos de creep convencionales UCT  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-29} \cdot \sigma^{10.943}$ , se compararon con los resultados según Figura 2.31.

Otra relación entre UCT y SPCT es la encontrada en 2004 por Dobeš et al. [104]. Realizaron ensayos SPCT en la aleación  $Fe28Al3Cr0.02Ce$  a varias temperaturas. Para un valor de temperatura constante, en el que se producía la transformación de una fase a otra, la dependencia entre la velocidad mínima de deflexión  $\dot{\delta}_m$  y la carga de ensayo  $P$  en los ensayos SCPT la obtuvieron según la ley potencial como  $\dot{\delta}_m = A \cdot P^n$ . En la Figura 2.32 se muestra esta dependencia, junto con los resultados obtenidos mediante ensayos UCT por otros investigadores en [105].

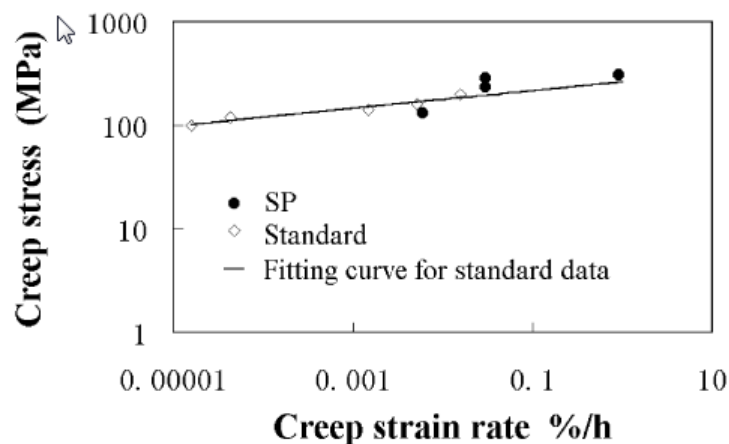
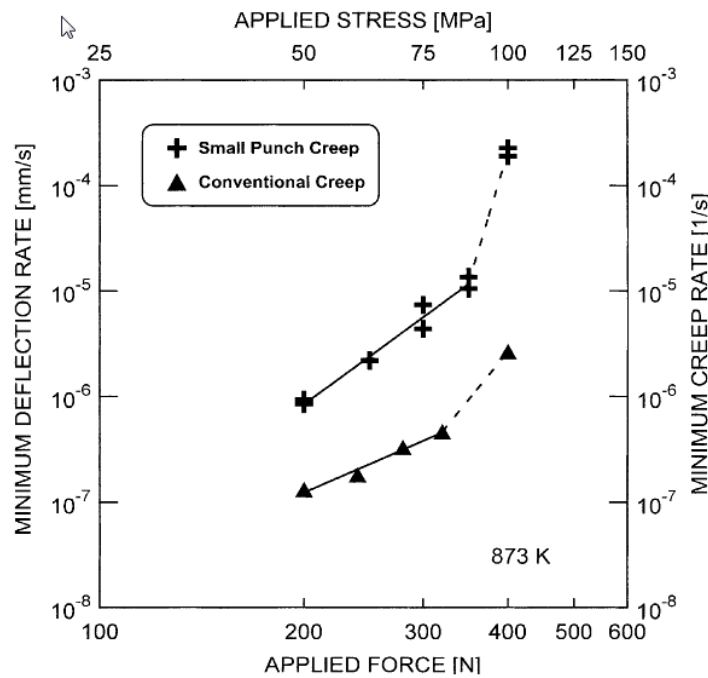


Figura 2.31. Curva comparativa de  $\sigma - \dot{\varepsilon}$  para SPCT y UCT [87].



**Figura 2.32.** Dependencia de  $\dot{\delta}_m - P$  en SPCT y  $\dot{\epsilon}_m - \sigma$  en UCT [104].

En 2005, Ling et al. [106] establecieron un modelo mediante análisis por elementos finitos basado en ensayos SPCT para un acero SS304 a diferentes niveles de carga, a una temperatura fija y modificando las ecuaciones constitutivas de Kachanov-Rabotnov [107]. Estudiaron la relación entre  $\delta$  y  $\epsilon$  y la evolución del daño, obteniendo concordancia entre los resultados numéricos y los resultados experimentales.

En 2006 Sturm et al. [94] mediante la aplicación del modelo de Chakrabarty, obtuvieron de los ensayos SPCT, valores de deformación según la ecuación:

$$\epsilon = 0.14718 \cdot \delta + 0.03653 \cdot \delta^2 + 0.00772 \cdot \delta^3 \quad (2.44)$$

En 2013, Zhao et al. [108] obtuvieron una relación entre  $\delta$  y  $\epsilon$  de la forma:

$$\bar{\epsilon}_m = -0.2433 \cdot \left(\frac{\delta}{r}\right)^3 + 0.6575 \cdot \left(\frac{\delta}{r}\right)^2 - 0.045 \cdot \left(\frac{\delta}{r}\right) \quad (2.45)$$

Como se ha comentado antes, Holmström et al. [103] en 2014, para realizar las dos aproximaciones propuestas para predecir la deformación uniaxial de alguna zona concreta de soldaduras en acero P91 mediante ensayos SPCT, a diferencia de todo lo realizado hasta la fecha, emplean las ecuaciones de predicción de deformación por creep de Wilshire, quedando la ecuación:

$$\log[t(\varepsilon)] = \frac{\log(t_f) + C}{1 + [\log(\varepsilon)/\chi_0]^p} - C \quad (2.46)$$

Donde  $t_f$  es el tiempo de fallo y  $\chi_0$ ,  $p$  y  $C$  son coeficiente de ajuste que definen la forma de la curva definido por Holmström en [109-111].

Adaptando los datos obtenidos de los ensayos SPCT a la ecuación (2.46), relacionan la deflexión  $\delta$  con la deformación  $\varepsilon$ , mediante la ecuación:

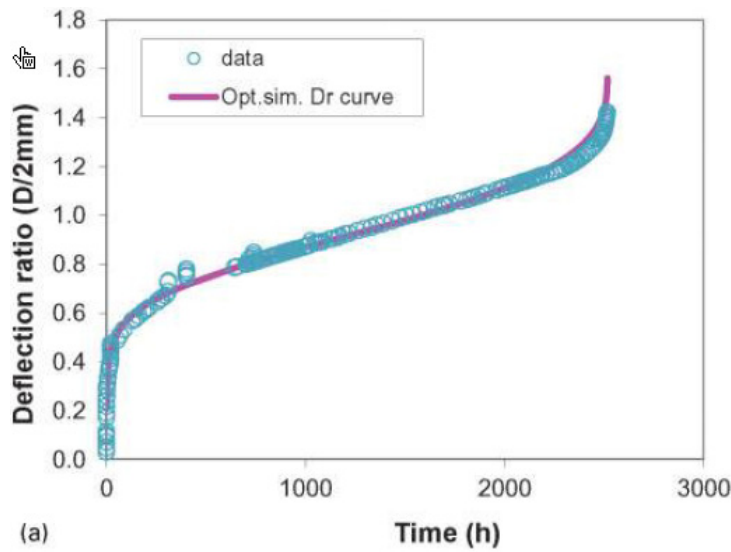
$$\log[R_D(t)] = \left( \frac{\log(t_f) + C^*}{\log(t) + C^*} \right)^{1/p^*} \chi_0^* \quad (2.47)$$

Donde la deflexión viene dada para un instante de tiempo determinado como  $R_D(t)$ , siendo el ratio de deflexión  $R_D = D/D_{m\acute{a}x}$  con ( $D_{m\acute{a}x} = 2mm$ ). Del mismo modo que antes  $\chi_0^*$ ,  $p^*$  y  $C^*$ , son coeficientes de ajuste que definen la forma de la curva.

Para un mismo tiempo de fallo, la relación entre  $\varepsilon(t)$  y  $R_D(t)$  queda según la ecuación (2.48), con la que se ajusta el cambio de la forma de la curva de deformación del ensayo UCT en deflexión del ensayo SPCT.

$$\log[R_D(t)] = \left( \frac{\log(t_f) + C^*}{\log(t) + C^* / \{1 + \log \cdot [\varepsilon(t)/\chi_0]^p + C^* - C\}} \right)^{1/p^*} \cdot \chi_0^* \quad (2.48)$$

Como se muestra en la Figura 2.33, Holmström, et al. obtienen muy buen ajuste entre la curva deflexión-tiempo  $D/D_{m\acute{a}x} - t$  de un ensayo SPTC, y la curva de predicción, obtenida mediante el modelo definido y optimizado con los parámetros de la forma de la curva de creep uniaxial.



**Figura 2.33.** Relación  $D/D_{\max} - t$  para el ensayo SPCT ( $600^{\circ}\text{C}$ ,  $189\text{N}$  y  $t_f = 2517\text{h}$ ), y simulado según el modelo de previsión optimizado mediante los parámetros de la forma de la curva de creep uniaxial [103].

### 2.7.3.3 Relación $t_f$ , $n$ y $Q_c$ de UCT con SPCT

Otra de las ideas para relacionar el ensayo UCT con el SPCT es a través de los modelos de comportamiento de material del ensayo UCT (Norton y Arrhenius). Estos modelos se aplican a los ensayos SPCT para calcular valores de tiempos de fallo  $t_f$ , del exponente de tensión  $n$  y de la energía de activación  $Q_c$ .

En 1999, Ule et al. [112] compararon los resultados de ensayos del UCT con ensayos del SPCT realizados en diferentes laboratorios para dos tipos de aceros, el  $X20\text{CrMoV}-12-1$  y el  $14\text{MoV}-6-3$ . Fijando un valor de carga y variando la temperatura, obtuvieron una buena repetibilidad de resultados en los ensayos SPCT en los diferentes laboratorios. De los ensayos SPCT se calcularon los valores de tiempo de fallo  $t_f$  utilizando una expresión del tipo:

$$t_f = B_f \cdot P^{-n_f} \cdot \exp\left(\frac{Q_f}{R \cdot T}\right) \quad (2.49)$$

Como se puede observar esta ecuación es la correspondiente al modelo de Dorn modificada, es decir, de tipo Arrhenius establecida en 1993 por Parker et al. [81], en la que la tensión  $\sigma$  es sustituida por la carga  $P$ ,  $B_f$  es un constante,  $n$  es el exponente de tensión y  $Q_f$  es la energía de activación aparente de rotura. Con esta misma relación



calcularon los valores del exponente de tensión  $n$  y de la energía de activación  $Q_f$  obteniendo valores de  $n$  más bajos que con los ensayos de creep convencionales. Esta variación fue achacada a la deformación plástica inicial presente en la probeta SPT, la cual originaba un incremento en el número de dislocaciones.

Esos mismos autores, observaron que en el inicio de las curvas SPCT (deflexión-tiempo), el desplazamiento del punzón era demasiado grande en pocos segundos (en algunos casos  $> 1mm$ ) lo cual hacía pensar que, puesto que el punzón estaba actuando sobre el disco en una pequeña zona de contacto, las tensiones eran muy elevadas en dicha zona. Después de esta fase inicial y una vez que la probeta era sometida a flexión, lo que ocurría era que la superficie de contacto entre el punzón y la probeta aumentaba (al aumentar del ángulo de contacto) lo cual hacía disminuir las tensiones resultantes. A partir de este instante, es justo cuando se despreciaba la deformación plástica y la probeta comenzaba a estar sometida al fenómeno de creep.

En 2000, Komazai et al. [113] también establecieron una correlación entre los parámetros de creep convencionales UCT ( $n$  y  $Q_C$ ) y los ensayos SPCT para aceros ferríticos, concluyendo también que puede ser una técnica apropiada para obtener las propiedades a creep en componentes de servicio.

Saucedo et al. [86] en 2002 también realizaron ensayos SPCT para una temperatura constante y a diferentes niveles de carga, siendo el espesor de las probetas de  $0.3mm$ . Mediante la expresión (2.9) tipo Arrhenius obtuvieron valores del exponente de tensión  $n$ , para el material sometido a diferentes tratamientos térmicos, obteniendo valores de  $n$  acordes con los mecanismos de creep existentes mediante el estudio de su microestructura y análisis fractográfico. En este caso obtuvieron los valores de  $n$  mediante la representación gráfica de los resultados de velocidad de deflexión  $\dot{\delta}_m (mm/h)$  frente a la carga aplicada  $P(N)$ .

En 2005, Bicego et al. [89] y Stratford et al. [90] obtuvieron buenos ajustes de los ensayos SPCT mediante la ecuación de Arrhenius para obtener valores de  $Q_C$ , y mediante la ecuación de Norton de la Ley Potencial de creep uniaxial, para obtener valores del exponente de tensión  $n$  similares a los obtenidos en ensayos UCT.

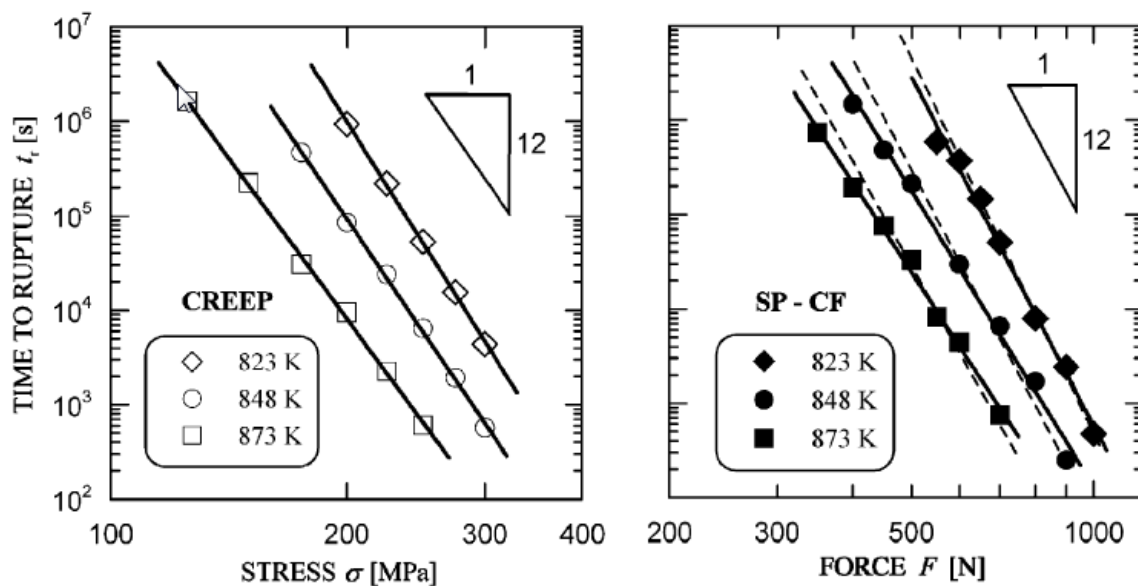
La investigación realizada en 2005 por Dobeš y Milicka [92] se amplió en 2006 [93] para el mismo acero P91 y obtuvieron que la dependencia entre el tiempo de fallo  $t_f$  y la carga de ensayo  $P(N)$  en el SPCT y la tensión  $\sigma(MPa)$  en el UCT, se definía mediante una relación potencial según las expresiones:

$$t_f = A_{sp} \cdot P^{n_{sp}} \quad (2.50)$$

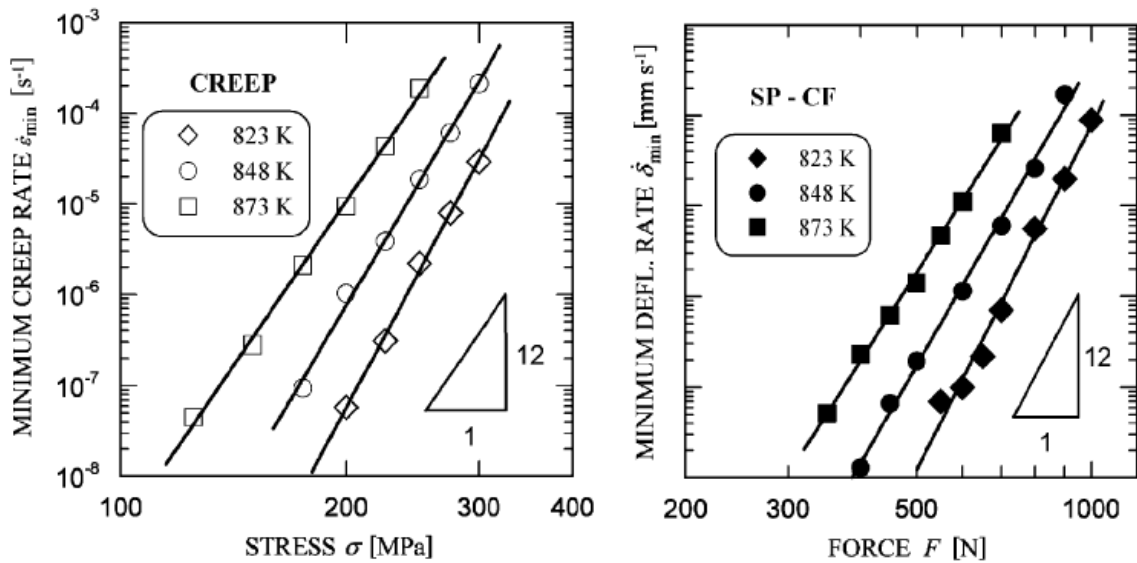
$$t_f = A_{cr} \cdot \sigma^{n_{cr}} \quad (2.51)$$

Donde  $A_{sp}$ ,  $A_{cr}$ ,  $n_{sp}$  y  $n_{cr}$  dependían sólo de la temperatura, como se muestra en la Figura 2.34.

Del mismo modo, igualando tiempos de fallo, encontraron la relación  $\dot{\delta}_m = B_{sp} \cdot P^{m_{sp}}$  tipo Norton de la Ley Potencial para SPCT y  $\dot{\epsilon}_m = B_{cr} \cdot \sigma^{m_{cr}}$  para el ensayo UCT como se muestra en la Figura 2.35.



**Figura 2.34.** Relación entre  $\sigma$  (MPa)- $t_f$  y  $P$ (N)- $t_f$ , para el ensayo UCT y el ensayo SPCT [93].



**Figura 2.35.** Relación Norton de la ley potencial para el ensayo SPCT y el ensayo UCT en P91 [93].

En 2008, Dobeš et al. [75] partieron de que la relación entre la tensión  $\sigma$  en el UCT (la carga  $P$  en el SPCT), la temperatura y tiempo de fallo  $t_f$  se describían como una combinación entre la ley potencial y la exponencial de Arrhenius según las expresiones:

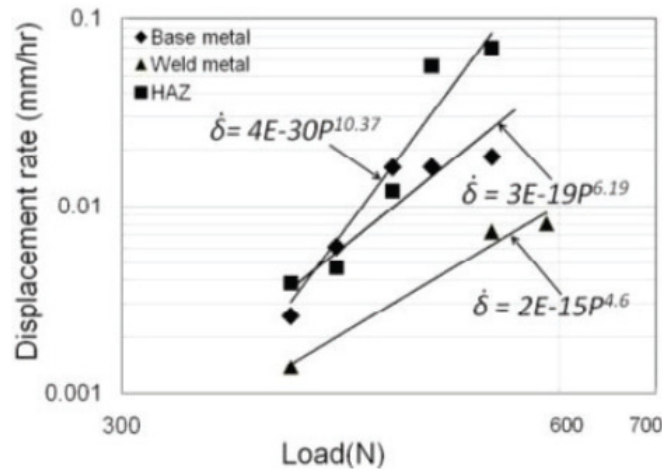
$$t_f = A_c \cdot e^{\left(\frac{Q_c}{R \cdot T}\right)} \cdot \sigma^n \quad (2.52)$$

$$t_f = A_{sp} \cdot e^{\left(\frac{Q_c}{R \cdot T}\right)} \cdot P^n \quad (2.53)$$

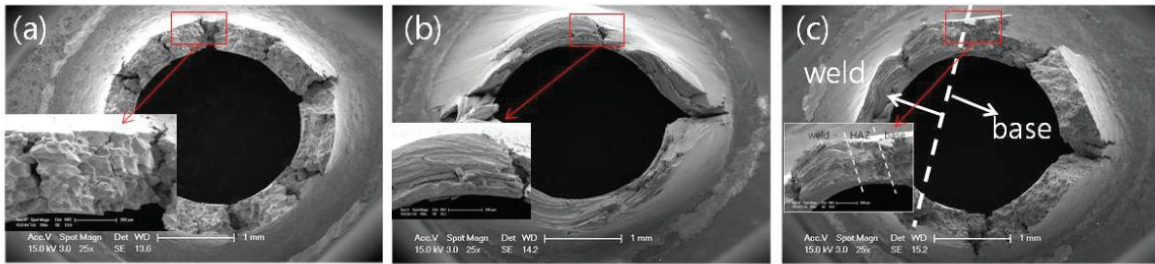
Mediante estas expresiones, los valores de los parámetros  $A_c$ ,  $A_{sp}$ ,  $n$  y  $Q_c$ , fueron obtenidos mediante regresión lineal múltiple de los resultados experimentales.

Ese mismo año 2008, Kim et al. [114], caracterizaron a creep a  $600^\circ\text{C}$ , mediante el SPCT una soldadura en acero P92, encontrando una relación  $\dot{\delta} = A \cdot P^n$ .

En 2011, Kim et al. [115] aplicaron el SPCT para soldaduras de una aleación de Inconel 617 empleadas también en plantas de combustible fósil (en tuberías y rotor de turbina sometidos a altas temperaturas). De nuevo mediante una relación  $\dot{\delta} = A \cdot P^n$  obtuvieron valores de exponente de tensión  $n$  a  $700^\circ\text{C}$  según la Figura 2.36. El aspecto de las fracturas para  $392\text{N}$  a  $700^\circ\text{C}$  de las diferentes zonas de la soldadura que estudiaron se muestra en la Figura 2.37.



**Figura 2.36.** Valores de  $A$  y  $n$  a  $700^{\circ}\text{C}$  en soldadura de Inconel 617 [115].

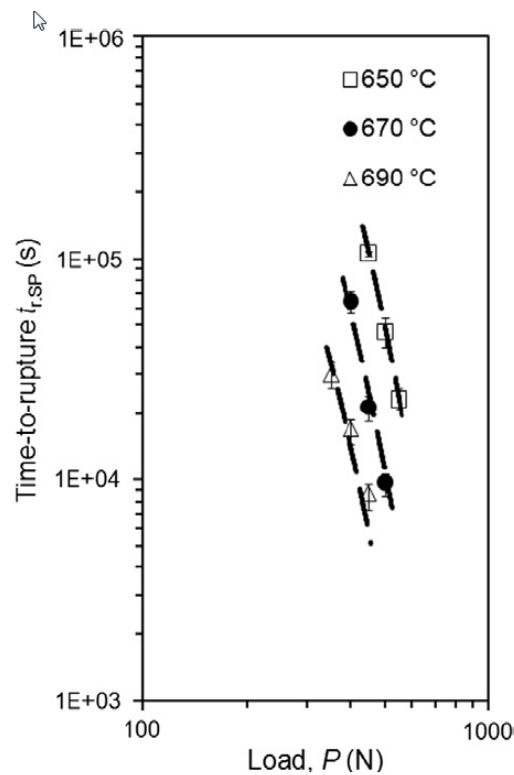


**Figura 2.37.** Fractura de las probetas SPCT ensayadas a  $392\text{N}$ . a) Material base b), material fundido y c) ZAT [115].

Ese mismo año 2011, Nagode et al. [116] para un acero P91, obtuvieron valores de energía de activación  $Q_c$  mediante el UCT y el SPCT muy cercanos, pero mediante la ley potencial modificada para ese material según el modelo de barrera de energía propuesto en 2007 por Ule y Nagode [117, 118]. Como se muestra en la Figura 2.38, obtuvieron buenos resultados, al comparar los resultados experimentales del SPCT, con los resultados del modelo de la ecuación:

$$t_{f,SPCT} = D_1 \cdot \left( \frac{P}{D_3} \right)^{-n_{SPCT}} \cdot e^{\left( \frac{Q_{c(max,SPCT)} - D_2 \cdot (P/D_2)}{R \cdot T} \right)} \quad (2.54)$$

Donde,  $P$  era la carga en SPCT,  $Q_{c(max)} = 5.6 \cdot 10^5 \text{ (J/mol)}$  era el valor límite de la energía aparente de activación durante el ensayo multiaxial del SPCT cuando  $P \rightarrow 0$ ,  $n_{SPCT} = 4.5$  era el exponente de carga, y finalmente  $D_1 = 2.95$ ,  $D_2 = 2.04 \cdot 10^{-2}$  y  $D_3 = 2.87$  eran constantes del material.



**Figura 2.38.** Correlación entre los resultados del modelo definido por la ecuación (2.50) representado por líneas discontinuas, y los resultados experimentales del SPCT representado como puntos para P91 [116].

Para el ensayo SPCT, la energía de activación variaba entre  $Q_{c(máx)} = (543 - 533) \text{ kJ/mol}$  cuando la carga disminuía entre  $P = (550 - 350) \text{ N}$ , mientras que en el modelo del ensayo UCT variaba entre  $Q_{c(máx)} = (580 - 548) \text{ kJ/mol}$  cuando la tensión disminuía entre  $\sigma = (240 - 120) \text{ MPa}$ . En el caso del exponente de tensión  $n_{UCT} = 4.5$  entre  $T = (625 - 675)^\circ\text{C}$ , y de carga  $n_{SPCT} = 4.5$  entre  $T = (650 - 690)^\circ\text{C}$ , en ambos casos era el mismo, siendo un valor muy inferior al que mostraba la literatura donde presentaba fuerte dependencia con la temperatura.

En 2013, Gülçimen et al. [74], también aplicaron la ley potencial de Norton  $\dot{\delta}_m = A \cdot P^n$  para caracterizar a creep uniones soldadas de acero P91 mediante ensayos SPCT, como se ha comentado antes.

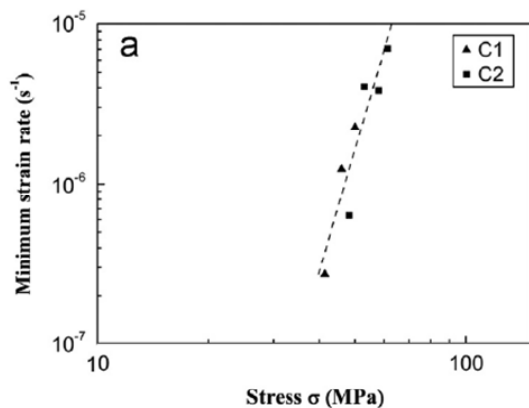
Por otro lado, Chen et al. [100] en 2013, emplearon la expresión (2.55) de Mao [119] para calcular el valor de la deformación  $\varepsilon$  y derivando, obtuvieron la velocidad de deformación  $\dot{\varepsilon}$  según la ecuación (2.56).

$$\varepsilon = 0.15 \cdot \left( \frac{\delta}{t_0} \right)^{1.5} \quad (2.55)$$

$$\dot{\varepsilon} = 0.225 \cdot \left( \frac{\delta}{t_0} \right)^{1.5} \cdot \left( \frac{\dot{\delta}}{\delta} \right) \quad (2.56)$$

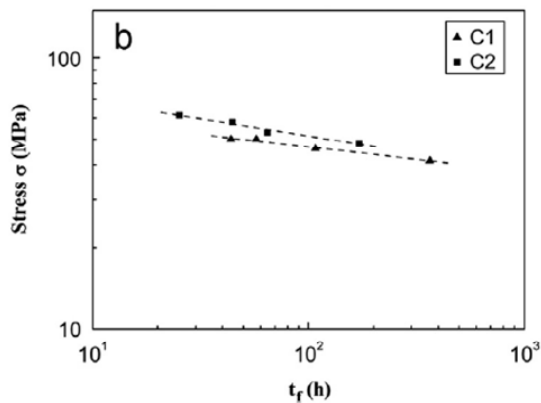
Con ello, obtuvieron valores de los parámetros  $n$  y  $B$ , mediante la ley potencial de Norton  $\dot{\varepsilon}_m = B \cdot \sigma^n$  para temperatura constante  $750^\circ\text{C}$  como indica la Figura 2.39 a).

En 2013, Hou et al. [101] aplicaron la técnica SPCT a aceros perlíticos 1.25Cr0.5Mo para obtener las propiedades a creep. A  $520^\circ\text{C}$ , el valor del exponente de carga para el SPCT que obtuvieron fue  $n = 10.278$  según Figura 2.40 a), mientras que el de tensión para UCT fue  $n = 10.278$ . A su vez, para  $540\text{N}$  el valor de la energía de activación para SPCT que obtuvieron  $Q_c = 336 \text{ kJ/mol}$  según Figura 2.40 b), mientras que en UCT fue  $Q_c = 316 \text{ kJ/mol}$ .



Norton power law parameters for C1 and C2 (combined data sets).

	$B \text{ (s}^{-1} \text{ MPa}^{-n}\text{)}$	$n$
C1	$6.0 \times 10^{-20}$	7.9
C2		



Rupture power law parameters for C1 and C2 (individual data sets).

	$M \text{ (h}^{-1} \text{ MPa}^{-\chi}\text{)}$	$\chi$
C1	$3.3 \times 10^{-20}$	10.5
C2	$1.2 \times 10^{-15}$	7.6

**Figura 2.39.** Resultados y parámetros a) según Norton y b) según Monkman-Grant [100].

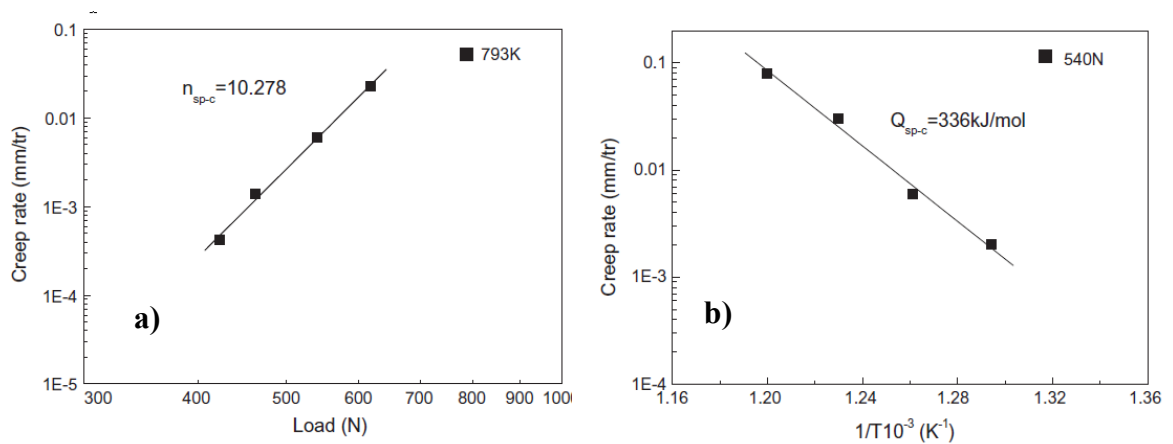


Figura 2.40. a) Relación  $\dot{\delta}_m - P$  y b)  $\dot{\delta}_m - 1/T$  [101].

#### 2.7.3.4 Relación modelos de previsión de $t_f$ de UCT con SPCT

Otra de las formas de relacionar el ensayo SPCT con el UCT es aplicando los modelos de previsión de tiempo de fallo como Larson-Miller, Monkman Grant y de tiempo de fallo y deformación alcanzada de Wilshire. En este apartado se recogen cronológicamente los autores que han empleado estos modelos paramétricos de previsión en el ensayo SPCT.

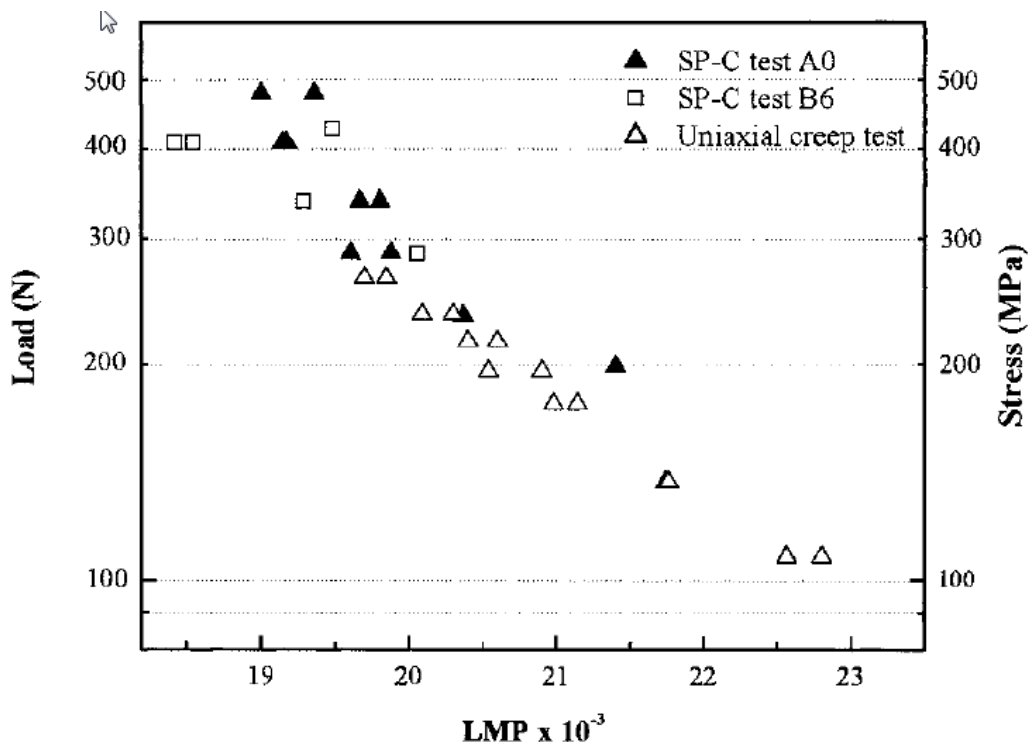
En 2002 Saucedo et al. [86] consideraron un valor constante del parámetro de Larson-Miller o PLM como se aprecia en la Figura 2.41.

En 2002, Dobeš et al. [120] al igual que Parker et al [81], emplearon el SPCT en aplicaciones particulares de la industria de generación de combustibles fósiles. En este tipo de plantas industriales, el objetivo final de su investigación era obtener, mediante probetas miniatura, factores como la predicción del tiempo de vida de los componentes en servicio cuando están sometidos a altas temperaturas.

En este trabajo, continuaron con las investigaciones que realizaron junto con Ule en 1999 [112]. Mediante los modelos de Monkman-Grant (MG) y Monkman-Grant Modificado (MMG), establecieron para cada material una relación entre la velocidad mínima de deformación  $\dot{\epsilon}_m$  en el UCT y la velocidad mínima de desplazamiento del punzón  $\dot{\delta}_m$  en el SPCT, quedando las expresiones para el modelo de MG:

$$\dot{\epsilon}_M = 0.306 \cdot \dot{\delta}_M \quad \text{para } (X20CrMoV-12-1) \quad (2.57)$$

$$\dot{\epsilon}_M = 0.808 \cdot \dot{\delta}_M \quad \text{para } (14MoV-6-3) \quad (2.58)$$



**Figura 2.41.** Tensión  $\sigma$  (MPa) y carga  $P$  (N) frente al PLM para el acero SU 616 en ensayos SPCT y UCT [86].

En la Figura 2.42 se pueden comparar los resultados obtenidos mediante los dos tipos de ensayos SPCT y UCT para un valor de tensión constante y dentro de un rango de temperaturas. La correlación de los resultados de los ensayos SPCT y UCT en ambos materiales fue buena, siendo mejor en el caso del material 14MoV-6-3.

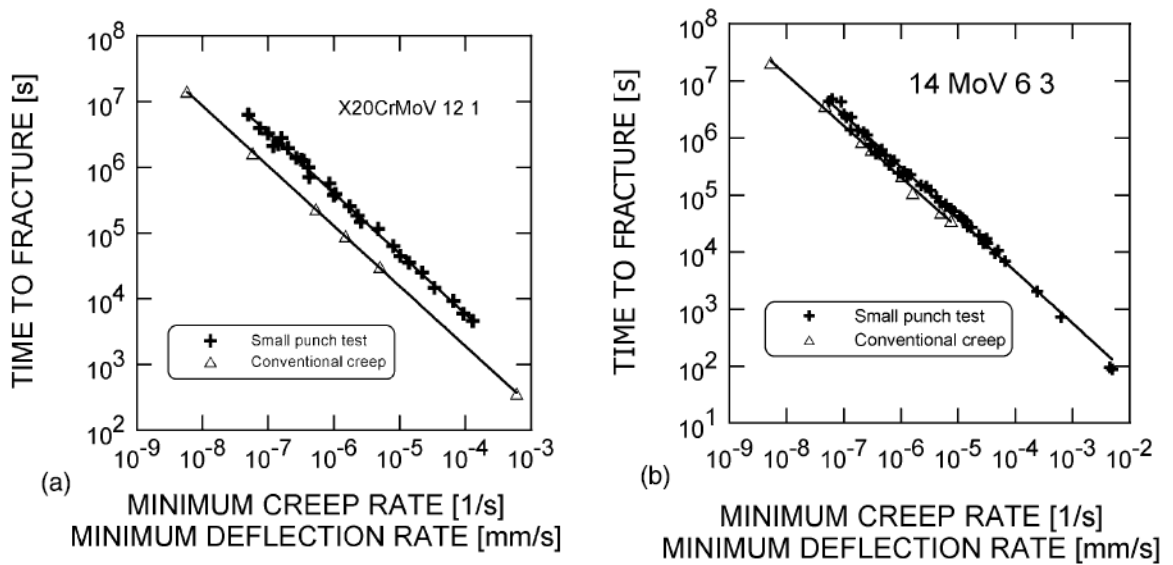
Sin embargo las expresiones (2.59) y (2.60), que se obtuvieron para el modelo de MGM eran más genéricas, ya que las del modelo de MG sólo eran válidas para una tensión constante y considerando que  $m'_c \approx m'_s$ .

Además, en el ajuste lineal, la constante del modelo de MGM para los ensayos UCT se consideraba  $m'_c = 1$ .

$$\dot{\varepsilon}_M = 0.331 \cdot \varepsilon_c \cdot (\dot{\delta}_M)^{m_s} \quad \text{para } (X20CrMoV-12-1) \quad (2.59)$$

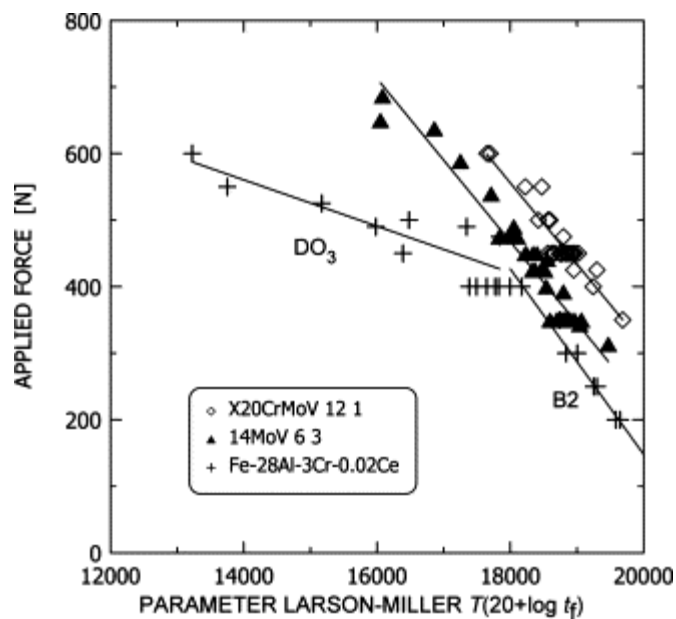
$$\dot{\varepsilon}_M = 0.616 \cdot \varepsilon_c \cdot (\dot{\delta}_M)^{m_s} \quad \text{para } (14MoV-6-3) \quad (2.60)$$





**Figura 2.42.** Comparativa de los resultados obtenidos mediante SPCT y UCT para cada material [120].

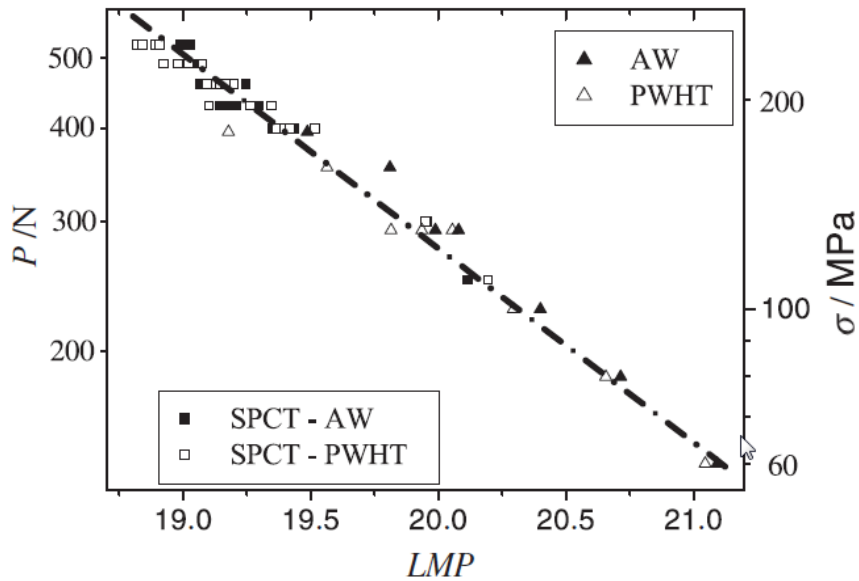
En 2004, Dobeš et al. [104] obtuvieron también, que la dependencia entre  $t_f$  y  $\dot{\delta}_m$  seguía una ecuación del tipo Monkman-Grant  $\ln t_f + m_s \ln \dot{\delta}_m = C_s$  y emplearon el método paramétrico de Larson-Miller para evaluar la aleación de su investigación en comparación con otras estudiadas en el mismo laboratorio mediante SPCT. En la Figura 2.43 se observan la influencia de la carga del ensayo SPCT en el parámetro de LM.



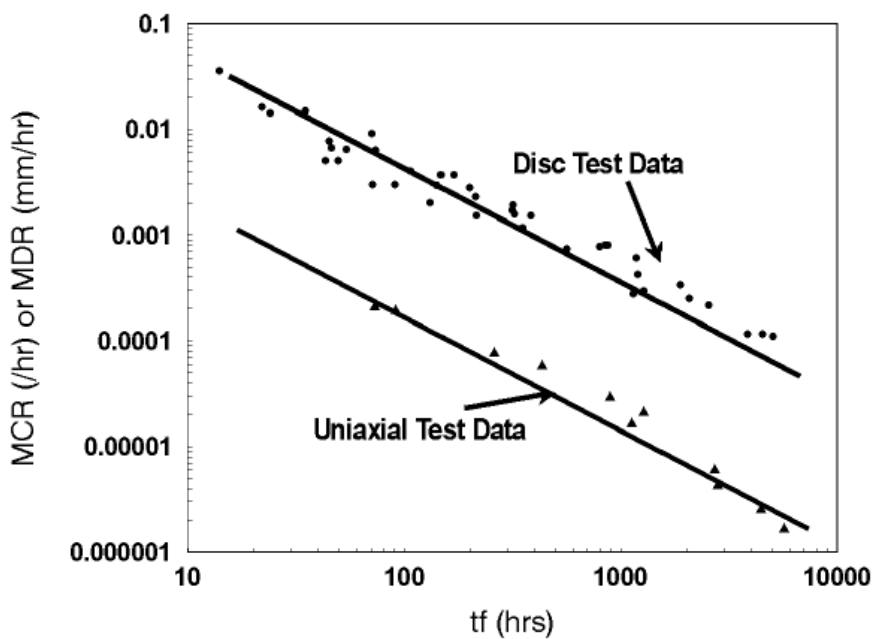
**Figura 2.43.** PLM para comparar resultados de ensayos SPCT en tres aleaciones diferentes [104].

En 2004, Sturm et al. [121] utilizaron el ensayo SPCT para evaluar en soldaduras de T/P24 y compararon los resultados con el UCT mediante el parámetro de LM como se muestra en la Figura 2.44.

Por otro lado Stratford et al. [122] en 2005 obtuvieron una relación tipo Monkman-Grant para los ensayos SPCT y los compararon con los UCT según la Figura 2.45.



**Figura 2.44.** Parámetro de LM en función de  $P$  mediante ensayos UCT y SPCT [121].



**Figura 2.45.** Relación MG de los datos obtenida mediante ensayos SPCT y UCT para un acero [122].

Como se ha comentado antes, la investigación realizada en 2005 por Dobeš y Milicka [92] se amplió en 2006 [93], para el mismo acero P91 igualando tiempos de fallo entre SPCT y UCT. Con ello encontraron la relación  $\dot{\delta}_m \approx 1.02 \cdot \dot{\epsilon}_m$  para P91, partiendo de una relación  $\dot{\delta}_m = t_f^{-p}$  tipo MG para el SPCT, y  $\dot{\epsilon}_m = t_f^{-p}$  para el UCT como se muestra en la Figura 2.46.

En 2009 Dobeš et al. [123] emplearon el ensayo SPCT en el acero P91, pero esta vez para predecir el tiempo de fallo a creep a  $550^\circ\text{C}$ ,  $575^\circ\text{C}$  y  $600^\circ\text{C}$ . Debido a que la relación exacta entre la carga  $P$  en el SPCT y la tensión  $\sigma$  en el UCT era aún desconocida, emplearon los métodos paramétricos tiempo-temperatura para comparar los resultados de ambos ensayos. Para el parámetro de Larson-Miller observaron que la dependencia con la carga  $P$  en el SPCT y la tensión  $\sigma$  en el UCT era la de la Figura 2.47.

Concretamente, la dependencia de la carga  $P$  o  $\log P$  de los parámetros calculados podían extrapolarse mediante un ajuste polinomial de segundo y tercer orden. Con lo cual con el SPCT se podían extrapolar resultados del UCT y viceversa.

Para obtener una relación entre  $P$  y  $\sigma$  compararon empíricamente ensayos con igual tiempo de fallo  $t_f$ . Para el parámetro de Larson-Miller  $PLM = T(C + \log t_f)$ , mediante ajuste polinómico de segundo orden, basado en  $\log \sigma$  para el ensayo UCT y en  $\log P$  para el ensayo SPCT, calcularon el ratio  $Ratio = P/\sigma$  frente al tiempo de fallo  $t_f$  según indica la Figura 2.48

Los autores observaron que este ratio disminuía ligeramente a medida que aumentaba la temperatura. También calcularon mediante Fisher-Dorn  $PDF = \log t_f - C/T$  el ratio  $Ratio = \dot{\delta}_m / \dot{\epsilon}_m$  frente a  $t_f$ , obteniendo en este caso una fuerte dependencia entre el ratio y la temperatura según la Figura 2.49.

En 2010, Song et al. [124], también obtuvieron una relación Monkman-Grant  $\dot{\epsilon}_m \cdot t_f^{1.016} = 0.0528$ , siendo  $m = 1.016$  y  $C = 0.0528$ .

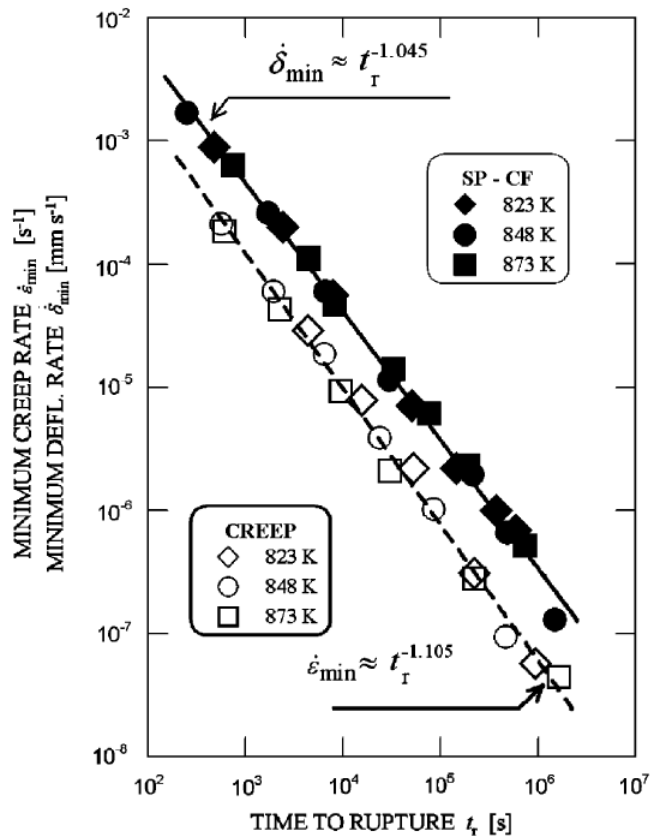


Figura 2.46. Relación MG para los ensayos SPCT y UCT en P91 [93].

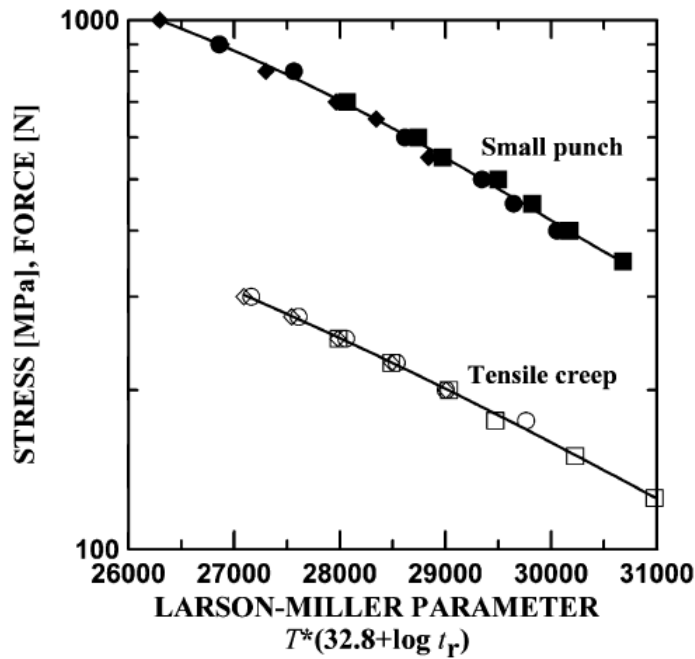


Figura 2.47. Dependencia de  $P$  en el ensayo SPCT y  $\sigma$  en el ensayo UCT con el parámetro de LM en acero P91 [123].

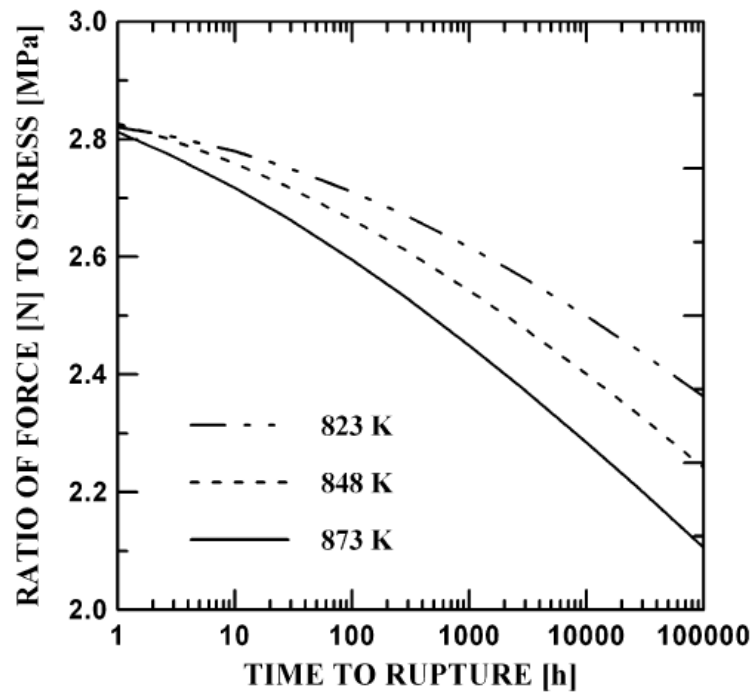


Figura 2.48. Dependencia del  $\text{Ratio} = P/\sigma$  con  $t_f$  en acero P91 [123].

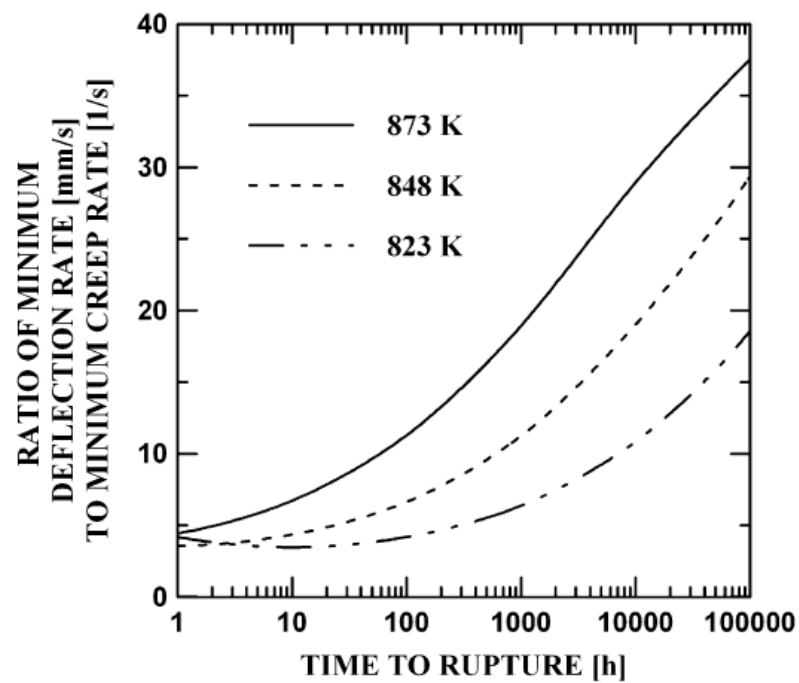


Figura 2.49. Dependencia del  $\text{Ratio} = \dot{\delta}_m / \dot{\epsilon}_m$  con  $t_f$  en acero P91 [123].

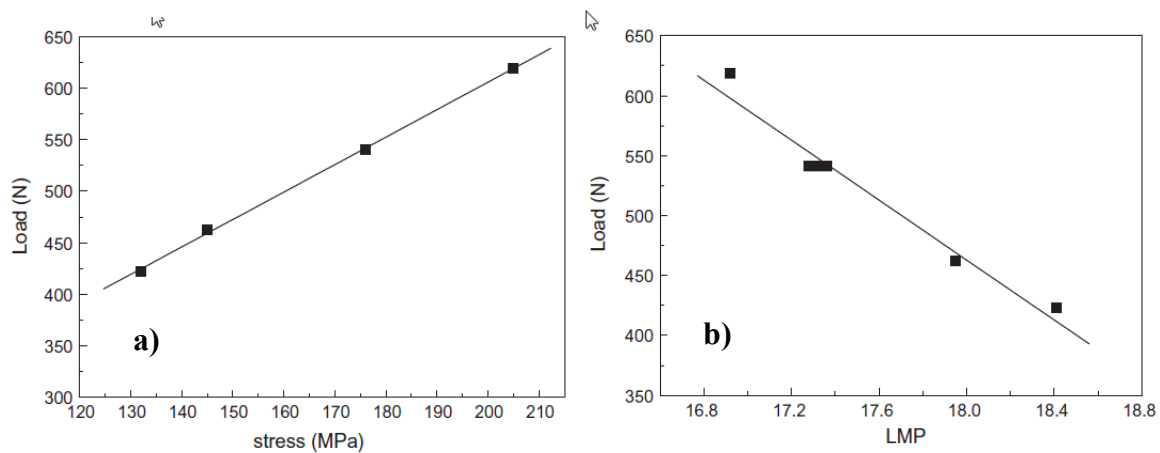
Nagode et al. [116], en 2011, también obtuvieron que la relación entre el tiempo de fallo  $t_f$  y la velocidad mínima de creep  $\dot{\epsilon}_{\min}$  en el UCT representados en escala logarítmica, cumplía perfectamente la ecuación de Monkman-Grant  $t_f = M \cdot \dot{\epsilon}_{\min}^{-p}$ .

Esta relación, para el SPCT, quedaba como  $t_f = M \cdot \dot{\delta}_{\min}^{-p}$  y debido a que  $p \approx 1$ , sustituyeron  $\dot{\delta}_{\min} = M \cdot t_f$  en la ecuación de la ley potencial modificada. Como la tensión  $\sigma = P/cte.$  según Dobeš y Milicka en [92, 93] finalmente, despejando  $t_f$  la expresión que obtuvieron fue la de la ecuación (2.54).

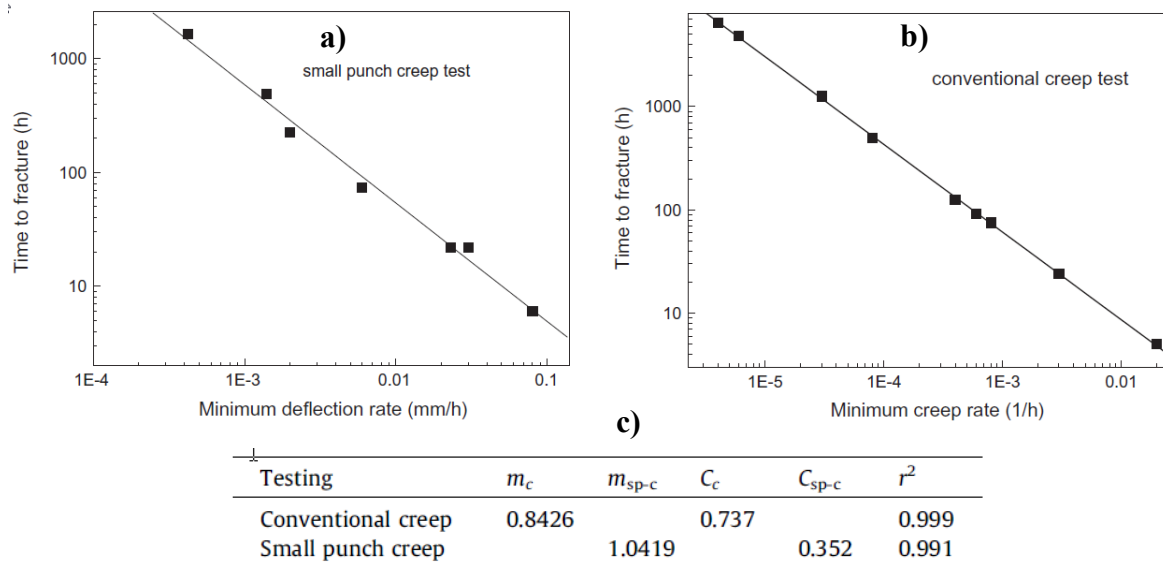
Como se ha comentado antes, en 2013, Hou et al. [101] aplicaron la técnica SPCT a aceros perlíticos 1.25Cr0.5Mo para obtener las propiedades a creep. Para analizar los resultados, también emplearon las ecuaciones de Larson-Miller, Dorn y la correlación de Monkman-Grant, obteniendo resultados entre el UCT y el SPCT similares. Los valores del PLM obtenidos en función de la carga  $P$  se muestran en la Figura 2.50 b).

Respecto a los valores de los parámetros para la relación de Monkman-Grant mediante el SPCT según  $\log t_f + m_{sp-c} \cdot \log \dot{\delta} = C_{sp-c}$  y para el UCT según  $\log t_f + m_c \cdot \log \dot{\epsilon} = C_c$ , fueron los de la Figura 2.51 c).

En 2014 Holmström et al. [103], a diferencia de todo lo realizado hasta la fecha, emplean las ecuaciones de previsión de deformación y tiempo de fallo en creep uniaxial de Wilshire.



**Figura 2.50.** Relación a)  $P - \sigma$  y b) parámetro de LM frente a la carga aplicada  $P$  [101].



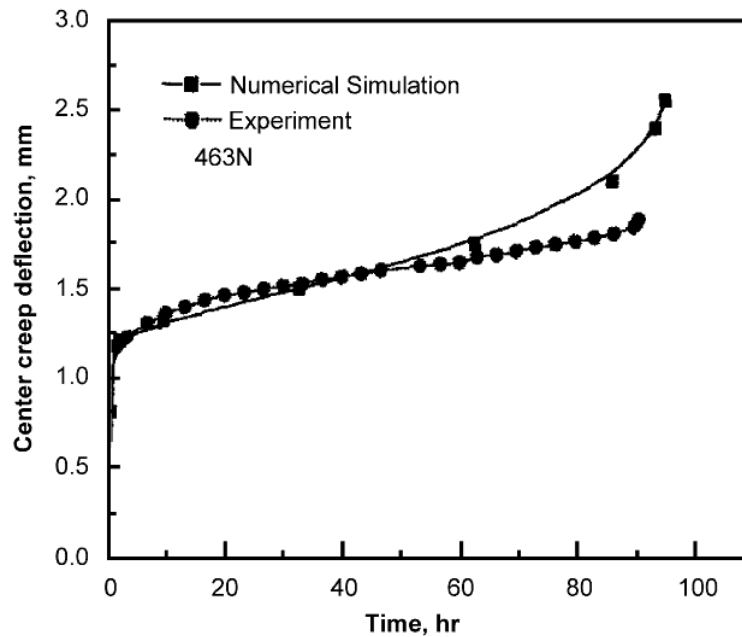
**Figura 2.51.** a) Relación  $\dot{\delta}_m - t_f$  y b)  $\dot{\epsilon}_m - t_f$  [101].

### 2.7.3.5 Relaciones numéricas UCT con SPCT.

La mayoría de las investigaciones recopiladas que relacionan el ensayo SPCT con el UCT, se centran en resultados experimentales y en algún caso particular, se centran en resultados experimentales combinados con algún modelo numérico. En este apartado se recogen las investigaciones realizadas mediante simulación numérica que relacionan ambos ensayos (SPCT y UCT).

En 2007 Ling et al. [125], establecieron un modelo de elementos finitos, basado en los ensayos SPCT, modificando las ecuaciones constitutivas de daño de Kachanov-Rabotnov [107]. Con este modelo, analizaron para un acero inoxidable 304, la evolución durante el ensayo SPCT de la deflexión central, las deformaciones por creep y la evolución del daño de la probeta bajo carga constante.

Los resultados que obtuvieron entre el modelo numérico y los ensayos SPCT se muestran en la Figura 2.52.

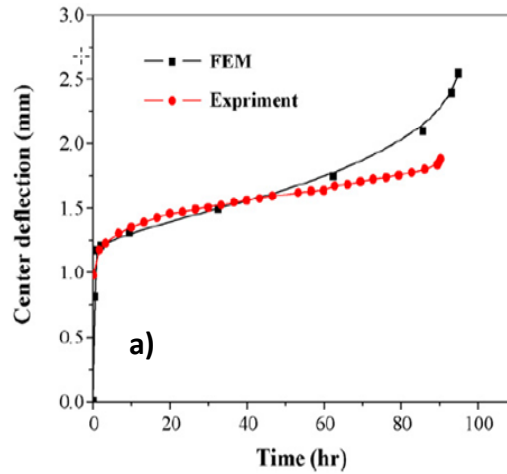


**Figura 2.52.** Resultados experimentales y numéricos del ensayo SPCT efectuados por Ling et al. [125].

En 2009, Dymacek et al. [126] también con un acero P91 realizaron una comparativa mediante dos modelos numéricos en ANSYS para el ensayo SPCT. El primero considerando condiciones de contorno simples y el segundo considerando fricción. En el análisis de este último, emplearon dos comportamientos de material: a) aproximación elástica de creep, adecuada para cargas bajas y ensayos de larga duración y b) aproximación elastoplástica de creep empleando la opción de endurecimiento isotrópico multilinear, adecuado para cargas altas y ensayos de corta duración. En ambos casos, emplearon las ecuaciones constitutivas de creep de la ley potencial de Norton y la ley exponencial. Comparando con los resultados experimentales, concluyeron que el modelo elastoplástico de creep considerando fricción era el más adecuado para los ensayos SPCT.

En 2010, Zhou et al. [127, 128] realizaron el análisis numérico (FEA) para el SPCT en SUS304 y Cr5Mo, empleando un modelo de creep de ABAQUS mediante una subrutina UMAT, combinado con las ecuaciones constitutivas de daño de Kachanov-Rabotnov [107] modificadas, para simular el daño dúctil y de creep de las probetas SPCT. Para validar el modelo compararon los resultados obtenidos de deflexión central de la probeta  $\delta$  y el tiempo de fallo  $t_f$  obtenidos mediante FEA, y mediante resultados experimentales, para diferentes niveles de carga y temperatura. Los resultados obtenidos se presentan en la Figura 2.53.





**Figura 2.53.** Comparativa resultados numérico y experimental [127].

También se han investigado los efectos que tiene la fricción en la precisión de la medida de los ensayos SPCT, como los realizados recientemente en 2013 por, Zhuang et al. [129]. Los autores realizaron un análisis numérico FEM del efecto final de la fricción para ensayos de creep con diferentes tipos de probetas miniatura. En el caso del ensayo SPCT, concluyeron que la fricción existente entre la zona de empotramiento de la probeta en la matriz, tenía más influencia que la de bola con la probeta para el estado de creep (II) y (III).

Como se puede observar las simulaciones numéricas realizadas hasta la fecha no son muy numerosas.

En el 2013, Rouse et al. [130] realizaron una amplia revisión de las diferentes interpretaciones del modelado y de los datos del ensayo SPCT existentes hasta la fecha. Concretamente los autores han comparado, junto con ejemplos y aplicaciones, varias formas de interpretar los resultados de los ensayos SPCT hasta esa fecha.

En el documento, se encuentran recopilados y criticados, los resultados sobre las interpretaciones mediante análisis FEM, del ensayo SPCT, junto con una serie de recomendaciones sobre los aspectos más importantes sobre los que seguir investigando, para obtener mejores resultados y para explotar el potencial de la técnica SPCT. Entre los puntos a investigar, los autores sugirieron los siguientes:

En primer lugar, plantearon la necesidad de una alternativa para encontrar un método de correlación de la carga aplicada  $P$  del ensayo SPCT con la tensión  $\sigma$  del ensayo UCT, que no necesitase realizar previamente ensayos UCT, tal y como propone el código CEN-CWA-15627.

En segundo lugar, los autores comentaron que, aunque en general los resultados obtenidos son alentadores, existen aspectos a mejorar para interpretar directamente los resultados obtenidos directamente de los ensayos SPCT. Comentaron que hasta la fecha, el método que aportaba un mejor enfoque y más completo, era el del estiramiento de membrana de Chakrabarty, pero dejaba de lado efectos de factores como la rigidez de flexión de la probeta, teniendo estos factores una influencia significativa en los resultados, sobre todo en las primeras etapas del ensayo.

Otro de los aspectos destacado por los autores, fue la verificación exacta de los mecanismos de deformación que regían el contacto inicial del punzón con la probeta durante el ensayo de SPCT. Según los autores, era necesario comprender los niveles iniciales críticos de deformación plástica que surgían cuando el punzón hacía contacto con la probeta. De hecho, algunos de los modelos descritos en la literatura, mostraban la influencia de la tensión cortante en zonas muy tensionadas, lo que indicaba que el modo de fallo de la probeta no estaba gobernado puramente por el estiramiento de membrana.

Según los autores, en la actualidad, los modelos de elementos finitos pueden incluir efectos de plasticidad inicial en la probeta sobre el resultado en función del tiempo, pero esto es algo que aún no se ha establecido. Este sería otro cuarto punto a investigar, ya que los autores han observado en la revisión, que la deformación inicial en algunas zonas es crítica y que las investigaciones a realizar sobre el efecto de esta deformación plástica en el comportamiento a creep de la probeta, serían de gran valor.

Por otra parte, también proponen como quinto punto, mejoras de la modelización del comportamiento de fricción del contacto entre el punzón y la probeta.

Hasta la fecha, se pretendía que el mecanismo de deformación en el ensayo UCT fuera el mismo que en el ensayo SPCT. Esto era debido en gran parte, a la similitud en la forma de la curva de creep, es decir zonas de primarios (I), secundarios (II) y terciarios (III), existentes tanto en las curvas  $\delta-t$  del SPCT como en las  $\varepsilon-t$  del UCT. Sin embargo, recientemente se ha demostrado que esto puede ser un error, debido a que las grietas circunferenciales observadas en los ensayos SPCT interrumpidos en la zona primaria (I) se asociaban al pequeño impacto del punzón sobre la probeta. Además, las tres zonas que constituyen las curvas convencionales del UCT tenían generalmente diferentes interpretaciones físicas que las de SPCT, las cuales estaban relacionadas con la interacción de daños plasticidad, rigidez geométrica y fluencia del material.

## **CAPÍTULO 3**

### **CARACTERIZACIÓN CONVENCIONAL DEL MATERIAL**

#### **3.1 INTRODUCCIÓN**

En este capítulo se incluye la caracterización convencional del material utilizado, su comportamiento mecánico obtenido tanto a partir de las técnicas y probetas convencionales, como a partir de las técnicas con probetas miniatura de punzonado. Los resultados mostrados en el presente capítulo representan la base para la posterior comparación de las propiedades a creep obtenidas mediante las probetas convencionales del ensayo UCT y las probetas miniatura del ensayo SPCT, y en consecuencia, para la validación de la metodología propuesta en el capítulo siguiente.

#### **3.2 MATERIAL**

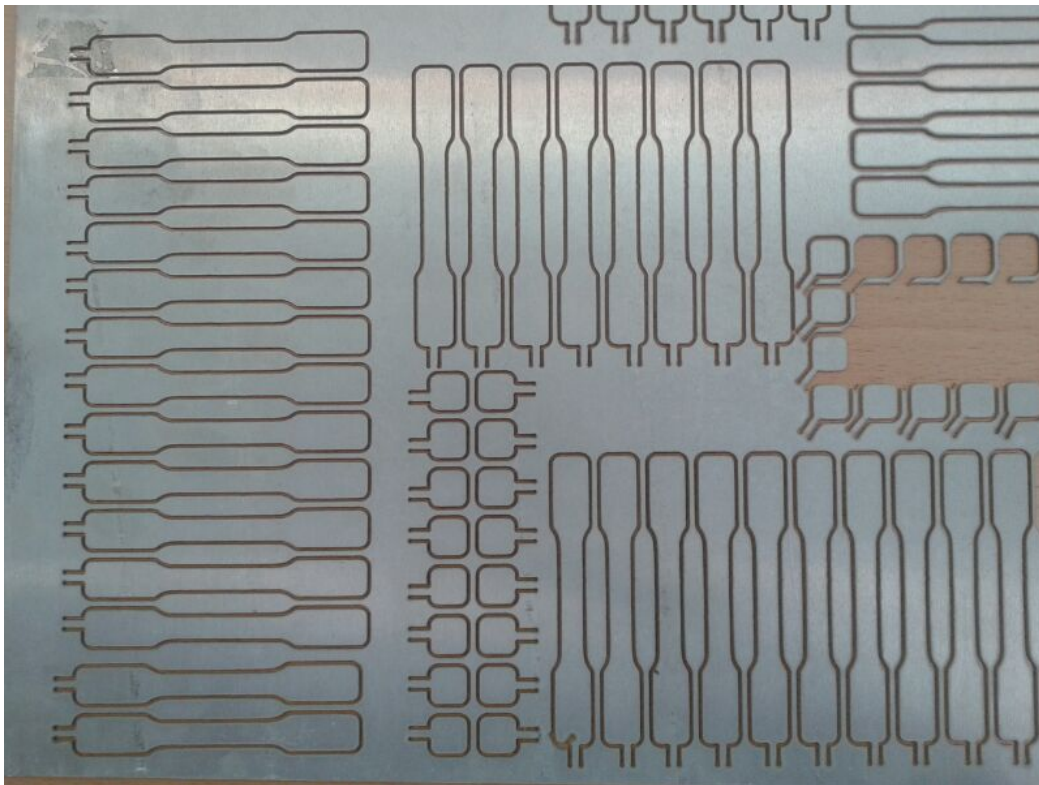
El material utilizado en la presente Tesis es una aleación de magnesio designada como AZ31B-O, perteneciente al grupo Magnesio-Aluminio-Manganeso y dentro de éste, perteneciente al subgrupo de las aleaciones que contienen zinc y silicio. Es una aleación que exhibe excelentes propiedades mecánicas pero presenta una resistencia a creep pobre a temperaturas  $>125^{\circ}\text{C}$ .

En la actualidad esta aleación está ganando interés en la fabricación de componentes estampados, sobre todo en el sector de la automoción y presenta un amplio campo de aplicación en el sector aeroespacial y de la automoción por su ligereza y por su buena combinación de propiedades mecánicas, resistencia a corrosión y soldabilidad.

Para la caracterización de dicha aleación a temperatura ambiente, se han llevado a cabo una serie de ensayos normalizados, como es el ensayo de tracción uniaxial y una serie de ensayos con probetas miniatura a partir del ensayo SPT.

Generalmente el material base en se suministra en forma de chapas laminadas en frío. En esta Tesis, las probetas para el desarrollo de la parte experimental se han extraído utilizando la técnica de corte por chorro de agua, a partir de una chapa laminada con un espesor de  $1\text{mm}$  como se muestra en la Figura 3.1.

La composición química para la aleación de magnesio empleada en la presente Tesis queda recogida en la Tabla 3.1.



**Figura 3.1.** Chapa de AZ31B-O de la que se han extraído las probetas

**Tabla 3.1.** Composición química (% peso) de AZ31B-O.

<i>AZ31B-O</i>	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ca	Fe	Ni	Otros	Mg
ASTM B90/B90M	2.5-3.5	0.6-1.4	0.2	0.1	0.05	0.04	0.005	0.005	0.3	resto

### 3.3 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

Con la finalidad de conocer el material de estudio con más detalle, se ha realizado una caracterización microestructural del mismo mediante microscopía óptica y mediante microscopía electrónica de barrido.

Para revelar la microestructura se ha realizado probetas metalográficas resultantes del corte del material, se han embutido en una resina protectora de bordes y se ha sometido al procedimiento de preparación metalográfica que se muestra en la Tabla 3.2.

**Tabla 3.2.. Método empleado para la preparación metalográfica.**

Surface	Abrasive Size	Load Lb (N)	Platen Speed/ Direction	Time (min)
CarbiMet	240-drit SiC*	3 (13)	200 rpm/comp.	1/sheet
CarbiMet	320-grit SiC*	3 (13)	200 rpm/comp.	1
TexMet 1500	9 $\mu\text{m}$ Diamond**	5 (22)	150 rpm/comp.	8
TexMet 1500	3 $\mu\text{m}$ Diamond**	5 (22)	150 rpm/comp.	5
TriDent	1 $\mu\text{m}$ Diamond**	5 (22)	150 rpm/comp.	5
ChemoMet	0.05 $\mu\text{m}$ MasterPolish	3 (13)	120 rpm/comp.	3
MicroCloth	MasterPolish	-	VibraMet 2	$\geq 60$

\* Agua como lubricante

\*\*Aceite metalográfico como lubricante

Posteriormente, para revelar la microestructura, las probetas se han atacado con el reactivo (Acetic Picral) consistente en una disolución de ácido acético (5ml), ácido pícrico (6g), agua (10ml) y etanol (100ml, 95%).

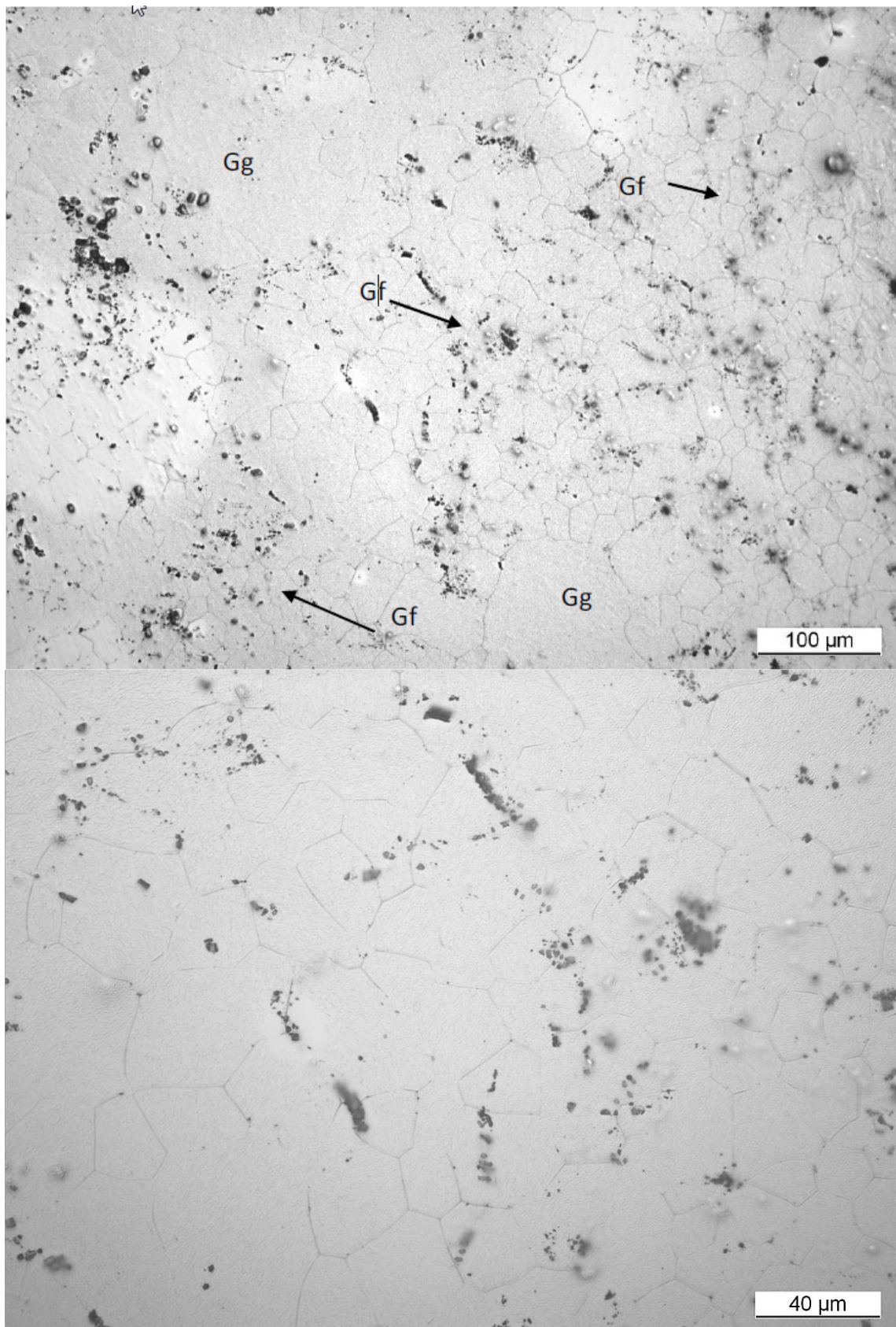
### 3.3.1 Observación por microscopía óptica.

La probeta pulida y atacada de la muestra de AZ31B-O se ha observado, en un microscopio óptico de la marca Leica a diferentes aumentos.

En la Figura 3.2 se muestran dos micrografías a diferentes aumentos correspondientes a la superficie de la sección analizada correspondiente a la dirección de laminación transversal ( $90^\circ$ ). Se aprecia, además de los compuestos cuyo microanálisis se muestra posteriormente, una estructura de grano con morfología poligonal, propia de un tratamiento de recocido.

En las regiones en las que se observan los compuestos intermetálicos el tamaño de grano es más fino; lo que se puede explicar en virtud del efecto inhibitor que estos ejercen durante el crecimiento de grano en el tratamiento térmico de recocido. En la micrografía superior de la Figura 3.2 se señalan las zonas a las que se acaba de hacer referencia, grano fino (Gf) y grano grueso (Gg).

El tamaño de grano medido en la muestra oscila entre  $(10-110)\mu m$ , siendo el tamaño de grano más representativo de  $15.6 \pm 4.7 \mu m$ .

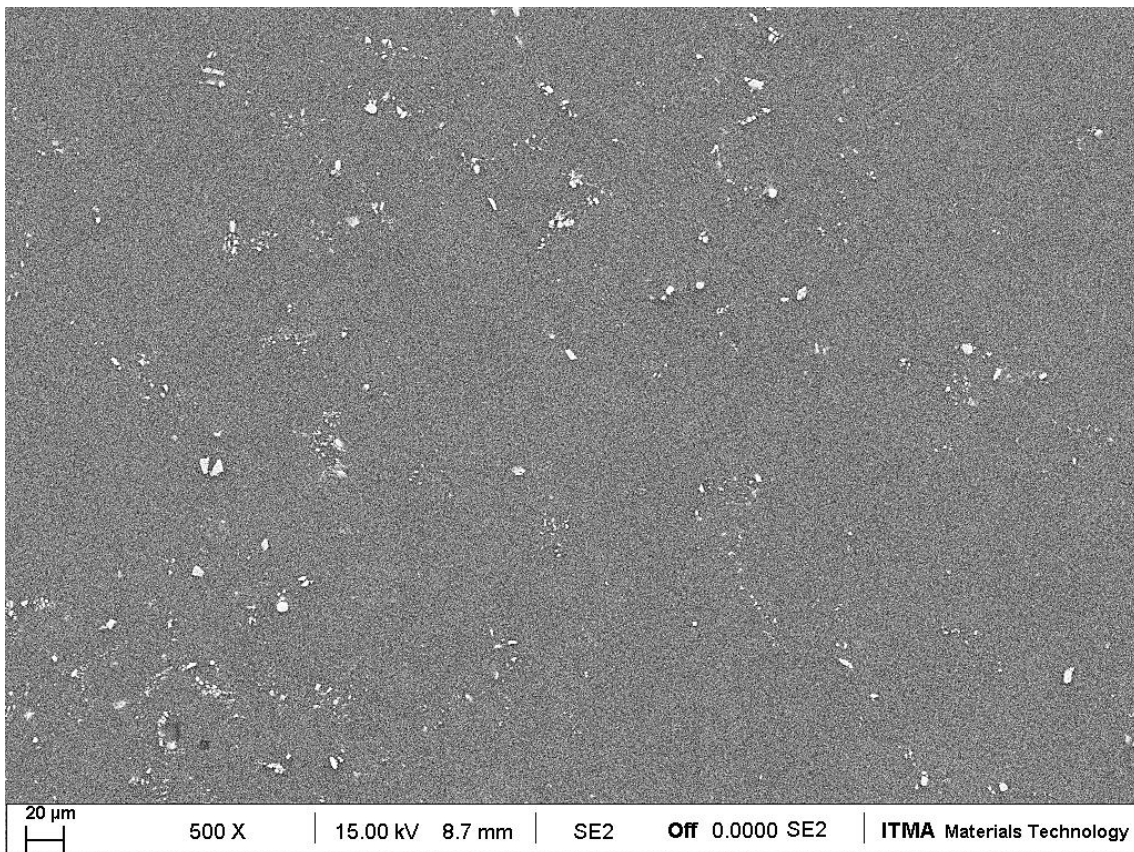


**Figura 3.2.** *Microestructura de AZ31B-O a dos aumentos diferentes.*

### 3.3.2 Observación y análisis por microscopía electrónica de barrido.

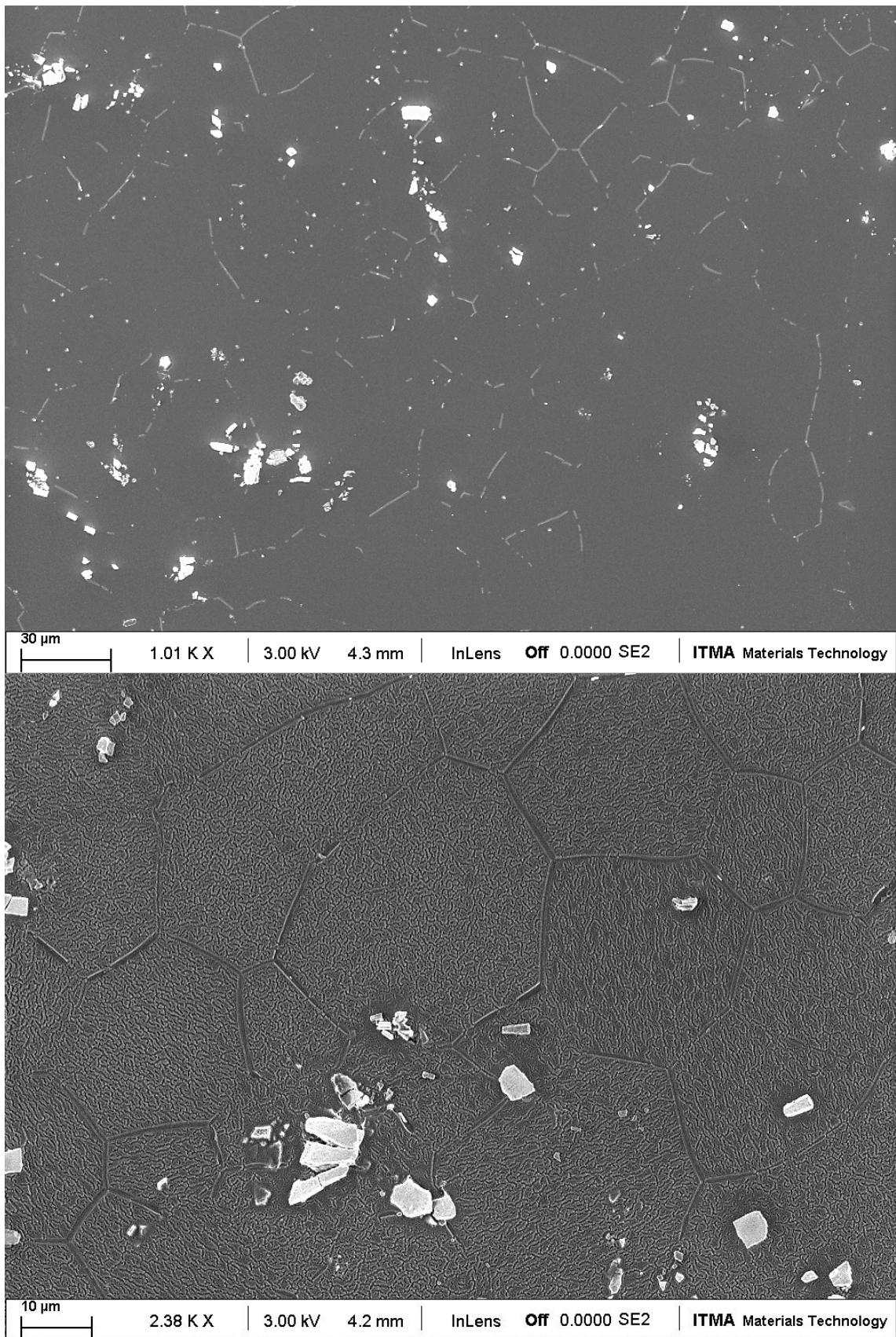
Para observar con mayor detalle la microestructura de las muestras, se ha efectuado un análisis mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) con un microscopio electrónico de emisión de campo (FEG-SEM), de la marca ZEISS (modelo Ultra Plus). También se ha realizado un microanálisis composicional semicuantitativo (EDS) sobre algunos de los constituyentes presentes en la muestra.

En la Figura 3.3 se muestra el aspecto general de la microestructura de la muestra AZ31B-O observada mediante microscopía electrónica de barrido y la distribución general de los compuestos intermetálicos. En la Figura 3.4 se muestra con más detalle y a dos aumentos diferentes, la morfología del grano poligonal y la de los compuestos intermetálicos. En la Figura 3.5 se muestran las zonas de los compuestos intermetálicos y el microanálisis semicuantitativo (% en peso) realizado sobre dichos compuestos en la preparación metalográfica de la aleación AZ31B-O. Se aprecia que los compuestos analizados contienen Al, Ce, Zr y Mg (parte del Mg medido proviene de la matriz).

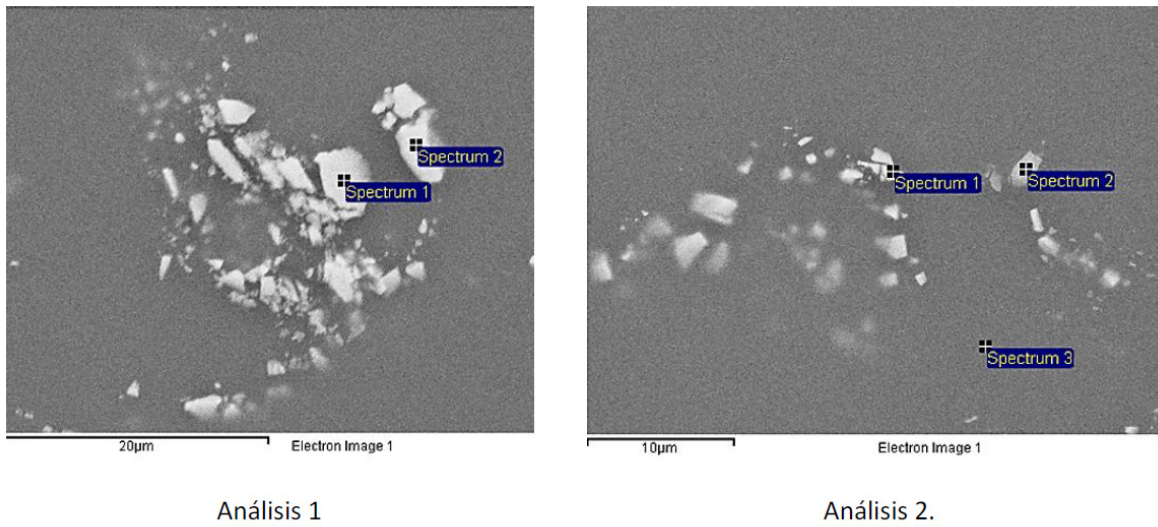


**Figura 3.3.** *Micrografía SEM a 500X revelando distribución de compuestos intermetálicos.*





**Figura 3.4.** Micrografía SEM a dos aumentos de compuestos intermetálicos.



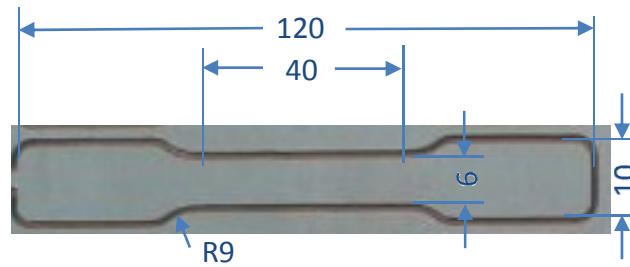
Análisis	Spectrum	Mg	Al	Zn	Ce
1	1	21,63	16,08	1,07	54,48
	2	3,90	32,47	10,12	53,51
2	1	49,07	18,84	4,67	27,42
	2	77,58	10,52	1,42	10,48
	3	97,81	2,19	--	--

**Figura 3.5.** Espectro y análisis semicuantitativo de compuestos intermetálicos de AZ31B-O.

### 3.4 ENSAYOS DE TRACCIÓN UNIAXIAL

La caracterización del comportamiento en tracción se ha efectuado a diferentes temperaturas dentro del rango de  $T = (20 - 250)^\circ\text{C}$ , mediante el ensayo de probetas convencionales siguiendo la norma ASTM E8-M [131].

En la Figura 3.6 se muestran las dimensiones normalizadas de la probeta utilizada en  $\text{mm}$ . El tratamiento de la curva tensión-deformación ha permitido extraer los parámetros referentes al módulo de elasticidad del material  $E$ , el límite elástico convencional  $\sigma_{0,2}$  y la tensión última  $\sigma_{uts}$ .



**Figura 3.6.** Dimensiones en mm de la probeta plana empleada para el ensayo de tracción.

Con el objetivo de estudiar la posible anisotropía del material originada por el proceso de laminación se ha ensayado el comportamiento del material en las diferentes direcciones: dirección de laminación longitudinal ( $0^\circ$ ), dirección transversal ( $90^\circ$ ) y en una dirección intermedia a ambas a ( $45^\circ$ ).

Los resultados muestran ligeras diferencias en el comportamiento mecánico, que indica un moderado grado de anisotropía en el material.

Para los ensayos de tracción uniaxial se ha utilizado una máquina MTS Criterion modelo 43, con un rango de fuerza hasta  $10kN$ . La deformación se ha medido con un extensómetro Láser Epsilon modelo  $LE-05$ , con un rango de medida entre  $8-127mm$ , una resolución de  $0.01mm$ , una linealidad de  $\pm 0.01mm$  y una repetibilidad de  $\pm 0.005mm$ .

Para alcanzar la temperatura de los ensayos se ha empleado un horno de tubo vertical abierto de la marca Horbersal modelo TR2-2, con una temperatura máxima de  $1150^\circ C \pm 1^\circ C$ , con un sistema de regulación y control de temperatura PID mediante dos termopares tipo K. Además se ha controlado la temperatura justo en la superficie de contacto de la probeta mediante un tercer termopar flexible.

Las curvas tensión-deformación ingenieril y verdadera obtenidas para cada temperatura, tanto en la dirección longitudinal ( $0^\circ$ ), transversal ( $90^\circ$ ) y a  $45^\circ$ , se presentan en la

Figura 3.7 y en la Figura 3.8 respectivamente.

Por su parte, los parámetros característicos del ensayo de tracción ( $E$ ,  $\sigma_{0.2}$ ,  $\sigma_{uts}$  y  $e_f$  alargamiento) aparecen recogidos en la Tabla 3.3.

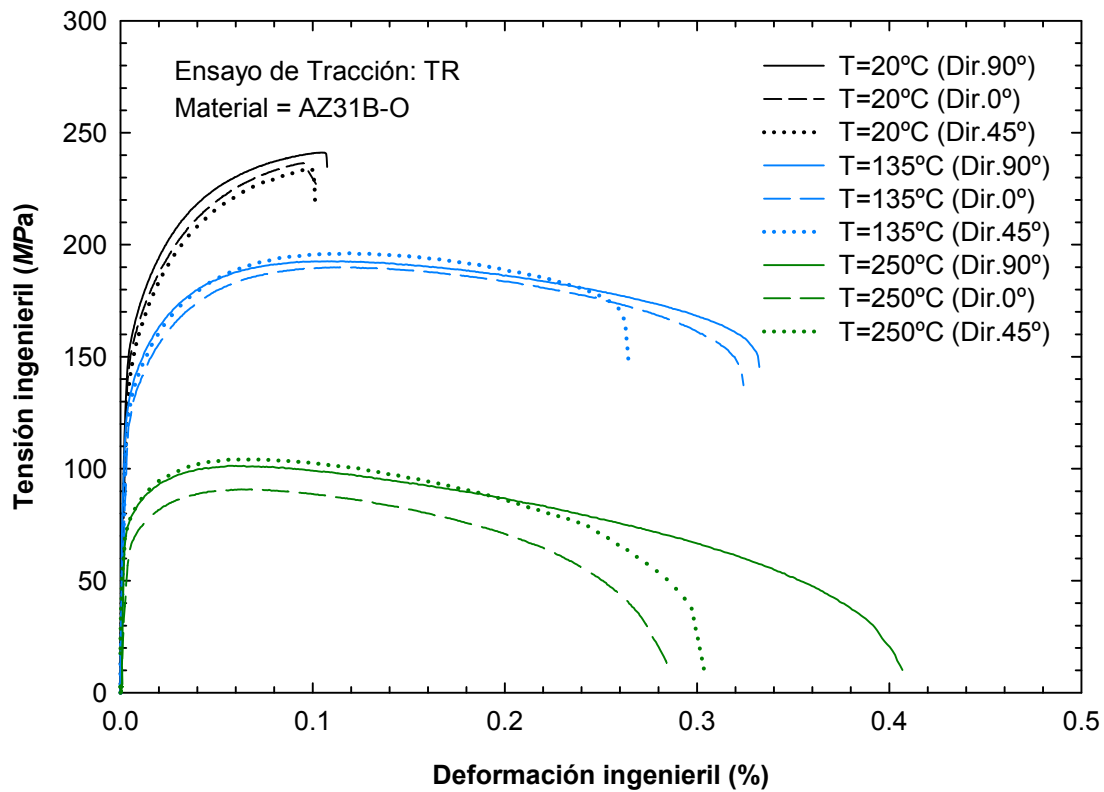


Figura 3.7. Curvas tensión-deformación ingenieril de la AZ31B-O a temperatura.

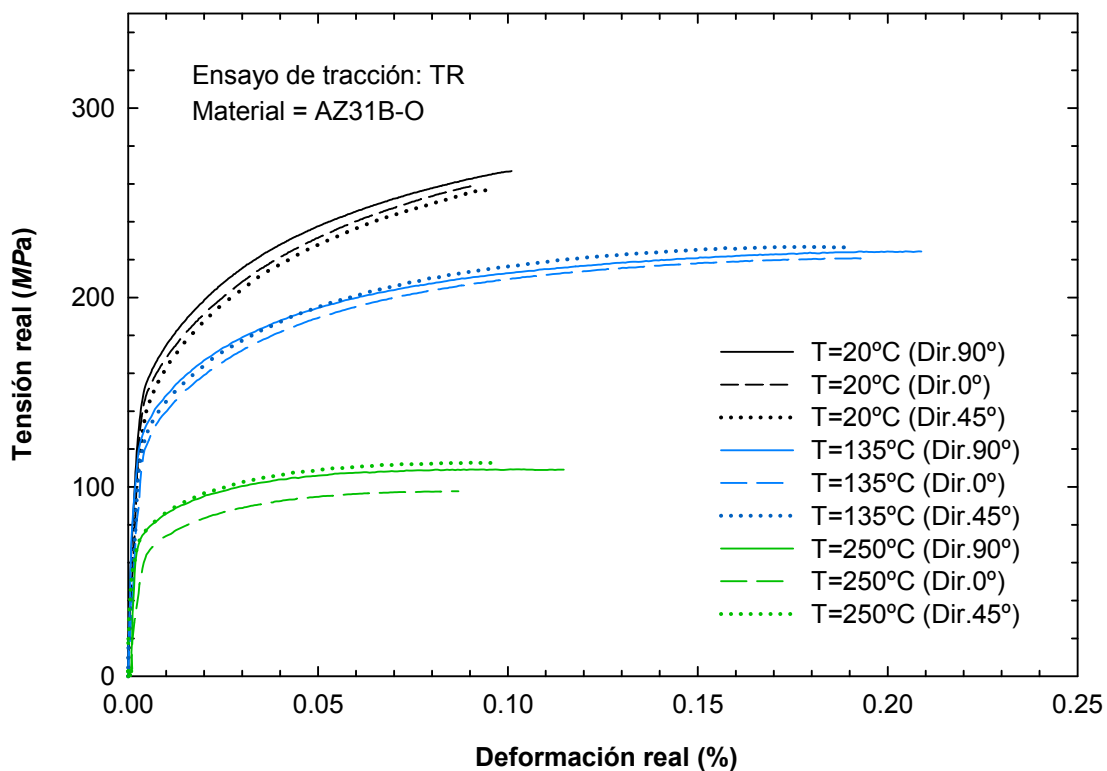


Figura 3.8. Curvas tensión-deformación verdadera de la AZ31B-O a temperatura.

**Tabla 3.3.** *Propiedades mecánicas del comportamiento a tracción de la aleación AZ31B-O*

<b>Propiedades Mecánicas</b>					
<b>Dirección de laminación</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Módulo elástico en tensión (MPa)</b>	<b>Límite elástico 0.2% (MPa)</b>	<b>Tensión última ingenieril (MPa)</b>	<b>Alargamiento (%)</b>
<b>Dirección Longitudinal (0°)</b>	20	37120	157	242	0.12
	125	31779	137	200	0.34
	135	31106	134	194	0.35
	150	30043	129	185	0.37
	175	28128	119	168	0.39
	250	21311	80	106	0.41
<b>Dirección a (45°)</b>	20	40757	149	240	0.08
	125	31835	129	196	0.28
	135	30821	126	190	0.29
	150	29246	120	181	0.30
	175	26479	110	164	0.32
	250	27142	112	162	0.34
<b>Dirección Transversal (90°)</b>	20	46706	151	241	0.13
	125	34203	131	196	0.31
	135	32848	128	190	0.32
	150	30762	122	180	0.33
	175	27142	112	162	0.34
	250	15210	73	98	0.34

### 3.5 ENSAYOS SPT

Para conocer el comportamiento mecánico de este material en probetas miniatura y con el objetivo de obtener valores de niveles de carga de referencia a emplear en los ensayos de SPCT de la presente Tesis, se han realizado varios ensayos SPT a diferentes temperaturas.

La caracterización del material mediante el ensayo SPT se ha realizado siguiendo el código de buenas prácticas para el ensayo SPT, desarrollado por CEN [8].

Como se ha comentado en el apartado 2.7.1 del capítulo anterior, el ensayo SPT consiste en el punzonado de una probeta de reducidas dimensiones, estando sus extremos empotrados en una matriz. Durante el ensayo, se registra la carga  $P$  aplicada frente al desplazamiento del punzón  $\delta$ .

Las probetas son planas de dimensiones finales  $(10 \times 10 \times 0.5) \text{ mm}$ . Se han obtenido mediante corte con chorro de agua en chapa laminada de AZ31B-O de  $1 \text{ mm}$  de espesor, al igual que las probetas de tracción. El espesor final de  $0.5 \pm 0.01 \text{ mm}$  y el acabado superficial por ambos lados, se ha obtenido mediante pulido y esmerilado metalográficos hasta un tamaño de paño de 1200.

Para la realización de los ensayos SPT se ha empleado el utillaje de la Figura 3.9. En la parte interior del tubo se encuentra ubicado el dispositivo de punzonado con unas dimensiones de la matriz de  $D_d = 4 \text{ mm}$ , un diámetro del punzón de  $d_d = 2.5 \text{ mm}$  y un radio de redondeo de la matriz inferior de  $r_m = 0.5 \text{ mm}$ .

Los ensayos SPT se han realizado en la misma máquina de ensayos MTS Criterion modelo 43 empleada para el ensayo de tracción uniaxial, adaptando el utillaje del SPT.

Para alcanzar y controlar la temperatura se ha utilizado el mismo horno vertical de tubo que en el ensayo de tracción. El desplazamiento del punzón se ha registrado con una precisión de  $1 \mu\text{m}$  empleado un extensómetro tipo COD (coupling a clip-on displacement gage), modelo MTS 632.02 F-20.

En la Figura 3.10 se muestra, a modo de ejemplo, una curva representativa del ensayo SPT de la aleación AZ31B-O realizado a temperatura ambiente, donde se esquematizan los principales parámetros que se pueden obtener de este ensayo.

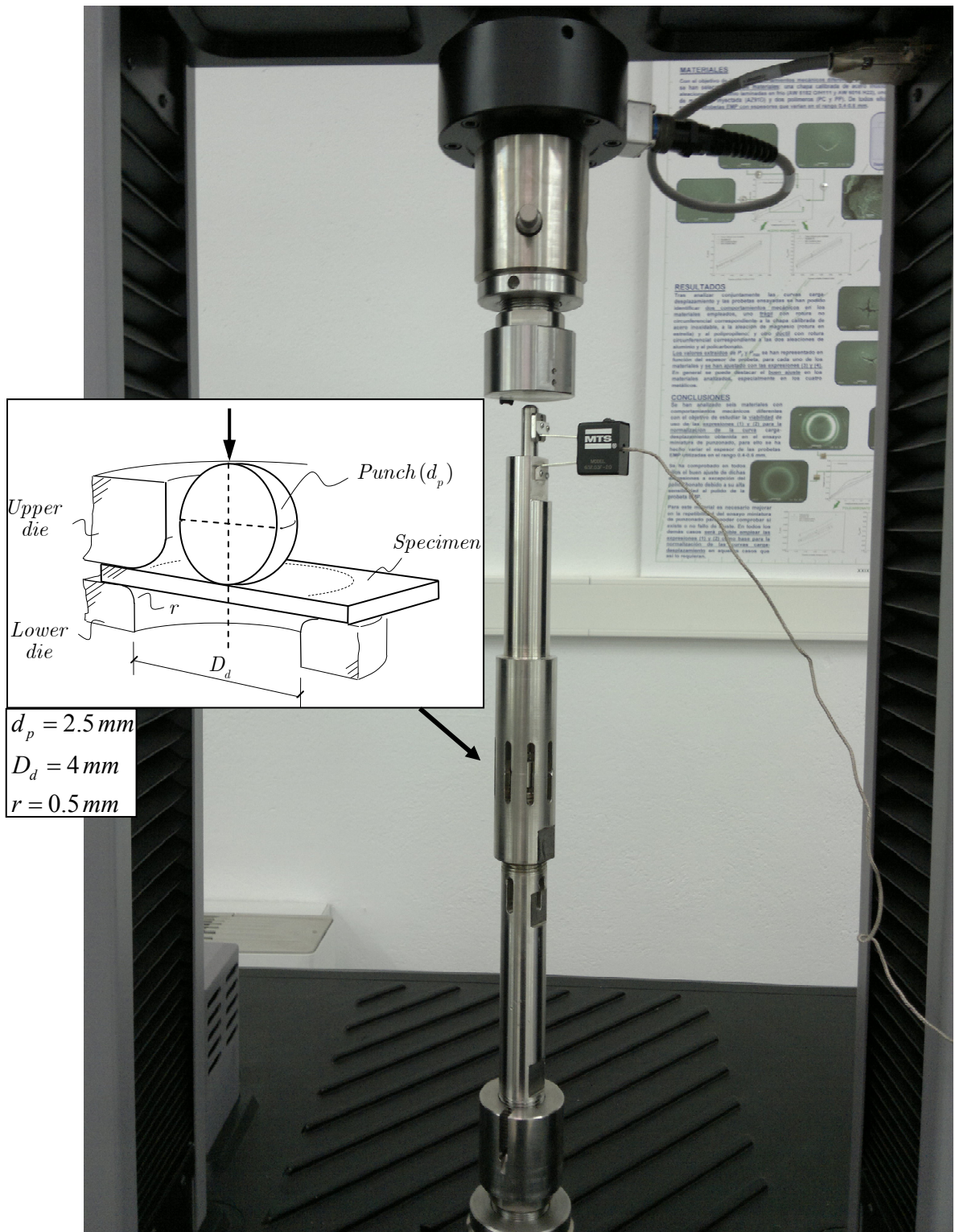


Figura 3.9. Utillaje para el ensayo SPT.

Por su parte, en la Figura 3.11 se muestran las curvas obtenidas de varios ensayos SPT a diferentes temperaturas, observándose un comportamiento del material más dúctil así como una disminución del valor de  $P_{m\acute{a}x}$ , a medida que aumenta la temperatura de ensayo. Los resultados obtenidos de los ensayos SPT, se recogen en la Tabla 3.4.

En ella se muestran los parámetros característicos de los ensayos SPT a diferentes temperaturas. Dichos parámetros son el valor de la carga máxima del desplazamiento del punzón  $P_{m\acute{a}x}$ , el valor del desplazamiento del punzón justo cuando se alcanza el valor de carga máxima  $\Delta_{P_{m\acute{a}x}}$  y la carga de fluencia  $P_y$  (kN) de la curva carga-desplazamiento del SPT, obtenida a partir del método de las dos tangentes [132, 133]. Finalmente, se ha llevado a cabo un análisis fractográfico mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), modelo JEOL JSM-6460LV con sistema INCA de análisis elemental por Rayos X, para analizar el modo característico de rotura de este material.

**Tabla 3.4.** *Parámetros SPT de la AZ31B-O a temperatura*

<b>Temperatura</b>	$P_{m\acute{a}x}$ (kN)	$\Delta_{P_{m\acute{a}x}}$ (mm)	$P_y$ (kN)
$T = 20^{\circ}C$	0.280	0.680	0.035
$T = 125^{\circ}C$	0.278	0.918	0.033
$T = 150^{\circ}C$	0.259	0.954	0.031
$T = 175^{\circ}C$	0.245	0.955	0.030

Como se puede observar en la Figura 3.12 a), el modo de rotura del material en este tipo de probetas miniatura a  $T = 20^{\circ}C$  es generalmente de tipo frágil. En la Figura 3.13 se presenta un detalle de la superficie de fractura de este material a temperatura ambiente, el cual exhibe el aspecto típico de fractura frágil donde aparecen líneas de clivaje combinado con escasa deformación plástica, en la que se aprecian pequeñas zonas de desgarro dúctil para este material.

Sin embargo al aumentar la temperatura, por ejemplo a  $T = 175^{\circ}C$ , el modo de rotura característico es más dúctil como se puede apreciar en la Figura 3.14, donde se observa una mayor deformación plástica que en los ensayos efectuados a temperatura ambiente. En el detalle de la Figura 3.15 se puede observar más presencia de mecanismos de fractura dúctil como consecuencia del fallo por coalescencia de microhuecos.



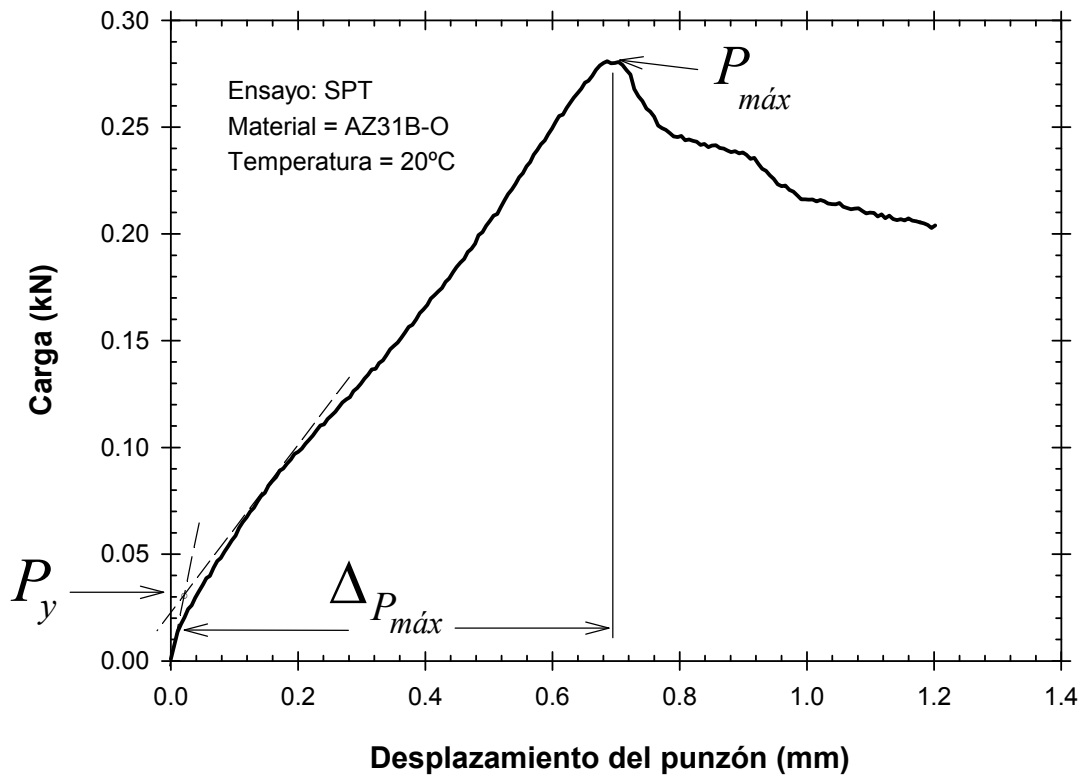


Figura 3.10. Curva tipo carga-desplazamiento del punzón del ensayo SPT.

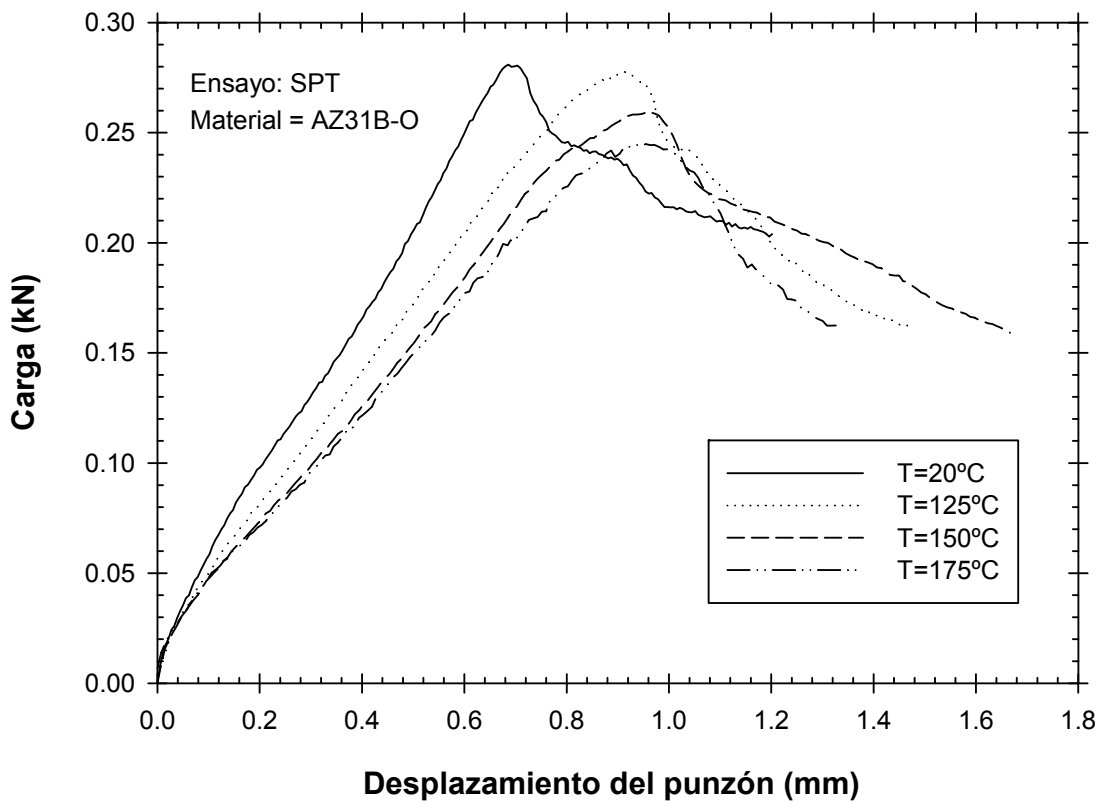
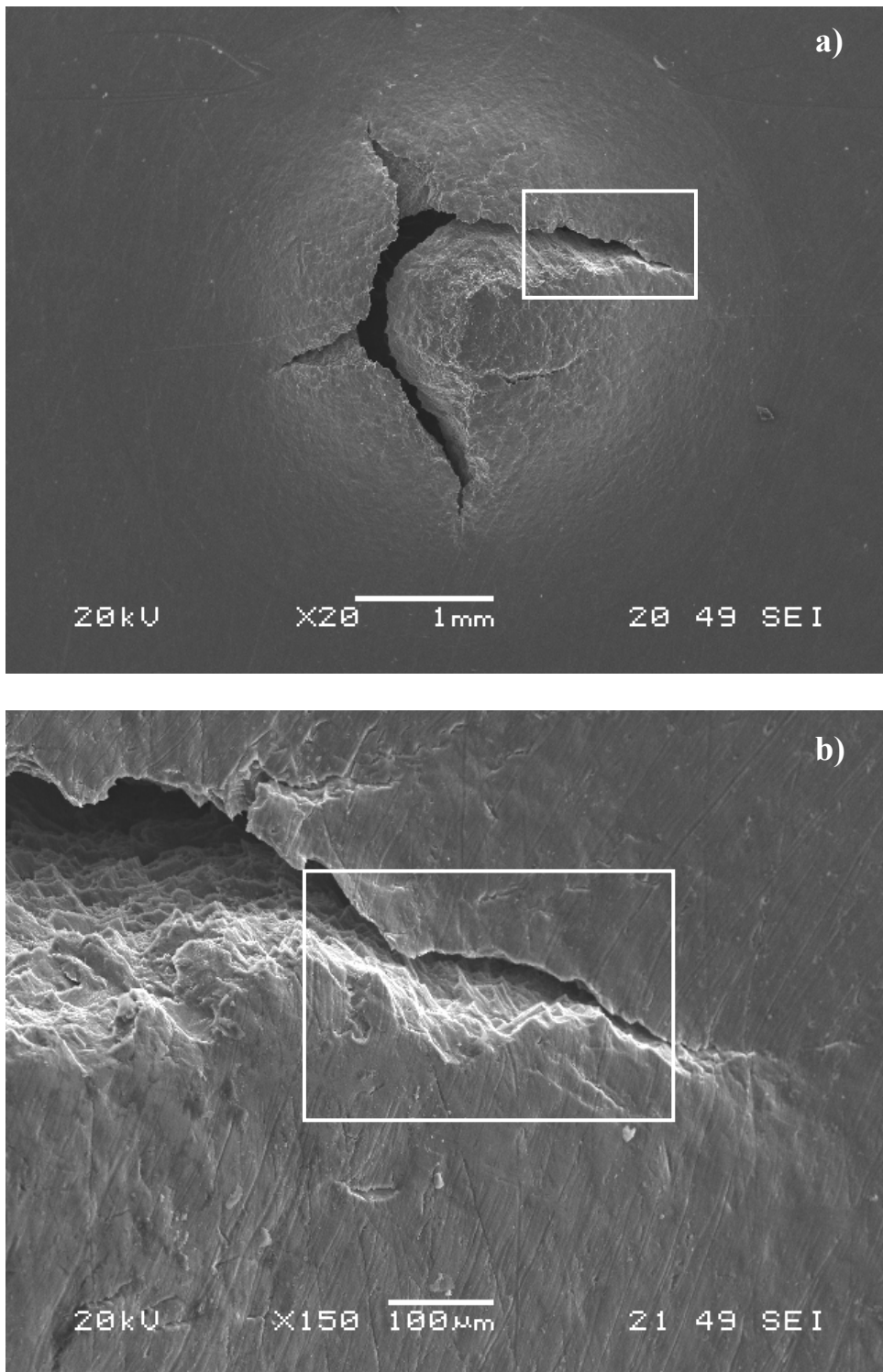
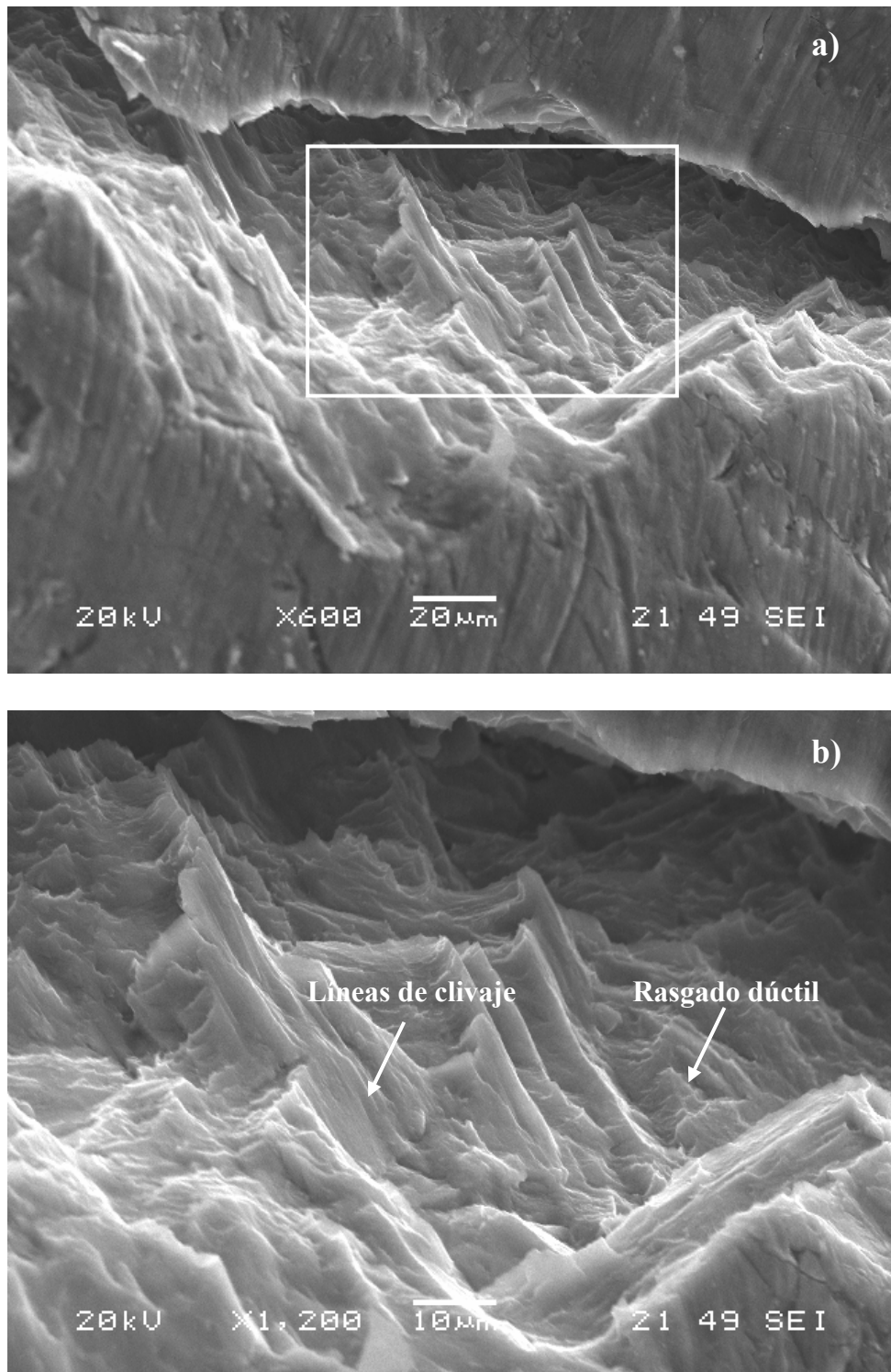


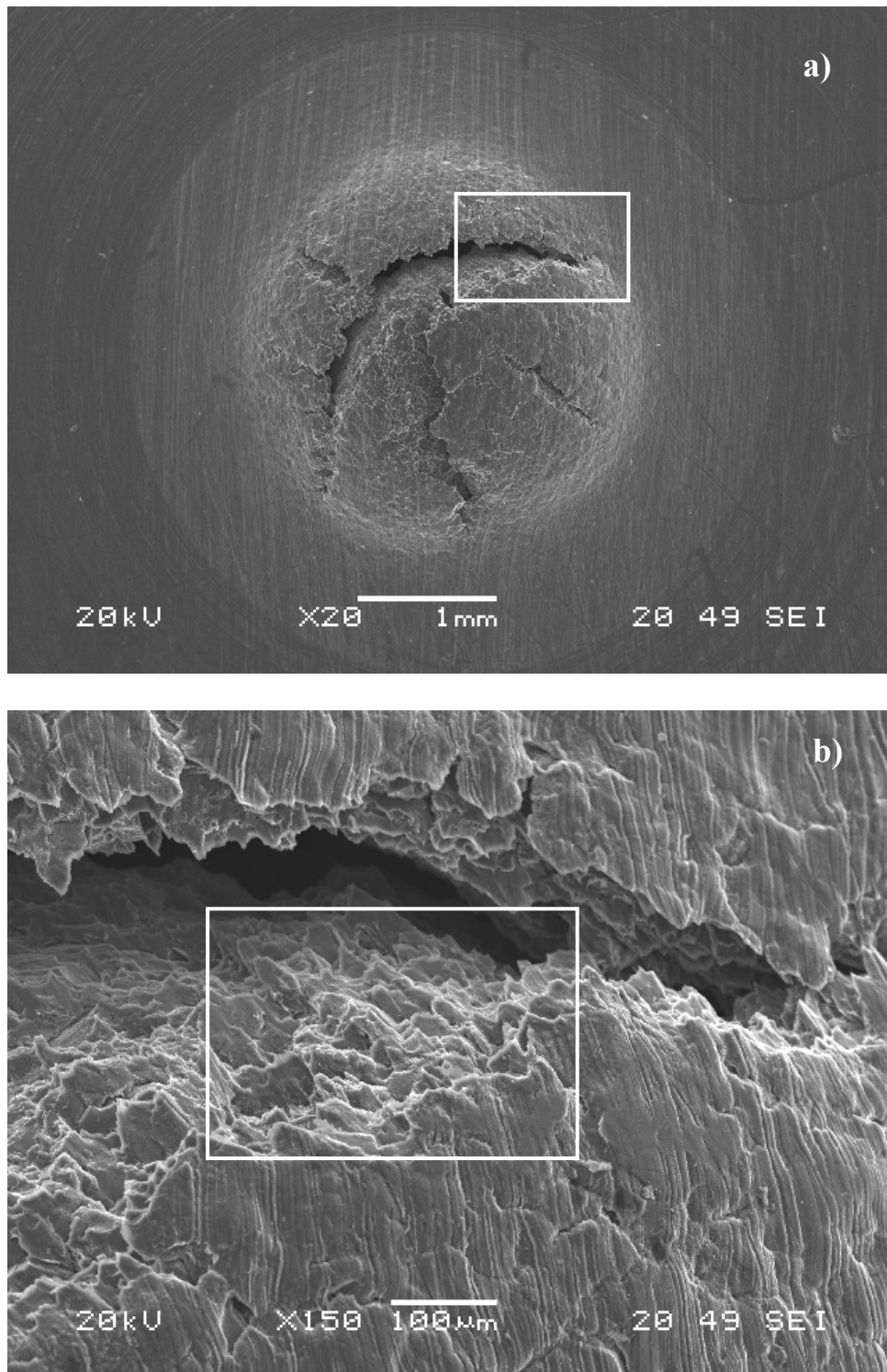
Figura 3.11. Curvas carga-desplazamiento del punzón del ensayo SPT a temperatura.



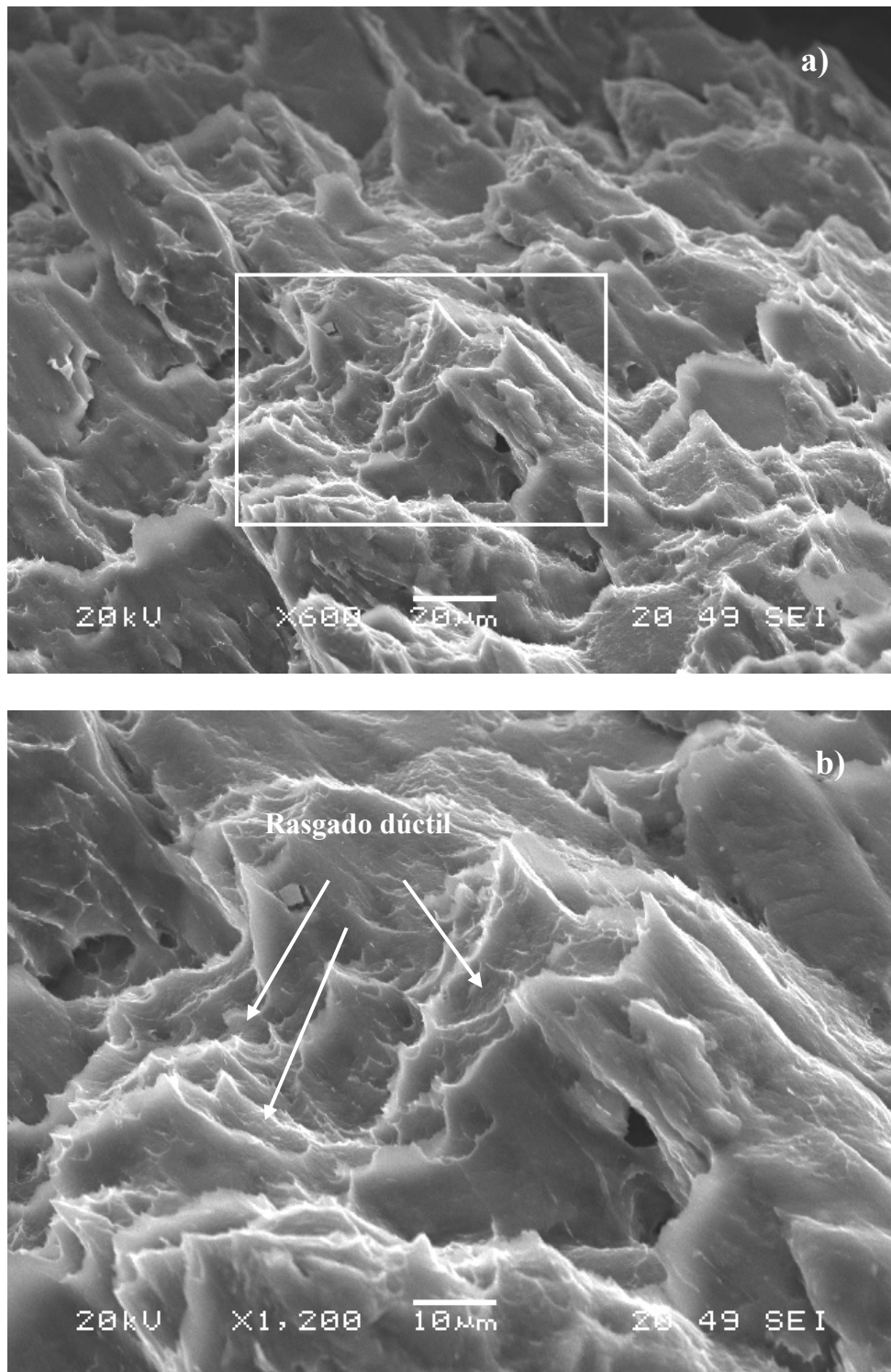
**Figura 3.12.** Imágenes SEM a) a 20X de la fractura de AZ31B-O mediante SPT a  $T = 20^{\circ}\text{C}$ , y b) a 150X detalle de la zona recuadrada.



**Figura 3.13.** Imágenes SEM a) a 600X de la zona recuadrada de la Figura 3.12 b) y b) detalle a 1200X de la superficie de fractura de AZ31B-O a  $T = 20^{\circ}\text{C}$ .



**Figura 3.14.** Imágenes SEM a) a 20X de la fractura de AZ31B-O mediante SPT a  $T = 175^{\circ}\text{C}$ , y b) a 150X detalle de la zona recuadrada.



**Figura 3.15.** Imágenes SEM a) a 600X de la zona recuadrada de la Figura 3.14 b) y b) a 1200X detalle de la superficie de fractura de AZ31B-O a  $T = 175^{\circ}\text{C}$ .



# **CAPÍTULO 4**

## **METODOLOGÍA Y PROGRAMA EXPERIMENTAL**

### **4.1 INTRODUCCIÓN**

La metodología que se presenta en el este capítulo, para obtener las propiedades a creep mediante probetas miniatura en la aleación AZ31B-O, se centra en la correlación de dos tipos de ensayos (UCT y SPCT) para lo cual se ha establecido un amplio programa experimental basado en el diseño de experimentos.

Previamente a la definición del programa experimental se ha realizado una caracterización del material de estudio a diferentes temperaturas, mediante el ensayo de tracción uniaxial convencional y mediante el ensayo SPT, que han sido presentados en los apartados 3.4 y 3.5 del capítulo 3 de la presente Tesis. En el caso del ensayo de tracción uniaxial, los resultados previos han sido completados mediante un programa experimental basado también en el diseño de experimentos cuya metodología se describe en este capítulo.

### **4.2 DEFINICIÓN DE LAS PROBETAS**

En el desarrollo de la presente Tesis se ha trabajado con dos tipos de probetas para obtener las propiedades a creep: probetas convencionales uniaxiales y probetas miniatura. La extracción de todas ellas se ha efectuado a partir de una chapa de la aleación de magnesio AZ31B-O laminada de *1mm* de espesor mediante la técnica de corte por chorro de agua.

Las probetas uniaxiales, que han sido las empleadas en la realización de los ensayos de tracción uniaxial, serán empleadas también en los ensayos UCT. A su vez, las probetas

miniatura, que han sido empleadas en la realización de los ensayos SPT, también serán utilizadas en los ensayos SPCT.

#### **4.2.1 Probetas uniaxiales para los ensayos UCT**

Las probetas uniaxiales para los ensayos UCT son planas de  $1\text{mm}$  de espesor y de  $6\text{mm}$  de ancho. Al igual que las empleadas en el ensayo de tracción descrito en el apartado 3.4 del capítulo 3, en el ensayo UCT las probetas han sido mecanizadas en las tres direcciones de laminación de la chapa: dirección longitudinal ( $0^\circ$ ), dirección transversal ( $90^\circ$ ) y dirección a  $45^\circ$ .

Para conseguir trazabilidad, las probetas han sido marcadas en sus dos extremos antes de cada ensayo. Todas ellas han sido ensayadas en el equipo diseñado como el que se describe más adelante en el apartado 4.5 de este capítulo.

#### **4.2.2 Probetas miniatura para los ensayos SPCT**

Las probetas empleadas en los ensayos SPCT son planas de dimensiones  $(10 \times 10 \times 0.5)\text{mm}$ . En este caso se ha realizado un pulido y esmerilado metalográfico, con un acabado de 1200 por ambas caras hasta obtener el espesor final deseado de  $0.5 \pm 0.01\text{mm}$ , del mismo modo que en las probetas del ensayo SPT, según el apartado 3.5 del capítulo 3.

Una vez preparadas las probetas miniatura (SPCT), se ha procedido a su numeración. Todas ellas se han ensayado en un equipo diseñado e instrumentado especialmente para ello, que se describe en el apartado 4.6 del presente capítulo.

Una vez ensayadas, se ha observado el modo de fallo en un microscopio electrónico de barrido (SEM) modelo JEOL JSM-6460LV, con sistema INCA de análisis elemental por Rayos X.

### **4.3 ESQUEMA METODOLÓGICO**

Para la consecución de los objetivos de la presente Tesis se ha seguido la metodología que se presenta en la Figura 4.1.

En primer lugar, se han efectuado los programas experimentales del ensayo de tracción y del ensayo SPT a diferentes temperaturas. Estos resultados han servido de base para la elección de los rangos de temperatura y tensión a emplear en los ensayos UCT y los ensayos SPCT.



Una vez seleccionados los rangos de tensión y temperatura para los ensayos UCT, y los rangos de carga y temperatura para los ensayos SPCT, se ha efectuado un diseño de experimentos para cada tipo de ensayo.

Como variables de entrada para el ensayo UCT se han seleccionado la temperatura, la tensión aplicada y la dirección de laminación. Como variables de salida para este ensayo se han considerado la deformación, la velocidad de deformación mínima por fluencia, el tiempo en el que se alcanza la velocidad de deformación mínima y el tiempo de fallo. Una explicación más detallada de los parámetros de salida, aparece recogida en el apartado 4.5 de este capítulo.

Para el ensayo SPCT, las variables de entrada seleccionadas han sido la temperatura de ensayo y la carga aplicada. Como variables de salida para este ensayo se han considerado, el desplazamiento del punzón o deflexión, la velocidad de deflexión, el tiempo en el que se alcanza la velocidad mínima de deflexión y el tiempo de fallo. En el apartado 4.6 de este capítulo aparece de nuevo una descripción más detallada de dichos parámetros.

Con los resultados obtenidos de cada programa experimental basados en el diseño de experimentos, se ha obtenido una superficie de respuesta para cada uno de los parámetros definidos como variables de salida, en las dos metodologías de ensayo (UCT y SPCT). La metodología empleada para la realización de los diseños de experimentos de los ensayos de tracción, de los ensayos UCT y de los ensayos SPCT se describe en los apartados 4.4, 4.5 y 4.6 de este capítulo.

Además de las superficies de respuesta, con los resultados obtenidos de cada programa experimental, se han obtenido los parámetros de creep representativos del material: energía de activación  $Q_c$  y el exponente de tensión  $n$ . Posteriormente se han aplicado, a ambos ensayos, los modelos paramétricos de previsión de tiempo de fallo descritos en el apartado 2.3.

Finalmente, se ha llevado a cabo un análisis de los resultados obtenidos y se ha establecido la correlación entre los dos tipos de ensayos (UCT y SPCT), para evaluar la posibilidad de obtener las propiedades a creep con probetas miniatura, lo cual constituye el objetivo de esta Tesis.

Adicionalmente, con el objetivo de conocer el modo de fallo de los ensayos con probetas miniatura mediante los ensayos SPT y SPCT, se ha realizado un análisis fractográfico de las probetas ensayadas.

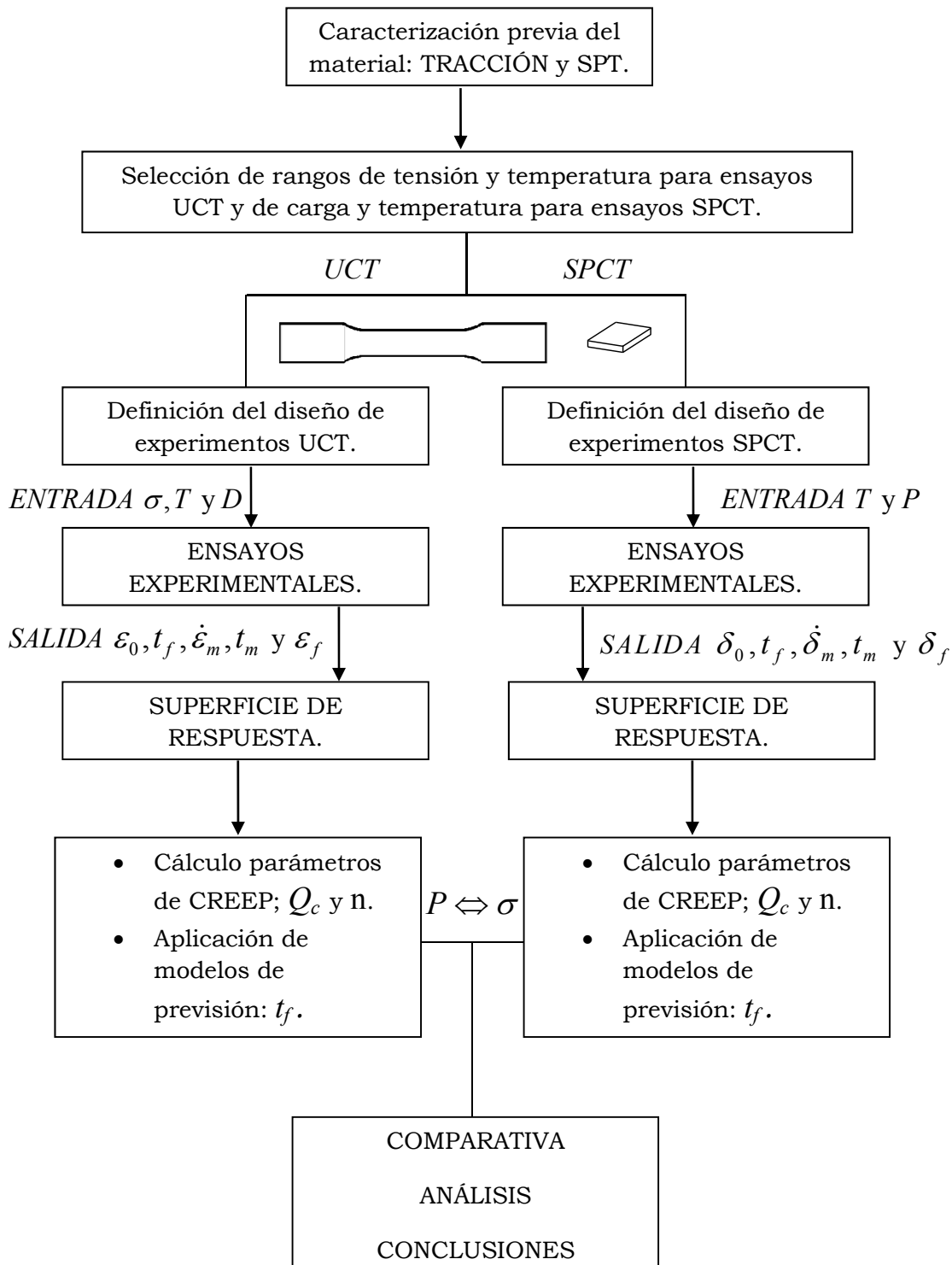


Figura 4.1. Esquema de la metodología de la presente Tesis.

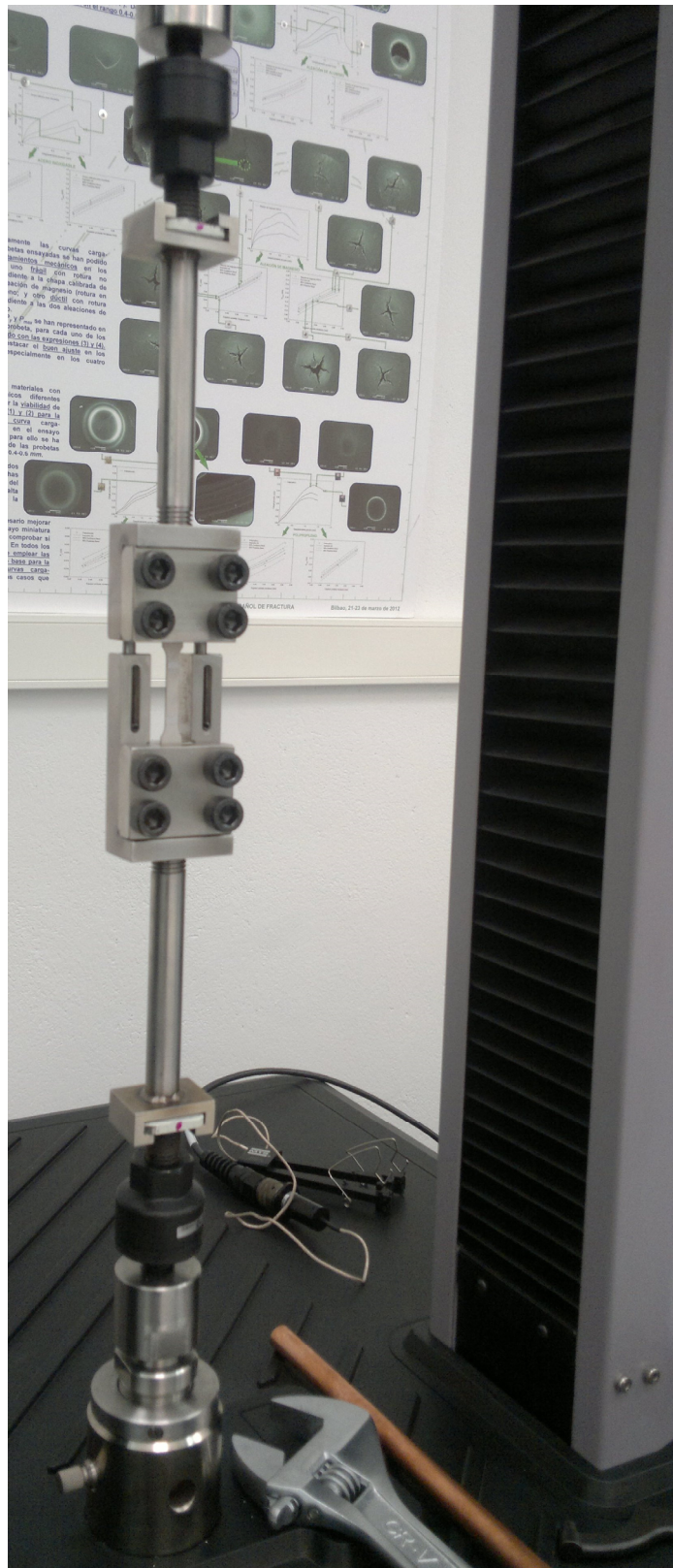
Los resultados de dicho análisis permiten analizar si los mecanismos de fallo procedentes de los ensayos UCT y SPCT son similares, lo cual contribuye a apoyar la relación entre el ensayo convencional UCT y el ensayo miniatura SPCT.

#### **4.4 METODOLOGÍA Y PROGRAMA EXPERIMENTAL DE TRACCIÓN**

Para la realización de los ensayos de tracción a temperatura se ha diseñado un utillaje, cuyo esquema se presenta en la Figura 4.2, acoplado a la máquina de ensayos MTS Criterion modelo 43 con un rango de fuerza hasta 10 *kN*.

Para registrar el desplazamiento, en todos los ensayos se ha empleado un extensómetro Láser Epsilon modelo LE-05 con un rango de medida entre (8–127)*mm*, resolución de 0.001*mm*, linealidad de  $\pm 0.01\text{mm}$  y repetibilidad de  $\pm 0.005\text{mm}$ , como se ha comentado en el apartado 3.4.

Para alcanzar la temperatura de los ensayos se ha empleado un horno de tubo vertical abierto de la marca Horbersal modelo TR2-2, con una temperatura máxima de  $1150^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ , que dispone de un sistema de regulación y control de temperatura PID mediante dos termopares tipo K. Además se ha controlado la temperatura en la superficie de la probeta mediante un tercer termopar flexible.



**Figura 4.2.** *Utilaje diseñado para el ensayo de tracción.*

Como se ha comentado anteriormente, para la realización de los ensayos de tracción se ha desarrollado un programa experimental, basado en el diseño de experimentos, cuya metodología se describe a continuación.

En primer lugar, para el ensayo de tracción se han identificado tres parámetros de entrada: temperatura  $T(^{\circ}C)$ , velocidad de ensayo  $V(mm/min)$  y dirección de laminación  $D(^{\circ})$ . La relación existente entre estos tres parámetros y el valor de la superficie de respuesta se expresa cómo  $S_{respuesta} = f(T^*, V^*, D^*)$ , donde  $f$  se postula como modelo cuadrático de la forma expresada en la ecuación:

$$f(T^*, V^*, D^*) = b_0 + b_1 T^* + b_2 V^* + b_3 D^* + b_{11} T^{*2} + b_{22} V^{*2} + b_{33} D^{*2} + b_{12} T^* V^* + b_{13} T^* D^* + b_{23} V^* D^* \quad (4.1)$$

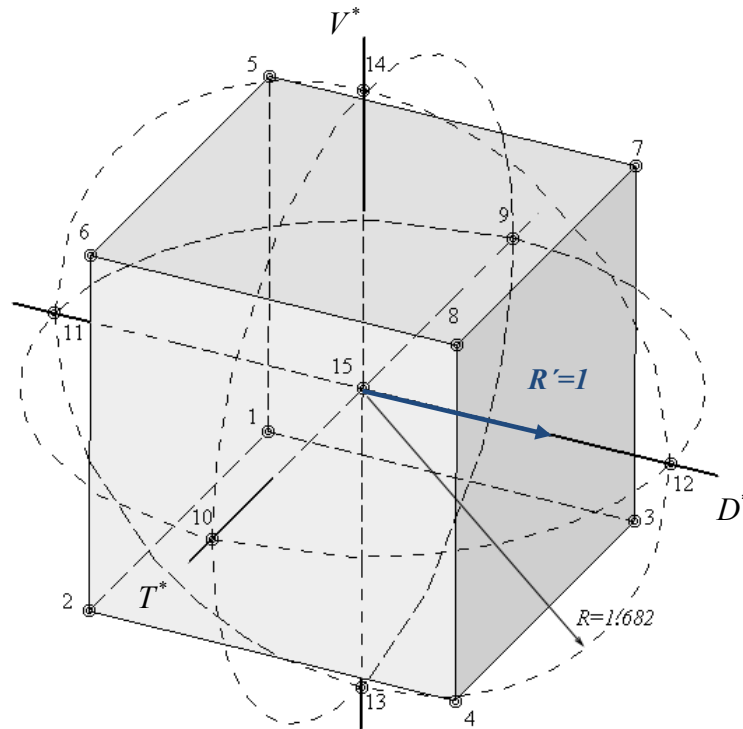
En esta ecuación,  $T^*$ ,  $V^*$  y  $D^*$  representan las variables codificadas de  $T$ ,  $V$  y  $D$  respectivamente.

La codificación de los valores reales de los parámetros es necesaria para que todos ellos varíen en el mismo intervalo, como se puede ver en el esquema de la Figura 4.3, favoreciendo de esta manera la estimación precisa de los coeficientes que definen la función  $f(T^*, V^*, D^*)$ .

Para cualquier valor real  $X_i$  de los parámetros variables, dicha codificación se puede realizar a través de la expresión (4.2), obteniendo el valor codificado  $x_i$  correspondiente:

$$x_i = \frac{2 \cdot 1 \cdot (X_i - \tilde{X}_i)}{X_{iNSup} - X_{iNInf}} \quad i = T^*, V^*, D^* \quad (4.2)$$

Donde  $X_{iNInf}$  es el valor real más bajo del factor  $i$ ,  $X_{iNSup}$  es el valor del nivel más alto del factor  $i$ , y  $\tilde{X}_i$  es la media entre los valores reales del nivel más alto y más bajo del factor  $i$ .



**Figura 4.3.** Representación de la matriz de experimentos según las variables codificadas.

La determinación de los coeficientes de la función  $f(T^*, V^*, D^*)$  se ha realizado a través de un diseño de experimentos cúbico central [134-136], utilizando el software NEMRODW [137] para la estimación de dichos coeficientes. Las principales características de este diseño son:

- Utilización de tres factores:  $T^*$ ,  $V^*$  y  $D^*$ .
- Dominio cúbico, siendo el valor del lado del cubo  $R'=1$  para tres factores.
- Codificación de los intervalos de valores de los tres factores recogidos en la Tabla 4.1 para que varíen entre  $[-1,1]$  según la expresión (4.2)
- Matriz de experimentos composite, la cual tiene tres niveles para cada factor como se puede comprobar en la Tabla 4.2.
- Repeticiones en el punto central del dominio (Experimentos 15, 16 y 17)
- Utilización del modelo cuadrático, definido por la expresión (4.1) para el ajuste de la superficie de respuesta de cada variable de salida analizada.

**Tabla 4.1.** *Parámetros de entrada considerados en el cálculo de la superficie de respuesta para el ensayo de tracción uniaxial.*

<b>Parámetros variables</b>	
Temperatura (°C)	[20,250]
Velocidad (mm/min)	[1,3]
Dirección de laminación (°)	[0,90]

**Tabla 4.2.** *Diseño propuesto para obtener la superficie de respuesta de cada variable de salida.*

Nº Exp.	<b>Matriz de experimentos</b> (Variables codificadas)			<b>Plan de experimentación</b> (Variables reales)		
	$T^*$	$V^*$	$D^*$	$T$ (°C)	$V$ (mm/min)	$D$ (°)
1	-1	-1	-1	20	1	90
2	1	-1	-1	250	1	90
3	-1	1	-1	20	3	90
4	1	1	-1	250	3	90
5	-1	-1	1	20	1	0
6	1	-1	1	250	1	0
7	-1	1	1	20	3	0
8	1	1	1	250	3	0
9	-1	0	0	20	2	45
10	1	0	0	250	2	45
11	0	-1	0	135	1	45
12	0	1	0	135	3	45
13	0	0	-1	135	2	90
14	0	0	1	135	2	0
15	0	0	0	135	2	45
16	0	0	0	135	2	45
17	0	0	0	135	2	45

En la Tabla 4.2, se incluye la matriz de experimentos con las variables codificadas, así como la matriz del plan de experimentación con los valores de los factores del diseño de experimentos propuestos ( $T$ ,  $V$  y  $D$ ) para la determinación de los coeficientes de la función  $f(T^*, V^*, D^*)$  de cada respuesta.

Una vez realizados cada uno de los ensayos de tracción del plan de experimentación recogido en la Tabla 4.2, los valores de cada respuesta se han recogido en una tabla en la que aparecen tantas respuestas como variables de salida se hayan definido en cada uno de los ensayos de tracción que conforman el programa experimental.

En este caso, las variables de salida definidas son los parámetros característicos del ensayo de tracción ( $E$ ,  $\sigma_{0.2}$ ,  $\sigma_{uts}$  y  $e_f$ ).

#### 4.5 METODOLOGÍA Y PROGRAMA EXPERIMENTAL DE UCT

Para la realización de los ensayos UCT se ha utilizado un equipo como el que se muestra en la Figura 4.5. El utillaje diseñado para el ensayo UCT consta de dos partes: en primer lugar el sistema de amarre de la probeta uniaxial ubicado en la parte superior, que se introduce dentro del horno de tubo vertical. Este horno es el mismo que el utilizado para el ensayo de tracción a temperatura descrito en el apartado 4.3.

En segundo lugar, el utillaje consta de un sistema para someter a una tensión constante a la probeta uniaxial durante el ensayo UCT. Para ello, se ha diseñado un sistema de palanca como el que se muestra en las Figura 4.5 y Figura 4.6, ubicado en la parte inferior del bastidor.

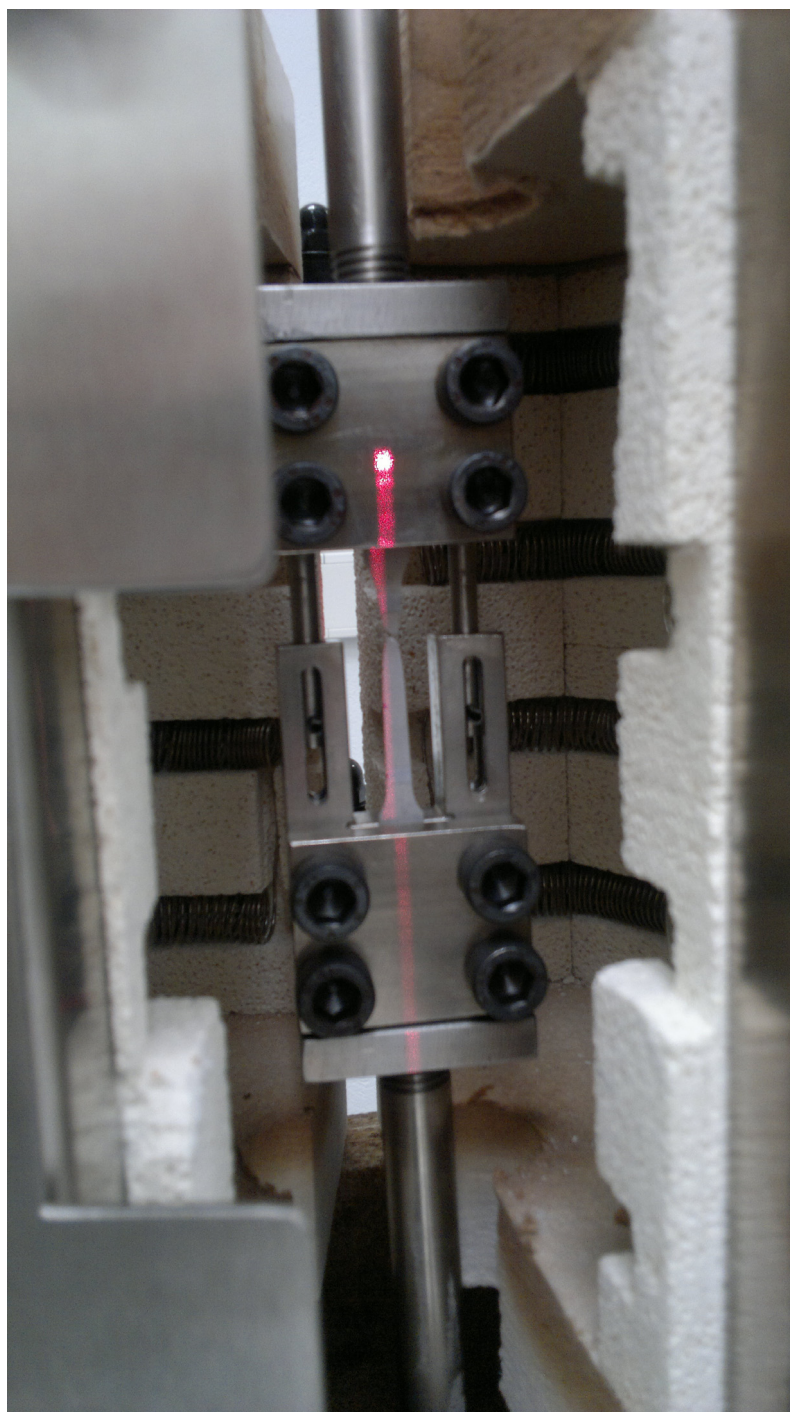
La carga aplicada se registra mediante una célula de carga HBM de 5 kN modelo SM9, ubicada en la parte inferior del bastidor. Posteriormente, mediante la relación de palanca utilizada y la sección de la probeta  $S \approx 6\text{mm}^2$  se obtiene la tensión en la probeta.

Antes de aplicar la tensión de ensayo, la probeta se atempera a la temperatura de ensayo durante 1 hora. El desplazamiento del punzón se registra empleado el mismo extensómetro láser que el descrito en el apartado 4.3 para el ensayo de tracción.

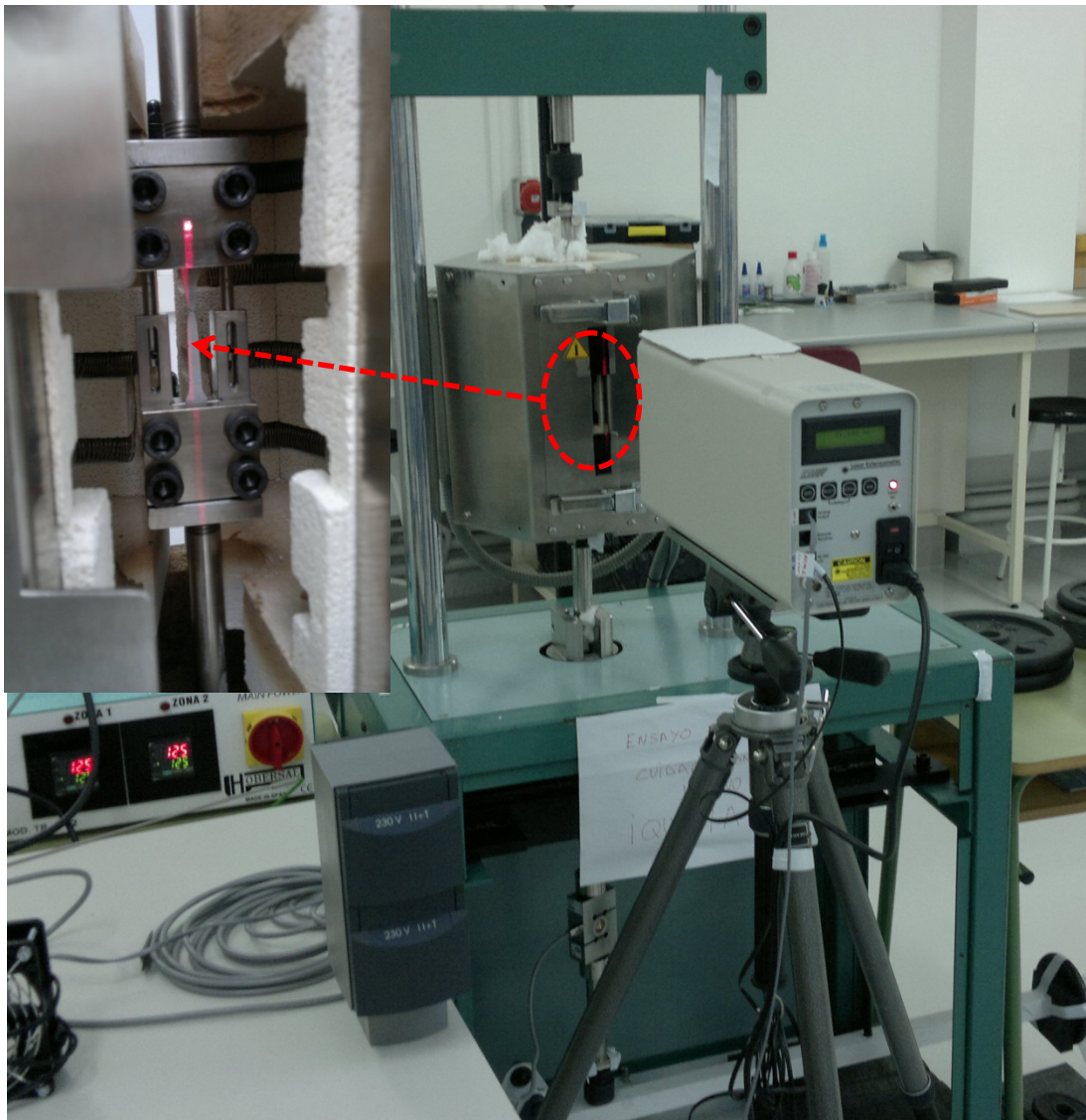
Durante el ensayo UCT se registra el desplazamiento del punzón, el tiempo de ensayo y la carga aplicada. Para ello se ha empleado una cadena de medida HBM, modelo QuantumX MX440A, controlada mediante el software Catman.

Se define como punto inicial del ensayo UCT, aquel en el que aparece aplicada toda la carga y como punto final del ensayo UCT, aquel en el que se ha producido la rotura de la probeta.

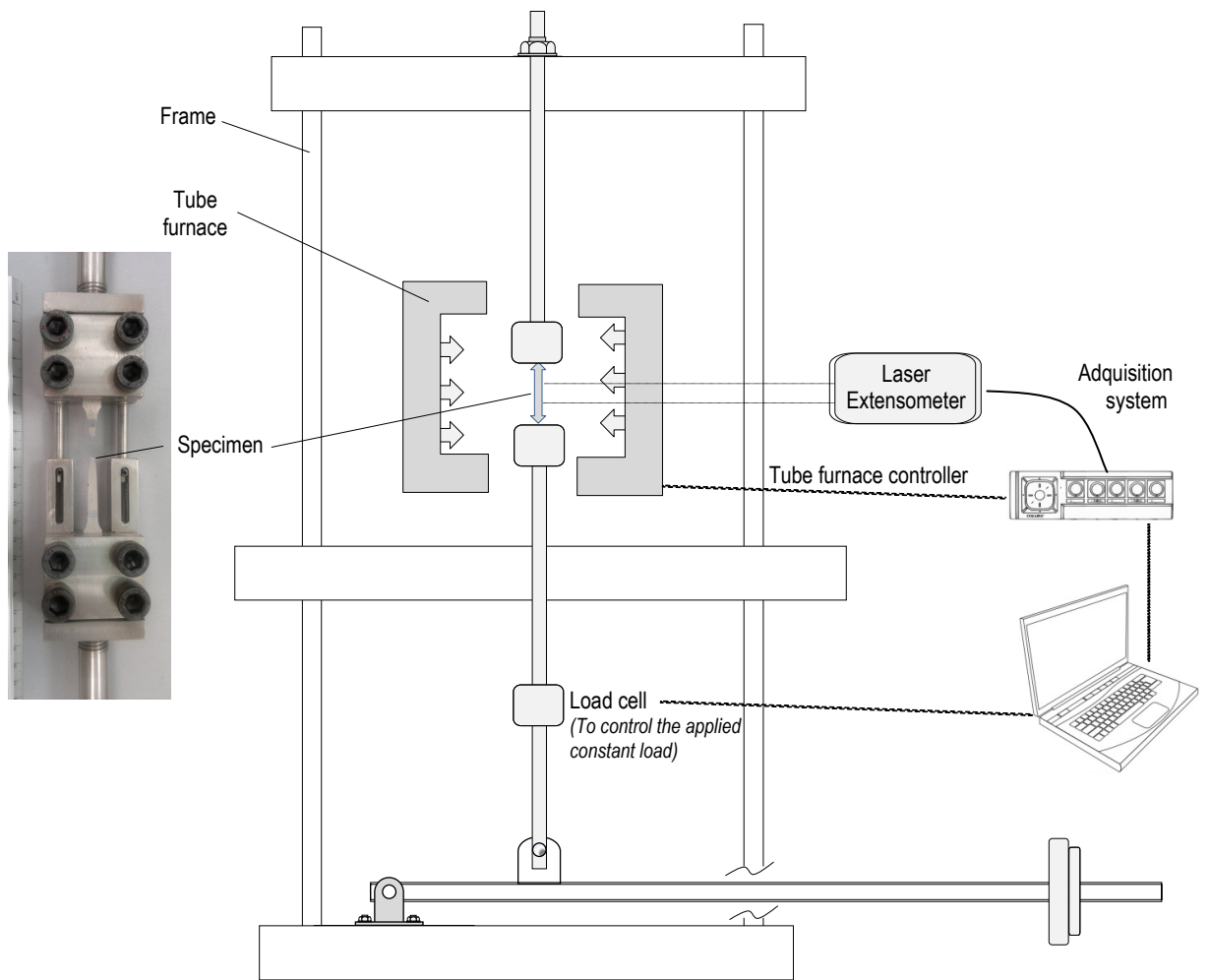




**Figura 4.4.** *Utilaje de ensayo UCT.*



**Figura 4.5.** *Equipo de ensayo UCT.*



**Figura 4.6.** Esquema y sistema DAQ del ensayo UCT.

Al igual que para los ensayos de tracción, para la realización de los ensayos UCT se ha generado un programa experimental basado en el diseño de experimentos cuya metodología se describe a continuación.

Se han identificado tres parámetros de entrada: la tensión  $\sigma$  (MPa), la temperatura  $T$  (°C) y la dirección de laminación  $D$  (°). La relación existente entre estos tres parámetros y el valor de la superficie de respuesta para cada variable de salida definida, se expresa como  $S_{\text{respuesta}} = f(\sigma^*, T^*, D^*)$ , donde  $f$  se postula como modelo cuadrático de la forma expresada en la ecuación (4.3), donde  $\sigma^*$ ,  $T^*$  y  $D^*$  son las variables codificadas de  $\sigma$ ,  $T$  y  $D$  respectivamente.

$$f(\sigma^*, T^*, D^*) = b_0 + b_1\sigma^* + b_2T^* + b_3D^* + b_{11}\sigma^{*2} + b_{22}T^{*2} + b_{33}D^{*2} + b_{12}\sigma^*T^* + b_{13}\sigma^*D^* + b_{23}T^*D^* \quad (4.3)$$

Al igual que en el diseño de experimentos del ensayo de tracción, la codificación de los valores reales de los parámetros es necesaria para que todos ellos varíen en el mismo intervalo, favoreciendo de esta manera la estimación precisa de los coeficientes que definen la función  $f(\sigma^*, T^*, D^*)$ .

Para cualquier valor real  $X_i$  de los parámetros variables, dicha codificación se puede realizar a través de la expresión (4.4), obteniendo el valor codificado  $x_i$  correspondiente:

$$x_i = \frac{2 \cdot 1 \cdot (X_i - \tilde{X}_i)}{X_{iNSup} - X_{iNInf}} \quad i = \sigma^*, T^*, D^* \quad (4.4)$$

Donde  $X_{iNInf}$  es el valor real más bajo del factor  $i$ ,  $X_{iNSup}$  es el valor del nivel más alto del factor  $i$ , y  $\tilde{X}_i$  es la media entre los valores reales del nivel más alto y más bajo del factor  $i$ .

La determinación de los coeficientes de la función  $f(\sigma^*, T^*, D^*)$  se ha realizado a través de un diseño de experimentos cubico central [134-136], utilizando el software NEMRODW [137] para la estimación de dichos coeficientes. Las principales características de este diseño son:

- Utilización de tres factores:  $\sigma^*$ ,  $T^*$  y  $D^*$ .

- Dominio cúbico, siendo el valor del lado del cubo  $R'=1$  para los tres factores.
- Codificación de los intervalos de valores de los tres factores recogidos en la Tabla 4.3 para que varíen entre  $[-1,1]$  según la expresión (4.4)
- Matriz de experimentos composite, la cual tiene tres niveles para cada factor como se puede comprobar en la Tabla 4.4.
- Repeticiones en el punto central del dominio (Experimentos 15, 16 y 17 respectivamente)
- Utilización del modelo cuadrático, definido por la expresión (4.3) para el ajuste de la superficie de respuesta.

En la Tabla 4.4 se incluye la matriz de experimentos con las variables codificadas, así como la matriz del plan de experimentación con los valores de los factores del diseño de experimentos propuestos ( $\sigma, T$  y  $D$ ) para la determinación de los coeficientes de la función  $f(\sigma^*, T^*, D^*)$ .

Una vez realizados cada uno de los ensayos UCT del plan experimentación según la Tabla 4.4, los valores de cada respuesta se han recogido en una tabla en la que aparecen tantas respuestas como variables de salida se hayan definido.

En este caso, las variables de salida definidas para el ensayo UCT son: ( $\varepsilon_0, t_f, \dot{\varepsilon}_m, t_m$  y  $\varepsilon_f$ ), donde  $\varepsilon_0$  ( $mm/mm$ ) es la deformación inicial de la probeta correspondiente a la parte elástica,  $t_f$  ( $h$ ) es el tiempo de fallo,  $\dot{\varepsilon}_m$  ( $1/h$ ) es la velocidad de deformación mínima,  $t_m$  ( $h$ ) es el tiempo en el que se alcanza  $\dot{\varepsilon}_m$  y  $\varepsilon_f$  ( $mm/mm$ ) es la deformación alcanzada cuando rompe la probeta. Estos parámetros aparecen recogidos en el ensayo de ejemplo de la Figura 4.7.

Una vez obtenidos estos valores, con la ayuda de NEMRODW, es posible determinar los coeficientes de la función  $f(\sigma^*, T^*, D^*)$ .

**Tabla 4.3.** *Parámetros de entrada considerados en el cálculo de la superficie de respuesta para el ensayo UCT.*

<b>Parámetros variables</b>	
Tensión (MPa)	[70, 110]
Temperatura (°C)	[125, 175]
Dirección de laminación(°)	[0, 90]

**Tabla 4.4.** *Diseño propuesto para obtener la superficie de respuesta.*

N° Exp.	<b>Matriz de experimentos</b> (Variables codificadas)			<b>Plan de experimentación</b> (Variables reales)		
	$\sigma^*$	$T^*$	$D^*$	$\sigma$ (MPa)	$T$ (°C)	D (°)
1	-1	-1	-1	125	70	0
2	1	-1	-1	175	70	0
3	-1	1	-1	125	110	0
4	1	1	-1	175	110	0
5	-1	-1	1	125	70	90
6	1	-1	1	175	70	90
7	-1	1	1	125	110	90
8	1	1	1	175	110	90
9	-1	0	0	125	90	45
10	1	0	0	175	90	45
11	0	-1	0	150	70	45
12	0	1	0	150	110	45
13	0	0	-1	150	90	0
14	0	0	1	150	90	90
15	0	0	0	150	90	45
16	0	0	0	150	90	45
17	0	0	0	150	90	45

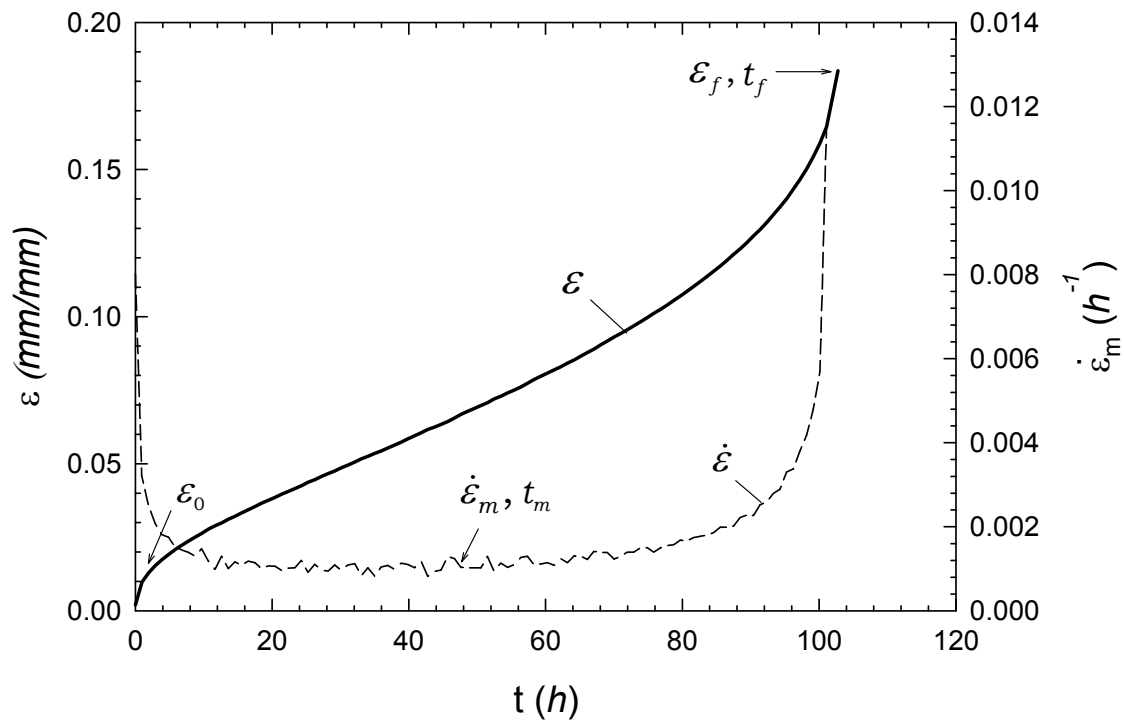


Figura 4.7. Curva típica del ensayo UCT.

#### 4.6 METODOLOGÍA Y PROGRAMA EXPERIMENTAL DE SPCT

Para realizar los ensayos SPCT se ha empleado un equipo como el que se muestra en la Figura 4.8. El equipo consta del mismo utillaje que el utilizado para los ensayos SPT a temperatura, descrito en el apartado 3.5 del capítulo 3, y se ha utilizado el mismo horno de tubo vertical.

En el ensayo SPCT, para aplicar la carga constante a la probeta miniatura, se emplea un sistema de pesos ubicado en la parte superior del equipo como se observa en la Figura 4.8 y en el esquema de la Figura 4.9. Antes de aplicar la carga de ensayo, la probeta se atempera a la temperatura de ensayo durante 2 horas.

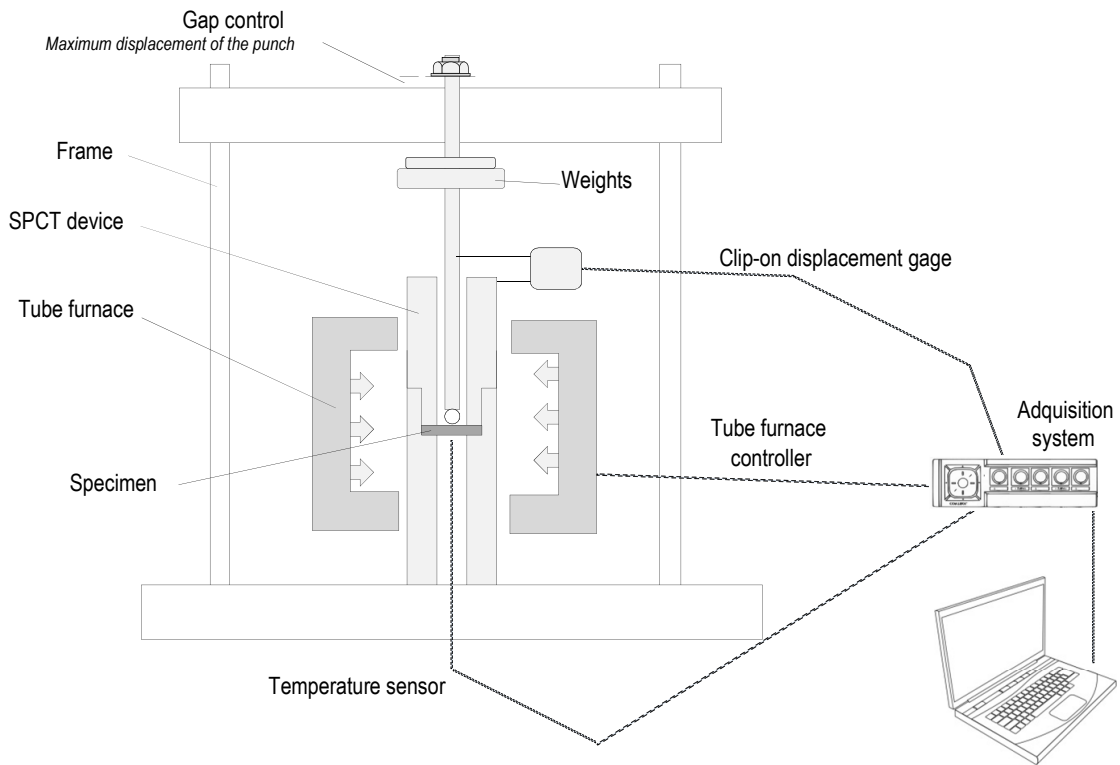
Los datos del ensayo SPCT se registran mediante una cadena de medida HBM, modelo Quantum X MX440A y el software Catman. Concretamente, durante el ensayo SPCT se registra el desplazamiento del punzón y el tiempo de ensayo hasta que se produzca la rotura de la probeta miniatura a temperatura constante.

El desplazamiento del punzón se registra con una precisión de  $1\mu m$ , empleado un extensómetro COD, modelo MTS 632.02 F-20.



**Figura 4.8.** *Equipo de ensayo SPCT.*





**Figura 4.9.** Esquema del sistema de medida y DAQ del ensayo SPCT.

Se ha definido como punto inicial del ensayo SPCT, aquel en el que se aplica todo el peso en la probeta y se registra toda la carga. Por su parte, el punto final del ensayo SPCT se ha definido como aquel en el que se ha producido la rotura de la probeta miniatura.

Para la realización de los ensayos SPCT también se ha desarrollado un programa experimental basado en el diseño de experimentos.

En este caso se han identificado dos parámetros de entrada: la carga del ensayo  $P(N)$  y la temperatura  $T(^{\circ}C)$ . La relación existente entre estos dos parámetros y el valor de la superficie de respuesta para cada variable de salida definida, se expresa cómo  $S_{respuesta} = f(T^*, P^*)$ , donde  $f$  se postula como modelo cuadrático de la forma expresada en la ecuación (4.5), donde  $T^*$  y  $P^*$  son las variables codificadas de  $T$  y  $P$  respectivamente.

$$f(T^*, P^*) = b_0 + b_1 T^* + b_2 P^* + b_{11} T^{*2} + b_{22} P^{*2} + b_{12} T^* P^* \quad (4.5)$$

Al igual que en el resto de ensayos realizados mediante el diseño de experimentos, se procede a la codificación de los parámetros para que varíen en el mismo intervalo.

Para cualquier valor real  $X_i$  de los parámetros variables de entrada, dicha codificación se ha realizado a través de la expresión (4.6), obteniendo el valor codificado  $x_i$  correspondiente:

$$x_i = \frac{2 \cdot 1 \cdot (X_i - \tilde{X}_i)}{X_{iNSup} - X_{iNInf}} \quad i = T^*, P^* \quad (4.6)$$

Donde  $X_{iNInf}$  es el valor real más bajo del factor  $i$ ,  $X_{iNSup}$  es el valor del nivel más alto del factor  $i$ , y  $\tilde{X}_i$  es la media entre los valores reales del nivel más alto y más bajo del factor  $i$ .

La determinación de los coeficientes de la función  $f(T^*, P^*)$  se ha realizado, de nuevo, mediante un diseño de experimentos cúbico central [134-136], utilizando el software NEMRODW [137] para la estimación de dichos coeficientes. Las principales características de este diseño son:

- Utilización de dos factores:  $T^*$  y  $P^*$ .
- Dominio cúbico, siendo el valor de la proyección del radio sobre el cubo  $R'=1$  para tres factores.
- Codificación de los intervalos de valores de los dos factores recogidos en la Tabla 4.5 para que varíen entre  $[-1,1]$  según la expresión (4.6)
- Matriz de experimentos composite, con tres niveles para cada factor (Tabla 4.6).
- Repeticiones en el punto central del dominio (Experimentos 9, 10, 11 y 12)
- Utilización del modelo cuadrático, definido por la expresión (4.5) para el ajuste de la superficie de respuesta.

En la Tabla 4.6, se incluye tanto la matriz de experimentos con las variables codificadas, como la matriz del plan de experimentación con los valores de los factores del diseño de experimentos propuestos ( $T$  y  $P$ ).

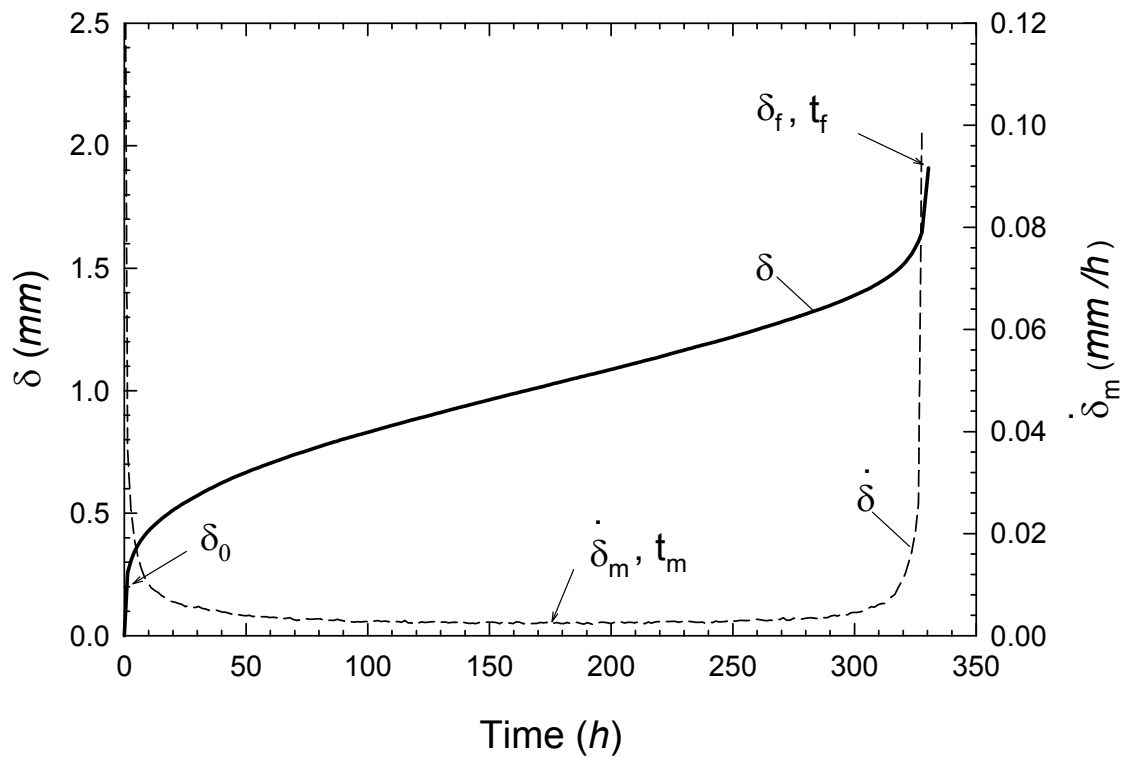
**Tabla 4.5.** *Parámetros de entrada considerados para el cálculo de la superficie de respuesta del ensayo SPCT.*

<b>Parámetros variables</b>	
Temperatura (°C)	[125, 175]
Carga (N)	[120, 220]

**Tabla 4.6.** *Diseño propuesto para obtener la superficie de respuesta.*

Nº Exp.	<b>Matriz de experimentos</b> (Variables codificadas)		<b>Plan de experimentación</b> (Variables reales)	
	$T^*$	$P^*$	$T(^{\circ}C)$	$P(N)$
1	-1	-1	125	120
2	1	-1	175	120
3	-1	1	125	220
4	1	1	175	220
5	-1	0	125	170
6	1	0	175	170
7	0	-1	150	120
8	0	1	150	220
9	0	0	150	170
10	0	0	150	170
11	0	0	150	170
12	0	0	150	170

Una vez realizados los ensayos SPCT del plan de experimentación según la Tabla 4.6, los valores de cada respuesta se han recogido en una tabla. Las variables de salida definidas para el ensayo SPCT son: ( $\delta_0$ ,  $\dot{\delta}_m$ ,  $t_m$ ,  $t_f$  y  $\delta$ ), donde  $\delta_0$  (mm) es el desplazamiento inicial del punzón, o la deflexión, justo en el instante después de aplicar la carga,  $\dot{\delta}_m$  (mm/h) es la velocidad mínima de deflexión o velocidad mínima de desplazamiento del punzón,  $t_m$  (h) es el tiempo en el cual se alcanza la velocidad mínima de deflexión,  $t_f$  (h) es el tiempo de fallo de la probeta y  $\delta_f$  (mm) es la deflexión alcanzada en el momento del fallo. El esquema de los parámetros aparece recogido en la Figura 4.10.



**Figura 4.10.** Esquema curva típica del ensayo SPCT.

Con esos valores y con la ayuda de NEMRODW, se han determinado los coeficientes de la función  $f(T^*, P^*)$  para cada una de las variables de salida.

# **CAPÍTULO 5**

## **RESULTADOS EXPERIMENTALES**

### **5.1 INTRODUCCIÓN**

Tal y como se ha comentado en capítulos anteriores, uno de los objetivos fundamentales de esta Tesis consiste en analizar la viabilidad del ensayo SPCT, para estimar las propiedades a creep del material estudiado. Para ello, en este capítulo se presentan los resultados del programa experimental propuesto para alcanzar los objetivos planteados y apoyarlos con el suficiente rigor.

Se recogen los resultados de los programas experimentales de los ensayos de tracción, UCT y SPCT basados en el diseño de experimentos y realizados según la metodología. Para cada diseño de experimentos, se presenta la ecuación de la superficie de respuesta calculada para cada una de las variables de salida definidas así como la influencia de los coeficientes en cada superficie de respuesta.

Además de los resultados experimentales obtenidos de los tres tipos de ensayos (Tracción, UCT y SPCT) y de las ecuaciones de las superficies de respuesta de los tres diseños de experimentos, se presenta el análisis fractográfico realizado de las probetas miniatura más representativas ensayadas mediante SPCT, con la finalidad de conocer el modo de fallo e identificar los mecanismos de fractura en el material.

Con el objetivo de conocer la evolución del daño en las probetas SPCT, incluido el inicio de rotura y su posterior avance hasta la rotura final, se muestran las fractografías obtenidas de una serie de ensayos SPCT interrumpidos.

## 5.2 RESULTADOS DEL PROGRAMA EXPERIMENTAL DE TRACCIÓN

En este apartado se presentan en primer lugar, algunas curvas representativas obtenidas de los ensayos de tracción definidos en el programa experimental. En la Figura 5.1 y Figura 5.2 se muestran las curvas tensión-deformación ingenieril y real, respectivamente. En estas curvas se aprecia la influencia de la temperatura y de la dirección de laminación en la resistencia a tracción  $\sigma_{uts}$  y en el alargamiento a rotura  $e_f$  del material.

Concretamente se observa que en el material estudiado, la resistencia a tracción disminuye con el aumento de la temperatura, a la vez que el alargamiento a rotura aumenta paralelamente a temperaturas intermedias.

En segundo lugar, una vez realizados cada uno de los ensayos de tracción del plan experimentación según la Tabla 4.2, los valores de cada respuesta se han recogido en la Tabla 5.1. En este caso, las respuestas son los parámetros característicos del ensayo de tracción ( $E$ ,  $\sigma_{0.2}$ ,  $\sigma_{uts}$  y  $e_f$ ).

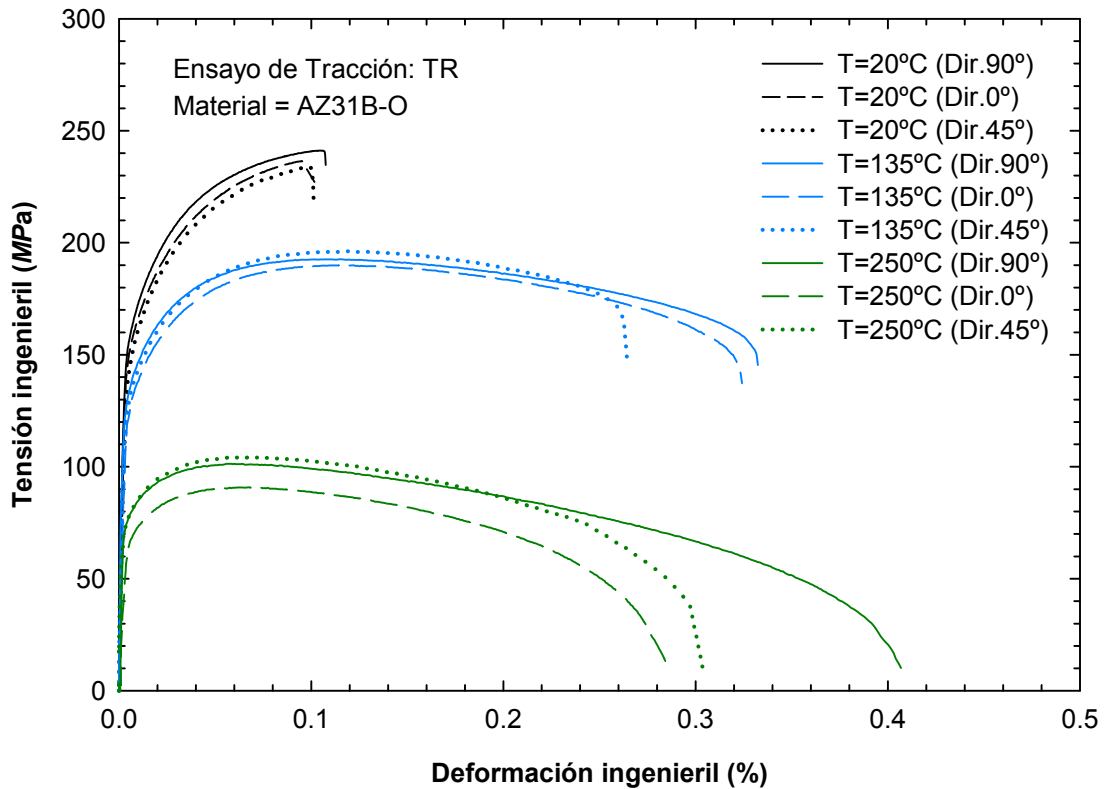


Figura 5.1. Curvas tensión-deformación ingenieril de AZ31B-O.

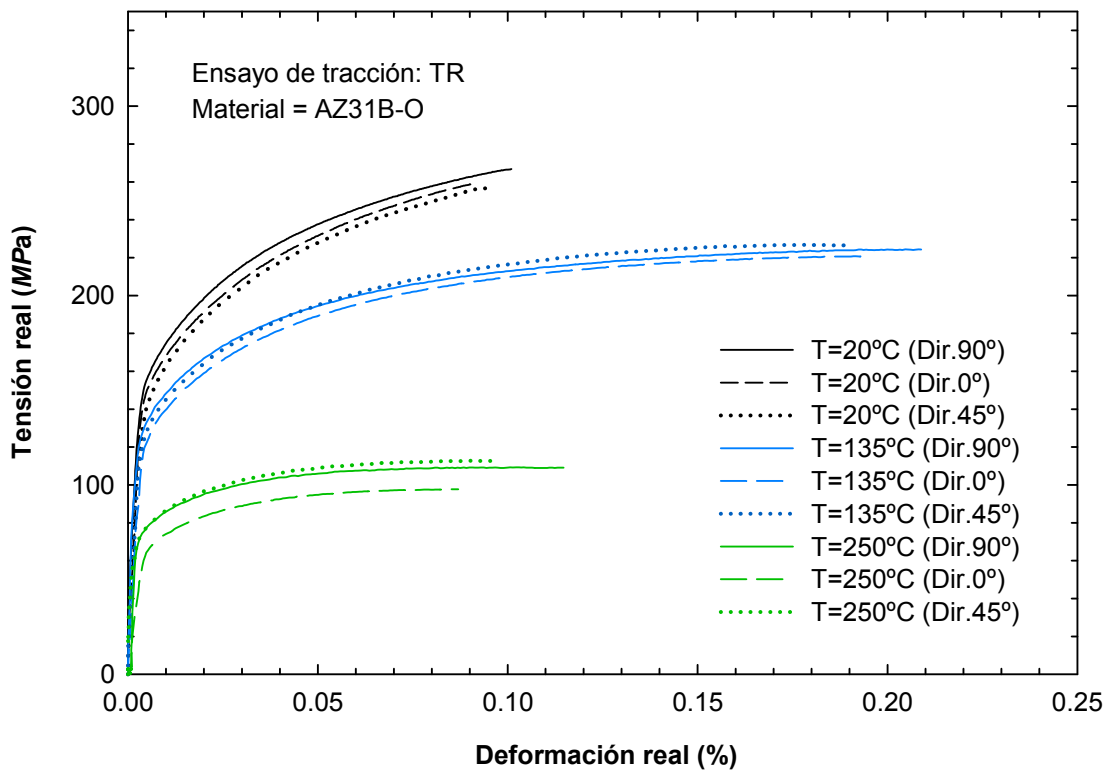


Figura 5.2. Curva tensión-deformación real de AZ31B-O.

**Tabla 5.1.** Valores de respuesta obtenidas de las variables de salida.

<b>Plan de experimentación</b> (Variables reales)				<b>Respuestas</b>			
Nº Exp.	$T$ (°C)	$V$ (mm/min)	$D$ (°)	$E$ (MPa)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	$\sigma_{uts}$ (MPa)	$e_f$ (%)
1	20	1	90	42939	158.7	241.2	0.108
2	250	1	90	29396	77.8	101.3	0.407
3	20	3	90	48055	163.3	242.5	0.123
4	250	3	90	26640	79.7	103.8	0.425
5	20	1	0	36101	155.7	236.4	0.102
6	250	1	0	12897	69.9	90.8	0.286
7	20	3	0	79390	153.3	243.9	0.122
8	250	3	0	36264	71.2	98.0	0.383
9	20	2	45	37478	145.9	233.7	0.101
10	250	2	45	20504	80.5	104.3	0.304
11	135	1	45	42525	121.5	178.7	0.292
12	135	3	45	37015	132.3	196.2	0.264
13	135	2	90	36493	137.2	192.7	0.332
14	135	2	0	27582	130.8	189.9	0.324
15	135	2	45	26143	130.7	184.5	0.279
16	135	2	45	28003	131.3	194.3	0.293
17	135	2	45	38075	129.8	195.4	0.318

Como se ha comentado en el capítulo anterior, una vez obtenidos estos valores, con la ayuda de NEMRODW, se han determinado los coeficientes de la función  $f(T^*, V^*, D^*)$ , los cuales se muestran en la Tabla 5.2.



**Tabla 5.2.** Coeficientes de la función  $f(T^*, V^*, D^*)$  (variables codificadas).

<i>Respuestas</i>								
	$E(MPa)$		$\sigma_{0.2}(MPa)$		$\sigma_{uts}(MPa)$		$e_f(\%)$	
Coef.	Valor	Signific.	Valor	Signific.	Valor	Signific.	Valor	Signific.
$b_0$	30820.9	< 0.01 ***	125.7	< 0.01 ***	190.32	< 0.01 ***	0.2901	< 0.01 ***
$b_1$	-11826.2	0.174 **	-39.11	< 0.01 ***	-69.95	< 0.01 ***	0.1249	< 0.01 ***
$b_2$	6350.6	3.37 *	1.58	2.10 *	3.6	8.0	0.0122	20.4
$b_3$	871.1	72.8	-3.25	0.442 **	-2.25	24.2	-0.0178	8.0
$b_{11}$	-1890.3	69.7	-15.55	0.0820 ***	-20.51	0.0527 ***	-0.0826	0.174 **
$b_{22}$	8888.6	9.8	-0.8	3.50 *	-2.062	56.4	-0.0071	68.6
$b_{33}$	1156.1	81.1	5.05	0.949 **	1.788	61.5	0.0429	3.82 *
$b_{12}$	-3474.2	23.8	-0.075	68.6	0.112	95.6	0.01	33.9
$b_{13}$	-3921.5	18.9	-0.175	25.2	-1.612	44.0	-0.0195	8.5
$b_{23}$	8037	2.04 *	-0.525	7.1	1.362	51.1	0.0105	31.7

Al 99% de confianza, los coeficientes significativos para la función  $f(T^*, V^*, D^*)$  son los que se han marcado con asteriscos en función del grado de significación, siendo los más significativos, por ejemplo para la superficie de respuesta del  $E(MPa)$ , los coeficientes  $b_0$ ,  $b_1$ ,  $b_2$  y  $b_{23}$ . Para la superficie de respuesta de  $\sigma_{0.2}(MPa)$  los coeficientes más significativos son  $b_0$ ,  $b_1$ ,  $b_{11}$ ,  $b_3$ ,  $b_{33}$ ,  $b_2$  y  $b_{22}$ . Para la superficie de respuesta  $\sigma_{uts}(MPa)$  son  $b_0$ ,  $b_1$  y  $b_{11}$  y para la superficie de repuesta del  $e_f(\%)$  son  $b_0$ ,  $b_1$ ,  $b_{11}$  y  $b_{33}$ .

Los coeficientes que no son significativos, contribuyen a curvar correctamente la superficie de respuesta, por lo que no es conveniente eliminarlos de la función  $f(T^*, V^*, D^*)$ .

Como se observa en la Tabla 5.2, aunque cada superficie de respuesta tiene sus propios coeficientes significativos, para todas ellas ( $E$ ,  $\sigma_{0.2}$ ,  $\sigma_{uts}$  y  $e_f$ ), los coeficientes  $b_0$  y

$b_1$  son los más significativos, lo cual quiere decir que la temperatura (coeficiente  $b_1$ ) es el parámetro más influyente de las cuatro superficies de respuesta obtenidas.

Analizando con mayor profundidad, para la superficie de respuesta  $E(MPa)$ , los valores de la Tabla 5.2 se puede concluir que un aumento de la temperatura equivaldría a una disminución en el valor de  $E(MPa)$ , al ser el coeficiente  $b_1$  negativo. El segundo factor más influyente es la velocidad de ensayo  $V^*$ , donde un aumento de este factor equivaldría a un aumento de  $E(MPa)$ , ya que su coeficiente  $b_2$  es positivo.

Para la superficie de respuesta de  $\sigma_{0.2}(MPa)$ , además de la temperatura otro de los parámetros más influyentes es la dirección de laminación. Los coeficientes  $b_1$  y  $b_{11}$  al ser negativos hacen que un aumento de la temperatura provoque una disminución de  $\sigma_{0.2}(MPa)$  y por otro lado los coeficientes  $b_3$  y  $b_{33}$ , al ser positivos, hacen que un aumento de la dirección de laminación se traduzca en un aumento de  $\sigma_{0.2}(MPa)$ .

Para la superficie de respuesta de  $\sigma_{us}(MPa)$  únicamente es la temperatura el factor más influyente. Al ser negativos los coeficientes  $b_1$  y  $b_{11}$ , hacen que un aumento de la temperatura provoque una disminución de  $\sigma_{us}(MPa)$ . Sin embargo, para la superficie de respuesta de  $e_f(\%)$  además de la temperatura, el segundo factor más influyente es la dirección de laminación. Al ser el coeficiente  $b_{33}$  positivo hace que un aumento de la dirección de laminación provoque un aumento en  $e_f(\%)$ .

A partir de la función  $f(T^*, V^*, D^*)$  que ajusta adecuadamente los valores de cada superficie de respuesta obtenida en el diseño, es posible determinar el valor de  $E(MPa)$ ,  $\sigma_{0.2}(MPa)$ ,  $\sigma_{us}(MPa)$  y  $e_f(\%)$ , para cualquier combinación de valores de los parámetros  $T$ ,  $V$  y  $D$ , previa codificación, siempre y cuando nos encontremos dentro del dominio cúbico definido anteriormente para este diseño. Las expresiones de la (5.1) a la (5.4) representan las cuatro superficies de respuesta ( $E(MPa)$ ,  $\sigma_{0.2}(MPa)$ ,  $\sigma_{us}(MPa)$  y  $e_f(\%)$ ) obtenidas a partir de los coeficientes de la Tabla 5.2.

$$\begin{aligned}
f(T^*, V^*, D^*)_{E(MPa)} &= 30820.91 - 11826.2T^* + 6350.6V^* + 871.1D^* \\
&\quad - 1890.3521T^{*2} + 8888.6479V^{*2} + 1156.1479D^{*2} \\
&\quad - 3474.25T^*V^* - 3921.5T^*D^* + 8037V^*D^*
\end{aligned} \tag{5.1}$$

$$\begin{aligned}
f(T^*, V^*, D^*)_{\sigma_{0.2}(MPa)} &= 125.7 - 39.11T^* + 1.58V^* - 3.25D^* - 15.55T^{*2} - 0.8V^{*2} \\
&\quad + 5.05D^{*2} - 0.075T^*V^* - 0.175T^*D^* - 0.525V^*D^*
\end{aligned} \tag{5.2}$$

$$\begin{aligned}
f(T^*, V^*, D^*)_{\sigma_{uts}(MPa)} &= 190.3211 - 69.95T^* + 3.6V^* - 2.25D^* \\
&\quad - 20.512T^{*2} - 2.062V^{*2} + 1.788D^{*2} + 0.1125T^*V^* \\
&\quad - 1.6125T^*D^* + 1.3625V^*D^*
\end{aligned} \tag{5.3}$$

$$\begin{aligned}
f(T^*, V^*, D^*)_{\epsilon_f(\%)} &= 0.2901 + 0.1249T^* + 0.0122V^* - 0.0178D^* \\
&\quad - 0.0826T^{*2} - 0.0071V^{*2} + 0.0429D^{*2} + 0.01T^*V^* \\
&\quad - 0.0195T^*D^* + 0.0105V^*D^*
\end{aligned} \tag{5.4}$$

### 5.3 RESULTADOS DEL PROGRAMA EXPERIMENTAL UCT

En este apartado, se presentan una comparativa de las curvas más representativas obtenidas de los ensayos UCT definidos en el programa experimental.

En primer lugar se muestra, para cada una de las tres temperaturas de ensayo (Figura 5.3, Figura 5.4 y Figura 5.5) la influencia del nivel de tensión aplicada y de la dirección de laminación con el tiempo de fallo  $t_f$  y con la deformación final alcanzada  $\epsilon_f$ .

En segundo lugar, se muestra, para cada uno de los tres niveles de tensión de ensayo (Figura 5.6, Figura 5.7 y Figura 5.8), la influencia de la temperatura y la dirección de laminación, también con el tiempo de fallo  $t_f$  y con la deformación final alcanzada  $\epsilon_f$  en el ensayo UCT.

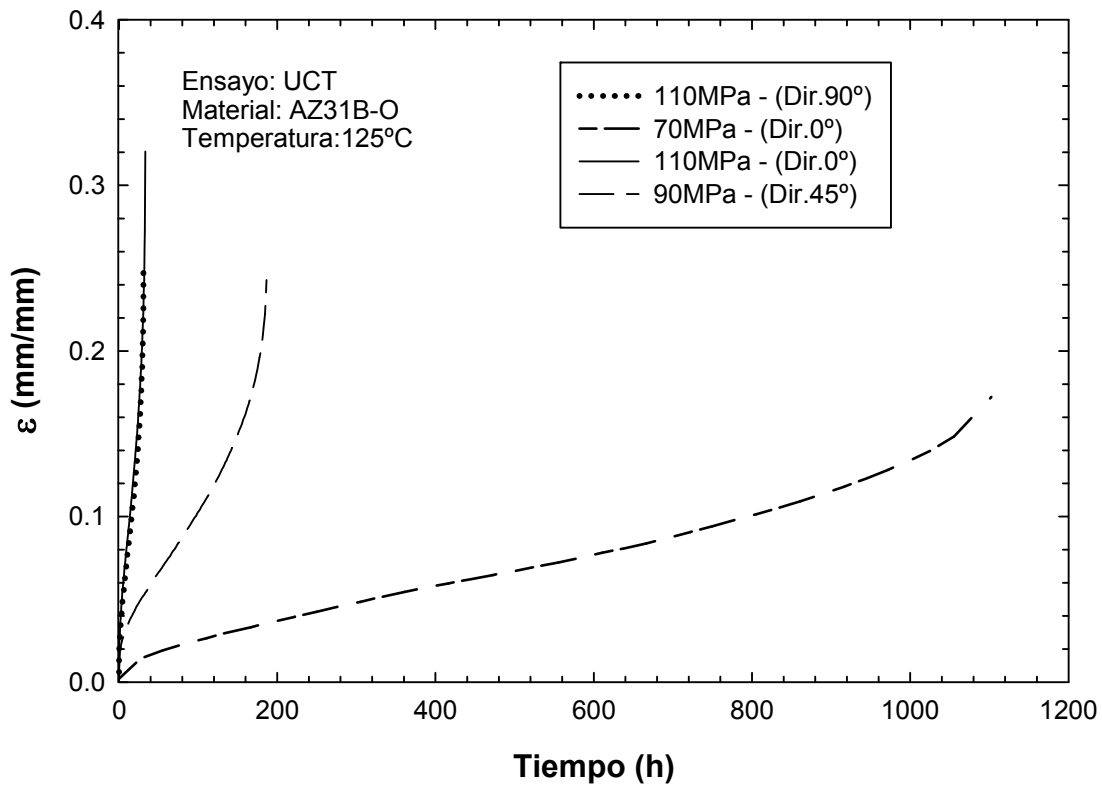


Figura 5.3. Curvas  $\varepsilon - t$  del ensayo UCT a diferente tensión para  $T = 125^\circ\text{C}$ .

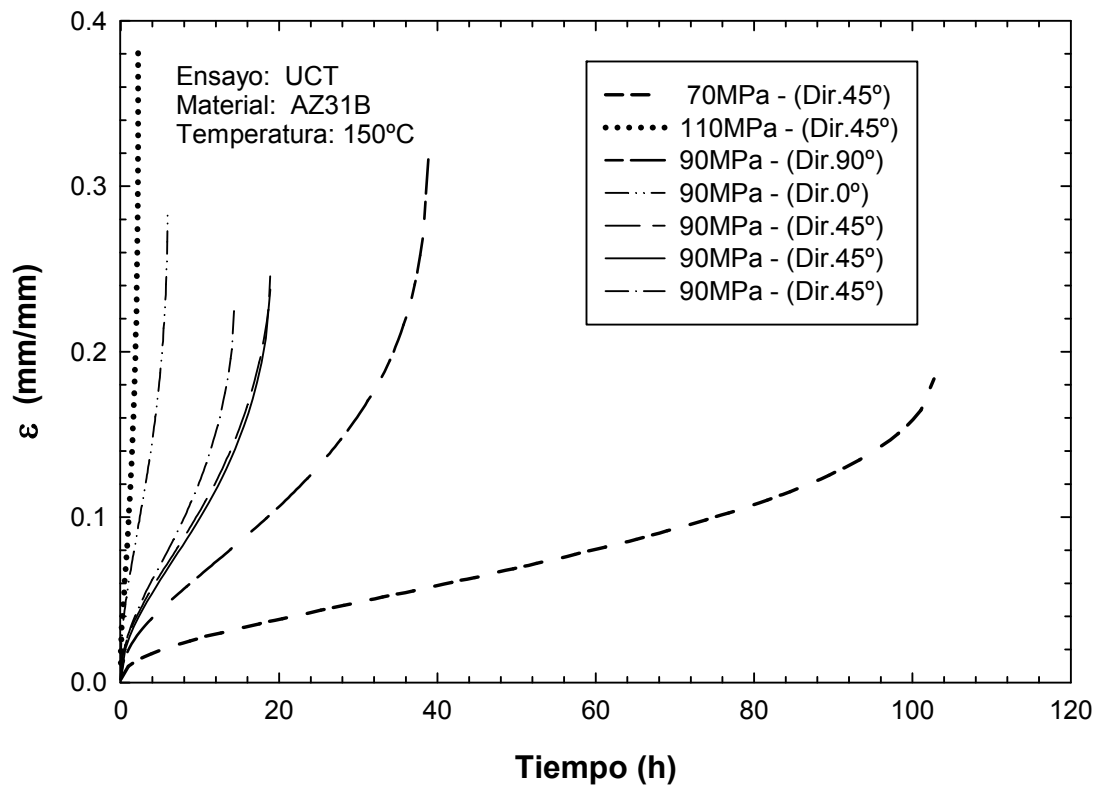


Figura 5.4. Curvas  $\varepsilon - t$  del ensayo UCT a diferente tensión para  $T = 150^\circ\text{C}$ .

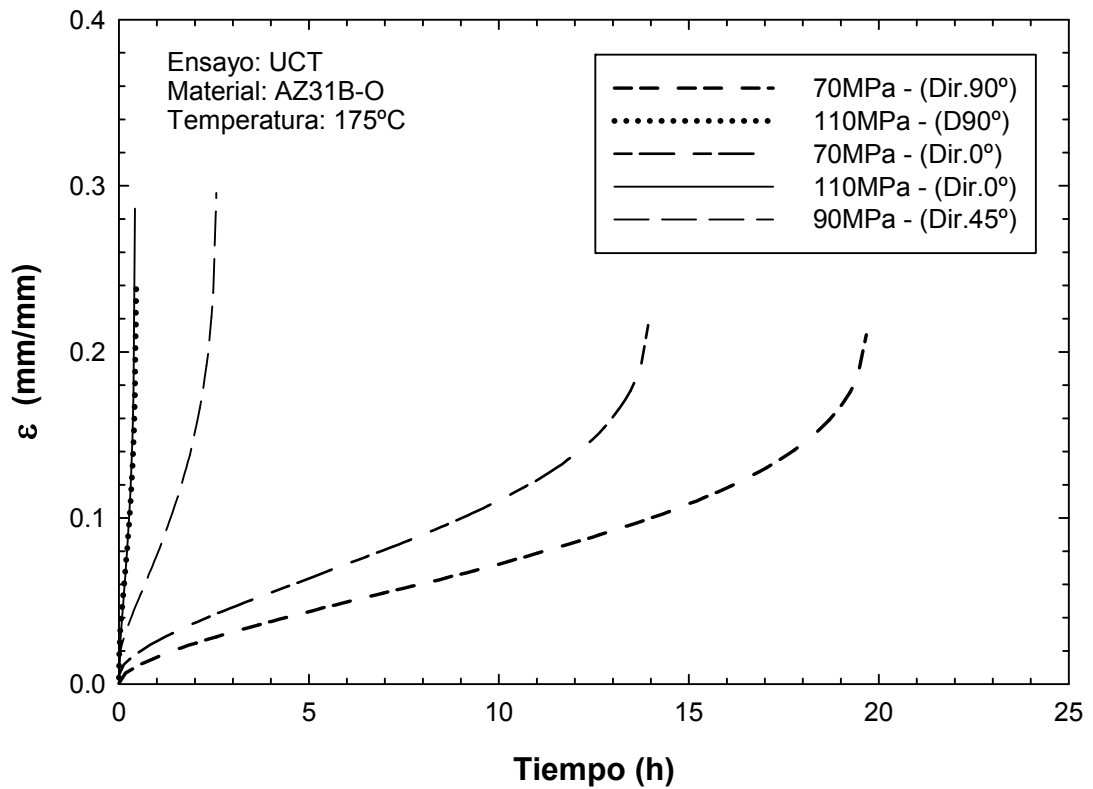


Figura 5.5. Curvas  $\varepsilon - t$  del ensayo UCT a diferente tensión para  $T = 175^\circ\text{C}$ .

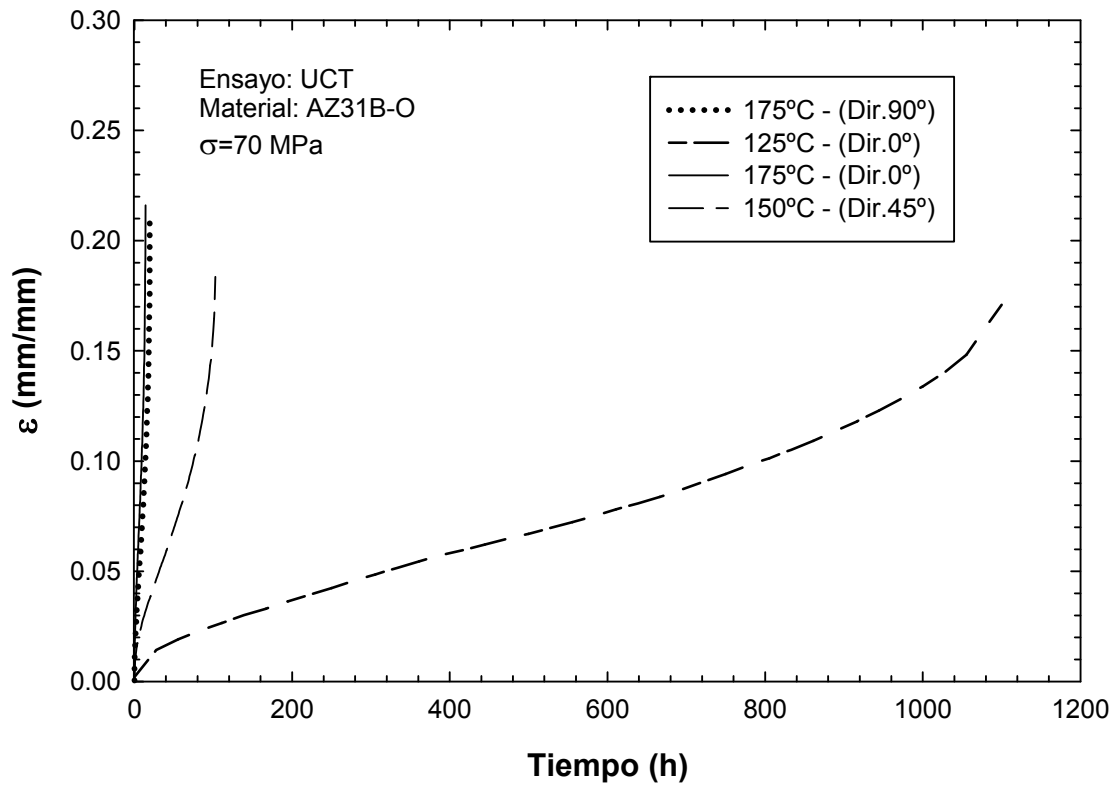


Figura 5.6. Curvas  $\varepsilon - t$  del ensayo UCT a diferente temperatura para  $\sigma = 70 \text{ MPa}$ .

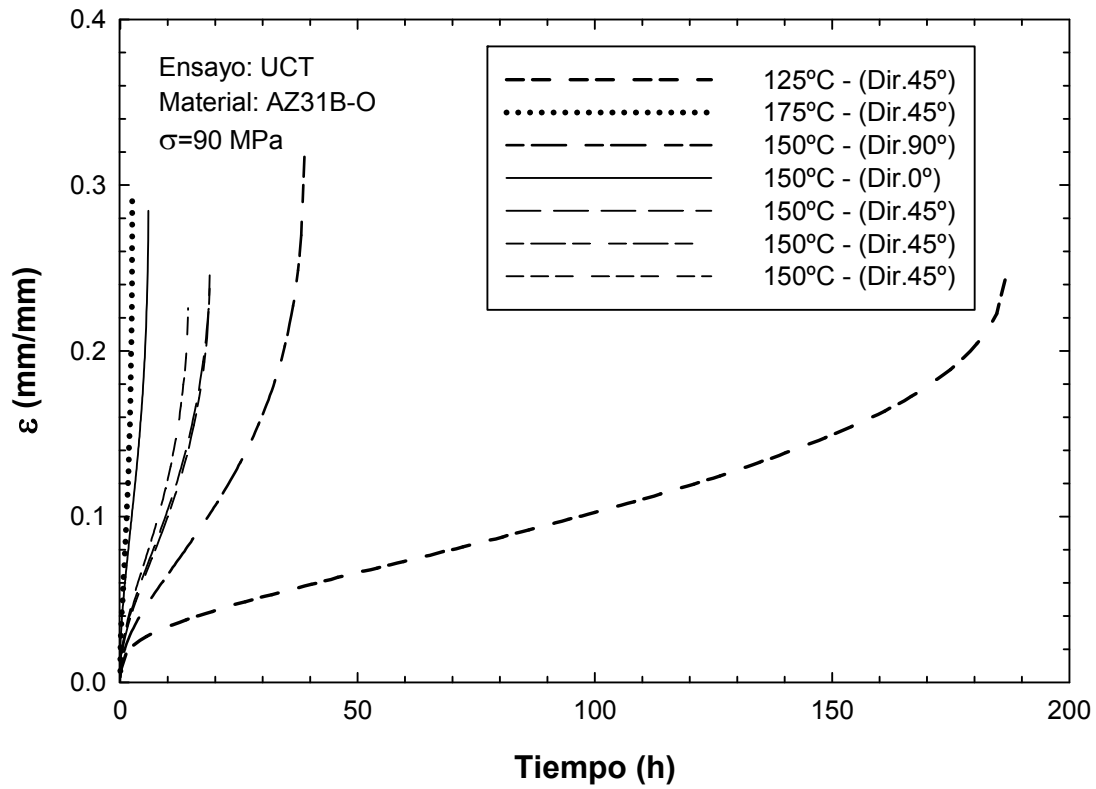


Figura 5.7. Curvas  $\varepsilon - t$  del ensayo UCT a diferente temperatura para  $\sigma = 90$ MPa .

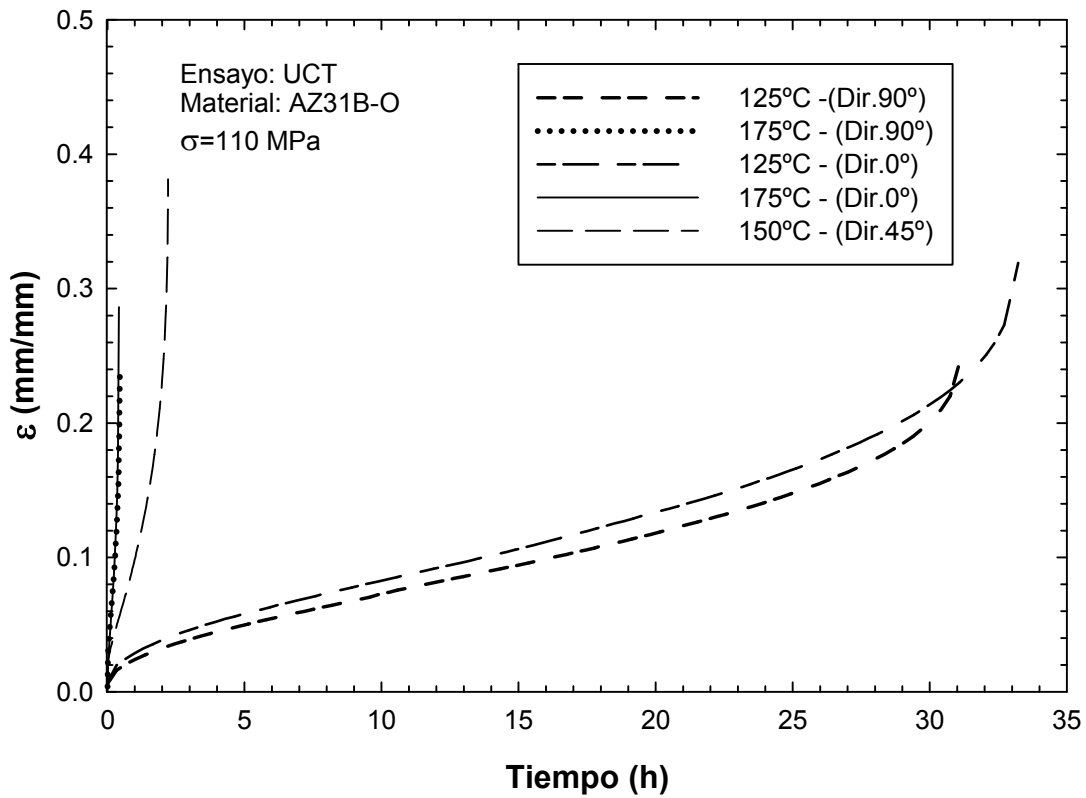


Figura 5.8. Curvas  $\varepsilon - t$  del ensayo UCT a diferente temperatura para  $\sigma = 110$ MPa .

Como se puede observar en las curvas de la Figura 5.3 a la Figura 5.8, para una misma temperatura  $T = cte.$ , a medida que incrementa el nivel de tensión aplicada en los ensayos UCT, incrementa la pendiente de la curva  $\dot{\varepsilon} = d\varepsilon/dt$  y disminuye el valor del  $t_f$ . Análogamente, para un mismo nivel de tensión aplicada  $\sigma = cte.$ , a medida que incrementa la temperatura, incrementa la pendiente de la curva  $\dot{\varepsilon} = d\varepsilon/dt$  y disminuye el valor del  $t_f$ .

A temperaturas bajas  $T = 125^\circ C$  (Figura 5.3), se observa que para un mismo nivel de tensión aplicado  $\sigma = 110 MPa$ , el tiempo de fallo  $t_f$  es similar aunque incrementa algo más en la dirección de laminación longitudinal ( $0^\circ$ ) que en la transversal ( $90^\circ$ ). Igualmente, la deformación final alcanzada en el instante de fallo del material  $\varepsilon_f$  incrementa más en la dirección de laminación longitudinal ( $0^\circ$ ) que en la transversal ( $90^\circ$ ).

A temperaturas intermedias  $T = 150^\circ C$  (Figura 5.4), se observa que para un mismo nivel de tensión aplicado  $\sigma = 90 MPa$ , el tiempo de fallo en función de la dirección de laminación es  $t_f(90^\circ) > t_f(45^\circ) > t_f(0^\circ)$ , sin embargo el valor de la deformación final alcanzada en el instante de fallo también en función de la dirección de laminación, es  $\varepsilon_f(90^\circ) > \varepsilon_f(0^\circ) > \varepsilon_f(45^\circ)$ .

Para temperaturas elevadas  $T = 175^\circ C$  (Figura 5.5), se observa que para un mismo nivel de tensión aplicado  $\sigma = 70 MPa$ , el tiempo de fallo en función de la dirección de laminación es  $t_f(90^\circ) > t_f(0^\circ)$  y el valor de la deformación final alcanzada en el instante de fallo también en función de la dirección de laminación es  $\varepsilon_f(90^\circ) \approx \varepsilon_f(0^\circ)$ . Sin embargo, si el mismo nivel de tensión aplicado es más elevado  $\sigma = 110 MPa$ , aunque los tiempos de fallo son similares, el valor de  $t_f$  en función de la dirección de laminación es  $t_f(90^\circ) > t_f(0^\circ)$  y el valor de deformación final alcanzada en el instante del fallo es  $\varepsilon_f(0^\circ) > \varepsilon_f(90^\circ)$ .

Al igual que en el diseño de experimentos del ensayo de tracción, una vez realizados cada uno de los ensayos UCT del plan de experimentación según la Tabla 4.4, los valores de cada respuesta se han recogido en la Tabla 5.3.

**Tabla 5.3.** Valores de respuesta obtenidas de las variables de salida en UCT.

N° Exp.	<b>Plan de experimentación</b> (Variables reales)			<b>Respuestas</b>				
	$\sigma$ (MPa)	$T$ (°C)	D (°)	$\varepsilon_0$ (mm/mm)	$t_f$ (h)	$\dot{\varepsilon}_m$ (1/h)	$t_m$ (h)	$\varepsilon_f$ (mm/mm)
1	70	125	0	0.00224	1102.6	0.00008	472.2	0.1723
2	70	175	0	0.00250	13.9	0.00819	3.3	0.2126
3	110	125	0	0.00343	33.2	0.00462	9.7	0.3156
4	110	175	0	0.00384	0.4	0.28919	0.1	0.2863
5	70	125	90	0.00189	3221.4	0.00004	1076.8	0.1649
6	70	175	90	0.00253	19.7	0.00536	7.2	0.2129
7	110	125	90	0.00311	31.2	0.00417	11.1	0.2500
8	110	175	90	0.00388	0.5	0.25903	0.1	0.2416
9	90	125	45	0.00277	186.5	0.00060	50.0	0.2428
10	90	175	45	0.00339	2.6	0.05417	0.7	0.2912
11	70	150	45	0.00245	102.7	0.00099	25.0	0.1841
12	110	150	45	0.00371	2.2	0.07025	0.3	0.3704
13	90	150	0	0.00303	5.9	0.02691	2.8	0.2754
14	90	150	90	0.00288	38.9	0.00400	11.1	0.3168
15	90	150	45	0.00302	18.9	0.00734	6.7	0.2434
16	90	150	45	0.00300	18.9	0.00725	7.2	0.2375
17	90	150	45	0.00306	14.3	0.00874	4.4	0.2244

En este caso, las respuestas para el ensayo UCT han sido: ( $\varepsilon_0$ ,  $t_f$ ,  $\dot{\varepsilon}_m$ ,  $t_m$  y  $\varepsilon_f$ ). Como se ha indicado en la Figura 4.7 del capítulo anterior, en la curva típica para el ensayo UCT,  $\varepsilon_0$  (mm/mm), es la deformación inicial de la probeta correspondiente a la parte elástica,  $t_f$  (h) es el tiempo de fallo,  $\dot{\varepsilon}_m$  (1/h) es la velocidad mínima de deformación,  $t_m$  (h) es el tiempo en el que se alcanza  $\dot{\varepsilon}_m$  y  $\varepsilon_f$  (mm/mm) es la deformación alcanzada cuando rompe la probeta.

Una vez obtenidos estos valores, con la ayuda de NEMRODW, se han obtenido los coeficientes de la función  $f(\sigma^*, T^*, D^*)$ , los cuales se muestran en la Tabla 5.4.



**Tabla 5.4.** Coeficientes de la función  $f(\sigma^*, V^*, D^*)$  (variables codificadas).

<b>Respuestas</b>						
	$\varepsilon_0$		$\ln(t_f)$		$\ln(\dot{\varepsilon}_m)$	
Coef.	Valor	Signific.	Valor	Signific.	Valor	Signific.
$b_0$	0.0030586	< 0.01 ***	2.7515140	< 0.01 ***	-4.8981442	< 0.01 ***
$b_1$	0.0002679	< 0.01 ***	-2.2336117	< 0.01 ***	2.2275982	< 0.01 ***
$b_2$	0.0006373	< 0.01 ***	-1.9223821	< 0.01 ***	2.0388931	< 0.01 ***
$b_3$	-0.0000749	0.467 **	0.3318490	9.7	-0.1821798	1.75 *
$b_{11}$	0.0000003	99.2	0.4048211	18.7	-0.2407684	3.45 *
$b_{22}$	-0.0000007	98.0	0.0352171	90.1	0.1386531	15.8
$b_{33}$	-0.0001257	0.382 **	0.0410186	88.5	-0.3849811	0.778 **
$b_{12}$	0.0000353	12.6	0.1111669	59.2	-0.1547482	3.59 *
$b_{13}$	0.0000919	0.362 **	-0.0718099	72.7	0.0414968	47.9
$b_{23}$	0.0000059	77.6	-0.1741729	40.9	0.1220062	7.5
<b>Respuestas</b>						
	$\ln(t_m)$		$\ln(\varepsilon_f)$			
Coef.	Valor	Signific.	Valor	Signific.		
$b_0$	1.5271411	0.0171 ***	-1.3372206	0.0182 ***		
$b_1$	-2.3599431	< 0.01 ***	0.0515202	8.5		
$b_2$	-2.0820183	< 0.01 ***	0.2144023	0.560 **		
$b_3$	0.3405336	8.5	-0.0305242	19.9		
$b_{11}$	0.4424768	14.7	-0.0707214	11.2		
$b_{22}$	-0.3622622	22.2	-0.0888214	7.6		
$b_{33}$	0.3835913	19.9	0.0342586	31.7		
$b_{12}$	0.0741951	71.2	-0.0745378	5.8		
$b_{13}$	0.0128767	94.9	0.0135828	54.4		
$b_{23}$	-0.1470337	47.3	-0.0450197	13.8		

A la hora de calcular los coeficientes para cada superficie de respuesta, las variables o respuestas de tiempo, las que dependen del tiempo, como la velocidad de deformación mínima  $\dot{\varepsilon}_m$  y la variable deformación final  $\varepsilon_f$ , se han normalizado tomando logaritmos neperianos de esas mismas variables. Esto se ha realizado para que sigan una distribución normal, quedando finalmente las variables a analizadas como:  $(\varepsilon_0, \text{Ln}(t_f), \text{Ln}(\dot{\varepsilon}_m), \text{Ln}(t_m)$  y  $\text{Ln}(\varepsilon_f))$ .

Al 99% de confianza, los coeficientes significativos para la función  $f(\sigma^*, T^*, D^*)$  son los que se han marcado con asteriscos en función del grado de significación, siendo los más significativos, por ejemplo para la superficie de respuesta del  $\varepsilon_0$  (mm/mm), los coeficientes  $b_0, b_1, b_2$  y  $b_{33}$ . En la superficie de respuesta de  $\text{Ln}(t_f)$  los coeficientes más significativos son  $b_0, b_1$  y  $b_2$ . Para la superficie de respuesta  $\text{Ln}(\dot{\varepsilon}_m)$  los coeficientes más significativos son  $b_0, b_1, b_2, b_{33}, b_3, b_{11}$  y  $b_{12}$ . Para la superficie de repuesta de  $\text{Ln}(t_m)$  los coeficientes más significativos son  $b_0, b_1$ , y  $b_2$ . Finalmente, en la superficie de respuesta de  $\text{Ln}(\varepsilon_f)$  los coeficientes más significativos son  $b_0$  y  $b_2$ .

Como se ha comentado anteriormente en el apartado 5.2, los coeficientes que no son significativos, contribuyen a curvar correctamente la superficie de respuesta, por lo que no es conveniente eliminarlos de la función  $f(\sigma^*, T^*, D^*)$ .

Como se observa en la Tabla 5.4, aunque cada superficie de respuesta tiene unos coeficientes significativos, para las cinco superficies de respuesta analizadas ( $\varepsilon_0, \text{Ln}(t_f), \text{Ln}(\dot{\varepsilon}_m), \text{Ln}(t_m)$  y  $\text{Ln}(\varepsilon_f)$ ) los coeficientes  $b_0, b_1$  y  $b_2$  son los más significativos, lo cual quiere decir que la tensión y la temperatura son los parámetros más influyentes para las cinco superficies de respuesta obtenidas. En el caso de la dirección de laminación, sus coeficientes son significativos para las superficies de respuesta de  $\varepsilon_0$  y  $\text{Ln}(\dot{\varepsilon}_m)$ .

Analizando con mayor profundidad los valores de la Tabla 5.4 podemos concluir, para la superficie de respuesta  $\varepsilon_0$ , que un aumento de la tensión y/o la temperatura equivaldría a un aumento en el valor de  $\varepsilon_0$ , al ser los coeficientes de  $T^*$  y  $\sigma^*$  positivos.

En cuanto a la dirección de laminación, un aumento de esta equivaldría a una disminución de  $\varepsilon_0$ , al ser el coeficiente de  $D^*$  negativo.

Para la superficie de respuesta  $Ln(t_f)$ , al contrario que para  $\varepsilon_0$ , un aumento la tensión y/o la temperatura supondría una disminución de  $Ln(t_f)$ , ya que sus coeficientes son negativos

Para la superficie de respuesta  $Ln(\dot{\varepsilon}_m)$  además de la tensión y la temperatura, también es influyente la dirección de laminación. Al aumentar la tensión y/o la temperatura provocan un aumento de la superficie de respuesta  $Ln(\dot{\varepsilon}_m)$ , al ser los coeficientes de  $\sigma^*$  y  $T^*$  positivos. Sin embargo, un aumento de la dirección de laminación provoca una disminución de  $Ln(\dot{\varepsilon}_m)$  al ser el coeficiente  $b_{33}$  negativo.

La superficie de respuesta de  $Ln(t_m)$  se comporta del mismo modo que la de  $Ln(t_f)$ . Sin embargo, para la superficie de respuesta de  $Ln(\varepsilon_f)$  un aumento de la temperatura produciría un aumento de  $Ln(\varepsilon_f)$  ya que el coeficiente  $b_2$  es positivo.

A partir de la función  $f(\sigma^*, T^*, D^*)$ , que ajusta adecuadamente los valores de cada superficie de respuesta obtenida en el diseño, es posible determinar el valor de  $\varepsilon_0$  (mm/mm),  $t_f$  (h),  $\dot{\varepsilon}_m$  (1/h),  $t_m$  (h) y  $\varepsilon_f$  (mm/mm), para cualquier combinación de valores de los parámetros  $\sigma$ ,  $T$  y  $D$ , previa codificación, siempre y cuando nos encontremos dentro del dominio cúbico definido anteriormente para este diseño.

Las expresiones de la (5.6) a la (5.10) representan las cinco superficies de respuesta  $\varepsilon_0$ ,  $Ln(t_f)$ ,  $Ln(\dot{\varepsilon}_m)$ ,  $Ln(t_m)$  y  $Ln(\varepsilon_f)$  obtenidas a partir de los coeficientes de la Tabla 5.4.

$$\begin{aligned}
f(\sigma^*, T^*, D^*)_{\varepsilon_0} &= 0.0030586 + 0.0002679\sigma^* + 0.0006373T^* - 0.0000749D^* \\
&+ 0.0000003\sigma^{*2} - 0.0000007T^{*2} - 0.0001257D^{*2} \\
&+ 0.0000353\sigma^*T^* + 0.0000919\sigma^*D^* + 0.0000059T^*D^*
\end{aligned} \tag{5.6}$$

$$\begin{aligned}
f(\sigma^*, T^*, D^*)_{Ln(t_f)} &= 2.7515140 - 2.233611\sigma^* - 1.9223821T^* + 0.3318490D^* \\
&+ 0.4048211\sigma^{*2} + 0.0352171T^{*2} + 0.0410186D^{*2} \\
&+ 0.1111669\sigma^*T^* - 0.0718099\sigma^*D^* - 0.1741729T^*D^*
\end{aligned} \tag{5.7}$$

$$\begin{aligned}
f(\sigma^*, T^*, D^*)_{Ln(\dot{\varepsilon}_m)} &= -4.8981442 + 2.227598\sigma^* + 2.038893T^* - 0.182179D^* \\
&- 0.2407684\sigma^{*2} + 0.1386531T^{*2} - 0.3849811D^{*2} \\
&- 0.1547482\sigma^*T^* + 0.0414968\sigma^*D^* + 0.1220062T^*D^*
\end{aligned} \tag{5.8}$$

$$\begin{aligned}
f(\sigma^*, T^*, D^*)_{Ln(t_m)} &= 1.527141 - 2.3599431\sigma^* - 2.082018T^* + 0.3405336D^* \\
&+ 0.4424768\sigma^{*2} - 0.3622622T^{*2} + 0.3835913D^{*2} \\
&+ 0.0741951\sigma^*T^* + 0.0128767\sigma^*D^* - 0.1470337T^*D^*
\end{aligned} \tag{5.9}$$

$$\begin{aligned}
f(\sigma^*, T^*, D^*)_{Ln(\varepsilon_f)} &= -1.337220 + 0.051520\sigma^* + 0.214402T^* - 0.030524D^* \\
&- 0.0707214\sigma^{*2} - 0.0888214T^{*2} + 0.0342586D^{*2} \\
&- 0.0745378\sigma^*T^* + 0.0135828\sigma^*D^* - 0.0450197T^*D^*
\end{aligned} \tag{5.10}$$

## 5.4 RESULTADOS DEL PROGRAMA EXPERIMENTAL SPCT

En este apartado se presentan las curvas más representativas obtenidas de los ensayos SPCT definidos en el programa experimental. En primer lugar se muestra, para cada una de las tres temperaturas de ensayo (Figura 5.9, Figura 5.10 y Figura 5.11) la influencia del nivel de carga aplicada en el ensayo SPCT con el tiempo de fallo  $t_f$  y con el valor del desplazamiento del punzón alcanzado  $\delta = \delta_f - \delta_0$ . En segundo lugar, se muestra, para cada uno de los tres niveles de carga aplicado en el ensayo SPCT (Figura 5.12, Figura 5.13 y Figura 5.14), la influencia de la temperatura con el tiempo de fallo  $t_f$  y con el valor del desplazamiento del punzón alcanzado  $\delta = \delta_f - \delta_0$ .

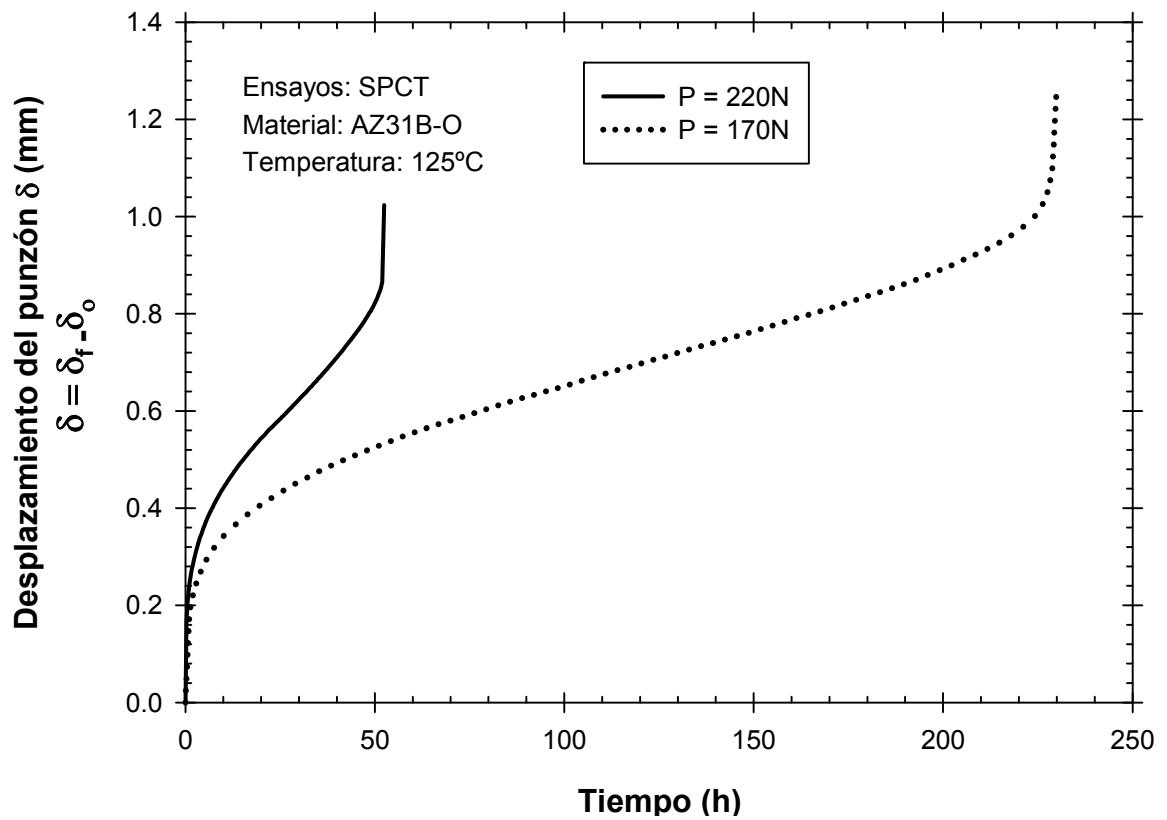


Figura 5.9. Curvas  $\delta - t$  del ensayo SPCT a diferente carga para  $T = 125^\circ\text{C}$ .

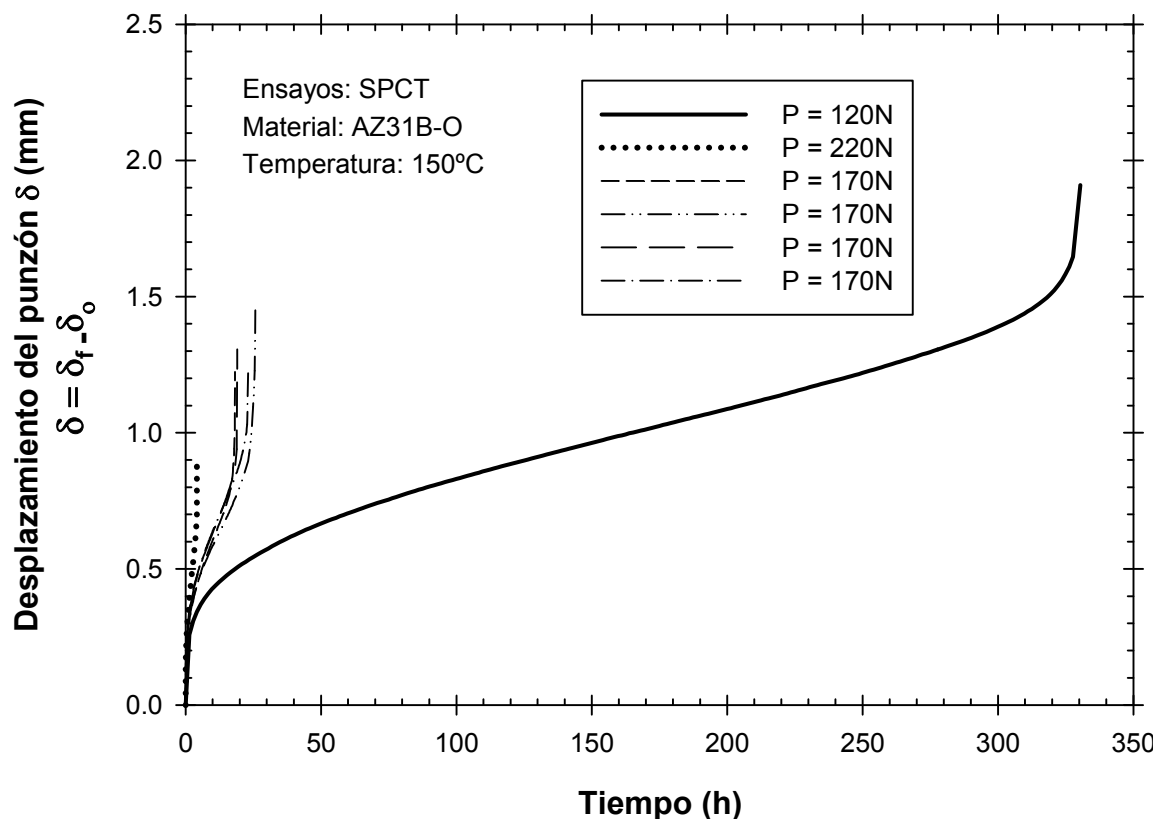


Figura 5.10. Curvas  $\delta - t$  del ensayo SPCT a diferente carga para  $T = 150^\circ\text{C}$ .

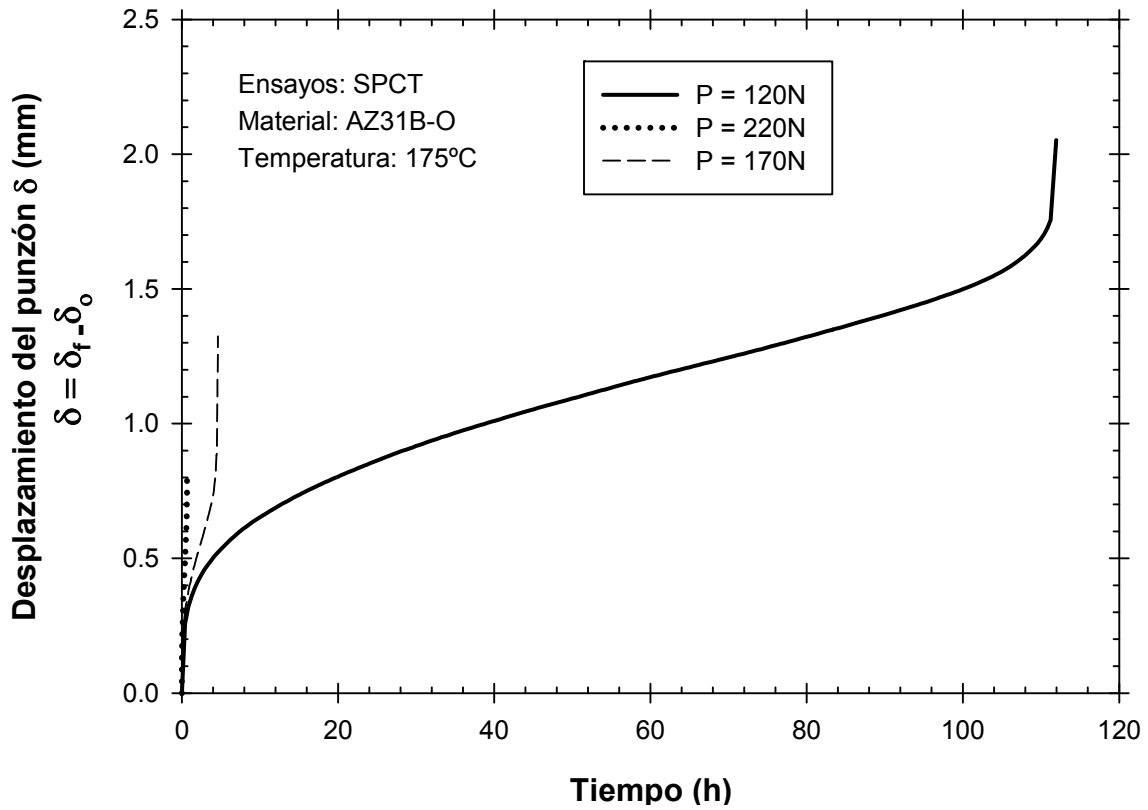


Figura 5.11. Curvas  $\delta - t$  del ensayo SPCT a diferente carga para  $T = 175^\circ\text{C}$ .

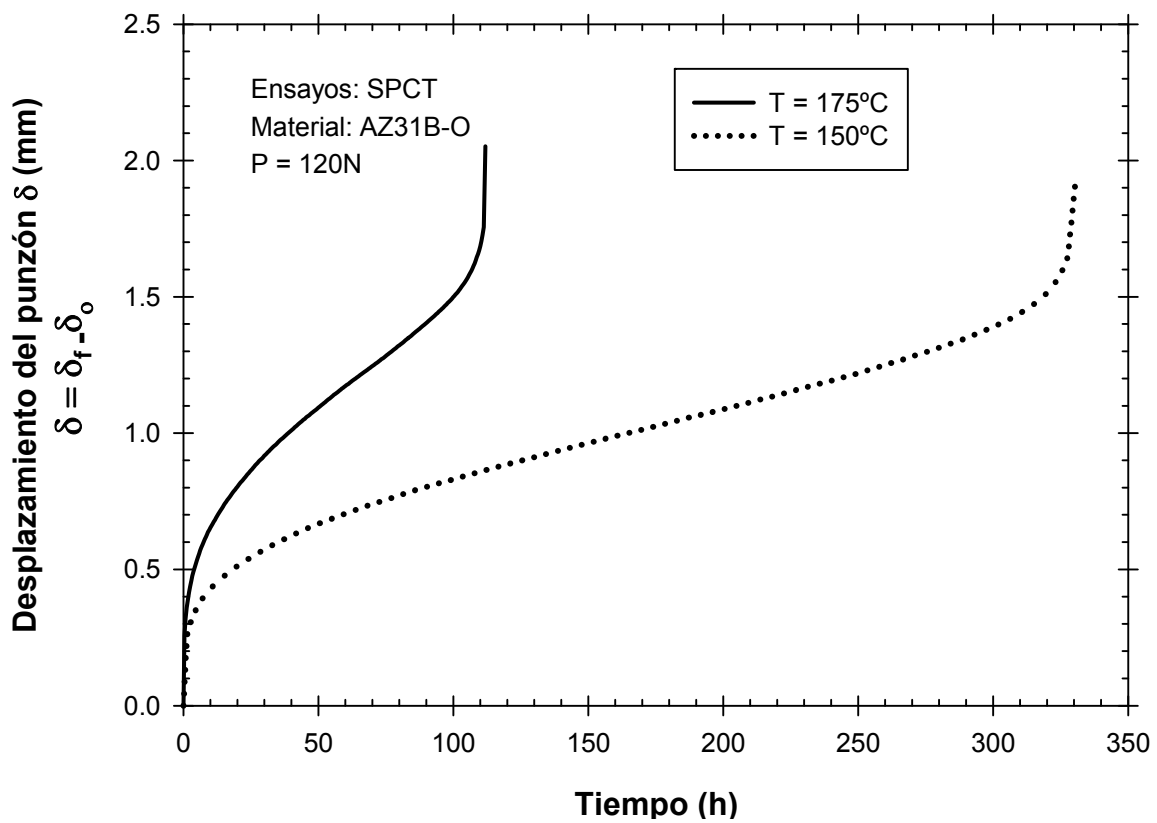


Figura 5.12. Curvas  $\delta - t$  del ensayo SPCT a diferente temperatura para  $P = 120\text{N}$ .

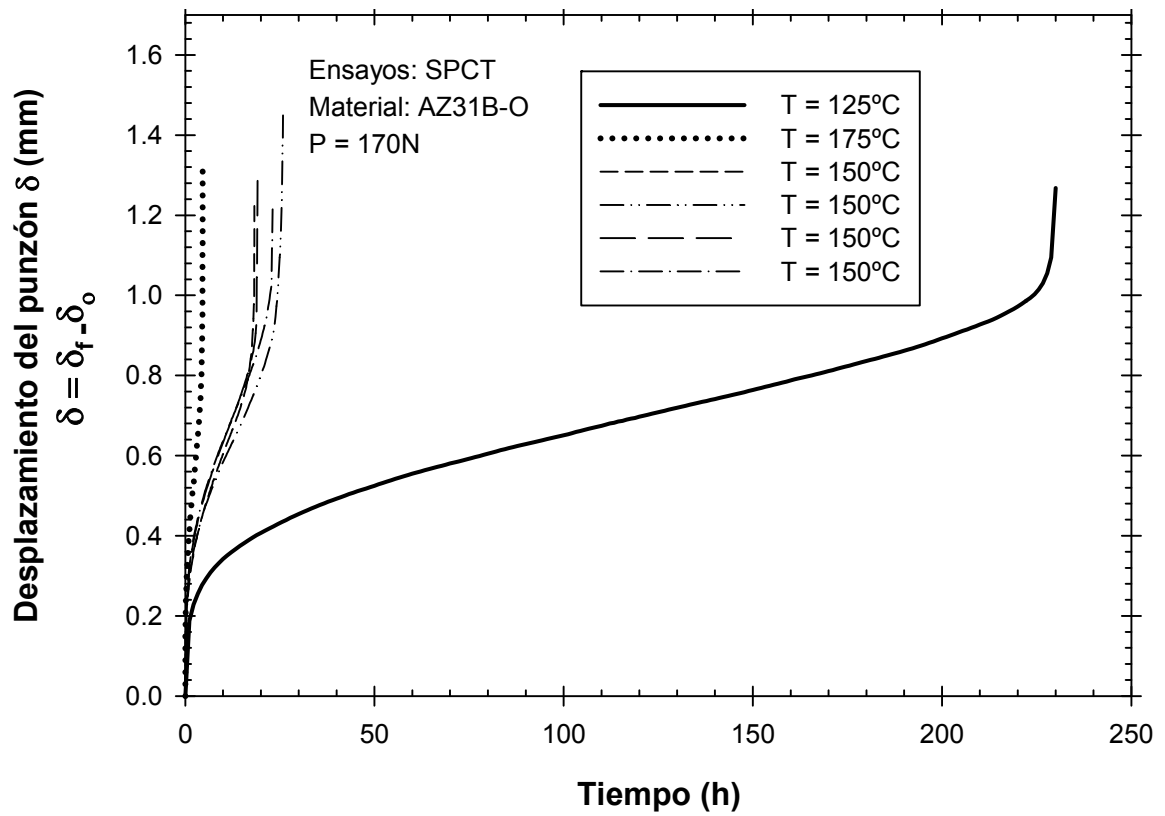


Figura 5.13. Curvas  $\delta - t$  del ensayo SPCT a diferente temperatura para  $P = 170N$ .

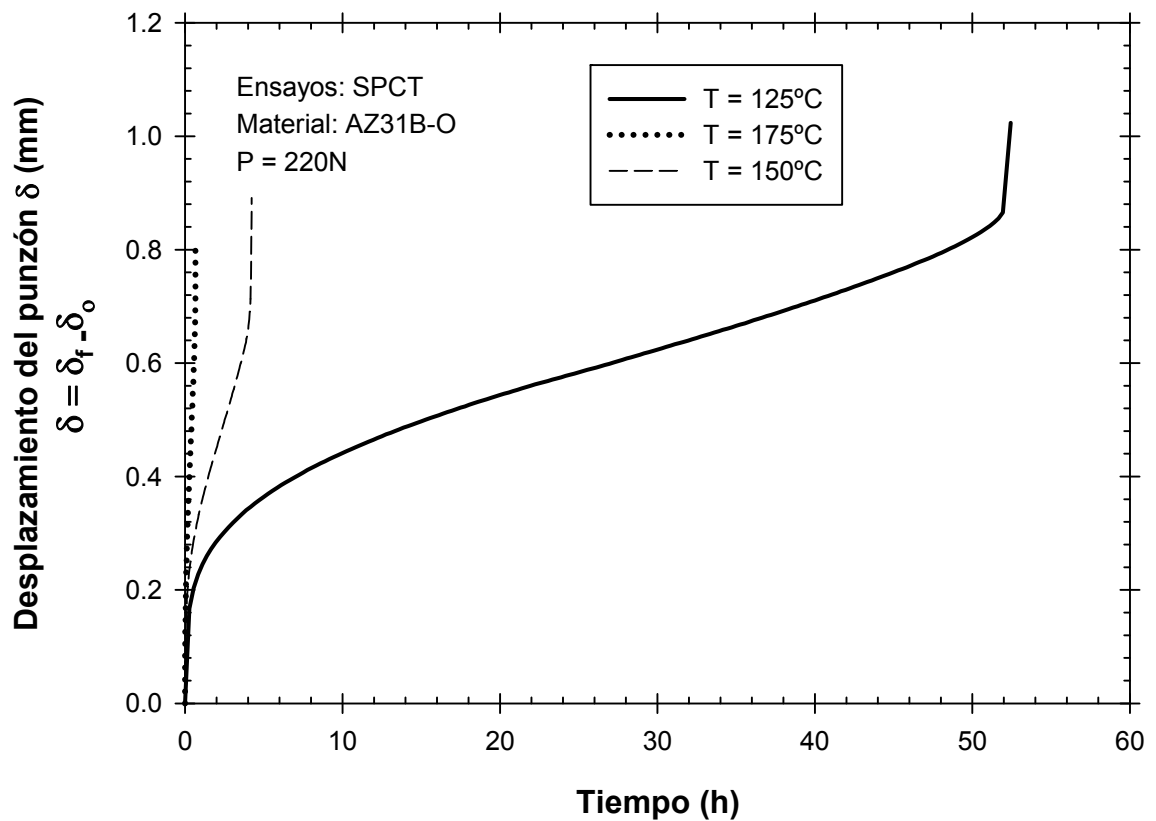


Figura 5.14. Curvas  $\delta - t$  del ensayo SPCT a diferente temperatura para  $P = 220N$ .

En el ensayo SPCT, al igual que en el ensayo UCT, como se puede observar en las curvas de la Figura 5.9 a la Figura 5.11, para una misma temperatura  $T = cte.$ , a medida que incrementa el nivel de carga aplicada en los ensayos SPCT, incrementa la pendiente de la curva  $\dot{\delta} = d\delta/dt$  y disminuye el valor del  $t_f$ . Análogamente, para un mismo nivel de carga aplicada  $P = cte.$ , a medida que incrementa la temperatura en los ensayos SPCT, incrementa la pendiente de la curva  $\dot{\delta} = d\delta/dt$  y disminuye el valor del  $t_f$  como se muestra de la Figura 5.12 a la Figura 5.14.

A temperaturas bajas  $T = 125^\circ C$  (Figura 5.9), se observa que el desplazamiento del punzón  $\delta$  alcanzado al final del ensayo, incrementa a medida que disminuye la carga aplicada, es decir,  $\delta(170N) > \delta(220N)$ .

Del mismo modo, a temperaturas intermedias  $T = 150^\circ C$  (Figura 5.10) y elevadas  $T = 175^\circ C$  (Figura 5.11), se observa que el valor de la deflexión o desplazamiento del punzón  $\delta$  alcanzada al final del ensayo, incrementa a medida que disminuye la carga de ensayo aplicada, es decir  $\delta(120N) > \delta(170N) > \delta(220N)$ .

En general, si se compara el valor de la deflexión alcanzada  $\delta$  al final del ensayo en función de la temperatura, se observa que los valores alcanzados son similares, aunque también se aprecia que a niveles de carga aplicada en el ensayo SPCT bajos  $P = 120N$  (Figura 5.12) y altos  $P = 220N$  (Figura 5.14), se observa que si incrementa la temperatura de ensayo, la deflexión alcanzada por la probeta al final del ensayo  $\delta$  incrementa también, es decir  $\delta(175^\circ C) > \delta(150^\circ C)$ .

Sin embargo, a niveles de carga aplicada en el ensayo SPCT intermedios  $P = 170N$  (Figura 5.13), se observa que a medida que incrementa la temperatura de ensayo, disminuye el valor de la deflexión alcanzada, es decir,  $\delta(125^\circ C) > \delta(150^\circ C) > \delta(175^\circ C)$ .

Al igual que en el diseño de experimentos del ensayo UCT, una vez realizados cada uno de los ensayos SPCT del plan de experimentación según la Tabla 4.6, los valores de cada respuesta se han recogido en la Tabla 5.5. En este caso, las respuestas para el ensayo SPCT son:  $(\delta_0, \dot{\delta}_m, t_m, t_f \text{ y } \delta_f)$ . Como se ha mostrado anteriormente en la curva de la Figura 4.10,  $\delta_0(mm)$  es el desplazamiento inicial del punzón, o la deflexión, justo en el instante después de aplicar la carga,  $\dot{\delta}_m(mm/h)$  es la velocidad



mínima de deflexión o velocidad mínima de desplazamiento del punzón,  $t_m(h)$  es el tiempo en el cual se alcanza la velocidad mínima de deflexión,  $t_f(h)$  es el tiempo de fallo de la probeta y  $\delta_f(mm)$  es la deflexión alcanzada en el momento del fallo.

**Tabla 5.5.** Valores de respuesta obtenidos de las variables de salida SPCT.

Nº Exp.	<b>Plan de experimentación</b> (Variables reales)		<b>Respuestas</b>				
	$T(^{\circ}C)$	$P(N)$	$\delta_0(mm)$	$\dot{\delta}_m(mm/h)$	$t_m(h)$	$t_f(h)$	$\delta_f(mm)$
1	125	120	0.241	0.00032	1633.3	2343.5	1.965
2	175	120	0.268	0.00655	67.5	111.94	2.320
3	125	220	0.629	0.00699	24.2	52.43	1.653
4	175	220	0.626	0.55809	0.4	0.67	1.434
5	125	170	0.353	0.00197	138.9	230.02	1.621
6	175	170	0.449	0.09361	2.1	4.64	1.773
7	150	120	0.323	0.00224	188.9	330.40	2.232
8	150	220	0.608	0.08955	2.8	4.26	1.500
9	150	170	0.481	0.02320	11.2	18.33	1.704
10	150	170	0.477	0.01864	11.1	25.87	1.926
11	150	170	0.346	0.02399	11.3	19.20	1.652
12	150	170	0.367	0.02208	13.0	23.14	1.597

Una vez obtenidos estos valores, con la ayuda de NEMRODW, es posible determinar los coeficientes de la función  $f(T^*, P^*)$ , los cuales se muestran en la Tabla 5.6.

En el caso de las variables o respuestas de tiempo ( $t_m(h)$  y  $t_f(h)$ ), como las que dependen del tiempo ( $\dot{\delta}_m(mm/h)$ ), se han normalizado tomando logaritmos neperianos de esas mismas variables para el cálculo de los coeficientes de las superficies de respuesta.

**Tabla 5.6.** Coeficientes de la función  $f(T^*, P^*)$  (variables codificadas).

<b>Respuestas</b>						
	$\delta_0$		$\ln(\dot{\delta}_m)$		$\ln(t_m)$	
Coef.	Valor	Signific.	Valor	Signific.	Valor	Signific.
$b_0$	0.415329	< 0.01 ***	-3.873002	< 0.01 ***	2.513949	< 0.01 ***
$b_1$	0.016002	70.5	2.045474	< 0.01 ***	-2.135898	< 0.01 ***
$b_2$	0.183540	0.326 **	1.991299	< 0.01 ***	-2.395706	< 0.01 ***
$b_{11}$	-0.022247	69.2	-0.189357	8.8	0.062427	38.4
$b_{22}$	0.058705	27.1	-0.335502	0.859 **	0.575113	0.187 **
$b_{12}$	-0.010751	86.5	0.381047	1.30 *	-0.284728	2.62 *
<b>Respuestas</b>						
	$\ln(t_f)$		$\delta_f$			
Coef.	Valor	Signific.	Valor	Signific.		
$b_0$	3.115937	< 0.01 ***	1.727228	< 0.01 ***		
$b_1$	-2.061447	< 0.01 ***	0.048434	53.9		
$b_2$	-2.337168	< 0.01 ***	-0.343065	0.306 **		
$b_{11}$	0.142176	28.7	-0.022247	82.9		
$b_{22}$	0.474244	0.680 **	0.140755	16.8		
$b_{12}$	-0.374499	3.91 *	-0.175634	17.2		

Al 99% de confianza, los coeficientes significativos para la función  $f(T^*, P^*)$  son los que se han marcado con asteriscos en función del grado de significación, siendo los más significativos, para las superficies de respuesta de  $\delta_0$  (mm) y de  $\delta_f$  los coeficientes  $b_0$  y  $b_2$ . Por su parte, para las superficies de respuesta de  $\ln(\dot{\delta}_m)$ , de  $\ln(t_m)$  y de  $\ln(t_f)$  los coeficientes más significativos son  $b_0$ ,  $b_1$ ,  $b_2$ ,  $b_{22}$  y  $b_{12}$ .

Al igual que en los otros dos diseños de experimentos los coeficientes que no son significativos, contribuyen a curvar correctamente la superficie de respuesta, por lo que no es conveniente eliminarlos de la función  $f(T^*, P^*)$ .

Analizando con mayor detalle los valores de la Tabla 5.6 podemos concluir que el parámetro más influyente para la superficie de respuesta  $\delta_f(mm)$  y  $\delta_0(mm)$ , es la carga. Donde un aumento de la carga equivaldría a un aumento en el valor de  $\delta_0(mm)$ , al ser el coeficiente de  $P^*$  positivo. Por el contrario, un aumento de la carga provoca una disminución de  $\delta_f(mm)$ , al ser su coeficiente negativo.

Para las superficies  $t_m(h)$  y  $t_f(h)$ , la carga y la temperatura son los factores más influyentes. Al ser negativos los coeficientes  $b_1$  y  $b_2$  hacen que un aumento de estos factores, cause una disminución de  $t_m(h)$  y  $t_f(h)$ . Para la superficie de respuesta  $\dot{\delta}_m(mm/h)$ , la carga y temperatura son también los factores influyentes haciendo que un aumento de estos factores provoquen un aumento en  $\dot{\delta}_m(mm/h)$  al ser los coeficientes  $b_1$  y  $b_2$  positivos.

A partir de la función  $f(T^*, P^*)$  que ajusta adecuadamente los valores de cada superficie de respuesta obtenida en el diseño, es posible determinar el valor de  $\delta_0(mm)$ ,  $\dot{\delta}_m(mm/h)$ ,  $t_m(h)$ ,  $t_f(h)$  y  $\delta_f(mm)$ , para cualquier combinación de valores de los parámetros  $T$  y  $P$ , previa codificación, siempre y cuando nos encontremos dentro del dominio cúbico definido anteriormente para este diseño. Las expresiones de la (5.11) a la (5.15) representan las cuatro superficies de respuesta ( $\delta_0(mm)$ ,  $\dot{\delta}_m(mm/h)$ ,  $t_m(h)$ ,  $t_f(h)$  y  $\delta_f(mm)$ ) obtenidas a partir de los coeficientes de la Tabla 5.6.

$$f(T^*, P^*)_{\delta_0} = 0.415329 + 0.016002T^* + 0.183540P^* - 0.022247T^{*2} + 0.058705P^{*2} - 0.010751T^*P^* \quad (5.11)$$

$$f(T^*, P^*)_{Ln(\dot{\delta}_m)} = -3.873002 + 2.045474T^* + 1.991299P^* - 0.189357T^{*2} - 0.335502P^{*2} + 0.381047T^*P^* \quad (5.12)$$

$$f(T^*, P^*)_{Ln(t_m)} = 2.513949 - 2.135898T^* - 2.395706P^* + 0.062427T^{*2} + 0.575113P^{*2} - 0.284728T^*P^* \quad (5.13)$$

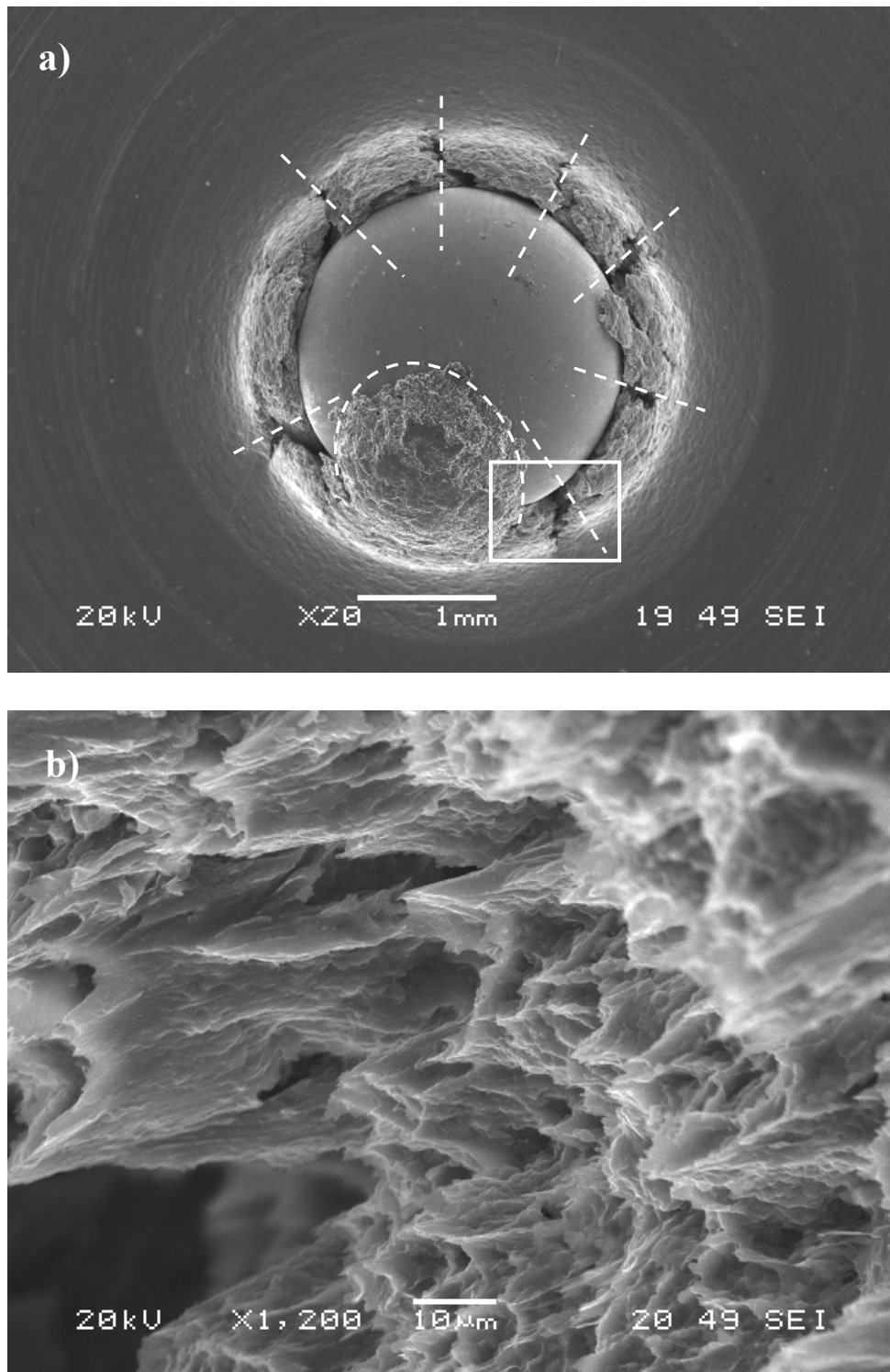
$$f(T^*, P^*)_{Ln(t_f)} = 3.115937 - 2.061447T^* - 2.337168P^* + 0.142176T^{*2} + 0.474244P^{*2} - 0.374499T^*P^* \quad (5.14)$$

$$f(T^*, P^*)_{\delta_f} = 1.727228 + 0.048434T^* - 0.343065P^* - 0.022247T^{*2} + 0.140755P^{*2} - 0.175634T^*P^* \quad (5.15)$$

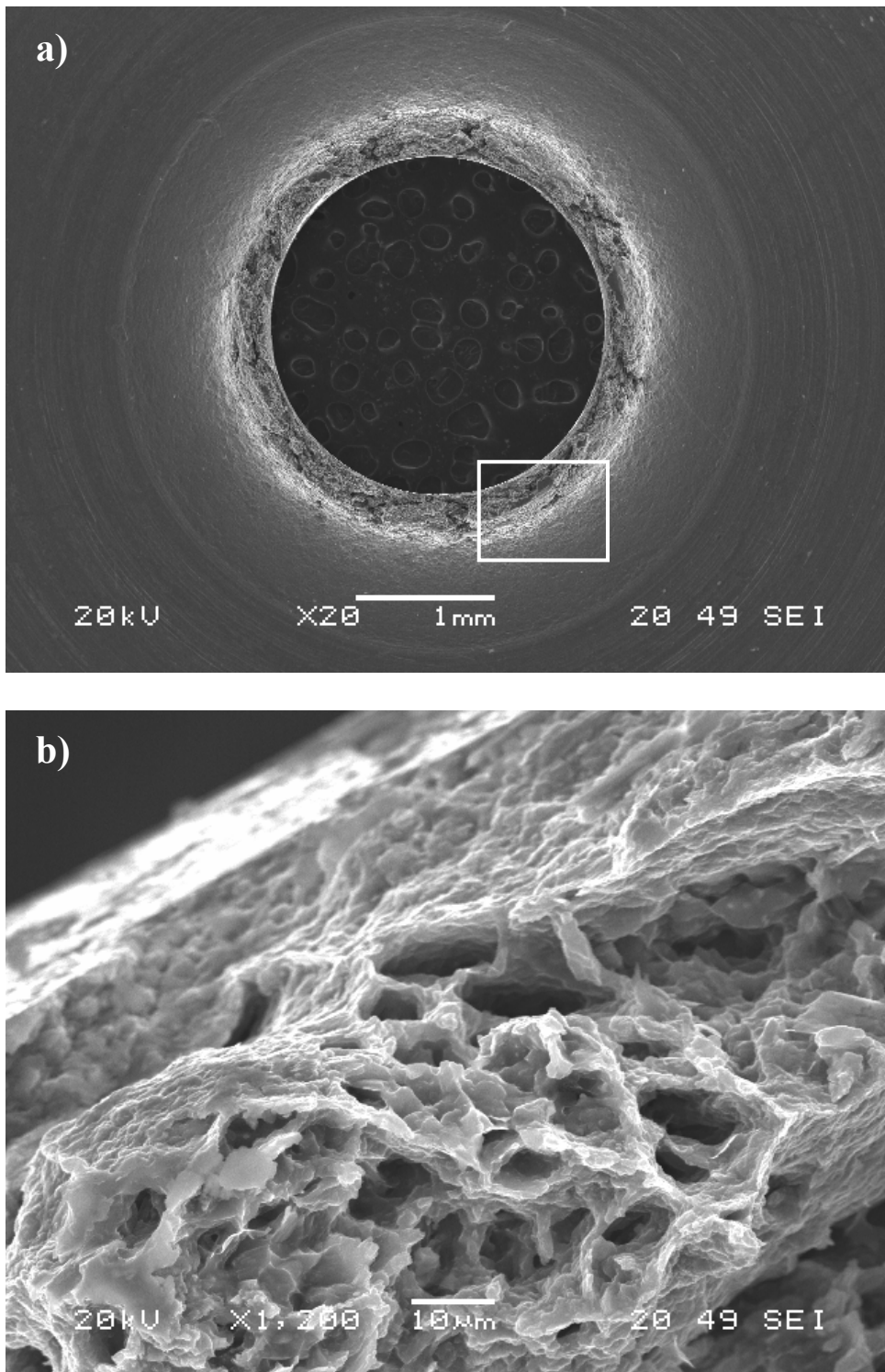
## 5.5 ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO

Con la finalidad de conocer el tipo de fractura obtenida en probetas miniatura mediante los ensayos SPCT del material de la presente Tesis, se ha realizado un análisis fractográfico de todas las probetas ensayadas mediante SPCT. En este apartado se presenta el análisis fractográfico de las probetas más representativas obtenidas de los ensayos SPCT realizados y se recogen de la Figura 5.15 a la Figura 5.17. Respecto a la morfología de la fractura final de las probetas SPCT, en general se ha observado una combinación de fractura en estrella (típica de la fractura frágil) y otra con forma circular (típica de la fractura dúctil). Ambas morfologías se aprecian en la Figura 5.15 a) marcadas con trazo discontinuo.

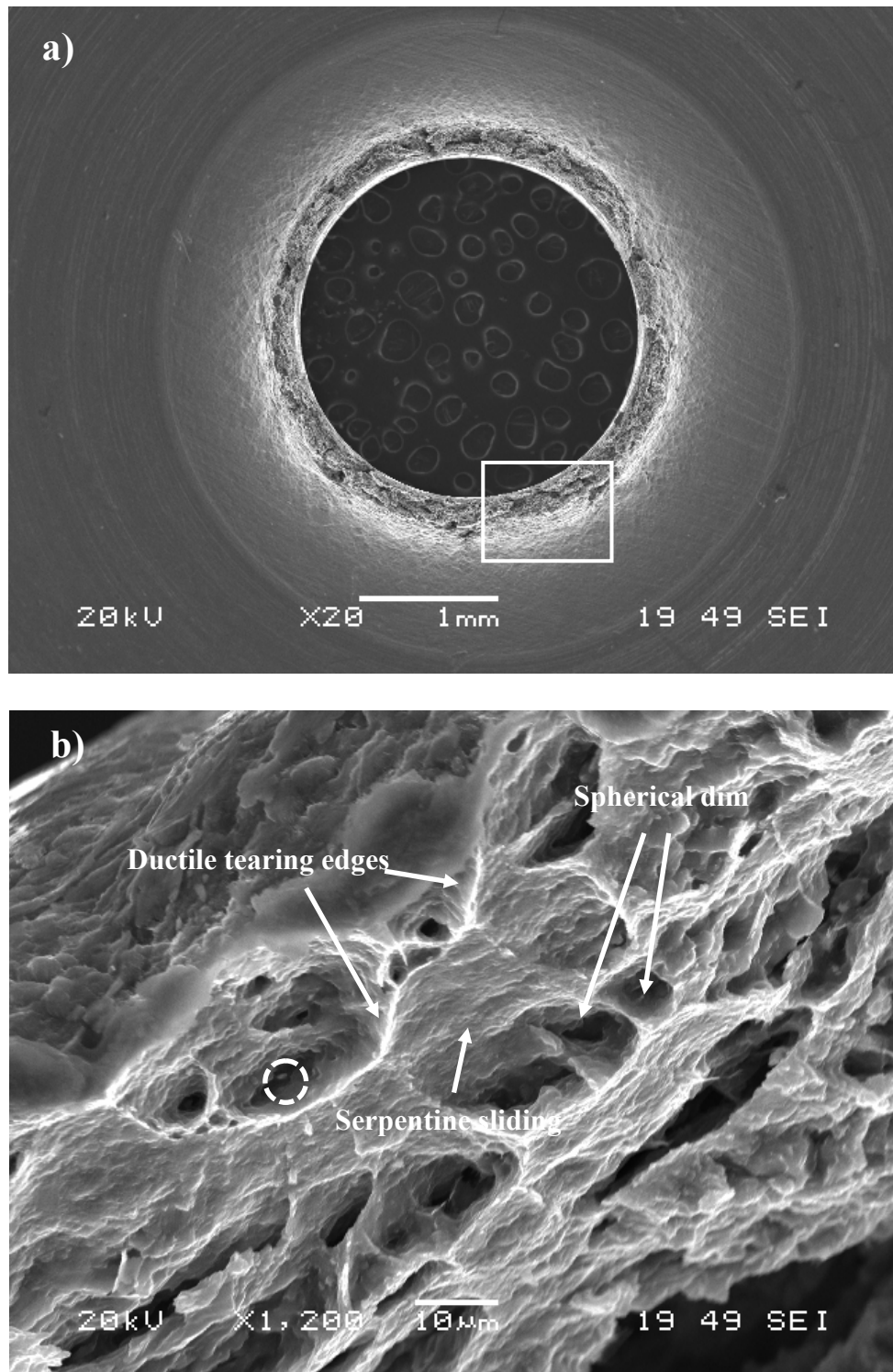
También se ha observado que el fallo de este material a las temperaturas y cargas de ensayo seleccionadas en el programa experimental, es una combinación de fractura frágil (intergranular) y fractura dúctil. El volumen de las zonas de fractura dúctil, incrementa a medida que incrementa la temperatura de ensayo, siendo el desgarro dúctil el tipo final de fractura del material como se observa en la Figura 5.17 b). En general también se ha observado que para temperaturas elevadas, a medida que disminuye la carga de ensayo, aumenta la ductilidad y aparecen mecanismos de deslizamiento como (serpentine sliding) ya que existe tiempo suficiente para que se forme, como se muestra en la Figura 5.17 b). En esa misma Figura 5.17 b) se aprecia también la morfología de la coalescencia de microhuecos, típica de la fractura dúctil, con morfología esférica. Estos microhuecos pueden ser formados por la nucleación de pequeñas partículas de la fase  $\beta(Mg_{17}Al_{12})$ , como la encontrada en la zona marcada con un círculo en la Figura 5.17 b). Para niveles de carga elevados, a medida que disminuye la temperatura, se observan mecanismos de deformación como el que se muestra en la Figura 5.15 b).



**Figura 5.15.** Fractografías del ensayo SPCT a  $T = 125^{\circ}\text{C}$  y  $P = 170\text{N}$ .



**Figura 5.16.** *Fractografías del ensayo SPCT a  $T = 150^{\circ}\text{C}$  y  $P = 120\text{N}$ .*



**Figura 5.17.** Fractografías del ensayo SPCT a  $T = 175^{\circ}C$  y  $P = 120N$ .

## 5.6 ENSAYOS INTERRUMPIDOS

En este apartado se muestra la evolución de la fractura durante un determinado ensayo SPCT en la aleación de magnesio AZ31B-O, con el objetivo de identificar el grado deterioro de la probeta en cada una de las etapas de la curva  $\delta - t$ .

Para ello se han realizado ensayos SPCT interrumpidos, a  $T = 150^{\circ}C$  y  $P = 170N$ , en diferentes tiempos del ensayo, siendo estos:  $t_0 = 0h$ ,  $t_1 = 1.5h$ ,  $t_2 = 10.5h$ ,  $t_3 = 17.5h$  y  $t_4 = 18.4h$  como se muestra en la curva de la Figura 5.18.

En las fractografías de la Figura 5.19 se aprecia la aparición de las primeras microfisuras en el instante  $t_1 = 1.5h$  distribuidas uniformemente en una superficie correspondiente a la de contacto del punzón con la probeta. Estas primeras microfisuras, se ha observado que aparecen en su mayoría en los precipitados típicos de la aleación de magnesio AZ31B-O.

Según evoluciona el ensayo, en el instante  $t_2 = 10.5h$ , justo donde se ha alcanzado la velocidad mínima de deflexión, se observa como han crecido las microfisuras y se han unido con otras más cercanas, formándose una fisura mayor con forma circular.

En  $t_3 = 17.5h$ , correspondiente a una zona de la curva donde la velocidad de deflexión se incrementa, se aprecia cómo se ha producido mayor deformación plástica y ha aumentado el tamaño de las fisuras. En este instante, se aprecia como las primeras microfisuras en aparecer con forma de estrella, que inicialmente parecían haber ralentizado su crecimiento con respecto a la fisura con forma circular, comienzan a crecer de nuevo hasta coalescer con la fisura de forma circular.

Finalmente en  $t_4 = 18.4h$ , justo en el instante en el que la probeta rompe bruscamente, se muestra como el punzón esférico está apunto de atravesar la probeta, habiéndose producido cavitación y desgarro con forma circular.



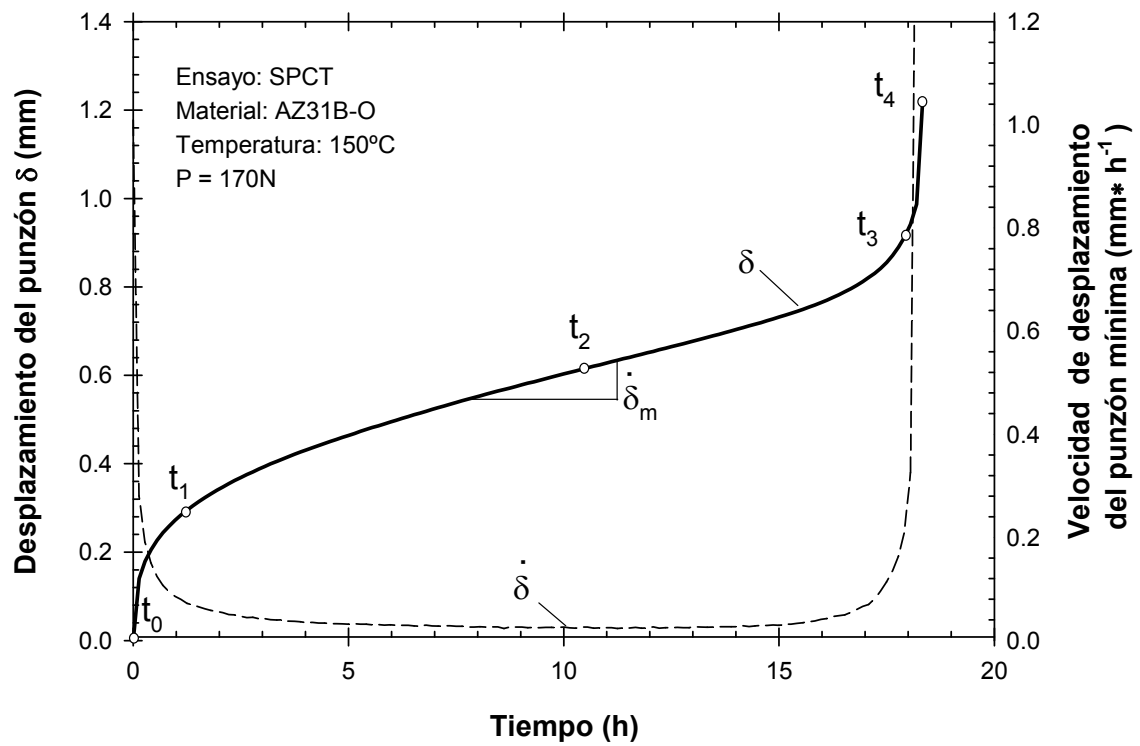
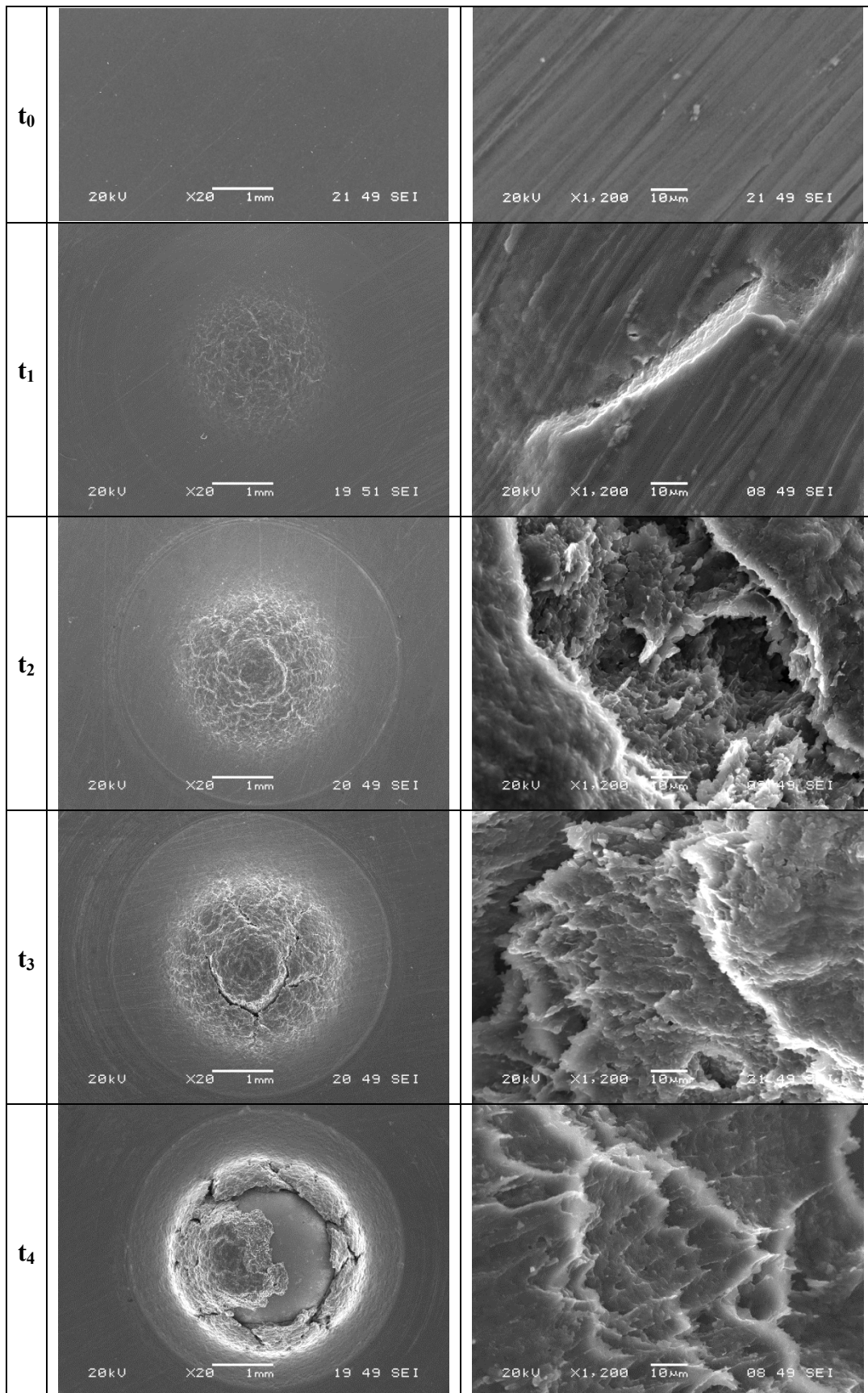


Figura 5.18. Curva  $\delta-t$  con los puntos de los ensayos SPCT interrumpidos.



**Figura 5.19.** Secuencia de fractografías de ensayos SPCT interrumpidos.

# **CAPÍTULO 6**

## **APLICACIÓN DE LA METODOLOGÍA Y ANÁLISIS DE RESULTADOS**

### **6.1 INTRODUCCIÓN**

Una vez realizados los ensayos según los programas experimentales definidos en el Capítulo 4, en el siguiente se procede a aplicar la metodología descrita en el Capítulo 5 para determinar el grado de exactitud que puede llegar a obtenerse, mediante el ensayo SPCT para estimar las propiedades a creep de un material.

En primer lugar, a partir de los resultados experimentales, se procede al cálculo de los valores del exponente de tensión  $n$  y de la energía de activación  $Q_c$ , mediante las dos técnicas de ensayo utilizadas en la presente tesis, UCT y SPCT respectivamente. Seguidamente, se presenta un análisis de los resultados obtenidos y una comparativa entre ambas técnicas.

En segundo lugar, se han obtenido los parámetros que definen cada uno de los modelos de previsión de tiempo de fallo definidos en el Capítulo 2 (Larson-Miller, Orr-Sherby-Dorn, Monkman-Grant y Wilshire). Para cada uno de estos modelos de previsión, se han obtenido los parámetros que definen las propiedades a creep del material mediante las dos técnicas de ensayo (UCT y SPCT). Al igual que en el caso anterior se efectúa un análisis y se presenta una comparativa entre los parámetros obtenidos mediante ambas técnicas de ensayo.

Finalmente, se presenta un análisis y discusión, entre todos los modelos de previsión de tiempo de fallo analizados, indicando cual es el más adecuado para la definición de las propiedades a creep del material de la presente Tesis.

Hay que destacar que, para la comparativa entre los ensayos UCT y SPCT aplicados a cada uno de los apartados analizados en este capítulo, se ha empleado la ecuación propuesta por el código europeo de buenas prácticas CEN-CWA-15627 que relaciona  $P/\sigma$  con un valor inicial de la constante  $k_{sp} = 1$ .

## 6.2 CÁLCULO DEL EXPONENTE DE TENSIÓN Y DE LA ENERGÍA DE ACTIVACIÓN

### 6.2.1 Aplicación a los resultados UCT

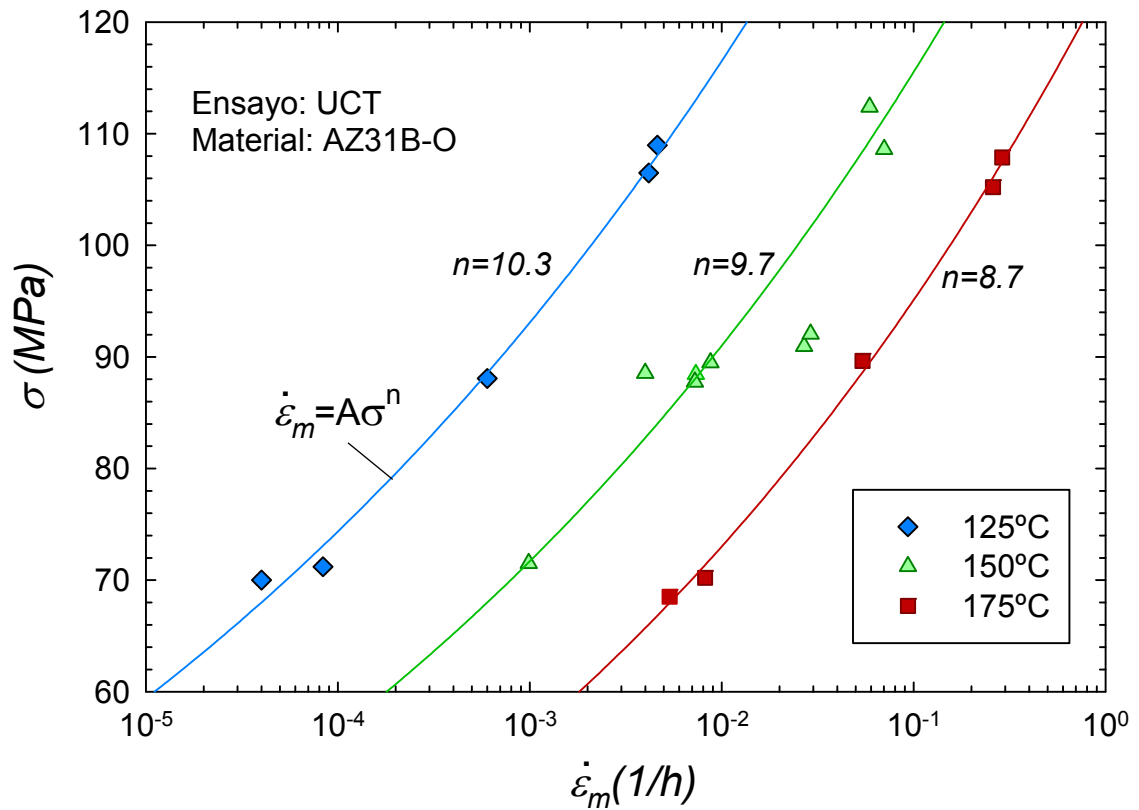
El valor del exponente de tensión  $n$ , se ha calculado considerando que el comportamiento del material sigue la ecuación potencial de Norton  $\dot{\epsilon}_m = A \cdot \sigma^n$ .

Como se muestra en la Tabla 6.1 el valor del exponente de tensión obtenido a partir del ensayo UCT varía entre (8.7–10.3) con un valor promedio  $n \approx 9.5$  para las temperaturas de ensayo seleccionadas, lo cual está de acuerdo con los resultados reportados a la bibliografía para este material [68, 72].

En la Figura 6.1 se presentan las curvas  $\dot{\epsilon}_m (1/h) - \sigma (MPa)$ , en escala semilogarítmica, obtenidas para las tres temperaturas de ensayo. En escala lineal las pendientes de estas rectas son similares, y por lo tanto que el valor de  $n$  permanece prácticamente constante para el rango de temperaturas empleado, lo cual indica que no existe cambio en el mecanismo de deformación del material.

**Tabla 6.1.** Valores del exponente de tensión  $n$  ensayos UCT.

$T(^{\circ}C)$	$n$	A
<b>125</b>	10.3	6.12294E-24
<b>150</b>	9.7	1.19636E-21
<b>175</b>	8.7	7.50911E-19
Promedio	9.5	2.50704E-19

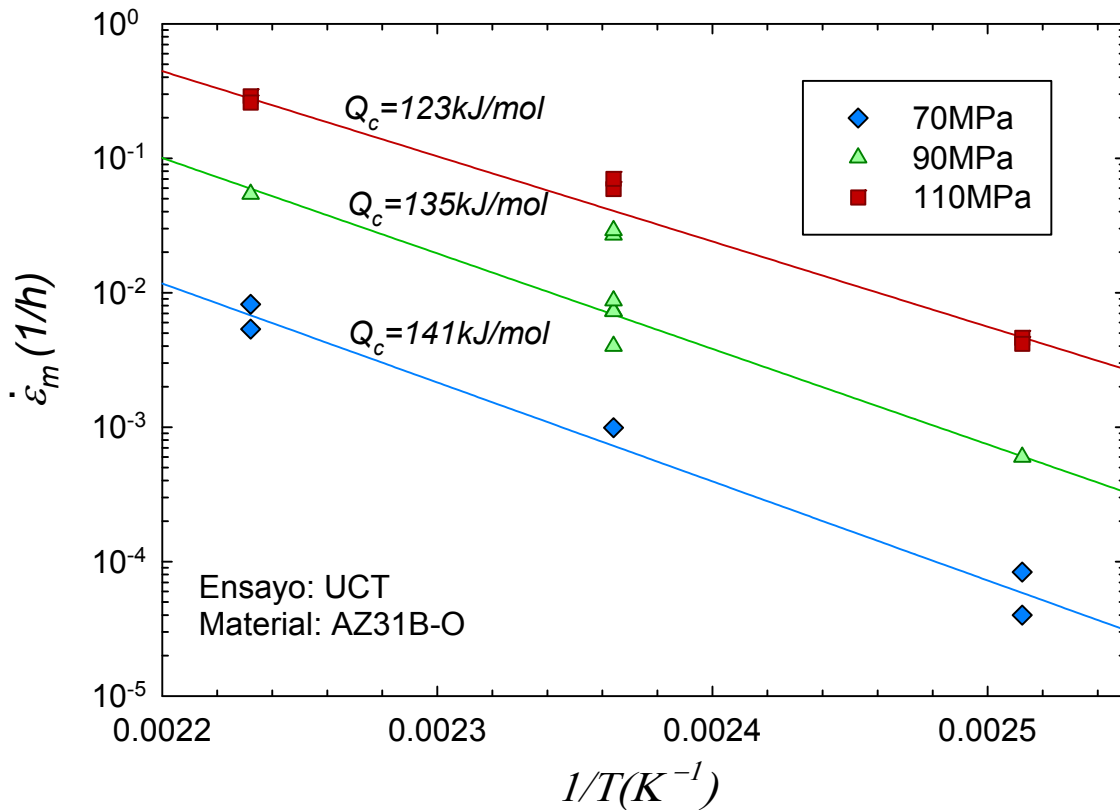


**Figura 6.1.** Representación de la velocidad de deformación mínima frente a la tensión aplicada. Ensayos UCT.

En segundo lugar, se ha calculado la energía de activación  $Q_c$ . Los valores obtenidos se presentan en la Tabla 6.2, oscilando en este caso los valores obtenidos entre (123–141)  $kJ/mol$  para los rangos de tensión seleccionados, siendo el valor medio representativo de dicho intervalo de  $Q_c \approx 133kJ/mol$ .

**Tabla 6.2.** Valores de la energía de activación  $Q_c$  ensayos UCT.

$\sigma$ (MPa)	$Q_c$ (kJ/mol)	B
<b>70</b>	141	1.83457E+14
<b>90</b>	135	4.1779E+14
<b>110</b>	123	7.42902E+13
Promedio	133	2.25179E+14



**Figura 6.2.** Representación de la velocidad de formación mínima frente a la inversa de la temperatura Ensayos UCT.

### 6.2.2 Aplicación a los resultados SPCT

Del mismo modo que para el ensayo UCT, se ha calculado el valor del exponente de tensión  $n$  y de la energía de activación  $Q_c$ , obtenidos a partir de los resultados de los ensayos SPCT.

Los valores obtenidos se recogen en la Tabla 6.3 oscilando, en este caso el exponente de tensión entre  $n = (5.3 - 7.7)$  para el rango de temperaturas seleccionadas, y cuyo valor promedio es  $n \approx 6.5$

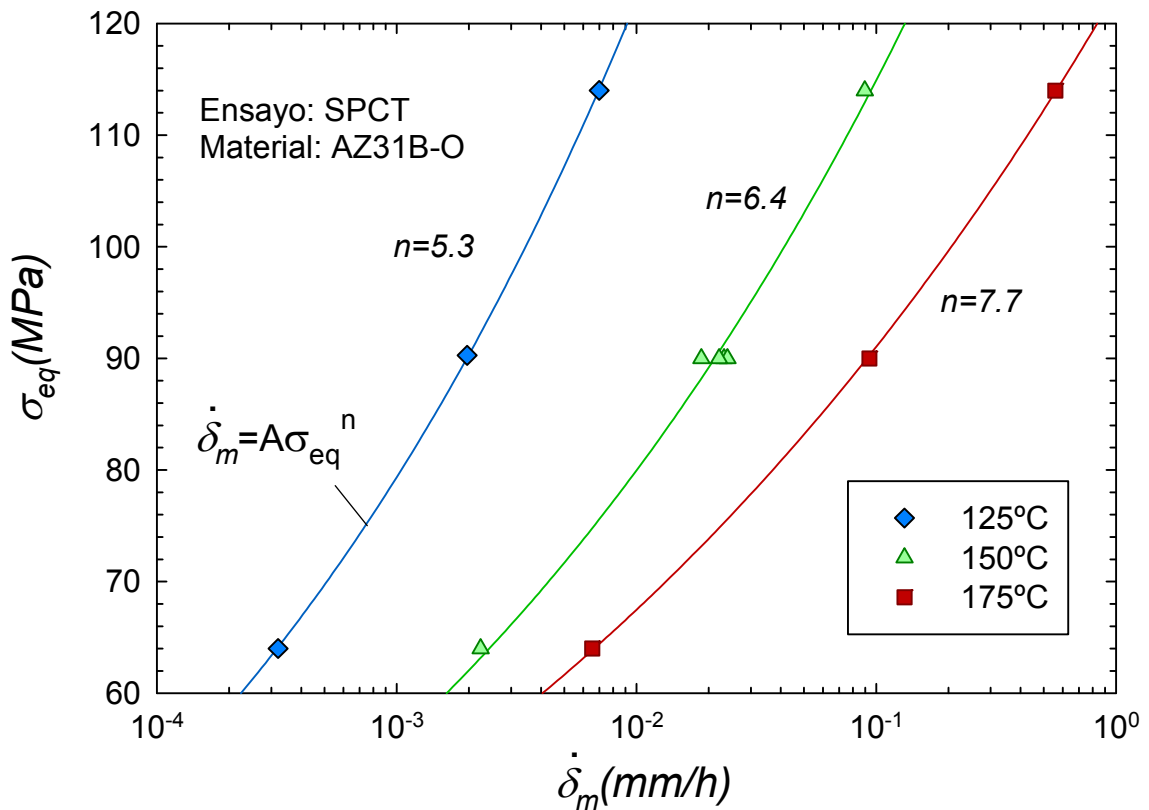
**Tabla 6.3.** Valores del exponente de tensión  $n$  ensayos SPCT.

$T$ ( $^{\circ}C$ )	$n$	A
<b>125</b>	5.3	7.31693E-14
<b>150</b>	6.4	6.55859E-15
<b>175</b>	7.7	9.26225E-17
Promedio	6.5	2.66069E-14

En la Figura 6.3 se presenta, en escala semilogarítmica, la relación  $\dot{\delta}_m (1/h) - \sigma_{eq} (MPa)$ . Esta relación en escala lineal, del mismo modo que para los ensayos UCT, presenta pendientes muy parecidas lo cual indica, de nuevo, que para el rango de temperaturas seleccionadas no se manifiesta ningún cambio en el mecanismo de deformación por creep.

En general, se puede observar que el valor de  $n$  obtenido con los ensayos SPCT es inferior al valor obtenido a partir de los ensayos UCT. Este fenómeno también ha sido observado por otros autores como [81] y ha sido atribuido al aumento de las dislocaciones debido a la deformación plástica existente en la probeta SPCT.

Por su parte, la energía de activación obtenida mediante el ensayo SPCT se recoge en la Tabla 6.4, estando en este caso la variación contenida en el intervalo  $(90-130) kJ/mol$ , y siendo el valor medio obtenido de  $Q_c \approx 112 kJ/mol$  para los niveles de tensión seleccionados.



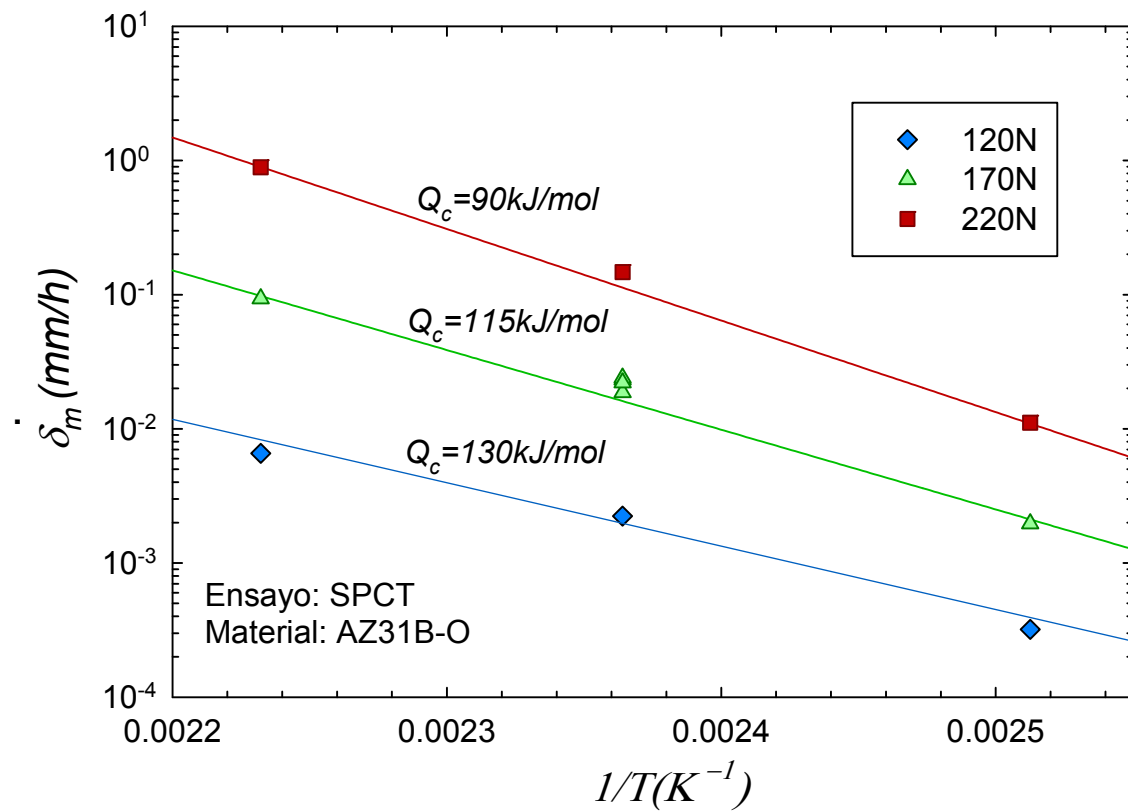
**Figura 6.3.** Representación de la tensión aplicada frente a la velocidad de deflexión mínima. Ensayos SPCT.

**Tabla 6.4.** Valores de la energía de activación  $Q_c$  a partir de los ensayos SPCT.

$P(N)$	$Q_c (kJ/mol)$	B
120	90	224637825.8
170	115	3.37697E+12
220	130	9.02329E+14
Promedio	112	3.01902E+14

Por su parte, en la Figura 6.4 se presentan las rectas  $\dot{\delta}_m (1/h) - 1/T (k^{-1})$  obtenidas para los tres niveles de carga estudiados. Como se puede comprobar, en este caso las variaciones de  $Q_c$ , también son más acusadas que en el ensayo UCT.

A partir de los resultados presentados se podría concluir que, en general, los valores obtenidos del exponente de tensión  $n$  y de la energía de activación  $Q_c$  son algo inferiores en los ensayos SPCT que en los ensayos UCT. Como se ha comentado previamente, estas diferencias se han atribuido al aumento de las dislocaciones debido a la deformación plástica existente en la probeta SPCT [81].

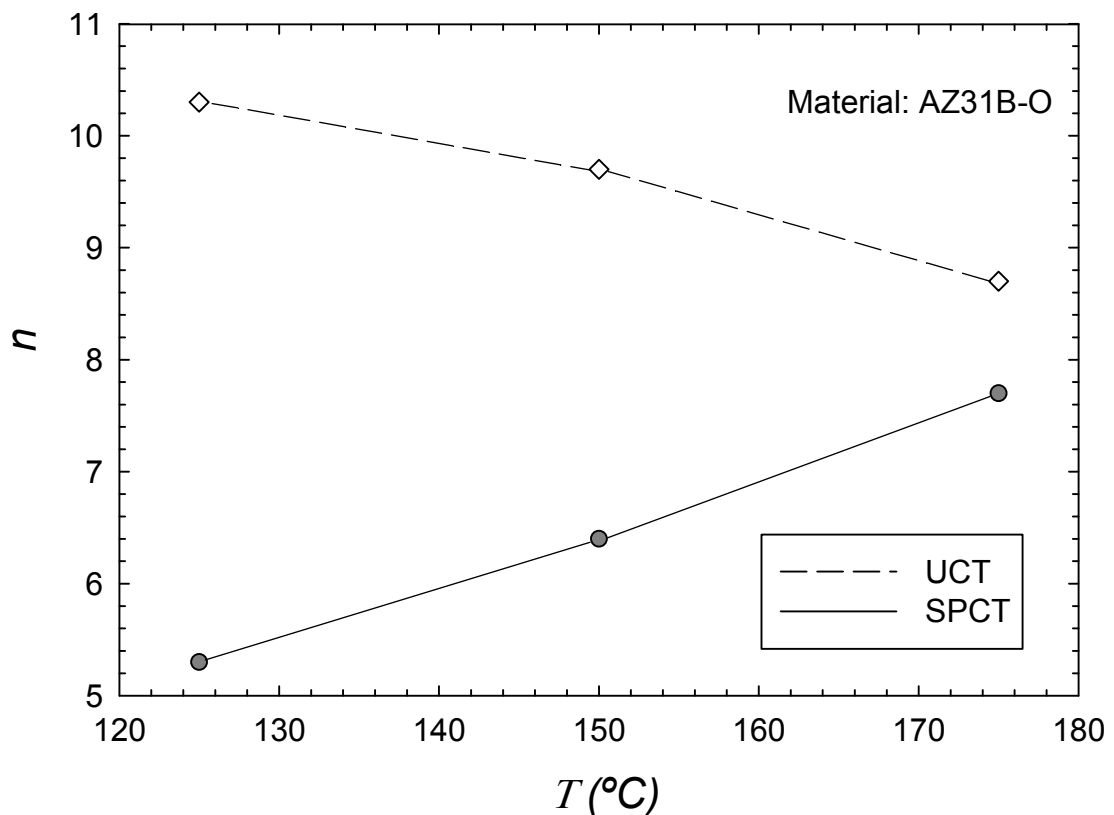
**Figura 6.4.** Representación de la velocidad de deflexión mínima frente a la inversa de la temperatura. Ensayos SPCT.



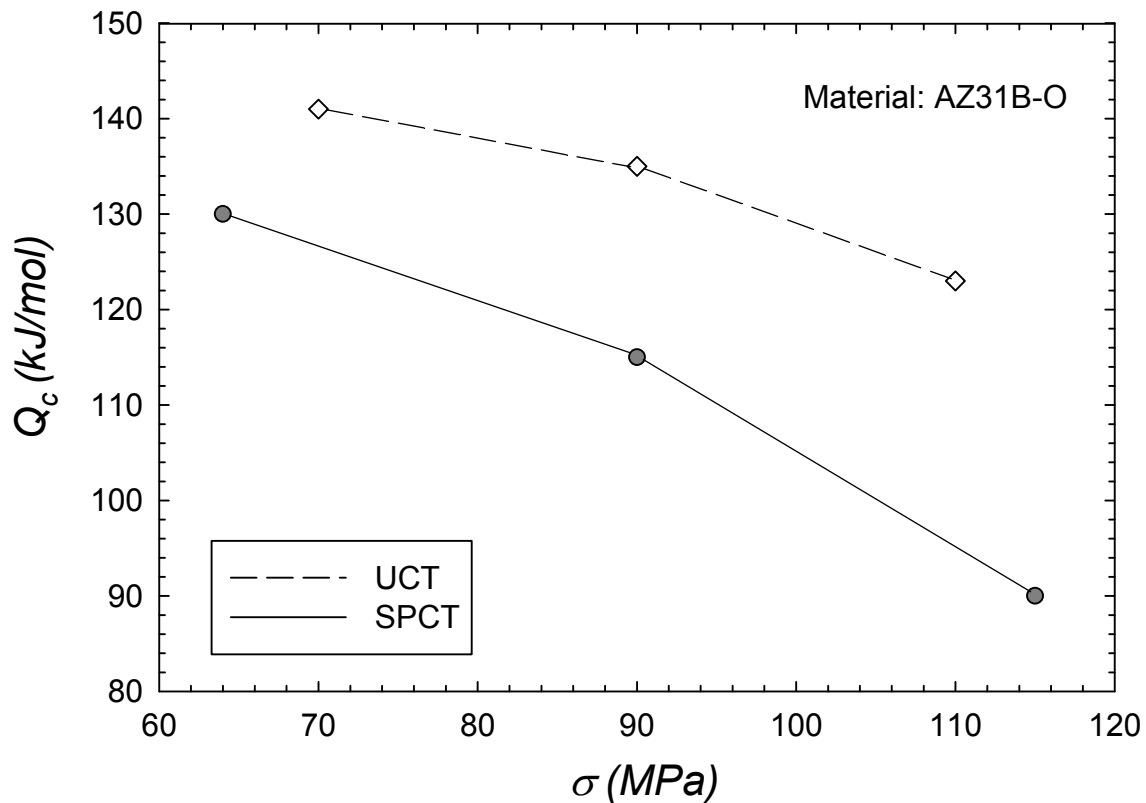
Para los ensayos UCT se han obtenido valores promedio de energía de activación  $Q_c \approx 133 \text{ kJ/mol}$  y de exponente de tensión  $n \approx 9.5$  mientras que para los ensayos SPCT se han obtenido valores promedio de  $Q_c \approx 112 \text{ kJ/mol}$  y  $n \approx 6.5$ . Los resultados obtenidos son relativamente similares y en ambos casos están de acuerdo con los valores obtenidos en la bibliografía para este material [68, 72], lo cual hace pensar que los mecanismos de deformación por creep son similares en ambos tipos de ensayo.

En general, la pendiente de las rectas  $\sigma(\text{MPa}) - \dot{\epsilon}_m(1/h)$  en los ensayos UCT y la pendiente de las rectas  $\sigma_{eq}(\text{MPa}) - \dot{\delta}_m(1/h)$  de los ensayos SPCT, que están asociadas con el exponente de tensión  $n$ , presentan poca variación del exponente de tensión  $n$  con la temperatura, lo cual se traduce en que no existe cambio de los mecanismos de deformación por creep en el rango de temperaturas analizado.

Para realizar un análisis comparativo de los ensayos SPCT y UCT, en la Figura 6.5 y en la Figura 6.6 se presenta la variación de  $n$  y de  $Q_c$  respectivamente, en función de la temperatura y de la tensión aplicada.



**Figura 6.5.** Valores del exponente de tensión  $n$  en función de la temperatura para los ensayos UCT y SPCT.



**Figura 6.6.** Valores de la energía de activación  $Q_c$  en función de la tensión aplicada para los ensayos UCT y SPCT.

En primer lugar, si se compara el valor del exponente de tensión  $n$  obtenido mediante ambos tipos de ensayo, se observa que para los niveles de temperatura altos, es decir  $T = 175^\circ C$  para esta Tesis, los valores  $n$  prácticamente coinciden, siendo  $n = 7.7$  para SPCT y  $n = 8.7$  para UCT como se muestra en la Figura 6.5.

En segundo lugar, si se comparan los valores de la energía de activación  $Q_c$  obtenidos mediante los dos tipos de ensayo, y en función de la tensión aplicada, como se muestra en la Figura 6.6, se puede observar que las tendencias son paralelas. Para niveles de tensión bajos los valores de  $Q_c$  obtenidos mediante los ensayos SPCT y los obtenidos con los ensayos UCT son ligeramente más próximos que los obtenidos para niveles de tensión elevados.

Esto se hace pensar que, para el material estudiado, y para el rango de temperaturas y de tensión seleccionadas, el fenómeno de creep en la probeta SPCT lleva asociada una combinación de dos procesos de deformación: un proceso de deformación plástica asociado a su geometría y estado tensional, y un proceso de deformación por creep asociado a la combinación de tensión-temperatura.

A medida que aumentamos la temperatura y reducimos la tensión, la deformación en la probeta SPCT está dominada por el fenómeno de creep. Por el contrario, para tensiones elevadas y bajas temperaturas, la deformación en la probeta SPCT está dominada por las deformaciones plásticas originadas por el punzón y por la complejidad de la geometría de la probeta SPT. En consecuencia, el fenómeno de creep será tanto más similar en las probetas SPCT y UCT cuanto mayor sea la temperatura y menor la tensión aplicada. Así lo reflejan los resultados de la Figura 6.5 y de la Figura 6.6 respectivamente.

Con esto y con los resultados obtenidos en este apartado se puede concluir que mediante el ensayo SPCT se pueden obtener las propiedades a creep de este material, y que los resultados de la aproximación serán tanto mejores cuanto mayor sea la temperatura y menor la carga aplicada.

Como posibles líneas futuras, se plantea la necesidad de apoyar esta hipótesis con resultados de ensayos a temperaturas más elevadas y con niveles de tensión más bajos, para este u otros materiales.

### **6.3 MODELO DE PREVISIÓN DE LARSON-MILLER**

En este apartado se presentan los resultados experimentales aplicados para predecir el tiempo de fallo, mediante el modelo de previsión de Larson-Miller. Para ello se representan en primer lugar los resultados obtenidos mediante las curvas  $\sigma(MPa) - t_f(h)$  para los dos tipos de ensayos (UCT y SPCT) y en segundo lugar se aplica el modelo de previsión de LM a dichos resultados.

#### **6.3.1 Aplicación a los resultados UCT**

En la Figura 6.7 se presentan las curvas  $\sigma(MPa) - t_f(h)$  en función de las temperaturas de ensayo. Se puede observar una tendencia de rectas paralelas en escala logarítmica del tiempo de fallo.

A su vez, aplicando la metodología descrita en el Capítulo 2 para calcular el parámetro de Larson-Miller (PLM), se ha obtenido de la Figura 6.8 una constante  $C = 15$  para el ensayo UCT. Con este valor de la constante  $C = 15$  se ha obtenido la curva máster para el modelo de LM, utilizando la metodología también presentada en el Capítulo 2. Dicha curva máster se muestra en la Figura 6.9.

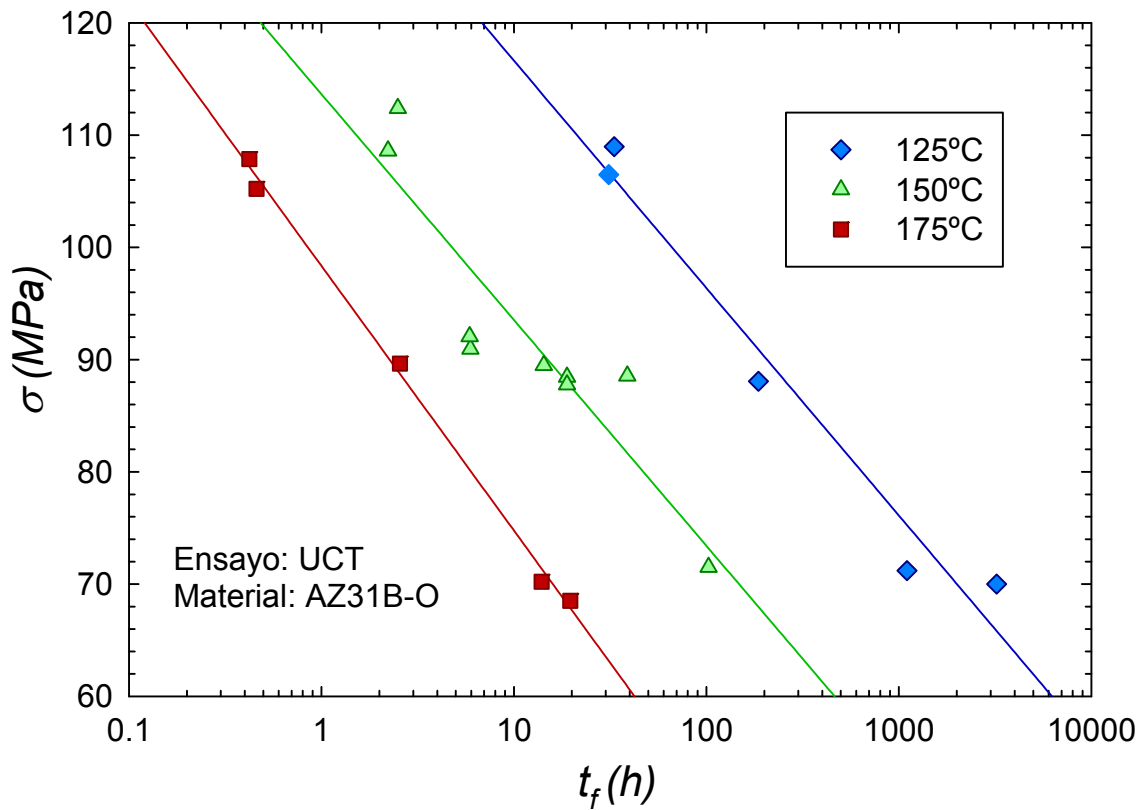


Figura 6.7. Curvas tensión frente a tiempo de fallo para los ensayos UCT.

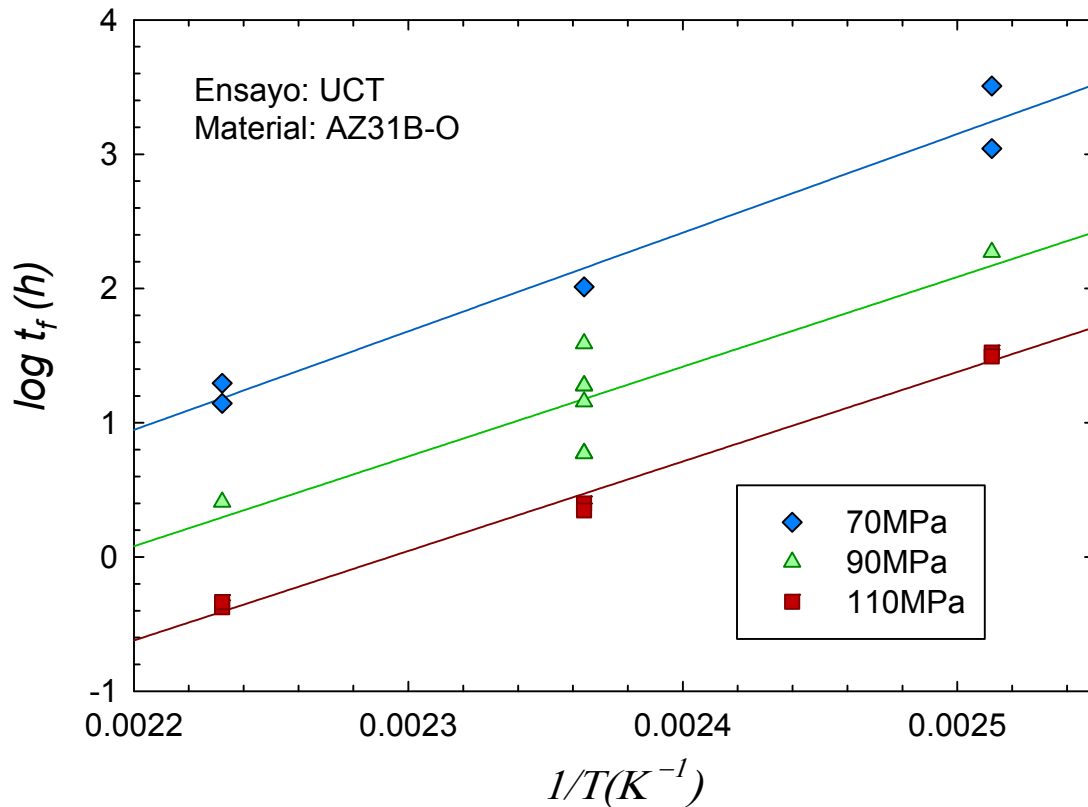
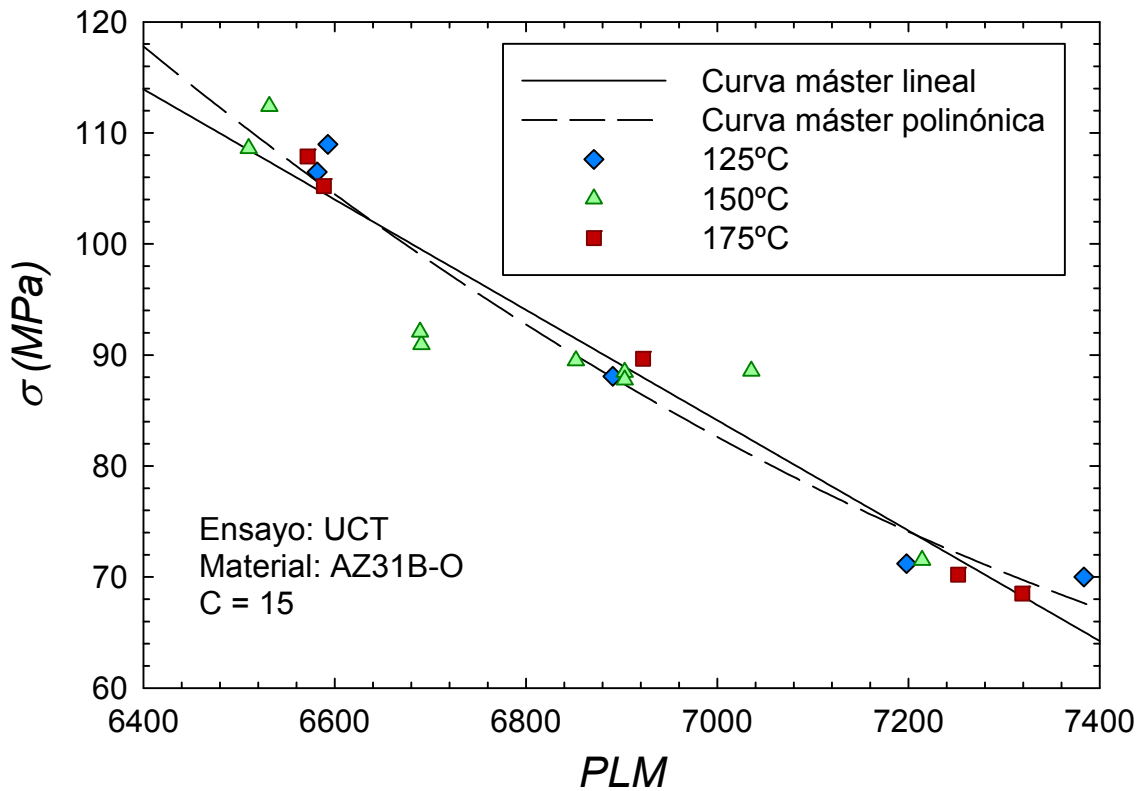


Figura 6.8. Curvas isotensión para los ensayos UCT.



**Figura 6.9.** Curvas máster del PLM con  $C = 15$  para los ensayos UCT.

Para el ajuste de la curva máster del modelo de LM, obtenida a partir de los ensayos UCT, se han utilizado dos ecuaciones de ajuste diferentes: una lineal y otra mediante un ajuste polinomio de segundo orden. Los valores de los coeficientes de ambos ajustes se muestran en la Tabla 6.5. En cualquier caso, la correlación con ambos ajustes es muy buena, siendo esta correlación superior a 0.93.

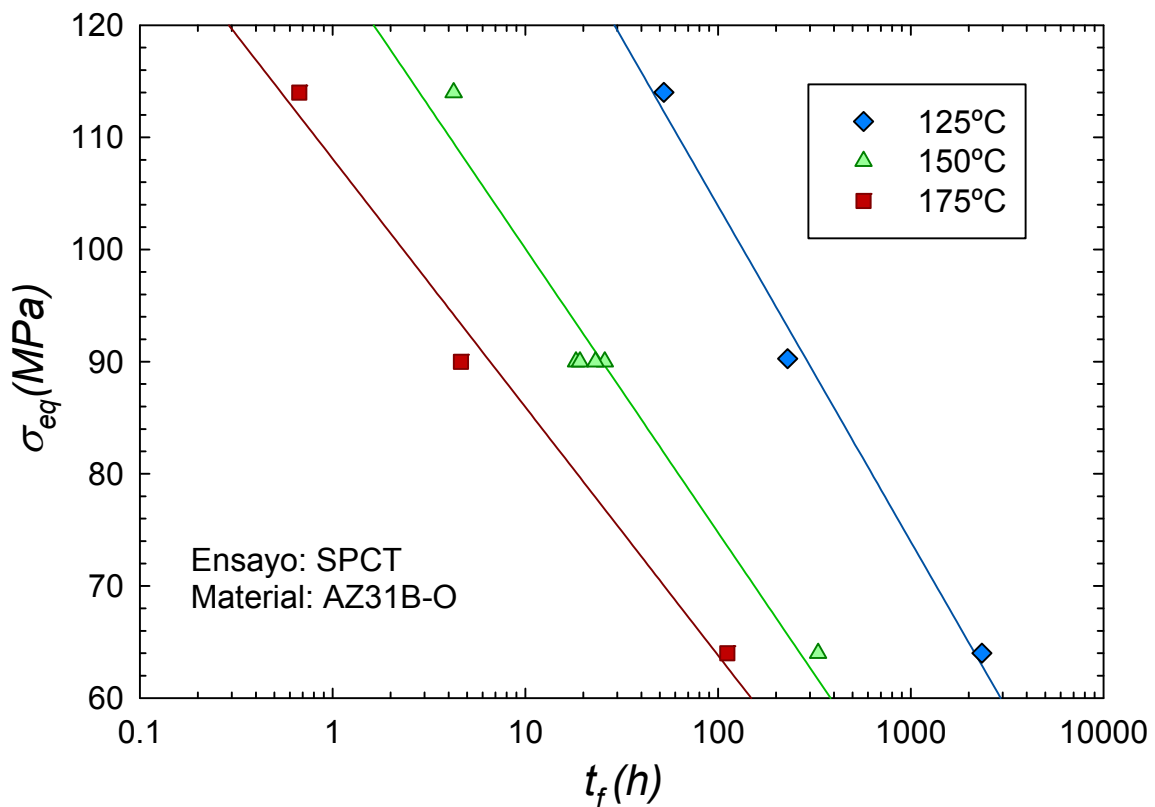
**Tabla 6.5** Coeficientes de ajuste lineal y polinómico de la curva master del modelo de LM, a partir de los ensayos UCT.

setting range		Larson-Miller coefficients				
$\sigma$ (MPa)	T(°C)	C	$a_1$	$a_2$	$a_3$	$R^2$
68-109	125-175	15.0	-18.748	8568.5		0.93
68-109	125-175	15.0	0.1668	-49	9878	0.94

### 6.3.2 Aplicación a los resultados SPCT

En la Figura 6.10 se presentan las curvas  $\sigma_{eq}(MPa) - t_f(h)$  para los ensayos SPCT. En este caso, en lugar de la tensión uniaxial se ha representado en el eje de ordenadas la tensión equivalente  $\sigma_{eq}(MPa)$  correspondiente a la carga  $P(N)$  aplicada en el ensayo SPCT. Como se ha comentado en la introducción de este capítulo, dicha conversión  $P - \sigma_{eq}$ , se ha efectuado a partir de la expresión del CEN-CWA-15627.

A partir de la representación de la Figura 6.11 se ha obtenido un valor de la constante  $C = 12.3$ . Con este valor de la constante  $C$  se ha obtenido, para los ensayos SPCT, la curva máster del modelo de LM que se presenta en la Figura 6.12.



**Figura 6.10** Curvas tensión frente a tiempo de fallo para los ensayos SPCT.

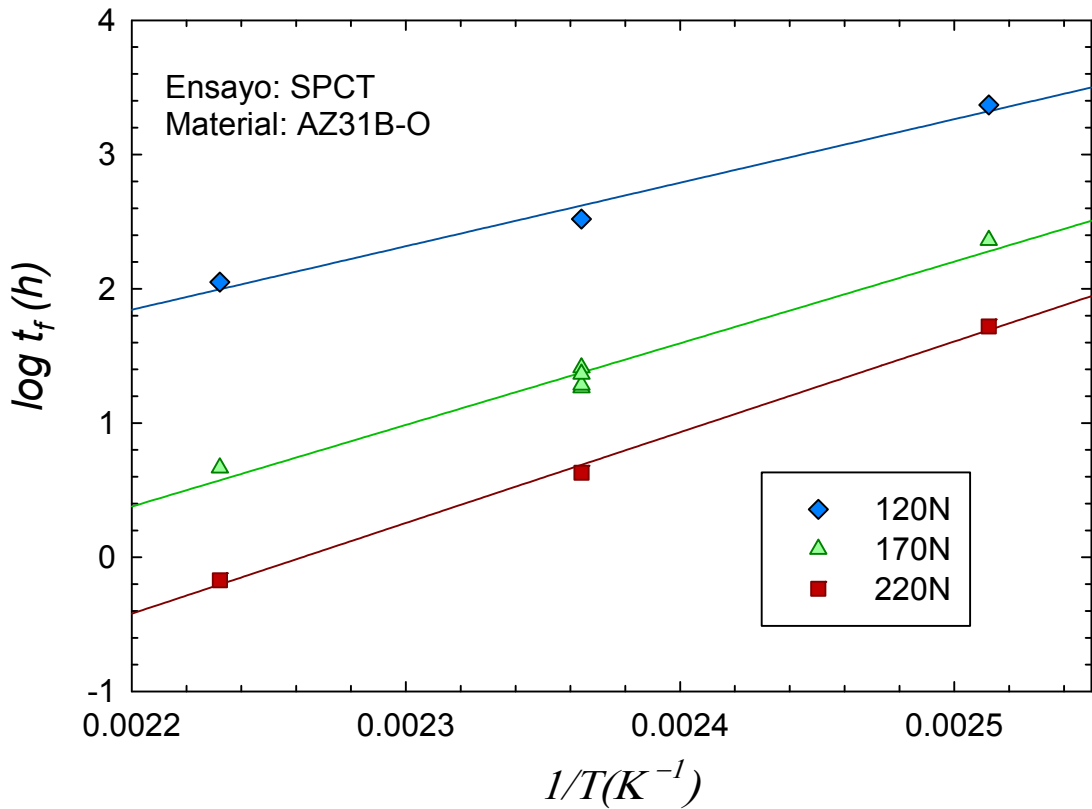


Figura 6.11. Curvas isotensión para los ensayos SPCT.

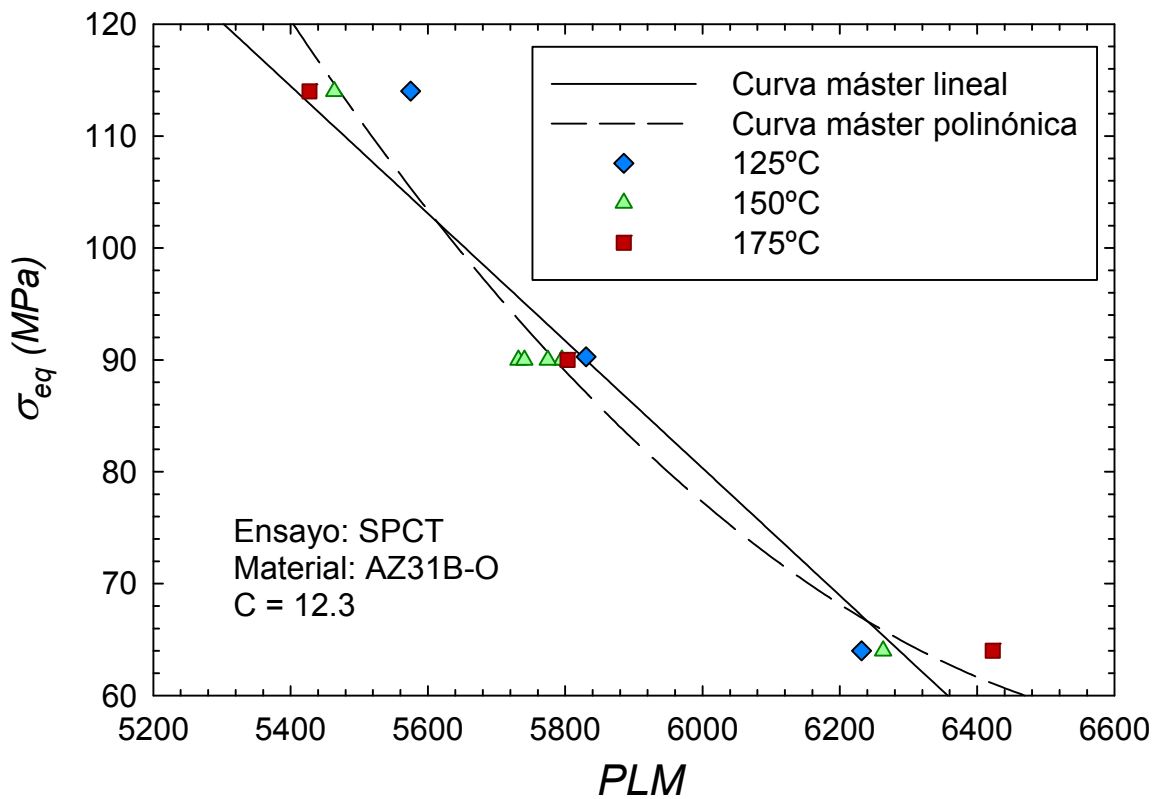


Figura 6.12. Curvas máster del PLM con  $C = 12.3$  para ensayos SPCT.

**Tabla 6.6.** Coeficientes de ajuste lineal y polinómico de la curva máster del modelo de LM, a partir de los ensayos SPCT.

setting range		Larson-Miller coefficients				
$\sigma_{eq}$ (MPa)	T(°C)	C	$a_1$	$a_2$	$a_3$	$R^2$
65-114	125-175	12.3	-16.422	7308		0.94
65-114	125-175	12.3	0.1617	-45	8531	0.96

Para la curva master del modelo de LM utilizando los ensayos SPCT, se han efectuado también dos ajustes: un ajuste lineal y otro ajuste polinómico de segundo orden. Los valores de los coeficientes de ambos ajustes se muestran en la Tabla 6.6.

### 6.3.3 Comparativa entre UCT y SPCT

Desde el punto de vista de las representaciones  $t_f(h) - \sigma$  (MPa), se observa que las tendencias de estas curvas son bastante similares para ambos ensayos (UCT y SPCT), lo cual apoya la tesis de que el ensayo SPCT es representativo del ensayo UCT en cuanto a tiempos de fallo, para situaciones de tensión y temperatura semejantes.

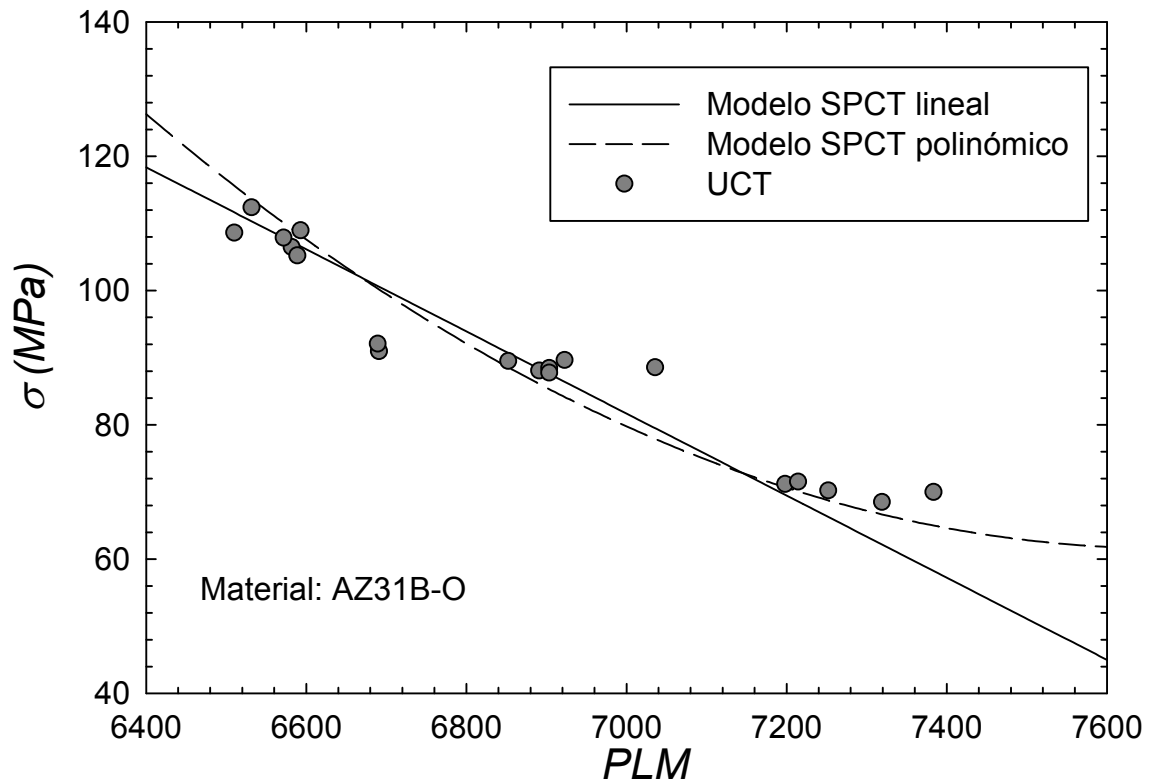
Mediante la aplicación del modelo de previsión de Larson-Miller, se observa que las tendencias y los valores de las curvas máster del ensayo SPCT y del ensayo UCT también son similares.

Además se han obtenido los coeficientes de ajuste de estas curvas máster mediante dos tipos de ajuste: uno lineal y otro polinómico de segundo orden. En ambos casos, el ajuste polinómico de segundo orden es ligeramente más preciso, aunque el lineal es suficientemente bueno.

El ajuste de las curvas máster para los ensayos UCT se ha realizado para el rango de tensiones entre  $\sigma = (68-109)$  MPa y con un valor calculado de  $C = 15$ . Para los ensayos SPCT el ajuste de las curvas máster, se ha realizado para el rango de tensiones equivalentes entre  $\sigma_{eq} = (65-114)$  MPa y con un valor calculado de  $C = 12.3$ . Como se puede observar ambos valores promedio son bastante parecidos.

A modo de ejemplo de la fiabilidad del uso del SPCT, en la Figura 6.13 se presentan las curvas máster del parámetro de LM obtenidas a partir de los resultados de los ensayos SPCT, junto con los resultados experimentales provenientes del ensayo uniaxial UCT. Se puede observar que el modelo obtenido con el ensayo SPCT permite conocer lo que ocurriría perfectamente con el ensayo uniaxial UCT.





**Figura 6.13.** Curva máster del parámetro de LM mediante los modelos SPCT y comparativa con los resultados UCT.

Como se puede observar en esta Figura 6.13, para niveles de tensión bajos el modelo polinómico de segundo orden definido mediante los ensayos SPCT, se ajusta mejor que el lineal a los resultados obtenidos a partir de los ensayos UCT.

La dispersión de resultados en los ensayos UCT, para un mismo nivel de tensión aplicada, se asocia a la influencia de la dirección de laminación seleccionada para los ensayos en los mismos.

#### 6.4 MODELO DE PREVISIÓN DE ORR-SHERBY-DORN.

Con el objetivo de analizar la bondad del ensayo SPCT, mediante otros modelos ampliamente aceptados en la literatura para la previsión del tiempo de fallo, se presenta en este apartado el ajuste mediante el modelo de previsión de Orr-Sherby-Dorn. En este caso se ha calculado el valor de la constante M y el parámetro de Orr-Sherby-Dorn (POSD) según la metodología descrita en el Capítulo 2.

### 6.4.1 Aplicación a los resultados UCT

A partir de los resultados experimentales se ha obtenido un valor de pendiente  $M = 6899$  de las curvas de la Figura 6.8 y con ellas se ha obtenido la curva master para el modelo de OSD de la Figura 6.14.

En la Tabla 6.7 se recogen, los coeficientes de las ecuaciones obtenidas para el modelo de OSD a partir de los ensayos UCT, de nuevo utilizando un ajuste lineal y otro polinómico de segundo orden.

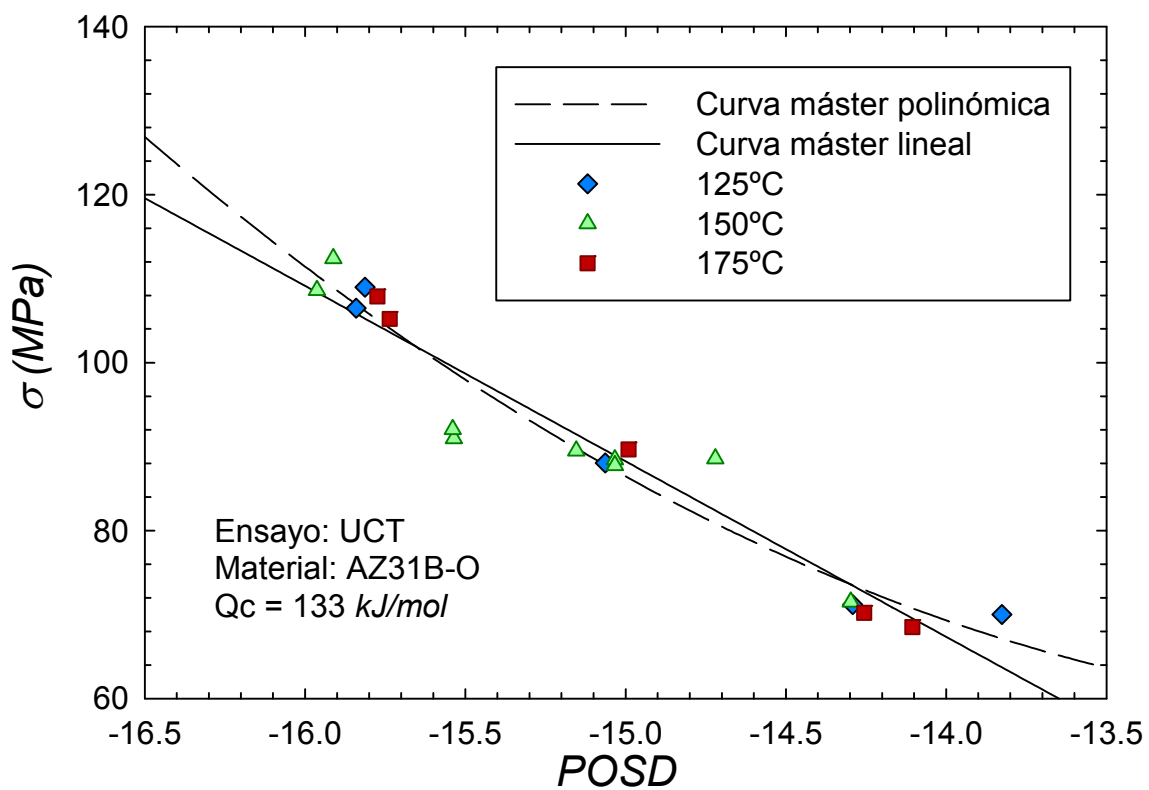


Figura 6.14. Curvas máster del modelo de OSD para los ensayos UCT.

Tabla 6.7. Coeficientes de ajuste lineal y polinómico para la curva máster del modelo de OSD a partir de los ensayos UCT.

setting range		Sherby-Dorn	Sherby-Dorn coefficients				
$\sigma$ (MPa)	T(°C)	Qc (KJ/mol)	M	$a_1$	$a_2$	$a_3$	$R^2$
68-109	125-175	133	6899	-0.0444	-11.087		0.93
68-109	125-175	133	6899	0.0004	-0.1137	-8.06	0.94

### 6.4.2 Aplicación a los resultados SPCT

Análogamente, con los resultados SPCT, el valor de la constante obtenida ha sido  $M = 5858$  y con ella se ha determinado la curva máster de la Figura 6.15.

Por su parte, los coeficientes obtenidos mediante los dos ajustes realizados con el modelo de OSD, correspondiente a los ensayos SPCT se presentan en la Tabla 6.8.

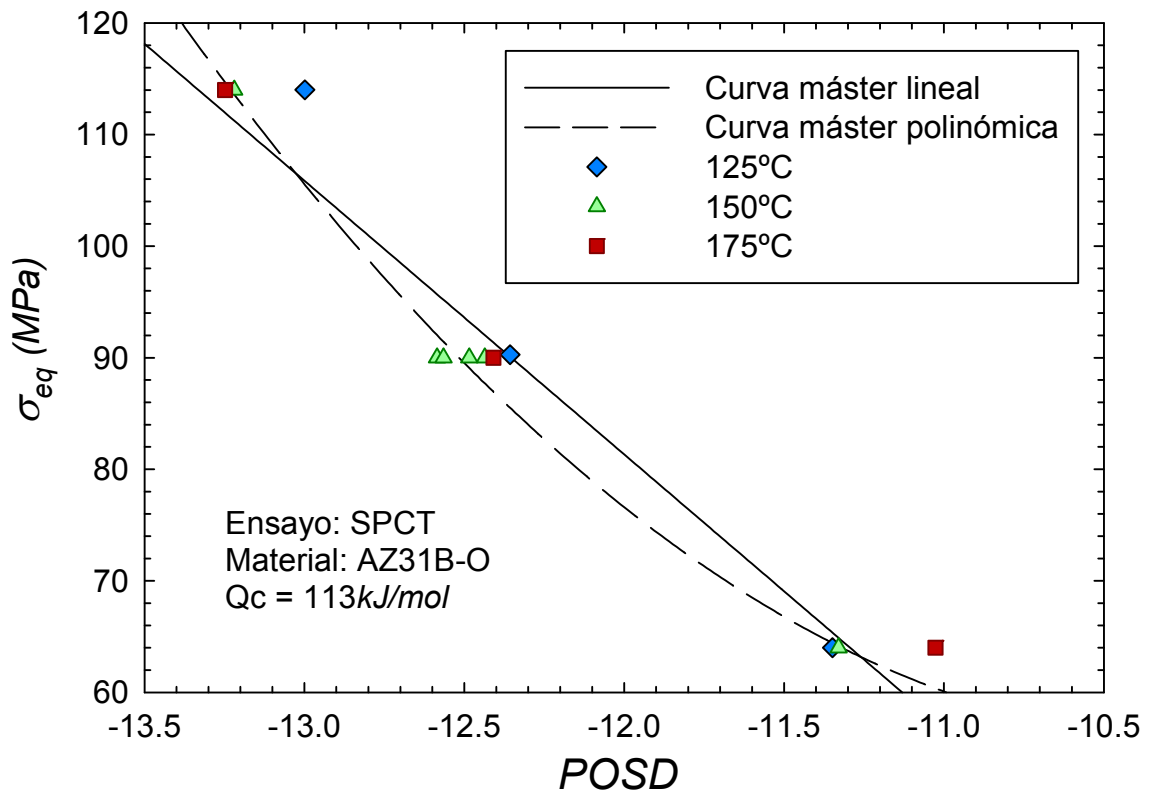


Figura 6.15. Curvas máster del modelo de OSD para ensayos SPCT.

Tabla 6.8. Coeficientes de ajuste lineal y polinómico para la curva máster del modelo de OSD mediante ensayos SPCT.

setting range		Sherby-Dorn	Sherby-Dorn coefficients				
$\sigma_{eq}$ (MPa)	T(°C)	Qc (KJ/mol)	M	$a_1$	$a_2$	$a_3$	$R^2$
65-114	125-175	113	5858	-0.0386	-8.8786		0.93
65-114	125-175	113	5858	0.0004	-0.1062	-6.00	0.97

### 6.4.3 Comparativa entre UCT y SPCT

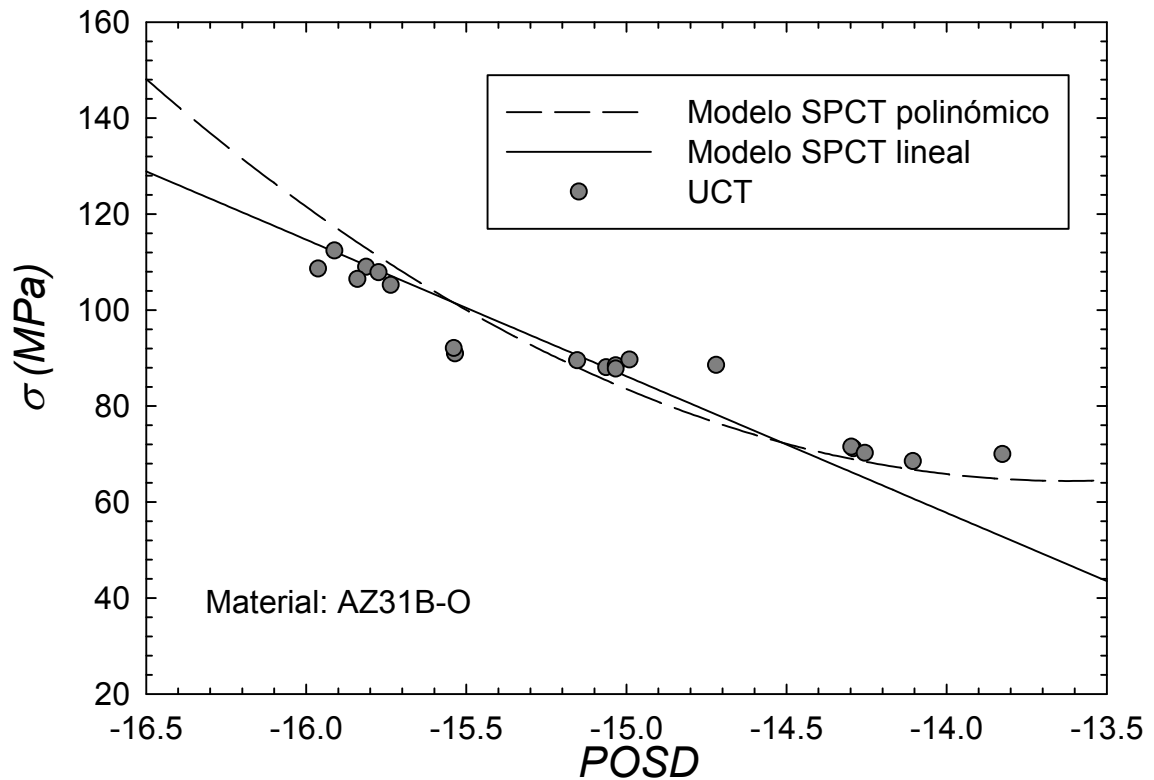
Para el modelo de previsión de tiempo de fallo de Orr-Sherby-Dorn se observa que las tendencias y los valores de las curvas máster del modelo de OSD obtenidas al representar  $POSD - \sigma (MPa)$  mediante los resultados del ensayo SPCT y el ensayo UCT, son también bastante similares.

Análogamente, se han obtenido los coeficientes de ajuste de estas curvas máster del modelo de Orr-Sherby-Dorn mediante dos tipos de ajuste: uno lineal y otro polinómico de segundo orden.

El ajuste de las curvas máster para los ensayos UCT, se ha realizado en el mismo rango de tensiones que para el modelo de Larson-Miller. Las tensiones que oscilan entre  $\sigma = (68 - 109) MPa$  y con valores calculados de la constante  $M = 6899$  y  $Q_c = 133 kJ/mol$ . Para los ensayos SPCT el ajuste de las curvas máster, se ha realizado para el rango de tensiones equivalentes que oscilan entre  $\sigma_{eq} = (65 - 114) MPa$  y con valores calculados de la constante  $M = 5858$  y  $Q_c = 113 kJ/mol$ .

De nuevo, con estas curvas de ajuste, para una temperatura y una tensión dada, se pueden obtener valores de  $t_f$  similares tanto si se emplea la curva máster del modelo de previsión de Orr-Sherby-Dorn obtenida a partir de los ensayos SPCT como si se emplea la curva máster obtenida de los ensayos UCT.

Al igual que para el modelo de Larson-Miller, en la Figura 6.16 se ha representado el modelo de curva máster definido a partir de los ensayos SPCT y los resultados obtenidos de los ensayos UCT. Se observa que el modelo de OSD obtenido a partir de los ensayos SPCT también es adecuado para conocer lo que sucedería con los tiempos de fallo del ensayo UCT. En este caso también se ha obtenido el valor de una constante para cada uno de los ajustes que relaciona los resultados SPCT con los UCT a través del modelo de OSD.



**Figura 6.16.** Curvas máster del POSD mediante los modelos SPCT y comparativa con los resultados UCT.

## 6.5 MODELO DE PREVISIÓN DE MONKMAN-GRANT MODIFICADO

Como se ha descrito en el Capítulo 2, el modelo de Monkman-Grant está enfocado en la reducción de la duración de un ensayo UCT. La aplicación ingenieril del modelo de Monkman-Grant es que una vez determinada la constante que lo define a partir de un número reducido de ensayos, en general de corta duración, puede utilizarse para predecir el tiempo de rotura de un ensayo de larga duración, que haya sido interrumpido una vez alcanzada la etapa secundaria de creep.

La etapa secundaria de creep, o más correctamente, el tiempo en el que se alcanza la velocidad de deformación mínima, suele producirse en tiempos inferiores a la mitad del tiempo de rotura de la probeta, por lo que la duración de los ensayos puede reducirse considerablemente.

En el presente apartado se ha efectuado una extensión del modelo de Monkman-Grant, para su aplicación en los ensayos de creep con probeta miniatura de punzonado o ensayos SPCT.

Para conseguir los objetivos planteados en el presente apartado se ha seleccionado una temperatura de  $T = 150^{\circ}\text{C}$ , tanto para los ensayos UCT como para los ensayos SPCT.

El rango de la tensión aplicada  $\sigma$  se ha seleccionado entre el (40–80)% de  $\sigma_{\text{UTS}}$  para los ensayos UCT, siendo  $\sigma_{\text{UTS}} = 150\text{MPa}$ . Para los ensayos SPCT la carga aplicada  $P$  se ha seleccionado entre el (40–80)% de  $P_{\text{máx}}$  del ensayo SPT a  $T = 150^{\circ}\text{C}$ , cuyo valor representativo para la aleación AZ31B-O es  $P_{\text{máx}} = 284\text{N}$ .

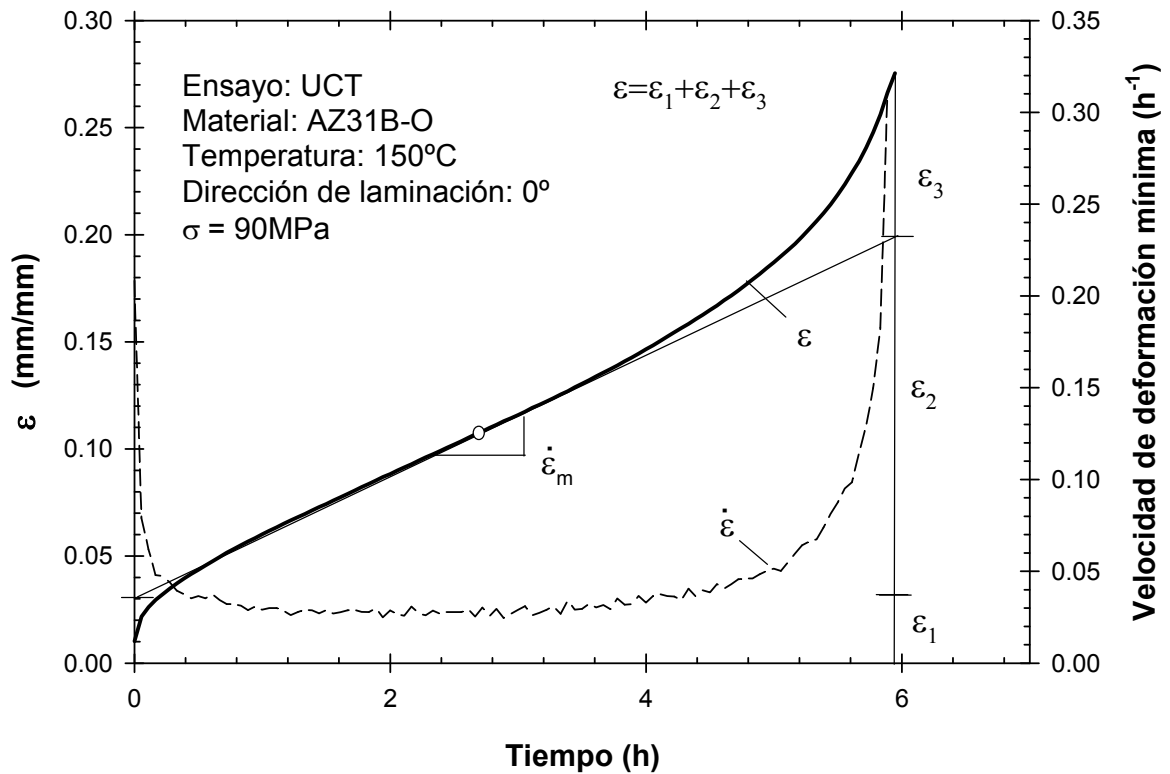
Los parámetros característicos que han sido extraídos de cada ensayo UCT han sido: la velocidad de deformación mínima  $\dot{\varepsilon}_m$ , el tiempo de fallo  $t_f$  y la deformación final en el instante del fallo  $\varepsilon_f$ .

La deformación correspondiente al estado secundario de creep ha sido obtenida como el producto de la pendiente mínima por el tiempo de fallo, es decir  $\varepsilon_2 = \dot{\varepsilon}_m \cdot t_f$ . La deformación correspondiente al estado primario de creep  $\varepsilon_1$ , se obtiene a partir de la intersección en  $t = t_0$  de la recta tangente a la curva de deformación en el punto donde se alcanza la velocidad de deformación mínima  $\dot{\varepsilon}_m$ . Finalmente, la deformación correspondiente al estado terciario de creep se ha obtenido como la diferencia entre la deformación en el instante del fallo menos la correspondiente a los estados de creep primario y secundario  $\varepsilon_3 = \varepsilon_f - (\varepsilon_1 + \varepsilon_2)$  como se muestra en la Figura 6.17.

En la Tabla 6.9 se recogen los parámetros característicos de los ensayos UCT efectuados

**Tabla 6.9.** Resultados de los ensayos SPCT y UCT.

Ensayo	$P(N)$	$\sigma(MPa)$	$T(^{\circ}\text{C})$	$\delta_{R,f}$	$\varepsilon_f$	$t_f(h)$	$\dot{\delta}_{R,m}(h^{-1})$	$\dot{\varepsilon}_m(h^{-1})$
SPCT-1	215	-	150	1.470	-	4.3	0.1290	-
SPCT-2	150	-	150	2.800	-	43.8	0.0283	-
SPCT-3	150	-	150	2.940	-	58.9	0.0213	-
SPCT-4	120	-	150	5.200	-	320.0	0.0065	-
CR-1	-	90	150	-	0.300	6.0	-	0.0267
CR-2	-	90	150	-	0.265	5.9	-	0.0281
CR-3	-	75	150	-	0.326	48.0	-	0.0030
CR-4	-	100	150	-	0.312	4.0	-	0.0360
CR-5	-	64	150	-	0.350	285.0	-	0.0005



**Figura 6.17.** Curva representativa ensayo UCT.

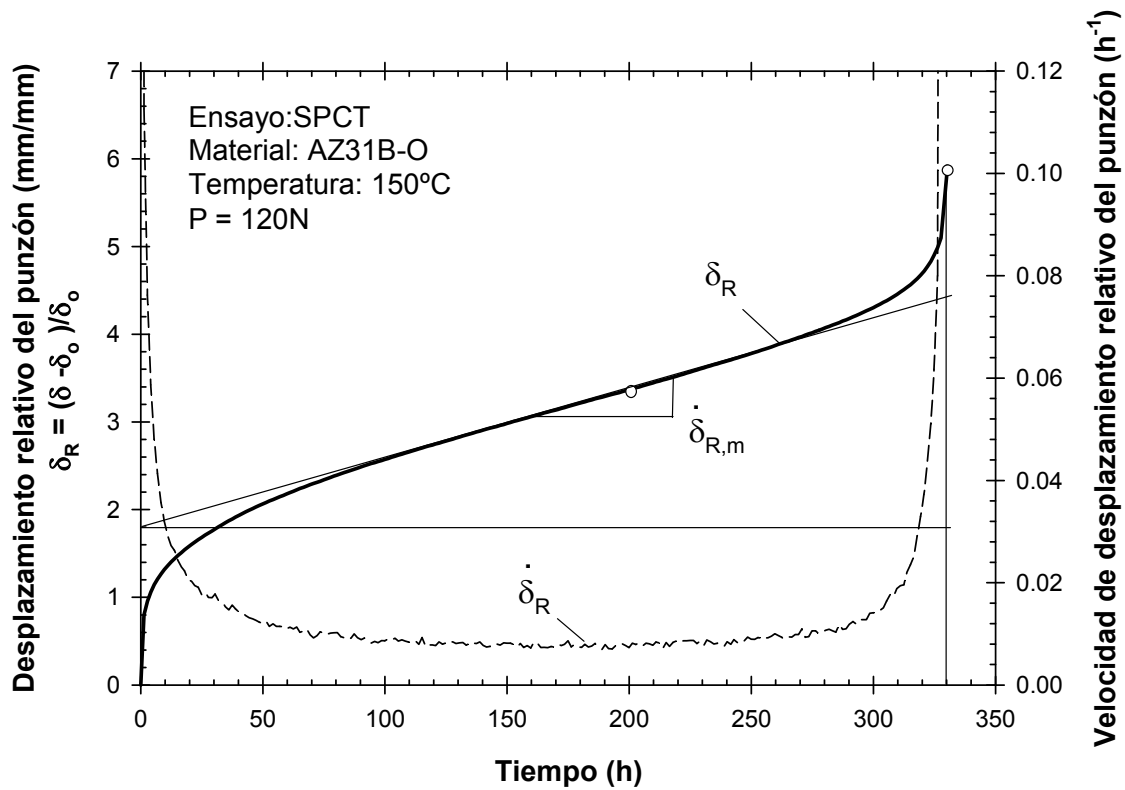
En cuanto a los ensayos SPCT, como se muestra en la Figura 6.18 se ha registrado el desplazamiento del punzón frente al tiempo. Se ha calculado el desplazamiento relativo del punzón,  $\delta_R$  como el incremento del desplazamiento del punzón respecto al valor inicial en el instante de aplicación de la carga  $\delta_0$ :

$$\delta_R = \frac{\delta(t) - \delta_0}{\delta_0} = \frac{\Delta\delta}{\delta_0} \quad (6.1)$$

Dicha expresión permite representar el desplazamiento relativo del punzón como un valor adimensional similar a la deformación utilizada en el análisis de los ensayos UCT, donde  $\varepsilon = \Delta l / l_0$ .

Así mismo, se define la velocidad de desplazamiento del punzón como:

$$\dot{\delta}_R = \frac{\Delta\delta_R}{\Delta t} = \frac{\Delta}{\Delta t} \left( \frac{\delta(t) - \delta_0}{\delta_0} \right) = \frac{\dot{\delta}(t)}{\delta_0} \quad (6.2)$$



**Figura 6.18** Curva representativa ensayo SPCT.

En la misma Tabla 6.9 se presentan los parámetros característicos asociados a los ensayos SPCT efectuados.

Para poder relacionar adecuadamente las propiedades a creep mediante los ensayos UCT y los SPCT, es necesario establecer una relación entre la carga  $P(N)$  del SPCT y la tensión  $\sigma(MPa)$  del UCT. Como se ha comentado en el Capítulo 2, han sido varias las relaciones  $P/\sigma$  existentes en la bibliografía, siendo la de mayor aplicabilidad hasta ahora la proporcionada por el CEN-CWA-15627.

En cualquier caso, se postula una relación lineal  $P/\sigma = cte.$  entre la carga a aplicar en el punzón del ensayo SPCT y la tensión equivalente del ensayo UCT.

La extensión del modelo de Monkman-Grant modificado a los ensayos SPCT conlleva la sustitución de la deformación por creep  $\varepsilon$  por el desplazamiento relativo del punzón  $\delta_R$ . En consecuencia el modelo de MGM puede expresarse como:

$$\frac{t_f \cdot \dot{\delta}_{R,min}}{\delta_{R,f}} = C_{spct} \quad (6.3)$$



Utilizando los valores de la Tabla 6.9, se obtiene, para el material de estudio de la presente Tesis, una constante  $C_{spct} = 0.42$ . El valor de la deformación relativa máxima en el momento del fallo  $\delta_{R,f}$  es un parámetro que depende de la carga aplicada, según dichos datos, y cuyos valores aparecen presentados en la Figura 6.19.

En esa Figura 6.19, junto a los valores de la Tabla 6.9, se han representado ensayos efectuados con cargas muy cercanas a la carga de rotura del ensayo SPT ( $0.9P_{máx}$ ), obteniendo un valor de desplazamiento en el instante de la rotura  $\delta_{P_{máx}} \approx 1.4mm$ . En consecuencia, cuando  $P_{spct} \rightarrow P_{máx}$ , se obtiene  $\delta_{R,f}^{P_{máx}} \rightarrow (1.4-1)/1 = 0.4$ .

Se ha observado un buen ajuste de los resultados experimentales con la ecuación:

$$\delta_{R,f} = \frac{P_{máx}^2}{P_{spct}^2} - 1 + \delta_{R,f}^{P_{máx}} \quad (6.4)$$

Donde  $P_{máx}$  es la carga máxima alcanzada en el ensayo SPT.

En consecuencia, introduciendo la ecuación (6.4) en la ecuación (6.3), se obtiene:

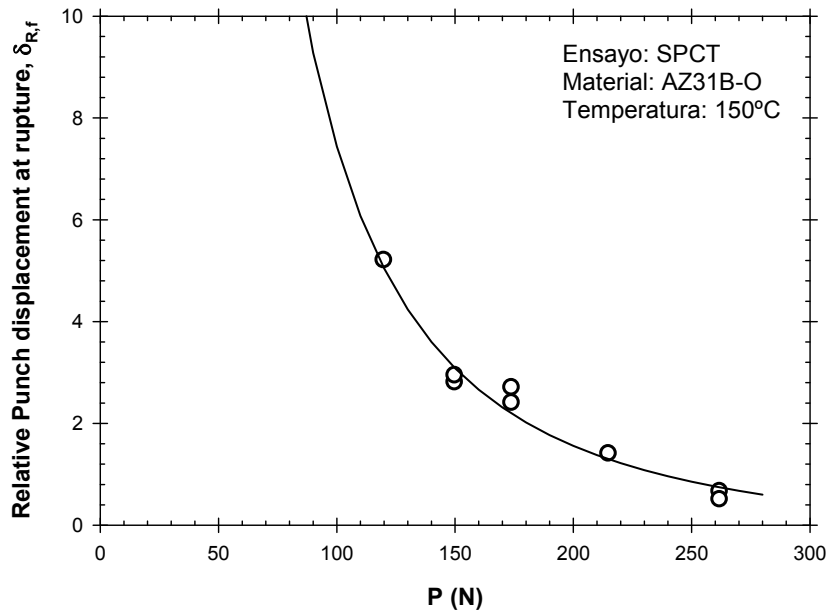
$$t_f = \frac{C_{spct}}{\dot{\delta}_{R,min}} \cdot \left( \frac{P_{máx}^2}{P_{spct}^2} - 0.6 \right) \quad (6.5)$$

Con este ajuste, se obtiene la ventaja de que la dependencia con la temperatura aparece recogida con el valor de  $P_{máx}$ , el cual se obtiene con el ensayo SPT a la temperatura  $T$ .

Si se aplica a la aleación AZ31B-O a una temperatura  $T = 150^\circ C$ , el valor de  $P_{máx} = 284N$  y  $C_{spct} = 0.42$ , el modelo quedaría:

$$t_f = \frac{0.42}{\dot{\delta}_{R,min}} \cdot \left( \frac{284^2}{P_{spct}^2} - 0.6 \right) \quad (h, N) \quad (6.6)$$

Finalmente para comparar los resultados experimentales obtenidos de la Tabla 6.9 con los resultados obtenidos mediante la predicción del nuevo modelo basado en la extensión del modelo de MG al ensayo SPCT, en la Figura 6.20 se presentan los valores obtenidos por ambos métodos.



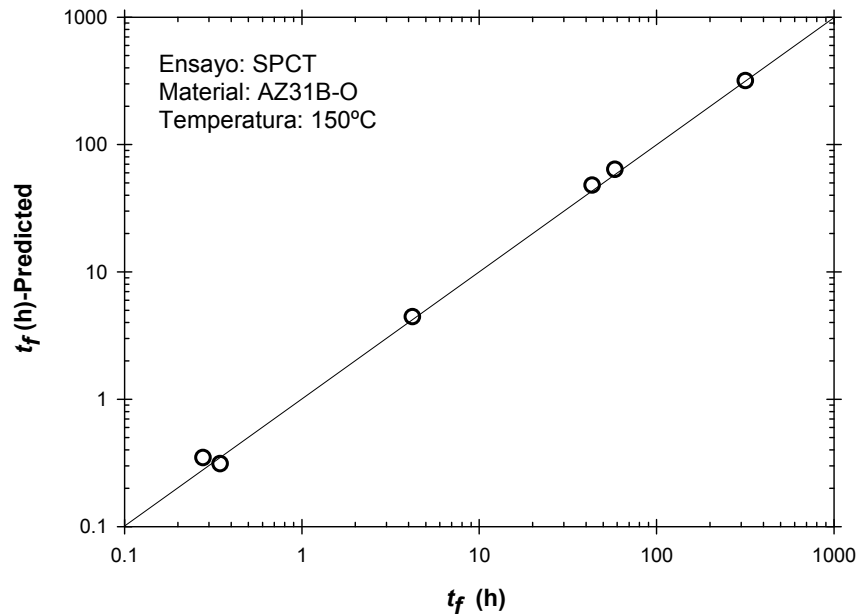
**Figura 6.19.** Relación entre la carga aplicada y el desplazamiento relativo del punzón en el instante del fallo.

En consecuencia, para un ensayo SPCT efectuado a una determinada carga  $P_{spct}$ , y una vez alcanzado el valor de la velocidad de deformación mínima  $\dot{\delta}_{R,min}$ , el ensayo puede interrumpirse y utilizar la expresión (6.6) para predecir el tiempo de fallo  $t_f$ .

Como conclusión del apartado comentar que se ha efectuado una extensión del modelo de previsión de Monkman-Grant a los ensayos SPCT. Dicho modelo permite estimar el tiempo de rotura por creep, una vez sobrepasado el instante en el que se alcanza la velocidad de desplazamiento del punzón mínima.

Dicha relación debe establecerse a partir del desplazamiento relativo, definido como incremento de desplazamiento experimentado por el punzón dividido entre el desplazamiento inicial.

La dependencia del desplazamiento relativo en el instante del fallo depende de la carga aplicada. Se ha obtenido una buena correlación mediante una función que integra el valor de la carga máxima del ensayo SPT y a la temperatura deseada. La ventaja de esta aproximación es que ya está integrado el efecto de la temperatura en dicha ecuación, a través del valor de  $P_{m\acute{a}x}$  que será función de la temperatura de ensayo.



**Figura 6.20.** Comparativa entre los tiempos de fallo previstos del modelo y los resultados experimentales del ensayo SPCT.

## 6.6 MODELO DE PREVISIÓN DE WILSHIRE

El modelo de Wilshire representa una alternativa a los modelos tradicionales de previsión de tiempo de fallo por creep. Como se ha comentado en el Capítulo 2, este modelo define una expresión para el tiempo de fallo a partir de la ecuación:

$$\left(\frac{\sigma}{\sigma_{TS}}\right) = \exp\left\{-k_1 \cdot \left[t_f \cdot \exp\left(-Q_c^*/R \cdot T\right)\right]^u\right\} \quad (6.7)$$

Donde los parámetros para definir el comportamiento del material son  $k_1$ ,  $u$  y  $Q_c^*$ .

Este modelo es independiente de las variaciones observadas en el exponente de tensión  $n$  de otros modelos tradicionales. Para ello emplea normaliza la tensión mediante una expresión de la forma:  $(\sigma/\sigma_{TS})$  y considera que el valor de energía de activación  $Q_c$  (kJ/mol) es la de autodifusión del material en la red cristalográfica conocida como (lattice self diffusion)  $Q_c^*$ . Para el material estudiado, se ha utilizado un valor de energía de activación  $Q_c^* = 135 \text{ kJ/mol}$ .

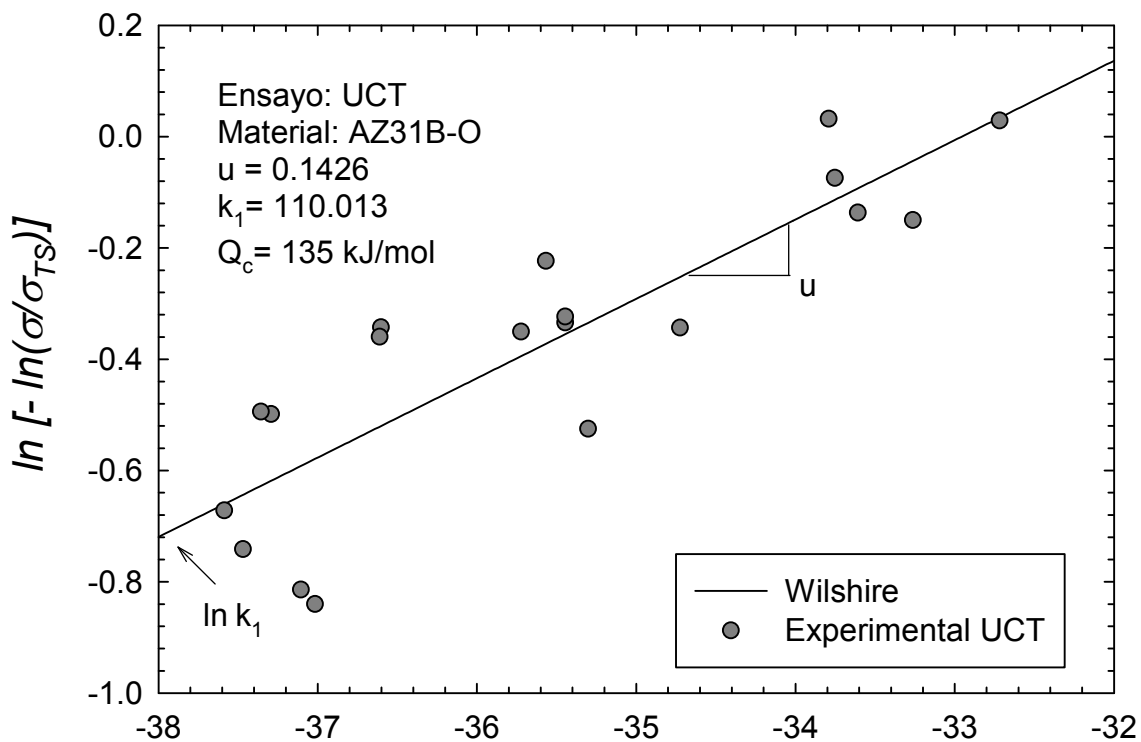
Para predecir el tiempo de fallo mediante el modelo de Wilshire en este apartado se ha seguido la metodología descrita en el Capítulo 2.

### 6.6.1 Parámetros del modelo para los ensayos UCT

En primer lugar mediante la representación del  $\ln(-\ln(\sigma/\sigma_{TS}))$  frente al  $\ln(t_f \cdot \exp(Q_c/R \cdot T))$  de la Figura 6.21, se han obtenido los valores de las constantes  $u = 0.1426$  y  $k_1 = 110.013$  para valores de  $\sigma/\sigma_{TS} \leq 0.65$ . El valor de  $u$  se ha obtenido como la pendiente de la ecuación lineal de la Figura 6.21 y  $k_1$  se ha obtenido a partir del punto de corte de dicha recta con el eje de ordenadas.

Una vez determinados estos parámetros, en la Figura 6.22 se presenta la ecuación del modelo de Wilshire junto con los resultados experimentales para las temperaturas de  $125^\circ C$  a  $150^\circ C$ .

Por su parte, en la Figura 6.23 se presenta una comparativa entre los tiempos de fallo obtenidos a partir de los resultados experimentales UCT y la predicción de estos tiempos de fallo empleando la ecuación de Wilshire. La representación de estos puntos da una idea de la calidad del ajuste obtenido.



**Figura 6.21** Dependencia de  $\ln(-\ln(\sigma/\sigma_{TS}))$  frente a  $\ln(t_f \cdot \exp(Q_c/R \cdot T))$  para ensayos UCT.

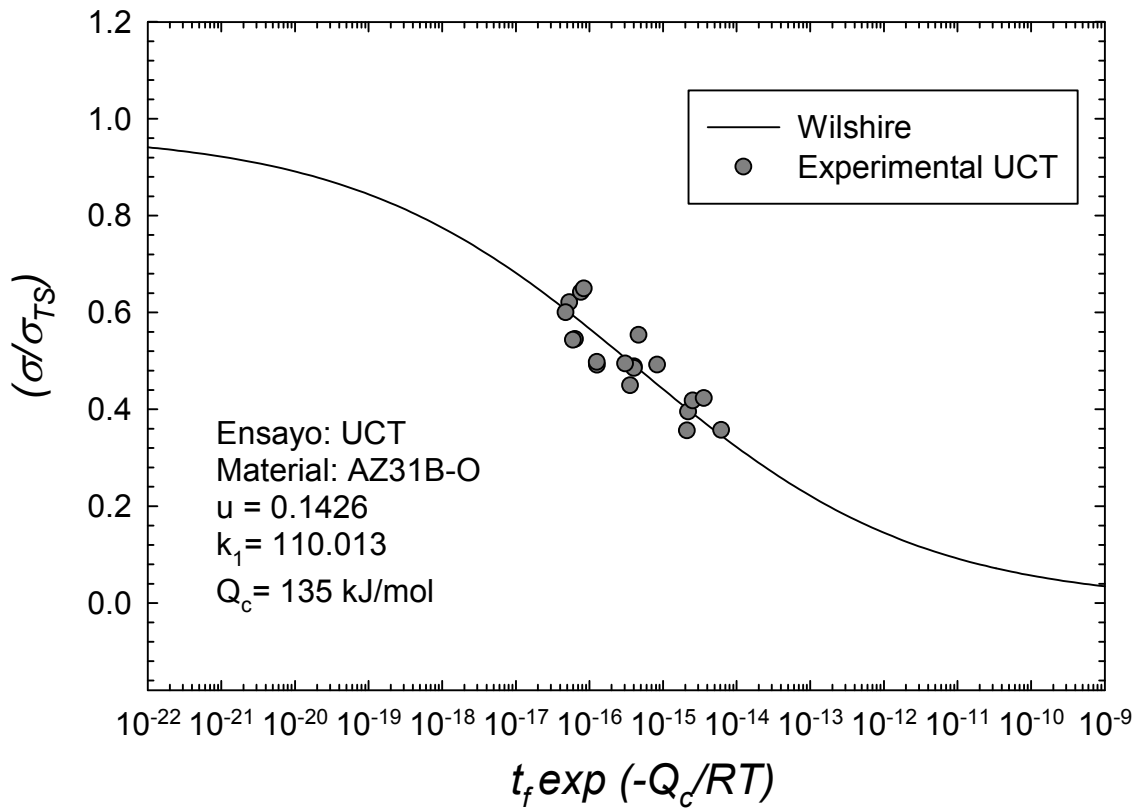


Figura 6.22. Curva de Wilshire para ensayos UCT.

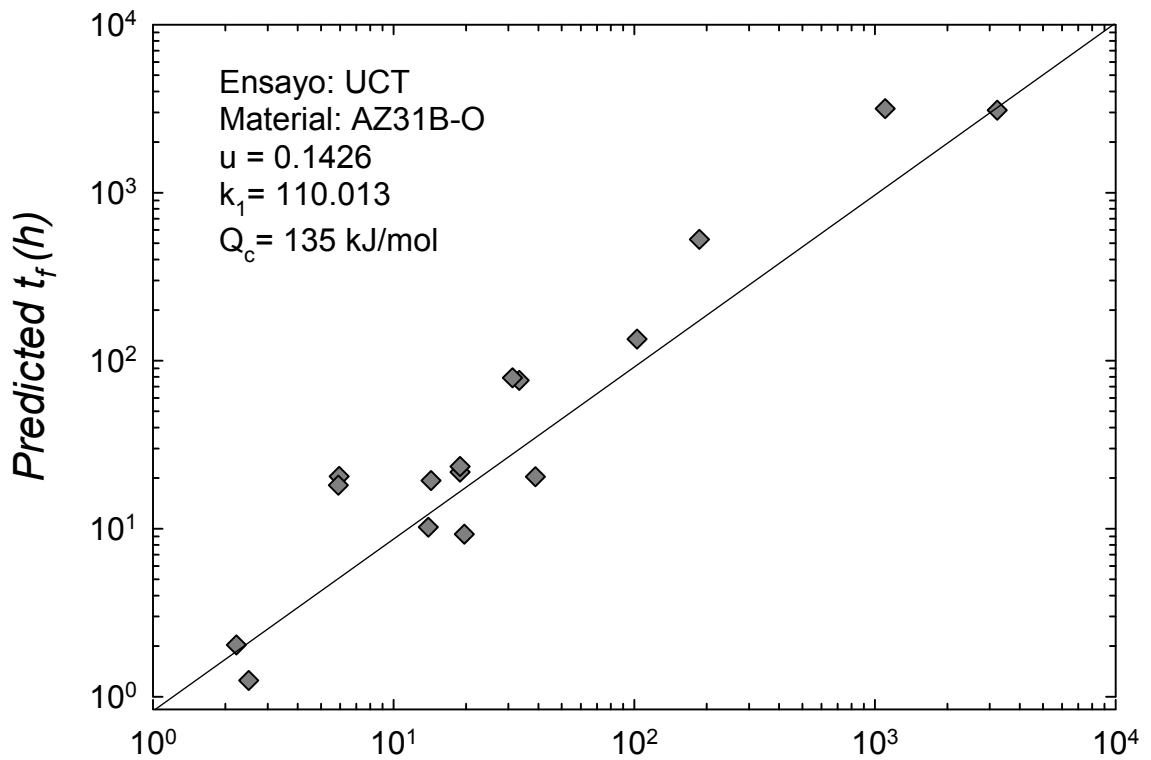


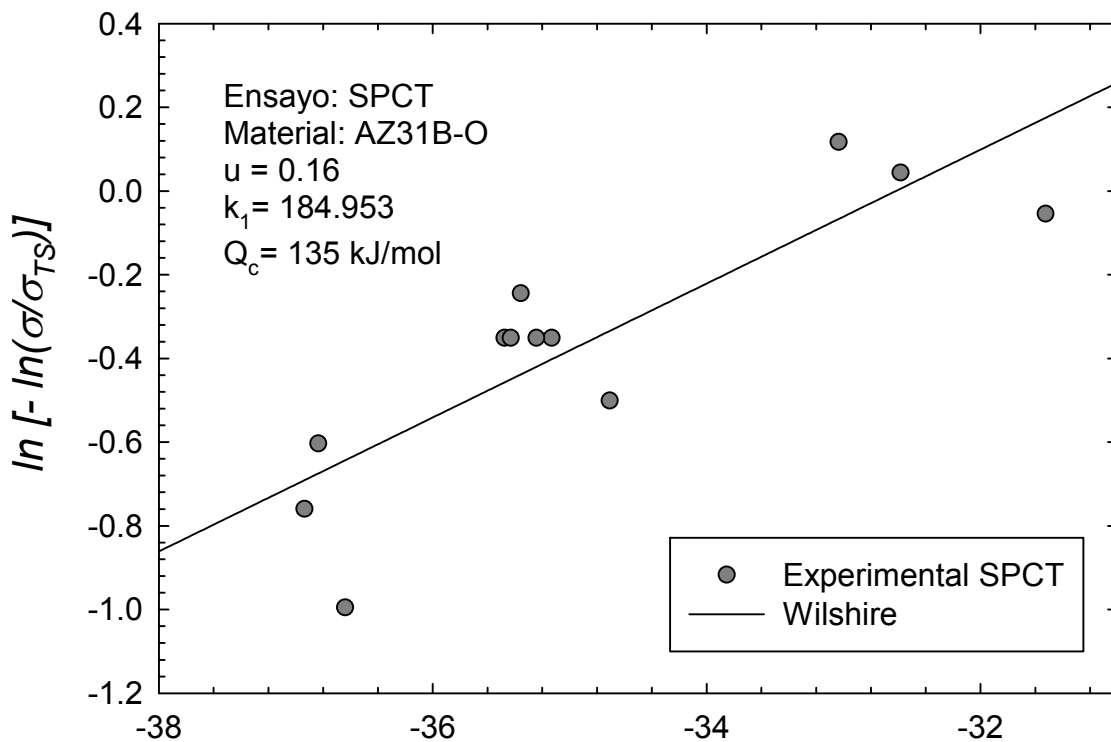
Figura 6.23. Comparativa entre los tiempos de fallo de los resultados experimentales UCT y la predicción obtenida mediante Wilshire.

### 6.6.2 Parámetros del modelo para los ensayos SPCT

Análogamente, con los resultados de los ensayos SPCT presentados en la Figura 6.24 se ha obtenido el valor de las constantes  $u=0.16$  y  $k_1=184.953$  para valores de  $\sigma/\sigma_{TS} \leq 0.50$ .

Del mismo modo que para los ensayos UCT, con estas constantes se ha obtenido la curva máster Wilshire de la Figura 6.25, para el rango de temperaturas de  $125^\circ C$  a  $150^\circ C$ .

Por su parte, en la Figura 6.26 se presenta la comparativa entre los tiempos de fallo obtenidos de los resultados experimentales SPCT y la predicción de estos tiempos de fallo empleando la ecuación de Wilshire. Al igual que para los ensayos UCT, el ajuste obtenido es bastante bueno.



**Figura 6.24.** Dependencia de  $\ln(-\ln(\sigma/\sigma_{TS}))$  frente a  $\ln(t_f \cdot \exp(Q_c/R \cdot T))$  para ensayos SPCT.

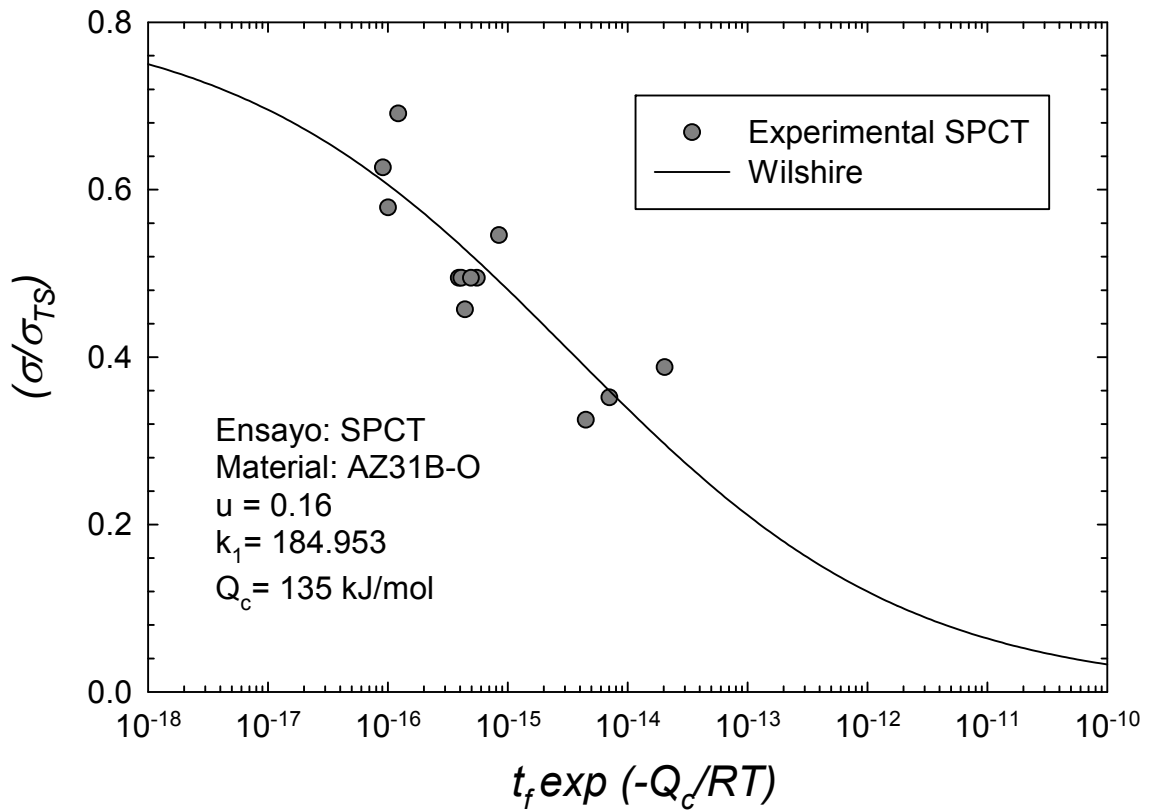


Figura 6.25. Curva de Wilshire para ensayos SPCT.

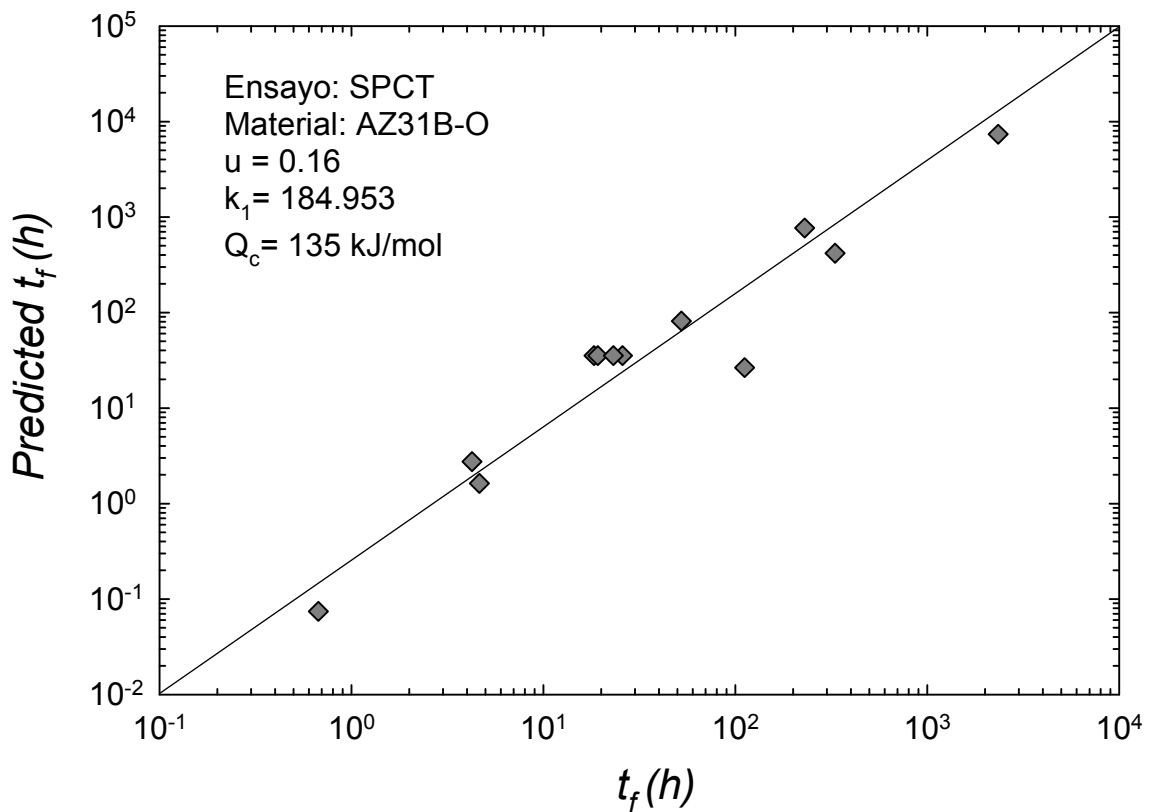


Figura 6.26. Comparativa entre los tiempos de fallo de los resultados experimentales SPCT y la predicción obtenida mediante Wilshire.

### 6.6.3 Comparativa entre UCT y SPCT

Se han comparado los resultados obtenidos para la predicción del tiempo de fallo mediante la ecuación de Wilshire, a partir de los con los ensayos UCT y SPCT.

En ambos tipos de ensayos, las curvas máster de Wilshire obtenidas presentan una forma sigmoïdal como se muestra en la Figura 6.27.

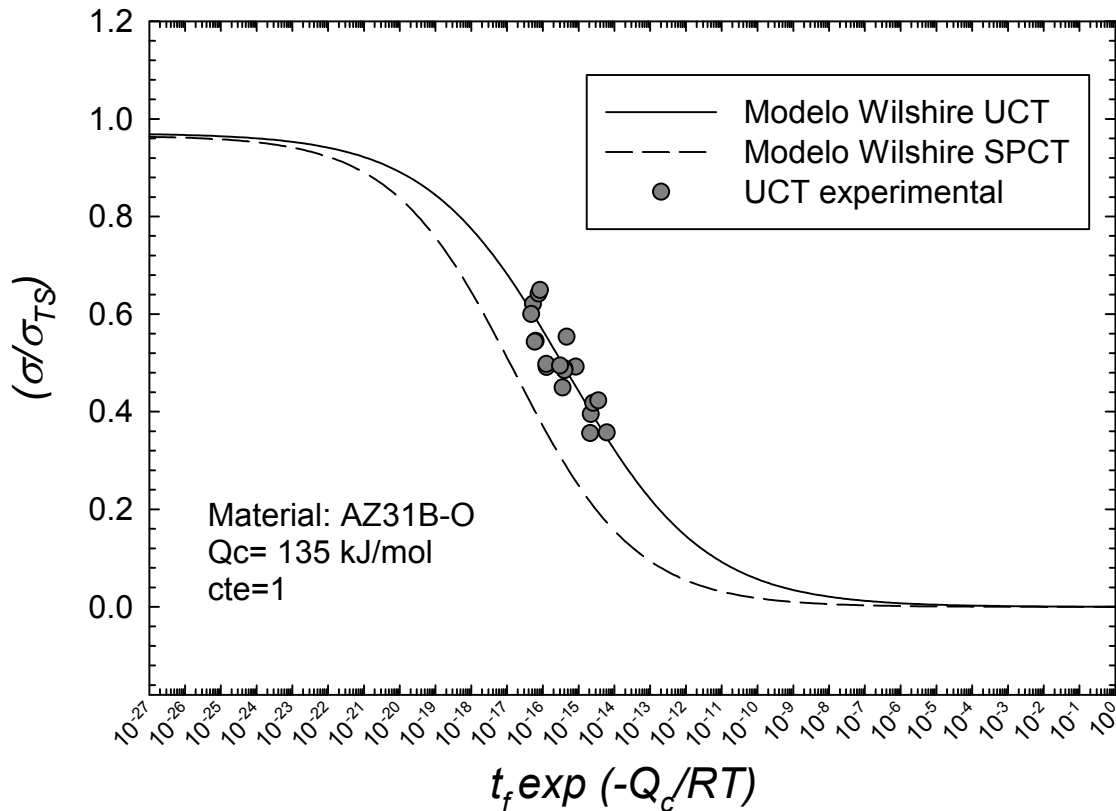
Para la curva máster obtenida de los ensayos UCT se han obtenido las constantes  $u = 0.1426$  y  $k_1 = 110.013$  para valores de  $\sigma/\sigma_{TS} \leq 0.65$ , mientras que para curva máster de los ensayos SPCT se han obtenido las constantes  $u = 0.16$  y  $k_1 = 184.953$  para valores de  $\sigma/\sigma_{TS} \leq 0.50$ .

En general podemos concluir que los valores de las constantes  $u$  y  $k_1$  obtenidas son próximos y algo superiores para los ensayos SPCT. Estas pequeñas diferencias se han asociado a que los niveles de tensión equivalentes asociados al ensayo SPCT son algo inferiores a los de los ensayos UCT. Además, en el caso de los ensayos SPCT no se ha tenido en cuenta la dirección de laminación, como en los ensayos UCT, a la hora de normalizar la tensión mediante  $\sigma/\sigma_{TS}$ . En los ensayos SPCT la relación  $\sigma/\sigma_{TS}$  obtenida en general, ha sido algo inferior a la de los ensayos UCT.

Por otra parte, la relación entre los tiempos de fallo obtenidos experimentalmente y los obtenidos mediante la predicción del modelo de Wilshire, es prácticamente lineal tanto en los ensayos SPCT como en los ensayos UCT.

Finalmente, el modelo de previsión de tiempo de fallo de Wilshire se ajusta perfectamente a las dos metodologías de ensayo (UCT y SPCT) en los rangos de tensión y temperatura aplicados.



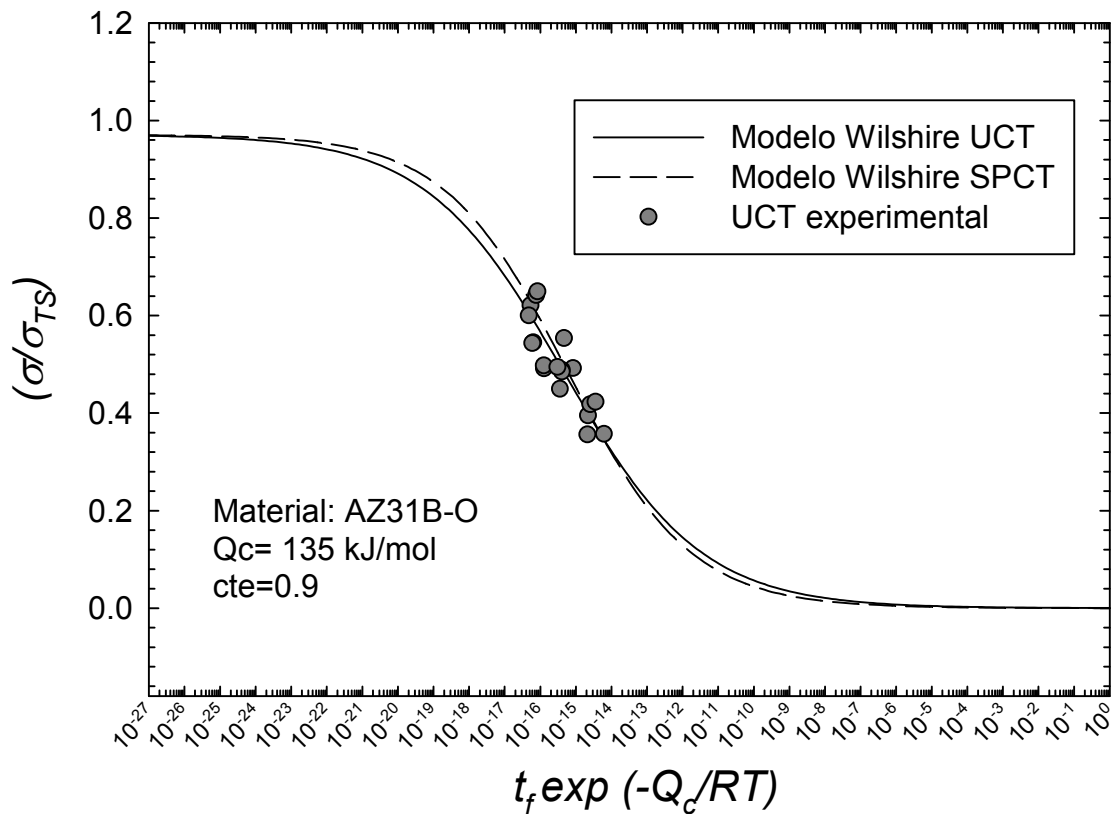


**Figura 6.27.** Comparativa de los dos modelos de Wilshire obtenidos (UCT y SPCT).

De los resultados obtenidos también podemos concluir que mediante el modelo de Wilshire obtenido con los ensayos SPCT y mediante el uso de una constante  $W = 0.9$  que relaciona los modelos obtenidos con el ensayo UCT y el ensayo SPCT, podemos obtener la previsión del tiempo de fallo a creep mediante ensayos SPCT. Para ello se emplea la expresión (6.8), donde  $u$  y  $k_1$  son las constantes de Wilshire obtenidas a partir de los ensayos SPCT y  $\sigma = \sigma_{eq}$  se obtiene mediante la expresión del CEN-CWA-15627 que relaciona  $P/\sigma$  con un valor inicial de la constante  $k_{sp} = 1$ .

$$t_f = \exp \left\{ \frac{\ln[-\ln(\sigma/\sigma_{TS})]}{u - [\ln k_1 \cdot (W/u)] + (Q_c^*/R \cdot T)} \right\} \quad (6.8)$$

En la Figura 6.28 y a modo de ejemplo, se muestran los dos modelos de Wilshire obtenidos (UCT y SPCT) y los resultados experimentales para el ensayo UCT. A través del modelo SPCT representado podemos obtener dicha previsión de tiempo de fallo según la expresión (6.8).



**Figura 6.28.** Comparativa de los dos modelos de Wilshire obtenidos (UCT y SPCT) para la constante  $W = 0.9$ .

## 6.7 COMPARATIVA ENTRE LOS DIFERENTES MODELOS ANALIZADOS

Finalmente, después de aplicar los resultados experimentales obtenidos mediante las dos técnicas de ensayo (UCT y SPCT) a los diferentes modelos de previsión de tiempo de fallo, en este apartado se analizan y comparan los resultados obtenidos de la aplicación de dichos modelos.

En el caso de los modelos tradicionales de Larson-Miller y de Orr-Sherby Dorn se han comparado las curvas máster obtenidas de los resultados de los programas experimentales de UCT y de SPCT.

Con los resultados SPCT se han efectuado dos ajustes (lineal y polinómico) de las curvas máster de los modelos de previsión de LM y OSD. Además se ha establecido el valor de una constante, para cada modelo de previsión, que relaciona los resultados de las curvas máster obtenidas mediante UCT con las SPCT. Con los nuevos modelos definidos mediante SPCT y mediante el valor de esas constantes se pueden obtener

valores de predicción de tiempo de fallo mediante la realización de ensayos SPCT equivalentes a los obtenidos mediante UCT. Esto es aplicable para el material de la presente Tesis y para el rango de temperaturas comprendidas entre  $(125-175)^{\circ}C$ .

En general, los dos ajustes obtenidos (lineal y polinómico) tanto para el modelo de Larson-Miller como para el modelo de Orr-Sherby-Dorn, son bastante buenos ya que  $R^2 > 0.9$  en todos los casos. Sin embargo, si nos centramos en el modelo que mejor se ajusta por definición y trazado de las rectas de isotensión, los resultados indican es el de Orr-Sherby-Dorn. Este modelo supone que la energía de activación  $Q_c$ , es constante e independiente de la tensión  $\sigma$  aplicada. Esto puede ser parcialmente cierto si se compara con el modelo de Wilshire que también supone una  $Q_c = Q_c^* = cte$ .

Por otra parte, aunque el modelo de Larson-Miller se ajusta bastante bien a los resultados obtenidos, este supone que el valor de la constante  $C$  calculado es independiente de la carga y la temperatura. Pero esta suposición no es del todo cierta, ya que la combinación de diferentes niveles de carga y temperatura hace que cambie el comportamiento del material a creep. En el caso de los resultados obtenidos, estas variaciones en el comportamiento del material debido a la combinación de niveles de carga y temperatura han sido prácticamente despreciables, para los rangos de tensión y temperatura seleccionados.

Como se ha comentado, a medida que aumentamos la temperatura y reducimos la tensión, la deformación en la probeta SPCT está dominada por el fenómeno de creep. Por lo tanto, los ensayos efectuados con las probetas SPCT y UCT serán tanto más parecidos cuanto mayor sea la temperatura y menor la tensión aplicada.

Por otra parte, se ha definido un nuevo modelo de previsión de tiempo de fallo basado en el modelo de MGM. Dicho modelo permite predecir el tiempo de fallo mediante la realización de ensayos interrumpidos SPCT una vez sobrepasado el instante en el que se alcanza la velocidad de desplazamiento del punzón mínima, para una temperatura determinada.

A diferencia de los otros modelos, para obtener esa relación se ha utilizado el desplazamiento relativo del punzón  $\delta_R$ , definido como incremento de desplazamiento experimentado por el punzón dividido entre el desplazamiento inicial. Este valor del desplazamiento relativo justo en el instante del fallo  $\delta_{R,f}$  depende de la carga aplicada en el ensayo SPCT.

El modelo desarrollado permite predecir el tiempo de fallo de los ensayos SPCT, una vez alcanzado el valor de la velocidad de deformación mínima, como lo que se puede reducir considerablemente la duración de los ensayos de larga duración que se prevean en un futuro.

Finalmente, se han obtenido las curvas máster de Wilshire mediante los dos tipos de ensayo UCT y SPCT. A su vez, los valores obtenidos de las constantes que definen este modelo, han sido próximos para las dos tipologías de ensayo, siendo los valores de las constantes obtenidas mediante los ensayos SPCT algo superiores.

Al igual que para los modelos de LM y OSD, se ha encontrado el valor de una constante que relaciona los modelos de Wilshire obtenidos a través de los ensayos UCT y los obtenidos a partir de los ensayos SPCT. Mediante este modelo definido por Wilshire obtenido a partir de los ensayos SPCT y el valor de esta constante se pueden predecir valores de tiempos de fallo similares a los obtenidos mediante el ensayo UCT.

Con esto, como línea futura de la presente Tesis se plantea la posibilidad de extender el modelo de Wilshire para predecir velocidades de deformación mínima a los ensayos SPCT.

Comparando los modelos de previsión de tiempo de fallo, para el material estudiado de la presente Tesis, el modelo que mejor aproxima los resultados SPCT a los UCT es el de Wilshire seguido del modelo de OSD y del modelo de LM.

# CAPÍTULO 7

## CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO

### 7.1 CONCLUSIONES

Como ha quedado patente a lo largo de este documento, la presente Tesis doctoral viene motivada por la necesidad de dar solución al problema que presenta la determinación de las propiedades a creep de una aleación Mg-Al, mediante el ensayo miniatura de punzonado SPCT. Este ensayo miniatura se plantea como una alternativa para obtener las propiedades a creep en aquellos casos en los que no se puedan obtener probetas normalizadas, de mayor tamaño.

Las principales conclusiones que se derivan de la presente Tesis se resumen en los siguientes párrafos.

1. De la revisión bibliográfica histórica del uso del ensayo SPCT realizada, se han analizado las diferentes formas de relacionar el ensayo UCT con el SPCT en: (a) a través de la relación  $P/\sigma$ , (b) a través de la relación  $\delta/\varepsilon$ , (c) a partir de la relación  $t_f$ ,  $n$  y  $Q_c$  y (d) a partir de la relación de modelos de previsión de tiempo de fallo y relaciones numéricas del ensayo UCT con el ensayo SPCT. Con la finalidad de unificar criterios, la comisión europea de normalización desarrolla el CEN-CWA-15627, dónde se propone una expresión  $P/\sigma$  que relaciona la carga aplicada en el ensayo SPCT con la tensión del ensayo UCT, introduciendo una constante que considera la ductilidad presente en diferentes materiales. Dicha expresión, ha sido la empleada para el desarrollo de esta Tesis obteniendo una relación  $P/\sigma = 1.8945$ , considerando inicialmente la constante de ductilidad del material  $K_{sp} = 1$ .

Por otra parte, se ha observado que las simulaciones numéricas del ensayo SPCT realizadas hasta la fecha no son muy numerosas, si se comparan con las experimentales. Además, en acuerdo con otros autores, se ha observado que es necesario conocer más en detalle los mecanismos de deformación plástica presentes cuando el punzón hace contacto con la probeta SPCT. Físicamente, esta deformación plástica inicial, junto con la geometría de la probeta y junto con la fluencia del material, forman parte del estado de creep primario (I) asociado a los ensayos SPCT, el cual está aún pendiente de conocer.

2. De la caracterización del material a tracción uniaxial, se ha observado que el material presenta ligeras diferencias en el comportamiento mecánico en función de la dirección de laminación, lo cual indica un grado moderado de anisotropía del material. Sin embargo la influencia de la dirección de laminación, no se ha considerado en la caracterización del material realizada con probetas miniatura en los ensayos SPT. Por otra parte, y como era de esperar, en ambos ensayos (uniaxial y miniatura) se ha apreciado que la ductilidad presente en el material aumenta con la temperatura.

Mediante el análisis de microscopía óptica se ha medido, en la aleación de magnesio AZ31B-O empleada, un tamaño de grano que oscila entre  $(10-100)\mu m$ , siendo el tamaño más representativo de  $(15.6 \pm 4.7)\mu m$ . Por su parte, a partir del análisis SEM se ha observado la composición, la morfología y la distribución de los precipitados típicos de esta la aleación. Gracias al análisis fractográfico de las probetas SPT se ha observado que, el material a temperatura ambiente presenta un mecanismo de rotura frágil combinado con pequeñas zonas de rotura dúctil. A su vez, estas zonas que presentan deformación plástica, correspondientes a la rotura dúctil, aumentan con la temperatura.

3. La metodología planteada, para correlacionar los ensayos UCT con los SPCT en la aleación AZ31B-O, se ha desarrollado a partir de un amplio programa experimental basado en el diseño de experimentos.

Para poder llevar a cabo las dos técnicas experimentales, se han diseñado e instrumentado dos utillajes, uno para el ensayo UCT y otro para los ensayos miniatura de punzonado (SPT y SPCT). Para ambos tipos de ensayo, la temperatura se ha controlado mediante un horno de tubo vertical, con una temperatura máxima de  $1150 \pm 1^\circ C$  y la carga aplicada se ha registrado mediante una célula de carga de  $5kN$ . Para el ensayo UCT, el desplazamiento se ha registrado mediante extensómetro láser con un rango de medida entre  $(8-127)mm$ , resolución de  $0.001mm$ , linealidad de  $\pm 0.01mm$  y repetibilidad de

$\pm 0.005\text{mm}$ . Sin embargo, para el ensayo SPCT el desplazamiento del punzón se ha registrado con una precisión de  $1\mu\text{m}$ , mediante un extensómetro tipo COD acoplado al utillaje del ensayo. Tanto en el ensayo UCT como en el SPCT, el registro de datos se ha producido a través de una cadena de medida y mediante la implementación de un software para el tratamiento de los numerosos puntos recogidos en los ensayos de creep.

Para el programa experimental del ensayo UCT se han considerado las siguientes variables de entrada: tensión aplicada, temperatura y dirección de laminación, oscilando sus valores entre  $\sigma = (70-110)\text{MPa}$ ,  $T = (125-175)^\circ\text{C}$  y  $D = (0-90)^\circ$  respectivamente. Por su parte, para este ensayo UCT, las variables de salida definidas han sido: la deformación inicial  $\varepsilon_0(\text{mm/mm})$ , el tiempo de fallo  $t_f(h)$ , la velocidad de deformación mínima  $\dot{\varepsilon}_m(1/h)$ , el tiempo en alcanzar esa deformación mínima  $t_m(h)$  y la deformación alcanzada en el instante del fallo  $\varepsilon_f(\text{mm/mm})$ .

A su vez, para el programa experimental del ensayo SPCT las variables de entrada definida han sido la temperatura y la carga a aplicar, oscilando sus valores entre  $T = (125-175)^\circ\text{C}$  y  $P = (120-220)\text{N}$  respectivamente. Del mismo modo, las variables de salida definidas para el ensayo SPCT han sido: La deflexión inicial del punzón  $\delta_0(\text{mm/mm})$ , el tiempo de fallo  $t_f(h)$ , la velocidad de deflexión mínima  $\dot{\delta}_m(\text{mm/h})$ , el tiempo en alcanzar esa deflexión mínima  $t_m(h)$  y la deflexión alcanzada en el instante de rotura de la probeta  $\delta_f(\text{mm/mm})$ .

4. Se ha concluido que los ensayos SPCT realizados, para los rangos de temperatura y niveles de tensión equivalentes a los del ensayo UCT utilizados, son adecuados para obtener las curvas a creep del material estudiado. Además se ha observado que la dirección de laminación presenta una ligera influencia en los resultados obtenidos mediante los ensayos UCT.

En los ensayos UCT se debe medir con precisión la deformación inicial  $\varepsilon_0$  y en los ensayos SPCT el desplazamiento del punzón o deflexión inicial  $\delta_0$  ya que como se ha podido comprobar tienen influencia en los resultados obtenidos, salvo en el cálculo de los tiempos de fallo y velocidad de deformación.

De los resultados experimentales se ha observado que en ambos ensayos, con el aumento de la tensión aplicada en el UCT, con el aumento de la carga aplicada en el SPCT, y con el aumento de la temperatura, disminuye el tiempo de fallo. También se ha apreciado que, en general y en el rango de temperaturas ensayadas, la deformación final alcanzada en el ensayo UCT aumenta si se incrementa la tensión aplicada, mientras que el desplazamiento final del punzón alcanzado en el ensayo SPCT incrementa al disminuir la carga aplicada.

A través de los resultados experimentales y del diseño de experimentos cúbico central, se han obtenido las superficies de respuesta de cada una de las variables de salida definidas para cada uno de los dos tipos de ensayo (UCT y SPCT). En general, para las superficies de respuesta de las variables de salida del ensayo UCT, los factores de entrada que más influyen son la tensión aplicada y la temperatura. Sin embargo, para las superficies de respuesta de las variables de salida del ensayo SPCT relacionadas con la deflexión, la carga aplicada es el factor más influyente. Por otra parte para las superficies de respuesta de variables de salida del ensayo SPCT relacionadas con el tiempo, los factores influyentes son la temperatura y la carga aplicada.

5. Gracias a los ensayos SPCT y al análisis fractográfico realizado se ha observado, que para los niveles de carga y temperatura seleccionados, el modo de fallo del material es una combinación de fractura frágil (intergranular) y fractura dúctil. Al igual que para el ensayo SPT, al incrementar la temperatura el volumen observado de zonas con fractura dúctil incrementa, siendo el desgarro dúctil el modo final del fallo en el material. Además, se han identificado mecanismos de fallo por deslizamiento como “serpentine sliding” a niveles de carga bajos y a temperaturas elevadas, ya que con esta combinación de carga y temperatura ha dado tiempo suficiente para su formación y desarrollo.

La realización de ensayos SPCT interrumpidos ha permitido conocer en detalle el proceso de evolución del daño en las probetas miniatura en los ensayos SPCT. A partir del análisis SEM de los ensayos interrumpidos realizados se ha identificado que el inicio del daño se produce principalmente en los precipitados típicos de esta aleación y con microfisuras en forma de estrella (típico de la fractura frágil). La coalescencia de estas microfisuras evoluciona hasta finalmente romper con morfología circular (típica de la fractura dúctil).

6. La aplicación de la metodología y el análisis de resultados ha permitido la estimación de las propiedades a creep mediante el ensayo SPCT analizando parámetros típicos como la energía de activación  $Q_c$  y el exponente de tensión



$n$ . En el caso del ensayo UCT los valores de  $n$  obtenidos han oscilado entre (8.7–10.3) siendo el valor promedio  $n = 9.5$ , mientras que en el ensayo SPCT los valores obtenidos de  $n$  han variado entre, (5.3–7.7) siendo el valor promedio  $n = 6.5$ . Los valores de energía de activación  $Q_c$  obtenidos a través del ensayo UCT, han variado entre (123–141)kJ/mol, siendo el valor promedio  $Q_c = 133$ kJ/mol, mientras que la energía de activación obtenida mediante ensayos SPCT oscilaba entre (90–130)kJ/mol, siendo su valor promedio  $Q_c = 112$ kJ/mol. En ambos casos los valores obtenidos son próximos y están de acuerdo con los valores obtenidos en bibliografía para este material, concluyendo que los mecanismos de deformación por creep son similares en ambos tipos de ensayos.

Por otra parte, se ha observado que los valores del exponente de tensión  $n$  y de la energía de activación  $Q_c$  obtenidos mediante los ensayos SPCT son inferiores a los valores obtenidos a partir de los ensayos UCT. Este fenómeno también ha sido observado por otros autores y ha sido atribuido al aumento de las dislocaciones debido a la deformación plástica existente en la probeta SPCT. El valor del exponente de tensión  $n$  obtenido mediante ambos tipos de ensayo y para los niveles de temperatura altos, es decir  $T = 175^\circ C$  para esta Tesis, prácticamente coinciden. Por otro lado, los valores de  $Q_c$  obtenidos mediante los ensayos SPCT y los obtenidos a partir de los ensayos UCT, para niveles de tensión bajos, han sido más próximos que los obtenidos para niveles de tensión elevados.

Con esto se puede concluir que para el material estudiado, el fenómeno de creep se manifiesta de forma más parecida en los ensayos SPCT a los ensayos UCT cuanto más elevada es la temperatura y cuanto más bajo sea el nivel de carga aplicada.

7. Respecto a la aplicación de la metodología y el análisis de resultados para la obtención de las propiedades a creep mediante ensayos SPCT, aplicando los modelos de previsión de tiempo de fallo, se ha concluido que al representar  $t_f(h) - \sigma(MPa)$  para ambos tipos de ensayo (UCT y SPCT), se ha observado que las tendencias de las curvas son bastante similares, apoyando la tesis de que para este material y para los niveles de tensión y temperatura empleados, el ensayo SPCT es representativo del ensayo UCT en cuanto a la estimación del tiempo de fallo.

### **Modelo de Larson-Miller**

Mediante la aplicación del modelo de Larson-Miller, a partir de los resultados de los ensayos UCT y para tensiones entre  $\sigma = (68-109)MPa$ , se han obtenido los coeficientes de dos ajustes (lineal y polinómico) de la curva máster  $PLM - \sigma$ , con un valor de  $C = 15$ . Por su parte, mediante los resultados de los ensayos SPCT y en el rango de  $\sigma_{eq} = (65-114)MPa$ , se han obtenido también los coeficientes de dos ajustes (lineal y polinómico) de la curva máster  $PLM - \sigma_{eq}$ , siendo en este caso el valor obtenido de  $C = 12.3$ . Además se ha observado que las tendencias de las curvas máster obtenidas mediante UCT y SPCT también son similares. Por su parte, el modelo polinómico de segundo orden definido mediante SPCT, se ajusta mejor que el lineal a los resultados UCT, para niveles de tensión bajos.

### **Modelo de Orr-Sherby-Dorn**

Análogamente, para el modelo de previsión de tiempo de fallo de Orr-Sherby-Dorn, se han obtenido también los coeficientes de dos ajustes (lineal y polinómico) para la curva máster  $POSD - \sigma$  para temperaturas entre  $(125-175)^\circ C$ . A partir del ensayo UCT y para un rango  $\sigma = (68-109)MPa$ , los ajustes se han realizado con una pendiente  $M = 6899$  (de las curvas de isotensión) y con un valor de la energía de activación  $Q_c = 133kJ/mol$ . Sin embargo, para un rango  $\sigma_{eq} = (65-114)MPa$ , los ajustes obtenidos mediante los ensayos SPCT, se han realizado con una pendiente  $M = 5858$  y con un valor de la energía de activación  $Q_c = 113kJ/mol$ .

Con esto, para los modelos de LM y OSD se concluye que:

En ambos tipos de ensayo (SPCT y UCT) los ajustes obtenidos para predecir el tipo de fallo mediante los modelos de LM y OSD, en el rango de temperaturas entre  $(125-175)^\circ C$ , son bastante buenos ya que en ambos casos  $R^2 > 0.9$ . Esto parece indicar que ninguna de las suposiciones en las que se basan los modelos de LM ( $Q_c \neq cte$  con la  $\sigma$ ) y OSD ( $Q_c = cte$  con la  $\sigma$ ) aparecen completamente en este material. Más bien lo que se aprecia en este material es una combinación de ambas, ya que  $Q_c$  es prácticamente constante, pero puede existir una ligera variación de la energía de activación  $Q_c$  en función de la combinación de

tensión y temperatura, lo que resulta finalmente en que ambos modelos están suficientemente bien ajustados.

Aunque el modelo de LM se ajusta bastante bien a los resultados obtenidos, este supone que el valor de la constante  $C$  calculado es constante e independiente del nivel de carga aplicada y de la temperatura. Pero debido a que la combinación de niveles de carga y temperatura hace que cambie el comportamiento a creep en el material, hace que esta suposición no sea del todo cierta. Sin embargo, estas variaciones han sido prácticamente despreciables en los resultados obtenidos para la combinación de niveles de carga y temperatura empleados.

Mediante las curvas máster de los modelos de previsión de LM y de OSD, obtenidas a partir de los ensayos SPCT y mediante las constantes encontradas que relacionan los ajustes de ambos tipos de ensayo (UCT y SPCT) para ambos modelos, se pueden predecir valores de tiempos de fallo equivalentes a los obtenidos mediante UCT. Esto es aplicable para el material de la presente Tesis y para el rango de temperaturas comprendidos entre  $(125-175)^{\circ}C$ .

### **Modelo de Wilshire**

Se han obtenido las constantes del modelo de predicción de tiempo de fallo de Wilshire mediante los dos tipos de ensayo UCT y SPCT. A partir de los resultados de los ensayos UCT, y para valores de  $\sigma / \sigma_{TS} \leq 0.65$ , se han obtenido valores de  $u = 0.1426$  y de  $k_1 = 110.013$ . Por su parte, mediante los resultados de los ensayos SPCT, y para valores de  $\sigma / \sigma_{TS} \leq 0.50$ , se han obtenido valores de  $u = 0.16$  y de  $k_1 = 184.953$ .

A su vez, los valores obtenidos de las constantes que definen este modelo, han sido próximos para las dos tipologías de ensayo, siendo los valores de las constantes obtenidas mediante los ensayos SPCT algo superiores.

Por otra parte, la relación entre los tiempos de fallo obtenidos experimentalmente y los obtenidos mediante la predicción del modelo de Wilshire, ha sido prácticamente lineal tanto en los ensayos SPCT como en los UCT.

Al igual que para los modelos de LM y OSD, se ha encontrado el valor de una constante geométrica que relaciona los modelos de Wilshire obtenidos a través de los ensayos UCT y los obtenidos a partir de los ensayos SPCT. Mediante este

modelo definido por Wilshire a partir de los ensayos SPCT y el valor de esta constante, se pueden predecir valores de tiempos de fallo similares a los obtenidos mediante el ensayo UCT.

### **Modelo de Monkman-Grant Modificado**

Se ha definido un nuevo modelo de previsión de tiempo de fallo basado en el modelo de MGM que permite predecir el tiempo de fallo mediante la realización de ensayos interrumpidos SPCT, una vez sobrepasado el instante en el que se alcanza la velocidad de desplazamiento del punzón mínima, para una temperatura determinada. Se ha utilizado el desplazamiento relativo del punzón  $\delta_R$ , definido como incremento de desplazamiento experimentado por el punzón dividido entre el desplazamiento inicial, para obtener esa relación. Este valor de desplazamiento relativo justo en el instante del fallo  $\delta_{R,f}$  depende de la carga aplicada en el ensayo SPCT.

Por otra parte, el nuevo modelo definido de previsión de tiempo de fallo basado en el modelo de MGM para predecir el tiempo de fallo mediante la realización de ensayos interrumpidos SPCT, una vez sobrepasado el instante en el que se alcanza la velocidad de desplazamiento del punzón mínima, para una temperatura determinada, es adecuado para obtener valores de tiempos de fallo por creep.

#### 8. En resumen, se puede concluir que:

Mediante el ensayo SPCT se pueden obtener las propiedades a creep de este material, y que los resultados de la aproximación serán tanto mejores cuanto mayor sea la temperatura y menor la carga aplicada.

Además de lo concluido hasta ahora, las leves diferencias existentes en los resultados UCT y SPCT se han asociado a la diferencia entre los rangos de tensión aplicada y a la dispersión presente en los resultados obtenidos a partir de los ensayos UCT, debido a la dirección de laminación.

Para el material estudiado, y para el rango de temperaturas y de tensión seleccionadas, el fenómeno de creep en la probeta SPCT lleva asociada una combinación de dos procesos de deformación: un proceso de deformación plástica asociado a su geometría y estado tensional, y un proceso de deformación por creep asociado a la combinación de tensión-temperatura.

Comparando los modelos de previsión de tiempo de fallo, para el material estudiado de la presente Tesis, el modelo que mejor aproxima los resultados SPCT a los UCT es el de Wilshire seguido del modelo de OSD y del modelo de LM.

El nuevo modelo definido, basado en el modelo de MGM, para la previsión de tiempo de fallo mediante ensayos interrumpidos SPCT, es adecuado para obtener valores de tiempos de fallo por creep a una temperatura determinada.

## 7.2 TRABAJO FUTURO

A tenor de los resultados extraídos en la presente Tesis, los métodos empleados representan una alternativa factible para la estimación de las propiedades a creep en la aleación AZ31B-O, especialmente en condiciones de tensión bajas y a temperaturas elevadas.

Es evidente que se pueden mejorar algunos aspectos en la aplicación de los métodos propuestos, especialmente en el método experimental a la hora de comparar ensayos. En este caso, sería interesante comparar ensayos con niveles de tensión más cercanos aún que los empleados. Es decir, niveles de tensión similares.

También a corto plazo, se propone observar la influencia de los resultados obtenidos a partir de ensayos a temperaturas más elevadas y con niveles de tensión más bajos, para este u otros materiales, dónde se ha observado una mayor aproximación en los resultados de ambos ensayos.

Por otro lado, se plantea la posibilidad de extender el modelo de Wilshire para predecir velocidades de deformación mínima a los ensayos SPCT.

Otra de las líneas futuras aplicable a los modelos analizados en esta Tesis puede ser obtener una relación más ajustada entre los ensayos SPCT y los UCT empleando el valor de la constante de ductilidad  $k_{sp}$  de la expresión del CEN-CWA-15627 que relaciona  $P/\sigma$  para este material.

Para calcular esta constante, se tendrían que comparar ensayos SPCT y UCT con mismos tiempos de fallo y a la misma temperatura. Valorando los resultados obtenidos y analizados en la presente Tesis se plantea la posibilidad de realizarlo para niveles de carga más bajos y temperaturas más elevadas. Para ello se plantea apoyar ese estudio mediante la simulación numérica del ensayo SPCT, introduciendo un modelo de daño para este material.

Por otra parte, se plantea la posibilidad de realizar ensayos interrumpidos SPCT, a mayor temperatura y a niveles de carga más bajos, y estudiar la evolución de su microestructura para diferentes instantes de fallo con la finalidad de conocer con más detalle los mecanismos de fallo. Sobre todo centrarse en el estado de inicial de la curva SPCT que es dónde quedan más detalles por conocer, para este y otros materiales.

La verificación del nuevo modelo de previsión de tiempo de fallo definido basado en el modelo de MGM y mediante la realización de ensayos SPCT interrumpidos, a temperaturas más elevadas se plantea como otra línea futura de la presente Tesis.

Para concluir, cabe destacar que el ensayo SPCT abre un amplio abanico de posibilidades en cuanto a su utilización para la estimación de las propiedades a creep a diferentes temperaturas y con otros tipos de materiales.

## BIBLIOGRAFÍA

1. Parker, J.D. and J.D. James, *Disc-bend Techniques for the Measurement of Creep Properties*. Proc. Fifth Int. Conf. on Creep and Fracture Engineering Materials and Structures, Institute of Materials & Design, 1993: p. 651-660.
2. Garofalo, F., *Fundamentals of Creep and Creep-Rupture in Metals*. Series in Materials Science, ed. McMillan. 1965, New York.
3. Sato, T., *Power-Law creep behaviour in magnesium and its alloys*, 2008, University of Canterbury: University of Canterbury.
4. Anopuo, O., *Bolt Load Retention Response and Creep of AS41 Mg-Alloy*, 2010, Technischen Universität Hamburg-Harburg: Lagos-Nigeria. p. 152.
5. Richards, C.W., *Engineering materials science*. 1961: Wadsworth Pub. Co.
6. Andrade, E.N.D., *The distribution of slide in a right six-face subject to pure shear*. Proceedings of the Royal Society of London Series a-Containing Papers of a Mathematical and Physical Character, 1911. 85(580): p. 448-461.
7. Cottrell, A.H. and B.A. Bilby, *Dislocation Theory of Yielding and Strain Ageing of Iron*. Proceedings of the Physical Society. Section A, 1949. 62(1): p. 49-62.
8. CEN Workshop Agreement, C.E., *Small Punch Test Method for Metallic Materials in CWA 15627:2006 E, Small Punch Test Method for Metallic Materials*, 2006: Brussels, Belgium.
9. Hertzberg, R.W., *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*. 1996: J. Wiley & Sons.

10. Kainer, K.U., *Magnesium alloys and technology*. WILEY-VCH ed. 2003, Federal Republic of Germany: DGM. 285.
11. Sherby, O.D. and P.M. Burke, *Mechanical behaviour of crystalline solids at elevated temperature*. Progress in Materials Science, 1967. 13(7): p. 325-390.
12. Viswanathan, R.A., *Damage Mechanisms and Life Assessment of High-Temperature Components*. 1989: ASM International, Metals Park OH.
13. Garofalo, F., *An empirical relation defining stress dependence of minimum creep rate in metals*. Transactions of the Metallurgical Society of AIME 1963. 1(227): p. 351.
14. Dowling, N.E., *Mechanical Behavior of Materials: Engineering Methods for Deformation, Fracture and Fatigue*. 1999: Prentice Hall PTR.
15. Frost, H.J. and F. Ashby, *Deformation-mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics*. 1982: Pergamon Press.
16. Neubauer, B. and U. Wedel. *Restlife estimation of creeping components by means of replica*. . in *Advances in Life Prediction Methods, American Society of Mechanical Engineerings*. 1983. New York
17. Larson, F.R. and J. Miller, *A time-Temperature Relationship for Rupture and Creep Stresses*. Transactions of the ASME 1952. 74(5): p. 765-771.
18. ASTM, *Standard Test Methods for Conducting Creep, Creep-Rupture, and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials*, in *ASTM E139 - 06* 2011. p. 14.
19. Orr, R.L., O.D. Sherby, and J.E. Dorn, *Correlations of Rupture Data for Metals at Elevated Temperatures*. Trans. ASM, 1954. 46: p. 113-128.
20. Whittaker, M.T., M. Evans, and B. Wilshire, *Long-term creep data prediction for type 316H stainless steel*. Materials Science and Engineering: A, 2012. 552(0): p. 145-150.
21. Whittaker, M.T. and B. Wilshire, *Long term creep life prediction for Grade 22 (2.25Cr-1Mo) steels*. Materials Science and Technology, 2011. 27(3): p. 642-647.
22. Wilshire, B. and P.J. Scharning, *Long-term creep life prediction for a high chromium steel*. Scripta Materialia, 2007. 56(8): p. 701-704.



23. Wilshire, B. and P.J. Scharning, *Extrapolation of creep life data for 1Cr-0.5Mo steel*. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 2008. 85(10): p. 739-743.
24. Wilshire, B. and P.J. Scharning, *Creep and creep fracture of commercial aluminium alloys*. Journal of Materials Science, 2008. 43(12): p. 3992-4000.
25. Wilshire, B. and P.J. Scharning, *A new methodology for analysis of creep and creep fracture data for 9-12% chromium steels*. International Materials Reviews, 2008. 53(2): p. 91-104.
26. Wilshire, B. and P.J. Scharning, *Rationalization and extrapolation of creep and creep fracture data for Grade 91 steel*. Materials at High Temperatures, 2008. 25(2): p. 55-65.
27. Wilshire, B. and M.T. Whittaker, *The role of grain boundaries in creep strain accumulation*. Acta Materialia, 2009. 57(14): p. 4115-4124.
28. Evans, M., *The importance of creep strain in linking together the Wilshire equations for minimum creep rates and times to various strains (including the rupture strain): An illustration using 1CrMoV rotor steel*. Journal of Materials Science, 2014. 49(1): p. 329-339.
29. Wilshire, B. and A.J. Battenbough, *Creep and creep fracture of polycrystalline copper*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2007. 443(1-2): p. 156-166.
30. Harrison, W., M. Whittaker, and S. Williams, *Recent advances in creep modelling of the nickel base superalloy, Alloy 720Li*. Materials, 2013. 6(3): p. 1118-1137.
31. Monkman, F.C. and N.J. Grant, *An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep rupture test.*, in *Proc. ASTM* 1956. p. 593-620.
32. Dobeš, F. and K. Milička, *Relation between minimum creep rate and time to fracture*. Metal Science, 1976. 10(11): p. 382-384.
33. Manson, S.S. and A.M. Haferd, *A Linear Time-Temperature Relation for Extrapolation of Creep and Stress-Rupture Data*, in *National Advisory Committee for Aeronautics (NACA), Technical Note 2890, Lewis Flight Propulsion Laboratory, Cleveland*. 1952: Washington DC, USA.

34. Goldhoff, R. and G. Hahn, *Correlation and Extrapolation of Creep-Rupture Data of Several Steels and Superalloys Using Time-Temperature Parameters*. ASM Publication D-8-100 ed. A.A.S.f. Metals. 1968, Cleveland, USA: ASM. 199-247.
35. Manson, S. and G. Succop, *Stress-Rupture Properties of Inconel 700 and Correlation on the Basis of Several Time-Temperature Parameters*, in *ASTM Special Technical Publication (No. 174)*; ASTM: West Conshohocken, PA, 1956, ASTM: Philadelphia, USA. p. 40.
36. Ashby, M.F., *A first report on deformation-mechanism maps*. Acta Metallurgica, 1972. 20(7): p. 887-897.
37. Čadek, J., *Creep in metallic materials*. 1988: Elsevier Science Publisher.
38. Evans, R.W. and B. Wilshire, *Creep of Metals and Alloys*. 1985: Institute of Materials.
39. Weertman, J., *Steady-State Creep through Dislocation Climb*. Journal of Applied Physics, 1957. 28(3): p. 362-364.
40. Coble, R.L., *A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials*. Journal of Applied Physics, 1963. 34(6): p. 1679-1682.
41. Nabarro, F.R.N. *Report of a Conference on the Strength of Solids*. in *Physical Society*. 1948. Londo.
42. Herring, C., *Diffusional viscosity of a polycrystalline solid*. Journal of Applied Physics, 1950. 21(5): p. 437-445.
43. Piris, N.M., *Ciencia de materiales para ingenieros*. 2012, Madrid.
44. Ree, J.H., *Grain Boundary Sliding In Experimental Deformation Of Octachloropropane*. In: *Stress, Strain and Structure, A volume in honour of W. D. Means*. Eds: M.W. Jessell and J.L.Urai. volume 2, *Journal of the Virtual Explorer*. 2000.
45. Gupta, M. and N.M.L. Sharon, *Magnesium, Magnesium Alloys, and Magnesium Composites*. WILEY ed. 2011, New Yersey&Canada: John Wiley & Sons. 257.

46. Pekguleryuz, M.O. and A.A. Kaya, *Creep resistant magnesium alloys for powertrain applications*. *Advanced Engineering Materials*, 2003. 5(12): p. 866-878.
47. Avedesian, M.M., H. Baker, and A.S.M.I.H. Committee, *Magnesium and magnesium alloys*. 1999, USA: ASM International. 314.
48. ASTM, *ASTM-B275-05. Standard Practice for Codification of Certain Nonferrous Metals and Alloys, Cast and Wrought*, in *ASTM-B275-05. Standard Practice for Codification of Certain Nonferrous Metals and Alloys, Cast and Wrought* 2004.
49. ASTM, *ASTM-B296-03. Standard Practice for Temper Designations of Magnesium Alloys, Cast and Wrought.*, in *ASTM-B296-03. Standard Practice for Temper Designations of Magnesium Alloys, Cast and Wrought*. 2008.
50. Zhang, L., et al., *Effect of Al content on the microstructures and mechanical properties of Mg-Al alloys*. *Materials Science and Engineering: A*, 2009. 508(1-2): p. 129-133.
51. Lorenzo, M., J.M. Alegre, and I.I. Cuesta, *Magnesium alloy defectology AZ91D high-pressure die cast and influence on the fatigue behaviour*. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 2013. 36(10): p. 1017-1026.
52. Committee, A.S.M.I.H., *ASM Metals Handbook V3: Alloy phase diagrams*. 1992, USA: ASM International.
53. Roberts, C.S., *Magnesium and its alloys*. 1960, New York: John Wiley & Sons.
54. Kim, D.H., et al., *Deformation processes in  $\alpha$ -textured nanocrystalline Mg by molecular dynamics simulation*. *Acta Materialia*, 2010. 58(19): p. 6217-6229.
55. Hu, H., et al., *Potential magnesium alloys for high temperature die cast automotive applications: a review*. *Materials and Manufacturing Processes*, 2003. 18(5): p. 687-717.
56. Luo, A.A., *Recent magnesium alloy development for elevated temperature applications*. *International Materials Reviews*, 2004. 49(1): p. 13-30.
57. Yan, J., et al., *Creep deformation mechanism of magnesium-based alloys*. *Journal of Materials Science*, 2008. 43(21): p. 6952-6959.

58. Huang, Y., et al., *Effects of segregation of primary alloying elements on the creep response in magnesium alloys*. Scripta Materialia, 2008. 58(10): p. 894-897.
59. Ulacia, I., et al., *Mechanical behavior and microstructural evolution of a Mg AZ31 sheet at dynamic strain rates*. Acta Materialia, 2010. 58(8): p. 2988-2998.
60. Zhu, S.M., B.L. Mordike, and J.F. Nie, *Creep and rupture properties of a squeeze-cast Mg-Al-Ca alloy*. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 2006. 37(4): p. 1221-1229.
61. Sato, T., et al. *An electron microscope study of intermetallic phases in AZ91 alloy variants*. in *2005 Magnesium Technology Symposium 2005*. San Francisco, CA.
62. Ashby, F., et al., *Creep Damage Mechanics and Micromechanisms*. 1984: National Physical Laboratory.
63. Zhang, P., B. Watzinger, and W. Blum, *Changes in microstructure and deformation resistance during creep of the die-cast Mg-Al-base alloy AZ91hp at intermediate temperatures up to 150 °C*. Physica Status Solidi (A) Applied Research, 1999. 175(2): p. 481-489.
64. Couret, A. and D. Caillard, *An in situ study of prismatic glide in magnesium-I. The rate controlling mechanism*. Acta Metallurgica, 1985. 33(8): p. 1447-1454.
65. Hasani, G.H. and R. Mahmudi, *Tensile properties of hot rolled Mg-3Sn-1Ca alloy sheets at elevated temperatures*. Materials & Design, 2011. 32(7): p. 3736-3741.
66. Beggs, P.D., W. Song, and M. Easton, *Failure modes during uniaxial deformation of magnesium alloy AZ31B tubes*. International Journal of Mechanical Sciences 2010. 52(12): p. 1634-1645.
67. Chino, Y., et al., *Stretch formability at elevated temperature of a cross-rolled AZ31 Mg alloy sheet with different rolling routes*. Materials Science and Engineering A, 2008. 473: p. 195-200.
68. Somekawa, H., et al., *Dislocation creep behavior in Mg-Al-Zn alloys*. Materials Science and Engineering A, 2005. 407(1-2): p. 53-61.

69. Vagarali, S.S. and T.G. Langdon, *Deformation mechanisms in h.c.p. metals at elevated temperatures-II. Creep behavior of a Mg-0.8% Al solid solution alloy*. Acta Metallurgica, 1982. 30(6): p. 1157-1170.
70. Kim, W.J., et al., *Superplasticity in thin magnesium alloy sheets and deformation mechanism maps for magnesium alloys at elevated temperatures*. Acta Materialia, 2001. 49(16): p. 3337-3345.
71. Chung, S.W., et al., *Creep deformation mechanisms in coarse-grained solid solution Mg alloys*. Materials Transactions, 2004. 45(4): p. 1266-1271.
72. Kim, H.-K. and W.-J. Kim, *Creep behavior of AZ31 magnesium alloy in low temperature range between 423 K and 473 K*. Journal of Materials Science, 2007. 42(15): p. 6171-6176.
73. Tian, S., et al., *Microstructure evolution and deformation features of AZ31 Mg-alloy during creep*. Materials Science and Engineering: A, 2006. 415(1–2): p. 309-316.
74. Gülçimen, B. and P. Hähner, *Determination of creep properties of a P91 weldment by small punch testing and a new evaluation approach*. Materials Science and Engineering A, 2013. 588: p. 125-131.
75. Dobeš, F. and K. Milička, *Comparison of conventional and small punch creep tests of mechanically alloyed Al–C–O alloys*. Materials Characterization, 2008. 59(7): p. 961-964.
76. Manahan, M.P., A.S. Argon, and O.K. Harling, *The development of a miniaturized disk bend test for the determination of post-irradiation mechanical-properties*. Journal of Nuclear Materials, 1982. 103(1-3): p. 1545-1550.
77. Manahan, M.P., *A new post-irradiation mechanical-behaviour test-the miniaturized disk bend test*. Nuclear Technology, 1983. 63(2): p. 295-315.
78. Harling, O.K., et al. *The MIT miniaturized disk bend test*. 1986. Albuquerque, NM, USA: ASTM.
79. Manahan, M.P., et al. *Miniaturized disk bend test technique development and application*. 1986. Albuquerque, NM, USA: ASTM.

80. Hyde, T.H., W. Sun, and J.A. Williams, *Requirements for and use of miniature test specimens to provide mechanical and creep properties of materials: A review*. International Materials Reviews, 2007. 52(4): p. 213-255.
81. Parker, J.D. and J.D. James, *Disc-bend creep deformation-behavior of 1/2Cr1/2Mo1/4V low-alloy steel*. Creep and fracture of engineering materials and structures, 1993: p. 651-660.
82. Chakrabarty, J., *A theory of stretch forming over hemispherical punch heads*. International Journal of Mechanical Sciences, 1970. 12(4): p. 315-325.
83. Bicego, V., E. Lucon, and R. Crudeli, *Integrated technologies for life assessment of primary power plant components*. Nuclear Engineering and Design, 1998. 182(2): p. 113-121.
84. Tettamanti, S. and R. Crudeli, *Small punch creep test: a promising methodology for high temperature plant components life evaluation*. Technical Research Centre of Finland, BALTICA IV: Plant Maintenance for Managing Life & Performance, 1998. 2: p. 501-509.
85. Dobeš, F. and K. Milička, *Small punch testing in creep conditions*. Journal of Testing and Evaluation, 2001. 29(1): p. 31-35.
86. Saucedo-Muñoz, M.L., et al., *Creep property measurement of service-exposed SUS 316 austenitic stainless steel by the small-punch creep-testing technique*. Journal of Materials Research, 2002. 17(8): p. 1945-1953.
87. Yang, Z. and Z.W. Wang, *Relationship between strain and central deflection in small punch creep specimens*. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 2003. 80(6): p. 397-404.
88. Bicego, V., et al., *Small Punch Creep Test Method: Results from a Round Robin carried out within EPERC TTF5*, in *EPERC Technical Report N°2*, R.C. Hurst, Editor 2003.
89. Bicego, V., et al. *Comparability of results via the miniaturised Small Punch creep test method and traditional uniaxial creep testing*. 2005. Turin.
90. K. Maile, et al., *COPERNICUS –SP Test Method Assessment for the Determination of the Residual Creep Life of Service Exposed Components*, EC Contract ERB CIPA CT94 0103, 1998.

91. Dobeš, F. and K. Milička, *Investigation of small punch creep of a 2124Al alloy reinforced by SiC particulates*. Kovove Materialy, 2005. 43(1): p. 66-72.
92. Milička, K. and F. Dobeš, *Relation between uniaxial and equi-biaxial creep and creep fracture behaviour in P91 steel*, 2005: Brno. p. 407-410.
93. Milička, K. and F. Dobeš, *Small punch testing of P91 steel*. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 2006. 83(9): p. 625-634.
94. Li, Y. and R. Šturm, *Small Punch test for weld heat affected zones*. Materials at High Temperatures, 2006. 23(3-4): p. 225-232.
95. Kachanov, L.M., *On Rupture Time under Condition of Creep*. Izv. Akad. Nauk., USSR, Otd Tekd Nauk. (8), 1958: p. 26-31.
96. Cane, B.J., *Remaining creep life estimation by strain assessment on plant*. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 1982. 10(1): p. 11-30.
97. Blagoeva, D.T. and R.C. Hurst, *Application of the CEN (European Committee for Standardization) small punch creep testing code of practice to a representative repair welded P91 pipe*. Materials Science and Engineering: A, 2009. 510–511(0): p. 219-223.
98. Kobayashi, K.I., et al., *Deformation and fracture mode during small punch creep tests*. Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, 2010. 4(1): p. 75-86.
99. Blagoeva, D., Y.Z. Li, and R.C. Hurst, *Qualification of P91 welds through Small Punch creep testing*. Journal of Nuclear Materials, 2011. 409(2): p. 124-130.
100. Chen, H., et al., *Application of small punch creep testing to a thermally sprayed CoNiCrAlY bond coat*. Materials Science and Engineering A, 2013. 585: p. 205-213.
101. Hou, F., et al., *Determination of creep property of 1.25Cr0.5Mo pearlitic steels by small punch test*. Engineering Failure Analysis, 2013. 28(0): p. 215-221.
102. Tettamanti, S. and R. Crudeli. *A procedure for high temperatures plant components life evaluation: small punch test methodology*. in *Proceedings of international symposium on casse histories on integrity and falilures in industry 1999*. Milán, Italy.

103. Holmström, S., et al., *Using small punch test data to determine creep strain and strength reduction properties for heat affected zones*. Materials Science and Technology, 2014. 30(1): p. 63-66.
104. Dobeš, F., K. Milička, and P. Kratochvíl, *Small punch creep in Fe28Al3Cr0.02Ce alloy*. Intermetallics, 2004. 12(12): p. 1397-1401.
105. Nabarro, F.R.N. and F. de Villiers, *Physics Of Creep And Creep-Resistant Alloys*. 1995: Taylor & Francis.
106. Ling, X., et al., *Experimental study and numerical simulation of creep damage of small punch creep test specimen of SS304 stainless steel*. Hangkong Cailiao Xuebao/Journal of Aeronautical Materials, 2005. 25(6): p. 18-23.
107. J. L. and C. JL., *Mechanics of solid materials. Cambridge, (Chapter 2)*. ed. C.U. Press. 1990, UK.
108. Zhao, L., et al., *Evaluating of creep property of distinct zones in P92 steel welded joint by small punch creep test*. Materials & Design, 2013. 47: p. 677-686.
109. Holmström, S., *Engineering tools for robust creep modeling*, 2010, Aalto University School of Science and Technology: Otakaari 4, Espoo, Finland.
110. Holmström, S. and P. Auerkari, *Robust prediction of full creep curves from minimal data and time to rupture model*. Energy Mater. Mater. Sci. Eng. Energy Syst., 2006. 1: p. 249-255.
111. Holmström, S. and P. Auerkari, *Predicting creep rupture from early strain data*. Materials Science and Engineering: A, 2009. 510–511(0): p. 25-28.
112. Ule, B., et al., *Small punch test method assessment for the determination of the residual creep life of service exposed components: outcomes from an interlaboratory exercise*. Nuclear Engineering and Design, 1999. 192(1): p. 1-11.
113. Komazai, S.I., et al., *Development of small punch tests for creep property measurement of tungsten-alloyed 9%Cr ferritic steels*. Journal of Testing and Evaluation, 2000. 28(4): p. 249-256.
114. Kim, B. and B. Lim, *Local creep evaluation of P92 steel weldment by small punch creep test*. Acta Mechanica Solida Sinica, 2008. 21(4): p. 312-317.



115. Kim, B.J., et al., *Application of small punch creep test for Inconel 617 alloy weldment*. Procedia Engineering, 2011. 10(0): p. 2579-2584.
116. Nagode, A., L. Kosec, and B. Ule, *Uni-axial and multi-axial creep behaviour of P91-type steel under constant load*. Engineering Failure Analysis, 2011. 18(1): p. 61-67.
117. Ule, B. and A. Nagode, *A model based creep equation for 9Cr-1Mo-0.2V (P91 type) steel*. Materials Science and Technology, 2007. 23(11): p. 1367-1374.
118. Ule, B. and A. Nagode, *The improved power-law, stress-dependent, energy-barrier model of 9Cr-1Mo-0.2V steel using short-term creep data*. Scripta Materialia, 2007. 57(5): p. 405-408.
119. Mao, X., M. Saito, and H. Takahashi, *Small punch test to predict ductile fracture toughness JIC and brittle fracture toughness KIC*. Scripta Metallurgica et Materiala, 1991. 25(11): p. 2481-2485.
120. Dobeš, F. and K. Milička, *On the Monkman–Grant relation for small punch test data*. Materials Science and Engineering: A, 2002. 336(1–2): p. 245-248.
121. Sturm, R., M. Jenko, and B. Ule, *Accelerated creep test of al-welded metals*. Materili in Tehnologije, 2004. 38(6): p. 295-298.
122. Stratford, G.C., F. Di Persio, and J. Klaput. *Miniaturised creep testing using the small punch (SP) test technique*. 2005. Turin.
123. Dobeš, F. and K. Milička, *Application of creep small punch testing in assessment of creep lifetime*. Materials Science and Engineering: A, 2009. 510–511(0): p. 440-443.
124. Song, S.H., et al., *Creep property evaluation of a 2.25Cr–1Mo low alloy steel*. Materials Science and Engineering: A, 2010. 527(9): p. 2398-2403.
125. Ling, X., et al., *Creep damage in small punch creep specimens of Type 304 stainless steel*. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 2007. 84(5): p. 304-309.
126. Dymáček, P. and K. Milička, *Creep small-punch testing and its numerical simulations*. Materials Science and Engineering: A, 2009. 510–511(0): p. 444-449.

127. Zhou, Z., et al., *A study on influence factors of small punch creep test by experimental investigation and finite element analysis*. Materials Science and Engineering: A, 2010. 527(10–11): p. 2784-2789.
128. Zhou, Z.X. and X. Ling, *Study on influence factors of small punch test based on ductile damage numerical analysis*. Hangkong Cailiao Xuebao/Journal of Aeronautical Materials, 2010. 30(3): p. 82-87.
129. Fa-Kun, Z., Z. Guo-Yan, and T. Shan-Tung, *Numerical investigation of frictional effect on measuring accuracy of different small specimen creep tests*. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 2013. 110(0): p. 42-49.
130. Rouse, J.P., et al., *Small punch creep testing: review on modelling and data interpretation* Materials Science and Technology, 2013. 29(11): p. 1328-1345
131. ASTM, *E 8M Standard Test Methods of Tensión Testing of Metallic Materials [Metric]*. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials. 3.01.
132. Mao, X., T. Shoji, and H. Takahashi, *Characterization of fracture-behavior in small punch test by combined recrystallization-etch method and rigid plastic analysis*. Journal of Testing and Evaluation, 1987. 15(1): p. 30-37.
133. Mao, X. and H. Takahashi, *Development of a further-miniaturized specimen of 3 mm diameter for tem disk ( $\varnothing$  3 mm) small punch tests*. Journal of Nuclear Materials, 1987. 150(1): p. 42-52.
134. Montgomery, D.C., *Diseño y análisis de experimentos*. 1991: Grupo Editorial Iberoamérica.
135. Khuri, A.I. and J.A. Cornell, *Response surfaces. Design and analyses, Statistics: Textbook and monographs*. Vol. 81. 1987, New York: Marcel Dekker.
136. Kuehl, R.O., *Diseño de experimentos*. 2001: International Thomson.
137. Mathieu, D., et al., *NEMRODW*, LPRAI: Marsella, [www.nemrodw.com](http://www.nemrodw.com).