

INFORME DEL PROYECTO REF.SV-23-GIJÓN-1-04

Caracterización de aceros obtenidos por fabricación aditiva y su resistencia a la fragilización por hidrógeno mediante el ensayo Small Punch Test (AM-HE-SPT)

Fechas inicial y final del proyecto:

01 / 09 / 2023 al 30 / 12 / 2023

Investigador/a Principal:

Guillermo Álvarez Díaz

Otros investigadores:

María Cristina Rodríguez González

Francisco Javier Belzunce Varela

Miguel Lozano García

Alfredo Manuel Zafra García

Personal contratado:

Miguel Llanea Baamonde

Fechas inicial y final de contratación:

01 / 09 / 2023 al 30 / 12 / 2023

Empresas o instituciones colaboradoras:

Know-How Innovative Solutions

Bezzier

Redes sociales de investigadores y empresas:

Grupo de investigación: <https://simumecamat.grupos.uniovi.es/>

Guillermo Álvarez Díaz: <https://scholar.google.es/citations?user=sYMzdnEAAAAJ&hl=es>

Mª Cristina Rodríguez González: <https://scholar.google.es/citations?user=r8WmKAAAAAJ>

Javier Belzunce Varela: <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=7004078654>

Miguel Lozano García: <https://www.researchgate.net/profile/Miguel-Lozano-Garcia>

Alfredo Zafra García: <https://scholar.google.es/citations?user=W9upL5sAAAAJ&hl=es>

Miguel Llanea Baamonde: [linkedin.com/in/miguel-llanea-baamonde](https://www.linkedin.com/in/miguel-llanea-baamonde)

Know-How Innovative Solutions: <http://khisgroup.com/>

Bezzier: <https://www.bezzier.com/home>

Resumen Gráfico

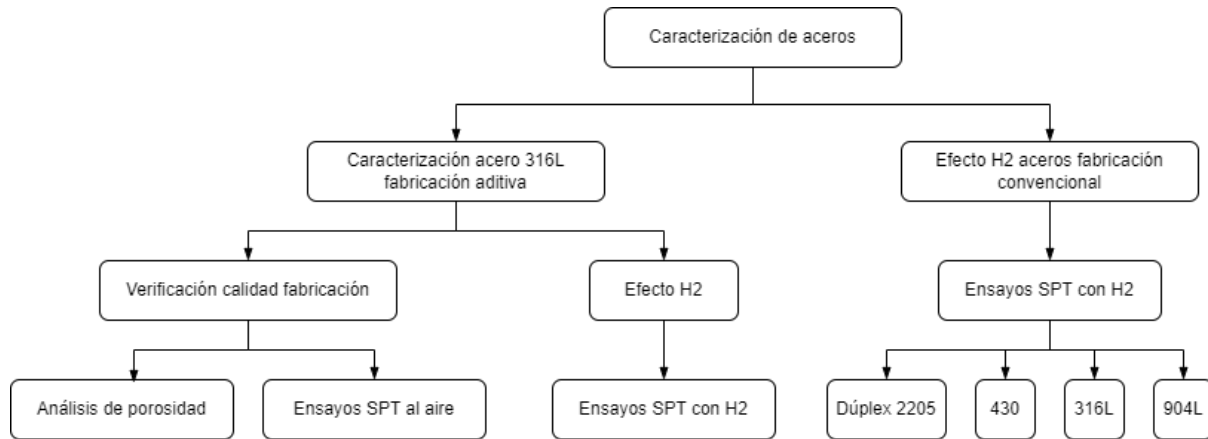


Figura 1. Resumen gráfico.

Memoria descriptiva del proyecto

1. Resumen ejecutivo

El desarrollo tecnológico que ha tenido lugar en la sociedad durante las últimas décadas ha supuesto que el consumo energético global se haya incrementado en gran medida. Esto ha hecho que se tengan que implantar nuevas técnicas para la obtención de energía con el fin de dar servicio a esta demanda de manera sostenible con el medio ambiente. Para alcanzar estos objetivos y, en virtud de su gran capacidad de almacenamiento de energía a un coste relativamente bajo, el hidrógeno tiene un papel muy importante. Sin embargo, para que el uso de hidrógeno sea determinante en la descarbonización, su producción debe realizarse a partir de energías renovables, con objeto de conseguir eliminar por completo las emisiones de CO₂ y obtener así el llamado hidrógeno verde.

El principal problema del uso de este elemento deriva de su transporte y almacenamiento. El hidrógeno no puede ser consumido directamente en el punto en el que es generado por lo que se requiere de su almacenamiento y/o transporte en depósitos y tuberías a presión. Con el fin de soportar las presiones requeridas para poder almacenar un volumen considerable de hidrógeno, estos elementos han de ser de acero lo cual genera un nuevo problema conocido como la fragilización por hidrógeno.

El hidrógeno es el elemento con menor radio atómico de la tabla periódica por lo que es inevitable que este se introduzca en el interior del material. Al hacerlo, tenderá a acumularse en zonas concretas de la microestructura lo que provocará una disminución de la resistencia mecánica del componente.

Paralelamente, la producción de componentes de acero está sufriendo una gran evolución con la utilización de la fabricación aditiva. Esta técnica permite reducir costes además de residuos durante la obtención. Además, diferentes estudios confirman el mejor comportamiento de estos materiales frente a la producción por métodos convencionales debido a la microestructura generada. Por tanto, este proyecto se centra en la caracterización de aceros obtenidos por fabricación aditiva y su comportamiento frente a la fragilización por hidrógeno.

Metodología y resultados

Este estudio se ha efectuado sobre un acero inoxidable 316L, el cual ha sido producido mediante fabricación aditiva (Laser Powder Bed Fusion). Esta técnica de fabricación suele presentar defectos en el material por lo que, además de estudiar su susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno, se ha verificado su calidad de fabricación. Además, se ha efectuado una comparativa con respecto a ese mismo acero fabricado por métodos convencionales, junto con otras aleaciones.

La calidad del acero inoxidable 316L producido a partir de fabricación aditiva fue verificada mediante la realización de un análisis de porosidades y ensayos en miniatura de punzonamiento o Small Punch Test (SPT). Las probetas a ensayar fueron obtenidas de un bloque de este material del cual se extrajeron láminas a diferentes alturas de impresión, lo cual permitirá analizar si existe una variación en la calidad del acero durante el proceso (Figura 2). A su vez el ensayo SPT permite obtener variaciones de las propiedades mecánicas a lo largo de la lámina.

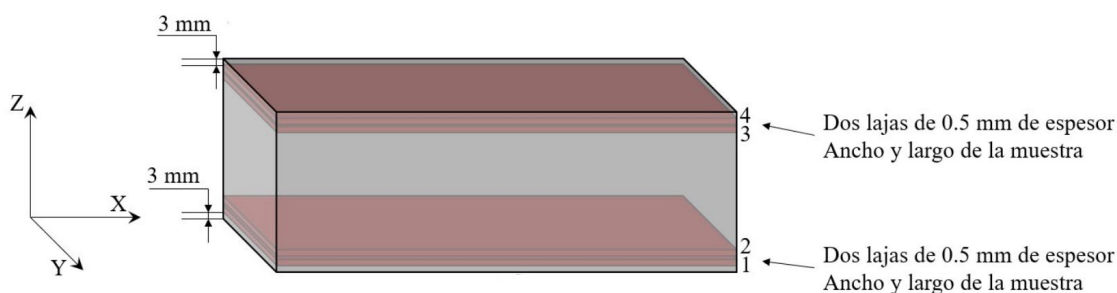


Figura 2. Esquema de la posición de toma de muestras

El análisis de porosidades se realiza con un microscopio óptico el cual permite obtener imágenes de detalle de la superficie del material. Los resultados muestran la presencia de poros de tamaño considerable (distribuidos sin ningún patrón) que pueden afectar a los resultados.

Para los ensayos SPT, se emplean unas probetas de pequeño tamaño y espesor a las que se les aplica una fuerza sobre una de las caras de la probeta mediante un punzón metálico hasta provocar su rotura. Se ha obtenido una variabilidad en los ensayos que no sigue un patrón claro en lo que a posición y altura de capa se refiere. Además se ha comparado con la posición y el tamaño de los defectos observados y tampoco se aprecia una clara correlación, por lo que se considera que esta variable no tiene efecto sobre el resultado final.

El análisis de la susceptibilidad de este material a la fragilización por hidrógeno se ha efectuado llevando a cabo ensayos SPT bajo la presencia de hidrógeno. Para ello, se emplean probetas cargadas electroquímicamente con un electrolito ácido ($\text{H}_2\text{SO}_4 + 0,25\text{As}_2\text{O}_3$ g/L) o uno salino ($\text{H}_2\text{O} + 3\%\text{NaCl}$) e introduciendo el hidrógeno antes de la realización del ensayo (hidrógeno interno o ensayo exsitu), o durante la realización de este (hidrógeno externo o ensayo insitu). Adicionalmente, se utilizaron dos densidades de corriente, $0,5 \text{ mA/cm}^2$ y 5 mA/cm^2 , a temperatura ambiente y a 80°C (con el fin de acelerar el proceso de carga de hidrógeno). Los resultados indican que, bajo condiciones de temperatura ambiente, el material no se ve afectado por el hidrógeno, independientemente del electrolito empleado y el método de carga. Sin embargo, se aprecia una fragilización considerable en probetas precargadas 2 semanas

en medio salino a 80°C bajo una densidad de corriente de 5 mA/cm², viéndose incrementado este efecto hasta las 5 semanas de carga.

A efectos de comparar estos resultados con el comportamiento de otros materiales, se realiza un estudio similar para las aleaciones de fabricación por métodos convencionales: 316L, dúplex 2205, 430 y 904L. Estos ensayos fueron realizados con los dos electrolitos descritos previamente bajo unas condiciones de carga establecidas: carga in-situ, temperatura ambiente y densidad de corriente de 0,5 mA/cm². Además, estos resultados fueron comparados con materiales previamente estudiados en el grupo de investigación Todos los aceros se vieron afectados por el hidrógeno en mayor o menor medida salvo la aleación 904L que no tuvo efecto alguno.

2. Objetivos iniciales del proyecto y grado de consecución

Tipo	Objetivo	Grado de consecución
Principal	Caracterización de las propiedades mecánicas del acero AM316L y su comportamiento frente a la fragilización por hidrógeno	100% - 100%
Secundario/ Específico	Verificar la calidad de la aleación de acero inoxidable 316L de fabricación aditiva	100% - 100%
Secundario/ Específico	Determinar la influencia de la dirección de impresión en las propiedades mecánicas mediante el ensayo SPT.	100% - 100%
Secundario/ Específico	Determinar las propiedades mecánicas de la pieza impresa en diferentes localizaciones, analizando la influencia de la altura y distancia al centro, mediante el mecanizando de muestras SPT.	100% - 100%
Secundario/ Específico	Estudiar el fenómeno de fragilización por hidrógeno haciendo uso del ensayo SPT	100% - 100%
Secundario/ Específico	Realizar una interpretación exhaustiva de los resultados y extraer conclusiones fundamentales.	100% - 100%
Secundario/ Específico	Analizar la susceptibilidad al hidrógeno de distintas aleaciones de fabricación por colada continua	100% - 100%

3. Tareas realizadas:

ID	Descripción	MESES					
		1	2	3	4	5	6
Fase 1	Gestión del proyecto						
Tarea 1.1	Coordinación y gestión del proyecto						
Tarea 1.2	Revisión bibliográfica						
Fase 2	Realización del proyecto						
Tarea 2.1	Planificación y mecanización de probetas						
Tarea 2.2	Determinación del comportamiento mecánico sin interacción con hidrógeno						
Tarea 2.3	Determinación del comportamiento mecánico con interacción con hidrógeno						
Tarea 2.4	Análisis global de los resultados e informe						
Tarea 2.5	Divulgación de resultados						

Figura 3. Planificación del proyecto.

- **Fase 1: Gestión del proyecto**

- **Tarea 1.1: Coordinación y gestión del proyecto**

Se realizaron reuniones periódicas cada 2 semanas con el fin de llevar un seguimiento activo de la investigación. En estas reuniones se convocará a los investigadores responsables de la universidad en función de la fase del proyecto. Además, cada mes se realizará una reunión con carácter informativo con las empresas colaboradoras.

- **Tarea 1.2: Revisión bibliográfica**

Se llevó a cabo una revisión bibliográfica exhaustiva del método de impresión y como este puede afectar a las propiedades del material estudiado. También fue necesario revisar la influencia del hidrógeno en este material y la correspondiente al ensayo SPT con y sin hidrógeno.

- **Fase 2: Caracterización del efecto del hidrógeno sobre diferentes aceros**

- **Tarea 2.1. Planificación y mecanización de probetas**

Tras una revisión bibliográfica inicial se planificó la posición y dimensiones del tipo de probetas a mecanizar. Estas se enviaron a un taller de mecanizado especializado (Idonial centro tecnológico).

- **Tarea 2.2. Determinación del comportamiento mecánico sin interacción con hidrógeno**

En primer lugar, se llevó a cabo el análisis de defectos en el acero AM316L y los ensayos SPT. Para ello se hizo uso del laboratorio de Resistencia de Materiales del Campus de Gijón. Posteriormente se analizaron los datos y se extrajeron las conclusiones

pertinentes de la afección del proceso de fabricación. Además también se realizaron los ensayos en el resto de materiales mencionados anteriormente.

○ **Tarea 2.3. Determinación del comportamiento mecánico con interacción con hidrógeno**

Una vez obtenidas las condiciones estándar del AM316L se realizaron los ensayos en condiciones de hidrógeno. Para ello se utilizaron de nuevo las instalaciones y equipamiento del laboratorio de Resistencia de Materiales. Los resultados obtenidos se compararon con los del punto anterior, pudiendo observar cual es la influencia del hidrógeno en este tipo de material haciendo uso del ensayo SPT. Además se hicieron bajo las mismas condiciones de hidrógeno en el resto de materiales comparando los resultados con y sin hidrógeno y su grado de susceptibilidad.

○ **Tarea 2.4. Análisis global de los resultados e informe**

Se han extraído los resultados finales del proyecto pudiendo analizarlos de manera conjunta. Finalmente con estos datos se ha escrito el presente informe donde se detalla el contexto y motivación de la investigación, los procedimientos experimentales, resultados, discusión y conclusiones extraídas del proyecto.

○ **Tarea 2.5. Divulgación de resultados**

Los resultados se difundirán en el congreso del Grupo Español de Fractura 2024 así como posiblemente en revistas científicas de alto índice de impacto.

4. Resultados obtenidos:

Se comienza el estudio con el análisis de porosidades. La Figura 4 y 5 muestran los resultados obtenidos de este estudio estando las imágenes ubicadas en la posición que ocuparían en la laja.

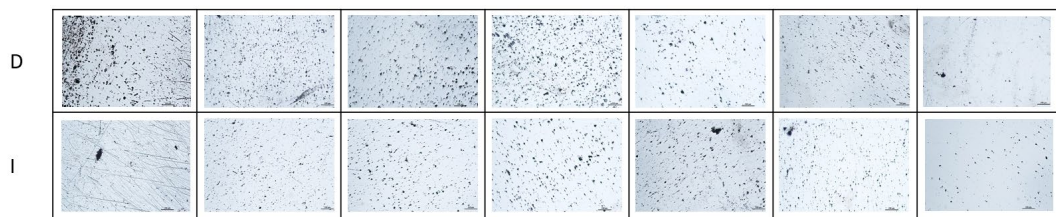


Figura 4. Mapa de porosidades de la cara superior de la laja 1.

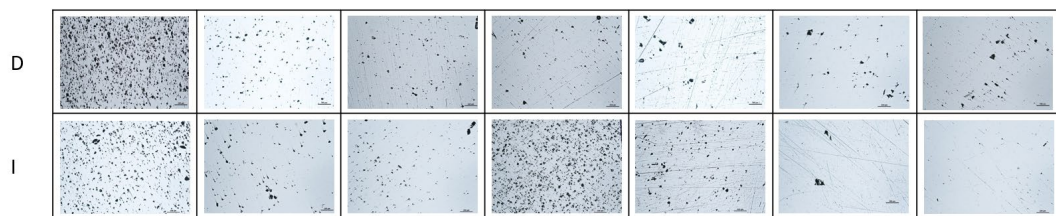


Figura 5. Mapa de porosidades de la cara inferior de la laja 4.

Se puede apreciar como el material dispone de algunos poros de un tamaño considerable a lo largo de toda la laja que podrían llegar a afectar a los resultados obtenidos. Adicionalmente, se puede apreciar cómo alguna de las probetas, como las ubicadas a la izquierda de ambas lajas, tienen una porosidad considerable.

Conocidos estos valores de porosidad, se procede a la realización de ensayos SPT para tratar de identificar diferencias entre las dos láminas ensayadas. La Figure 6 muestra gráficamente todos los resultados obtenidos para las láminas 2 y 3.

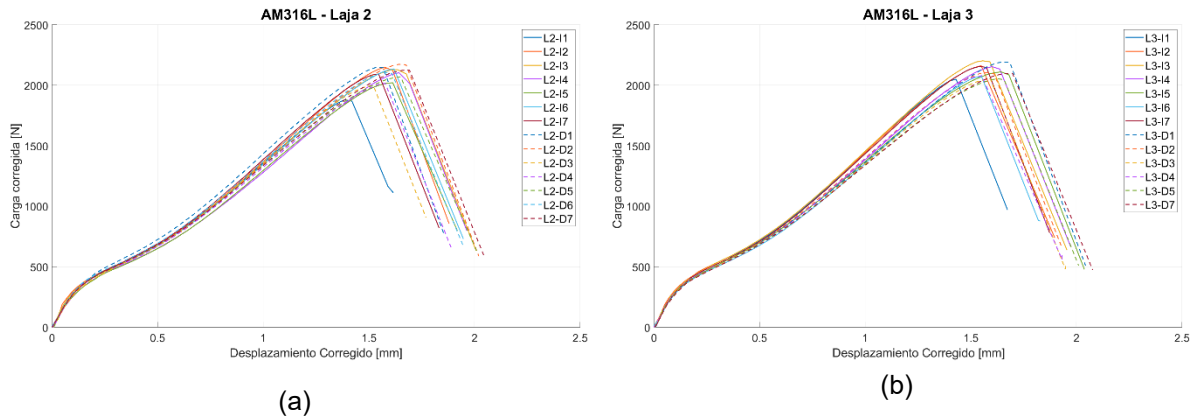


Figura 6. Resultados SPT sin hidrógeno. (a) lámina 2; (b) lámina 3.

Se puede apreciar cómo hay una variabilidad considerable en los valores de carga máxima de los ensayos efectuados para este material. Cabe destacar cómo las probetas I1 de ambas láminas ofrecen resultados inferiores a la media debido al bajo espesor de ambas muestras. Sin embargo, tras analizar los resultados gráficos en función de su posición en la lámina, no se ha podido identificar una clara dependencia con este parámetro.

Para ratificar esta suposición, se aplica una correlación a los valores numéricos obtenidos del ensayo con la que obtener una equivalencia a la tensión máxima (σ_u) y el límite elástico (σ_y) del material. Estos valores se representan en formato de mapas de color para tratar de identificar alguna similitud en lo que a posición se refiere. A continuación, en la Figura 7 se muestran las equivalencias empleadas junto con los mapas de color obtenidos.

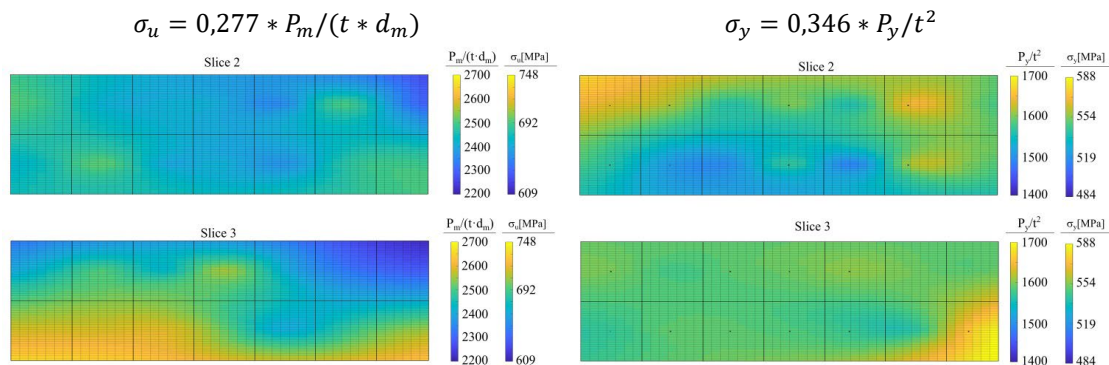


Figura 7. Mapa de color de los valores de límite elástico y tensión máxima para el acero AM316L obtenidos con el ensayo SPT sin hidrógeno en las distintas posiciones.

Como se mencionó anteriormente, no se puede identificar una dependencia clara de la variabilidad de los resultados con la posición y los defectos durante la fabricación. Debido a esto, para la caracterización bajo condiciones de hidrógeno se considera que el material es homogéneo y se deja de realizar una distinción en cuanto a la posición de la misma.

Para el análisis de la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno se comienza el estudio realizando cargas electroquímicas a temperatura ambiente con el electrolito ácido y variando

la densidad de corriente y el momento en el que se efectúa la carga. La Figura 8 muestra una comparativa de los resultados obtenidos con algunos de los ensayos al aire.

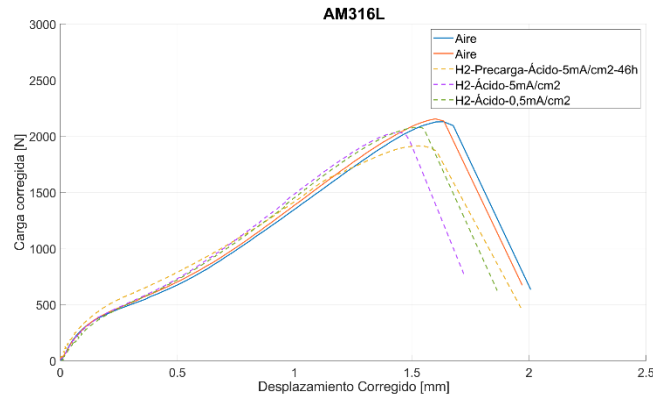


Figura 8. Resultados SPT con hidrógeno a temperatura ambiente para el acero AM316L.

Se han conseguido unos resultados similares a los ensayos al aire por lo que el hidrógeno no ha tenido efecto en el AM316L. Con el fin de comprobar bajo qué condiciones este material comienza a ser susceptible al hidrógeno se decide establecer unas condiciones de carga más severas con precargas de al menos dos semanas bajo una densidad de corriente de 5 mA/cm² a 80°C en electrolito salino. Con estas condiciones de carga se incrementa el efecto fragilizante del hidrógeno sobre el material a medida que aumentan los tiempos de precarga (Figura 9). Además, se puede apreciar cómo se han realizado dos ensayos con un mismo tiempo de carga de 5 semanas con la única diferencia de que en uno de ellos se aplica hidrógeno in-situ y en el otro no. El segundo de ellos alcanza una fragilización superior a pesar expuesto a hidrógeno durante un tiempo menor. Esto indica que se introdujo una mayor cantidad de hidrógeno en esta probeta durante la precarga. Además también puede establecerse que el ensayo SPT permite observar la fragilización con hidrógeno interno (al menos para el material AM316L el cual muestra un coeficiente de difusión muy bajo).

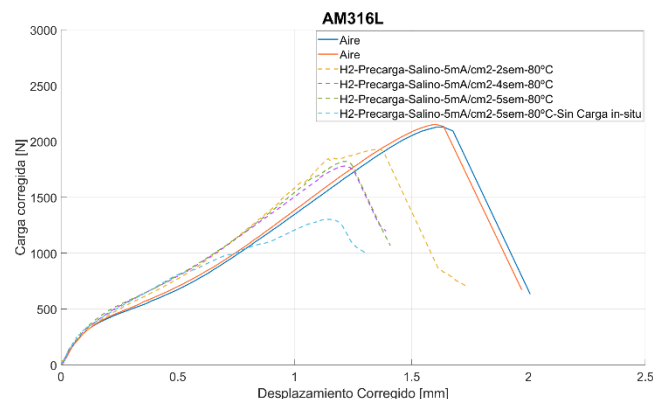


Figura 9. Resultados SPT con hidrógeno a 80°C para el acero AM316L.

Finalmente, se ensayan materiales de fabricación convencional con y sin hidrógeno bajo las condiciones estándar definidas previamente. La Figura 10 muestra la representación gráfica de los resultados.

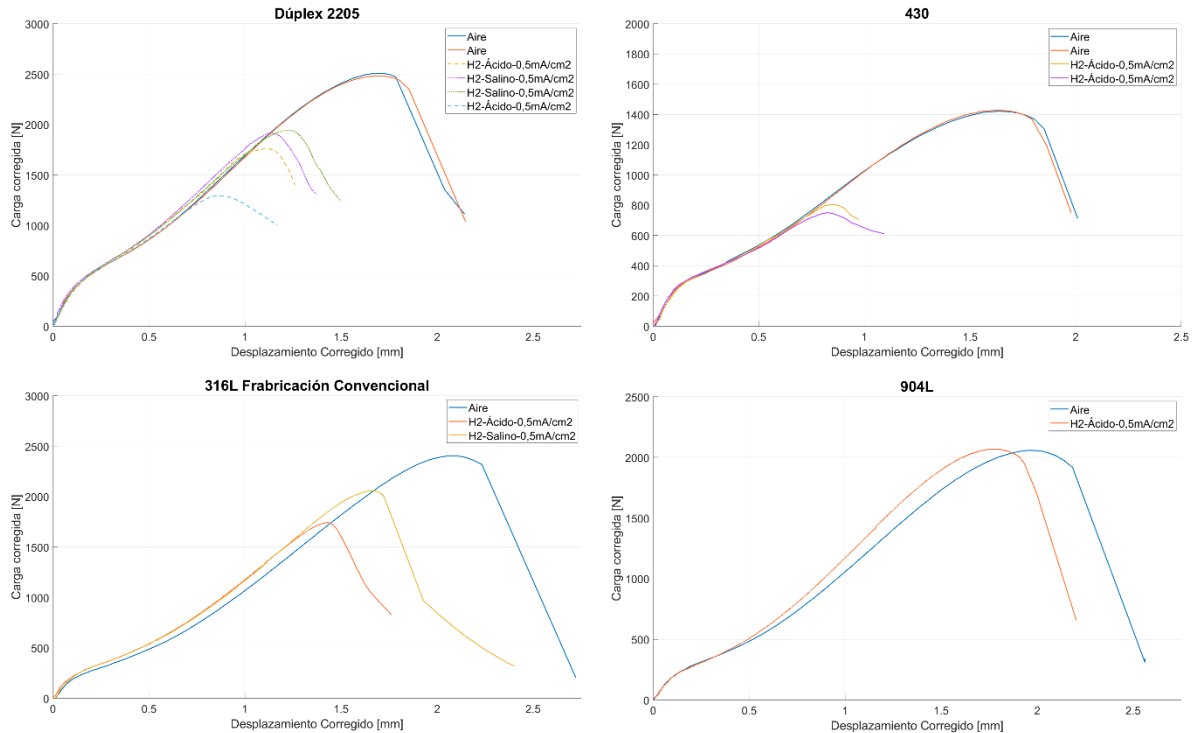


Figura 10. Resultados obtenidos para distintas aleaciones para condiciones estándar de carga de hidrógeno.

Se puede apreciar cómo el acero 316L de colada continua es mucho más susceptible a la fragilización por hidrógeno que el de fabricación aditiva. Adicionalmente, se puede distinguir cómo el electrolito ácido dispone de un mayor efecto fragilizante al electrolito salino (genera más hidrógeno) y cómo el acero 904L es el único que no se ve afectado por el hidrógeno.

Por último se decidió realizar un mapa de susceptibilidad de los diferentes aceros estudiados en electrolito ácido bajo las mismas condiciones de ensayo (Figura 11). En este sentido se puede observar como el acero objeto de estudio (AM316L) tiene una resistencia al hidrógeno mucho superior al resto de aceros con los que se ha comparado. El único acero con resistencia similar al AM316L es el acero 904L, sin embargo, el límite elástico es prácticamente la mitad.

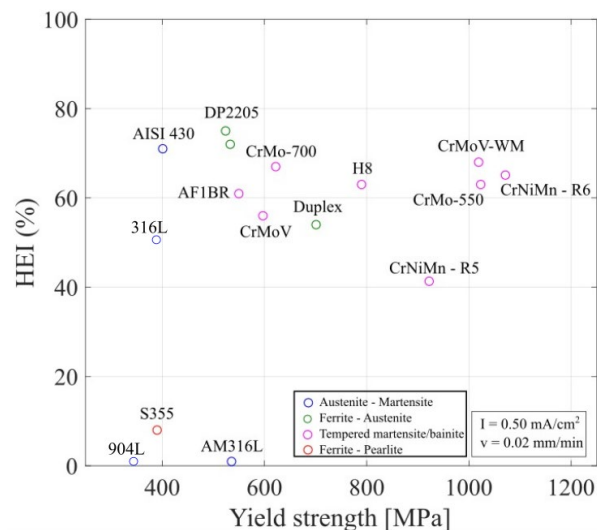


Figura 11. Susceptibilidad al hidrógeno de distintas aleaciones para condiciones similares de hidrógeno.

5. Trabajos o necesidades futuras

Para completar el estudio es necesario seguir realizando ensayos SPT con hidrógeno para ver cuál es la evolución del comportamiento de diferentes aceros bajo distintas condiciones de ensayo. El siguiente paso será realizar estos ensayos con hidrógeno gas a presión para tratar de replicar de una manera más adecuada las condiciones de servicio reales a las que los diferentes materiales se verán expuestos.

Paralelamente se seguirá estudiando la influencia del hidrógeno en diferentes aceros mediante métodos electroquímicos, ya que se trata de una técnica más sencilla y económica. De esta manera se conseguirá seleccionar los materiales más idóneos y posteriormente se estudiarán en ambiente gaseoso.

6. Divulgación de los resultados

Título	Autores	PTT	Congreso	Lugar y fecha
<i>Evaluación de la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno en diversos aceros a través del ensayo SPT.</i>	Miguel Llana Baamonde Guillermo Álvarez Díaz Marcos Llera Prida Javier Belzunce Varela Cristina Rodríguez González	Com. Oral	<i>Grupo Español de Fractura</i>	Palma de Mallorca (España), Marzo 2024
<i>Caracterización de aceros obtenidos por fabricación aditiva y su resistencia a la fragilización por hidrógeno mediante el ensayo Small Punch Test (AM-HE-SPT)".</i>	Miguel Llana Baamonde Guillermo Álvarez Díaz	Charla Invitada	<i>Jornadas de Proyectos IUTA</i>	Gijón (España), Mayo 2024

Figura 11. Divulgación de los resultados.

Memoria económica:

1. Gastos:

Concepto	Gasto
Personal (IUTA)	5400 €
Fungibles	1000 €
Amortización	0 €
Otros (Desplazamientos, Inscripciones a Congresos, etc)	1000 €
TOTAL GASTOS	7400 €

2. Ingresos:

Entidad/Empresa financiadora Ref. Proyecto/Contrato	Concepto	Ingreso
IUTA	Ayuda IUTA: Contratación de personal	5400 €
Otras entidades / empresas financiadoras		0 €
Financiación propia		2000 €
TOTAL INGRESOS		7400 €