



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA



EXAMENES PROFESIONALES FACULTAD DE QUIMICA

"EFECTO DEL HIDROGENO EN EL FLUJO PLASTICO Y LA FRACTURA DEL ACERO API - 5X"

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE INGENIERO QUIMICO METALURGICO

P R E S E N T A :

ERICK ADRIAN JUAREZ ARELLANO



MEXICO, D. F.

2000



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado asignado :

Presidente	Prof. TERESITA ROBERT NUÑEZ
Vocal	Prof. VÍCTOR JORGE CORTÉS SUÁREZ
Secretario	Prof. GERARDO ARAMBURO PÉREZ
1er. suplente	Prof. SERGIO GARCÍA GALÁN
2do. suplente	Prof. JOSE GUADALUPE RAMÍREZ VIEYRA

Sitio donde se desarrolló el tema:

- Instituto de Física, UNAM, Laboratorio de Metalúrgia.
- UAM - Azcapotzalco, Laboratorio de Metalúrgia Física.




Asesor

M. en C. Víctor Jorge Cortés Suárez



Supervisor Técnico

Dr. Eligio Alberto Orozco Mendoza



Sustentante

Erick Adrián Juárez Arellano



**UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO**

INSTITUTO DE FÍSICA UNAM

El trabajo de investigación asociado a la tesis de licenciatura cuyo título es **"EFECTO DEL HIDRÓGENO EN EL FLUJO PLÁSTICO Y LA FRACTURA DEL ACERO API - 5X"** fue realizado por el pasante **Erick Adrián Juárez Arellano**, en los laboratorios del Instituto de Física de la UNAM bajo la dirección del **Dr. Eligio A. Orozco Mendoza** y bajo la codirección del **M. en C. Víctor Jorge Cortés Suárez** (Profesor de asignatura de la Facultad de Química de la UNAM).

Dedico éste trabajo

A mis padres.

A mi padre Eliud Juárez Alquicira

y

A mi madre María de Lourdes Arellano Orduña

Por el apoyo incondicional que siempre me han dado,

porque con su ejemplo y amor

me han dado lo mejor de la vida

y porque a ellos les debo todo lo que soy.

*Me sumerjo en un sueño
un radiante arcoiris me rodea
mientras los suaves y delicados pétalos de una rosa,
al jugar con la fresca brisa, tocan mi cuerpo.
En lo alto, la hojarasca de los pinos
danzan delicadamente al ritmo de mis latidos.
El viento en la lejanía, al bordear los peñascos,
emiten un sonido que parece llamarme
pequeñín.....pequeñín.....
El sonido me lleva suave y tibiamente a la realidad
y descubro que el arcoiris de mi sueño son tus ojos.
los pétalos de rosa son tus dedos,
la hojarasca de los pinos es tu hermoso cabello al viento
y el ritmo al que bailaban
era el ritmo de mi amor por ti.
Tu eras mi quimera
Tu eres mi realidad.
Gracias.*

AGRADECIMIENTOS

Agradezco al **Dr. Eligio Orozco Mendoza** y al **M. en C. Víctor Jorge Cortes Suárez** por haberme brindado la oportunidad de trabajar bajo su dirección, por su paciencia y por transmitirme sus conocimientos, quienes con su invaluable talento y experiencia docente, dieron el visto bueno a mi tesis profesional.

A todos los miembros del jurado por su tiempo, su valiosa orientación, comentarios y sugerencias para mejorar mi trabajo de investigación: **M. en I. Teresita Robert Nuñez, I.Q.M. Gerardo Aramburo Pérez, M. en C. Sergio García Galán** y al **I.Q.M. José Guadalupe Ramírez Vieyra**.

Al **Dr. Lauro Bucio Galindo**, al **M. en C. Jaime F. García**, a la **M. en C. Jaquelin R. D. Cañetas Ortega**, al **Sr. Angel Osornio Basurto**, a la **Sra. Irma Orozco García** y a todos los que trabajan en el laboratorio de Metalurgia del Instituto de Física de la UNAM, ya que sin su amistad y su valiosa colaboración no hubiera sido posible la realización de este trabajo.

A mi familia, por su cariño y apoyo, en especial a mi hermana **Irais Madeleine Juárez Arellano**.

A mis profesores, doy las gracias a todos mis profesores de Metalurgia quienes además de enseñarme una profesión, me tendieron una mano y me brindaron su amistad.

A mis amigos, ya que la vida no sería la misma sin cada uno de ellos.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, máxima casa de estudios de la República; que me alojó en su seno como uno más de sus hijos y en donde pude acrecentar día con día mi acervo cultural en mi amada Facultad de Química, que siempre será libro abierto de conocimiento.

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN.....	1
-------------------	---

I CONCEPTOS TEÓRICOS

1.1 Fragilización por Hidrógeno.....	3
1.2 Principales Problemas que el Hidrógeno Genera.....	3
1.2.1 Deformación de la Red Cristalina.....	3
1.2.2 Agrietamiento.....	4
1.2.3 Ataque por Hidrógeno.....	4
1.2.4 Pérdida de Ductilidad.....	4
1.2.5 Ampollamiento.....	5
1.2.6 Agrietamiento por Hidrógeno - Esfuerzo.....	6
1.2.7 Fragilización por un Ambiente Saturado con Hidrógeno.....	7
1.2.8 Formación de Hidruros.....	7
1.3 Principales Procesos y/o Condiciones donde Ocurre la Fragilización por Hidrógeno.....	7
1.4 Variables que Afectan el Proceso de Fragilización.....	8
1.4.1 Origen del Hidrógeno.....	8
1.4.2 Mecanismos de Transporte de Hidrógeno.....	8
1.4.3 Mecanismos de Fragilización por Hidrógeno.....	9
1.4.3.1 Modelo de Decohesión.....	9
1.4.3.2 Modelo de Deslizamiento Localizado.....	10
1.4.3.3 Modelo de la Presión Planar.....	11
1.4.3.4 Modelo de la Formación de Hidruros.....	12
1.5 Factores que Promueven la Fragilización por Hidrógeno.....	13
1.5.1 Factores Metalúrgicos.....	13
1.5.1.1 Microestructura.....	13
1.5.1.2 Elementos de Aleación.....	14
1.5.1.3 Inclusiones no Metálicas.....	14
1.5.1.4 Deformaciones Plásticas Previas.....	15
1.5.2 Factores Ambientales.....	15

1.5.3 Factores de Manejo e Instalación.....	15
1.6 Fractografía.....	16
1.6.1 Ruptura de Cavidades o Poros.....	17
1.6.2 Ruptura por Clivaje.....	18
1.6.3 Ruptura por Decoherión.....	19
1.6.4 Ruptura por Fatiga.....	19
1.6.5 Fractura por Cuasi - Clivaje.....	20
1.7 Efecto del Hidrógeno en el Modo de Fractura.....	20

II DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 Material Bajo Estudio.....	24
2.2 Caracterización Microestructural.....	25
2.3 Preparación de Muestras.....	25
2.3.1 Implantación de Iones Hidrógeno.....	26
2.3.1.1 Fuente de Iones.....	27
2.3.1.2 Sistema de Aceleración.....	27
2.3.1.3 Imán Separador de Masas.....	28
2.3.1.4 Cámara de Tratamientos.....	28
2.3.1.5 Programa TRIM 95.....	29
2.3.2 Prueba de Cargado Electrolítico.....	30
2.3.2.1 Condiciones del Cargado Electrolítico.....	31
2.4 Pruebas Realizadas.....	32
2.4.1 Prueba de Flexión en Tres Puntos.....	32
2.4.2 Prueba de Impacto (Charpy).....	35

III RESULTADOS Y DISCUSION

3.1 Microestructura.....	37
3.2 Prueba de Flexión en Tres Puntos.....	39
3.2.1 Probetas Testigo.....	40
3.2.2 Probetas con Hidrógeno (Implantadas y Cargadas).....	43
3.2.2.1 Probetas en la Dirección Axial.....	43
3.2.2.2 Probetas en la Dirección Circunferencial.....	48
3.3 TRIM 95.....	53

3.4 Vista Macroscópica de la Superficie del Entalle.....	55
3.4.1 Dirección Axial.....	55
3.4.2 Dirección Circunferencial.....	55
3.5 Punta del Entalle.....	58
3.5.1 Dirección Axial.....	59
3.5.2 Dirección Circunferencial.....	64
3.6 Fractografías de Probetas del Ensayo de Flexión en Tres Puntos.....	69
3.6.1 Fractografías Compuestas.....	69
3.6.2 Fractografías de Probetas en la Dirección Axial.....	72
3.6.3 Fractografías de Probetas en la Dirección Circunferencial.....	77
3.7 Prueba de Impacto.....	82
3.7.1 Dirección Axial.....	83
3.7.2 Dirección Circunferencial.....	84
3.8 Fractografías de Probetas del Ensayo de Impacto.....	85
3.8.1 Fractografías de Probetas en la Dirección Axial.....	85
3.8.2 Fractografías de Probetas en la Dirección Circunferencial.....	87
CONCLUSIONES.....	89
BIBLIOGRAFIA.....	90

INTRODUCCION

Un problema que se ha venido presentando principalmente en la industria química y petrolera, es la fragilización y el agrietamiento de las líneas de conducción por efecto del hidrógeno; este fenómeno se manifiesta en una pérdida de las propiedades mecánicas, reduciendo la vida en servicio de las tuberías.

Este tipo de daño es una forma de falla asistida por el ambiente resultante de la acción combinada del hidrógeno y esfuerzos residuales o aplicados. En las aleaciones, la fragilización por hidrógeno se manifiesta de diferentes formas, como el agrietamiento, la formación de ampollas y variaciones en la ductilidad.

Tradicionalmente el acero API - 5X ha sido utilizado en la construcción de tuberías de gran diámetro usadas en el transporte de hidrocarburos amargos; sin embargo, recientemente se han presentado fallas en estos sistemas de transporte, los cuales se han asociado al agrietamiento inducido por hidrógeno. Estas fallas han despertado el interés de estudiar el agrietamiento inducido por hidrógeno y sobre todo el efecto de éste en el flujo plástico y la fractura del acero API - 5X. La susceptibilidad del acero API - 5X al agrietamiento inducido por el hidrógeno se incrementa por varios aspectos metalúrgicos como la composición química (contenido de azufre, manganeso y carbono), la microestructura y por la presencia de defectos internos causados por la fabricación del acero.

Entre los factores físico - químicos de mayor consideración en el daño por hidrógeno se encuentran el pH, la difusividad del hidrógeno en el acero, la concentración de hidrógeno en el sistema, la temperatura y la presencia de elementos veneno en el fluido (generalmente los fluidos transportados por las tuberías de la industria petrolera contienen pequeñas cantidades disueltas de H_2S , CO y algunos otros compuestos sulfurosos, generando un ambiente amargo, agresivo para el acero), entre otros.

El hidrógeno penetra en el acero en forma atómica, difundiéndose fácilmente hacia regiones de altos esfuerzos triaxiales, formándose en estos sitios hidrógeno molecular ; como consecuencia puede nuclearse o propagarse una grieta, y es posible que dicha propagación propicie la fractura del componente.

El tipo de fractura que presentan los materiales afectados por el hidrógeno, dependerá principalmente de la trayectoria de éste desde la fuente que lo produce hasta los sitios colectores. Microscópicamente la apariencia de la superficie de fractura es alterada por el hidrógeno.

La fragilización por hidrógeno en aleaciones ferrosas y no ferrosas ha promovido diversos estudios, con el fin de entender y controlar este fenómeno.

Actualmente, existen diversos métodos para introducir hidrógeno en el acero entre los que se encuentran autoclaves presurizadas, celdas electrolíticas e implantación de iones hidrógeno mediante aceleradores de partículas. En este estudio se utilizó el método de la implantación iónica y cargado electrolítico con el objetivo de evaluar el efecto del hidrógeno en el flujo plástico y la fractura del acero API - 5X.

El método de cargado electrolítico simula condiciones y comportamiento similar a los cuales las tuberías es servicio están expuestas, controlando de esta forma la introducción del hidrógeno en el acero. Asimismo, la implantación de iones es una herramienta metalúrgica para estudios de mecanismos básicos en áreas como corrosión y modificación controlada de las propiedades de superficies metálicas y químicas ; se utilizó este método para generar daño local con el propósito de observar el efecto del hidrógeno en la iniciación y propagación de las grietas formadas durante la prueba de flexión en tres puntos.

El presente estudio, esta encaminado a abrir líneas de investigación en lo referente a la influencia del hidrógeno en los aceros, dichas investigaciones deben estar enfocadas tanto en la ampliación del conocimiento fenomenológico como en la implementación en la industria.

I.-CONCEPTOS TEÓRICOS

1.1 Fragilización por Hidrógeno.

La fragilización por hidrógeno es un proceso que depende del tiempo, causado por la absorción y difusión del hidrógeno. El hidrógeno principalmente afecta las propiedades de flujo plástico y fractura del material.

1.2 Principales Problemas que el Hidrógeno Genera.

En la literatura se ha reportado que los mayores problemas que el hidrógeno causa en los aceros son ¹ :

- Deformación de la Red Cristalina.
- Agrietamiento.
- Ataque por Hidrógeno.
- Ductilidad.
- Ampollamiento.
- Agrietamiento por Hidrógeno - Esfuerzo.
- Fragilización por un Ambiente Saturado con Hidrógeno.
- Formación de Hidruros.

1.2.1 Deformación de la Red Cristalina.

Se presenta por la formación de microporos generados por una alta presión de hidrógeno. La mínima presión de hidrógeno que genera daño es alrededor de 30,000 psi y en algunos casos dicha presión varía en un rango entre 45,000 y 125,000 psi.

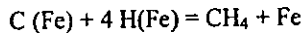
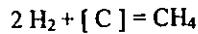
¹ T.P. Groeneveld, & R.R. Fessler, Hidrogen - Induced damage in sour-gas gathering lines, Presented at the NACE Canadian Western Region Conference, Calgary, Alberta, Canada, February 13, (1979).

1.2.2 Agrietamiento.

El agrietamiento es un defecto principalmente observado en materiales que han sido sometidos a una forja. Este fenómeno se presenta por la absorción de hidrógeno durante la operación de fusión, y principalmente ocurre por la segregación del hidrógeno en vacancias y discontinuidades, semejantes a microcontracciones y huecos formados por gas atrapado durante el enfriamiento y la solidificación del metal.

1.2.3 Ataque por Hidrógeno.

Este fenómeno se presenta principalmente en aceros de alto contenido de carbono y de baja aleación que están expuestos a altas presiones de hidrógeno, y que permanecen por largos periodos de tiempo a altas temperaturas (alrededor de 210 °C); el hidrógeno reacciona con el carbono, formando metano o bien reacciona con los carburos formando metano según las reacciones :



Debido a que el metano no difunde en el acero, al acumularse causa agrietamiento y ampollamiento. La reacción puede ocurrir en la superficie, ocasionando una descarbonización que deteriora las propiedades mecánicas, o bien internamente.

Este fenómeno se puede prevenir o minimizar con el uso de aceros aleados con fuertes formadores de carburos como el cromo y el molibdeno.

1.2.4 Ductilidad.

Todos los aceros que contienen grandes cantidades de hidrógeno presentan pérdida de ductilidad (deformación y reducción de área en la prueba de tensión ordinaria). El porcentaje de la disminución en la ductilidad depende directamente de la cantidad de hidrógeno presente. La pérdida de ductilidad por hidrógeno es un daño reversible, ya que mediante un tratamiento térmico el hidrógeno puede ser removido y restaurarse.

El esfuerzo de fractura disminuye independientemente de la existencia de variaciones en el esfuerzo de fluencia. El efecto es sumamente sensible con la velocidad

de deformación, de manera que la pérdida será mayor conforme menor sea la velocidad de deformación.

1.2.5 Ampollamiento.

Ocurre cuando el hidrógeno atómico penetra en el acero, difunde y se forma hidrógeno molecular en los defectos del material (bandas de laminación, inclusiones no metálicas, microporos, áreas de segregación.), y debido a que el hidrógeno molecular ocupa un volumen diferente al del hidrógeno atómico, se genera una presión de hidrógeno durante la formación hidrógeno molecular en los defectos del material, cuando se alcanza una presión crítica de hidrógeno y este excede el esfuerzo de fluencia del material, se presenta una deformación plástica y una decohesión del material generando una grieta, la cual se extiende hasta que la presión en la cavidad disminuye debido al aumento en volumen. Como el incremento en el volumen es más rápido que la llegada de hidrógeno a la grieta, transcurre cierto tiempo antes de que la presión en la cavidad alcance de nuevo su valor crítico de presión y la grieta se vuelva a desarrollar. Esta constante acumulación de hidrógeno, con el tiempo, forma las llamadas ampollas.

El ampollamiento es más frecuente en aceros rodeados de en un ambiente que contenga H_2S o cuando el hidrógeno es introducido electrolíticamente. La tendencia al ampollamiento disminuye cuando el número de inclusiones pequeñas y homogéneas se incrementa; ya que mientras mayor sea el número de zonas en las cuales se pueda acumular el hidrógeno, mayor será la cantidad de hidrógeno requerido para ampollar.

En la Fig. 1.1 se muestra un esquema general de la formación de una ampolla.

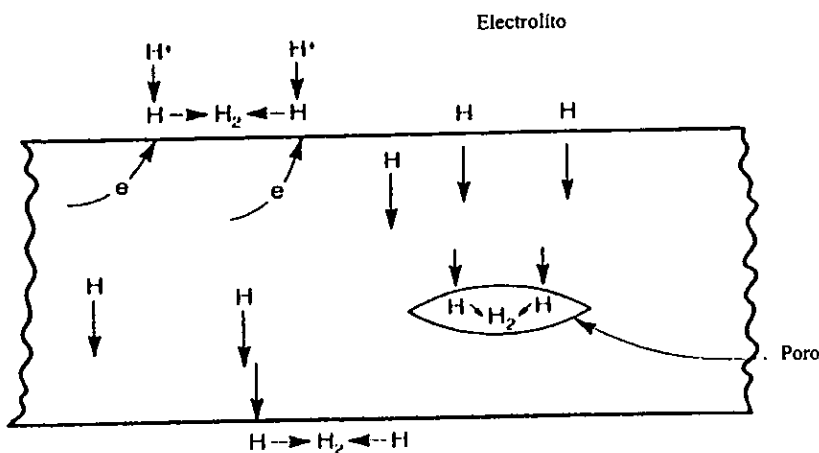


Fig. 1.1 Esquema general de la formación de una ampolla.

1.2.6 Agrietamiento por Hidrógeno - Esfuerzo.

Se presenta en materiales que están sometidos a un esfuerzo sostenido y en contacto con un ambiente de alto contenido de hidrógeno. La generación de grietas está en función de los niveles de esfuerzo sostenido con relación a las propiedades mecánicas del material y de la cantidad presente de hidrógeno. Estas condiciones tienen que mantenerse durante suficiente tiempo para permitir la nucleación y el crecimiento de las grietas.

Se ha observado que el agrietamiento por hidrógeno-esfuerzo se presenta principalmente bajo dos condiciones : la primera de ellas es la existencia de puntos o zonas endurecidas en el material producto de malos tratamientos térmicos y golpes que deformen localizadamente ; y la segunda se refiere a la existencia de zonas soldadas endurecidas como resultado de un inadecuado tratamiento térmico posterior a la soldadura.

1.2.7 Fragilización por un Ambiente Saturado con Hidrógeno.

Es el resultado de la degradación de las propiedades mecánicas en los aceros ferríticos y austeníticos metaestables, deformados plásticamente y que se encuentran en contacto con hidrógeno gaseoso. El efecto es más drástico cuando el acero es de alta pureza de hidrógeno (pureza de manufactura), y se encuentre en un medio con elevadas presiones de hidrógeno y sea sometido a una baja velocidad de deformación.

1.2.8 Formación de Hidruros.

Se genera en regiones de concentración de esfuerzos por la aplicación de un esfuerzo tensil. Los hidruros crecen perpendicularmente al esfuerzo y causan disminución en la ductilidad, generando sitios de baja energía por donde se propagan las grietas. Los hidruros se presentan principalmente en los aceros martensíticos.

La forma y distribución de los hidruros depende fuertemente de los tratamientos térmicos previos, la precipitación y la rapidez de enfriamiento; enfriamientos lentos promueven la formación de hidruros primarios en los límites de grano y en planos cristalográficos específicos, con enfriamientos rápidos precipitan un gran número de partículas dispersas y por lo tanto dificultan la formación de hidruros.

1.3 Principales Procesos y/o Condiciones donde Ocurre la Fragilización por Hidrógeno.

Algunos de los procesos y/o condiciones metalúrgicas en las que se produce o se presenta la fragilización por hidrógeno se muestran a continuación :

- Procesos de Forja.
- Procesos de Tratamientos Térmicos.
- Piezas o Sistemas que Tengan Protección Catódica.
- Procesos de Electrodeposito.
- Piezas Sometidas a un Ambiente que Produce Altas Presiones de Hidrógeno.

1.4 Variables que Afectan el Proceso de Fragilización.

Los puntos o las variables básicas que se requieren tomar en cuenta para saber qué tan probable y en qué magnitud se puede presentar la fragilización por hidrógeno son :

- Origen del Hidrógeno.
- Mecanismos de Transporte de Hidrógeno.
- Mecanismos de Fragilización por Hidrógeno.

1.4.1 Origen del Hidrógeno.

Las principales fuentes o condiciones que dan origen al hidrógeno son :

- Ambientes altamente fugaces como : altas presiones de hidrógeno, potenciales catódicos y de hidrógeno.
- Reacciones de corrosión.
- Gas natural, hidrocarburos y sus respectivas reacciones de descomposición.

1.4.2 Mecanismos de Transporte del Hidrógeno.

El mecanismo de transporte del hidrógeno desde las fuentes hasta el seno del material se lleva a cabo en varias etapas, las cuales involucran fenómenos de transporte y transferencia de masa.

- 1) Transporte de la fase gaseosa.
- 2) Adsorción física.
- 3) Adsorción por difusión química.
- 4) Absorción del hidrógeno.
- 5) Difusión.

En la Fig. 1.2 se muestran las etapas en las cuales se lleva a cabo el mecanismo general de transporte de iones hidrógeno desde el exterior hasta el seno del acero.

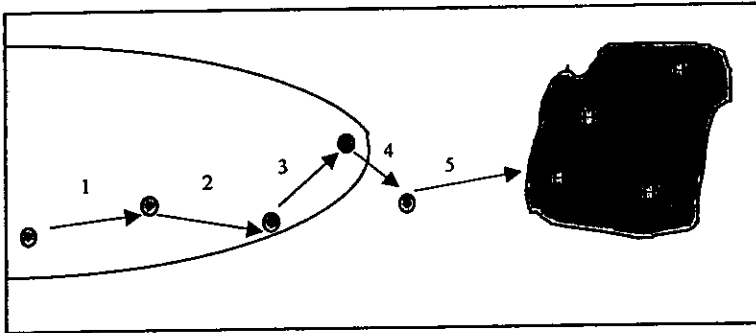


Fig. 1.2 Esquema del mecanismo de transporte de iones hidrógeno en el acero.

1.4.3 Mecanismos de Fragilización por Hidrógeno.

Se han realizado diversos estudios acerca de los mecanismos en los cuales se lleva a cabo la fragilización por hidrógeno, pero los más aceptados en la literatura son² :

- Modelo de Decohesión.
- Modelo de Deslizamiento Localizado.
- Modelo de la Presión Planar.
- Modelo de la Formación de Hidruros.

1.4.3.1 Modelo de Decohesión.

Este modelo considera como un átomo de hidrógeno entra en la red cristalina y/o en la punta de una grieta ; en la Fig. 1.3 se muestra cómo el hidrógeno dilata la red cristalina y debilita los enlaces de los átomos, generando una decohesión del material.

² David Broek, Flemeary Engineering Fracture Mechanics, Martinus Nijhoff Publishers, 1987, p.p. 362.

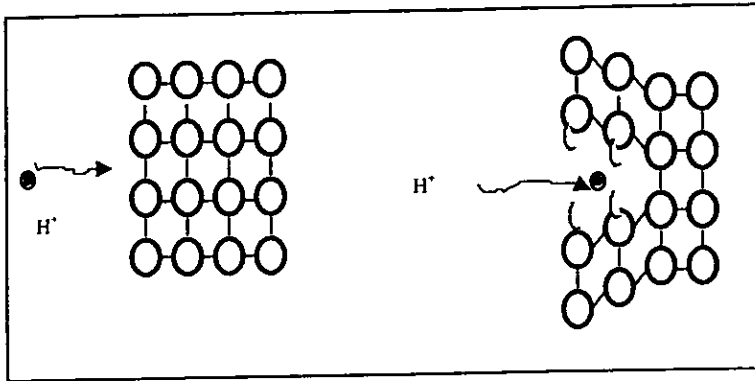


Fig. 1.3 Esquema del modelo de decohesión de los átomos por efecto del hidrógeno.

1.4.3.2 Modelo de Deslizamiento Localizado.

Este modelo considera la migración atómica del hidrógeno a través de los defectos puntuales existentes en el material, tales como dislocaciones y vacancias. Este mecanismo estima que el transporte se llevará a cabo cuando el material se encuentre sometido a una temperatura correspondiente a la mitad de su temperatura de fusión, en la Fig. 1.4 se presenta un esquema de este modelo.

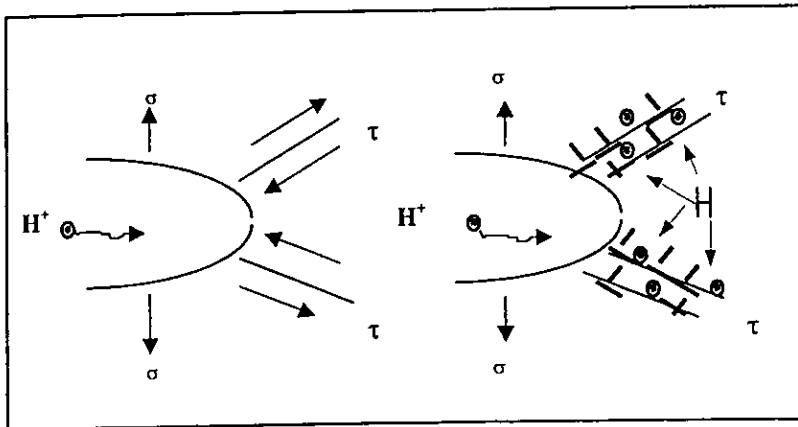


Fig. 1.4 Esquema del modelo de deslizamiento localizado.

1.4.3.3 Modelo de la Presión Planar.

Este modelo trata de explicar la formación, el crecimiento de ampollas y las decohesiones en los aceros, asimismo, plantea que el núcleo de una grieta es siempre una inclusión alargada de MnS. En la Fig.1.5 se representa un esquema del modelo de la presión planar.

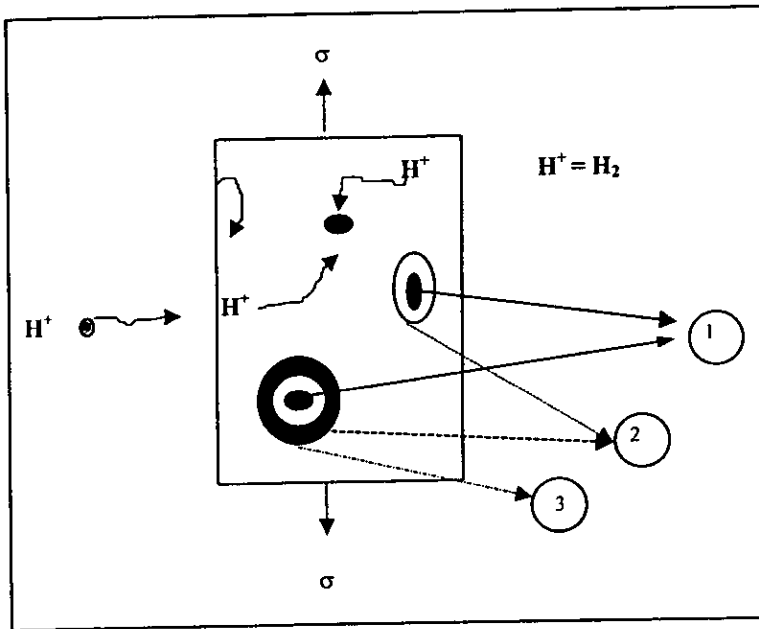


Fig. 1.5 Esquema del modelo de la presión planar. (1) sulfuros, principalmente MnS, (2) P_{H_2} inicial, (3) P_{H_2} secundaria.

La primera etapa es la formación del núcleo debido a la decohesión de la inclusión con la matriz, formando una cavidad llena de hidrógeno; cuando la cavidad alcanza una presión crítica de hidrógeno, la grieta se extiende, pero, el crecimiento se detiene cuando la presión en la cavidad disminuye por el aumento en volumen. Como la extensión en volumen es más rápida que la llegada de hidrógeno a la grieta, transcurre algún tiempo

antes de que la presión en la cavidad alcance nuevamente su valor crítico y la grieta se vuelva a extender.

La siguiente etapa es la formación de una grieta macroscópica, conocida como ampolla y delaminación. Las grietas macroscópicas son el resultado de la interconexión o encadenamiento de una serie de grietas microscópicas, dando origen a una grieta principal.

1.4.3.4 Modelo de la Formación de Hidruros.

Este modelo estima un flujo entrante de hidrógeno en la punta de una pregrieta, debido a la reducción del potencial químico de hidrógeno bajo un esfuerzo tensil; con estas condiciones se presenta la formación de los hidruros como consecuencia de la reducción del potencial químico del hidruro por la aplicación de un esfuerzo. Posteriormente se presenta el clivaje a lo largo del hidruro, de dicho plano de clivaje resulta un avance de la grieta. Este proceso se repite en varias ocasiones generando una grieta de mayor extensión.

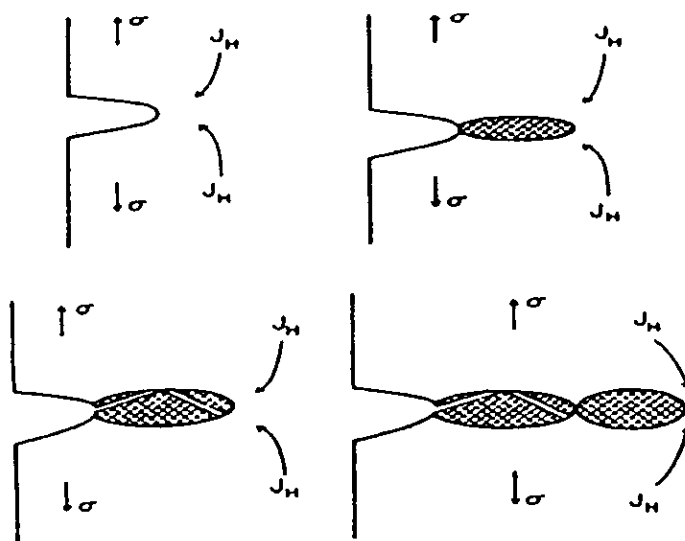


Fig. 1.6 Esquema del modelo de la formación de hidruros.

1.5 Factores que Promueven la Fragilización por Hidrógeno.

Para que se lleve a cabo la fragilización por hidrógeno se requiere no solamente la presencia del ion hidrógeno, sino también, factores externos al hidrógeno, este tipo de factores se han dividido en tres grupos.

- Factores Metalúrgicos.
- Factores Ambientales.
- Factores de Manejo e Instalación.

1.5.1 Factores Metalúrgicos.

Existen condiciones que pueden causar la susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno del material ; los factores o condiciones más determinantes son :

- Microestructura.
- Elementos de Aleación.
- Inclusiones no Metálicas.
- Deformación Plástica Previas.

1.5.1.1 Microestructura.

Dependiendo de la microestructura presente en el acero será la resistencia a la fragilización por hidrógeno, por ejemplo: la martensita revenida presenta una mayor resistencia a la fragilización por hidrógeno y la martensita sin revenir es más susceptible a la fragilización por hidrógeno.³

Otro factor importante en la resistencia a la fragilización son el tamaño de grano, la subestructura de las dislocaciones, el tamaño y la distribución de las partículas presentes, así como la correcta aplicación de procesos de tratamientos térmicos.

³ Cortes Suárez V.J., & Gutiérrez Velázquez J.L., Metalografía y Fractografía del Agrietamiento Inducido por Hidrógeno en Acero para Tubería, Grado API5L-X52, IPN, 1996, p.65-73.

1.5.1.2 Elementos de Aleación.

Elementos como el cobre y níquel son en general benéficos para minimizar el efecto del hidrógeno en el acero, ya que retardan la absorción del hidrógeno en el acero y reducen la rapidez de corrosión (por lo tanto una menor cantidad de hidrógeno será generada por esta vía).

Por otra parte el titanio, vanadio, niobio, circonio, uranio y hafnio tienen tanta afinidad por el hidrógeno que no fragilizan al acero; sin embargo, el único problema de estos elementos de aleación es cuando se encuentran en un medio con una gran cantidad de hidrógeno y existe una alta concentración de ellos, ya que generan una fragilización por formación de hidruros, debido a que éstos elementos son tan ávidos por el hidrógeno que forman hidruros.⁴

1.5.1.3 Inclusiones no Metálicas.

De todas las inclusiones no metálicas, las que promueven en mayor grado la fragilización por hidrógeno son aquellas que contienen P, S, As, Sb, en cualquiera de sus posibles compuestos. Las ampollas y las decohesiones inician en inclusiones alargadas de MnS, propagándose a lo largo de límites de grano o dentro de la perlita. Otras inclusiones tales como los óxidos, no actúan como trampas para el hidrógeno molecular, por lo que la susceptibilidad de un acero al agrietamiento puede estar relacionada directamente con el contenido de inclusiones de MnS tipo II. Este tipo de inclusiones se puede prevenir con la adición de modificadores de forma en el acero líquido para que las inclusiones sean globulares (algunos controladores de forma son las tierras raras).⁵

⁴ T.P. Groeneveld, & R.R. Fessler, op. cit., p. 5.

⁵ Teruhisa, & Ohki, Effect of Inclusions on Sulfide Stress Cracking, Stress Corrosion - New Approaches, 1980, p. 401.

1.5.1.4 Deformaciones Plásticas Previas.

El principal efecto de la deformación plástica previa en la fragilización por hidrógeno radica básicamente en que, el hidrógeno se acumula preferentemente en zonas en las cuales existe una concentración de esfuerzos, por lo que al deformar parcial o totalmente el material, se favorece la acumulación de hidrógeno y por lo tanto se incrementa la susceptibilidad del material a la fragilización por hidrógeno.

Como un ejemplo de lo anterior, tenemos que en los materiales ferrosos existen inclusiones que normalmente son de MnS, las cuales al deformarse se vuelven alargadas. Una inclusión alargada o laminar presenta una alta concentración de esfuerzos en las puntas, dando como resultado el posible origen de una microgrieta o pequeño hueco, en el cual se puede acumular hidrógeno.

1.5.2 Factores Ambientales.

Están relacionados con las condiciones de operación y de tipo climático; por ejemplo, no es la misma susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno que se presenta en una tubería que transporta agua a la que se presenta en una tubería que transporta hidrocarburos, ya que tenemos diferencias específicas como la concentración del hidrógeno, el pH, las presiones de operación y las diferencias de temperatura propias del proceso o debido a factores climáticos.

1.5.3 Factores de Manejo e Instalación.

Una falla en servicio puede ser propiciada o acelerada por un defecto preexistente en la tubería. La susceptibilidad a la fragilización por hidrógeno es favorecida por los defectos causados durante el manejo, almacenamiento, transporte e instalación de las tuberías.

Los defectos que se generan con mayor frecuencia durante el manejo e instalación de las tuberías son: los golpes, las incrustaciones, las grietas por corrosión y por soldadura. Dichos defectos tienen magnitudes que van desde defectos localizados, hasta cambios completos en la geometría del tubo (pliegues, desalineaciones y ovalamientos) y tienen diversos efectos sobre la tubería como:

- Disminución en la resistencia : las discontinuidades geométricas generan una concentración de esfuerzos provocando que el esfuerzo de falla se alcance más rápido en la parte dañada, reduciendo con ello el tiempo de vida útil del componente.
- Aumento en la velocidad de corrosión : una discontinuidad puede propiciar un estancamiento local de agentes corrosivos, una alteración de la microestructura o simplemente un incremento en la energía del metal, que acelera los procesos de corrosión.⁶

1.6 Fractografía.

Una de las fuentes que nos proporciona más información relacionada con las causas de la falla es la superficie de fractura del componente. La fractura en aleaciones ingenieriles puede ocurrir por una trayectoria transgranular (a través de los granos), o una intergranular (a lo largo de la frontera de grano). Sin embargo, prescindiendo de la trayectoria de la fractura, hay esencialmente solo cuatro modos de fractura⁷:

- Ruptura por Cavidades o Poros.
- Ruptura por Clivaje.
- Ruptura por Decohesión.
- Ruptura por Fatiga.

Algunos de los mecanismos propuestos para explicar los modos de fractura, están frecuentemente basados en interacciones de dislocaciones, involucrando complejas relaciones cristalográficas y deslizamiento.

⁶Gutiérrez Velázquez J.L., Mecánica de Fractura de Líneas de Conducción de Gas Amargo, ESQUIE-IPN 1994. P. 12.

⁷ASM Handbook Vol. 12; Fractography, 1980, p.12-72.

1.6.1 Ruptura de Cavidades o Poros.

Cuando la sobre carga es la principal causa de la fractura, algunas aleaciones fallan por un proceso conocido como coalescencia de microporos. Los microporos nuclean en regiones de discontinuidad de deformación localizada; como las asociadas con partículas de segunda fase, inclusiones, fronteras de grano y apilamiento de dislocaciones. A medida que la deformación en el material aumenta, los microporos crecen, coalescen y eventualmente forman una superficie de fractura continua. Este tipo de fractura exhibe numerosas depresiones semejantes a copas que son el resultado directo de la coalescencia de los microporos. Este modo de fractura se conoce como fractura por cavidades o poros.

El tamaño de las cavidades en una superficie de fractura es gobernado por el número y distribución de microporos nucleados. Cuando los sitios de nucleación son pocos y espaciados, los microporos crecen antes de coalescer y el resultado es una superficie de fractura que contiene grandes cavidades. Se forman pequeñas cavidades cuando numerosos sitios de nucleación se activan y microporos adyacentes coalescen antes de tener oportunidad de crecer a mayores tamaños. Cavidades extremadamente pequeñas son encontradas de manera frecuente en materiales endurecidos por dispersión de óxidos.

Cuando los microporos nuclean en las fronteras de grano, resulta una ruptura intergranular. El estado de esfuerzos gobierna la forma de las cavidades dentro del material a medida que los microporos se forman y se coalescen. En la formación de cavidades que son principalmente equiaxiales se presenta una fractura provocada por la acción de carga tensil uniaxial rodeada por un labio o borde. Dependiendo de la microestructura y plasticidad del material, las cavidades pueden exhibir una forma cónica más profunda o menos profunda. Las superficies de fractura resultantes de las condiciones de carga por desgarre o corte, exhiben cavidades alargadas. La característica de una cavidad alargada es la apertura de la cavidad en uno de los extremos; es decir, la cavidad no está completamente rodeada por un borde. En el caso de una fractura por desgarre, las cavidades alargadas en ambas caras de la fractura, están orientadas en la

misma dirección, y los puntos finales cerrados en el origen de la fractura. A la fractura por ruptura de huecos o poro se le asocia con la fractura dúctil.

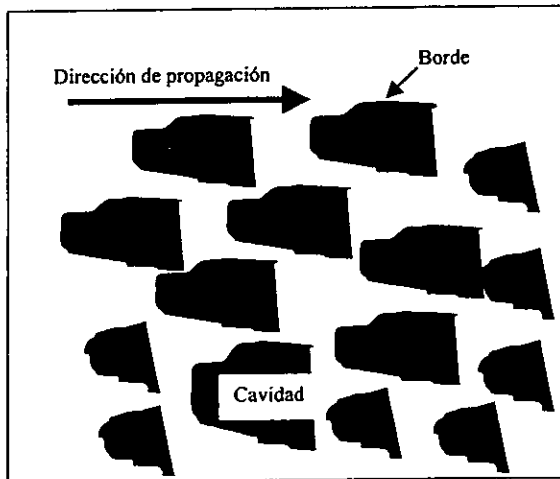


Fig. 1.7 Esquema de una superficie de fractura por desgarre.

1.6.2 Ruptura por Clivaje.

Es una fractura de baja energía que progresa a lo largo de planos cristalográficos de bajo índice bien definidos, conocidos como planos de clivaje.

Teóricamente una fractura por clivaje debería tener perfectamente las caras iguales, ser completamente plana y con poco realce. Sin embargo, las aleaciones ingenieriles son policristalinas y contienen fronteras de granos, subgranos, inclusiones y otras imperfecciones que afectan la propagación de la fractura por clivaje, por tanto el clivaje con poco realce es raramente observado. Estas imperfecciones y el cambio en la orientación de la red cristalina, da origen a marcas características como pasos de clivaje, patrones de río, marcas de pluma, patrones Chevron y lenguas.

Frecuentemente las fracturas por clivaje se inician en planos de clivaje paralelos. Sin embargo, a medida que la fractura avanza, el número de planos activos disminuye por un proceso de unión, formando progresivamente pasos de clivaje más altos. Esta red de pasos es conocido como un patrón de río. Debido a que las ramas de los patrones de río

se unen en la dirección de propagación de la grieta, estas marcas pueden ser usadas para establecer la dirección local de la fractura.

La fractura por clivaje se presenta principalmente a bajas temperaturas, en condiciones de esfuerzos triaxiales y una alta velocidad de deformación.

1.6.3 Ruptura por Decohesión.

Una fractura se describe como ruptura por decohesión, cuando hay poca o ninguna deformación plástica y no se presenta la ruptura de cavidades, clivaje o fatiga. Este tipo de fractura es generalmente el resultado de un ambiente agresivo o de una microestructura única y está asociada casi exclusivamente con una ruptura a lo largo de las fronteras de grano. Las fronteras de grano presentan el punto de fusión más bajo de un sistema aleado. Ellas también son trayectorias fáciles para la difusión y los sitios para la segregación de elementos como iones cloruros, H, S y P. La presencia de estos elementos en las fronteras puede reducir significativamente la resistencia de cohesión.

La ruptura por decohesión no es el resultado de un proceso de fractura único, puede ser causado por mecanismos diferentes. El proceso de decohesión involucra el debilitamiento de las fronteras atómicas, la reducción de la energía superficial requerida para la deformación localizada, la presión del gas molecular y la ruptura de la película protectora.⁸

1.6.4 Ruptura por Fatiga.

Una fractura por fatiga resulta de una carga repetitiva o cíclica y generalmente ocurre en tres etapas: 1) La fractura se inicia en la etapa I, 2) se propaga en la etapa II, 3) prosigue a una fractura catastrófica en la etapa III.

La iniciación y el crecimiento de grietas por fatiga durante la etapa I ocurre principalmente por el agrietamiento de los planos de deslizamiento debido a los esfuerzos de compresión repetitivos del sistema de deslizamiento activo en el metal. El crecimiento de las grietas está fuertemente influenciado por la microestructura y el esfuerzo medio. Las superficies de fractura por fatiga en la región I, se parecen a las de clivaje y no exhiben estrías de fatiga, inician a 45° del esfuerzo normal aplicado. La fatiga de la etapa

⁸ ASM Handbook Vol. 11; Failure Analysis and Prevention, 1986, p.p. 352.

I normalmente es observada en fracturas de bajo esfuerzo y bajos ciclos; y ausente normalmente en fatiga de altos ciclos.

La porción más grande de una fractura por fatiga es la región II donde se da el crecimiento de la grieta, la cual ocurre por fractura transgranular, y a manera de comparación, tiene mayor influencia la magnitud de los esfuerzos cíclicos que el esfuerzo medio o la microestructura. La propagación se da perpendicular al esfuerzo normal aplicado. Las fracturas por fatiga generadas en la región II, usualmente exhiben marcas de arresto o frentes de grieta, conocidas como estrías por fatiga, marcas que resultan del abombamiento de una grieta aguda.

La región III es la fase de la propagación terminal de la grieta por fatiga en la cual el modo de formación de estrías es progresivamente desplazado por los modos de fractura estáticos, tales como ruptura por cavidades o clivaje. La velocidad de crecimiento de la grieta aumenta en la región II hasta que la grieta por fatiga llega a ser inestable y el material falla. La fatiga en la región III es sensible a la microestructura y al esfuerzo medio.

1.6.5 Fractura por Cuasi - Clivaje.

Es una característica localizada, frecuentemente aislada en una superficie de fractura que exhibe características de clivaje y de deformación plástica. El término cuasi - clivaje no describe exactamente la fractura, no es clivaje. Las facetas centrales de una fractura por cuasi - clivaje se asemejan a las de clivaje. Este termino puede ser usado para describir las distintas apariencias de fractura si existe la consciencia de que el cuasi - clivaje no representa un modo de fractura separado.

1.7 Efecto del Hidrógeno en el Modo de Fractura.

La fractura producida por el efecto del hidrógeno se considera en general frágil, de características intergranulares. También se puede presentar el clivaje ya sea en la matriz o en los hidruros precipitados. El tipo de fractura en general dependerá de la trayectoria del hidrógeno desde la fuente de origen hasta los sitios colectores.

El hidrógeno afecta de diferentes formas al modo de fractura, básicamente las diferencias se deben al sitio en el cual se acumula el hidrógeno. En la Fig. 1.8 se presenta un cuadro general del efecto del hidrógeno en el modo de fractura.

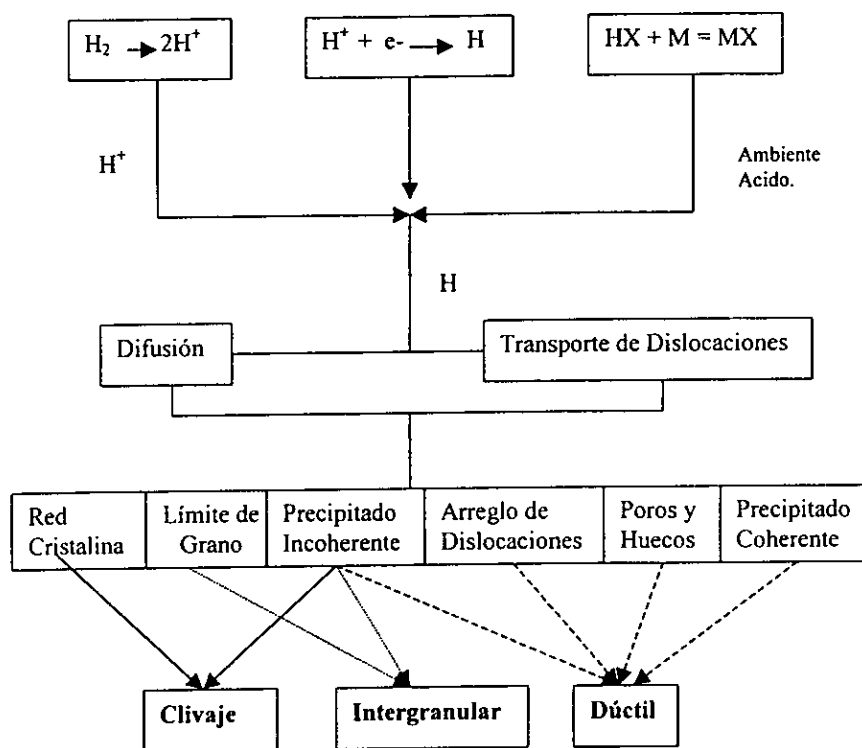


Fig. 1.8 Efecto del hidrógeno en el modo de fractura.

En la Fig. 1.9 se muestra la formación de las características fractográficas donde los frentes de grieta se propagan. Las formas de interconexión pueden ser por clivaje o por deformación plástica, estableciendo lo que se conoce como escalonamiento. En el caso del clivaje el escalonamiento es prácticamente recto, mientras que la interconexión es por desgarramiento dúctil el perfil es rugoso.

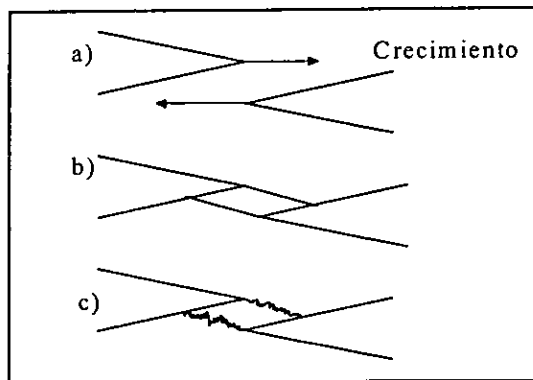


Fig. 1.9 Esquema ilustrando la interconexión de dos grietas, a)Etapa de propagación, b)Interconexión por clivaje, c)Interconexión por desgarramiento dúctil.

La Fig. 1.10 representa cualquier metal o aleación, donde el modo de falla se ve afectado, ya que determinado contenido de hidrógeno induce cambios característicos observables en el modo de fractura.

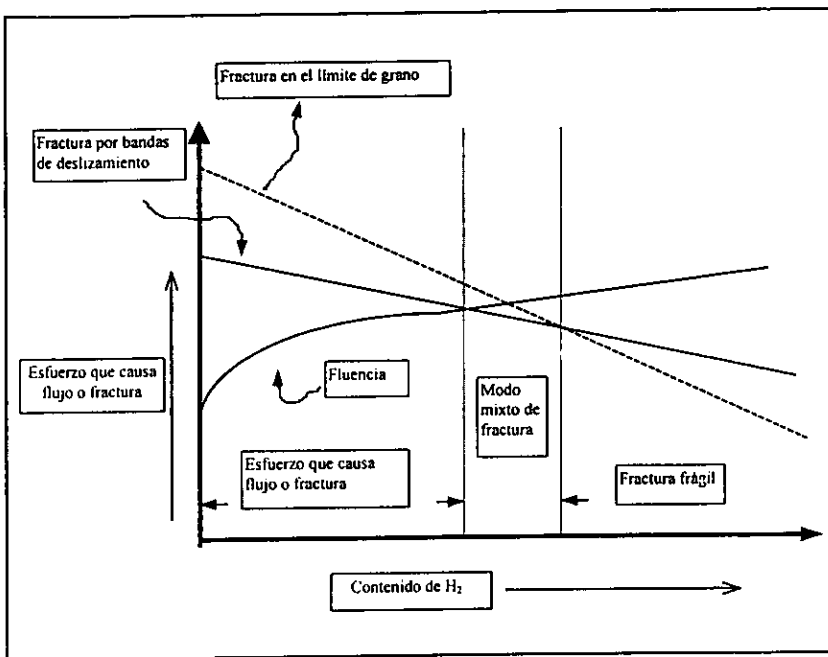


Fig. 1.10 Esquema de la transición en el modo de fractura por efecto del hidrógeno.

II.- DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 Material Bajo Estudio.

El material bajo estudio fue el acero API 5X (API, American Petroleum Institute), con una presentación en forma de tubo de 305 mm de diámetro interno y 12.7 mm de espesor de pared. Este es un acero de bajo carbono utilizado en la industria petrolera; con él se fabrican tubos para transportar gas amargo y petróleo crudo.

La composición química del acero se presenta en la Tabla I.

Tabla I Composición química del acero API-5X.

%C	%Mn	%Si	%S	%P	%Fe
0.14	0.9	0.2	0.04	0.04	98.68

Las propiedades mecánicas del acero que se encuentran en la literatura⁸ se presentan en la Tabla II.

Tabla II Propiedades mecánicas del acero API-5X⁹

DIRECCIÓN	σ_o (Mpa)	σ_{Max} (Mpa)
Axial	432	580

⁸ W.F. Waing, & A. Atrens, Initiation of Stress Corrosion Cracking for Pipeline Steels in a Carbonate - Bicarbonate Solution, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 27A, September, 1995, p.2687.

⁹ Nota, únicamente se encontraron reportados valores de esfuerzo de cedencia y máximos en la dirección Axial, ya que son los comúnmente utilizados.

2.2 Caracterización Microestructural.

La microestructura del acero se caracterizó en condiciones de recepción, en las direcciones axial y circunferencial, con respecto a la dirección del trabajado mecánico del tubo, utilizaron las técnicas de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y fotomicrografía. El análisis microestructural se realizó con un microscopio metalográfico Olympus PMG3, y con un microscopio electrónico de barrido Jeol Modelo JSM 5200.

La microestructura del acero se reveló con Nital 3 en probetas preparadas metalográficamente con alúmina.

2.3 Preparación de Muestras.

Del tubo se extrajeron dos placas cuadradas de aproximadamente 150 mm de lado. De una de las placas, se maquinaron probetas para el ensayo de flexión en tres puntos. En la Fig. 2.1 se muestra la forma en la que se extrajeron las probetas. Una vez preparadas estas probetas fueron sometidas a una implantación de iones hidrógeno.

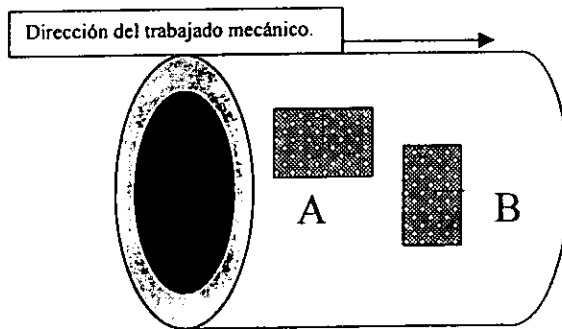


Fig. 2.1 Esquema del tubo, representación de la forma de extracción de probetas:

A) Dirección Axial y B) Dirección Circunferencial.

En la otra placa, se maquinaron placas rectangulares de 80 mm de longitud, 70 mm de ancho y 10 mm de espesor; con la dimensión mayor paralela a la dirección del trabajado mecánico del tubo.

Posteriormente, para la prueba de cargado electrolítico, se preparó la superficie de las placas utilizando lijas de carburo de silicio, el acabado final se le hizo con una lija del # 600. Las placas se lavaron con acetona y se secaron con aire caliente; bajo estas condiciones las placas se pegaron a celdas de acrílico para construir celdas electroquímicas, para someterlas a una prueba de cargado electrolítico. Una vez cargada con hidrógeno, de esa placa se maquinaron probetas para la prueba de flexión en tres puntos.

Para estudiar el efecto del hidrógeno en el flujo plástico y la fractura del acero API-5X, a la placa y probetas se les realizó los siguientes Tratamientos :

1. Implantación de iones hidrógeno.
2. Cargado electrolítico.

2.3.1 Implantación de Iones Hidrógeno.

Estas pruebas se realizaron con un acelerador de iones tipo Pelletrón, el cual está instalado en el Instituto de Física de la UNAM. Este acelerador está basado en los mismos principios del acelerador Tandem, pero las bandas de carga se sustituyeron por cadenas formadas de pequeños cilindros metálicos (pellets) unidos por espaciadores aislantes, debido a esto recibe el nombre de acelerador Pelletrón.¹⁰

La implantación produce en primer lugar efectos químicos en el sentido de cambios de composición y formación de nuevas aleaciones o compuestos. En este sentido la implantación iónica crea nuevos materiales en la superficie de partida. Al ser un proceso fuera del equilibrio cabe la posibilidad de crear aleaciones metaestables por encima de los límites de solubilidad. En segundo lugar están los efectos estructurales, como la amorfización de las capas superficiales, la formación de precipitados endurecedores o la creación de tensiones compresivas que aumentan la elasticidad superficial y bloquean el crecimiento de las microgrietas.

¹⁰ Fernando Alba Andrade, Aceleradores de Partículas, Instituto de Física, UNAM, México, 1982, p.18 - 19.

Un equipo de implantación iónica consta de elementos característicos como son¹¹

I. Fuente de Iones.

II. Sistema de Aceleración.

III. Imán Separador de Masas.

IV. Cámara de Tratamiento.

2.3.1.1 Fuente de Iones.

Una fuente de iones es capaz de producir cantidades suficientes de determinados tipos de iones. La forma de conseguir los iones es mediante el bombardeo de un sólido o un gas con algún tipo de partículas (electrones u otros iones) o mediante excitación electromagnética. Un dispositivo común consiste en un filamento de tungsteno que, calentado al rojo por una corriente eléctrica, emite electrones por efecto termoiónico. Estos electrones, acelerados por un campo eléctrico, ioniza los átomos y moléculas del gas residual circundante (el proceso debe realizarse al vacío), produciendo un plasma del cual es posible extraer una corriente de iones positivos. La corriente iónica así producida contendrá una cantidad predominante del ion que nos interesa, además, contendrá también otros iones.

2.3.1.2 Sistema de Aceleración.

Dependiendo de la velocidad con la que se quiera implantar serán las etapas requeridas de aceleración. Todo el proceso de generación, aceleración e implantación se realiza en alto vacío, del orden de 10^{-5} a 10^{-6} mbar. Si no fuera así, las trayectorias de los iones serían excesivamente cortas. Al nivel de vacío citado, las trayectorias medias superan varios metros.

¹¹ Rafael J. Rodríguez, Modificación de superficies por implantación iónica, Centro de Ingeniería Avanzada de Superficies, AIN, Cordovilla - Pamplona, España, 1998, p. 203-215.

2.3.1.3 Imán Separador de Masas.

La manera estándar de purificar el haz generado consiste en hacerlo pasar a través de un campo magnético variable para separar las distintas especies iónicas por masas atómicas dependiendo de la relación carga/masa.

2.3.1.4 Cámara de Tratamiento.

Es donde se colocan las piezas en cuya superficie se hará la implantación de iones, la cual debe ser de alto vacío.

Dependiendo de la energía con la que estos átomos llegan a una superficie se pueden dar tres procesos diferentes. Si la energía es muy baja (del orden de 10 eV de aceleración) los átomos se depositan en la superficie, creando un recubrimiento. Si la aceleración es mayor (500 eV) predomina un proceso de pulverización de la superficie conocido como "Sputtering", el cual puede ser útil para limpieza superficial o para evaporar materiales para recubrimientos. Finalmente, a energías mucho mayores (del orden de 100 KeV) y corrientes bajas que abarcan un rango de valores desde μA hasta mA. Los átomos penetran dentro de la superficie incrustándose a una cierta profundidad dependiendo de la energía de implantación.

2.3.1.5 Condiciones de la Implantación de Iones.

En las pruebas realizadas para este trabajo los iones de hidrógeno se implantaron aplicando:

- Un voltaje de aceleración de 4 MeV.
- Una corriente de 700 nA/h.
- Produciendo un flujo de iones entrante (Φ) de $6 \times 10^{15} \text{ H}^+/\text{cm}^2$
- Barriendo principalmente la zona del entalle de las probetas tanto de la dirección axial como de la dirección circunferencial.
- Las probetas implantadas se almacenaron durante una semana a temperatura ambiente para permitir la estabilización del hidrógeno implantado en el acero.

En la Fig. 2.2 se muestra un esquema del proceso de implantación iónica.

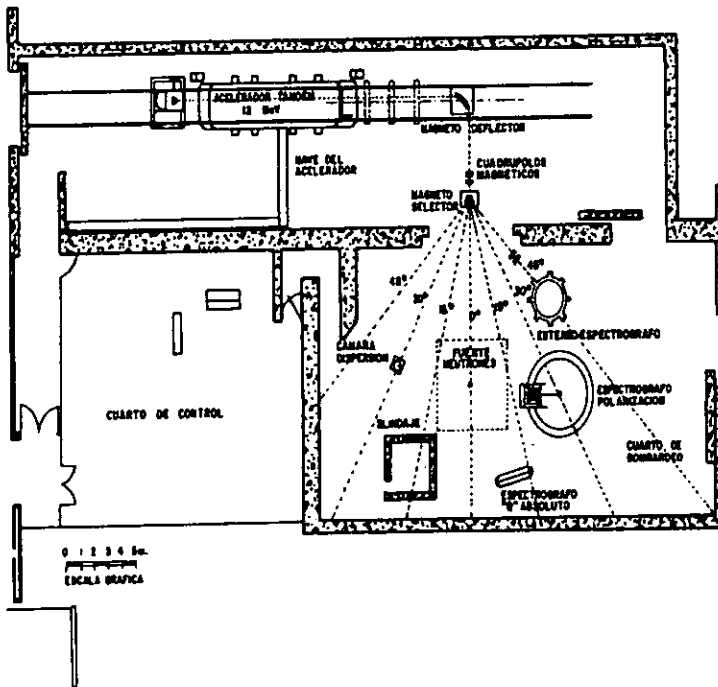


Fig. 2.2 Esquema general de la implantación iónica.

2.3.1.5 Programa TRIM 95.

Con este programa, se puede simular tanto el perfil de iones implantados como el perfil de las vacancias generadas. Se tiene la opción de seguir probabilísticamente la trayectoria de los iones desde su entrada en el metal con determinada energía, hasta que ésta es tal que ya no es suficiente para desplazar átomos de la red. Emplea básicamente cálculos estadísticos tipo Monte - Carlo, aplicando la teoría de Kinchin - Pease [KINCHIN-55]. Se pueden simular muestras de hasta tres capas, aceptando en cada una

cinco elementos con diferentes concentraciones y proyectiles, cualquier elemento de la tabla periódica con energías desde eV hasta MeV.

Los datos que se alimentaron en la simulación fueron los siguientes:

Número. de película : 1

Película 1: acero API - 5X.

Elementos: Fe, C, Mn, Si.

Concentraciones (% at.): 98.76, 0.14, 0.9, 0.2.

Grosor (nm): 100000

Densidad (gr/cm³): 7.89

Proyectil: H⁺

Energía (KeV): 4000

2.3.2 Cargado Electrolítico.

Es una simple variante del método para estudios de permeación electroquímica. Esta prueba de cargado electrolítico es muy utilizada para introducir hidrógeno a altas fugacidades en el acero y de esa manera fragilizarlo.

Para el cargado electrolítico se diseñó y construyó un dispositivo para introducir hidrógeno en el acero. El dispositivo consiste en una placa muestra que es conectada como cátodo a una fuente de poder DC, y un alambre de platino se conectó al polo positivo de la misma fuente para que funcionara como ánodo. Se pego una celda electrolítica a una de las caras de la placa muestra, de manera que el electrolito quede en contacto con una de las caras de la placa. El electrolito o solución de prueba es una solución acidulada, la cual se preparó con una solución de ácido sulfúrico 0.5 M y una solución veneno; la solución de prueba se preparó utilizando agua destilada, la solución veneno consiste de oxido de arsénico (As₂O₃) disuelto en agua destilada, con una concentración de 10 mg de As₂O₃ por litro de agua. La cantidad de solución de prueba está en función con el área expuesta al electrolito según la relación de 25 ml de solución por cada cm² de área expuesta.

El veneno es una impureza en el electrolito, cuyo efecto es el de retardar la recombinación de hidrógeno atómico en hidrógeno molecular y promover la absorción del hidrógeno en el acero, ya que únicamente el hidrógeno atómico es soluble en el acero.

2.3.2.1 Condiciones del Cargado Electrolytico.

El tratamiento de cargado electrolytico se realizo aplicando:

- Cátodo: placa muestra.
- Anodo: alambre de platino.
- Electrolyto: H_2SO_4 (0.5 M).¹²
- Veneno: As_2O_3 .
- Una densidad de corriente¹³ de 24 mA/cm^2 .
- La prueba se corrió durante 237 h.

La Fig. 2.3 muestra el dispositivo de prueba del cargado electrolytico.

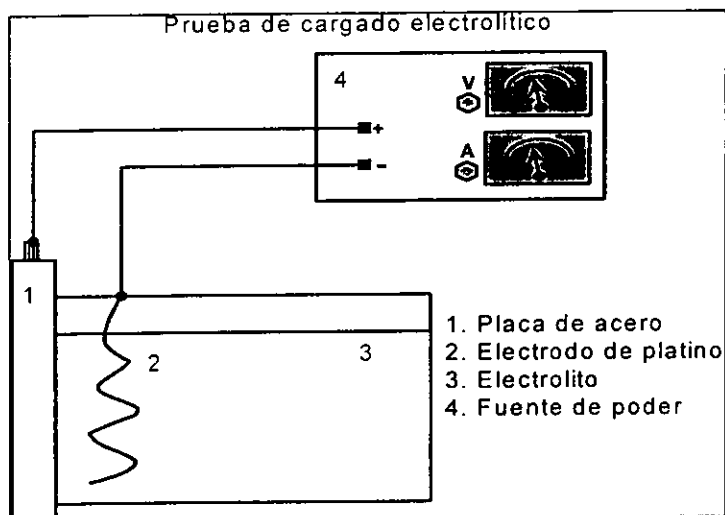


Fig. 2.3 Celda de cargado electrolytico

¹² La solución de prueba se cambió cada tercer día y el veneno se agregaba diariamente en una dosis de 5 gotas de solución.

¹³ La fuente de poder utilizada en el cargado electrolytico fue diseñada y construida en el Instituto de Física de la UNAM, con una capacidad de 10 V y 5 A.

2.4 Pruebas Realizadas.

Para estudiar el efecto del hidrógeno en el flujo plástico y la fractura del acero API-5X se realizaron las siguientes pruebas:

1. Prueba de flexión en tres puntos.
2. Prueba de Impacto (Charpy).

2.4.1 Prueba de Flexión en Tres Puntos.

Se seleccionó este ensayo mecánico debido a que el esfuerzo aplicado se localiza en la cara contraria a la cara de la aplicación de carga y a la facilidad de manejar muestras pequeñas con entalle, el cual actúa como un concentrador de esfuerzos que genera daño localizado, sumamente útil para las probetas implantadas en la cual la zona de daño por hidrógeno es local. La selección del ensayo es muy importante ya que la información obtenida en flexión para las probetas implantadas no serían similares en nada a la información obtenida en tensión, solo por mencionar alguna prueba alterna.

Los ensayos se realizaron en una máquina SHIMADZU Modelo AG-G con capacidad de 100 kN, la máquina cuenta con un transductor lineal de voltaje diferencial (LVDT-10S), el cual por medio de diferencias de voltajes cuantifica con una alta precisión el desplazamiento de las probetas bajo la acción de la carga, el LVDT manda las señales a una computadora donde se almacena los valores de carga - flexión; con los datos almacenados se calculan los esfuerzos y se grafican los resultados en una hoja de cálculo.

Las probetas utilizadas para la prueba de flexión de tres puntos fueron de forma rectangular, de 60 mm de longitud y de 3.15 mm de sección transversal cuadrada. Estas probetas presentaron un entalle en forma de "V" con un ángulo de 50°, una profundidad de 1 mm y un radio de raíz de 1 mm como se esquematiza en la Fig. 2.4. El entalle de las probetas fue maquinado en dirección paralela y perpendicular con respecto a la dirección del trabajado mecánico del tubo, la separación entre los puntos de apoyo fue de 15 mm y el ensayo se realizó a una velocidad de desplazamiento del cabezal de 1 mm por minuto, hasta llegar a un desplazamiento de cabezal máximo de 2.5 mm.

Las pruebas de flexión en tres puntos se realizaron sobre diez probetas testigo (T), diez probetas implantadas con iones hidrógeno (I) y sobre veinte probetas cargadas con hidrógeno (CE); la mitad del número de probetas en la dirección axial y la otra mitad en la dirección circunferencial. Los resultados de estos ensayos únicamente serán reportados como un promedio de ellos para facilitar y agilizar su análisis.

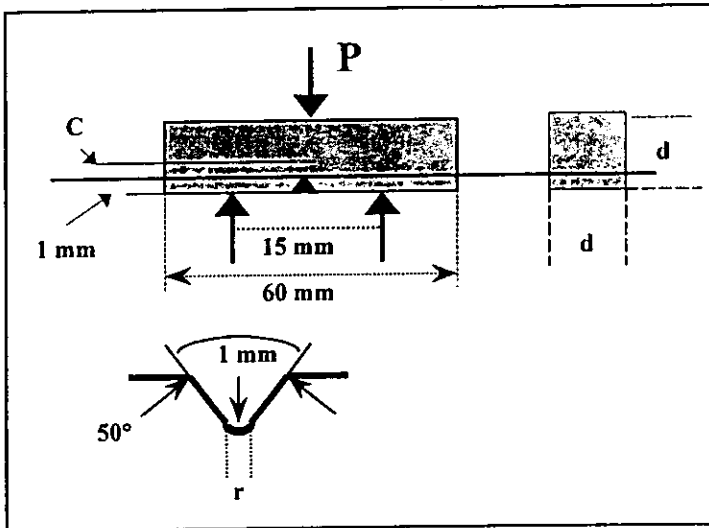


Fig. 2.4 Probetas para el ensayo de flexión en tres puntos.

De los ensayos de tres puntos realizados se obtuvieron curvas de carga - flexión de las diferentes probetas. Con estos datos se calculó la resistencia máxima a la flexión o el módulo de fractura, el cálculo se realizó de la siguiente manera¹³ :

$$\sigma_{Max} = \sigma_a * K_t \quad \dots\dots(1)$$

K_t = Factor de concentración de esfuerzos.

¹³ A. Onyewuenyi, & J.P.Hirth, Effects of Hydrogen on Notch Ductility and Fracture in Spheroidized AISI 1090 steel, Metallurgical Transactions, Vol. 14A, 1983, p. 259-269.

$$\sigma_a = \frac{Mc}{I} \quad \dots\dots\dots(2)$$

M = Momento flexionante (Nm).

c = Distancia del centro de la probeta a la punta del entalle (m).

I = Momento de inercia de la sección transversal (m⁴)

$$M = \frac{PL}{4} \quad \dots\dots(3)$$

$$I = \frac{d^4}{12} \quad \dots\dots(4)$$

P = Carga (N).

L = Separación entre los dos puntos de apoyo fijos (m).

d = Longitud de la sección cuadrada (m).

Sustituyendo las ecuaciones (3) y (4) en la ecuación (2):

$$\sigma_a = \frac{3PLc}{d^4} \quad \dots\dots(5)$$

Sustituyendo la ecuaciones (5) en la ecuación (1) se tiene: ¹⁴

$\sigma_{Max} = \frac{3PLc}{d^4} \cdot kT \quad \dots\dots(6)$
--

¹⁴ Es conveniente resaltar que esta ecuación es valida únicamente en la región elástica, debido a que como trabajamos en un ensayo de flexión, al iniciarse la deformación plástica no podemos cuantificar el área neta que se esta deformando ni la carga neta que actúa sobre ella; pero es útil cualitativamente para comparar los esfuerzos máximos.

2.4.2 Prueba de Impacto (Charpy).

Con el propósito de conocer el efecto del hidrógeno en la tenacidad del acero API - 5X se realizaron pruebas de impacto¹⁵. Dichas pruebas indicarán la tenacidad relativa por medio de la energía absorbida de las probetas ensayadas.

Como la implantación de iones es un proceso superficial, no se esperarían cambios significativos en la tenacidad de dichas probetas con respecto a las probetas testigo, por lo que solamente se ensayaron probetas cargadas electrolíticamente con hidrógeno y probetas testigo.

Las pruebas de impacto Charpy se realizaron en una máquina DMG (Denison Mayes Group), modelo 6705.CA, de péndulo tipo "U" con una capacidad de 16.5 Kgm en base en las especificaciones de la norma ASTM -23.

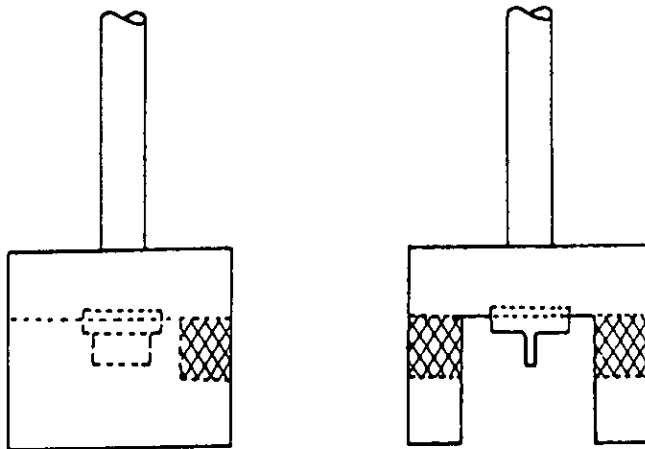


Fig. 2.5 Péndulo tipo "U" de la máquina de impacto.

Las dimensiones de las probetas de impacto ensayadas fueron de 55 mm de longitud, 10 mm de sección transversal cuadrada, las probetas presentaban una muesca de tipo "V" de

¹⁵ La prueba de impacto es un ensayo de flexión en tres puntos a muy altas velocidades de aplicación de carga, por lo que reduce la tenacidad real del material.

2 mm de profundidad, un ángulo de 45° y un radio de raíz de 0.25mm; todas las dimensiones y procedimientos se realizaron bajo norma.¹⁶

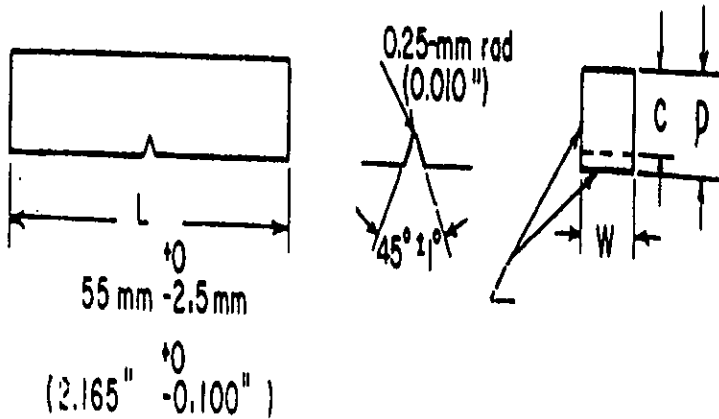


Fig. 2.6 Probetas para el ensayo de impacto Charpy.

Se realizó la prueba de impacto (Charpy) sobre 10 probetas testigo (T) y 10 probetas cargadas con hidrógeno CE, la mitad en la dirección axial y la mitad en la dirección circunferencial.

Los resultados obtenido del ensayo de impacto se reportarán únicamente como promedios para que sea más fácil su análisis.

¹⁶ Norma ASTM E-23.

III.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Microestructura.

En las Fig. 3.1 y 3.2 se presentan fotografías de la microestructura del acero API - 5X en condiciones de recepción; en la dirección axial y en la dirección circunferencial respectivamente. El detalle microestructural revela que los granos están formados por una fase de ferrita y una de perlita con morfología laminar; además están presentes inclusiones alargadas de sulfuro de manganeso, clasificadas como tipo II. Ambas microestructuras son las responsables de la anisotropía en el comportamiento mecánico del material.

En la dirección axial (Fig. 3.1), los granos son alargados y resultan del trabajado mecánico que recibe el tubo cuando se fabrica; generando de esta forma una orientación preferencial que se caracteriza por el desarrollo de una fuerte textura cristalográfica, es decir, los granos tienden a orientarse en una dirección que es paralela a la dirección del trabajado mecánico. Esa orientación da como resultado la formación de fibras mecánicas.

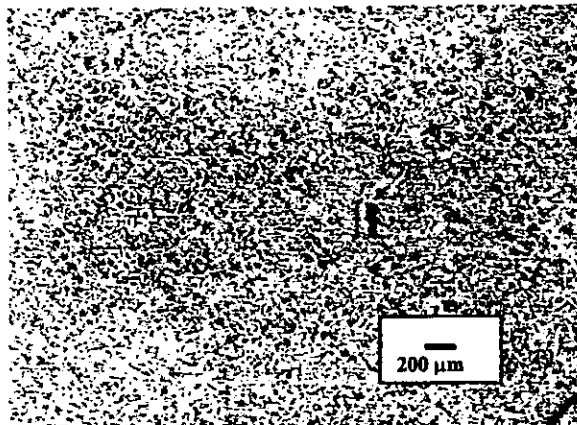


Fig. 3.1 Fotografía óptica de la microestructura presente en la dirección axial del tubo. Se observa una distribución bandeda de la microestructura, formando fibras mecánicas.

En la dirección circunferencial (Fig. 3.2), los granos son equiaxiales, están distribuidos homogéneamente, y se encuentran menos deformados y orientados en la dirección perpendicular del trabajado mecánico.



Fig. 3.2 Fotografía óptica de la microestructura presente en la dirección circunferencial.

Las inclusiones de sulfuro de manganeso (MnS) se encontraron embebidas preferencialmente en los granos de ferrita; dichas inclusiones se muestran en la Fig. 3.3.

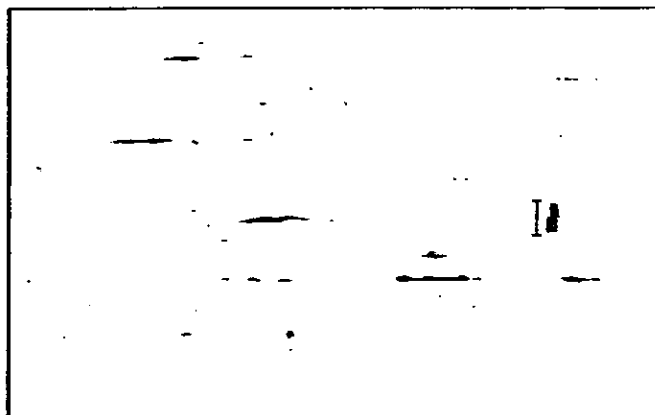


Fig. 3.3 Inclusiones de sulfuro de manganeso (MnS).

3.2 Prueba de Flexión en Tres Puntos.

Para tener una visión clara de los aspectos más generales de los fenómenos microscópicos llevados a cabo en el material y posteriormente en base a estos aspectos poder discernir el efecto que tiene el hidrógeno en el comportamiento mecánico y por consiguiente en el flujo plástico del acero API - 5X, a continuación se mencionan algunos de ellos.

Al someter un material bajo carga o esfuerzo la primera zona en la que entramos es la zona elástica, en esta zona la deformación es proporcional al esfuerzo aplicado, ya que el esfuerzo aplicado es la energía requerida para separar los átomos de las redes cristalinas sin llegar al deslizamiento, una vez retirado el esfuerzo las redes cristalinas vuelven a sus dimensiones originales y la deformación desaparece siempre y cuando no se haya alcanzado el límite de fluencia.

Una vez sobrepasado el límite de fluencia se inicia el movimiento de las dislocaciones en sistemas activos del material, dicho movimiento trae consigo la deformación plástica del material; cuando las dislocaciones interactúan con otras en sistemas diferentes, pueden formar por intersección, obstáculos temporales en el deslizamiento simple o crear obstáculos permanentes formando dislocaciones inmóviles en el plano de deslizamiento. Estos obstáculos se incrementan con la deformación y como resultado las líneas de deslizamiento superficial se vuelven más cortas, su separación es menor y su distribución irregular. Al continuar el incremento de la deformación, existe un aumento en el número de dislocaciones retenidas, elevándose el esfuerzo local interno y reduciendo la deformación plástica producida por un incremento en el esfuerzo aplicado, dicho fenómeno es comúnmente llamado endurecimiento por trabajo.¹⁷

Sin embargo, cuando se alcanza el esfuerzo máximo, la acumulación de esfuerzos es tan grande que se produce una inestabilidad microestructural localizada, en nuestro caso se crea en la punta del entalle, generando un comportamiento inhomogéneo producto del movimiento de las dislocaciones, vacancias e intersticiales; provocando al final la propagación inestable de las grietas nucleadas.

¹⁷ Honeycombe, The Plastic Deformation of Metals, 1968, p. 113-150.

En general, se observa que las gráficas de flexión presentan cuatro regiones: una región lineal, una región de transición, una región exponencial y una región posterior a la carga máxima. En la Fig.3.4 se muestra un esquema diseñado para facilitar la discusión de los resultados de este trabajo y en el cual se identifican las regiones antes mencionadas

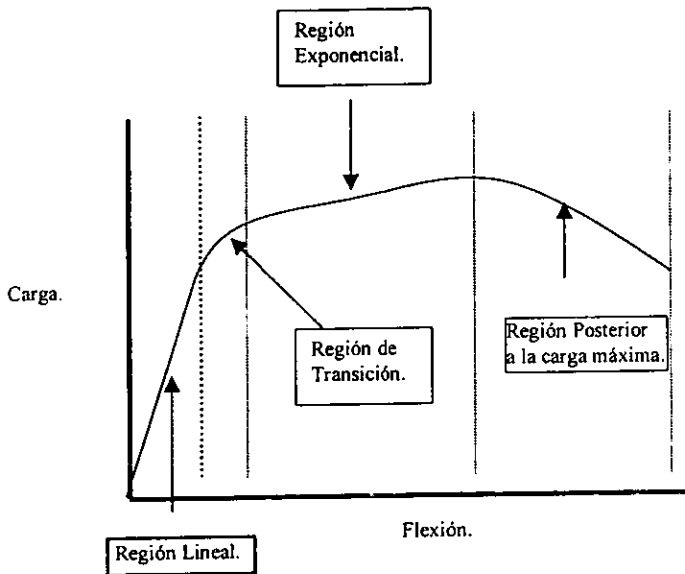


Fig. 3.4 División del diagrama carga - flexión que se hizo para la discusión de éste trabajo.

3.2.1 Probetas Testigo.

El comportamiento mecánico de las probetas testigo en la prueba de flexión en tres puntos, tanto en la dirección axial como en la dirección circunferencial se muestra en la Fig. 3.5. Este comportamiento es el esperado en términos del trabajado mecánico que se les da a los tubos y que son reflejo de la microestructura presente, es decir, se observa que las cargas requeridos para producir flexión así como las cargas máximas de las probetas en la dirección axial son mayores que las requeridas en las probetas maquinadas en la dirección circunferencial. Al someter las probetas axiales al ensayo de flexión, la carga aplicada es

perpendicular a la dirección de las fibras mecánicas formadas, debido a esto se requiere de un mayor nivel de esfuerzos, esto es, oponen una mayor resistencia a la flexión. Ese comportamiento no se presenta en las probetas circunferenciales debido a que la carga aplicada es paralela a las fibras mecánicas y como consecuencia se requiere de un menor esfuerzo para flexionar la probeta. Por tanto, la diferencia en la microestructura es la responsable de la anisotropía en el comportamiento mecánico del material.

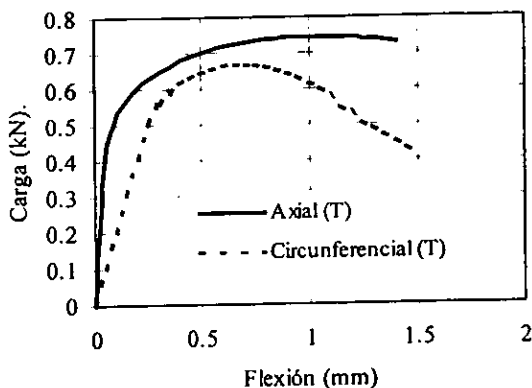


Fig. 3.5 Diagrama carga - flexión de las probetas Testigo.

Analizando el comportamiento mecánico de las probetas testigo, se observa que la zona lineal de las probetas axiales tienen una pendiente mayor a la de las probetas circunferenciales, esto nos indica que se requiere aplicar una carga mayor a las probetas axiales para flexionar elásticamente la misma distancia que en las probetas circunferenciales, esta diferencia en la zona lineal nos dan argumentos para sostener que existe anisotropía en el comportamiento mecánico del acero, ya que no es la misma resistencia la que opone el material cuando la carga es perpendicular a los granos (axial) que cuando la carga se aplica paralela a ellos (circunferencial).

Una vez sobrepasado el límite de fluencia, se llega a una región de transición, en la cual comienza a formarse una zona plástica en la punta del entalle que produce

endurecimiento; debido a este endurecimiento y a la alta concentración de esfuerzos dentro de esta zona plástica es muy probable la nucleación de grietas en esta etapa.

La región exponencial se caracteriza por un continuo incremento de la carga necesaria para flexionar, donde la zona plástica y el endurecimiento continúan creciendo hasta llegar a un valor de carga máxima. Se observa que las probetas circunferenciales alcanzaron la carga máxima a una menor flexión que las probetas axiales, esto nos dice indirectamente que las probetas circunferenciales presentan un mayor endurecimiento por trabajado mecánico, este comportamiento trae como consecuencia que la concentración de esfuerzos por acumulación de dislocaciones rápidamente llegue a su máximo nivel y el material presente inestabilidad en la deformación plástica a un valor bajo de flexión, viéndose esto reflejado en una baja ductilidad del material cuando la carga es máxima. Comportamiento que no se observa en las probetas axiales debido a que ésta dirección presenta una microestructura orientada por el trabajado mecánico, formando las denominadas fibras mecánicas, donde el movimiento de dislocaciones no se encuentra con tantos obstáculos que promuevan un anclamiento de las mismas, proporcionando así una mayor extensión en la región exponencial y como consecuencia un incremento en la resistencia a la nucleación y propagación de grieta; siendo un reflejo de lo anterior las probetas axiales presentan una mayor ductilidad hasta la carga máxima que las probetas circunferenciales.

Una vez sobrepasada la carga máxima, la concentración de esfuerzos en la punta del entalle es tal que promueve la propagación de las grietas nucleadas, produciendo una zona de inestabilidad microestructural localizada, que presenta comportamiento mecánico inhomogéneo.¹⁸ En esta punto se activan mecanismos secundarios de deslizamiento en los cuales las dislocaciones cambian de planos, se liberan, y con la energía concentrada promueven la deformación del material a menores cargas aplicadas. Este fenómeno provoca que las probetas circunferenciales, que fueron las que presentaron un mayor endurecimiento por deformación, sean las que presenten la mayor flexión y tengan la mayor ductilidad final.

¹⁸ Esta inestabilidad se presenta por las condiciones mismas del ensayo de flexión; ya que en este punto en la superficie del entalle tenemos la máxima concentración de esfuerzos y una microestructura sumamente deformada, mientras que alrededor de la zona plástica tenemos una zona elástica - plástica y al rededor de ésta una zona elástica en la cual no hay deformación de la microestructura. Por tanto el comportamiento mecánico no es homogéneo.

3.2.2 Probetas con Hidrógeno (Implantadas y Cargadas).

3.2.2.1 Probetas en la Dirección Axial.

Tomando el promedio de los datos obtenidos en la prueba de flexión en tres puntos de las probetas en la dirección axial, tanto de probetas testigo (T), implantadas (I) y cargadas electrolíticamente CE, se presenta a continuación la siguiente tabla :

Tabla III: Valores promedio de los datos obtenidos en la prueba de flexión en tres puntos para las probetas en la dirección axial.

CONDICIÓN	P ₀ (kN)	P _{Max} (kN)	σ_{Max}^{19} (Mpa)
Testigo.	0.50	0.76	198.39
Implantada.	0.51	0.78	201.99
Cargada.	0.78	1.03	282.48

En la Fig. 3.6 se muestra el comportamiento mecánico en la dirección axial, de las probetas testigo (T), implantadas con hidrógeno (I) y cargadas electrolíticamente con hidrógeno CE.

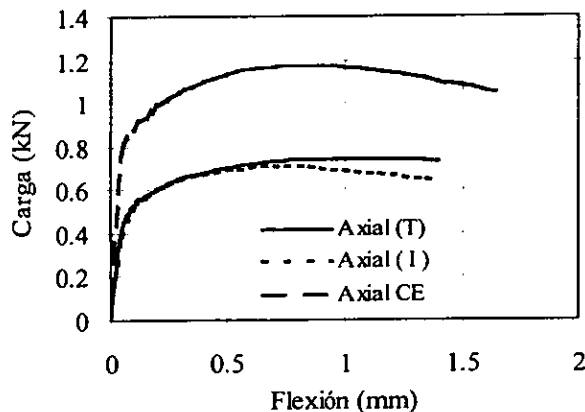


Fig. 3.6 Diagrama carga - flexión de las probetas en la dirección axial.

Con respecto a las probetas testigo se observa que el efecto de la implantación en la región lineal, el límite de fluencia y la carga máxima es prácticamente nula, en cambio, en las probetas axiales CE la pendiente se incrementa ligeramente y el límite de fluencia se aumenta casi un 60%, la causa de tales cambios son debido al hidrógeno introducido electrolíticamente; ya que en el cargado, el hidrógeno entra en forma atómica y difunde en todo el volumen del material, acumulándose en límites de grano, dislocaciones, inclusiones y defectos de red, al acumularse se combina y forma hidrógeno molecular, el cual comienza a ejercer cierta presión hasta llegar a una presión local crítica en la cual el material cede localmente generando grietas y campos elásticos en su entorno, de tal manera que mientras mayor sea la cantidad de hidrógeno presente en la muestra mayor será el número de grietas y zonas elásticas generadas, incrementando así la carga requerida para alcanzar el límite de fluencia; pero el efecto del hidrógeno posiblemente no se limite a la formación de grietas, sino que además pueden estar involucrados un gran número de factores como la posible acumulación de hidrógeno en las dislocaciones el cual impida su movimiento aun antes de interactuar con otras, así como la oposición que presentan las zonas elásticas formadas en la punta del entalle al abombamiento del mismo. Para que quede más claro el concepto de abombamiento en la Fig. 3.7 se muestra un esquema del probable comportamiento del entalle bajo la acción de una carga.

Comparando la región de transición de las probetas CE, la zona de transición aparece a un nivel de carga más alta que en las probetas (I) y (T), por tanto el hidrógeno provoca restricciones al abombamiento y al crecimiento del entalle. De las observaciones anteriores se puede decir que la formación de la zona plástica y la nucleación de grietas se alcanza primero en las probetas (T) e (I) y después en las probetas CE. Por tanto el hidrógeno tiene un efecto endurecedor provocando que la transición del comportamiento elástico al comportamiento plástico del material.

¹⁹ Cabe recordar que este valor es la resistencia máxima a la flexión o el módulo de fractura.

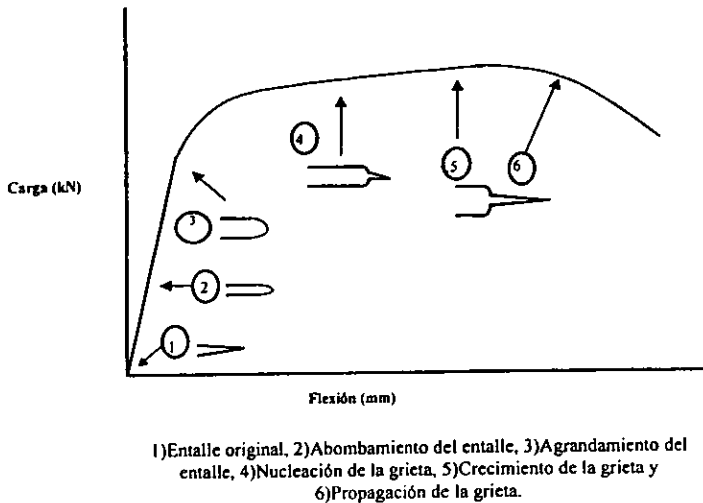


Fig. 3.7 Comportamiento del entalle.²⁰

Por otro lado en el comportamiento de la zona exponencial de las probetas CE el endurecimiento por deformación es mucho mayor que el endurecimiento de las probetas (I) y (T); este incremento nuevamente es resultado de la difusión del hidrógeno atómico, esta difusión se realiza principalmente mediante las vacancias y dislocaciones, y no por la red cristalina ya que el coeficiente de autodifusión a lo largo de las dislocaciones es de varios ordenes mayor que en la red cristalina, y es mayor este aporte cuanto mayor es la deformación plástica. Aunado a lo anterior, en los materiales policristalinos, los límites o fronteras de grano introducen nuevas restricciones al movimiento de las dislocaciones, dichas restricciones son diferentes para cada grano, por lo que, el comportamiento observado en las muestras policristalinas son el resultado de un proceso de adaptación mutua entre un número grande de granos. Debido a esta difusión en vacancias y

²⁰ David Broek, *Elementary Engineering Fracture Mechanics*, Martinus Nijhoff Publishers, 1987, p. 235.

dislocaciones y a la influencia de los límites de grano, el hidrógeno atómico se conglo mera y forma hidrógeno molecular tanto en las vacancias, las dislocaciones, las bandas de laminación, las inclusiones no metálicas, los microporos, las áreas de micro segregación y las fronteras de grano ; dicho hidrógeno transportado actúa como una fuente de bloqueo de dislocaciones en los planos secundarios de deslizamiento²¹ , deforma la red cristalina del material; de este modo obstaculiza la disipación de energía por la acumulación de dislocaciones generando zonas con una alta concentración de esfuerzos en todo el volumen del material. Como consecuencia las cargas requeridas para flexionar las probetas CE serán mayores que las requeridas en las probetas (T) e (I).

Una vez sobrepasado el esfuerzo máximo se observa para las probetas (T) que los valores de carga necesaria para seguir deformando se mantienen casi constantes, este comportamiento indica una gran plasticidad del material; de forma contraria para las probetas (I) y CE la carga requerida comienza a disminuir, lo que nos puede indicar la activación de los planos secundarios de deslizamiento, y la posible presencia de una propagación de grieta inestable, generada como consecuencia de la fragilización por hidrógeno. Tal activación secundaria puede ser la responsable de que las probetas CE presenten la mayor ductilidad de todas las probetas ensayadas.

Por último podemos decir que el hidrógeno introducido mediante el cargado electrolytico incrementa la ductilidad del acero API - 5X en la dirección axial.

²¹ Cuando la concentración de esfuerzos generados por la acumulación de dislocaciones es muy grande, las dislocaciones cambian de trayectorias hacia planos secundarios de deslizamiento en donde se puedan mover y seguir con la deformación del material requiriendo menores esfuerzos.

En la Fig. 3.8 se muestra un histograma de los valores promedios correspondientes a las cargas de fluencia y a las cargas máximas de las probetas en la dirección axial, tanto (T), (I) y CE.

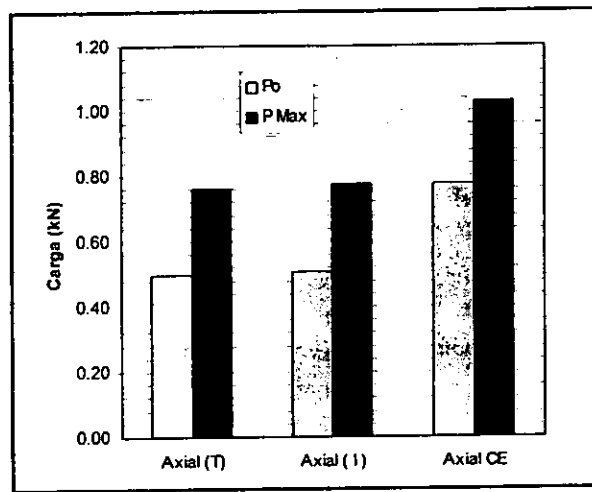


Fig. 3.8 Histograma de las cargas de fluencia y máximas de las probetas en la dirección axial.

En el histograma se puede ver con mayor claridad el daño que causa el hidrógeno en las propiedades mecánicas, en específico el flujo plástico. Comparando los valores promedio de carga, de las probetas (T) e (I), tenemos que las cargas de fluencia y máximas son prácticamente las mismas. Por otro lado las probetas CE presentaron un notorio incremento tanto en la carga de fluencia como en la carga máxima, esta evidente diferencia se debe únicamente al modo como el hidrógeno entra y difunde en el material durante el cargado electrolítico, el hidrógeno al acumularse bloquea las dislocaciones e incrementa los esfuerzos locales en todo el volumen del material.

3.2.2.2 Probetas en la Dirección Circunferencial.

Tomando un promedio de los datos obtenidos en la prueba de flexión en tres puntos de las probetas en la dirección circunferencial, tanto para las probetas (T), implantadas (I), y cargadas electrolíticamente CE, se presenta la siguiente tabla:

Tabla IV: Valores promedio de los datos obtenidos en la prueba de flexión en tres puntos para las probetas en la dirección circunferencial.

CONDICIÓN	P_o (kN)	P_{Max} (kN)	σ_{Max} (Mpa)
TESTIGO.	0.47	0.69	178.77
IMPLANTADA.	0.53	0.75	196.65
CARGADA.	0.63	0.84	199.88

El efecto de la implantación y el cargado electrolítico sobre el comportamiento mecánico de las probetas extraídas en la dirección circunferencial se muestra en la Fig. 3.9.

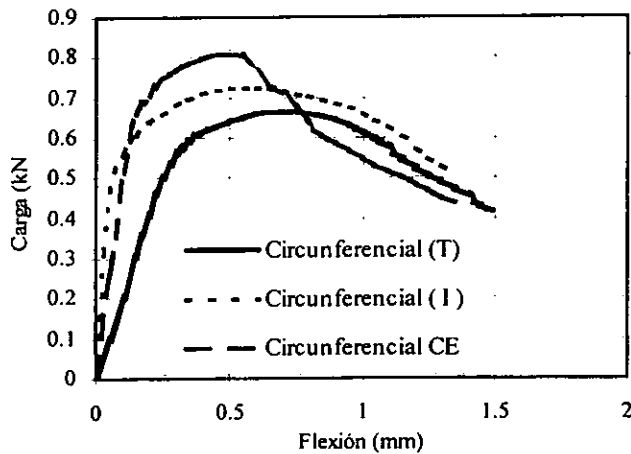


Fig. 3.9 Diagrama de carga - flexión de las probetas en la dirección circunferencial.

En la Fig. 3.9 se observa que el comportamiento de las probetas circunferenciales es diferente al de las probetas axiales, esta diferencia se debe a la anisotropía en la microestructura generada por el proceso de fabricación de los tubos. Comparando respecto a las probetas (T), la pendiente de la región lineal es mayor para las probetas (I) que para las probetas CE, esto representa un cambio con respecto a lo observado en las probetas axiales, en donde la pendiente de las probetas CE fue mayor que en las probetas (I); debido a que la implantación es un bombardeo de iones que genera modificación superficial en una pequeña zona del entalle de las probetas de flexión en tres puntos, y si además consideramos que la zona elástica de nuestro diagrama carga - flexión es el comportamiento elástico del entalle; entonces podemos decir que la zona elástica de nuestros diagramas carga - flexión de las probetas (I) tanto de la dirección axial como en la circunferencial, es el comportamiento elástico de la película modificada y dichos valores deben ser los mismos tanto en una dirección como en otra. Por eso al comparar la zona elástica de las probetas circunferenciales (I) y CE, parecería que las probetas en la dirección circunferencial son más susceptibles al endurecimiento que las axiales, pero no lo son. Por esa misma razón al comparar el comportamiento de las probetas circunferenciales, las probetas (I) presentan una mayor pendiente que el resto de las probetas.

Para demostrar lo anterior en la Fig. 3.10 se muestran los diagramas carga - flexión de los tres lotes de probetas.

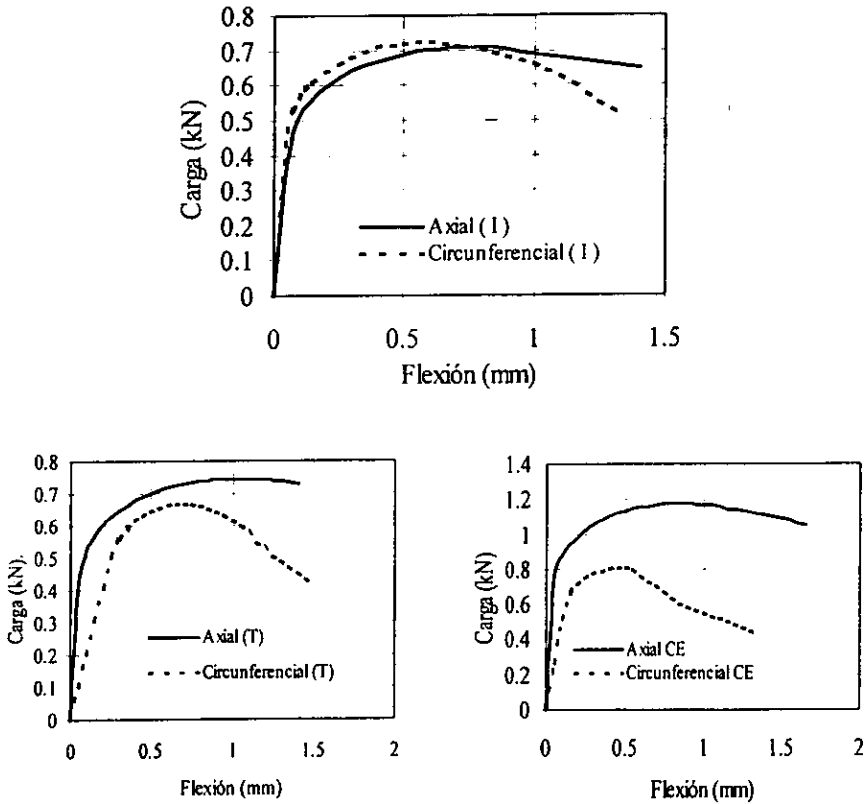


Fig. 3.10 Diagrama carga - flexión de los tres lotes de probetas.

En la Fig. 3.10 se comprueba que la zona lineal de las probetas (I) es el comportamiento de la película modificada por la implantación; en cambio las probetas CE y (T) presentan la misma tendencia aunque las probetas CE presentan un incremento en la pendiente de la zona lineal debido a la presencia del hidrógeno.

Continuando con la discusión de las probetas circunferenciales, la región de transición de las probetas (I) y (T) se presenta a valores de carga similares, pero a diferentes valores de flexión, esto viene como resultado de la modificación superficial generada con el bombardeo de iones hidrógeno; pero a diferencia de las probetas axiales, en la dirección circunferencial sí es evidente dicha modificación, por lo que se podría decir que en el acero API - 5X la dirección circunferencial es la más susceptible a la implantación de iones hidrógeno. Por otro lado las probetas CE presentaron, al igual que en la dirección axial, la mayor carga de fluencia. Cabe resaltar que a pesar de que la carga fluencia de las probetas (I) fue inferior a la de las probetas CE, como efecto de la implantación las probetas (I) tuvieron una menor flexión elástica

Una vez sobrepasada la carga de fluencia se encuentra la zona exponencial, la cual se caracteriza por presentar un mayor endurecimiento por deformación que el exhibido en las probetas axiales; al comparar las zonas exponenciales de las probetas circunferenciales se tiene que las probetas CE son las que presentan un mayor efecto del hidrógeno en el flujo plástico, teniendo un mayor endurecimiento por deformación y alcanzando la carga máxima a una flexión inferior que la de los valores de flexión de las probetas (T) e (I), provocando que el material presente una menor ductilidad, hasta el momento en el cual se llega a la carga máxima, en comparación con el resto de las probetas. Por otro lado las probetas (I) no presentaron un daño tan marcado como el de las probetas CE, pero, si presentaron daño al compararlas con las probetas (T), ya que incrementaron el endurecimiento por deformación y disminuyeron la ductilidad hasta el momento en el que se alcanza la carga máxima.

Al llegar a la zona posterior al esfuerzo máximo, en donde se observa una caída del esfuerzo en todas las probetas circunferenciales, este comportamiento indica la presencia de una propagación de grieta; que se presenta básicamente como resultado de la anisotropía del material, además, el efecto del hidrógeno incrementa la velocidad de propagación de grieta, por lo que se espera que las probetas CE presenten grietas de mayor magnitud que en el resto de las probetas, en cambio, las probetas (I) y (T) presentan una caída gradual del esfuerzo, lo que puede indicar una menor rapidez de propagación de la grieta.

Por último, podríamos decirse que el hidrógeno reduce la ductilidad del acero API - 5X en la dirección circunferencial independientemente de la forma en la que éste es introducido.

En la Fig. 3.11 se muestra un histograma de los valores promedio correspondientes a las cargas de fluencia y a las cargas máximas de las probetas en la dirección circunferencial, tanto (T), (I) y CE.

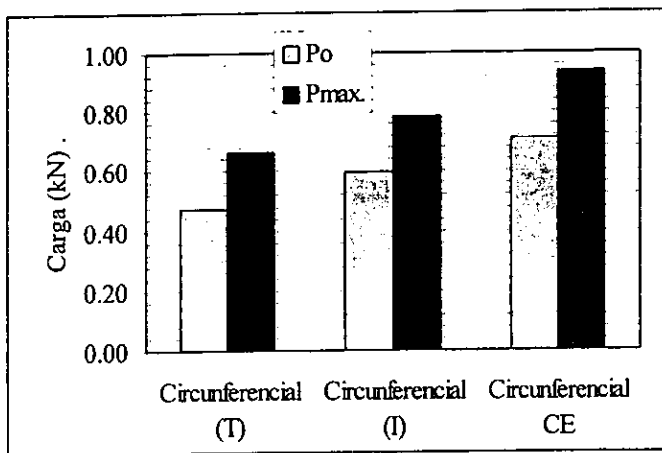


Fig. 3.11 Histograma de las cargas de fluencia y máximas de las probetas en la dirección circunferencial.

En el histograma de las cargas de fluencia y máximas de las probetas circunferenciales, también, es claro el efecto del hidrógeno en el flujo plástico del acero API - 5X, consistente en incrementar tanto las cargas de fluencia así como las máximas, dicho de otra forma el hidrógeno endurece el material. Es conveniente decir que la dirección circunferencial sí tiene una notoria diferencia en las cargas tanto de fluencia como máximas entre las probetas (T) e (I), en cambio en la dirección axial la carga de fluencia entre ambos lotes de probetas prácticamente son iguales. Lo anterior se debe, a las propiedades de la película modificada generada durante el bombardeo de iones hidrógeno.

En el caso de las probetas CE el incremento de las cargas de fluencia y máximas se presentan tanto en la dirección circunferencial como en la dirección axial, y son

consecuencia directa del hidrógeno introducido en el acero mediante el cargado electrolítico.

3.3 TRIM 95.

Para tener una idea más concreta de lo que ocurre en las probetas que fueron sometidas a la implantación de iones hidrógeno y tener un valor aproximado de la profundidad a la cual se generó el máximo daño con la implantación, se utilizó un programa llamado TRIM en la versión del 95, en el cual conociendo el voltaje de aceleración aplicado (para nuestro estudio se utilizaron 4 MeV), la corriente (700 nA/h), el ion utilizado (H^+) y el flujo de iones entrante ($\Phi = 6 \times 10^{15} H^+/cm^2$); se puede realizar una simulación de la implantación y de esta forma poder contar con un valor numérico de la profundidad máxima en la cual se genera el máximo daño con la implantación bajo las condiciones de operación.

De las simulaciones realizadas se obtuvo que el daño generado con la implantación se presenta en una zona cercana a las 60 μm de espesor, siendo a 60 μm el máximo daño; así se comprueba que la implantación es un proceso de modificación superficial.

En la Fig. 3.12 se muestra el desplegado en la pantalla al término de la simulación, donde se puede observar tanto la profundidad del daño como la tendencia de la distribución de los iones implantados.

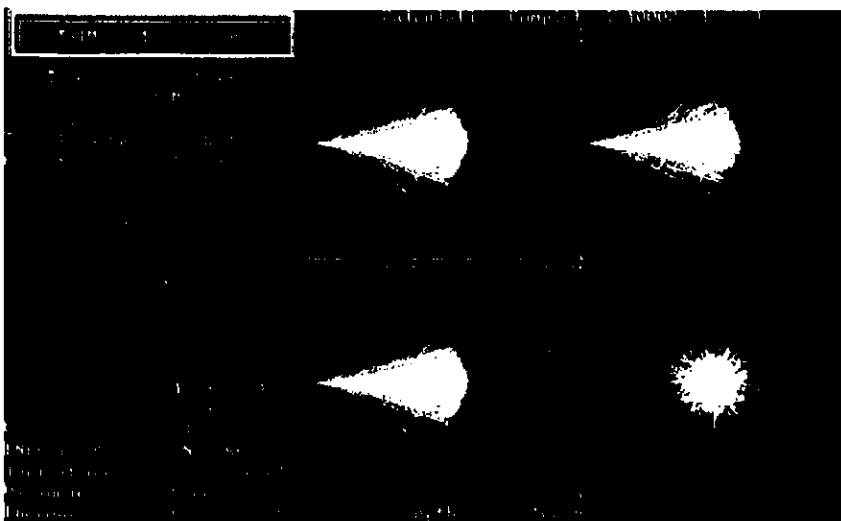


Fig. 3.12 Esquema de la simulación del bombardeo, en donde se observa tanto la profundidad como la distribución de los iones de hidrógeno.

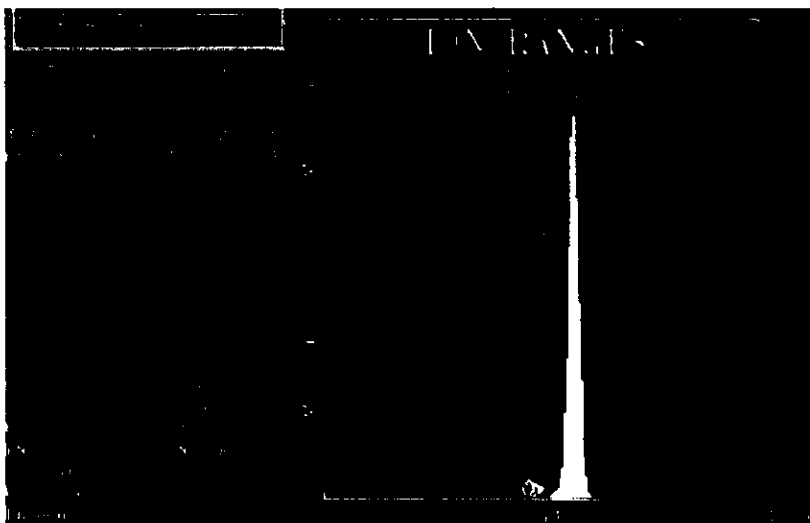


Fig. 3.13 Esquema del perfil calculado con TRIM de la distribución de los iones hidrógeno implantados.

3.4 Vista Macroscópica de la Superficie del Entalle.

Antes de entrar en detalles fractográficos o de propagación de grieta, se debe primero mostrar una visión macroscópica de la superficie del entalle.

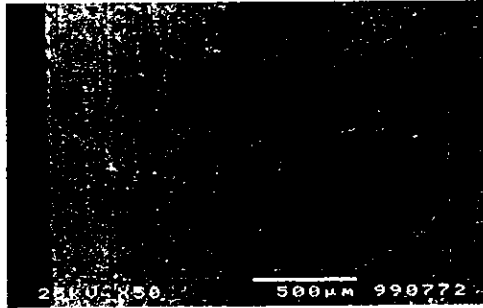
3.4.1 Dirección Axial.

De la dirección axial se presentan las micrografías más representativas de la zona de la superficie perpendicular a la punta del entalle, esto es, las aperturas de las grietas principales, se muestran en la Fig. 3.14. Se observa que la probeta (T) Fig. 3.14a presenta una apertura de entalle caracterizada por una superficie rugosa, la cual se asocia a un desgarramiento dúctil. La probeta (I) Fig. 3.14b muestra una apertura menos rugosa, producto del efecto de la implantación de iones hidrógeno sobre el entalle; en cambio, la apertura del entalle de la probeta CE Fig. 3.14c se caracteriza por una superficie menos rugosa, con rugosidad más uniforme, tendiendo a ser plana, es decir, a un modo de apertura frágil, lo cual es debido a la acción fragilizante del hidrógeno.

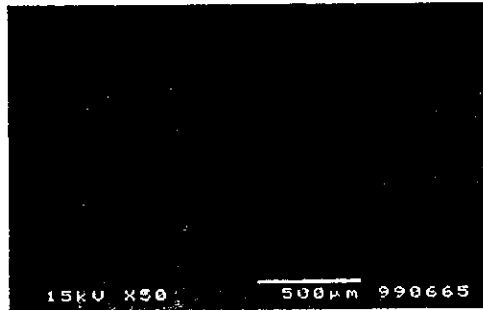
3.4.2 Dirección Circunferencial.

En la Fig. 3.15 se presentan las micrografías de la zona de la superficie perpendicular a la punta del entalle, esto es, la apertura de la grieta principal. En la probeta (T) Fig. 3.15a se observa una zona muy rugosa, característica de un desgarramiento dúctil; la probeta (I) Fig. 3.15b presenta una disminución en la rugosidad y un menor desgarramiento dúctil. La zona de la probeta CE Fig. 3.15c, presenta una apertura mixta, zonas poco rugosas y zonas casi lisas, indicando que la ductilidad tiende a desaparecer y cambiar a un comportamiento frágil. Fragilización causada por el hidrógeno introducido mediante el cargado electrolítico.

Zona del entalle Grieta



a) Testigo.



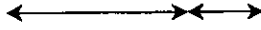
b) Implantada.



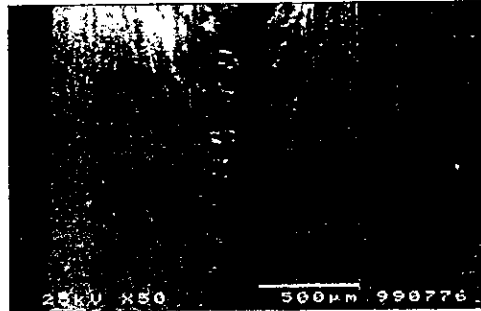
c) Cargada.

Fig. 3.14 Micrografías de la zona perpendicular al entalle de las probetas en la dirección axial.

Zona del entalle Grieta



a) Testigo.



b) Implantada.



c) Cargada.

Fig. 3.15 Micrografías de la zona perpendicular al entalle de las probetas en la dirección circunferencial: a) (T), b) (I) y c) CE.

Cabe resaltar que la disminución de la rugosidad en la apertura del entalle tanto de las probetas (I) como de las CE con respecto a las probetas (T), fue parecida en la dirección axial y en la circunferencial, por tanto se podría decir que el hidrógeno fragiliza el acero API - 5X independientemente de la orientación microestructural.

3.5 Punta del Entalle.

Habiendo presentado un panorama general del modo como el hidrógeno actúa en la apertura del entalle, a continuación se muestran micrografías paralelas a la base del entalle.

Como todas las probetas fueron flexionadas la misma distancia, las micrografías representan el estado final de propagación correspondiente a las gráficas de carga - flexión presentadas en el apartado 3.2.

Para tener una mejor visualización de la concentración y distribución de esfuerzos que produce el entalle así como la deformación plástica producida, en la Fig. 3.16 se muestran dos esquemas, los cuales, exponen claramente las zonas en las que se produce deformación plástica y la distribución de los esfuerzos.²²

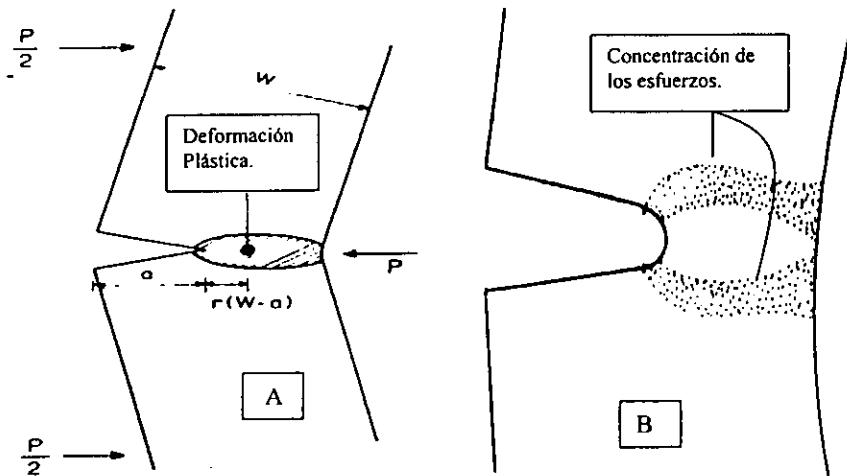


Fig. 3.16 Esquemización de la deformación plástica (A) y de la distribución de esfuerzos (B) generada en las probetas de flexión en tres puntos.

²² David Broek; op. cit. p. 246.

3.5.1 Dirección Axial.

En la Fig. 3.17 se muestra la micrografía de la zona paralela a la base del entalle de la probeta axial (T); donde se observa abombamiento en la punta del entalle, el cual al llegar a un punto donde la concentración de esfuerzos es tal (ver Fig. 3.16B), que se produce decohesión entre las bandas del trabajado mecánico encontrado en los costados del radio de raíz del entalle, y se presentan en esa decohesión dos pequeñas grietas que propagan en dirección perpendicular a la punta del entalle.

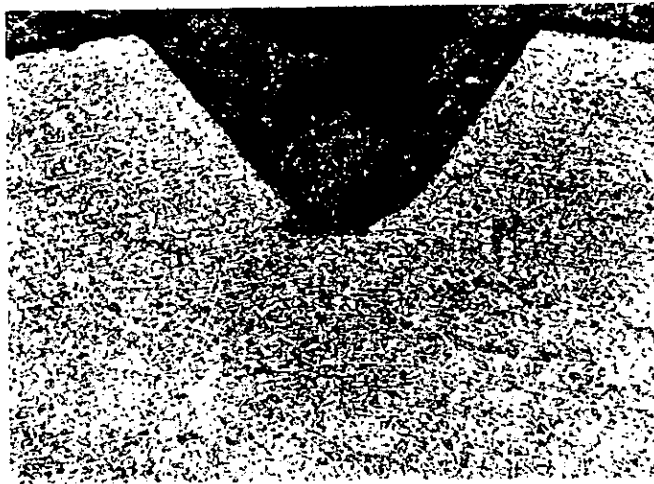


Fig. 3.17 Micrografía óptica de la zona del entalle de una probeta axial (T) representativa 50X.

Las probetas implantadas con hidrógeno (Fig. 3.18) presentan signos de menor abombamiento en la punta del entalle que las probetas (T); esta disminución se debe al endurecimiento local generado con la modificación superficial de la implantación; este endurecimiento pone restricciones al abombamiento y ocasiona el requerimiento de un mayor nivel de carga para hacerlo, se llega a un punto en que las cargas requeridas para abombar son superiores a las cargas de fluencia y máximas, además el hidrógeno acumulado promueve la nucleación de grietas; una vez que es alcanzado un nivel de esfuerzos críticos en el material se presenta un múltiple agrietamiento en la dirección paralela a la punta del entalle.



Fig. 3.18 Micrografía óptica de la zona del entalle de una probeta axial (I), 50X.

A mayores aumentos se presenta otra probeta axial (I), Fig. 3.19, donde se observa la formación de una zona plástica en la punta del entalle (ver también Fig. 3.16A), en la cual la deformación es muy severa, se observa también en esta probeta la generación de un agrietamiento múltiple, debido al endurecimiento superficial producido por la implantación (fragilización).



Fig. 3.19 Micrografía de la zona del entalle de una probeta axial (I), 60X.

Al cotejar el comportamiento de las probetas (T), es evidente que el daño superficial generado con la implantación produce fragilización local que da lugar a un agrietamiento múltiple.

Para el caso de las probetas axiales CE, a diferencia del resto de las probetas, se presentaron dos tendencias en el modo de apertura del entalle; en la primera se observa la propagación de una pequeña grieta principal en el centro del entalle, la cual es perpendicular a la dirección del trabajado mecánico (Fig. 3.20), en este tipo de probetas se siguió la misma tendencia que el de las probetas (T), ya que primero existió un redondeo del entalle y luego la propagación de una grieta principal. En la segunda, se presentan grietas secundarias en los costados del radio de raíz del entalle, también perpendiculares al trabajado mecánico Fig. 3.21, pese a la diferencia en la forma del agrietamiento estas probetas siguieron presentando el comportamiento de las probetas (T), conservaron el esquema de redondeo del entalle y crecimiento múltiple de grietas.

Esta diferencia en la forma del agrietamiento se puede deber a la cantidad de hidrógeno que entró y se acumuló en la placa al someterla al cargado electrofítico, ya que se extrajeron probetas de la placa cargada de la cara que se encontraba en contacto con el

electrolito (Fig. 3.21 nótese en el extremo superior izquierdo el daño producido por el electrolito), al igual que de la cara contraria (Fig. 3.20).

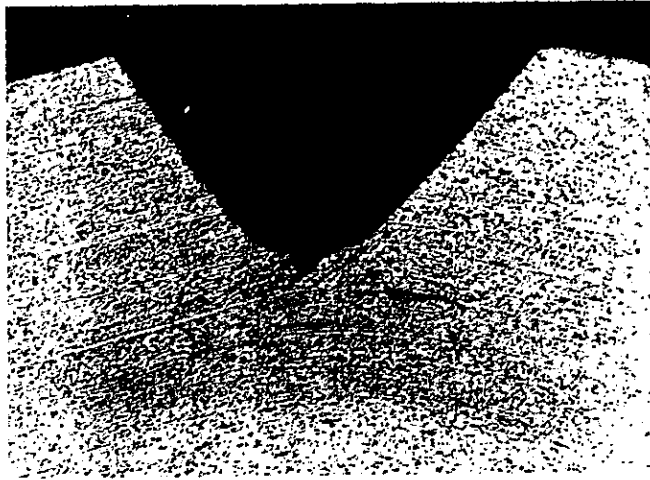


Fig. 3.20 Micrografía óptica de la zona del entalle de un probeta axial CE, 50X.

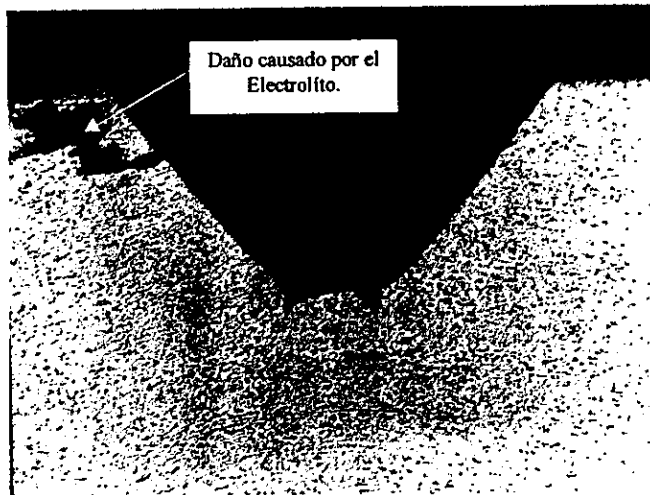


Fig. 3.21 Micrografía óptica de la zona del entalle de una probetas axial CE, donde se presenta una propagación de grieta diferente a la de la micrografía anterior, 50X.

La existencia de estas dos tendencias, la primera cuando se presenta una grieta principal en el centro del entalle y la segunda cuando se presentan grietas en el costado del radio de raíz del entalle, se puede deber a la cantidad de hidrógeno acumulado en las probetas y por consiguiente a la generación de múltiples sitios para la nucleación de grietas, como el caso de las probetas (I)²³, aunque en las probetas CE este número de sitios sea menor que el de las probetas (I); por tanto al tener unas probetas mayor número de sitios de nucleación de grietas que otras, es lógico que la oposición del entalle al abombamiento sea diferente; así, las probetas con mayor número de sitios de nucleación (mayor fragilización) presentarán tanta oposición al abombamiento, y los esfuerzos cortantes que actúen en la punta del entalle serán tan grandes que provocarán la nucleación de grietas en los costados del radio de raíz del entalle en lugar de nuclear en el centro del mismo.

Así, podríamos decir que el hidrógeno genera cambios en el modo de propagación de las grietas con respecto a las probetas (T), y la forma de propagación depende del proceso de introducción del hidrógeno en el acero.

Finalmente, la propagación de grietas en las probetas axiales CE presentan una tendencia a la formación de ampollas debido a la acumulación de hidrógeno entre las bandas del trabajado mecánico. En la Fig. 3.22 se presenta una micrografía óptica de una probeta axial CE, donde se observa que la interconexión de grietas se presenta por una propagación de las mismas a través del límite de grano, dicha interconexión da origen al ampollamiento.

²³ El efecto del hidrógeno como generador de múltiples sitios de nucleación de grietas a nivel superficial es mayor en las probetas (I) que en las CE; esto es debido a que como la implantación es un proceso superficial, al implantar hidrógeno la mayor parte de éste se queda atrapado en la superficie, por eso aunque las probetas CE tengan mayor cantidad de hidrógeno a nivel volumen, a nivel superficial las probetas (I) son las que tienen una mayor cantidad y por tanto un mayor número de sitios posibles de nucleación de grietas.

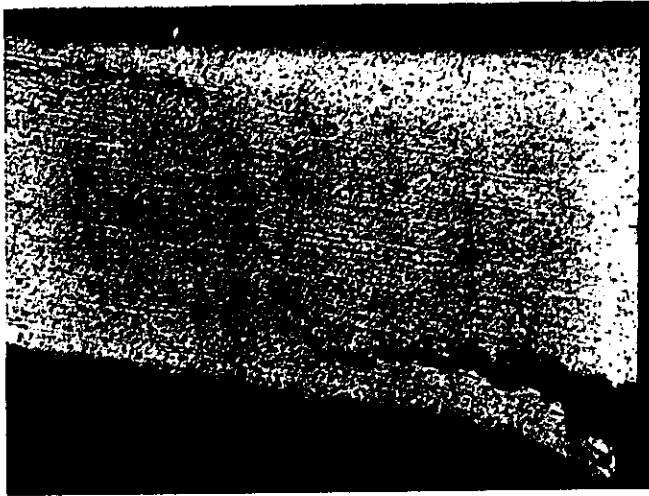


Fig. 3.22 Micrografía óptica de una probeta axial CE donde se aprecia la interconexión de grietas, 60X.

3.5.2 Dirección Circunferencial.

En la Fig. 3.23 se exhibe la micrografía de la zona de entalle de una probeta circunferencial (T), que presenta una pequeña grieta principal localizada prácticamente en el centro del entalle y sigue una trayectoria mixta en la microestructura (transgranular e intergranular), es además paralela a la dirección del trabajado mecánico del tubo; este proceso también va acompañado de deformación plástica localizada, redondeo del entalle y crecimiento de la grieta.

En la micrografía de las probetas (I), Fig. 3.24, sobre la superficie del entalle se observa un desgarramiento de la punta, que posiblemente se inició como una grieta principal y al propagarse se dividió en tres grietas secundarias que propagan de un modo mixto. Este múltiple agrietamiento es posible que se deba al endurecimiento superficial generado con implantación.

Es importante hacer notar que debido al tamaño de la grieta generada en las probetas (T) e (I), en la región exponencial del diagrama carga - flexión, dominó la formación de la zona plástica y tuvo poca contribución la nucleación y propagación de la grieta.

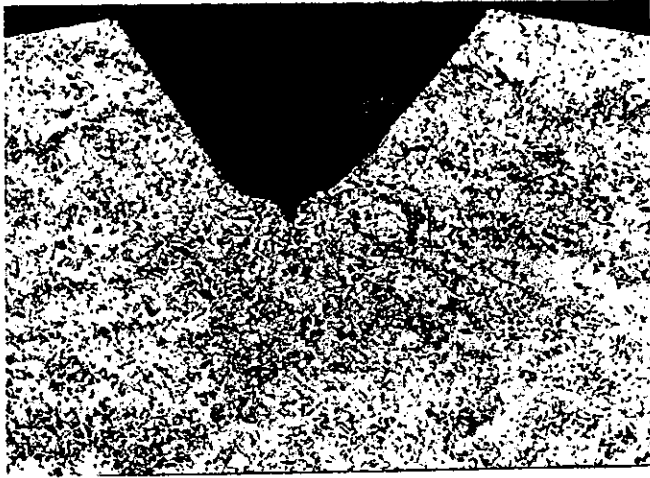


Fig. 3.23 Micrografía óptica de la zona del entalle de una probeta circular (T), 50X.

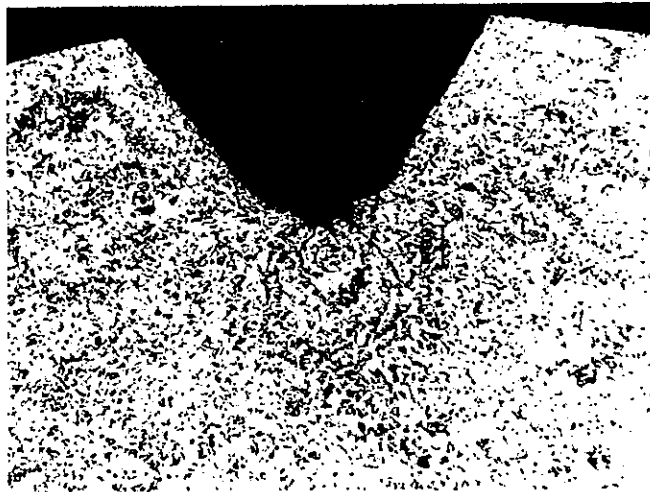


Fig. 3.24 Micrografía óptica de la zona del entalle de una probeta circular (I), 50X.

Con respecto a las probetas CE (Fig. 3.25) se observa redondeo del entalle y en el centro del mismo se exhibe una grieta principal mucho más grande que en los casos anteriores. Se observa la nucleación de la grieta en el centro del entalle y al mismo tiempo se observa que la propagación sigue una trayectoria zigzagueante. Este comportamiento es contrario al de las probetas (T) e (I), porque la región exponencial prácticamente estuvo dominada por la nucleación y propagación de grieta.

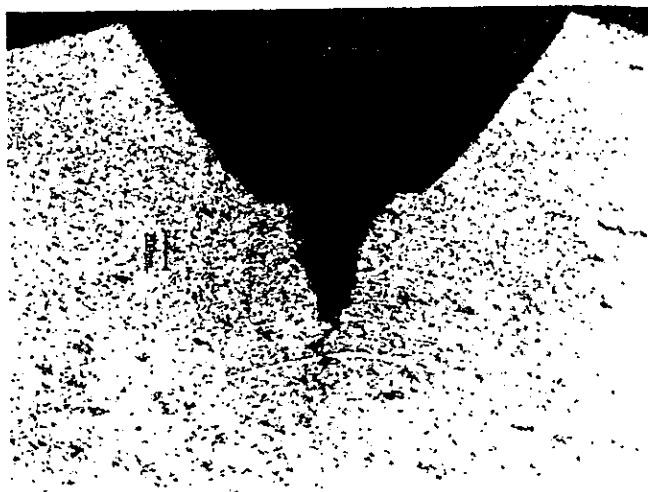


Fig. 3.25 Micrografía óptica de la zona del entalle de un probeta circular CE, 50X.

Con la simple comparación de las micrografías de la zona de entalle de las probetas circunferenciales, se fortalece el análisis del diagrama carga - flexión, donde tomando como parámetros el endurecimiento por trabajado mecánico y la zona posterior a la carga máxima (en la cual se presenta una caída del esfuerzo), se manifestó la posibilidad de que el flujo plástico de las probetas CE fueran las más afectadas por el hidrógeno.

Por otro lado, la longitud de la grieta principal de las probetas circular CE fue mayor al compararla con el resto de las probetas, lo que nos sugiere que la forma como se acumula el hidrógeno en dichas probetas influye en su propagación.

En la literatura se ha reportado que el hidrógeno acumulado alrededor de los sulfuros de manganeso, se presenta en zonas o grupos y no se acumula homogéneamente en todo el volumen del material, esto se debe en parte a que los sulfuros no se distribuyen homogéneamente en el material y a que el hidrógeno se acumula preferentemente en regiones con concentraciones de esfuerzo previas, generando numerosas zonas con alta concentración de hidrógeno que se comportan de una manera frágil, donde se originan pre-grietas por la alta concentración de esfuerzos.²⁴

En la micrografía Fig. 3.26 se observa a detalle una grieta (lado derecho) en una probeta circunferencial CE; y encontramos una zona adelante de la punta, presentando un gran número de inclusiones de MnS que sirvieron de centros de acumulación de hidrógeno que generaron zonas elasto - plásticas con alta concentración de esfuerzos por donde fue más fácil la propagación de la grieta principal, por esto, el tamaño de la grieta propagada en las probetas circunferencial CE es mayor que en el resto de las probetas; en otras palabras los sulfuros abren camino a la propagación de grieta.

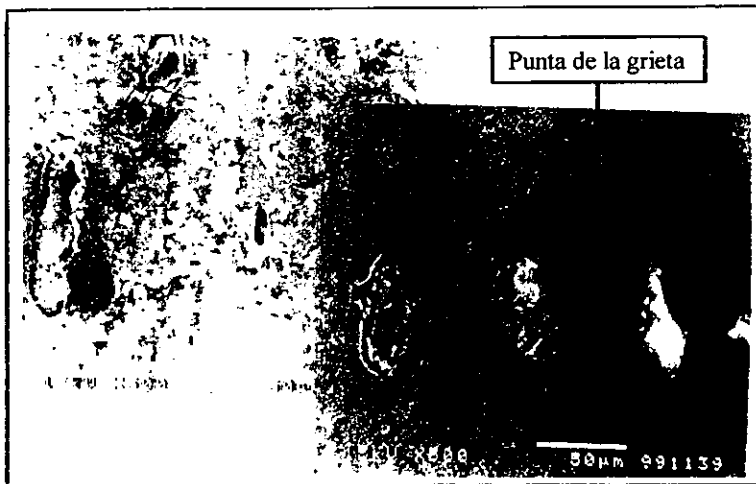


Fig. 3.26 Micrografía de la punta de una grieta principal de una probeta circunferencial CE, 500x MEB.

²⁴ Teruhisa, & Ohki, Effect of Inclusions on Sulfide Stress Cracking, Stress Corrosion - New Approaches, 1980, p.p. 398-419.

En la Fig. 3.27 se presenta una micrografía donde se puede apreciar la punta de la grieta principal de una probeta circular CE. Se ve claramente que su propagación sigue las zonas afectadas por el hidrógeno. Como un detalle adicional, en la parte superior derecha de la misma micrografía, se observa la acumulación de hidrógeno en los límites de grano provocando una decohesión de los mismos.

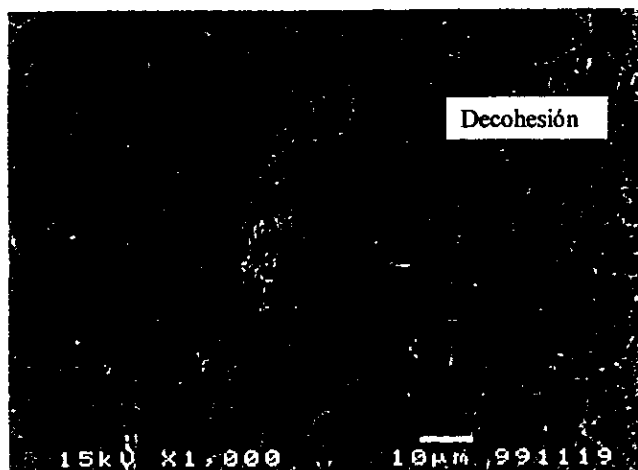


Fig.3.27 Micrografía de la punta de la grieta principal de una probeta circular CE, 1000x MEB.

Para terminar con el análisis de los entalles sólo resta decir que la anisotropía del material puede ser un factor muy importante en el daño que llegue a producir el hidrógeno, el efecto de la anisotropía en nuestro estudio radica en la diferente forma como influyen las zonas o lugares donde se acumuló el hidrógeno en la propagación de la grieta (dichos lugares son los mismos tanto para las probetas axiales como circunferenciales), por ejemplo: en las probetas axiales CE la acumulación del hidrógeno genera grietas entre las bandas generadas por el trabajado mecánico (Fig. 3.22) así como en las inclusiones; esta forma de acumulación de hidrógeno no es tan peligrosa y da más tiempo de vida útil a las tuberías, porque aunque se lleguen a formar ampollas, éstas, normalmente serán paralelas a la superficie, y actúan como obstáculos a la propagación de la grieta y, a no ser que

modifiquen su trayectoria, no provocaran una fractura catastrófica de la tubería. Por otro lado, en las probetas circunferenciales CE, los mismos sitios donde se acumuló el hidrógeno se encuentran perpendiculares al entalle, así estas zonas en lugar de limitar el crecimiento de la grieta actúan como caminos de propagación (Fig. 3.26), y provocan la generación de grietas principales de gran tamaño que fácilmente pueden provocar la fractura catastrófica de la tubería, reduciendo el tiempo de vida útil de la misma.

3.6 Fractografías de Probetas del Ensayo de Flexión en Tres Puntos.

Analizando los resultados de los ensayos de flexión en tres puntos, se pudo ver el efecto del hidrógeno en el flujo plástico del acero API - 5X, pero no podríamos decir con certeza si el hidrógeno tiene algún efecto sobre el modo de fractura del material. En esta sección se analizarán y discutirán las superficies de fractura de las probetas del ensayo de flexión en tres puntos.

3.6.1 Fractografías Compuestas.

En la Fig. 3.28 se presenta una fractografía compuesta de probetas (T), del lado derecho se localiza la dirección circunferencial y en el izquierdo la dirección axial, en el centro de la fractografía se localizan los respectivos entalles.

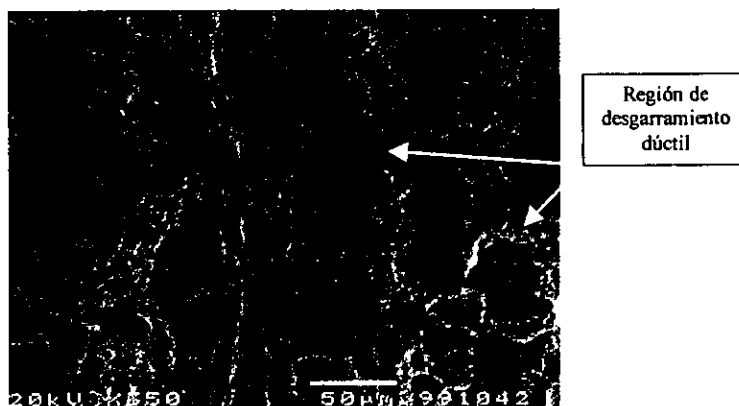


Fig.3.28 Fractografía compuesta de la zona cercana al entalle de las probetas (T).
Izquierda: dirección axial y derecha: dirección circunferencial; 350x MEB.

En la superficie de fractura de la dirección circunferencial, Fig. 3.28, se pueden observar poros alargados de forma elíptica, de tamaño heterogéneo y poco profundos; la dirección de estas cavidades es paralela al entalle y se aprecia la presencia de hendiduras. Por otro lado, en la superficie de fractura de la dirección axial se observan poros redondos y profundos, que son una manifestación de la ductilidad del material; el tamaño de los poros es heterogéneo y su geometría es cónica, los poros están separados por regiones de alto desgarramiento dúctil.

La apariencia porosa de ambas superficies de fractura es característica de la fractura dúctil, por consecuencia, la diferencia en la geometría de los poros entre una dirección y la otra se debe únicamente a la anisotropía de las propiedades mecánicas presentes en el acero API - 5X.

La fractografía compuesta de las probetas (I) se muestran en la Fig. 3.29, igual que en el caso anterior. A la derecha se encuentra la superficie de fractura de la dirección circunferencial y a la izquierda la de la dirección axial. En este caso los entalles se localizan a la izquierda de cada fractografía.

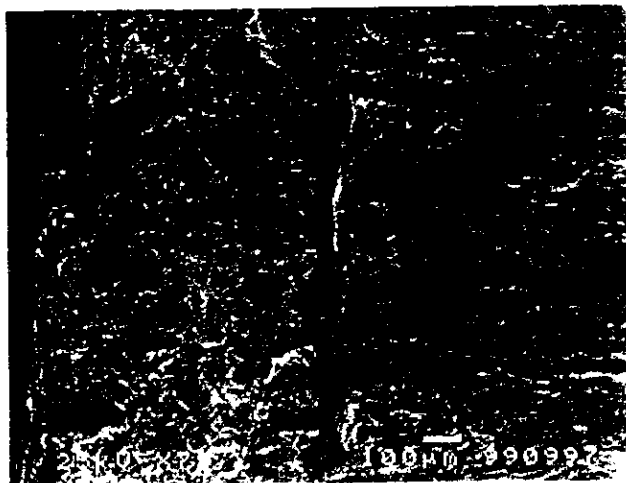


Fig.3.29 Fractografía compuesta de la zona cercana al entalle de las probetas (I).
Izquierda: dirección axial y derecha: dirección circunferencial; 75x MEB.

En la superficie de fractura de la dirección axial, Fig.3.29, se observan abundantes poros redondos de tamaño pequeño separados por una abundante región de desgarramiento dúctil. En la dirección circunferencial, se observan poros alargados de forma elíptica, separadas también por regiones de desgarramiento dúctil y varias hendiduras profundas. Nuevamente la diferencia entre ambas direcciones se debe a la anisotropía del material.

En la Fig. 3.30 se presenta una fractografía compuesta de probetas CE, a la derecha se localiza la superficie de fractura de la dirección circunferencial y a la izquierda la dirección axial. En este caso los entalles nuevamente se localizan a la izquierda de las fractografías.

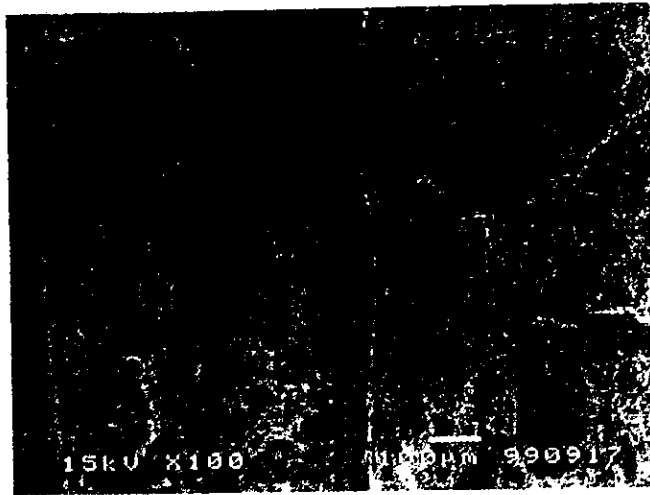


Fig.3.30 Fractografía compuesta de la zona cercana al entalle de las probetas CE. Izquierda: dirección axial y derecha: dirección circunferencial; 100x MEB

En la superficie de fractura de la probeta axial CE, se observa una superficie porosa, los poros son profundos, equiaxiales y homogéneos; el tamaño es pequeño y por consecuencia están presentes en gran número. Los poros están separados por una pequeña región de desgarramiento dúctil. Por otro lado, en la dirección circunferencial, se observan pocos poros alargados y la presencia de una gran cantidad de hendiduras. El aspecto de la

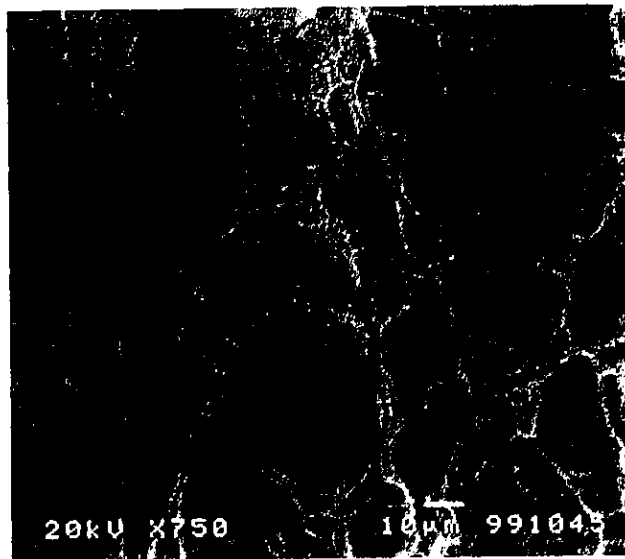
superficie de fractura es conocido como de “leñas apiladas”, porque dan apariencia de escalones. Los poros también están separados por una fina región de desgarramiento dúctil.

Contraponiendo las características de las probetas CE con las probetas (T), se observa un gran cambio en la topografía de la superficie de fractura, debido al gran daño en el volumen que produce la presencia de hidrógeno en el acero API - 5X .

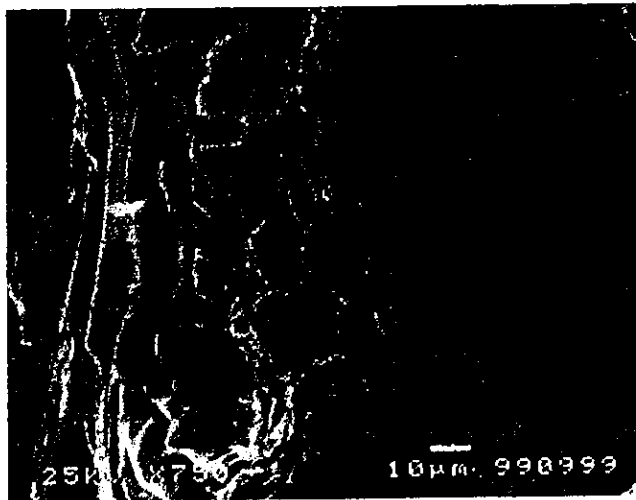
De la comparación general de las superficies de fractura se observaron rasgos o características generales independientes del efecto del hidrógeno y son resultado directo de la anisotropía de las propiedades mecánicas. Dichas características son: a) Las probetas en la dirección axial presentan una superficie de fractura porosa, con poros profundos, delimitados por zonas de desgarramiento dúctil. b) Las probetas en la dirección circunferencial presentan poros poco profundos de geometrías elípticas, delimitados por zonas de menores dimensiones de desgarramiento dúctil.

3.6.2 Fractografías de Probetas en la Dirección Axial.

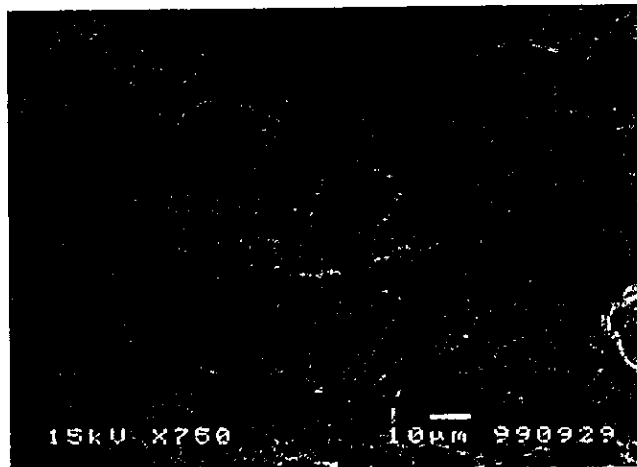
En la Fig. 3.31 se presentan a mayores aumentos la superficie de fractura de las probetas (T), (I) y CE en la dirección axial.



a) Testigo.



b)Implantada.



c)Cargada.

Fig.3.31 Fractografías de la zona cercana al entalle de las probetas axiales, 750x MEB.

En la superficie de fractura de las probetas (T), Fig. 3.31a, se observan poros redondos, profundos y equiaxiados; el tamaño del poro es mayor de 10 μm y están separados por una región de desgarramiento dúctil; se observa que la región es áspera o rugosa. En el interior de varios poros se pueden ver inclusiones, predominantemente de sulfuro de manganeso, que son las que originan o inician la coalescencia de poros. En la Fig. 3.32 se presenta a altos aumentos una inclusión de sulfuro de manganeso donde se puede ver claramente la coalescencia de los poros y el labio o borde de desgarramiento dúctil que los rodea. Con ésta fractografía, queda claro que la fractura de las probetas axial (T) es totalmente dúctil y se presenta por la coalescencia de poros.

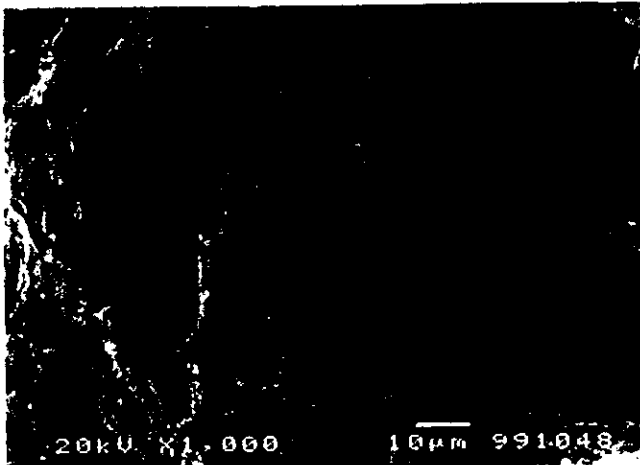


Fig.3.32 Fractografía de una probeta Axial (T), en la cual se muestra una inclusión (MnS) y el efecto de la misma en la coalescencia de poros. 1000x MEB.

La superficie de fractura de las probetas axial (I), Fig. 3.31b, presenta poros redondos, más pequeños con respecto a la probeta (T); la región de desgarramiento es más fina (menos rugosa). La fractura se sigue presentando por coalescencia de poros. Una característica de las probetas (I) es que la superficie cercana al entalle (lado izquierdo de la fractografía) presenta poros pequeños y de geometrías heterogéneas, pero al recorrerlos

sobre la fractografía de izquierda a derecha se llega a un punto en el que los poros cambian instantáneamente de un poro pequeño a un poro grande, predominando los poros elípticos y más profundos. Este cambio tan abrupto en las dimensiones de los poros puede ser solo poro el efecto de la implantación de hidrógeno sobre la superficie del material; ya que en la zona donde se presentó el poro pequeño es cercana a las 60 μm , valor calculado como la distancia máxima a la cual se modifica el material por efecto de la implantación (TRIM 95). Cuando se generan y comienzan a crecer grandes cantidades de, es claro que el campo de crecimiento de cada poro sea limitado antes de coalescer con los poros vecinos, así se genera una grieta; o es decir, se inicia la fractura del material; por tanto, lo anterior se podría considerar como una fragilización superficial generada por la implantación; ya que una vez superada la zona modificada, los poros son grandes y profundos, signos de una muy alta ductilidad.

La superficie de fractura de las probetas axial CE, Fig. 3.31c, presenta poros redondos, poco profundos y mucho más pequeños comparados con los casos anteriores; en el fondo de los poros se presenta una región plana y lisa. Se aprecia que la región de desgarramiento dúctil es más delgada y fina.

Un fenómeno presentado en las probetas CE por efecto del cargado electrolítico, preferentemente en la dirección axial, es la generación de grietas y sistemas de grietas que al interconectarse forman ampollas. En la Fig. 3.33 se muestra una pequeña ampolla donde es muy clara la diferencia entre la superficie de fractura y el interior de la ampolla.

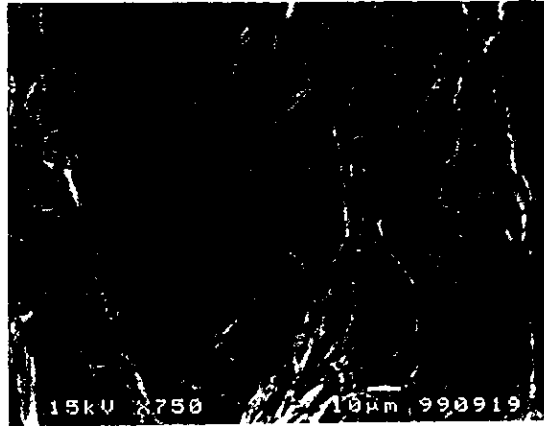


Fig.3.33 Fractografía de una probeta CE. Se muestra una pequeña ampolla contrastante con la superficie de fractura. 750x MEB.

En la fractografía 3.33 es claro que en el interior de la ampolla la propagación es frágil (presentando un modo de fractura por decohesión del material, clivaje o por una combinación de ellos), contrastando con la superficie de fractura en la cual es evidente la coalescencia de poros. En la Fig. 3.34 se presenta una fractografía a altos aumentos de el interior de una pequeña ampolla.

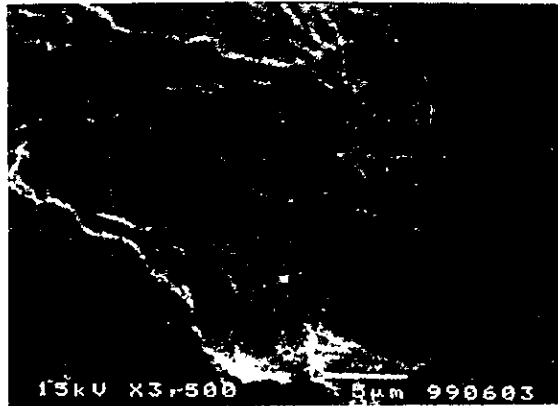


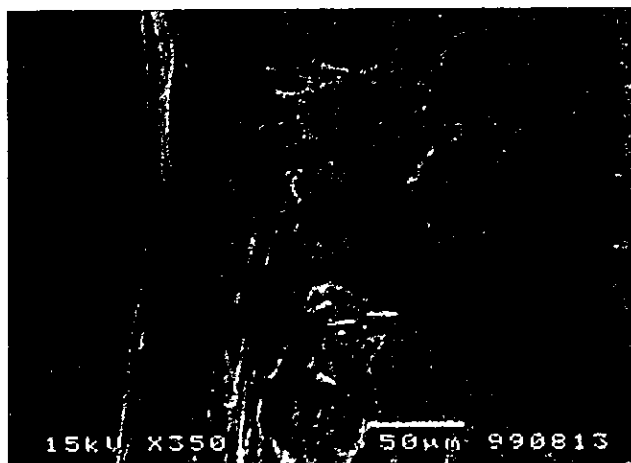
Fig.3.34 Fractografía de una probeta Axial CE, en la cual se muestra un detalle de el interior de una pequeña ampolla. 3500x MEB.

En la fractografía 3.34, la propagación del interior de la grieta o ampolla es frágil, porque existe muy poca deformación plástica; así la propagación se presenta como consecuencia de una decohesión del material. Asimismo, cabe la posibilidad de que la propagación se realice por clivaje o por fatiga debido a pequeñas líneas dúctiles en forma de patrones de río, lenguas o marcas de arresto. Las marcas dúctiles observadas en la fractografía pueden dar un indicio de la dirección de propagación de las diferentes etapas de acumulación de hidrógeno y de las magnitudes de propagación una vez superado el esfuerzo local crítico; de esta manera las marcas de arresto se generan con cada pequeña propagación.

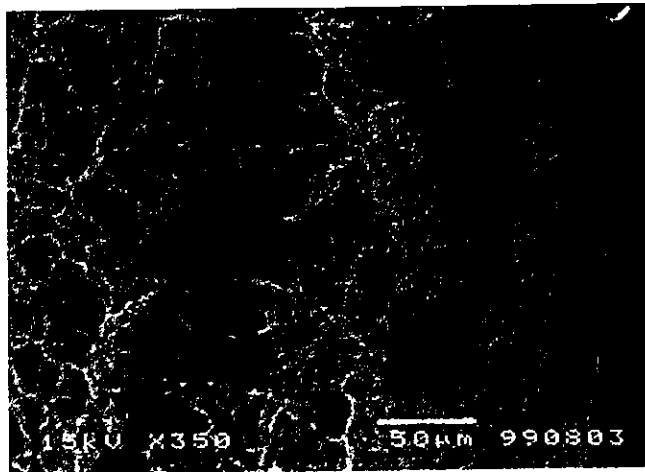
Resultando de cualquier manera o como una combinación de estos modos de fractura. Lo que queda claro es el cambio drástico de la forma y el modo de la fractura por efecto del hidrógeno en zonas muy localizadas, modificando con esto las propiedades y el comportamiento del acero API - 5X.

3.6.3 Fractografías de Probetas en la Dirección Circunferencial.

Las fractografías de la dirección circunferencial de las probetas (T), (I) y CE se presentan en la Fig. 3.35.



a) Testigo.



b)Implantada.



c)Cargada.

Fig.3.35 Fractografías de las probetas en la dirección circunferencial, 350x MEB.

En la probeta circunferencial (T), Fig. 3.35a, se observan poros redondos, profundos y de tamaños heterogéneos sobre hendiduras grandes y profundas. La región de desgarramiento dúctil es rugosa.

En la superficie de fractura de la probeta (I), Fig. 3.35b, se observan hendiduras finas (lado derecho) cerca del entalle, acompañada de poros redondos poco profundos. Aparentemente se distinguen una mayor cantidad de poros y la región de desgarramiento dúctil es menos rugosa, con respecto a la probeta (T).

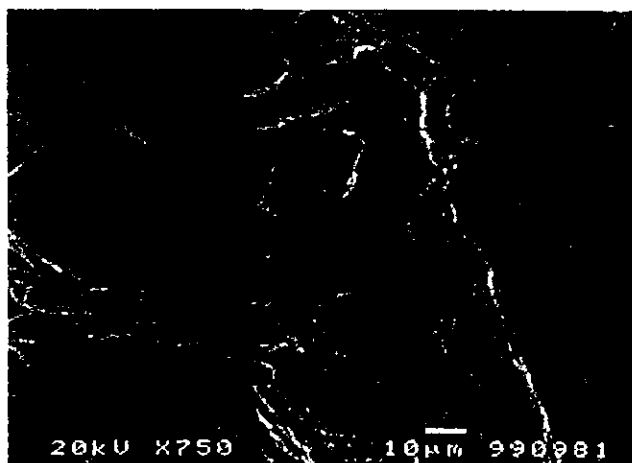
En la superficie de fractura de la probeta CE señalada en la Fig. 3.35c, se observan zonas muy porosas y hendiduras, en las zonas porosas el poro es pequeño y alargado; en las hendiduras se presentan secciones de desgarramiento dúctil y secciones planas. La presencia de estas dos zonas predominantes se deben posiblemente a la presencia de dos velocidades diferentes de la propagación de la grieta. En la punta de la grieta tenemos una zona con deformación elástica y plástica, generadas por la concentración de los esfuerzos cortantes que promueven la propagación de las grietas (esta propagación se ve reflejada en la coalescencia de poros); pero, la grieta se topa con regiones que presentan altas concentraciones de esfuerzos y deformación plástica localizada alrededor de los lugares donde se aglomeró el hidrógeno, requiriendo por tanto mayores niveles de esfuerzo para propagarse; una vez alcanzada una concentración de esfuerzos crítico la velocidad de propagación de la grieta se incrementa abruptamente (éste incremento en la velocidad de propagación se ve reflejada en las hendiduras).

**ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA**

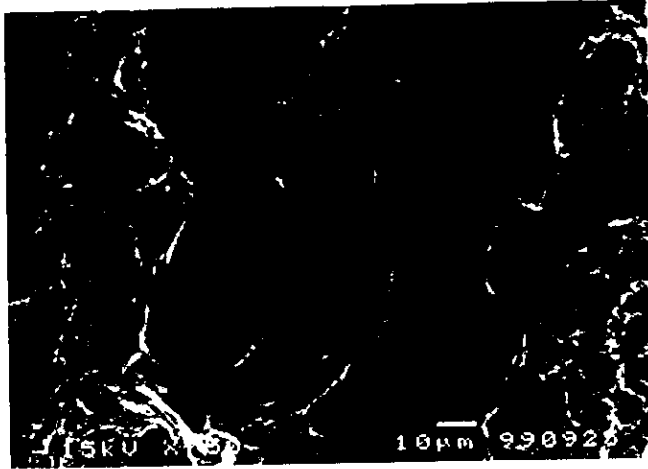
Para tener mayor detalle de las fractografías de las probetas circunferenciales en la Fig. 3.36 se presentan fractografías de las probetas (T), (I) y CE a mayores aumentos.



a) Testigo.



b) Implantada.



c)Cargada.

Fig.3.36 Fractografías de las probetas en la dirección circunferencial, 750x MEB.

En la Fig. 3.36a se exhibe presenta la fractografía de una probeta circunferencial (T) donde se observan poros alargados de forma elíptica, con uno de los extremos abierto, es decir, el poro no está completamente rodeado por un borde; esta es una característica de las superficies de fractura resultantes de las condiciones de desgarre o corte. Dichos poros presentan una orientación, traducida como un reflejo de la dirección de propagación de la grieta.

En lo correspondiente a las probetas circunferencial (I) (Fig. 3.36b), se muestra una zona cercana al entalle donde se ve la coalescencia de muchos poros, la presencia de dichos poros es posible que se deba al efecto producido por el hidrógeno implantado, porque la distancia donde se localizan los poros de la base del entalle es cercana a los 60 μm , distancia a la cual se calculó que se encontraba el máximo daño generado por la implantación (TRIM 95); y disminuye la ductilidad de la coalescencia de poros al compararlas con las probetas (T).

En la superficie de fractura de una probeta circunferencial CE ,Fig. 3.36c, se observa a mayores aumentos la presencia de las dos zonas discutidas anteriormente a menores aumentos; en el centro de la fractografía se observa una zona frágil y a los costados zonas dúctiles que muestran coalescencia de poros.

De las observaciones anteriores, obtuvimos que los poros profundos se asocian a una lenta propagación de grieta, como es el caso de las probetas (T) e (I). Mientras que los poros poco profundos con una región plana y lisa en su interior se asocian a una propagación de grieta rápida, como es el caso de las probetas CE.

3.7 Prueba de Impacto.

Las pruebas de Impacto se realizaron en las probetas extraídas en la dirección axial y circunferencial del tubo. Debido al poco daño generado con la implantación de iones hidrógeno, como se mostró en la prueba de flexión, solo se efectuaron las pruebas de impacto sobre las probetas (T) y CE. También cabe recordar que el ensayo de impacto es un ensayo de flexión en tres puntos a grandes velocidades de aplicación de carga, Trayendo como consecuencia la reducción de los valores de tenacidad.

3.7.1 Dirección Axial.

A continuación se presenta un histograma (Fig. 3.37) de los valores de energía absorbida promedio correspondientes a las probetas axial (T) y CE.

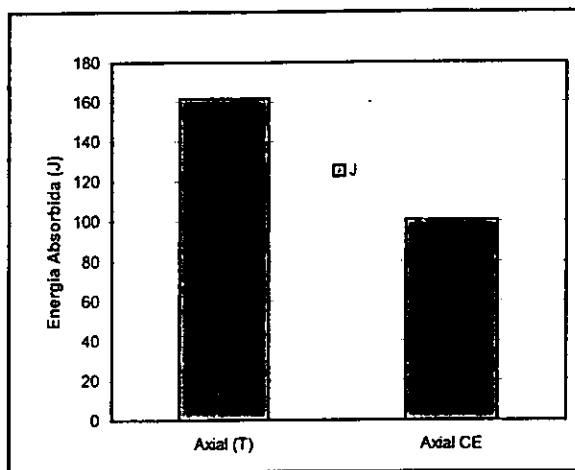


Fig. 3.37 Histograma de las energías absorbidas en el ensayo de impacto de las probetas axial (T) y CE.

En las probetas de la dirección axial (Fig. 3.37) es evidente la influencia del hidrógeno en la energía absorbida durante el ensayo de impacto, el efecto del disminuye la tenacidad del acero en un 38% con respecto a las probetas (T). El hidrógeno hace susceptible al acero a la fractura frágil, y de esa forma promueve una falla catastrófica ante procesos de impacto.

3.7.2 Dirección Circunferencial.

Tomando un promedio de los datos obtenidos en el ensayo de impacto de las probetas (T) y CE en la dirección circunferencial. A continuación se presenta un histograma (Fig. 3.38) de los valores de energía absorbida.

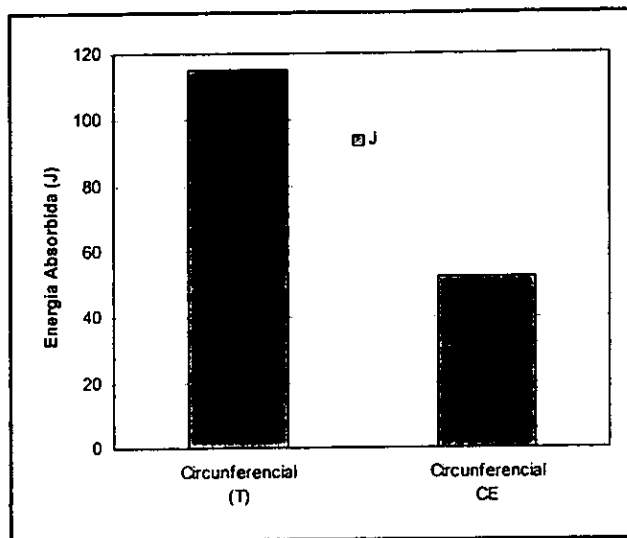


Fig. 3.38 Histograma de las energías absorbidas en el ensayo de impacto de las probetas circunferencial (T) y CE.

Por los valores de energía absorbida de las probetas circunferenciales, se ve claramente que la dirección circunferencial es la más susceptible a la fragilización por hidrógeno, porque los valores de energía absorbida de las probetas CE disminuyen casi en un 55% con respecto a las probetas (T), en cambio las probetas axiales CE presentan una disminución en la energía absorbida de un 38%; y por consecuencia la disminución en la tenacidad por efecto del hidrógeno es más drástica en la dirección circunferencial, volviéndola más susceptible a la fractura frágil. Esta disminución en la tenacidad se debe a

dos factores, uno es el efecto del hidrógeno y el otro es la anisotropía de las propiedades mecánicas inducida por la microestructura generada durante la fabricación del tubo.

En general la presencia de hidrógeno abate la resistencia a la propagación de una grieta en las tuberías y es más crítica en la dirección circunferencial.

3.8 Fractografías de Probetas del Ensayo de Impacto.

Además de la información recabada por medio de la energía absorbida de las probetas ensayadas en Impacto otro factor importante que debe de tomarse en cuenta es la superficie de fractura.

3.8.1 Fractografías de Probetas en la Dirección Axial.

En la Fig. 3.39 se presenta la superficie de fractura de una probeta axial (T) ensayada en impacto.

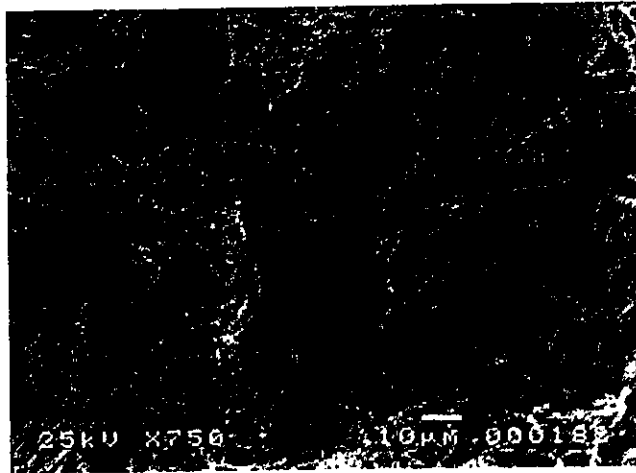


Fig.3.39 Fractografía de una probeta axial (T) ensayada en Impacto; 750x MEB.

En la Fig. 3.39 se observan poros hemisféricos, profundos y de diferentes tamaños. Se observa que los poros grandes tienen una forma cónica y se nuclearon en una interface

matriz - inclusión. Los poros están separados por una región de desgarramiento dúctil, la cual presenta un aspecto rugoso.

En contraste en la Fig. 3.40 se presenta la superficie de fractura de una probeta axial CE, donde se observan una gran número de poros equiaxiados, poco profundos, de tamaños heterogéneos rodeados de una muy delgada región de desgarramiento dúctil.

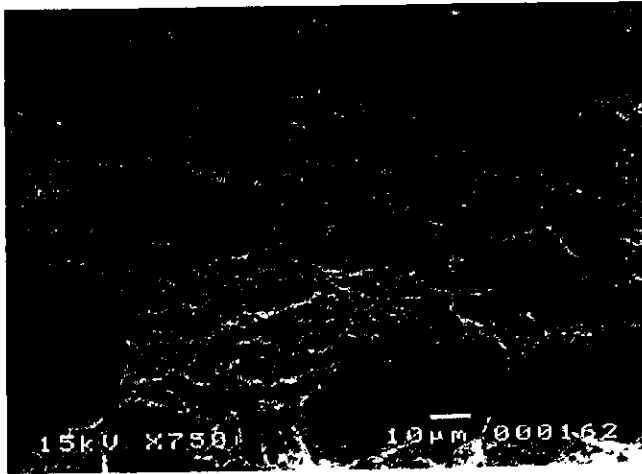


Fig.3.40 Fractografía de una probeta axial CE, ensayada en Impacto; 750x MEB.

En el fondo de algunos poros así como en algunas zonas se aprecian regiones lisas y planas, a este tipo de fractura de apariencia plana se le denomina fractura por Clivaje (la cual aparece predominantemente a bajas temperaturas, en condiciones de esfuerzos triaxiales y a muy altas rapidezces de deformación). A estas zonas planas y lisas, rodeadas por desgarramiento dúctil se les denomina Cuasiclivaje.

La fractura por Clivaje consume menos energía para el avance de la grieta y debido a eso existe una disminución en la tenacidad a la fractura del material (recordemos que las probetas axial (T) necesitaron en promedio una energía de 162 J para la propagación de la grieta, mientras que las probetas axial CE necesitaron en promedio tan solo 100 J; teniendo una disminución en la energía requerida de aproximadamente un 38%), con lo cual podemos decir que la reducción de la tenacidad a la fractura en las probetas axial CE está

asociado con el cambio en el mecanismo de fractura de dúctil a frágil, y se tiene como resultado una superficie de fractura con Cuasiclivaje.

3.8.2 Fractografías de Probetas en la Dirección Circunferencial.

En la Fig. 3.41 se presenta la superficie de fractura de una probeta circunferencial (T), ensayada en Impacto (Charpy).

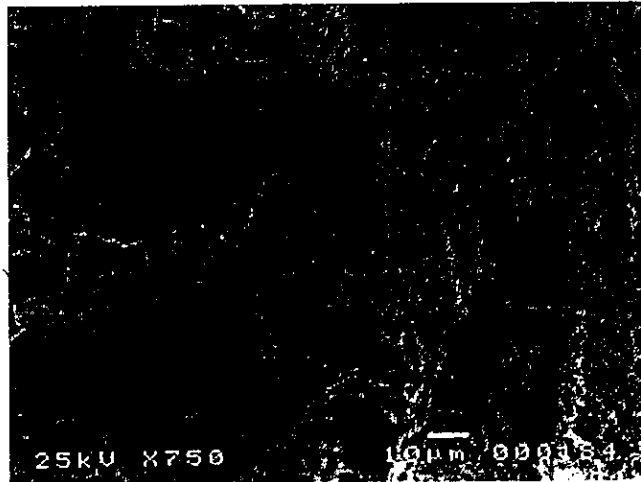


Fig.3.41 Fractografía de una probeta circunferencial (T), ensayadas en Impacto; 750x MEB.

En la superficie de fractura, Fig. 3.41, se detectan poros irregulares, redondos y alargados, de tamaños heterogéneos y con una región de desgarramiento dúctil rugosa.

Por otro lado en la Fig. 3.42 se muestra la superficie de fractura de una probeta circunferencial CE, donde se observan poros irregulares, rodeados de un desgarramiento dúctil muy fino. En el fondo y en algunas paredes de los poros se observa un mayor número de regiones facetadas, lisas y planas; y al igual que en las probetas axial CE se presenta una fractura por Cuasiclivaje; con la diferencia de que el tamaño en las zonas de clivaje de las probetas circunferenciales CE es mayor.

En la Fig. 3.42 algunas regiones lisas tienen líneas de patrones de río (líneas finas en el centro de los planos de clivaje localizadas en el centro de la fractografía), los cuales son aspectos sumamente característicos de una fractura con efecto de fragilización por hidrógeno.



Fig.3.42 Fractografía de una probeta circunferencial CE, ensayadas en Impacto; 750x MEB.

Nuevamente si comparamos las energías necesarias para la propagación de la grieta de las probetas circunferencial (T), se requiere en promedio de 115 J para propagar y las probetas circunferencial CE requieren en promedio 52 J, reducción de energía de un 52%, esta disminución en la energía se explica debido a la influencia de varios factores, tales como: la anisotropía presente en el material y a la exhibición de un mayor número de planos frágiles por la presencia de del hidrógeno en las probetas CE, provocando un mayor número de regiones con Cuasiclivaje en la superficie de fractura.

Finalmente concluimos que el hidrógeno introducido en el acero API - 5X mediante cargado electrolítico afecta el modo de fractura bajo condiciones de temperatura ambiente y a muy altas velocidades de deformación, pasando de una fractura por coalescencia de poros a una fractura por Cuasiclivaje, siendo la dirección circunferencial la más susceptible a dicho cambio.

CONCLUSIONES

Las conclusiones derivadas de este estudio son:

1. El hidrógeno presente en el acero API - 5X no modifica la forma del diagrama carga - flexión.
2. La implantación de hidrógeno en el acero API - 5X no produce un efecto significativo sobre el diagrama carga - flexión; sin embargo, en el comportamiento a la fractura, la modificación superficial generada con la implantación produce cambios en el proceso de propagación de la grieta.
3. El hidrógeno introducido en el acero API - 5X con el cargado electrolítico eleva el diagrama carga - flexión, incrementando la carga de fluencia y la extensión de la región plástica. Con respecto al comportamiento de la fractura, promueve marcadamente un cambio en la propagación de la grieta, manifestándose en un cambio en el mecanismo de fractura de coalescencia de poros (propagación estable de grieta) a cuasiclivaje (propagación inestable de grieta).
4. Bajo carga de impacto, el hidrógeno en el acero API - 5X disminuye sensiblemente su tenacidad.
5. El hidrógeno introducido en el acero API - 5X por cargado electrolítico tiene un efecto más significativo en el comportamiento mecánico y la fractura que por la implantación de iones hidrógeno.

BIBLIOGRAFIA

1. Thompson A.W., "Environment Sensitive Fracture of Engineering Materials", The Metallurgical Society of AIME, 1979, p.379-410.
2. Zaczuczynski, T., "Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys", Noyes Publ, 1985, p.215-250.
3. Yatabe, "Formation of Hydrogen Assisted Intergranular Cracks in High Strength Steels", Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., Vol. 18, N.3 1995, p.377-384.
4. I.P.N., "Materiales y Procesos Avanzados", Memorias de Seminarios México - Japón 1996, p.65-78.
5. Van Leeuwen H.P., "A Failure Criterion for Internal Hydrogen Embrittlement", Engineering Fracture Mechanics, Vol. 9, 1977, p.291-296.
6. T.P. Groeneveld, R.R. Fessler; "Hydrogen - Induced Damage in Sour - Gas Gathering Lines", Physical and applied metallurgy section, Battelle's Columbus laboratories, 1979.
7. Philip A.Schweitzer, "Corrosion Engineering Handbook", New York, M. Dekker, 1996, p.p.736.
8. Florian Mansfeld, "Corrosion Mechanisms", New York, m. Dekker, 1987, p.p.455.
9. Gutiérrez Velázquez J.L; "Mecánica de Fractura de Líneas de Conducción de Gas Amargo", ESIQIE -IPN 1994.
- 10.ASM Handbook Vol. 11; "Failure Analysis and Prevention", 1986, p.p.73-300.
- 11.Teruhisa, Ohki, Masayuki, Kazuhisa, Gennosuke; "Effect of Inclusions on Sulfide Stress Cracking", Stress Corrosion - New Approaches, 1980, p.398-419.
- 12.Denny A. Jounes; "Principles and Prevention of Corrosion", New York, Mcmillan, 1992, p.p. 568.
- 13.Cortes Suares V.J, Gutiérrez Velázquez J.L; "Metalografía y Fractografía del Agrietamiento Inducido por Hidrógeno en Acero para Tubería, Grado API5L - X52", IPN, 1996.
- 14.ASM Handbook Vol. 12; "Fractography", 1980, p.12-72.
- 15.Fernando Alba Andrade; "Aceleradores de Partículas", Instituto de Física. UNAM, México, D.F. 1982, p.16-20.

16. Rafael J. Rodríguez; "Modificación de Superficies por Implantación Iónica", Centro de Ingeniería Avanzada de Superficies, AIN, Cordovilla- Pamplona, España (1998). p.p.203-215.
17. Poate J.M., Foti G., Jacobson D.C.; "Modification and Alloying by Laser, Ion and Electron Beams", Plenum Press. New York and London, (1991), p.p.291-296.
18. Arturo García Borquez; "Estudio por TEM de la Evolución Microestructural en Acero Austenítico Irradiado con Iones, (tesis doctoral)", ESFM-IPN, México 1994.
19. U.R. Evans; "Corrosiones Metálicas", Barcelona, España, Reverte, 1987, p. 318.
20. Samuel A. Bradford; "Corrosion Control", New York, Van Nostrand Reinhold, 1992, p.p.342.
21. A. Guha; "Bending Strength Tests", Metals Handbook, 1994.
22. Vernon John; "Testing of materials", Hampshire, Macmillan, 1992, p.p.143.
23. A. Onyewuenyi, J.P. Hirth; "Effects of hydrogen on notch ductility and fracture in spheroidized AISI 1090 steel", Metallurgical Transactions, vol.14A, p.p.259 - 269, 1983.
24. Norma ASTM E-23.
25. Impact Testing of Metals; "American Society for Testing and Materials", Atlantic City, N.J. 22-27 June 1969.
26. Hayden, Moffatt, Wulff; "Propiedades Mecánicas", Editorial Limusa - Wiley S.A., 1968 Vol. III, p.p.253.
27. Honeycombe; "The Plastic Deformation of Metals", Robert Williams, London, E. Arnold, 1984, p.p.485.
28. Viswanathan R.; "Damage Mechanisms and Life Assessment of High - Temperature Components", ASM International, 1989, p.35-42.
29. Bokshreik. B. S.; "Difusión en Metales", Editorial Mir. Moscú, 1980, p.p.321.
30. Kolacher, Gabidullin, Yuriv, Piguzon.; "Tecnología de Tratamientos Térmicos de Metales y Aleaciones", Moscu, Mir, 1983, p.p.310.
31. A.G.Guy, Fundamentos de Ciencia de Materiales, Mc. Graw Hill, U.S.A, 1980, p.p.501.
32. Teruhisa, Ohki, Masayuki, Kazuhisa, Gennosuke; "Effect of Inclusions on Sulfide Stress Cracking", Stress Corrosion - New Approaches, p.p.398-419, 1980.

33. Chakravarty, Sinha, Gupta and Asundi; "The Influence of Hydrogen on the Plastic Properties and Fracture of a Low Strength Steel", *Scripta metallurgica* vol. 20, 1987, p.663 - 667.
34. David Broek; "Elementary Engineering Fracture Mechanics", Martinus Nijhoff Publishers 1987, p.232-247.
35. B.C. Craig, "A Fracture Topographical Feature Characteristic of Hydrogen Embrittlement", *Corrosion*, Vol. 37, 1981, p.530-532.
36. C.R. Books and A. Choudhry, "Metallurgical Failure Analysis", Edit. Mc Graw-Hill, 1993, p.p.562.
37. Jeffery A. Colwell, "Failures In Sour Gas Environments", *Metals Handbook, Failure Analysis*, ASM, Metals Park, Ohio, USA, 1985.
38. Makio Lino, "The Extension of Hydrogen Blister- Crack Array In Linepipesteels", *Metallurgical Transactions*, Vol. 9A, 1978, p.1581.
39. M. Kimura, Tosuka, "Sulfide Stress Corrosion Cracking of Line Pipe", *Corrosion*, Vol. 45, No. 5, 1989, p.340.
40. W.F. Waing, & A. Atrens, "Initiation of Stress Corrosion Cracking for Pipeline Steels in a Carbonate - Bicarbonate Solution", *Metallurgical and Materials Transactions A*. Vol. 27 A, September, 1995, p.2687.