

**DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA POR MEDIO DEL  
ENSAYO CTOD DE UN ACERO A283 GRADO C HIDROGENADO**

**LEIDY JOHANNA BARRIENTOS VERJEL  
EDWIN ALBERTO SÁNCHEZ PACHECO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES  
BUCARAMANGA  
2010**

**DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA POR MEDIO DEL  
ENSAYO CTOD DE UN ACERO A283 GRADO C HIDROGENADO**

**LEIDY JOHANNA BARRIENTOS VERJEL  
EDWIN ALBERTO SÁNCHEZ PACHECO**

**Trabajo de grado para optar por el título de  
INGENIERO METALÚRGICO**

**Director**

**M.Sc. IVÁN URIBE PÉREZ**

**Codirector**

**EDWING ALBERTO MORANTES A.**

**Ingeniero Metalúrgico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES  
BUCARAMANGA**

**2010**

## DEDICATORIA

*A Dios, por la vida, sabiduría, y fortaleza para realizar una de las etapas más importantes y anheladas, y por permitirme compartir esta alegría con mis seres más queridos.*

*A mis padres Wilson Antonio Barrientos y Ramona Verjel, que con su amor, esfuerzo, dedicación y entrega formaron lo que hoy soy, por ser ejemplo de superación, honestidad, humildad y responsabilidad, por cada palabra de apoyo cuando sentí caer, por ser los mejores padres que Dios me ha podido regalar. Este triunfo también es de ustedes.*

*A mi hermano Wilson Armando Barrientos por darme su apoyo incondicional y por acompañarme en mi crecimiento como persona. Y a mis hermanitos Angie Liceth y Juan David porque son la luz que iluminan y alegran mi diario vivir.*

*A mi tía Magda Patricia Verjel por sus consejos y por todo el cariño y apoyo brindado.*

*A todas las personas que me acompañaron en el camino hacia este sueño.*

*Leidy Johanna Barrientos Verjel*

## DEDICATORIA

*A Dios por darme la sabiduría y fortaleza y permitirme seguir adelante y que me llena de  
Bendiciones día a día.*

*A mi mamá Eddy María por su amor incondicional, y quien con sus sabios consejos y  
su vida de esfuerzos y sacrificios me ha dado ejemplo constante, dejando en mí una  
enseñanza y me ha brindado un futuro lleno de trabajo y alegría, a quien espero devolver la  
atención como es debido. Este triunfo también es tuyo MAMÁ.*

*A mi papá Alberto por su amor y respaldo durante toda esta etapa. Un millón de gracias  
y Bendiciones PAPA.*

*A mis hermanos Mario Fernando y Pulieth Alexandra por brindarme siempre su  
apoyo, comprensión y motivación que me dieron fuerzas para seguir adelante. Bendiciones  
HERMANOS.*

*Edwin Alberto Sánchez Pacheco*

## **AGRADECIMIENTOS**

Expresamos nuestros más sinceros agradecimientos a las siguientes personas y entidades que nos colaboraron en la realización de este trabajo:

A nuestra alma Mater, Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales.

Al Instituto Colombiano del Petróleo, ICP-ECOPETROL S.A, Área de integridad de la infraestructura.

A M.Sc Iván Uribe Pérez, director del proyecto de Investigación y a Ing. Edwing Alberto Morantes, codirector del proyecto de investigación, por su tiempo, dedicación y apoyo, por sus valiosos aportes y apoyo científico suministrados durante el desarrollo de esta investigación y principalmente por el crecimiento profesional suscitada mediante las discusiones y diferencias de criterios al inicio y al final de este trabajo.

A M.Sc. Luis Eduardo Zabala. Líder del área de integridad, ICP-ECOPETROL S.A., por su colaboración y apoyo a nuestro trabajo y por la gestión realizada.

A Ing. José Martín Lizcano Contreras. Líder del laboratorio de ingeniería de materiales, ICP-ECOPETROL S.A., por su valiosa colaboración.

A cada uno de los miembros del laboratorio de ingeniería de materiales, ICP-ECOPETROL S.A. (Javier Mateus, Julio Forero y demás miembros) por su colaboración y el apoyo técnico brindado en cada una de las etapas de este importante proyecto de investigación.

A todo el cuerpo de profesores y técnicos de la escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales por haber contribuido a nuestra formación académica, profesional y personal.

Al grupo de investigaciones en corrosión (GIC) UIS-Guatiguará.

A M.Sc. Aldrin Belisario Velosa Pacheco por su valiosa colaboración, apoyo y contribución a nuestro trabajo.

A Wilson Armando Barrientos por brindarnos su apoyo y motivación en los buenos y malos momentos.

A todos aquellos familiares y amigos y que de una u otra forma contribuyeron con la realización este trabajo.

...A todos ¡MUCHAS GRACIAS!

## TABLA DE CONTENIDO

	<b>Pág.</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	19
<b>1. OBJETIVOS</b> .....	22
1.1 OBJETIVO GENERAL.....	22
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	22
<b>2. FUNDAMENTO TEÓRICO</b> .....	23
2.1 DAÑO POR HIDRÓGENO EN ACEROS.....	23
2.2 EVOLUCIÓN DE HIDRÓGENO Y ENTRADA EN EL MATERIAL.....	24
2.3 PARÁMETROS DE PERMEACIÓN DE HIDRÓGENO.....	26
2.3.1 Permeabilidad.....	29
2.3.2 Difusividad aparente.....	29
2.3.3 Solubilidad aparente.....	31
2.4 LA MECÁNICA DE LA FRACTURA.....	32
2.4.1 Mecánica de fractura lineal-elástica (MFLE).....	33
2.4.1.1 Factor de intensidad de esfuerzos.....	34
2.4.1.2 Mecánica de fractura elástico-plástica (MFEP).....	35
2.4.1.3 Desplazamiento de abertura en la punta de la grieta (CTOD)....	36
2.4.2 Determinación de la tenacidad a la fractura.....	37
2.4.2.1 Tenacidad a la fractura $K_{IC}$ .....	37
2.4.2.2 CTOD ( $\delta_{IC}$ ).....	39
<b>3. METODOLOGÍA</b> .....	42
3.1 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL.....	43
3.1.1 Material.....	43
3.1.2 Metalografía.....	43
3.1.3 Dureza.....	44
3.1.4 Ensayo de Tensión.....	44
3.2 PROBETAS PARA EL ENSAYO CTOD.....	44

<b>3.3 ENSAYOS ELECTROQUÍMICOS.....</b>	<b>45</b>
<b>3.3.1 Permeación de Hidrógeno.....</b>	<b>45</b>
<b>3.3.1.1 Muestras para Permeación.....</b>	<b>45</b>
<b>3.3.1.2 Recubrimiento de paladio.....</b>	<b>45</b>
<b>3.3.1.3 Preparación del electrolito.....</b>	<b>46</b>
<b>3.3.1.4 Pruebas de Polarización Potenciodinámica.....</b>	<b>46</b>
<b>3.3.1.5 Ensayos para Permeación de Hidrógeno.....</b>	<b>47</b>
<b>3.3.2 Hidrogenación.....</b>	<b>49</b>
<b>3.4 ENSAYOS DE TENACIDAD A LA FRACTURA.....</b>	<b>51</b>
<b>3.4.1 Pre-grieta por fatiga.....</b>	<b>51</b>
<b>3.4.2 Ensayo CTOD.....</b>	<b>54</b>
<b>3.5 FRACTOGRAFÍA.....</b>	<b>55</b>
<b>4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....</b>	<b>56</b>
<b>4.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA.....</b>	<b>56</b>
<b>4.2 METALOGRAFÍA.....</b>	<b>56</b>
<b>4.3 DUREZA.....</b>	<b>57</b>
<b>4.4 ENSAYO DE TENSIÓN.....</b>	<b>58</b>
<b>4.5 POLARIZACIÓN POTENCIODINÁMICA.....</b>	<b>59</b>
<b>4.6 PERMEACIÓN DE HIDRÓGENO.....</b>	<b>60</b>
<b>4.7 HIDROGENACIÓN.....</b>	<b>63</b>
<b>4.8 ENSAYO CTOD.....</b>	<b>64</b>
<b>4.9 FRACTOGRAFÍA.....</b>	<b>75</b>
<b>5. CONCLUSIONES.....</b>	<b>78</b>
<b>6. RECOMENDACIONES.....</b>	<b>79</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>80</b>

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
<b>Figura 1.</b> Mecanismo de difusión de Hidrógeno en el acero.....	25
<b>Figura 1.</b> Mecanismo de difusión de Hidrógeno en el acero.....	25
<b>Figura 2.</b> Diseño esquemático del sistema de permeación, donde CT es la muestra como electrodo de trabajo, CE contraelectrodo, ER es el electrodo de referencia.....	27
<b>Figura 3.</b> Curva teórica de permeación.....	28
<b>Figura 4.</b> Modos simples de deformación de una grieta.....	34
<b>Figura 5.</b> Representación esquemática de deformación plástica en punta de grieta.....	36
<b>Figura 6.</b> Tres tipos de comportamiento de una prueba $K_{IC}$ .....	38
<b>Figura 7.</b> Representación del comportamiento de la probeta en el ensayo CTOD.....	39
<b>Figura 8.</b> Diferentes tipos de comportamientos de fuerza contra desplazamiento de la abertura de la grieta medida con el extensómetro.....	40
<b>Figura 9.</b> Diagrama representativo de la metodología realizada en la investigación.....	42
<b>Figura 10.</b> Orientación de la probetas de mecánica de la fractura SE (B).....	43
<b>Figura 11.</b> Dimensiones de la Probeta de tensión.....	44
<b>Figura 12.</b> Dimensiones de la probeta de flexión en tres puntos, SE (B).....	45
<b>Figura 13.</b> Montaje experimental de la celda de permeación, donde ET es el electrodo de trabajo (muestra de acero A283 grado C, $t= 0.3$ mm), CE es el contraelectrodo (grafito) y ER es el electrodo de referencia (SCE).....	48
<b>Figura 14.</b> Diseño esquemático de la celda utilizada para la hidrogenación de las muestras.....	50
<b>Figura 15.</b> Máquina servo-hidráulica MTS 810.....	53
<b>Figura 16.</b> Dispositivo para el pre-agrietamiento de la muestra.....	54

<b>Figura 17.</b> Extensómetro de Fractura.....	55
<b>Figura 18.</b> Microestructura del acero ASTM A283 grado C. (a) Dirección longitudinal, 200X. (b) Dirección transversal, 200X.....	57
<b>Figura 19.</b> Curva de tensión.....	58
<b>Figura 20.</b> Curva de polarización del acero A283 grado C, electrolito NaOH 0.1 M, a temperatura ambiente.....	59
<b>Figura 21.</b> Curva de permeación de hidrógeno para el acero A283 Gr C.....	61
<b>Figura 22.</b> Evolución en el perfil de tiempo de concentración de hidrógeno.....	63
<b>Figura 23.</b> Curva de carga vs. Desplazamiento del extensómetro de la muestra no hidrogenada.....	64
<b>Figura 24.</b> Curva de carga vs. Desplazamiento del extensómetro de la muestra hidrogenada a 16 horas.....	65
<b>Figura 25.</b> Curva de carga vs. Desplazamiento del extensómetro de la muestra hidrogenada a 48 horas.....	65
<b>Figura 26.</b> Curva de carga vs. Desplazamiento del extensómetro de la muestra hidrogenada a 96 horas.....	66
<b>Figura 27.</b> Gráfica de tenacidad a la fractura vs. Tiempo de hidrogenación.....	70
<b>Figura 28.</b> Efecto de la densidad de corriente en la tenacidad a la fractura en probetas cargadas por 48 horas para un acero API X70.....	72
<b>Figura 29.</b> (a) Variación de la concentración de hidrógeno con el tiempo de carga $i=10 \text{ mA/cm}^2$ . (b) Variación de la concentración de hidrógeno con la densidad de corriente.....	73
<b>Figura 29.</b> Morfología de la superficie de fractura (a) Sin Hidrógeno y (b) sometidas 96 horas de hidrogenación.....	76
<b>Figura 30.</b> Fractografía de la probeta sometida a 96 horas de hidrogenación con aumentos de 27x y 174x.....	77
<b>Figura 31.</b> Morfología de la superficie de fractura. (a) Probeta sometida a 16 horas de hidrogenación, aumento de 500x y (b) probeta hidrogenada por 48 horas, aumento 500x.....	77

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
<b>Tabla 1.</b> Composición química del acero A283 Gr C, % peso.....	56
<b>Tabla 2.</b> Dureza Brinell del acero A283 grado C.....	57
<b>Tabla 3.</b> Propiedades mecánicas del acero A283 grado C.....	58
<b>Tabla 4.</b> Valores de densidad de corriente y potencial de generación vs el electrodo de calomel saturado obtenidos para el acero A283 grado C	59
<b>Tabla 4.</b> Parámetros de permeación de hidrógeno obtenidos a temperatura ambiente para el acero A 283 grado C.....	62
<b>Tabla 5.</b> Parámetros de permeación de hidrógeno obtenidos a temperatura ambiente para el acero A 283 grado C.....	62
<b>Tabla 6.</b> Valores de CTOD $\delta_{IC}$ y $K_{IC}$ para las probetas SE(B) no hidrogenada	67
<b>Tabla 7.</b> Valores de CTOD $\delta_{IC}$ y $K_{IC}$ para las probetas SE(B) hidrogenadas por 16 horas.....	68
<b>Tabla 8.</b> Valores de CTOD $\delta_{IC}$ y $K_{IC}$ para las probetas SE(B) hidrogenadas por 48 horas.....	68
<b>Tabla 9.</b> Valores de CTOD $\delta_{IC}$ y $K_{IC}$ para las probetas SE(B) hidrogenadas por 96 horas.....	69

**ANEXO**

**Pág.**

ANEXO A..... 86

## RESUMEN

**TITULO: DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA POR MEDIO DEL ENSAYO CTOD DE UN ACERO A283 GRADO C EN ESTADO DE HIDROGENACIÓN\***

**AUTORES:** BARRIENTOS VERJEL Leidy Johanna, SÁNCHEZ PACHECO Edwin Alberto\*\*

**PALABRAS CLAVES:** Daño por hidrógeno, permeación de hidrógeno, CTOD, tenacidad a la fractura.

### DESCRIPCIÓN

En este trabajo se estudió el comportamiento de la tenacidad a la fractura por medio del ensayo CTOD, de un acero A283 grado C con y sin carga de hidrógeno, utilizando probetas de flexión SE(B) de acuerdo a los lineamientos establecidos por la norma ASTM E1290.08. Se calcularon los parámetros de difusividad, permeabilidad y solubilidad de este acero por medio de la cinética de permeación de hidrógeno. Luego, las probetas SE(B) fueron hidrogenadas por cargamento catódico en una solución de NaOH 0.1M a una densidad de corriente constante de  $10 \text{ mA/cm}^2$  y a diferentes tiempos de exposición.

El hidrógeno generalmente disminuye la tenacidad a la fractura de los aceros. Sin embargo, con base en los resultados de CTOD presentados por el material en este estudio, se obtuvo un ligero aumento en la tenacidad a la fractura. Este aparente incremento en la tenacidad se debe a un posible efecto de ablandamiento por la presencia de hidrógeno, resultando en una interacción con las dislocaciones cuando las concentraciones de este elemento dentro del metal son menores a la concentración crítica.

Se realizó un análisis fractográfico en el SEM para probetas con y sin hidrógeno. Toda la morfología de las superficies de fractura de las probetas con y sin hidrógeno se caracterizaron por un modo de fractura dúctil, pero las probetas que fueron cargadas catódicamente presentaron un mayor tamaño de dimples y algunas microgrietas como resultado del efecto de la entrada de hidrógeno en el metal.

---

\* Proyecto de Grado

\*\* Universidad Industrial de Santander. Facultad de Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y ciencia de Materiales. Director: M.Sc. Iván Uribe Pérez. Codirector: Ing. Edwing Alberto Morantes

## ABSTRACT

**TITLE: DETERMINATION OF THE FRACTURE TOUGHNESS BY MEANS OF THE TEST CTOD OF A STEEL A283 GRADE C HYDROGENATED\***

**AUTHORES:** BARRIENTOS VERJEL Leidy Johanna, SÁNCHEZ PACHECO Edwin Alberto \*\*

**PALABRAS CLAVES:** hydrogen damage, hydrogen permeation, CTOD, Fracture Toughness

### DESCRIPTION:

In this paper we studied the behavior of the fracture toughness by means of the CTOD test, of a steel A283 grade C with and without hydrogen charging, using bending specimens SE (B) according to the guidelines set forth by ASTM E1290.08. Parameters of diffusivity, permeability and solubility were calculated of this steel by the kinetics of hydrogen permeation. Then, the specimens SE (B) were hydrogenated by cathodic loading in a solution of NaOH 0.1 M to a density of constant current of 10 mA/cm<sup>2</sup> and at different exposure times.

The hydrogen generally decreases the fracture toughness of steels. However, based on the results of CTOD presented by the material in this study, we obtained a slight increase in fracture toughness. This apparent increase in toughness is due to a possible softening effect of the presence of hydrogen, resulting in an interaction with dislocations when the concentrations of this element within the metal are less than the critical concentration.

Fractographic analysis was performed in the SEM for samples with and without hydrogen. The entire morphology of the fracture surfaces of the specimens with and without hydrogen were characterized by a ductile fracture mode, but the specimens that were cathodically charged had a larger dimples and some micro-cracks as a result of the effect of hydrogen entry metal.

---

\* Degree Draft

\*\* Universidad Industrial de Santander. Faculty of Physical Chemistry. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Director: M.Sc. Iván Uribe Pérez. Codirector: Ing. Edwing Alberto Morantes

## INTRODUCCIÓN

Los avances de la ciencia, la ingeniería y el desarrollo de nuevas máquinas, estructuras, vehículos y equipos, requieren permanentemente del desarrollo de nuevos materiales y la recopilación de datos acerca de sus propiedades mecánicas, ya sea bajo carga constante o variable, cuando éstos están en servicio. Durante un largo periodo de tiempo, la atención de los investigadores se ha enfocado en la acumulación de datos sobre las propiedades de los materiales y analizar su comportamiento dependiendo de la estructura física del material, el modo de carga y la influencia de factores como el medio ambiente y la temperatura.

Esto ha dado lugar a la formación de un nuevo campo de la ciencia que estudia las propiedades de los materiales, su integridad, los conceptos teóricos de la realización de los procesos de deformación y fractura, la evaluación de las características de su resistencia y la predicción de la vida útil de los elementos estructurales.

Estas investigaciones y en particular las relacionadas a la fractura de materiales, son principalmente aplicadas en donde el riesgo de falla puede ser realmente catastrófico, como en el caso de la industria de exploración y producción de petróleo, debido a que se hace imposible garantizar que una estructura o componente se encuentre libre de defectos o grietas que pueden aparecer como consecuencia de los procesos de fabricación ó, durante la vida en servicio del material, que son resultado del estado tensional proveniente de las condiciones a las que son expuestos.

La fiabilidad de las estructuras u otros componentes de equipos mecánicos no sólo depende de la carga aplicada, sino también de las condiciones en que operan. Tales condiciones pueden ser ambientes corrosivos que contienen

hidrógeno. En metalurgia los problemas del efecto del hidrógeno causan deterioro sobre las propiedades mecánicas de los aceros, donde este elemento difunde de manera atómica dentro del material induciendo la generación de grietas, que pueden llegar a propagarse por la pérdida de tenacidad debido a la concentración de hidrógeno, causando fallas prematuras que provocan consecuencias tan nefastas como pérdidas económicas e incluso vidas humanas.

Para poder garantizar la integridad estructural de un componente mecánico es necesario conocer previamente su comportamiento en fractura. Para materiales que presentan un régimen elasto-plástico, como es el caso de la mayoría de los metales, la Mecánica de la Fractura Elasto-Plástica (MFEP) resulta útil en virtud de poder considerar tensiones residuales, efecto de concentradores de esfuerzos, tipos de defectos y la tenacidad a la fractura.

La resistencia de los materiales a la extensión de grietas existentes bajo carga cuasi-estática (resistencia a la fractura), es una medida comúnmente requerida para la evaluación cuantitativa de integridad estructural de componentes de ingeniería. En el caso de los metales que presentan ductilidad apreciable, la tenacidad a la fractura puede ser obtenida a través del ensayo estandarizado de desplazamiento de abertura en punta de grieta CTOD como se encuentra descrito en la norma ASTM E1290-08<sup>[27]</sup>.

El presente trabajo tiene como objetivo estudiar la influencia de la concentración de hidrógeno en la tenacidad a la fractura de un acero ASTM A283 grado C usado en la industria petroquímica. Para esto, se tomó como base de estudio las condiciones del material en estado de entrega y a diferentes tiempos de hidrogenación.

Para alcanzar este objetivo se tomaron muestras que fueron hidrogenadas por cargamento catódico y luego ensayadas en flexión hasta la fractura para evaluar la

tenacidad del acero por medio del ensayo CTOD y luego se analizó la fractografía por medio del microscopio de barrido electrónico SEM.

## **1. OBJETIVOS**

### **1.1 OBJETIVO GENERAL**

Evaluar el comportamiento a la fractura del acero A 283 grado C, en estado de hidrogenación por medio del ensayo CTOD.

### **1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Determinar la tenacidad a la fractura del acero A283 grado C bajo los lineamientos de la norma E1290.
- Evaluar los aspectos fractográficos de la superficie de fractura.
- Comparar los resultados del material hidrogenado con las especificaciones de tenacidad a la fractura del material en estado de entrega.

## 2. FUNDAMENTO TEÓRICO

### 2.1 DAÑO POR HIDRÓGENO EN ACEROS

Los daños por hidrógeno en los aceros se deben al hidrógeno disuelto en la red cristalina, que sólo se presenta si hay una fuente de hidrógeno que posibilite la introducción de este elemento en el acero, éste causa efectos que degradan las propiedades mecánicas y metalúrgicas de los metales tales como la ductilidad, velocidad de endurecimiento por deformación, esfuerzo tensil y de fluencia, la tenacidad a la fractura, etc. dependiendo de la aplicación.

La pérdida de tenacidad en los aceros es un proceso de daño causado por el hidrógeno debido a que promueve el crecimiento de grietas, fragilizando la zona aguda y llevando a la propagación inestable de la grieta presente en el material.

El efecto del daño por hidrógeno es un proceso resultante en los aceros expuestos a ambientes de hidrógeno y se hace mayor a bajas temperaturas (menores a 200°C). Pequeñas cantidades de átomos de hidrógeno presentes en el material, pocas partes por millón (ppm) pueden causar una pérdida importante de las propiedades mecánicas de los materiales por la propagación de grietas. Teniendo conocimiento de los daños causados por el hidrógeno en aceros y lo perjudicial para las propiedades mecánicas en servicio de forma prematura y catastrófica, es necesario el conocimiento de los parámetros cinéticos de permeación para la caracterización de los materiales y predecir los efectos que el hidrógeno puede causar. Estos parámetros son: permeabilidad, solubilidad y coeficiente de difusión en el acero.

## 2.2 EVOLUCIÓN DE HIDRÓGENO Y ENTRADA EN EL MATERIAL

Para la entrada de hidrógeno a través de un material, éste debe ser transportado a la superficie del material, seguido por la adsorción, absorción y eventualmente el transporte hacia el interior del mismo. Ocurren diferentes reacciones; en la parte anódica ocurre disolución del material (reducción del oxígeno) con evolución de hidrógeno en la parte catódica. Ambas reacciones pueden ocurrir en soluciones ácidas o alcalinas. Dependiendo del pH del medio, las reacciones que pueden ocurrir son <sup>[2]</sup>:

- Reducción de Oxígeno

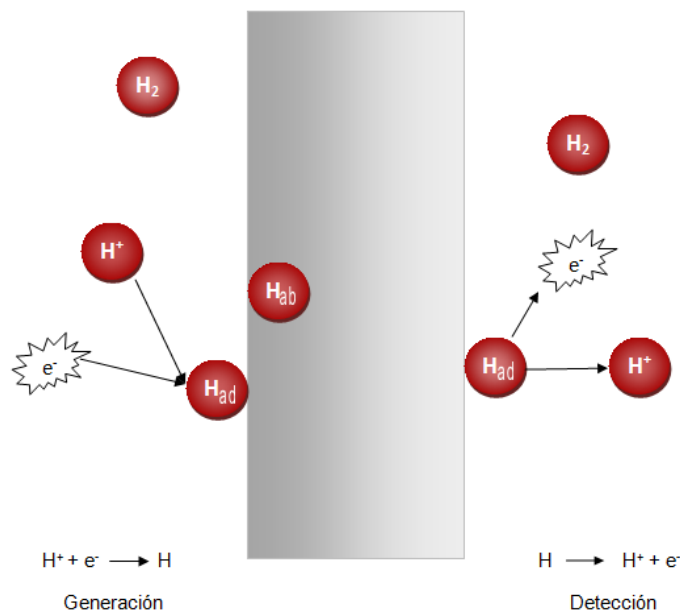


- Evolución de Hidrógeno



Para entender la entrada de hidrógeno dentro del metal, es necesario conocer las características de la reacción de evolución de hidrógeno. La entrada de hidrógeno en el material puede ocurrir de dos formas detalladas en la figura 1<sup>[2]</sup>. La absorción de hidrógeno podría ocurrir por la vía de la reducción de hidrógeno (atómico), o por la interacción del protón (H<sup>+</sup>) con la superficie del material metálico.

**Figura 1.** Mecanismo de difusión de Hidrógeno en el acero



Fuente: Los autores

De otra manera, De Luccia <sup>[3]</sup> propuso un modelo que consiste de tres pasos para la reacción de evolución de hidrógeno. Después del paso de la descarga electroquímica, los átomos de hidrógeno nuevamente formados, se combinan para crear moléculas de hidrógeno gaseoso.



Para que el proceso de ingreso del hidrógeno sea acelerado (que es lo que se requiere), se utilizan promotores que tienen la propiedad de debilitar el enlace del protón de hidrógeno y el anión del metal que se origina en la superficie del electrodo de trabajo, esto hace que el ingreso del hidrógeno sea más acelerado.

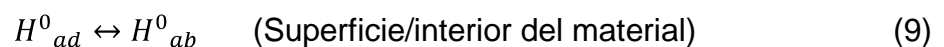
De acuerdo con Barnoush <sup>[4]</sup>, entre las especies encontradas para promover la entrada de hidrógeno tenemos:

- a) Ciertos compuestos de los siguientes elementos: fósforo, arsénico y antimonio que pertenecen al grupo periódico V-A, y azufre, selenio y telurio pertenecientes al grupo VI-A.
- b) Los siguientes aniones: CN<sup>-</sup> (cianuro), CNS<sup>-</sup> (tiocianato) y I<sup>-</sup> (yoduro).
- c) Los siguientes compuestos de carbón: CS<sub>2</sub> (bisulfuro de carbono), CO (monóxido de carbono), CON<sub>2</sub>H<sub>4</sub> (urea) y CSN<sub>2</sub>H<sub>4</sub> (tiourea).

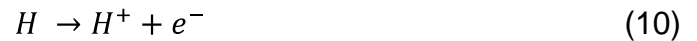
Los promotores más eficaces son los basados en los elementos de los grupos V-A y VI-A. Estos promotores han recibido una atención especialmente detallada para explicar la naturaleza de su acción <sup>[4]</sup>.

### 2.3 PARÁMETROS DE PERMEACIÓN DE HIDRÓGENO.

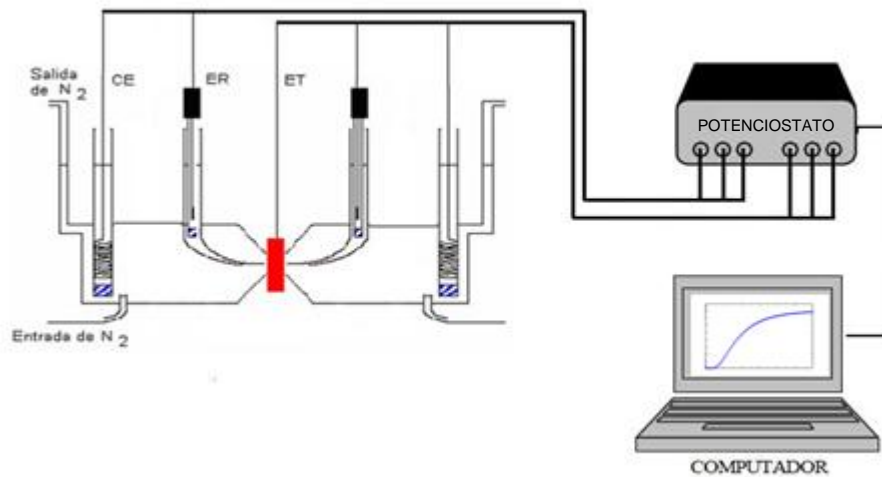
El principio de la permeación se basa en la medida instantánea del flujo de hidrógeno en función del tiempo a través de la membrana metálica, a partir del momento en que se inicia la introducción del mismo dentro del metal <sup>[5]</sup>. Estableciéndose un equilibrio entre el hidrógeno absorbido y adsorbido, que depende de la concentración de hidrógeno dentro del metal. El flujo de hidrógeno puede ser comprendido a través de la cinética de este equilibrio de acuerdo con las reacciones <sup>[6]</sup>:



El principio de la técnica de permeación de hidrógeno fue desarrollada por Devanathan y Stachurski <sup>[7]</sup>, en 1962 para determinar coeficientes de difusión de hidrógeno en la membrana metálica, colocadas en dos compartimientos idénticos de una celda electroquímica, (figura 2). En este montaje el hidrógeno es generado en la membrana en uno de los dos compartimientos a través de una corriente catódica introducida por el uso de un potenciostato, en el otro compartimiento es promovida la oxidación en la membrana permeada, que es mantenida a un potencial alto a fin de garantizar la oxidación de acuerdo con la reacción:



**Figura 2.** Diseño esquemático del sistema de permeación, donde CT es la muestra como electrodo de trabajo, CE contraelectrodo, ER es el electrodo de referencia.

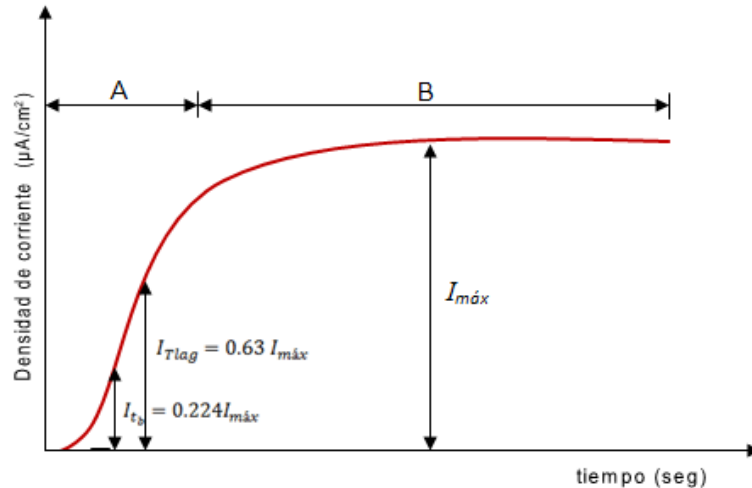


Fuente: Tomado de [8]

La corriente resultante de la reacción de reducción de hidrógeno en el compartimiento anódico de la celda de permeación es una medida directa de la permeación del hidrógeno a través de la membrana; y es registrada como una

función del tiempo. Los registros de esta corriente son normalmente hechos a través de curvas de permeación como la presentada en la figura 3, donde se puede notar la presencia de dos regiones indicadas por A y B.

**Figura 3.** Curva teórica de permeación



Fuente: Tomado de [10]

La región A representa el estado transitorio que se caracteriza por un rápido aumento de la corriente de permeación con el tiempo y B representa el estado estacionario que establece que todo el hidrógeno generado en el compartimiento 1 es oxidado en el compartimiento 2.

Los datos de velocidad de permeación son reales, si se asegura que la ionización de los átomos de hidrógeno en la superficie de salida de la muestra, ocurra abundantemente, garantizando que las medidas estén libres de cualquier componente asociado con la pasivación o disolución anódica del acero [11]. Esto se logra recubriendo la superficie con una película muy delgada, de paladio que evitará la reacción de recombinación de los átomos de hidrógeno en ella, al ser el paladio un material inerte y más permeable que el acero.

**2.3.1 Permeabilidad.** La permeabilidad de hidrógeno en un material se define como la cantidad de hidrógeno atómico que atraviesa una lámina metálica de espesor conocido durante un intervalo de tiempo determinado. Esta propiedad depende del coeficiente de difusión, el tiempo, el espesor y las concentraciones en cada una de las paredes metálicas. La permeabilidad se calcula según la ecuación.

$$P = \frac{I_{máx}S}{F} \quad (11)$$

Donde:

P = Es la permeabilidad de hidrógeno (mol H m<sup>2</sup>/ m.s)

I = densidad de corriente en estado estacionario (A/m<sup>2</sup>)

s = espesor de la muestra metálica (m)

F = constante de Faraday (96500 C)

**2.3.2 Difusividad aparente.** La difusividad o coeficiente de difusión mide la velocidad a la cual difunde el hidrógeno en el acero, considerando los defectos del material. De acuerdo con el método del Non steady state time lag desarrollado por Devanathan <sup>[12]</sup>, el coeficiente de difusión aparente de hidrógeno en el metal puede ser determinado por cualquiera de las siguientes expresiones:

$$D = \frac{s^2}{6 T_{lag}} \quad (12)$$

$$D = \frac{s^2}{15.3 t_b} \quad (13)$$

$$D = \frac{s^2}{2t_0} \quad (14)$$

Donde:

D = difusividad aparente (m<sup>2</sup>/s)

s = espesor de la muestra metálica (m)

$T_{lag}$  = (time lag) es el tiempo necesario para alcanzar el 63% de la densidad de corriente en estado estacionario que nace de la integración de la curva de permeación de hidrógeno en estado transitorio.

$$I_{Tlag} = 0.63 I_{máx} \quad (15)$$

$t_b$  = Llamado “break through time”, es la medida de tiempo obtenido por extrapolación de la recta de corriente de permeación transitoria para  $i=0$ .

$$I_{t_b} = 0.224 I_{máx} \quad (16)$$

$1/t_0$  = es el valor de la pendiente de la gráfica de  $Ln \left[ \frac{P(t)-P_\infty}{P_\infty} \right]$  contra t, para el transiente de decaimiento.

El método clásico para calcular los parámetros de permeación se hacen en base a la  $I_{máx}$  y el  $T_{lag}$  que es el tiempo correspondiente a la corriente  $I_{Tlag} = 0.63 I_{máx}$ . Pero este método del  $T_{lag}$  no es confiable porque las constantes de difusión según Devanathan <sup>[6]</sup>, para muestras de paladio, a medida que aumenta su espesor aumenta el tiempo de relajación del material al cubo; este tiempo de relajación incrementa el margen de error del  $T_{lag}$ , reportándose errores para pruebas con paladio puro del 20% en el cálculo del coeficiente de difusión; el tiempo de relajación tiene que ver con el tiempo de retraso a la permeación que el material impone. A pesar de ser el paladio el metal más permeable el método es erróneo obviamente el cálculo del coeficiente de difusión está ligado a errores mayores para muestras de acero, razón suficiente para no aplicarlo.

El método a utilizar en el presente trabajo para el cálculo del coeficiente de difusión es el “break through time”  $t_b$ .

Para que la difusión ocurra debe existir un gradiente de potencial químico de hidrógeno en el interior del acero que es expresado por la ley de Fick.

$$J = -D \frac{\partial c}{\partial x} \quad (17)$$

Donde:

$J$ = flujo de hidrógeno

$D$ = coeficiente de difusión o difusividad del hidrógeno

$\frac{\partial c}{\partial x}$  = gradiente de concentración en relación a la posición  $x$ .

**2.3.3 Solubilidad aparente.** La solubilidad es la concentración de hidrógeno total inducido y almacenado en el material, en solución sólida intersticial o atrapado (trampas), teniendo en cuenta el material con todos sus defectos, las variables que afectan la solubilidad son <sup>[13]</sup>:

- **Temperatura:** La solubilidad aumenta con el incremento de la temperatura por ser el almacenamiento de hidrógeno endotérmico.
  
- **Estructura cristalina:** En austenita (FCC), la solubilidad es mayor que la ferrita (BCC), esta diferencia se debe a la mayor dimensión de los intersticios de la austenita (octaédricos) comparados con los de la ferrita (tetraédricos) <sup>[14]</sup>.

- **Composición química:** algunos elementos de aleación que disminuyen la solubilidad son C, B, Si, P, Al, siendo el más benéfico el carbono; entre los que aumentan la solubilidad tenemos Zr, Nb, Ni, V, Co, I.
- **Microestructura:** La presencia de carbonatos, límites de grano (de bajo y alto ángulo), y dislocaciones, afectan la solubilidad. Las microestructuras más solubles son las martensíticas y las deformadas en frío, las menos solubles son las ferríticas.

La solubilidad se determina a partir del valor de densidad de corriente en estado estacionario, mediante la expresión:

$$S = \frac{I_{\infty} s}{F \cdot D} \quad (18)$$

Donde S es la solubilidad aparente de hidrógeno (mol H/m<sup>3</sup>).

## 2.4 LA MECÁNICA DE LA FRACTURA

La mecánica de la fractura ha mejorado significativamente la habilidad para diseñar estructuras seguras y confiables. La aplicación de los conceptos de la mecánica de la fractura han identificado y cuantificado los parámetros primarios que afectan la integridad estructural de un componente. Estos parámetros relacionan el tamaño y forma de una grieta y las fuerzas o cargas que conducen a la fractura de un componente de forma y dimensiones definidas.

El objetivo principal de la mecánica de fractura es determinar hasta que límite una estructura es capaz de tolerar un defecto o grieta. Para esto, se apoya en el

cálculo de la distribución de esfuerzos, deformaciones, desplazamientos alrededor de una grieta, el establecimiento de los balances de energía que tienen lugar durante la extensión de una grieta y la tenacidad a la fractura del material.

En la mecánica de la fractura, se busca responder tres preguntas básicas:

1. ¿Cuál es la carga de fractura para un tamaño de grieta conocido?
2. ¿Cuál es el tamaño máximo tolerable de grieta antes de la fractura?
3. ¿Cuánto tiempo tarda una grieta en alcanzar su tamaño crítico?

La respuesta a las dos primeras preguntas permite establecer las condiciones de carga y tamaño de grietas para operar en forma segura una estructura, con base en la resistencia residual, mientras que la respuesta a la última pregunta permite predecir la vida residual de un componente estructural.

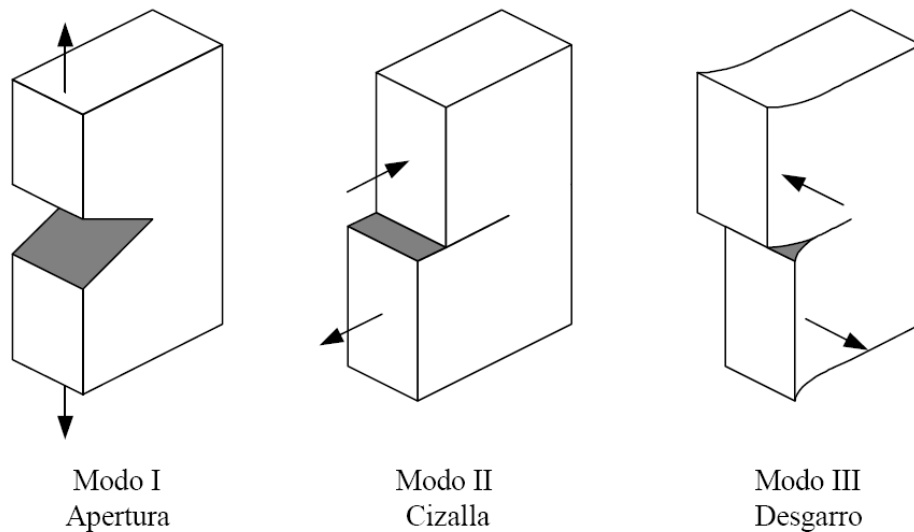
La mecánica de la fractura hoy en día gana cada vez más aceptación en la ingeniería, pues proporciona las bases técnicas para el análisis y prevención de fallas en toda clase de estructuras, equipos y partes de maquinaria, que contienen defectos o grietas. A partir de tal análisis, se puede establecer los límites operacionales de carga, los tamaños mínimos de detección de grietas para inspecciones no destructivas, los periodos de inspección y mantenimiento así como realizar una mejor selección de materiales.

**2.4.1 Mecánica de fractura lineal-elástica (MFLE).** La mecánica de la fractura lineal-elástica es usada cuando la punta de grieta de un cuerpo es aguda y solamente presenta una pequeña cantidad de deformación plástica cerca a la punta de la grieta. Una grieta en un componente cargado o muestra, genera su propio campo de esfuerzos en su frente agudo, el cual debe ser caracterizado por un simple parámetro denominado intensidad de tensiones ( $K$ ).

**2.4.1.1 Factor de intensidad de esfuerzos.** El factor de intensidad de tensiones ( $K$ ), es el parámetro que define la magnitud de los esfuerzos en la punta de grieta si la deformación en el cuerpo es esencialmente elástica. Cuando se alcanza un valor crítico de  $K_c$ , conocido como tenacidad a la fractura, ocurre la fractura. La tenacidad a la fractura constituye una propiedad del material, medible por medio de pruebas de laboratorio.

Una grieta en un sólido puede ser sometida a tres modos diferentes de aplicación de tensión, tal como se ilustra en la Figura 4. El modo I es un modo de apertura en tracción, la abertura de la grieta se da en dirección perpendicular al plano de fractura; el modo II es un modo de apertura por cizalla, éste se refiere al desplazamiento de las superficies en sentidos opuestos, pero en la dirección de avance de la grieta y el modo III por desgarro, el desplazamiento se da fuera del plano en dirección perpendicular a la dirección de avance.

**Figura 4.** Modos simples de deformación de una grieta



Fuente: Tomado de [23]

En el modo I, el criterio tensional de fractura considera que como el parámetro  $K_I$  define totalmente el estado tensiones alrededor de la grieta, la propagación es posible cuando <sup>[24]</sup>:

$$K_I \geq K_{IC} \quad (19)$$

Donde  $K_{IC}$  es la tenacidad a la fractura y es una propiedad del material expresado de la siguiente manera:

$$K_I = \sigma\sqrt{\pi a} \quad [MPa\sqrt{m}] \quad (20)$$

Donde:

$\sigma$  = Carga aplicada

$a$  = Longitud de la grieta

$K_I$  = Factor de intensidad de tensiones

**2.4.1.2 Mecánica de fractura elástico-plástica (MFEP).** La mecánica de la fractura elástico-plástica es una extensión de la MFLE y la condición en la que probablemente ocurren la mayoría de las fracturas de componentes mecánicos o estructurales, porque estos son normalmente fabricados de materiales con alta ductilidad, como en el caso de aceros estructurales de bajo carbono y aleados <sup>[26]</sup>.

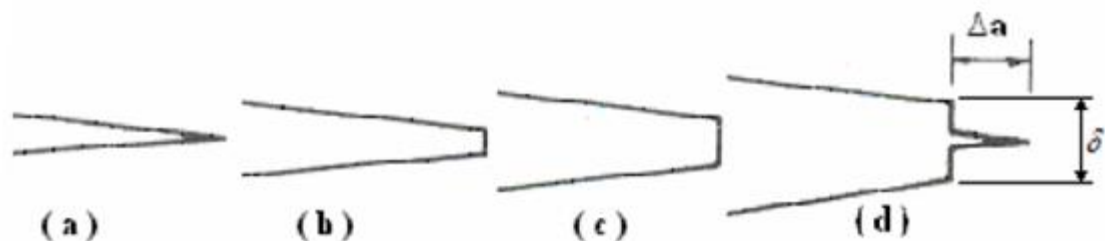
MFEP fue propuesta por Wells en 1961 <sup>[27]</sup>. Wells propuso que el desplazamiento de las superficies de la grieta es un área alternativa de la tenacidad a la fractura. Al propagarse la zona plástica a través de toda la sección agrietada, la deformación plástica puede ocurrir libremente. Esta idea se convirtió en la base del método de desplazamiento de abertura en la punta de la grieta (CTOD).

**2.4.1.3 Desplazamiento de abertura en la punta de la grieta (CTOD).** En el régimen dúctil el CTOD  $\delta$ , es algunas veces utilizado para estimar la integridad de componentes estructurales agrietados.

La ventaja de la aplicación del CTOD como criterio de fractura es que el concepto de abertura crítica no es limitado por condiciones de linealidad ni de plasticidad restringida, sino que puede extenderse a condiciones de plasticidad generalizada.

Este método se desarrolla para los casos en donde ocurre la plasticidad de forma significativa. Diferente a lo que sucede con la MFLE, en el CTOD, debido a la existencia de una zona plástica de tamaño significativo en la punta de la grieta, las dos superficies de la punta de la grieta se separan sin haber un crecimiento de la misma. El proceso de fractura es controlado inicialmente por la intensa deformación plástica adyacente a la punta de grieta, es decir, la abertura de la punta de la grieta es una medida de esta deformación y la propagación de la grieta se inicia a partir de un valor crítico de esta abertura.

En materiales tenaces donde una considerable zona plástica es creada delante de la grieta, Wells propuso que la extensión inestable de una grieta ocurre a un valor crítico del desplazamiento local cerca de la punta de la misma, el desplazamiento de la abertura de la grieta ( $\delta$ ) se muestran en la figura 5.



**Figura 5.** Representación esquemática de deformación plástica en punta de grieta.

Fuente: Tomado de [26]

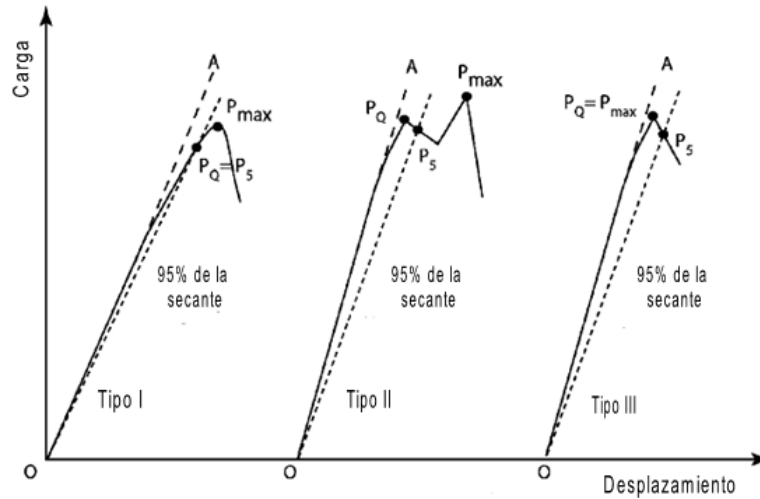
La falla del elemento agrietado, ocurre cuando la abertura de la punta de grieta asume un valor crítico, de esta forma se procura relacionar el parámetro CTOD con situaciones prácticas <sup>[26]</sup>.

## 2.4.2 Determinación de la tenacidad a la fractura

**2.4.2.1 Tenacidad a la fractura  $K_{IC}$ .** Cuando un material se comporta de una forma lineal elástica antes de la falla, tal que la zona plástica alrededor de la punta de una grieta es pequeña en comparación a las dimensiones de la muestra, el valor crítico del factor de intensidad de esfuerzos,  $K_{IC}$ , puede ser un parámetro apropiado de fractura. El procedimiento se encuentra delineado en la norma ASTM E399 <sup>[28]</sup>. El procedimiento es cargar hasta la fractura una probeta normalizada pre-agrietada por fatiga a partir de una entalla. Durante la prueba se registra la carga y el desplazamiento de abertura de la entalla para determinar el  $K_{IC}$  si la prueba cumple con los requerimientos de validez de la norma.

Cuando una probeta es cargada hasta la falla, se registran la carga y el desplazamiento. En la figura 6 se muestra tres tipos de curvas cargas vs desplazamiento. La carga crítica,  $P_Q$  se define de diferentes formas, dependiendo del tipo de curva. Se debe construir una línea secante de 5% (una línea que inicia a partir del origen con una pendiente del 95% de la pendiente original de la pendiente elástica), para determinar  $P_5$ . En el caso del comportamiento modo I, la curva carga-desplazamiento es suave y se desvía ligeramente de la linealidad antes de llegar a la  $P_{máx}$ . Esta falta de linealidad puede ser causada por la plasticidad o crecimiento de grieta subcrítico. Para una curva modo I,  $P_Q = P_5$ . Con una curva modo II, se presenta un pequeño crecimiento inestable (pop in) antes que la curva se desvíe de la linealidad en un 5%. En este caso  $P_Q$  se define en el “pop in”. Un comportamiento que muestra el modo III significa que la probeta falla completamente antes que alcance el 5% de falta de linealidad, en tal caso,  $P_Q = P_{máx}$  <sup>[23]</sup>.

**Figura 6:** Tres tipos de comportamiento de una prueba  $K_{IC}$



Fuente: Tomado de [29]

La longitud de la grieta se debe medir desde la superficie de fractura y se define como el promedio de tres mediciones espaciadas igualmente. Una vez que se obtienen la longitud de grieta y  $P_Q$ , se calcula la tenacidad a la fractura a partir de las siguientes relaciones:

$$K_Q = \frac{P_Q}{B\sqrt{W}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad [MPa\sqrt{m}] \quad (21)$$

Donde:

$P_Q$  = Fuerza

$B$  = Ancho de la probeta

$W$  = Espesor

$f(a/w)$  = es una función adimensional de  $a/w$ .

El valor es un resultado válido si cumple con todos los siguientes requerimientos:

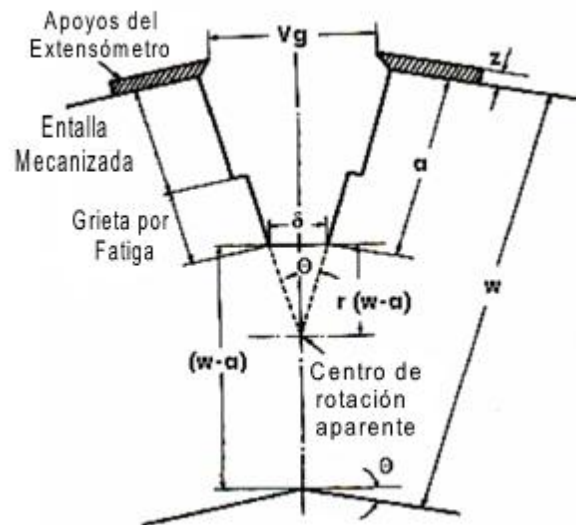
$$0,45 \leq \frac{a}{W} \leq 0,55 \quad (22)$$

$$B, a \geq 2.5 \left( \frac{K_Q}{\sigma_0} \right)^2 \quad (23)$$

$$P_{\max} \leq 1,10P_Q \quad (24)$$

**2.4.2.2 CTOD ( $\delta_{IC}$ ).** Las normas para determinar el desplazamiento de la abertura de la grieta son: ASTM E 1820, ASTM E 1290 y BS 5762 [29, 30,31]. El uso de un instrumento denominado extensómetro de fractura, permite monitorear la abertura de las caras de la grieta durante el ensayo. Como se hace difícil determinar experimentalmente el valor de CTOD ( $\delta$ ), es conveniente medir la abertura de la boca de la grieta ( $V_p$ ), y relacionarla con la abertura de la punta de la grieta. El método utilizado es basado en el modelo esquematizado en la figura 7 [26].

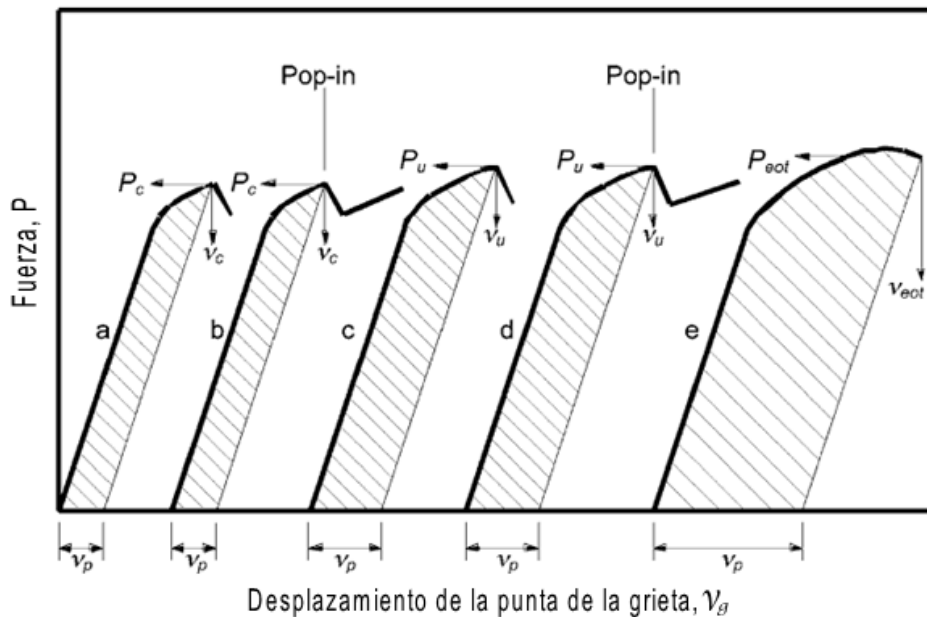
**Figura 7.** Representación del comportamiento de la probeta en el ensayo CTOD.



Fuente: Tomado de [26]

El desplazamiento de la abertura de la grieta en la punta de la grieta ( $v_p$ ), se obtiene a partir de las mediciones del desplazamiento de la abertura en la línea de carga o en la cara frontal del espécimen. Este desplazamiento es medido con un extensómetro. La gráfica resultante es una curva de fuerza contra el desplazamiento de la abertura de la grieta, figura 8. En esta figura se muestran los diferentes tipos de comportamiento que dependen de las extensiones de la grieta [23].

**Figura 8:** Diferentes tipos de comportamientos de fuerza contra desplazamiento de la abertura de la grieta medida con el extensómetro.



Fuente: Tomado de [30]

Para calcular el CTOD se utiliza la siguiente expresión:

$$\delta = \frac{K^2(1 - \nu^2)}{2E\sigma_y} + \frac{0.44(W - a)V_p}{0.44W + 0.56a + z} \quad [\text{mm}] \quad (25)$$

$$K = \frac{P}{B\sqrt{W}} * Y \quad [MPa\sqrt{m}] \quad (26)$$

$Y = f\left(\frac{a_0}{W}\right)$  y es determinado para la probeta de flexión en tres puntos, SE(B) (Single Edge Bend Specimen) con distancia entre apoyos  $S=4W$ , de la siguiente manera:

$$Y = \frac{6\left(\frac{a_0}{W}\right)^{1/2} \left(1.99 - \frac{a_0}{W} \left[1 - \frac{a_0}{W}\right] \left[2.15 - 3.93\frac{a_0}{W} + 2.7\left(\frac{a_0}{W}\right)^2\right]\right)}{\left(1 + 2\frac{a_0}{W}\right) \left(1 - \frac{a_0}{W}\right)^{3/2}} \quad (27)$$

Donde:

$K$  = Factor de intensidad de tensiones

$P$  = Fuerza máxima

$B$  = Espesor

$W$  = ancho de la probeta

$\nu$  = Coeficiente de poisson

$E$  = Módulo de elasticidad

$\sigma_y$  = Limite de fluencia o cedencia

$V_p$  = Componente plástico de desplazamiento

$a$  = tamaño de la grieta inicial

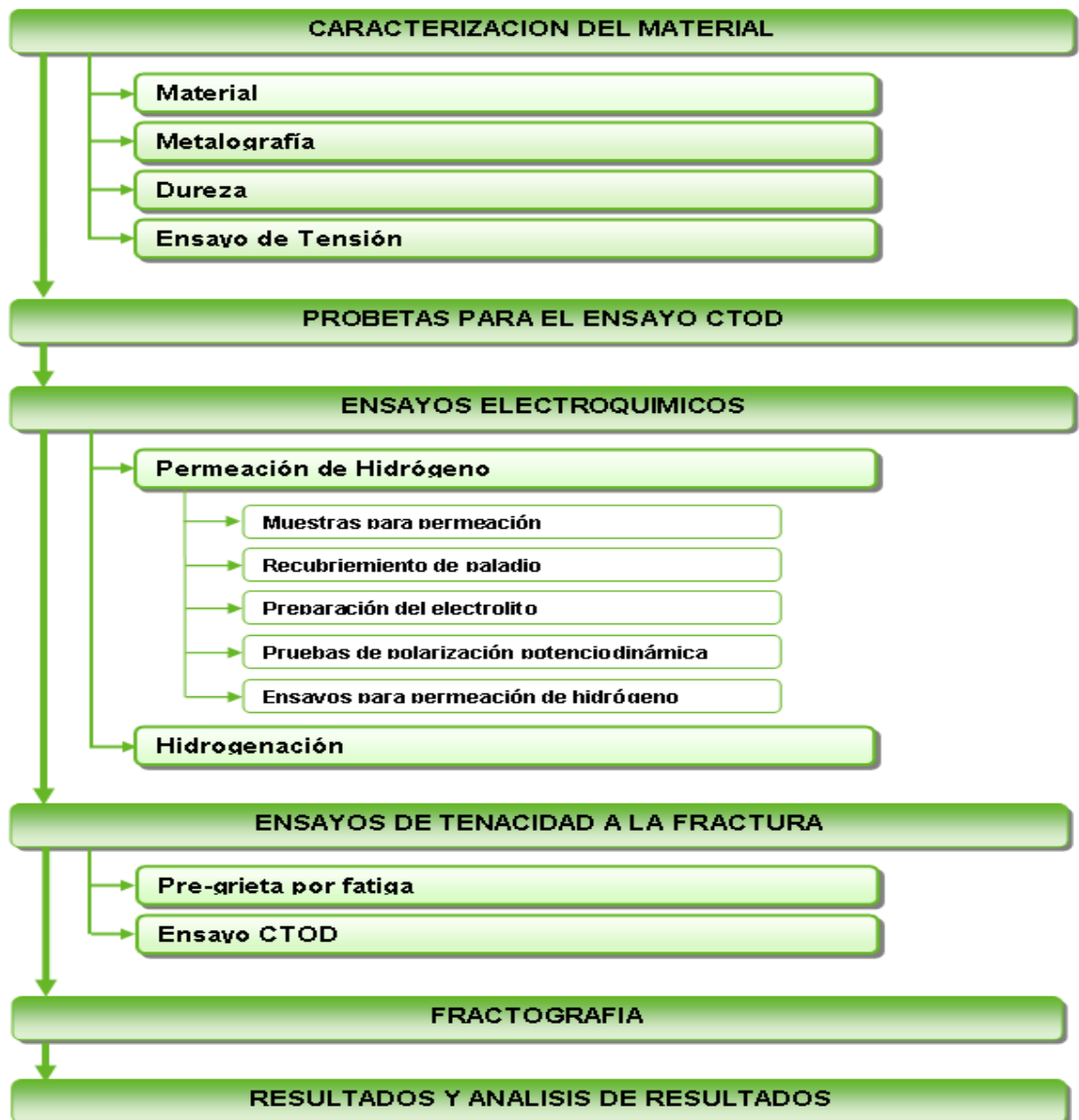
$z$  = distancia desde la cara de la probeta al apoyo del extensómetro de fractura.

El CTOD depende del espesor, del tamaño del ligamento ( $W - a$ ) y del tamaño de la grieta. El CTOD se usa como especificación mínima de ductilidad en la punta de grieta, que debe cumplir un material para una aplicación dada.

### 3. METODOLOGÍA

En la figura 9 se muestra un diagrama de flujo con las etapas que se llevaron a cabo para la realización de la presente investigación, posteriormente se hará una descripción detallada de cada una de ellas.

Figura 9. Diagrama representativo de la metodología realizada en la investigación

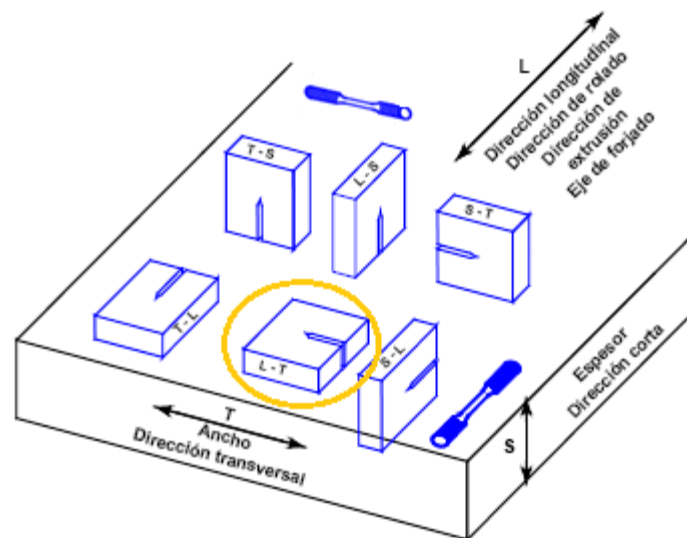


Fuente: Los autores

### 3.1 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL

**3.1.1 Material.** El material utilizado en esta investigación fue una lámina de acero A 283 Gr C de 25,4 mm de espesor. La composición química se determinó en un espectrómetro, marca SHIMADZU PDA 7000. Las probetas de flexión en tres puntos SE(B) se fabricaron en la orientación L-T. La figura 10, muestra un esquema de la orientación en que se obtuvieron las probetas, que fueron usadas para los ensayos de mecánica de la fractura.

**Figura 10.** Orientación de las probetas de mecánica de la fractura SE (B).



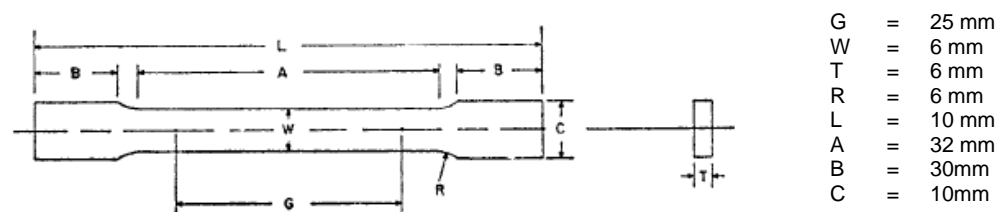
Fuente: Tomado de [23]

**3.1.2 Metalografía.** Las muestras de acero A 283 Gr C fueron caracterizadas metalográficamente por microscopía óptica. Las muestras se cortaron de la lámina de acero, que fueron pulidas mecánicamente con lijas de 120 a 600, posteriormente pulidas con alúmina de 1  $\mu\text{m}$  a 0.05  $\mu\text{m}$  y luego atacadas con nital 2% para revelar la microestructura del material.

**3.1.3 Dureza.** Fueron realizados ensayos de dureza Brinell en el durómetro de pedestal GNEHM HORGEM Brickers 220 de fabricación suiza, en el laboratorio de ingeniería de materiales del ICP, para las muestras hidrogenadas y no hidrogenadas. Los ensayos consistieron en la aplicación de una carga de 187.5 kg por medio de una esfera de 2.5 mm de diámetro.

**3.1.4 Ensayo de Tensión.** Los ensayos de tensión fueron realizados en el Laboratorio de ingeniería de Materiales del ICP, en la máquina universal de ensayos Material Test System, MTS 810, basados en la norma ASTM E8M [32] para el diseño geométrico de las probetas estándar (figura 11). Estos ensayos fueron realizados a temperatura ambiente.

**Figura 11.** Dimensiones de la Probeta de tensión

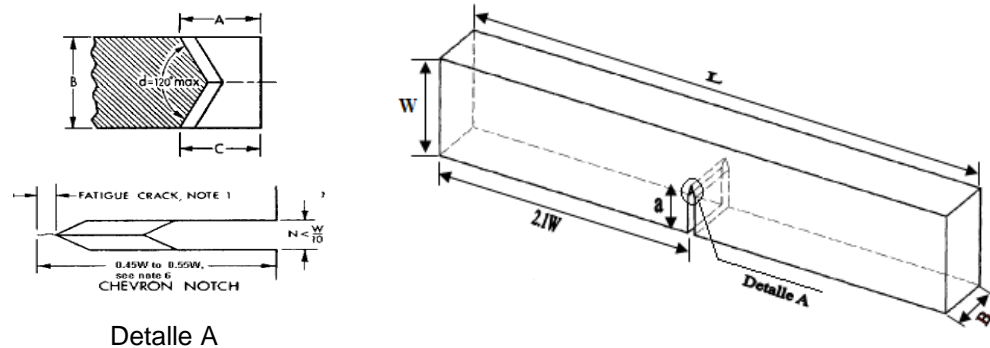


Fuente: Tomado de [32]

### 3.2 PROBETAS PARA EL ENSAYO CTOD.

Las probetas seleccionadas para la determinación de la tenacidad de fractura del Acero A283 Gr C en el ensayo CTOD fueron probetas del tipo flexión en tres puntos, SE(B), el mecanizado de las probetas SE(B) que se utilizó, se hizo siguiendo el diseño recomendado en la norma ASTM E1290 [30], adoptando un espesor (B), ancho (W), y profundidad de entalla (a) equivalentes a 9.52 mm, 19.05 mm y 8.57 mm respectivamente. La figura 12 muestra la geometría adoptada en la preparación de las probetas para el ensayo CTOD de tipo SE(B).

**Figura 12.** Dimensiones de la probeta de flexión en tres puntos, SE (B)



Fuente: Los autores

### 3.3 ENSAYOS ELECTROQUÍMICOS

#### 3.3.1 Permeación de Hidrógeno

**3.3.1.1 Muestras para Permeación.** Para los ensayos de polarización potenciodinámica y permeación electroquímica de hidrógeno del acero A 283 grado C, las muestras fueron cortadas en secciones cuadradas de 18 x 18 mm y con un espesor igual a 1 mm, las cuales se llevan hasta un espesor de 0.3 mm por medio de pulido a lija.

Para la iniciación de los ensayos de permeación las probetas fueron pulidas hasta lija 600 y desengrasadas con acetona.

**3.3.1.2 Recubrimiento de paladio.** Las probetas deben ser lijadas hasta papel número 600 desengrasada con acetona, sumergirlas en HCl al 25% por 5 segundos, lavarlas con agua destiladas, alcohol y secarlas con aire caliente, después sumergirlas en la solución de paladio y posteriormente lavadas con agua destilada y secarlas.

➤ **Composición del electrolito**

- Agua destilada
- Cloruro de paladio (PdCl<sub>2</sub>) 0.5 g.
- Hidróxido de amonio NH<sub>4</sub>OH
- Volumen final =100 ml

➤ **Condiciones**

- Temperatura 25°C
- Densidad de corriente 2 mA/cm<sup>2</sup>
- Agitación 100 rpm
- Ánodo de platino
- Relación cátodo ánodo 1:1
- pH final 10 a 11

**3.3.1.3 Preparación del electrolito.** Todas las pruebas electroquímicas fueron realizadas en solución de NaOH 0.1 N, a temperatura ambiente con un pH de 12, esta solución se burbujeó con nitrógeno durante el tiempo de ensayo y dos horas antes con el fin de desairearla evitando la presencia de oxígeno.

**3.3.1.4 Pruebas de Polarización Potenciodinámica.** Las pruebas de polarización potenciodinámica se llevaron a cabo como primer paso, con el fin de determinar las condiciones de generación de hidrógeno que serán utilizadas en los ensayos de permeación.

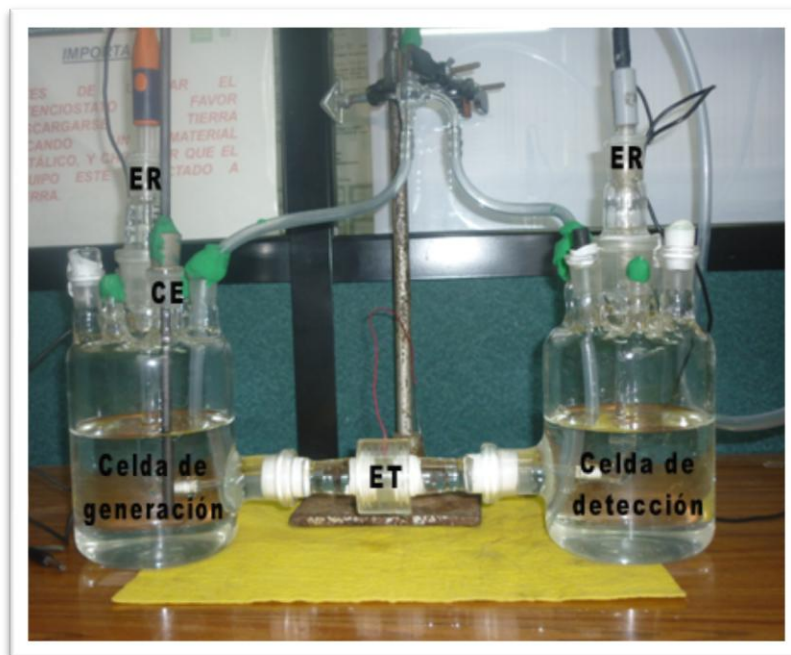
Estas pruebas se realizan en las siguientes etapas:

- **Primera Etapa:** Eliminación del oxígeno disuelto en la solución burbujeando nitrógeno dos horas antes del ensayo.

- **Segunda Etapa:** Se realiza el montaje de la celda electroquímica que consiste del electrodo de trabajo, contraelectrodo y electrodo de referencia.
- **Tercera Etapa:** Se determina el potencial de corrosión o circuito abierto entre el electrodo de trabajo y el electrodo de referencia.
- **Cuarta Etapa:** Se aplica una rampa de potencial de +0.1667 V/s, a partir del potencial de corrosión, hasta 2 V para polarización anódica y -0.1667 V/s hasta -2 V para polarización catódica. La aplicación del potencial es entre el contraelectrodo y el electrodo de trabajo.
- **Quinta Etapa:** Se dibuja la curva de polarización potenciodinámica.

**3.3.1.5 Ensayos para Permeación de Hidrógeno.** Los ensayos de permeación se realizaron en el laboratorio del Grupo de Investigación en Corrosión, GIC, sede UIS-Guatiguará, utilizando como guía los lineamientos propuestos por la norma ASTM G148 <sup>[33]</sup>. Estos ensayo fueron de tipo bipotenciostáticos, utilizando una celda electroquímica “Celda de Devanathan” <sup>[7]</sup> la cual se compone de dos compartimientos (de generación y detección de Hidrógeno) separadas por la muestra de estudio. El montaje experimental de la celda de permeación de se observa en la figura 13.

**Figura 13.** Montaje experimental de la celda de permeación, donde ET es el electrodo de trabajo (muestra de acero A283 grado C,  $t = 0.3$  mm), CE es el contraelectrodo (grafito) y ER es el electrodo de referencia (SCE).



Fuente: Los autores

Esta prueba se realizó en las siguientes etapas:

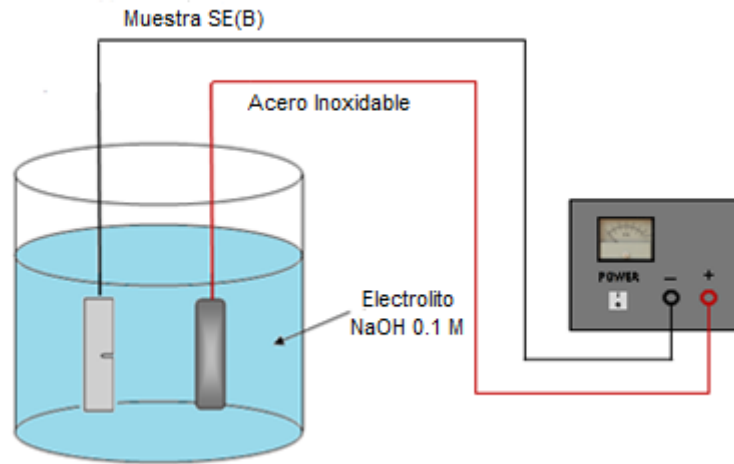
- **Etapa de potencial de circuito abierto:** Se llena de electrolito el compartimiento de detección de la celda y se determina el potencial de circuito abierto ( $E_0$ ), en el compartimiento de generación, que es el potencial medido entre el electrodo de trabajo y el electrodo de referencia.
- **Etapa de desgasificación:** Se aplica el potencial de circuito abierto ( $E_0$ ), al compartimiento de detección lo cual funciona como una bomba de succión para eliminar el hidrógeno difusible del material, existiendo una corriente anódica que fluye del electrodo de trabajo para el contraelectrodo.

Después de aplicar el potencial de corrosión, se verifica que el valor de la variación de la corriente anódica sea imperceptible a la sensibilidad de la interface, es decir que permanezca muy pequeña,  $1 \times 10^{-9}$  A, con la cual se puede decir que la concentración de hidrógeno difusible es aproximadamente nula y se garantiza el equilibrio de la reacción de generación de H.

- **Etapa de Hidrogenación:** Se aplica el potencial de generación de Hidrógeno, el cual es hallado en la curva de polarización catódica, medido entre el electrodo de referencia y el electrodo de trabajo en la celda de generación; registrando la evolución de la corriente anódica que parte de cero por el paso de desgasificación.
  
- **Etapa final:** Se llega al estado estacionario, donde la corriente anódica es constante en el tiempo, y obtenida la curva de permeación se desmonta el sistema experimental procediendo al análisis de los datos obtenidos.

**3.3.2 Hidrogenación.** La hidrogenación de las probetas para el ensayo CTOD, SE(B) después de ser pre-agrietadas por fatiga, se realizaron en las mismas condiciones experimentales de los ensayos electroquímicos: solución acuosa de 0,1 M de NaOH, pH=12 y a temperatura ambiente. La electrólisis se llevó a cabo con un electrodo de acero inoxidable AISI 403 como ánodo y como cátodo la probeta de CTOD. La figura 14 muestra la celda utilizada para la hidrogenación.

**Figura 14.** Diseño esquemático de la celda utilizada para la hidrogenación de las muestras.



Fuente: Los autores

El proceso de introducción de hidrógeno en un material, así como el tiempo necesario para que todo el volumen de la muestra este saturado con una distribución uniforme de hidrógeno, se pueda obtener mediante el empleo de la segunda ley de Fick con las siguientes condiciones iniciales <sup>[33]</sup>:

$$\text{Para } t = 0, \quad c(x, 0) = 0$$

$$\text{Para } t > 0, \quad c(0, t) = C_0$$

Despreciando cualquier ganancia o pérdida de los lados de la muestra y suponiendo  $D$  independiente de la concentración, la solución de la segunda ley de Fick se puede expresar por <sup>[3]</sup>:

$$\frac{c(x, t)}{C_0} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{n_p=0}^{\infty} \frac{(-1)^{n_p}}{2n_p + 1} \exp \left[ -(2n_p + 1)^2 \frac{\pi^2}{4} \frac{Dt}{L^2} \right] \cos \left[ \left( \frac{2n_p + 1}{2} \right) \pi \frac{x}{L} \right] \quad (28)$$

La representación gráfica de esta función es la evolución con el tiempo del perfil de concentración de hidrógeno a través de la muestra (Ver Anexo). Donde  $C_0$  es la concentración próxima a la superficie del metal, y equivale a la solubilidad,  $S$ , de hidrógeno en el material,  $D$  la difusividad,  $L$  el espesor de la probeta SE (B),  $t$  tiempo de hidrogenación y  $n_p$  es el número de términos de la serie de potencias. El tiempo de permanencia varía de acuerdo al espesor y las concentraciones requeridas que serán determinadas por el ensayo de permeación.

La densidad de corriente utilizada en la hidrogenación fue de  $10 \text{ mA/cm}^2$ , que es la densidad de corriente correspondiente al potencial de evolución de hidrógeno, obtenido por medio de la curva de polarización potenciodinámica.

Las probetas después de la hidrogenación, fueron recubiertas con una delgada película de cobre por inmersión en solución saturada de  $\text{CuSO}_4$ , para evitar la pérdida del hidrógeno reversible contenido en la muestra.

### **3.4 ENSAYOS DE TENACIDAD A LA FRACTURA**

**3.4.1 Pre-grieta por fatiga.** Las probetas de tipo SE (B) fueron pulidas en las superficies laterales justo en la punta de la entalla maquinada, para facilitar el seguimiento visual de la propagación de la pre-grieta por fatiga utilizando una lupa y una lámpara. El pre-agrietamiento de las muestras tiene como objetivo inducir un estado de tensiones más severo del causado solamente por la entalla mecánica.

La grieta por fatiga en las probetas es generada por cargas cíclicas hasta que se crea la longitud de grieta deseada. Basado en la norma ASTM E1290 y E399<sup>[30, 28]</sup>, el factor de intensidad de esfuerzo durante cualquier etapa de pre-grieta no debe exceder el 80% del  $K_{IC}$ . La norma también expresa que la longitud de la grieta por fatiga no debe ser menor de 1.3 mm o  $0.0025W$ .

La norma ASTM E1290 <sup>[30]</sup> recomienda que las probetas se deben pre-fisurar con una carga máxima de fatiga menor o igual a un valor  $P_f$ , dado por:

$$P_f = 0.5 \frac{B b_0^2 \sigma_y}{S} \quad (29)$$

Donde:

B = Espesor

$b_0 = W - a$

S = 4W

$\sigma_y$  = Esfuerzo de fluencia efectivo

$$\sigma_y = \frac{\sigma_{ys} + \sigma_{TS}}{2} \quad (30)$$

Siendo  $\sigma_{ys}$  y  $\sigma_{TS}$ , los esfuerzos último y de fluencia para el material.

La pre-grieta por fatiga de las probetas fue realizado en el laboratorio de Ingeniera de materiales de ECOPETROL-ICP, a temperatura ambiente, utilizándose una máquina servo-hidráulica de ensayos, Material Test System, MTS 810 (figura 15), con celda de carga de 100 KN.

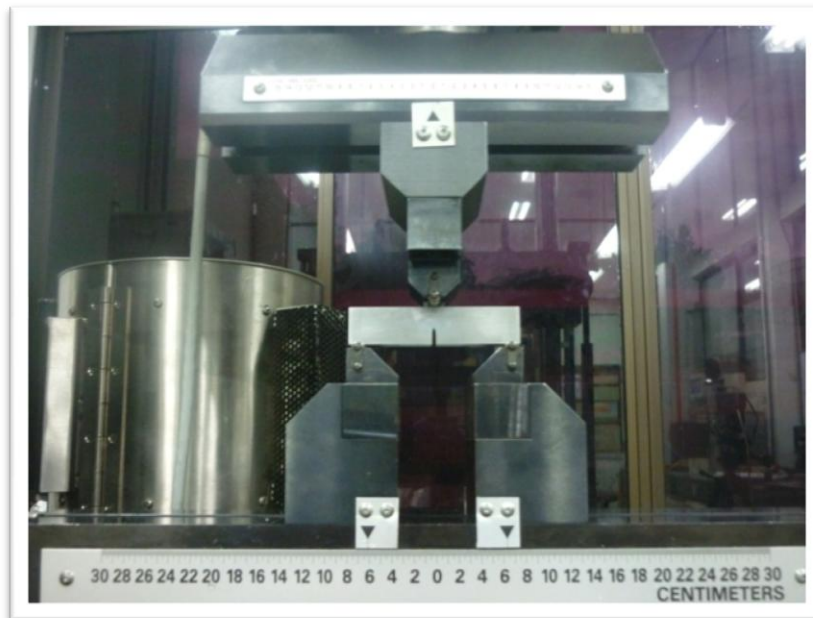
**Figura 15.** Máquina servo-hidráulica MTS 810



Fuente: Los autores

Basados en cálculos preliminares, el valor del  $K_{m\acute{a}x}$  para el pre-agrietamiento es  $23 \text{ Mpa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , la relación de carga  $R=P_{\text{min}}/P_{\text{max}}$  es de 0.1, con una carga máxima de fatiga,  $P_{\text{max}}= 2.64 \text{ KN}$  y frecuencia de 60 Hz, se asignaron al software para generar la grieta. Las grietas de 1.3 mm se revelan en la punta de la entalla después de 2 horas de carga cíclica, con un número de ciclos entre  $5 \times 10^5$  y  $6 \times 10^5$ . La figura 16 representa la muestra montada en el dispositivo construido para la realización de la pre-grieta.

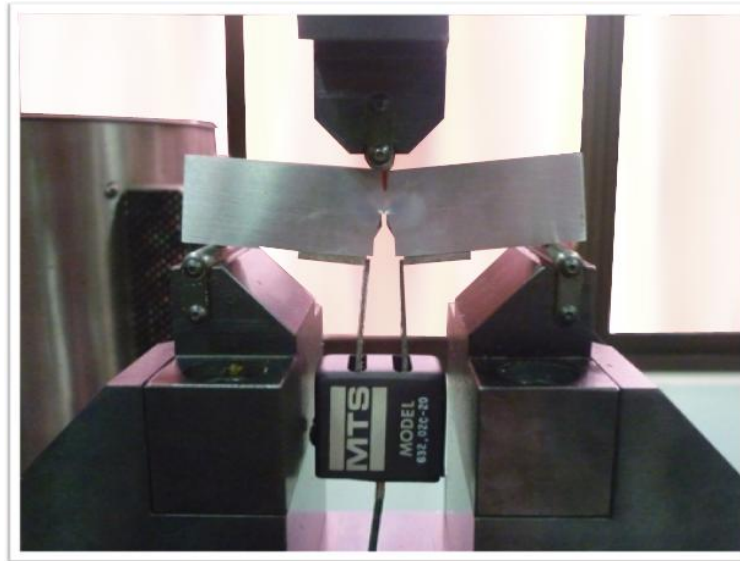
**Figura 16.** Dispositivo para el pre-agrietamiento de la muestra.



Fuente: los autores

**3.4.2 Ensayo CTOD.** El equipo para los ensayos de CTOD fue el mismo utilizado para el pre-agrietamiento de las muestras. Los ensayos fueron realizados según las norma ASTM E1290 <sup>[30]</sup>, a temperatura ambiente y se utilizó un extensómetro en el extremo de la entalla maquinada de cada probeta, con el fin de monitorear la abertura de la punta de grieta, como se muestra en la figura 17. La carga aplicada a las probetas fue de modo I y se utilizó una velocidad de desplazamiento de 0.5 mm/min. Al final de cada ensayo y por medio del software, se obtuvieron gráficas de carga versus abertura del extensómetro de fractura. Para cada tiempo de hidrogenación (16, 48 y 96 horas) y sin hidrógeno, fueron ensayadas 3 probetas.

**Figura 17.** Extensómetro de Fractura.



Fuente: Los autores

### **3.5 FRACTOGRAFÍA**

Con el objetivo de determinar el micromecanismo de propagación de grieta durante la carga de las probetas en los ensayos de CTOD, éstas fueron observadas en el microscopio digital HIROX y posteriormente en el microscopio de barrido electrónico (SEM).

## 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

### 4.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA

La composición química obtenida por espectrometría de emisión óptica se muestra en la tabla 1 y se encuentra dentro de las especificaciones de la norma ASTM A283<sup>[36]</sup>.

**Tabla 1.** Composición química del acero A283 Gr C, % peso.

	C	Mn	P	S	Si
(*)	0.24	0.90	0.035	0.04	0.40
(**)	0.228	0.873	0.0129	0.0081	0.236

Fuente: Los autores

### 4.2 METALOGRAFÍA

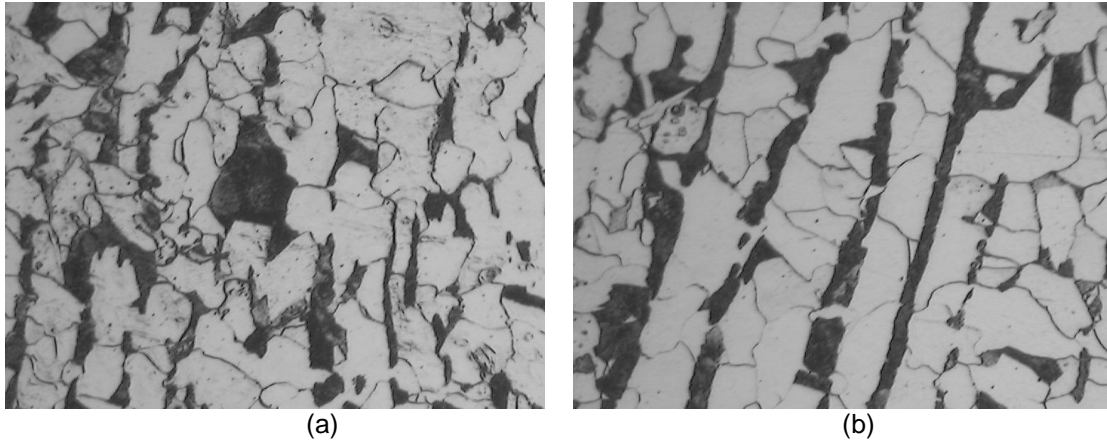
La figura 18 muestra la microestructura del acero ASTM A283 grado C utilizado para el presente trabajo. Se observa una microestructura de bandas de perlita en una matriz ferrítica en las direcciones longitudinal y transversal, correspondiente a un acero laminado en caliente sin tratamiento térmico posterior.

---

(\*) Composición química máxima del acero ASTM A283 grado C, según lo especificado en la norma ASTM A283<sup>[35]</sup>.

(\*\*) Composición química experimental de la lámina de acero ASTM A283 grado C utilizada.

**Figura 18.** Microestructura del acero ASTM A283 grado C. (a) Dirección longitudinal, 200X. (b) Dirección transversal, 200X.



Fuente: Los autores

### 4.3 DUREZA

Los resultados de dureza Brinell para el acero A283 grado C hidrogenado y no hidrogenado se muestran en la tabla 2.

**Tabla 2.** Dureza Brinell del acero A283 grado C

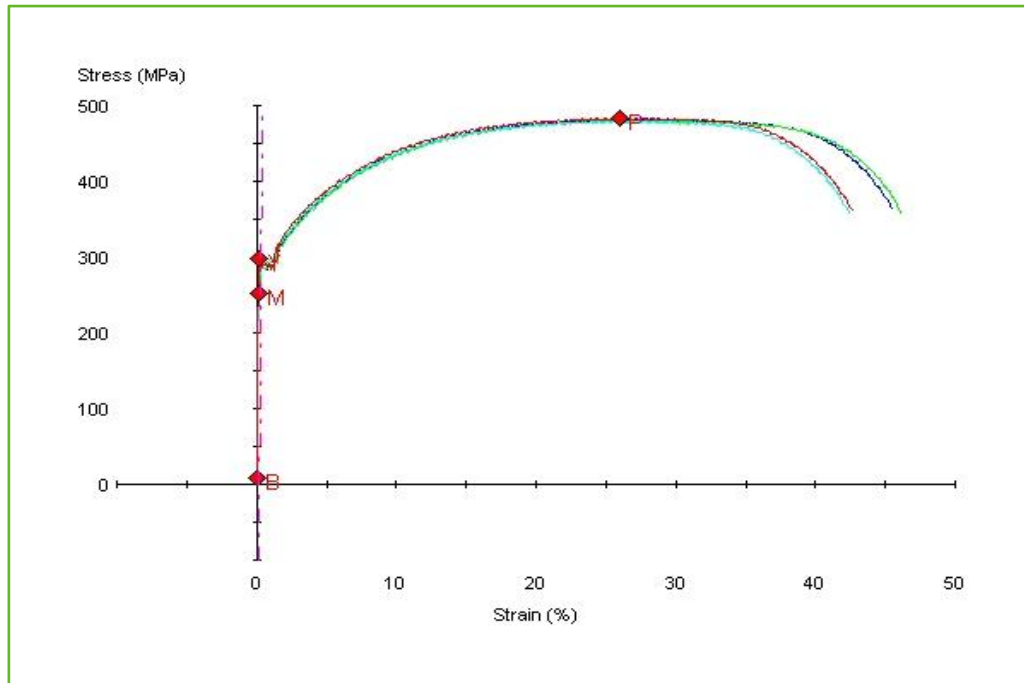
MUESTRA		DUREZA BRINELL
NO HIDROGENADA		141± 0.82
HIDROGENADA	16 horas	142±1.41
	48 horas	138.66±0.47
	96 horas	136.66±1.7

Fuente: Los autores

#### 4.4 ENSAYO DE TENSIÓN

Una gráfica de los ensayos de tensión en la probeta estándar se muestra en la figura 19. En la tabla 3 se muestran los valores de las propiedades mecánicas.

**Figura 19.** Curva de tensión



Fuente: Los autores

**Tabla 3.** Propiedades mecánicas del acero A283 grado C.

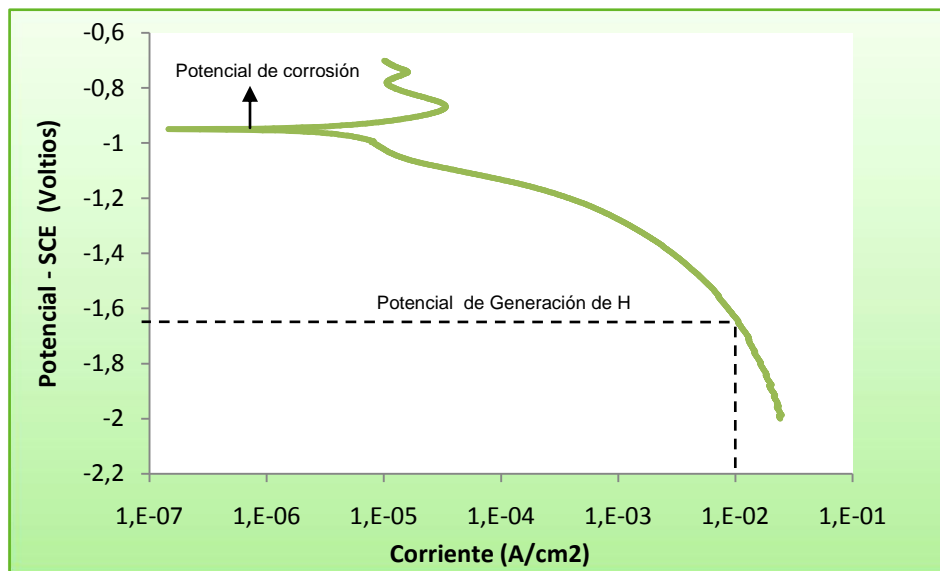
PROPIEDADES MECÁNICAS	
Esfuerzo último MPa [ksi]	482.3 [169.94]
Límite de fluencia MPa [ksi]	287.8 [441.74]
% Elongación, (50 mm)	37.54

Fuente: Los autores

#### 4.5 POLARIZACIÓN POTENCIODINÁMICA

La curva de polarización potenciodinámica obtenida para el acero A283 grado C, se observa en la figura 20.

**Figura 20.** Curva de polarización del acero A283 grado C, electrolito NaOH 0.1 M, a temperatura ambiente.



Fuente: Los autores

**Tabla 4.** Valores de densidad de corriente y potencial de generación vs el electrodo de calomel saturado obtenidos para el acero A283 grado C

POTENCIAL DE GENERACIÓN DE HIDROGENO (mV)	DENSIDAD DE CORRIENTE (mA/cm <sup>2</sup> )
-1295	10

Fuente: Los autores

La curva de polarización potenciodinámica proporciona el conocimiento de las interacciones que existe entre electrolito, NaOH 0.1 M, y la superficie metálica, siendo posible establecer la densidad de corriente y el potencial en los cuales se genera hidrógeno suficiente por la reacción catódica, de acuerdo con la ecuación:



En el cual el hidrógeno presente en la solución en forma iónica como  $H^+$  pasa a hidrógeno como  $H$ , que es parcialmente adsorbido en la superficie de una de las caras de la muestra, difundiéndose a través del espesor de toda la muestra hasta alcanzar la cara opuesta donde ocurre una reacción anódica dada por la ecuación:



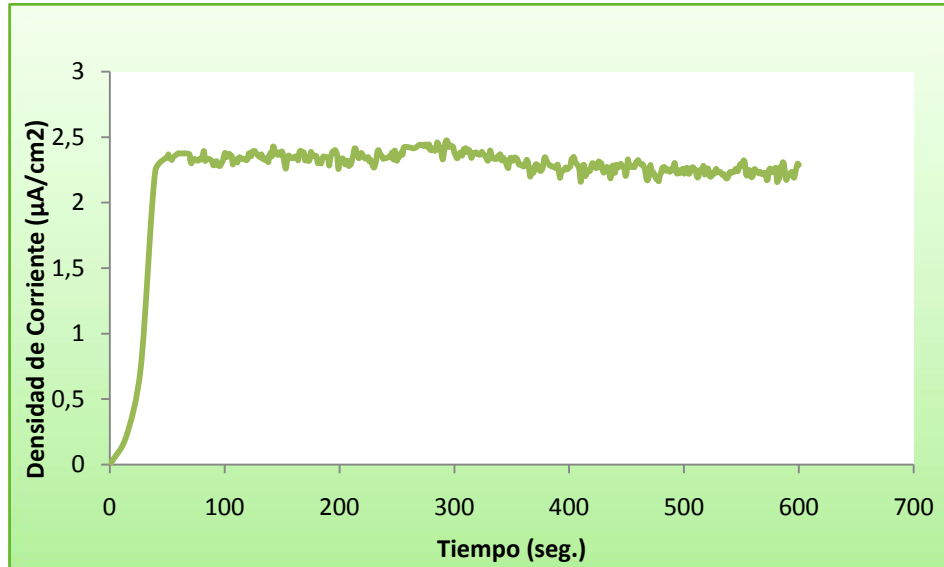
De acuerdo con la curva de polarización potenciodinámica, se tomó un valor de densidad de corriente de  $10 \text{ mA/cm}^2$  y un potencial de generación de hidrógeno igual a  $-1295 \text{ mV vs Electrodo de calomel saturado (SCE)}$ , este valor de generación es considerado un potencial adecuado para el cual la muestra se encuentra en el estado de polarización por concentración, asegurando que se va a cumplir con la ecuación 31, la cual confirma la existencia de un equilibrio en el proceso de generación de hidrógeno.

#### **4.6 PERMEACIÓN DE HIDRÓGENO**

La curva experimental obtenida para la permeación de hidrógeno por el método duplo-potenciostático, registra la evolución de la corriente anódica en función del tiempo hasta llegar al estado estacionario, como se observa en la figura 21.

Los parámetros de la cinética de permeación de hidrógeno para el acero A283 grado C, de 0.3 mm de espesor, se determinaron aplicando un potencial de generación de -1295 mV.

**Figura 21.** Curva de permeación de hidrógeno para el acero A283 Gr C.



Fuente: Los autores

A partir de la curva experimental de permeación de hidrógeno mostrada en la figura 21, fueron calculados los parámetros de la cinética de permeación: difusividad aparente, solubilidad y permeabilidad. Los resultados se muestran en la tabla 5 que corresponden a los valores obtenidos por medio de las ecuaciones 11, 13 y 18.

En la curva de permeación de hidrógeno que se muestra en la figura 21, se puede ver la coexistencia de un estado transitorio y uno estacionario en la cinética de permeación.

**Tabla 5.** Parámetros de permeación de hidrógeno obtenidos a temperatura ambiente para el acero A 283 grado C.

$I_{max}$ (A/m <sup>2</sup> )	$t_b$ (s)	Difusividad $D_{ap}$ (m <sup>2</sup> /s)	Solubilidad $S_{ap}$ (mol H/m <sup>3</sup> )	Permeabilidad P (mol H/m.s)
0.0239	22	$2.77 \times 10^{-10}$	0.278	$7.43 \times 10^{-11}$

Fuente: Los autores

Interpretando el estado transitorio como la etapa durante la cual el hidrógeno se ubica dentro del metal, interactuando con los defectos tipo límites de grano y trampas, hasta finalmente saturar la estructura del material; la inclinación o pendiente de la recta tangente a la curva en esta etapa, puede ser considerada como la rapidez o facilidad con que se está llevando a cabo esta interacción/saturación con hidrógeno<sup>[18]</sup>. De esta forma al reducirse el número de defectos o trampas en la red del material, la movilidad de los átomos de hidrógeno se da con mayor rapidez, alcanzando el estado estacionario en un tiempo menor que cuando se tiene un mayor número de atrapadores dentro de la red.

Las curvas de permeación permiten verificar la influencia del espesor en la difusión de hidrógeno, como se analizó en el trabajo realizado por Olaya<sup>[18]</sup>. El desplazamiento hacia la derecha de las curvas a medida que aumentan el espesor, refleja el aumento del tiempo necesario para alcanzar el estado estacionario, es decir que aumenta el tiempo para conseguir la saturación de la estructura con hidrógeno.

Se puede decir entonces que al aumentar el espesor, el camino que debe recorrer el hidrógeno es mayor, lo cual incrementa la probabilidad de interactúa con un mayor número de defectos tipo límites de grano y/o trampas por unidad de volumen, ocasionando una disminución en la permeabilidad de hidrógeno.

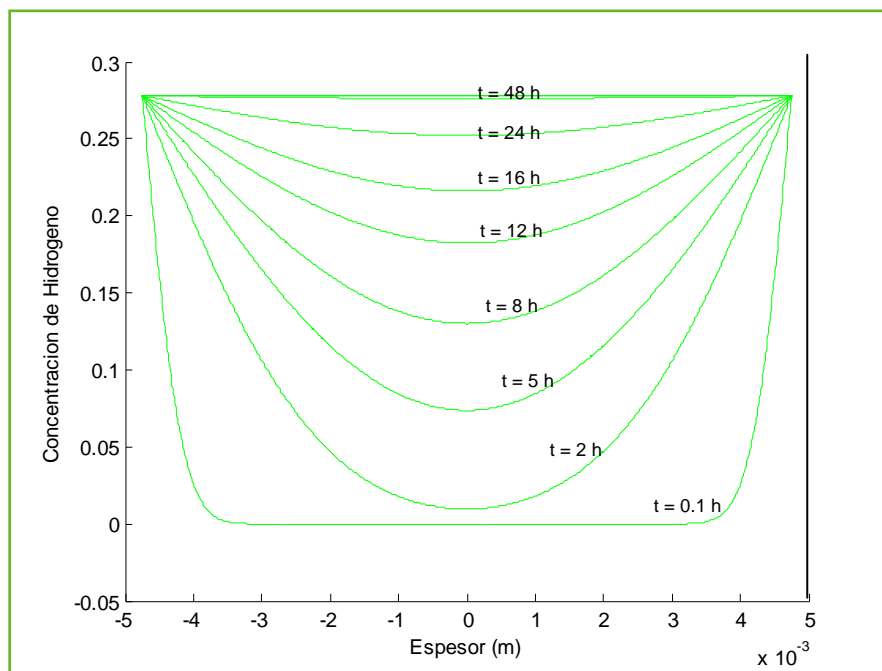
## 4.7 HIDROGENACIÓN

La cantidad de hidrógeno absorbido en las probetas SE(B) durante el cargamento no solo depende de la densidad de corriente de carga electroquímica, sino también del cargamento de hidrógeno.

Las probetas SE(B) fueron cargadas con hidrógeno a una densidad de corriente  $i=10 \text{ mA/cm}^2$  con diferentes tiempo de carga.

Los cambios en los perfiles de tiempo de concentración de hidrógeno a las muestras hidrogenadas se muestran en la figura 22. A partir de los gráficos del perfil de concentración de hidrógeno con el espesor, fue posible estimar el tiempo necesario para la obtención de una concentración de hidrógeno homogénea. Este modelo fue desarrollado por Vianna <sup>[13]</sup> y fue adaptado con los valores experimentales de permeación del acero A283 grado C obtenidos en este estudio.

**Figura 22.** Evolución en el perfil de tiempo de concentración de hidrógeno



Fuente: Los autores

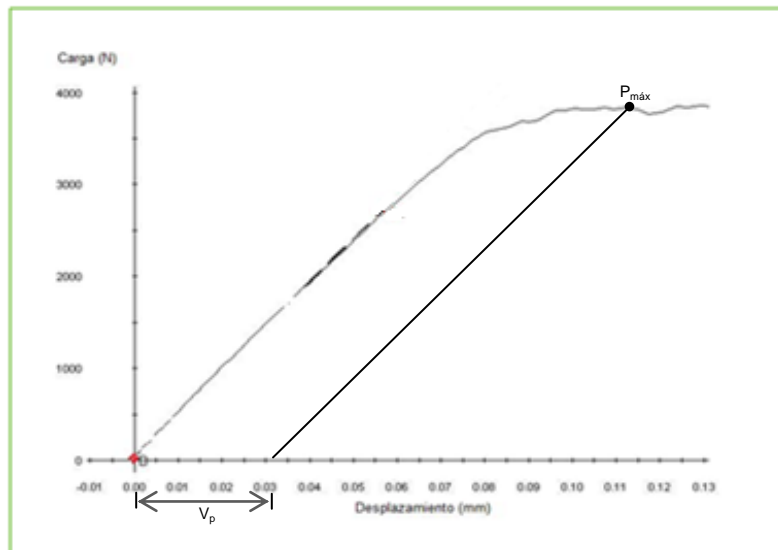
## 4.8 ENSAYO CTOD

A continuación se muestran los gráficos que representan el comportamiento de carga,  $P$ , versus el desplazamiento de extensómetro,  $V_p$ , obtenidos en los ensayos CTOD realizados según la norma ASTM E1290 <sup>[30]</sup>.

Las figuras 23, 24, 25 y 26 corresponden a las curvas carga vs desplazamiento de las muestras en estado hidrogenado y no hidrogenado.

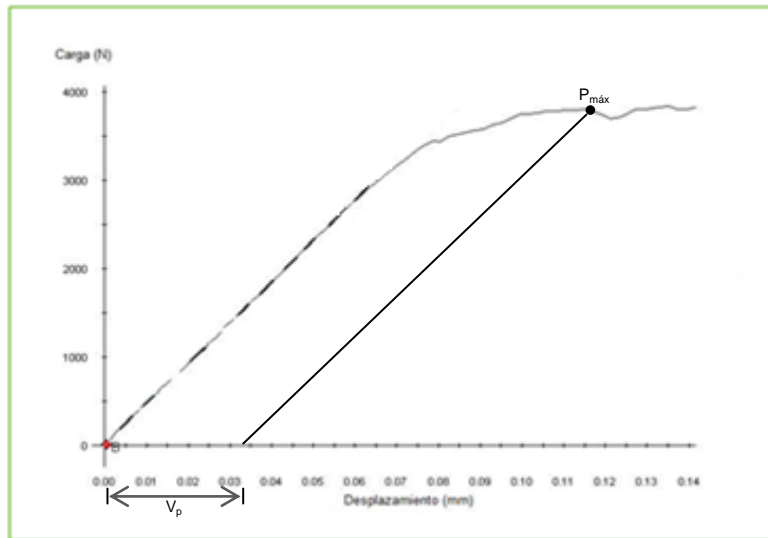
Para determinar los valores de CTOD, fue adoptada la ecuación 25 según la norma ASTM E1290 <sup>[30]</sup>, mientras que el factor de intensidad de tensiones ( $K$ ) se calculó de acuerdo a la ecuación 26. La función del factor de intensidad de tensiones ( $Y$ ) se determinó por la ecuación 27 establecida por la norma ASTM E1290 <sup>[30]</sup>. Para los valores de coeficiente de Poisson,  $\nu$  y módulo de elasticidad fue utilizado 0.3 y 314181.49 MPa, respectivamente. El parámetro  $z$  fue de 1.81 mm, una vez que el extensómetro de fractura fue localizado en los apoyos al final de la entalla mecanizada.

**Figura 23.** Curva de carga vs. Desplazamiento del extensómetro de la muestra no hidrogenada.



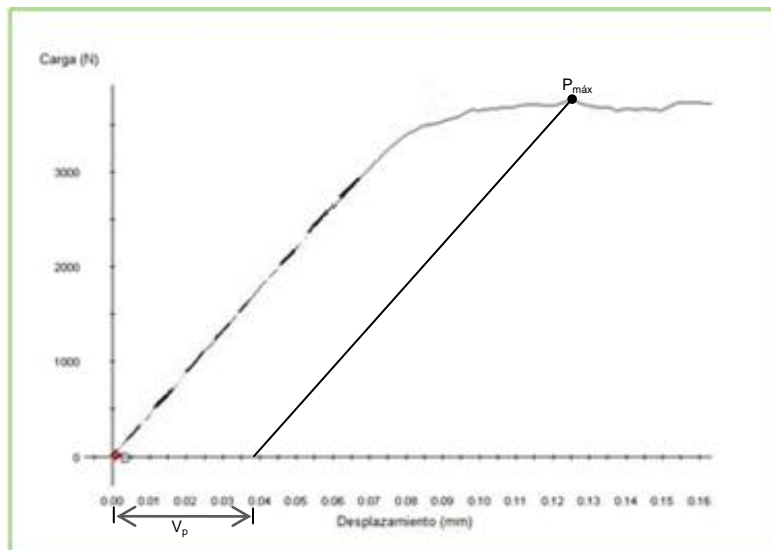
Fuente: Los autores

**Figura 24.** Curva de carga vs. Desplazamiento del extensómetro de la muestra hidrogenada a 16 horas.



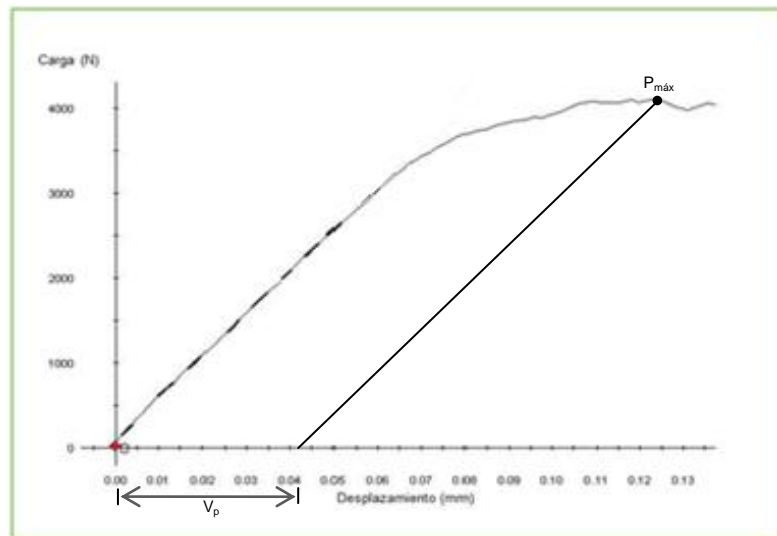
Fuente: Los autores

**Figura 25.** Curva de carga vs. Desplazamiento del extensómetro de la muestra hidrogenada a 48 horas.



Fuente: Los autores

**Figura 26.** Curva de carga vs. Desplazamiento del extensómetro de la muestra hidrogenada a 96 horas.



Fuente: Los autores

La primera parte de la ecuación 25 representa la parte elástica del CTOD. Esta parte es función de la carga máxima obtenida en el ensayo ( $P$ ), geometría de las muestras ( $B$  y  $W$ ), el tamaño del defecto ( $a$ ) y de las propiedades mecánicas del material ( $E$ ,  $\sigma_y$  y  $\nu$ )

La segunda parte de la ecuación 25 representa la parte plástica del CTOD. Esta parte es función del ligamento de la muestra ( $w-a$ ), y del desplazamiento del extensómetro de fractura " $V_p$ ".

El objetivo del procedimiento descrito por la norma ASTM E 1290 <sup>[30]</sup> es determinar los valores de CTOD,  $\delta_{IC}$ , en la punta de grieta, sin embargo no se puede obtener un valor de tenacidad válido para el material. Basados en la relación descrita por la norma API 579 Anexo F <sup>[37]</sup>, se puede determinar un valor  $K_{\delta C}$  equivalente a  $K_{IC}$ , usando el cálculo de CTOD mediante la siguiente expresión:

$$K_{IC} = K_{\delta c} = \sqrt{\frac{m_{CTOD} \cdot \sigma_f \cdot \delta_{crit} \cdot E_y}{1 - \nu^2}} \quad (33)$$

Donde

- $m_{CTOD}$  = Conversión cte. =1.4  
 $\sigma_f$  = Esfuerzo de fluencia  
 $\delta_{crit}$  = Valor del CTOD  
 $\nu$  = Coeficiente de Poisson

Las tablas 6, 7, 8 y 9 nos muestran los valores de CTOD,  $\delta_{IC}$  y  $K_{IC}$ , obtenidos para las condiciones de Hidrogenación y de la muestra no hidrogenada.

**Tabla 6.** Valores de CTOD  $\delta_{IC}$  y  $K_{IC}$  para las probetas SE(B) no hidrogenada

<b>MUESTRAS NO HIDROGENADAS</b>							
<b>PROBETA</b>	<b>a<sub>0</sub> (mm)</b>	<b>Y</b>	<b>P (N)</b>	<b>V<sub>p</sub> (mm)</b>	<b>K MPa√m</b>	<b>CTOD, <math>\delta_{IC}</math> (mm)</b>	<b>K<sub>IC</sub> MPa√m</b>
<b>M1-01</b>	9.94	11.51	3840.78	0.0314	33.82	0.0122	47.85
<b>M1-02</b>	9.91	11.44	3950.89	0.0322	34.90	0.0127	49.07
<b>Promedio</b>						0.0125	48.22
<b>Desviación estándar</b>						0.00026	0.505

Fuente: Los autores

**Tabla 7.** Valores de CTOD  $\delta_{IC}$  y  $K_{IC}$  para las probetas SE(B) hidrogenadas por 16 horas.

<b>MUESTRA HIDROGENADA (t=16 horas)</b>							
<b>PROBETA</b>	<b><math>a_0</math> (mm)</b>	<b>Y</b>	<b>P (N)</b>	<b><math>V_p</math> (mm)</b>	<b>K MPa<math>\sqrt{m}</math></b>	<b>CTOD, <math>\delta_{IC}</math> (mm)</b>	<b><math>K_{IC}</math> MPa<math>\sqrt{m}</math></b>
<b>M1<sub>H</sub>-03</b>	10.07	11.71	3795.80	0.0335	33.95	0.0128	48.26
<b>M1<sub>H</sub>-04</b>	9.96	11.54	4081.65	0.0361	36.14	0.0138	51.70
<b>M1<sub>H</sub>-05</b>	10.02	11.67	3896.34	0.0325	34.72	0.0127	48.36
<b>Promedio</b>						0.0131	49.39
<b>Desviación estándar</b>						0.00064	1.193

Fuente: Los autores

**Tabla 8.** Valores de CTOD  $\delta_{IC}$  y  $K_{IC}$  para las probetas SE(B) hidrogenadas por 48 horas.

<b>MUESTRA HIDROGENADA (t=48 horas)</b>							
<b>PROBETA</b>	<b><math>a_0</math> (mm)</b>	<b>Y</b>	<b>P (N)</b>	<b><math>V_p</math> (mm)</b>	<b>K MPa<math>\sqrt{m}</math></b>	<b>CTOD, <math>\delta_{IC}</math> (mm)</b>	<b><math>K_{IC}</math> MPa<math>\sqrt{m}</math></b>
<b>M1<sub>H</sub>-06</b>	9.87	11.40	4001.75	0.0311	34.94	0.0124	48.56
<b>M1<sub>H</sub>-07</b>	10.17	12.00	3762.73	0.0391	34.51	0.0143	50.04
<b>M1<sub>H</sub>-08</b>	9.92	11.44	3755.18	0.0392	32.98	0.0143	50.10
<b>Promedio</b>						0.0135	50.16
<b>Desviación estándar</b>						0.00072	1.350

Fuente: Los autores

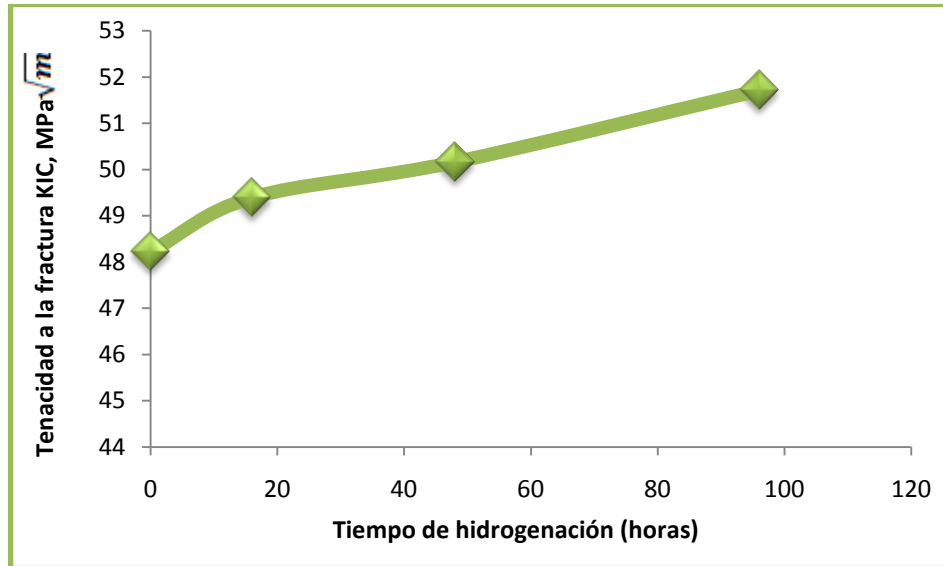
**Tabla 9.** Valores de CTOD  $\delta_{IC}$  y  $K_{IC}$  para las probetas SE(B) hidrogenadas por 96 horas.

<b>MUESTRA HIDROGENADA (t=96 horas)</b>							
<b>PROBETA</b>	<b><math>a_0</math> (mm)</b>	<b>Y</b>	<b>P (N)</b>	<b><math>V_p</math> (mm)</b>	<b>K MPa<math>\sqrt{m}</math></b>	<b>CTOD, <math>\delta_{IC}</math> (mm)</b>	<b><math>K_{IC}</math> MPa<math>\sqrt{m}</math></b>
<b>M1<sub>H</sub>-09</b>	9.88	11.40	4102.63	0.0416	35.79	0.0151	54.88
<b>M1<sub>H</sub>-10</b>	9.91	11.47	4126.97	0.0381	36.35	0.0146	52.29
<b>M1<sub>H</sub>-11</b>	10.17	12.01	3905.45	0.0338	36.01	0.0131	49.43
<b>Promedio</b>						0.0144	51.71
<b>Desviación estándar</b>						0.00095	1.725

Fuente: Los autores

Como puede verse en las tablas 7, 8 y 9, las probetas de acero A283 grado C sometidas a hidrogenación en una solución de NaOH 0.1 M, los valores promedio de CTOD,  $\delta_{IC}$  y tenacidad a la fractura,  $K_{IC}$ , para un tiempo de 16 horas de exposición son 0.0131 mm y 49,39 MPa $\sqrt{m}$  respectivamente, para un tiempo de 48 horas los valores son 0.0135 mm y 50,16 MPa $\sqrt{m}$  y para un tiempo 96 horas se obtuvieron valores de 0.0144 mm y 51,71 MPa $\sqrt{m}$ , observándose un ligero aumento de la tenacidad a la fractura del material (Figura 27), para el caso de las probetas con 96 horas de hidrogenación este aumento fue de un 7.24 % por encima del valor obtenido para las probetas sin carga de hidrógeno. Si bien, el hidrógeno generalmente reduce la tenacidad a la fractura de materiales, los resultados aquí obtenidos muestran una tendencia opuesta. Puede suponerse que este hecho se debe a un ablandamiento causado por una interacción dislocación-hidrógeno.

**Figura 27.** Gráfica de tenacidad a la fractura vs. Tiempo de hidrogenación



Fuente: Los autores

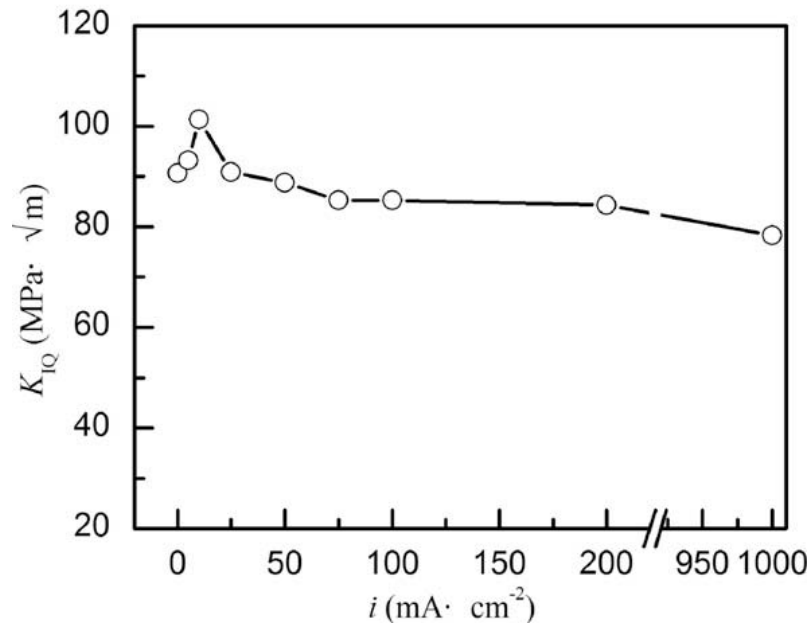
La suposición básica para la interacción entre la dislocación y el hidrógeno, es que la presencia del hidrógeno alrededor de una dislocación puede cambiar su movilidad <sup>[41]</sup>. Esta movilidad puede influir en el comportamiento a la fractura de materiales cambiando la extensión y el carácter de la plasticidad. Nelson <sup>[42]</sup> observó que la influencia del hidrógeno sobre la movilidad de la dislocación representa un efecto de endurecimiento o un efecto de ablandamiento dependiendo del material y de la composición de la aleación.

La idea tras el efecto de ablandamiento según lo expresado por Lynch <sup>[43]</sup>, es que el hidrógeno disuelto en la superficie de la punta de grieta facilita el movimiento de la dislocación en lugar de restringirlo. Desde la adsorción de una especie como el hidrógeno, se aumenta el número de vecinos alrededor de los átomos de la superficie, la distorsión superficie-enmallado se reducirá y la nucleación de la dislocación llega a ser más fácil.

Las investigaciones más detalladas relativas al efecto de ablandamiento han sido realizadas por Sofronis et al. <sup>[44,45]</sup> y Birnbaum <sup>[46]</sup>, mediante el desarrollo de la teoría de la plasticidad localizada aumentada por el hidrógeno, HELP (Hydrogen Enhanced Localised Plasticity). El principio básico de las suposiciones de Sofronis y Birnbaum es que la presencia de hidrógeno en solución sólida, reduce las barreras para el movimiento de la dislocación e incrementa la movilidad de la misma, creando de este modo una alta capacidad de deformación localizada. El proceso de fractura es un proceso de falla plástica altamente localizado que va disminuyendo la resistencia del material y que, en lugar de una fragilización, la zona localizada se ablanda por la presencia de hidrógeno local.

Un estudio realizado en un acero API X70, Wang R. <sup>[38]</sup>, mostró resultados similares a los obtenidos en el presente trabajo, con respecto al aumento de la tenacidad a la fractura. Wang R. obtuvo un aumento en el  $K_{IQ}$  al cargar un grupo de probetas con hidrógeno a una densidad de corriente  $i=10 \text{ mA/cm}^2$  (figura 28). Wang realizó ensayos variando la densidad de corriente y los tiempos de carga de hidrógeno y observó que a una densidad de corriente de  $10 \text{ mA/cm}^2$  se obtiene un incremento máximo en la tenacidad de 11.8 % por encima del valor de tenacidad del acero API X70 sin carga de hidrógeno. A partir de una  $i=25 \text{ mA/cm}^2$ , la tenacidad del material decrece con el aumento de la densidad de corriente de hidrogenación.

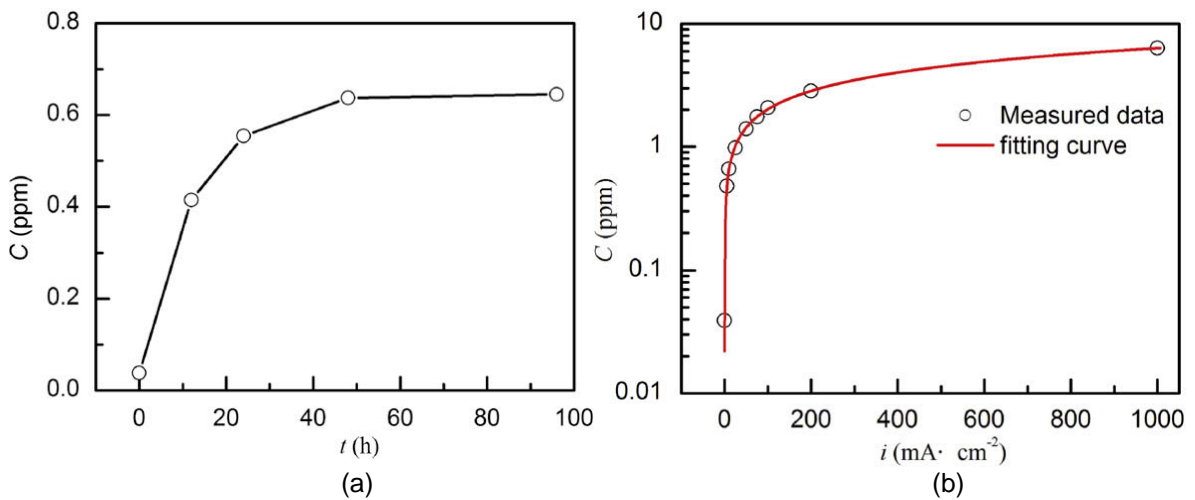
**Figura 28.** Efecto de la densidad de corriente en la tenacidad a la fractura en probetas cargadas por 48 horas para un acero API X70.



Fuente: Tomado de [38]

Wang también expresa que el aumento en la tenacidad a la fractura puede ser el resultado de la interacción entre las dislocaciones y los átomos de hidrógeno, pero añade que esto sucede cuando se tienen concentraciones de hidrógeno por debajo de la concentración crítica ( $<1\text{ppm}$ ) para el caso del acero de tubería API X70. También se observó en el estudio de Wang que manteniendo una densidad de corriente de  $10 \text{ mA/cm}^2$ , después de 48 horas de cargar las muestras con hidrógeno (Figura 29.a), la concentración de este elemento alcanza un valor máximo de  $0.64 \text{ ppm}$  dentro del metal y se mantiene constante a lo largo del tiempo. Sin embargo, si se varía la densidad de corriente la concentración de hidrógeno aumenta como lo muestra la figura 29.b.

**Figura 29.** (a) Variación de la concentración de hidrógeno con el tiempo de carga  $i=10 \text{ mA/cm}^2$ .  
 (b) Variación de la concentración de hidrógeno con la densidad de corriente.



Fuente: Tomado de [38]

Durante todo el ensayo de hidrogenación para el acero A283, se suministró una densidad de corriente constante de  $10 \text{ mA/cm}^2$  como la densidad de corriente de generación de hidrógeno, variando los tiempos de exposición a la solución de NaOH 0.1 M y según el modelo de la segunda ley de Fick propuesto por Vianna C.<sup>[15]</sup> (figura 22) se estima una concentración de hidrógeno de 0.27 ppm en aproximadamente 48 horas de hidrogenación. De acuerdo con las condiciones de trabajo empleadas y según lo observado en el estudio de Wang, es posible suponer que el acero empleado en este trabajo pudo tener un efecto similar al del acero API X70, en el que se observa un aumento de la tenacidad a un valor de densidad de corriente de  $10 \text{ mA/cm}^2$  y que como lo muestra la figura 29.a no sería posible alcanzar una concentración de hidrógeno crítica (mayor a 1ppm en aceros de bajo carbono)<sup>[47]</sup>, a través del tiempo de hidrogenación con este valor de densidad de corriente.

Según lo expuesto anteriormente, puede suponerse que el comportamiento de la tenacidad a la fractura observado en el presente trabajo para el acero A283 grado C, es debido a un efecto de ablandamiento ocasionado por los mecanismos de

HELP en la punta de la grieta, llevando a un ligero aumento de la tenacidad del material. Los valores de CTOD  $\delta_{IC}$  obtenidos, confirman el efecto de ablandamiento que se presentó en la zona frente a la punta de la grieta, al observarse un orden ligeramente creciente de este valor para las probetas con diferentes tiempos de hidrogenación en relación con las muestras sin hidrogenar (tablas 6, 7,8 y 9).

Anteriormente presentamos una hipótesis sobre los resultados obtenidos, basados en investigaciones reportadas por diferentes autores [38, 41- 46]. Sin embargo, los resultados obtenidos en el comportamiento de la tenacidad a la fractura en esta investigación son inusuales y contrarios al efecto del hidrógeno que generalmente ha sido observado, el cual es conocido por reducir la tenacidad a la fractura de los aceros. El hecho de no haber obtenido una disminución en la tenacidad a la fractura pudo deberse a faltas presentadas durante la realización del ensayo de hidrogenación por cargamento catódico, las cuales son mencionadas a continuación:

- **Densidad de corriente.** En este estudio la densidad de corriente suministrada no fue lo suficiente como para alcanzar un valor de concentración de Hidrógeno crítica y disminuir la tenacidad a la fractura. Por lo tanto, se recomienda variar la densidad de corriente y así obtener valores de concentración de hidrógeno mayores y en efecto la tenacidad a la fractura disminuya.
- **Agitación del electrolito.** Con el fin de que la solución permanezca todo el tiempo de manera homogénea y promover una mayor entrada de hidrógeno a las probetas, se sugiere realizar una agitación suave a la solución durante el tiempo de carga de hidrógeno.

- **Conservación de las probetas.** Después de realizar la hidrogenación, según la literatura las muestras deben ser retiradas y rápidamente sumergirlas en nitrógeno líquido para reducir al mínimo la pérdida de hidrógeno reversible. Debido a la imposibilidad de contar con nitrógeno líquido, las probetas fueron recubiertas con una delgada película de cobre por inmersión en solución acuosa de  $\text{CuSO}_4$ . Con el fin de evitar la pérdida del hidrógeno reversible contenido en la muestra, se deben conservar a temperatura baja hasta momentos previos de realizar el ensayo.

#### 4.9 FRACTOGRAFÍA

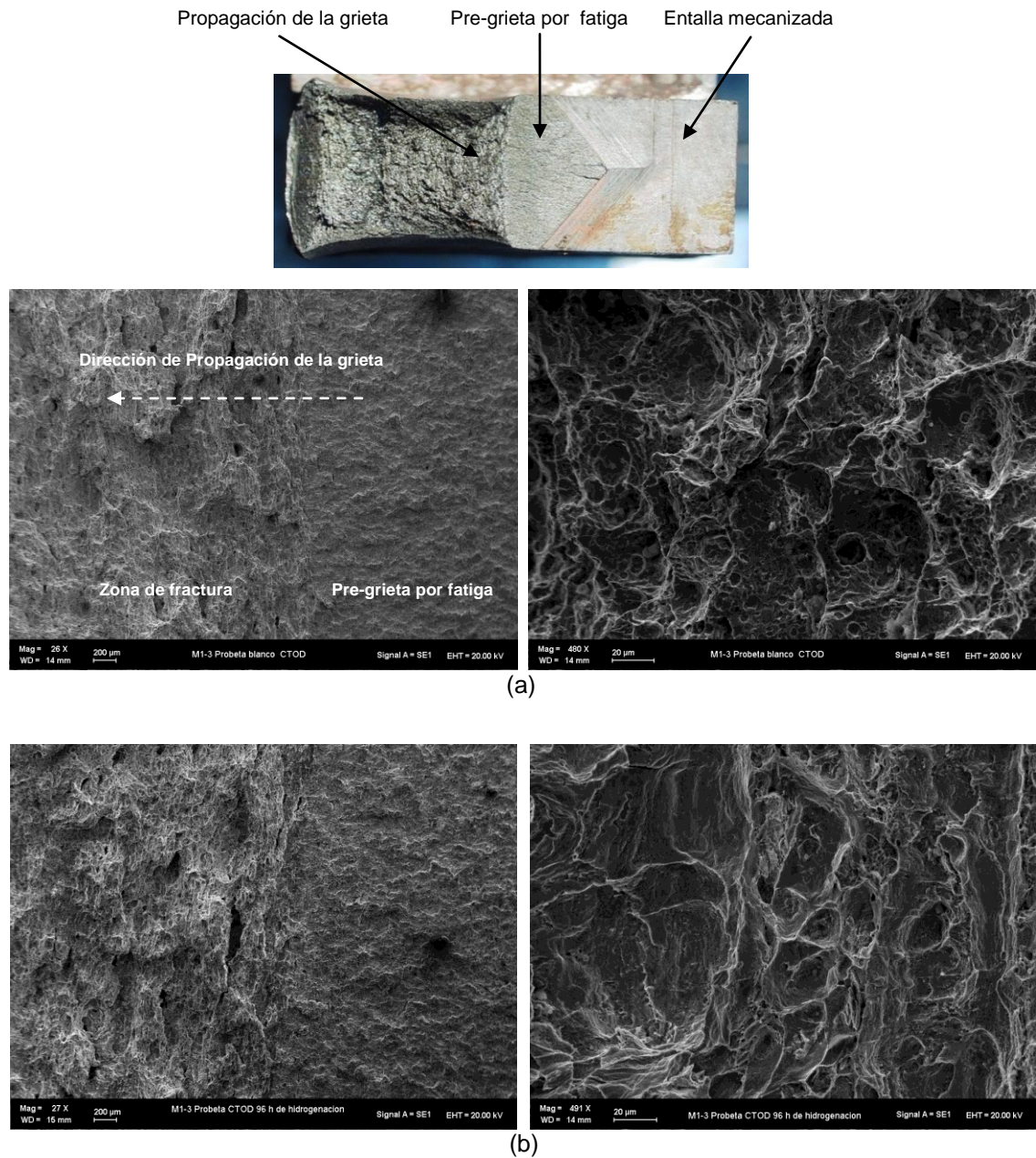
Las superficies de fractura de la zona frente a la extensión de la pre-grieta por fatiga fueron analizadas en el SEM y en el HYROX.

El modo de fractura de las probetas sin carga de hidrógeno fue esencialmente dúctil, observándose un gran número de dimples con tamaños entre 10 y 20  $\mu\text{m}$  en la mayoría de la superficie frente a la punta de la grieta (Figura 29.a). Las muestras cargadas con hidrógeno también presentan una morfología dúctil, pero caracterizada por un aumento en el tamaño de los dimples (30 y 40  $\mu\text{m}$  aproximadamente), debido a que cuando ocurre la fractura hay crecimiento de estos dimples por coalescencia de microvacíos, lo cual evidencia una mayor plasticidad del material. Esta característica se observa con mayor claridad en la muestra de 96 horas de hidrogenación (Figura 29.b).

El efecto del hidrógeno en los aceros puede influir en el modo de fractura según el micromecanismo de fragilización por hidrógeno que se presente; puede ser fractura frágil que ocurre bajo el micromecanismo de HEDE (hydrogen-induced decohesion) ó, fractura dúctil como resultado de los micromecanismos de HELP (hydrogen enhanced localised plasticity). Entonces el efecto del hidrógeno en el tamaño de los dimples es un indicativo del hecho de que este elemento influye en

cierta medida en el aumento de la plasticidad localizada del material y en el comportamiento en la tenacidad a la fractura.

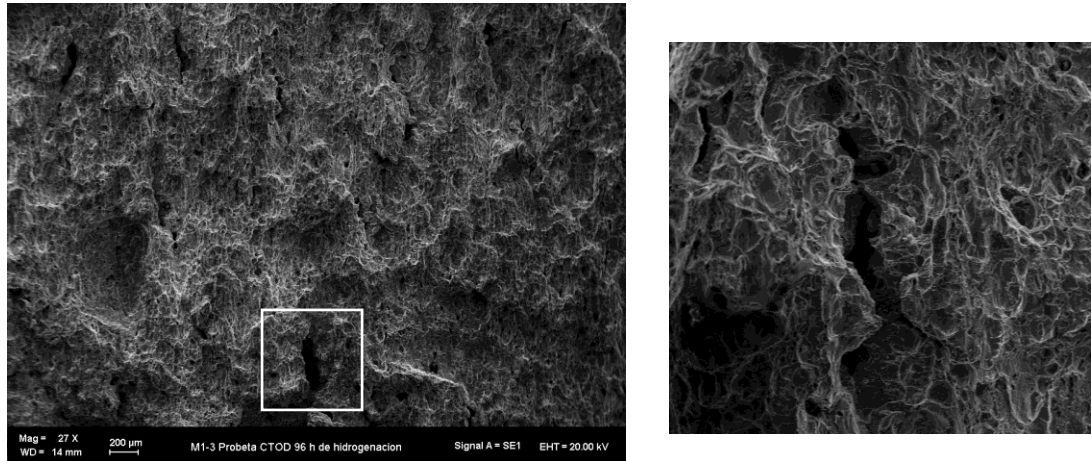
**Figura 29.** Morfología de la superficie de fractura (a) Sin Hidrógeno y (b) sometidas 96 horas de hidrogenación.



Fuente: los autores

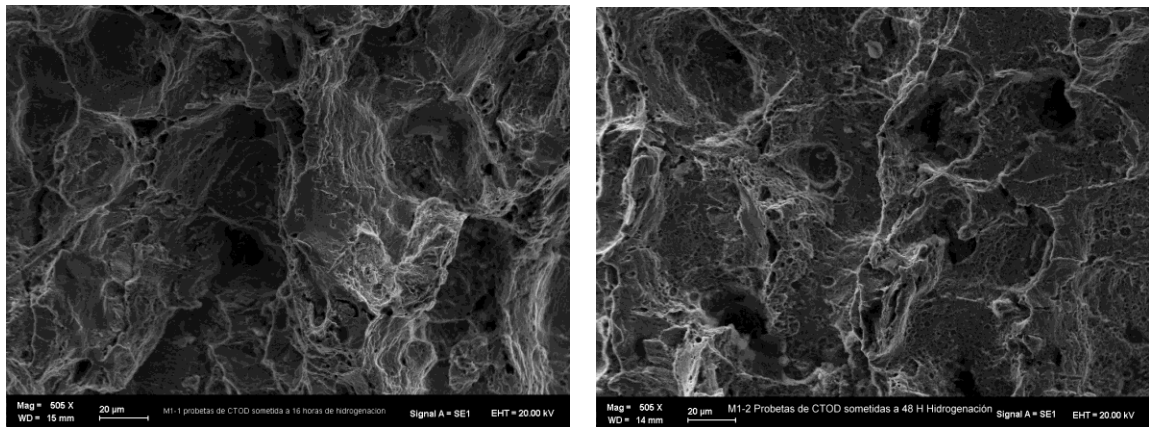
La presencia de microgrietas en la superficie de fractura de las muestras hidrogenadas (figura 30) es otro factor que demuestra el efecto del hidrógeno a escala local dentro del material.

**Figura 30.** Fractografía de la probeta sometida a 96 horas de hidrogenación con aumentos de 27x y 174x.



Fuente: Los autores

**Figura 31.** Morfología de la superficie de fractura. (a) Probeta sometida a 16 horas de hidrogenación, aumento de 500x y (b) probeta hidrogenada por 48 horas, aumento 500x



(a)

(b)

Fuente: Los autores

## 5. CONCLUSIONES

- Se implementó un procedimiento de ensayo para la determinación de la tenacidad a la fractura utilizando probetas de flexión en tres puntos SE(B), basado en el método CTOD, descrito en la norma ASTM E1290-08. Con este método se evaluó para un acero A283 grado C, el valor de CTOD  $\delta_{IC}$ , en la punta de grieta de 1.3 mm y luego el  $K_{IC}$  por medio de la relación descrita en el Anexo F de la norma API 579.
- El modo de fractura de las muestras sin hidrógeno se caracterizó por una superficie dúctil. Las muestras con hidrógeno presentaron de igual forma una morfología de fractura dúctil, pero con un mayor tamaño de dimples y algunas microgrietas, evidenciando el efecto del hidrógeno que entró en el material.
- El hidrógeno dentro del material típicamente disminuye la tenacidad a la fractura de los materiales. Sin embargo, en este trabajo se encontró que el comportamiento a la fractura del acero A283 grado C, tuvo un ligero aumento de 2.42%, 4.02% y 7.24% para cada tiempo de hidrogenación de 16, 48 y 96 horas respectivamente, en relación a las muestras sin hidrogenar.
- Los valores crecientes de  $\delta_{IC}$  y  $K_{IC}$  se debieron posiblemente a un efecto de ablandamiento causado por los mecanismos de HELP en la zona enfrente de la punta de la grieta y que resulta en una interacción entre las dislocaciones y los átomos de hidrógeno presente a concentraciones bajas dentro del metal (<1 ppm), facilitando el movimiento de las dislocaciones al ser aplicada una carga externa.

## 6. RECOMENDACIONES

Los objetivos alcanzados, las técnicas desarrolladas y los resultados obtenidos en el presente trabajo, permiten abrir nuevas investigaciones relacionadas con el tema y estas son algunas recomendaciones para trabajos futuros:

- Desarrollar un estudio para determinación de la tenacidad a la fractura, donde se varíen las densidades de corriente y los tiempos de exposición, a fin de obtener mayor información acerca del comportamiento del material y el contenido de hidrógeno para cada condición realizada.
- Realizar una agitación durante el ensayo de hidrogenación con el fin de mantener la solución homogénea para promover la entrada de hidrógeno y posteriormente hacer una debida conservación de las probetas para evitar la salida de hidrógeno reversible.
- Efectuar una medición con una técnica apropiada de la concentración de hidrógeno para cada probeta después de ser hidrogenadas, para cada tiempo de exposición y densidad de corriente aplicada; de esta forma se puede tener una mayor certeza de la cantidad de hidrógeno que ha entrado en el material y el efecto que éste pueda causar en sus propiedades mecánicas.
- Realizar ensayos de tensión vs. deformación ingenieril con probetas hidrogenadas a las mismas condiciones de las de fractura, con el fin de obtener información sobre el comportamiento del límite elástico con el efecto del hidrógeno y de este modo tener un valor más exacto en la determinación del  $\delta_{IC}$  y  $K_{IC}$ .

## BIBLIOGRAFÍA

- [1] MOHAMAD, HAIDIR B. Effects of absorbed hydrogen on fracture toughness of welded sa516 grade 70 steel. University Technology Malaysia, 2007.
- [2] CHARCA, S. Study of hydrogen permeation and diffusion in steels: predictive model for determination of desorbed hydrogen concentration. Puerto Rico, 2005.
- [3] AGARWALA, V. y DE LUCCIA, J. Effect of magnetic field on hydrogen evolution reaction and diffusion in iron and steel.
- [4] BANOUSH, A. Hydrogen embrittlement. Revisited by in situ electrochemical nanoindentation. Alemania, 2007.
- [5] DICK, L. Estudos electroquimicos de permeação de hidrogenio e determinação de concentrações criticas de hidrogenio em um aço de alta dureza. Brasil, 1986.
- [6] WILHELM, S. y ABAYARATHNA, D. Inhibition of hydrogen absorption by steel in wet hydrogen sulfide refinery environments, 1994.
- [7] DEVANATHAN, M. y STACHURSKI, Z. The adsorption and diffusion of electrolytic hydrogen in palladium. Proc. Roy. Soc. A, Vol. 270, 1962.
- [8] CASTRO, B., URIBE, I. y SILVA, M. Cinética de permeación de hidrógeno en un acero implantado con iones de nitrógeno. Revista colombiana de física, vol. 34, No. 1. 2002.

- [9] DEVANATHAN, M. y STACHURSKI, Z. A technique for evaluation of hydrogen embrittlement characteristics of electroplating baths. Journal of electrochemical society, 1963.
- [10] CANABAL C., VILLAMIZAR J. Efecto de un recubrimiento protector en la superficie de salida del hidrógeno para pruebas de permeación electroquímica en acero de bajo carbono. Tesis de grado. Bucaramanga: UIS. Facultad de fisicoquímicas. ingeniería metalúrgica, 2001.
- [11] DRIVER, R. Electrodeposition of palladium on iron and steel for electrochemical hydrogen permeation studies.
- [12] DEVANATHAN, M. y STACHURSKI, Z. The mechanism of hydrogen evolution on iron in acid solutions by determination of permeation rates. Journal of electrochemical society, 1964.
- [13] COELHO, J. Interação do hidrogenio com a microestrutura do aço. Brasil, 1997.
- [14] HERBERT, J. Hydrogen in iron. Metallurgical and transactions A, vol.19, 1988.
- [15] VIANNA, C. Comportamento mecânico do aço api 5l x-60 com e sem hidrogênio. Dissertação de Mestrado. Brasil: Universidade Federal do Rio de Janeiro. Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2005.
- [16] MIRANDA P. Efectos mecánicos metalúrgicos do hidrogenio no aço inoxidables austeníticos. Brasil, 1987.
- [17] BERMUDEZ, C. Estudio de la influencia de los atrapadores de hidrogeno sobre los parámetros de permeación de Hidrogeno en un acero de bajo

contenido de carbono. Tesis de maestría. Bucaramanga: UIS, Facultad de fisicoquímicas. Ingeniería metalúrgica, 2000.

**[18]** OLAYA, M. Efecto de la temperatura de solución hidrogenante y del espesor de la muestra sobre los parámetros de permeación de hidrógeno en un acero de bajo carbono. Tesis de maestría. Bucaramanga: UIS, Facultad de fisicoquímicas. Ingeniería metalúrgica, 2000. p. 26-68.

**[19]** METALS HANDBOOK, Mechanical Testing and Evaluation, ASM international, Vol. 8, 2000.

**[20]** ANDERSON, T.L. Fracture mechanics, fundamentals and applications. United States of America, 1995.

**[21]** GONZÁLES, J. Mecánica de fractura. México, 1998.

**[22]** HERNÁNDEZ, H. y ESPEJO, E. Mecánica de fractura y análisis de falla. Bogotá Colombia, 2002.

**[23]** TERÁN J. Evaluación de la tenacidad a la fractura en la dirección corta en tuberías de conducción de Hidrocarburos. Tesis de doctorado. México D.F: Instituto Politécnico Nacional, 2007.

**[24]** IRWIN, G.R. Plastic zone near a crack and fracture toughness. Sagamore research conference proceedings. Vol.4, 1961.

**[25]** IRWIN, G.R. Fracture dynamics. Fracturing of metals. American society for Metals. Cleveland, 1948.

- [26] PAOLUCCI, J.M. Modificações nas Propriedades Mecânicas e na Resistência à Fratura do Aço Estrutural R4, dissertação de mestrado, Rio de Janeiro, 2007.
- [27] WELL, A.A. Unstable Crack Propagation in Metals: Cleavage and fast fracture. Proceedings of the Crack propagation symposium. Vol.1, Cranfield UK, 1961.
- [28] Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness  $K_{IC}$  of Metallic Materials, ASTM E399, 2009.
- [29] Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, ASTM E1820, 2008.
- [30] Standard Test Method for Crack-Tip Opening Displacement (CTOD) Fracture Toughness Measurement, ASTM E1290, 2008.
- [31] Fracture mechanics toughness test, Part 1. Method for determination of  $K_{IC}$ , critical CTOD and critical  $J$  values of metallic materials, BS 7448, 1991.
- [32] Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. ASTM E8M, 2009.
- [33] Standard Practice for Evaluation Hydrogen Uptake, Permeation and Transport in Metals by an Electrochemical Technique. ASTM G148, 1997.
- [34] MIRANDA, P.E.V. y RODRIGUES J.A. Gases em Metais e Ligas Fundamentos e Aplicações na Engenharia, Rio de Janeiro, Brasil, 1994.

- [35] MANTILLA, J.E. Evaluación de los parámetros cinéticos de permeación de hidrógeno sobre la aleación de  $Ti_6Al_4V$ , utilizando métodos electroquímicos. Tesis de pregrado. Bucaramanga: UIS, Facultad de fisicoquímicas. Ingeniería metalúrgica, 2006.
- [36] Standard Specification for Low and intermediate Tensile Strength Carbon Steel Plates, ASTM A283/A283M, 2003. Reaprovada en 2007.
- [37] American Petroleum Institute (API), API RP579-Recommended Practices on Fitness for Service, 2 st ed., 2007.
- [38] WANG, Rong. Effects of hydrogen on the fracture toughness of a X70 pipeline steel. Corrosion Science, 2009, vol. 51, p 2803-2810.
- [39] COTTRELL, A.H. Dislocations and Plastic Flow in crystals. Oxford University Press, Oxford, 1953.
- [40] METALS HANDBOOK, Fractography, ASM International, Vol. 12, 2000. 63p
- [41] FACHBEREICH, Vom. Numerical simulation of hydrogen assisted cracking in supermartensitic stainless steel welds. Grades eines Doktor-Ingenieurs genehmigte. Hamburg: Universitate der bundeswehr Hamburg, 2005. p.23-26.
- [42] NELSON, H. "Hydrogen embrittlement", Treatise on materials science and technology. Vol. 25, 1983. p.275-359.
- [43] LYNCH, S. "Mechanisms of hydrogen assisted cracking. Metals forum. Vol.2. 1979. p.189-200.

- [44] SOFRONIS, P. y BIRNBAUM H. Mechanics of the hydrogen dislocation impurity interactions I. Increasing shear modulus. *J.Mech.Phys.solids*. vol.43, No.1, 1995. p.49-90.
- [45] SOFRONIS, P. The influence of mobility of dissolved hydrogen on the elastic response of a metal. *J.Mech.Phys.solids*. Vol.43, No.9, 1995. p.1385-1407.
- [46] BIRNBAUM, H., ROBERTSON, I., SOFRONIS, P. Y TETER, D. Mechanisms of hydrogen related fracture-A review. p.172-195.
- [47] SMIALOWSKI, M. Hydrogen in steel. Effect of hydrogen on iron and steel during production, fabrication and use. London.1962. p.218-219.

## ANEXO A

### CÁLCULO DEL TIEMPO DE HIDROGENACIÓN DE LAS MUESTRAS DE FLEXIÓN SE(B)

Los perfiles de concentración de hidrógeno de las muestras de flexión SE(B) estudiado fueron estimados a partir de la representación gráfica de la ecuación 28. A continuación se llevó a cabo la simulación de la ecuación en Matlab <sup>[15]</sup>.

$$\frac{c(x, t)}{C_0} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{n_p=0}^{\infty} \frac{(-1)^{n_p}}{2n_p + 1} \exp \left[ -(2n_p + 1)^2 \frac{\pi^2}{4} \frac{Dt}{L^2} \right] \cos \left[ \left( \frac{2n_p + 1}{2} \right) \pi \frac{x}{L} \right] \quad (28)$$

Donde  $C_0$  es la concentración próxima a la superficie del metal, y equivale a la solubilidad,  $S$ , de hidrógeno en el material,  $D$  la difusividad,  $L$  el espesor de la probeta SE(B),  $t$  tiempo de hidrogenación y  $n_p$  es el número de términos de la serie de potencias.

**Programa en Matlab del cálculo del tiempo de hidrogenación realizado por Vianna C <sup>[15]</sup> y adaptado por los autores con los datos del presente trabajo.**

```
%  
clear all  
close all  
clc  
  
C0=0.278; %solubilidad, (mol H/m-3)  
L=0.00475; % mitad del espesor de la muestra, en metros  
N=10; % número de serie de potencias  
D=2.77e-10; % difusividad, m2/s
```

```

Min=-0.00475; %mitad del espesor de la muestra, en metros
Max=0.00475; %mitad del espesor de la muestra, en metros
Paso=0.00001;

T= [360; 43200; 86400; 172800; 259200]; %tiempo de hidrogenación, (seg)
figure,hold;

for i=1:size(T,1),
    C=zeros(round((Max-Min)/Paso+1),1);
    t=T(i,1);
    for x=Min:Paso:Max,

        Suma=0;
        for n=0:N,
            Suma=Suma + (((-1)^n)/(2*n+1))*exp((-
(2*n+1)^2*((pi^2)/4)*((D*t)/L^2))*cos(((2*n+1)/2)*pi*x/L));
        end
        C(round((x-Min)/Paso+1),1)=C0*(1-((4/pi)*Suma));
    end
    plot(Min:Paso:Max,C, 'g');
end
ylabel('Concentración de Hidrógeno');
xlabel('Espesor (m)');

```

**Observación:** En el programa fue utilizado el valor de la mitad del espesor de la muestra ( $L/2$ ), siendo establecido para el gráfico el intervalo  $(-L/2, L/2)$ , totalizando el espesor  $L$  de la muestra.