

**DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA POR MEDIO DEL
ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO EN UN ACERO A283 GRADO C
ENVEJECIDO EN UN AMBIENTE DE HIDRÓGENO**

ARNOLD JOSÉ BATISTA RODRÍGUEZ

JUAN DANIEL VIECO VIECO

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

2010

**DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA POR MEDIO DEL
ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO EN UN ACERO A283 GRADO C
ENVEJECIDO EN UN AMBIENTE DE HIDRÓGENO**

ARNOLD JOSÉ BATISTA RODRÍGUEZ

JUAN DANIEL VIECO VIECO

**Trabajo de grado para optar el título de
Ingeniero Metalúrgico**

DIRECTOR

IVÁN URIBE PÉREZ

Msc. INGENIERO METALÚRGICO

CODIRECTOR

LUIS EDUARDO ZABALA

Msc. INGENIERO METALÚRGICO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE FISICOQUÍMICAS

ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES

BUCARAMANGA

2010

A mi familia por su apoyo... La unión es la base del éxito.

A mis amigos por su lealtad... Ser correcto hasta el final de la vida.

A mis profesores por su formación... Somos el reflejo de ustedes.

*Porque cualquiera que sea la circunstancia no podemos olvidar de donde somos
y del camino que se recorrió para materializar nuestros sueños.*

Arnold José Batista Rodríguez.

"Aunque anduviere en valles de sombra de muerte mi DIOS estará conmigo..." Por eso le doy gracias a él y, le dedico este paso en mi vida.

A mi mamá y mi abuela, les reitero que tienen un hijo que hoy lejos las quiere bastante, que lucha por salir a delante para compensar su cariño.

Y este libro final para obtener el título como ingeniero metalúrgico es fruto de la fuerza que me transmiten... Son el sol de mi vida.

A mi familia, por representar lo que todo ser humano necesita para salir adelante. La unión, aun en los momentos difíciles.

A mi papá porque aunque no estuvo siempre en mi vida, cuando lo necesité estuvo ahí...

Y a todos los amigos que me han acompañado en esta travesía de hacerme profesional

Eduardo Santos Viecco Solano (2.E.P.D.) gracias por enseñarme el valor de la sabiduría.

Juan Daniel Viecco Viecco

AGRADECIMIENTOS

Al Ingeniero Iván Uribe Pérez, profesor de la escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales de la Universidad Industrial de Santander (UIS), por su guía constante para finalmente lograr de muy buena manera el presente trabajo de grado.

Al Ingeniero Luís Eduardo Zabala Capacho, líder del área de integridad de la infraestructura de Instituto Colombiano del Petróleo (ICP), por su apoyo a la investigación realizada.

Al ingeniero Edwin Morantes funcionario del Instituto Colombiano del Petróleo (ICP) por su colaboración durante toda la investigación.

Al ingeniero Martín Lizcano y cada uno de los miembros de los laboratorios de Tecnología en Materiales del Instituto Colombiano del Petróleo (ICP), de los cuales pudimos aprender mucho durante el tiempo que compartimos con ellos. Un especial agradecimiento para el Ingeniero Julio Forero y al ingeniero Carlos Javier Mateus, por su dedicación desinteresada logramos sacar adelante esta investigación y de su experiencia aprendimos cosas muy valiosas para nuestra vida profesional.

Al Ingeniero Aldrin Velosa, Edwin Sánchez, Leidy Barrientos, Félix García por su acompañamiento durante esta investigación. Al igual que a cada uno de los miembros que hacen parte de la ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES por haber contribuido a nuestra formación académica, profesional y personal.

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN.....	20
1 OBJETIVOS DEL PROYECTO	22
1.1 OBJETIVO GENERAL	22
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	22
2 MARCO TEÓRICO.....	23
2.1 CLASIFICACIÓN DE LAS FRACTURAS	23
2.2 EFECTO DE UNA ENTALLA	26
2.3 ENSAYO DE IMPACTO CHARPY CLÁSICO	28
2.4 ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO.....	32
2.5 DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA POR MEDIO DEL ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO	34
2.5.1 Método de obtención de los valores de tenacidad a la fractura dinámica.....	35
2.5.1.1 Método de la energía revisada.....	35
2.6 HIDRÓGENO EN LOS ACEROS.....	36
2.6.1 Mecanismo de fragilización por hidrógeno	37
2.6.1.4 Localización de zonas críticas de interacción con el hidrógeno.	44
3 METODOLOGÍA.....	47
3.1 MATERIAL.....	47
3.2 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL.....	47
3.2.1 Composición química	47
3.2.2 Metalografía	47
3.2.3 Ensayo de tensión.....	48
3.2.4 Ensayo de dureza	49

3.2.5	Ensayo de impacto.....	50
3.3	RECUBRIMIENTO.....	51
3.3.1	Composición del electrolito.....	52
3.3.1.1	Condiciones	52
3.4	PRUEBAS ELECTROQUÍMICAS	53
3.4.1	Solución de Trabajo.	53
3.4.2	Pruebas de polarización potenciodinámica.	54
3.4.3	Pruebas de permeación de hidrógeno.	55
3.4.3.1	Determinación del potencial de reposo entre el electrodo de trabajo (ET) y el electrodo de referencia (ER) en la celda de detención. ...	57
3.4.3.2	Desgasificación de la muestra	57
3.4.3.3	Hidrogenación de la muestra	57
3.5	HIDROGENACIÓN	59
3.6	ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO.....	61
3.6.1	Porcentaje de fractura dúctil.....	62
4	RESULTADOS.....	63
4.1	COMPOSICIÓN QUÍMICA.....	63
4.2	DUREZA.....	63
4.3	METALOGRAFÍA.....	64
4.4	TRACCIÓN UNIAXIAL.....	65
4.5	CURVAS DE POLARIZACIÓN POTENCIODINÁMICA	67
4.6	ENSAYO DE PERMEACIÓN DE HIDRÓGENO	68
4.7	HIDROGENACIÓN	70
4.8	CALIBRACIÓN DEL SISTEMA CHARPY INSTRUMENTADO	71
4.9	ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO.....	73
4.10	TENACIDAD A LA FRACTURA BAJO CARGA DINÁMICA	74

4.11	TENACIDAD A LA FRACTURA BAJO CARGA ESTÁTICA K_{IC}	75
4.12	PORCENTAJE DE FRACTURA DÚCTIL	76
4.12.1	Muestra Charpy condición Cero	76
4.12.2	Muestra Charpy a 24 h de hidrogenación	76
4.12.3	Muestra Charpy a 48 h de hidrogenación	77
4.12.4	Muestra Charpy a 72 h de hidrogenación	78
4.12.5	Muestra Charpy a 96 h de hidrogenación	77
4.13	Morfología de la superficie de fractura de las muestras charpy	77
4.13.1	Muestra Charpy - Condición Cero	78
4.13.2	Muestra Charpy – 24 horas de hidrogenación.....	80
4.13.3	Muestra Charpy – 48 horas de hidrogenación.....	84
4.13.4	Muestra Charpy – 72 horas de hidrogenación.....	86
4.13.5	Muestra Charpy – 96 horas de hidrogenación.....	89
5	ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	92
5.1	DUREZA	92
5.2	METALOGRAFÍA.....	92
5.3	ENERGÍA ABSORBIDA.....	92
5.4	PORCENTAJE DE FRACTURA DÚCTIL	94
5.5	RELACIÓN SISTEMA INSTRUMENTADO VS MÁQUINA DE IMPACTO CHARPY	95
5.6	RELACIÓN VALORES DE K_{IC} OBTENIDOS A PARTIR DE LA ENERGÍA ABSORBIDA SEGÚN API 579/ FFS 07 EN EL ANEXO F 4.5.2 [9] Y LOS VALORES OBTENIDOS MEDIANTE EL ENSAYO CTOD	96
5.7	ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO.....	98
	CONCLUSIONES	101
	RECOMENDACIONES	102
	BIBLIOGRAFÍA	103

ANEXOS.....	110
-------------	-----

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Fractura por clivaje en una muestra Charpy de acero AISI SAE 1040 laminado en caliente ensayado a -196 °C.....	25
Figura 3. Ruptura por hoyuelos. (a) hoyuelos equiaxiales cónicos en una muestra de acero para muelles. (b) hoyuelos superficiales en una muestra de acero martensítico.....	26
Figura 2. Superficie de Fractura de una muestra Charpy de un acero 0.18C-3.85Mo después de un tratamiento térmico en atmosfera inerte a 1200 °C durante 1 hora, seguido por un enfriamiento en salmuera ice/10%. a) 300x, b) 1000x, c) 3000x.	25
Figura 4. Estado de esfuerzos en muestras sin entalla (a y c) y con entalla (b y d).....	27
Figura 5. Esquema del ensayo Charpy.....	29
Figura 6. Tipos de entalla Charpy.....	30
Figura 7. Curva de transición dúctil – frágil para un acero de bajo carbono	31
Figura 8. Esquema de la instrumentación.....	32
Figura 9. Diagrama típico del ensayo Charpy instrumentado	33
Figura 10. Sitios intersticiales ocupados por el hidrógeno en estructuras cristalinas: a) Estructura cubica de cara centrada (FCC); b) Cubica de cuerpo centrado (BCC).	38
Figura 11. Mecanismo de entrada de hidrógeno al acero.....	40
Figura 12. Esquema de generación de hidrógeno	41
Figura 13. Modelo de descohesión propuesto por Troiano.....	43
Figura 14. Diseño esquemático de la interacción del hidrógeno con la microestructura: (a) solución solida; (b) par hidrogeno-soluto; (c) atmosfera de dislocación; (d) acumulación en los límites de grano; € acumulación en la interfase matriz-partícula; (f) poros que contienen hidrógeno recombinado.	45
Figura 15. Efecto de las inclusiones en la fractura inducida por hidrógeno	46
Figura 16. Microscopio óptico (REICHERT – JUNG).....	48
Figura 17. Máquina universal marca INSTRON (MTS).....	49
Figura 18. Durómetro BRICKERS 220.....	49

Figura 19. Maquina de impacto Charpy	50
Figura 20. Dimensiones de las muestras Charpy utilizadas.....	51
Figura 21. Diseño esquemático de la celda de polarización.	54
Figura 22. Celda de permeación de hidrógeno	56
Figura 23.Registro corriente vs tiempo.	58
Figura 24. Esquema de la celda utilizada para la hidrogenación	60
Figura 25.Instrumentación	62
Figura 26. Medidas para el porcentaje de fractura dúctil en milímetros.....	62
Figura 27. Esquema de las medidas de dureza en la muestra de acero A 283 Gr C	64
Figura 28. Microestructura de Acero A283 Gr C a) 100x, b) 200x. Ataque con Nital 2%.....	65
Figura 29. Curvas esfuerzo-deformación para muestras de acero A 283 Gr C	66
Figura 30. Curvas de polarización potenciodinámica para una muestra de acero A283 Gr C.....	67
Figura 31. Curva de permeación de hidrogeno para una muestra de acero A283 Gr C, recubierta con paladio en la superficie de salida de hidrogeno.	69
Figura 32. Perfiles de concentración de hidrogeno para una muestra Charpy de acero A 283 Gr C.....	70
Figura 33.Muestras Charpy ensayadas a diferentes tiempos de hidrogenación	73
Figura 34. Superficie de fractura bajo condición cero	76
Figura 35. Superficie de fractura bajo 24 horas de hidrogenación	77
Figura 36. Superficie de fractura bajo 48 horas de hidrogenación	78
Figura 37. Superficie de fractura bajo 72 horas de hidrogenación	78
Figura 38. Superficie de fractura bajo 96 horas de hidrogenación	77
Figura 39. Micrografía (SEM) muestra Charpy en condición cero	78
Figura 40. Micrografía (SEM) muestra Charpy en condición cero	79
Figura 41. Micrografía (SEM) muestra Charpy en condición cero	80
Figura 42. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 24 horas de hidrogenación	81
Figura 43. Micrografía muestra Charpy luego de 24 horas de hidrogenación ..	82

Figura 44. Micrografía muestra Charpy luego de 24 horas de hidrogenación ..	83
Figura 45. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 24 horas de hidrogenación	83
Figura 46. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 48 horas de hidrogenación	84
Figura 47. Micrografía (SEM) zona frágil - muestra Charpy luego de 48 horas de hidrogenación	85
Figura 48. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 48 horas de hidrogenación	86
Figura 49. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 72 horas de hidrogenación	87
Figura 50. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 72 horas de hidrogenación	88
Figura 51. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 72 horas de hidrogenación	89
Figura 52. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 96 horas de hidrogenación	90
Figura 53. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 96 horas de hidrogenación	91
Figura 54. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 96 horas de hidrogenación	91
Figura 55. Variación de la energía absorbida vs tiempo de hidrogenación.....	93
Figura 56. Tenacidad a la fractura vs tiempo de hidrogenación.....	94
Figura 57. K_{IC} vs Tiempo de hidrogenación	97

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Composición Química Acero A283 Gr C.....	63
Tabla 2. Dureza Brinell (HB)	64
Tabla 3. Propiedades mecánicas en tracción para un acero A283 Gr C	66
Tabla 4. Parámetros de permeación de hidrógeno para una muestra de acero A283 Gr C.....	69
Tabla 5. Tiempos de hidrogenación para las muestras Charpy de acero A283 Gr C.	71
Tabla 6. Factor de calibración martillo liviano (con pesas)	71
Tabla 7. Factor de calibración martillo pesado.....	72
Tabla 8. Valores de energía absorbida a diferentes tiempos de hidrogenación	74
Tabla 9. Valores de K_{Id} según relación con (CVN).....	74
Tabla 10. Valores de K_{IC} según relación con (CVN)	75
Tabla 11. Tenacidad a la fractura para diferentes tiempos de hidrogenación...	93
Tabla 12. K_{IC} obtenidos mediante CTOD y Charpy – Entalla en V.....	96

RESUMEN

TITULO: DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA POR MEDIO DEL ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO EN UN ACERO A283 GRADO C ENVEJECIDO EN UN AMBIENTE DE HIDRÓGENO. *

AUTORES: Arnold José Batista Rodríguez, Juan Daniel Vieco Vieco**

Palabras claves: Tenacidad a la fractura estática (K_{IC}), tenacidad a la fractura dinámica (K_{Id}), fragilización por hidrógeno, fractura dúctil, fractura frágil.

En esta investigación se caracterizó el comportamiento a la fractura de un acero A283 grado C expuesto a un ambiente de hidrógeno.

Para evaluar la criticidad del hidrógeno en el material, se sometió al acero a cuatro diferentes tiempos de hidrogenación (24, 48, 72 y 96 horas) y se analizó la variación en la tenacidad a la fractura bajo carga dinámica (K_{Id}) y bajo carga estática (K_{IC}) a través del ensayo Charpy instrumentado, los cambios en la superficie de fractura vistos macroscópicamente y microscópicamente mediante microscopio electrónico de barrido, la imagen metalográfica y la dureza Brinell. Antes y después de los procesos de hidrogenación.

Se logró determinar el carácter fragilizante del hidrógeno en el material a través de una importante disminución de la tenacidad la fractura estática (K_{IC}) a medida que hubo una mayor concentración de hidrógeno en el acero y se pudo observar el efecto del hidrógeno sobre las superficies de fractura, donde a medida que se fue alcanzando el punto de saturación de la muestra con hidrógeno, fue notorio el cambio de aspecto en esta, pasando de esencialmente dúctil a una superficie frágil en donde se presentó incluso la descohesión de los granos por efecto de la alta concentración de hidrógeno en las muestras Charpy de acero A283 Gr C.

* Trabajo de grado en investigación

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, Universidad Industrial de Santander. Directores: Iván Uribe Pérez (UIS), Luis Eduardo Zabala (ICP).

SUMMARY

TITLE: DETERMINATION OF FRACTURE TOUGHNESS OF A A283 GRADE C STEEL AGED IN HYDROGEN ENVIRONMENT BY INSTRUMENTED CHARPY IMPACT TEST

Autors: Arnold José Batista Rodríguez, Juan Daniel Vieco Vieco**

Keywords: Fracture Toughness (K_{IC}), Dynamic Fracture Toughness (K_{ID}), Hydrogen Embrittlement, Ductile Fracture, Brittle Fracture.

In this Investigation was characterized the fracture behavior of A283 Grade C steel exposed to a hydrogen environment.

For the determination of hydrogen embrittlement in the material, the steel was subjected to charging with hydrogen at different times (24, 48, 72 and 96 hours) and analyzed the variation of the dynamic fracture toughness (K_{Id}) and static fracture toughness (K_{IC}) by Instrumented Charpy Impact Test, the changes in the fracture surface to low and high magnifications, metalography and hardness. Before and later of charging with hydrogen.

It was possible determinate the embrittlement effect of hydrogen in the material through a significant decrease of static fracture toughness (K_{IC}) according as the hydrogen concentration increased in the steel. It was also possible to observe the hydrogen effect on the fracture surfaces when the saturation point with hydrogen was reached, changing from ductile fracture surface to brittle fracture surface with grain descohesion due to the high concentration of hydrogen in the Charpy samples of A 283 Grade C steel.

* Graduation Project in investigation

** Faculty of Engineering Physical – Chemical, School of Engineering Metallurgical and Science of Materials, Industrial University of Santander. Directors: Iván Uribe Pérez (UIS), Luis Eduardo Zabala (ICP).

INTRODUCCIÓN

La disminución de la tenacidad a la fractura especialmente en los aceros ha sido motivo de mucha investigación, ya que esta disminución lo hace susceptible a fallar de manera súbita si la fractura es frágil, dando como resultado pérdidas económicas y en el peor de los casos pérdidas humanas; o de una manera pasiva si la fractura es dúctil, pero que de igual manera es indeseable desde todo punto de vista para la empresa.

El origen de una grieta en un recipiente a presión se puede dar de diversas maneras, ya que de acuerdo al uso de este equipo, puede haber distintos mecanismos trabajando para dar origen a esta. Mecanismos tales como cambios bruscos de temperatura, esfuerzos residuales, ambientes ricos en hidrógeno, entre otros, pueden, de manera independiente o combinados dar origen a grietas, que de acuerdo a las condiciones de trabajo del equipo en cuestión, es decir a las condiciones de esfuerzo a que está sometido este; se tendrá o no la propagación de la grieta, y de acuerdo a la relación tenacidad-esfuerzo se propagará de manera dúctil o frágil.

La prueba reina para determinar tenacidad a la fractura estática K_{Ic} es el ensayo CTOD, sin embargo la cantidad de material, el tiempo de duración del ensayo, entre otros inconvenientes, hacen a este ensayo poco atractivo para medir tenacidad en un equipo en funcionamiento. Y es este inconveniente el que ha llevado a los investigadores a indagar sobre pruebas que se ajusten a la disponibilidad de material y tiempo para dar un dato real de tenacidad para un equipo en funcionamiento.

El propósito de esta investigación es, medir la tenacidad a la fractura de un acero ASTM A 283 Gr C expuesto a ambiente de hidrógeno mediante el ensayo, con el fin de demostrar la viabilidad de esta prueba para la Charpy instrumentado determinación de la tenacidad a la fractura en componentes sometidos a condiciones de esfuerzos estáticos partiendo de esta prueba de carácter dinámico. Abriendo así el camino para que el ensayo CHARPY INSTRUMENTADO se convierta en una opción que se acoja a la disponibilidad de material y tiempo, para medir la tenacidad de un equipo en funcionamiento.

1 OBJETIVOS DEL PROYECTO

1.1 OBJETIVO GENERAL

Caracterizar el comportamiento en fractura de un acero ASTM A283 grado C expuesto a ambiente de hidrógeno.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar la tenacidad a la fractura del acero A 283 grado C por medio del ensayo Charpy Instrumentado, siguiendo los lineamientos de las normas ASTM E 23 – 07, ASTM E 2298-09 e ISO 14556.
- Evaluar la superficie de fractura de las probetas ensayadas.
- Relacionar los datos de tenacidad con las propiedades mecánicas y la microestructura del material.
- Validar los resultados obtenidos por el ensayo Charpy Instrumentado con los obtenidos por el ensayo de desplazamiento de abertura de grieta [Crack-Tip Opening Displacement (CTOD)].

2 MARCO TEÓRICO

2.1 CLASIFICACIÓN DE LAS FRACTURAS

Fractura es la separación, o fragmentación, de un cuerpo sólido en dos o más partes bajo la acción de esfuerzos. El proceso de fractura puede ser considerado que está compuesto por dos componentes, iniciación de grieta y propagación de grieta.

De manera general, debido a las condiciones de cargamento, existen cuatro maneras distintas de fractura:

- Sobrecarga.
- Impacto.
- Fatiga.
- Fractura asistida por el medio.

El tipo de sollicitación también ejerce influencia sobre el proceso de fractura, de modo que debe ser considerado en el análisis de fractura. Los tipos de sollicitación son descritos por términos como:

- Tracción.
- Compresión.
- Flexión.
- Torsión.
- Cizallamiento.

Otros criterios comúnmente utilizados para clasificar las fracturas son basados en los siguientes aspectos [1]:

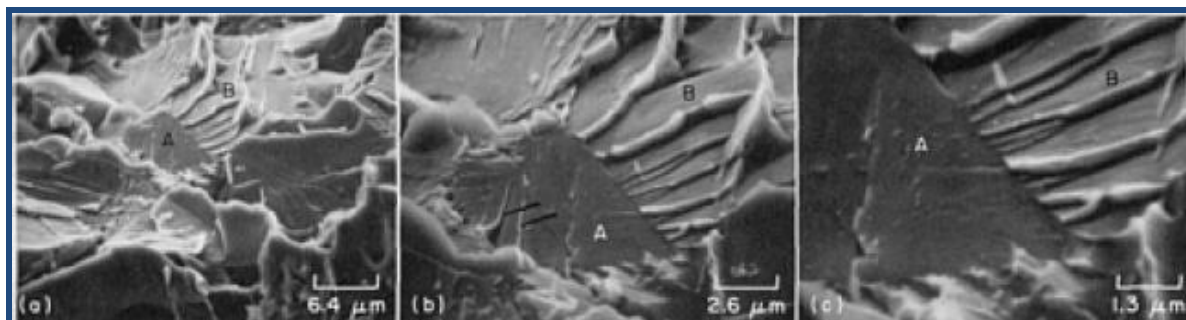
- Velocidad de propagación de grieta.

- Modo cristalográfico de fractura.
- Aspecto macroscópico de fractura.
- Deformación plástica macroscópica.
- Energía de fractura (tenacidad).
- Deformación plástica microscópica.
- Micromecanismo de fractura.

Según Dieter [2]. Las fracturas pueden ser clasificadas en dos categorías generales, fractura dúctil y fractura frágil. Una fractura dúctil es caracterizada por una deformación plástica apreciable antes y durante la propagación de la grieta. Una gran apreciable cantidad de deformación es usualmente presente en las superficies de fractura. La fractura frágil en metales es caracterizada por una rápida velocidad de propagación de grieta, sin grandes deformaciones y muy poca microdeformación [2].

Sobre una escala microscópica el modo de fractura comúnmente observado es el clivaje, cuasi-clivaje, y ruptura por hoyuelos [2]. Fractura por clivaje representa fractura frágil ocurriendo a lo largo de los planos cristalográficos. El rasgo característico de la fractura por clivaje son facetas planas las cuales generalmente son del tamaño del grano de ferrita (en acero). Usualmente, las facetas planas [Figura 1 a, b y c (A)] exhiben "marcas de río" [Figura 1 a, b y c (B)]. Las marcas de río son causadas por el movimiento de la grieta a lo largo de un número de planos paralelos, los cuales forman una serie de mesetas y salientes conectadas. Estas son indicaciones de absorción de energía por deformación local. La dirección del "patrón de río" representa la dirección de la propagación de la grieta [2].

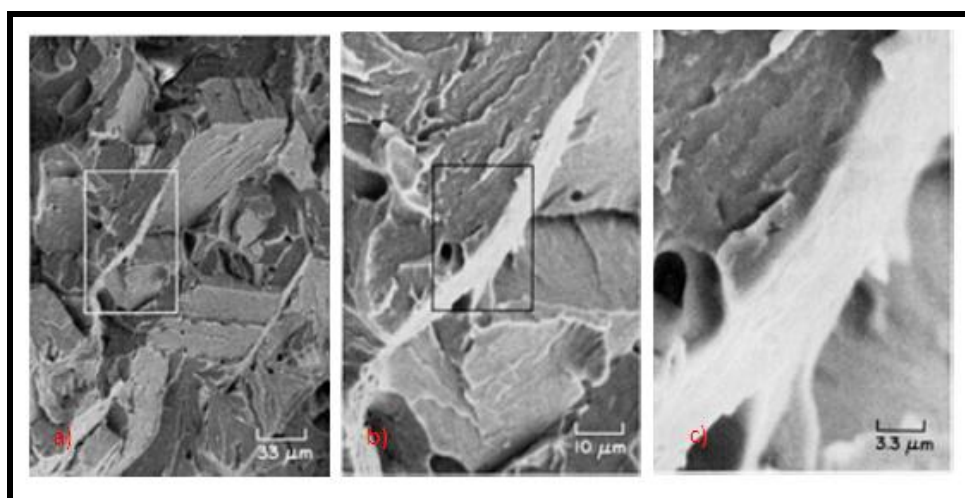
Figura 1. Fractura por clivaje en una muestra Charpy de acero AISI SAE 1040 laminado en caliente ensayado a -196 °C.



Fuente [29]

Fractura por cuasi-clivaje está relacionada pero distinta a la fractura por clivaje. Se observa principalmente en fractura a baja temperatura de aceros templados y revenidos. El termino cuasi-clivaje es usado debido a que las facetas en la superficie de fractura no son verdaderos planos de clivaje como se observa en la figura 2 (a, b y c), el cuadro en las figuras representa la reducción de la región analizada para una mejor valoración del fenómeno. La fractura por cuasi-clivaje a menudo exhibe poros y arrugas (crestas) alrededor de la periferia de las facetas [2].

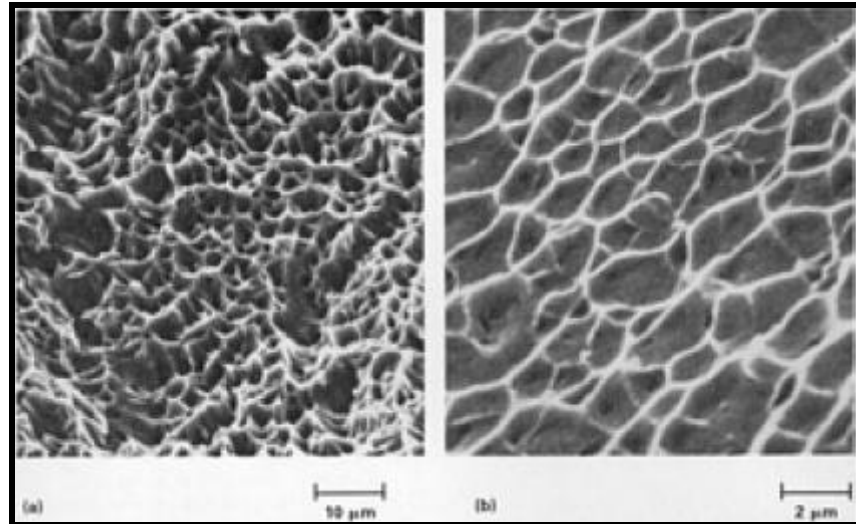
Figura 2. Superficie de Fractura de una muestra Charpy de un acero 0.18C-3.85Mo después de un tratamiento térmico en atmosfera inerte a 1200 °C durante 1 hora, seguido por un enfriamiento en salmuera ice/10%. a) 300x, b) 1000x, c) 3000x.



Fuente [29]

La ruptura por hoyuelos (Figura 3) es caracterizada por depresiones tipo copa que pueden ser equiaxiales, parabólicas o elípticas, dependiendo del estado de esfuerzos. Este tipo de superficie de fractura denota una fractura dúctil.

Figura 3. Ruptura por hoyuelos. (a) hoyuelos equiaxiales cónicos en una muestra de acero para muelles. (b) hoyuelos superficiales en una muestra de acero martensítico.



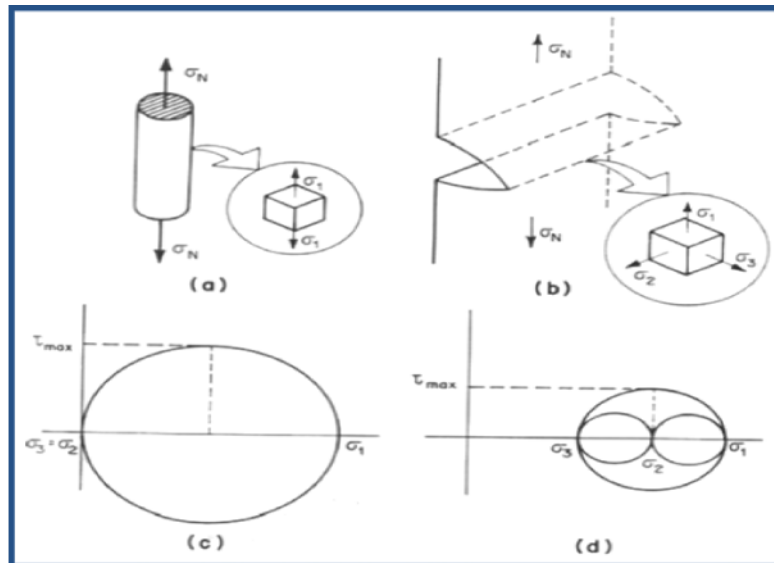
Fuente [29]

2.2 EFECTO DE UNA ENTALLA

Las deformaciones y procesos que gobiernan la fractura en metales son afectados por el esfuerzo y la deformación que experimenta una pieza o componente [3]. Por lo tanto, los cambios producidos por la introducción de una entalla tienen importantes consecuencias en el proceso de fractura [2], como es el caso de una grieta (entalla aguda), la cual crea un esfuerzo pico local en la raíz de la entalla. Sin embargo, si existe ductilidad suficiente, cuando el esfuerzo local excede el límite de fluencia del material ocurre un flujo plástico en la punta de la entalla [1]. El flujo plástico alivia los altos esfuerzos elásticos y limita el esfuerzo pico para el esfuerzo de fluencia del material. Sin embargo, el efecto principal de la entalla no es en introducir un concentrador de esfuerzos sino en producir un estado triaxial de esfuerzos en la raíz de la entalla [2].

Para un mejor entendimiento, consideremos muestras de un mismo material, ambos sometidos a tracción, uno de los cuales tiene una entalla y el otro no. En un ensayo de tracción uniaxial (sin entalla), los esfuerzos se distribuyen uniformemente a través de la sección transversal de la muestra (Figura 4a). Cuando se aplica esfuerzos a un muestra con una entalla, grieta o otro concentrador de esfuerzo, las regiones en la vecindad de dicho concentrador, siempre experimentarán esfuerzos mucho mayores comparados con las regiones no afectadas [3], esto se produce debido a que es más difícil extender la zona de fluencia en presencia de esfuerzos triaxiales (Figura 4b) . Las figuras 4(c) y 4(d), muestran los estados de esfuerzos para los dos casos, definidos por los esfuerzos principales y representados por un círculo de Mohr [1].

Figura 4. Estado de esfuerzos en muestras sin entalla (a y c) y con entalla (b y d)



Fuente. [1]

Un estado de triaxialidad de esfuerzos de una entalla resulta en una especie de endurecimiento por entalla, porque introduce una fuerte restricción llamada *constricción plástica*, tal como ilustra la figura 4(b). Por lo tanto, cualquier sistema sometido a tensión capaz de producir una combinación de grandes

esfuerzos de tracción y pequeños esfuerzos de cizallamiento favorece la aparición de fractura frágil [1].

Otro efecto de la entalla es producir alta deformación localmente concentrada. El endurecimiento por deformación en la raíz de la entalla puede dar lugar a la formación de poros dúctiles que pueden convertirse en grietas frágiles, ya que el volumen endurecido por deformación plástica bajo la entalla es pequeño, la concentración de deformación alcanza a agrietar sin producir mucho trabajo plástico. Otra importante consecuencia de la concentración de deformación plástica en la entalla es que la velocidad de deformación local será mucho mayor que la velocidad de deformación promedio. Debido a que la fractura frágil depende en gran medida de la velocidad de deformación, esto puede ser importante, pero fácilmente se pasa por alto este factor.

En resumen, una entalla incrementa la tendencia a la fractura frágil en cuatro importantes maneras:

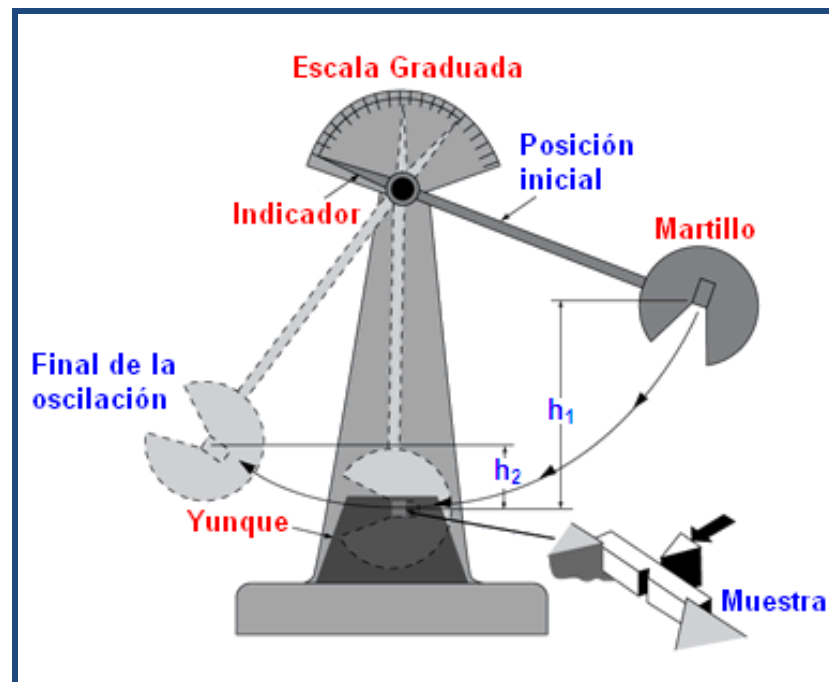
- Por producir altos esfuerzos locales.
- Por introducir un estado triaxial de esfuerzos en tensión.
- Por producir endurecimiento por deformación altamente localizado y agrietamiento.
- Por producir un aumento local de la velocidad de deformación.

2.3 ENSAYO DE IMPACTO CHARPY CLÁSICO

El afán de conocer la cantidad de energía que era capaz de absorber un determinado material, llevó a muchos investigadores en el siglo XIX a desarrollar pruebas que fueran capaces de determinar esta energía [4]. Producto de esta afanosa búsqueda por conocer el comportamiento de los materiales sometidos a impacto nació el ensayo Charpy que heredó el nombre de su creador, el francés Augustin Georges Albert Charpy (1865-1945) [5].

Es el ensayo de impacto por excelencia y se trata de una prueba realmente sencilla, que consiste en romper un espécimen mediante un péndulo (Figura 5); la energía absorbida por el espécimen se obtiene de la diferencia de energía potencial del péndulo antes y después del impacto, según la ecuación (1) [5].

Figura 5. Esquema del ensayo Charpy



Fuente [24]

$$E_a = MgL[\cos(\beta) - \cos(\alpha)] \quad (1)$$

Donde:

E_a : Energía absorbida.

M : Peso de la masa (Martillo).

g : Gravedad.

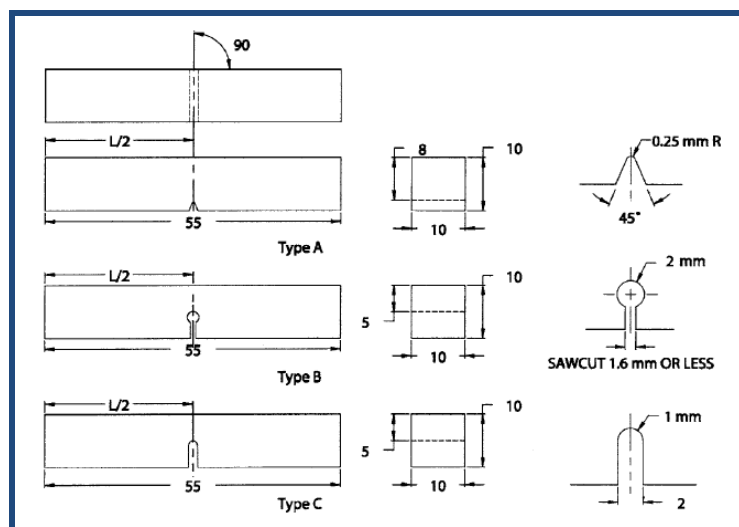
L : Longitud del brazo.

β : Angulo final (Posición final).

α : Angulo inicial (Posición inicial).

Las pruebas de impacto Charpy se realizan según normas internacionales en las cuales se detallan las dimensiones de las probetas empleadas en este tipo de ensayo, así como la forma de reportar los resultados de los mismos. De acuerdo con los lineamientos de la norma ASTM E23-07a^{e1}, las muestras que se utilizan en el ensayo Charpy tienen forma de paralelepípedo y se pueden utilizar tres tipos de entalla, tal como se muestra en la figura 6.

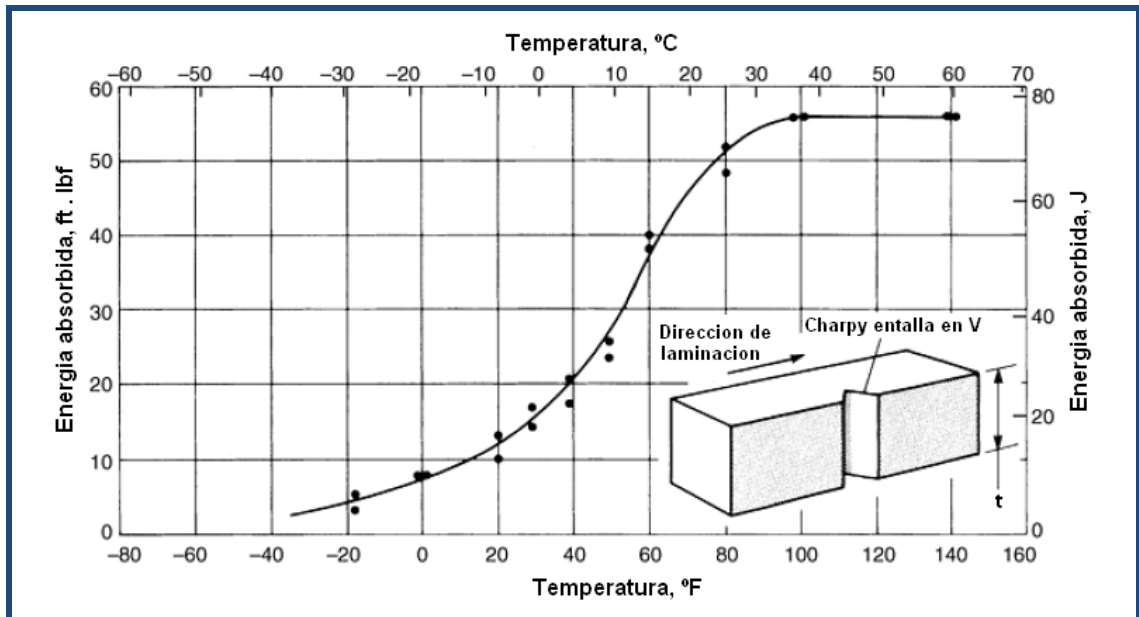
Figura 6. Tipos de entalla Charpy



Fuente: [7]

Con respecto a los tipos de entalla mostrados en la figura 6, la probeta Charpy tipo A (entalla en V) es la más utilizada para caracterizar el comportamiento dúctil-frágil de los aceros, debido a que este tipo de entalla proporciona mejores resultados con respecto a la resistencia de los materiales a la propagación de grietas, aunque muchos investigadores [6] escogen probetas Charpy con entalla en V pre-agrietadas (PCVN) en vez de las probetas Charpy estándar, debido a que al tener una entalla más aguda se obtienen resultados más conservativos de la tenacidad a la fractura dinámica y de la temperatura de transición dúctil-frágil [7 y 8].

Figura 7. Curva de transición dúctil – frágil para un acero de bajo carbono



Fuente [3]

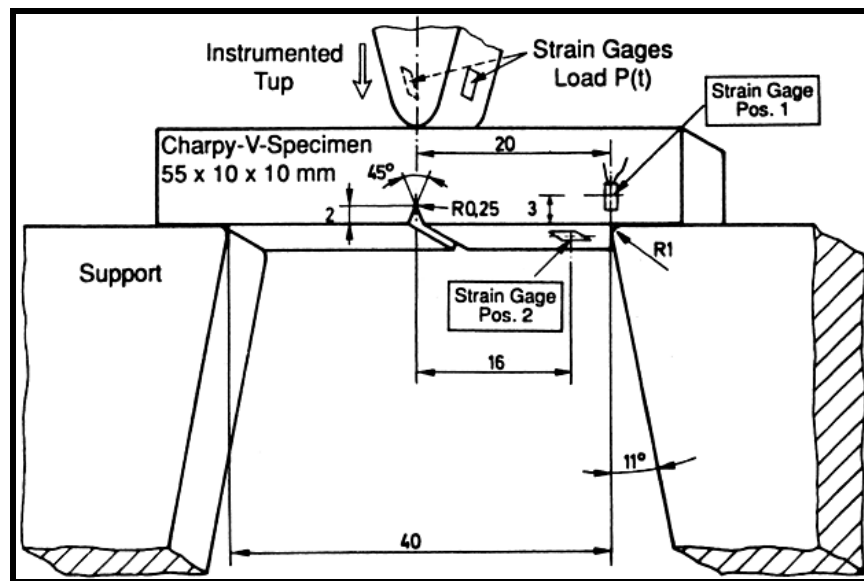
Diversos factores intervienen en el resultado de la energía absorbida por la muestra en la temperatura de transición. De un modo general, esos factores pueden ser divididos en factores físicos y metalúrgicos. Composición química, tipo de tratamiento térmico, tamaño de grano y la orientación de extracción de las probetas constituyen los factores metalúrgicos. Los factores físicos son: forma y tamaño de las probetas, tipo de entalla y velocidad de deformación [1].

La principal aplicación del ensayo Charpy en ingeniería se fundamenta en la selección de materiales resistentes a la fractura frágil. Debido a que la medida de energía absorbida en el ensayo Charpy es apenas un parámetro cualitativo y por lo tanto no es posible utilizarlo directamente para evaluaciones de aptitud al servicio [9].

2.4 ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO

Esta alternativa que surgió a partir de la década del 70, buscó desde su inicio la posibilidad de tener información más precisa sobre el proceso de fractura dinámica que el ofrecido por el ensayo de impacto convencional [1]. Por medio de dispositivos eléctricos adaptados al martillo de impacto y en el yunque, ocasionalmente también usados en el cuerpo de prueba (Figura 8) que transforma la energía mecánica del péndulo en energía eléctrica que es transmitida a un sistema de adquisición de datos y posteriormente llevada a un software que procesa la información [3].

Figura 8. Esquema de la instrumentación

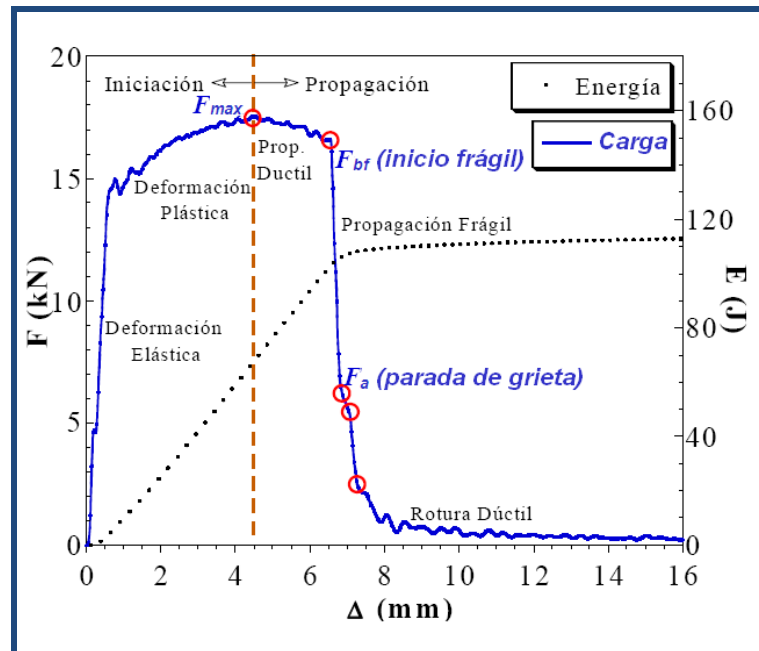


Fuente: [3]

El ensayo Charpy Instrumentado, extiende el ensayo de impacto convencional por permitir la determinación de la carga vs tiempo y deducir el comportamiento carga-desplazamiento de una muestra durante el corto periodo de impacto (Figura 9). En adición a esto, los principios de la mecánica de fractura dinámica son integrados en el análisis de los resultados del ensayo de impacto. Con el fin de realizar un estudio completo del proceso de propagación de grietas, este

ensayo permite evaluar la fractura dinámica en términos de diversos criterios incluyendo J_{Id} , K_{Id} , T_{mat} , $J-\Delta a$, etc [8].

Figura 9. Diagrama típico del ensayo Charpy instrumentado



Fuente [8] (adaptado)

Tal como muestra la figura 9, por medio del ensayo Charpy instrumentado es posible determinar la carga de fluencia general F_{gy} (fluencia plástica a través de la sección transversal de la muestra Charpy), la carga máxima F_m , la carga para fractura frágil F_{br} , y el tiempo para fractura frágil. Además, el área bajo la curva carga-tiempo corresponde a la energía total absorbida, el cual es el único dato obtenido en un ensayo Charpy clásico. El ensayo instrumentado, además, permite separar la energía absorbida en (1) la energía requerida para iniciar fractura (energía de carga pre-máxima), (2) la energía requerida para propagarse la fractura de manera frágil (energía post-máxima carga) y (3) la energía asociada con la formación de labios de corte (energía fractura post-frágil) [10].

En resumen, el ensayo Charpy instrumentado permite la determinación de lo siguiente:

1. Varias energías asociadas con la iniciación y propagación de la grieta.
2. Temperatura de transición dúctil-frágil.
3. Esfuerzo de fluencia dinámico.
4. Esfuerzo intrínseco de fractura por clivaje.
5. Tenacidad a la fractura bajo carga dinámica.
6. Desplazamiento de abertura de grieta crítico.
7. Velocidad de la grieta.
8. Medida indirecta de la superficie de fractura.

2.5 DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA POR MEDIO DEL ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO

Es bien sabido que existen muchas metodologías y estándares para evaluar las propiedades de fractura de los materiales o determinar parámetros fiables de seguridad contra fractura bajo condiciones de carga cuasi-estática, tales como J_{Ic} , K_{Ic} , etc. Desafortunadamente, las medidas y el análisis del comportamiento de fractura bajo altas velocidades de carga son más complejas, como comúnmente se cree que la tenacidad a la fractura de un material metálico es menor bajo condiciones dinámicas [8].

Procedimientos aplicados en la evaluación de la tenacidad a la fractura son fuertemente dependientes del proceso de fractura del material, aunque no existen normas específicas para ensayos de fractura dinámica, se aplican la mecánica de fractura lineal elástica (ASTM E 399 [11]) y/o la mecánica de fractura elasto-plástica (ASTM 1820 [12]) para evaluar el factor de intensidad de esfuerzos crítico K_{Ic} o integral J respectivamente [1].

2.5.1 Método de obtención de los valores de tenacidad a la fractura dinámica

2.5.1.1 Método de la energía revisada

Zhang y Shi [13] han puesto de manifiesto que el método de la energía hasta carga máxima sobrestima los valores de tenacidad de fractura dinámica. En muchos materiales elasto-plásticos la fractura comienza a propagarse antes que se alcance el punto de carga máxima. Por este motivo, la energía de carga máxima (E_m) que se obtiene de la curva carga- desplazamiento y que se utiliza en la ecuación 2, se corrige por medio del sistema de ecuaciones 3 a 5.

$$J_{Id} = \frac{2(E_{mr})}{B \cdot (W - a)} \quad (2)$$

$$(E_{mr}) = E_m - \left(\frac{P_m^2}{2}\right) \left[\left(\frac{v_0 \cdot t_y}{P_{gy}}\right) - \left(\frac{v_0^2 \cdot t_y^2}{8 \cdot E_0}\right) - \left(\frac{C}{B \cdot E}\right) \right] \quad (3)$$

$$C = 72 \cdot \left[g\left(\frac{a}{W}\right) \right] + 2 \quad (4)$$

$$\begin{aligned} g\left(\frac{a}{W}\right) = & 1,86 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^2 - 3,95 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^3 + 16,38 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^4 - 37,23 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^5 \\ & + 77,55 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^6 - 126,87 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^7 + 172,53 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^8 \\ & - 143,90 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^9 \quad (5) \end{aligned}$$

Donde P_m es la carga máxima, P_y es la carga de fluencia del material, t_y es el tiempo que transcurre hasta que se alcanza la carga P_y , a es la longitud inicial de la grieta, V_0 es la velocidad inicial de impacto, E_0 es la energía total que

puede entregar el péndulo con la velocidad de lanzamiento, B es el espesor de la probeta, E es el módulo de elasticidad, C es la flexibilidad de la probeta [14], y $g(a/W)$ es una función geométrica.

2.6 HIDRÓGENO EN LOS ACEROS

La presencia del hidrógeno en metales y aleaciones está relacionada principalmente con el pequeño radio atómico de este elemento y su capacidad de difundirse con cierta facilidad en el estado sólido [15]. Sin embargo, la presencia de hidrógeno en los metales y específicamente en los aceros no es deseada en la mayoría de los casos, debido a que el hidrogeno altera considerablemente las propiedades mecánico-metalúrgicas y como consecuencia, la integridad de los elementos estructurales construidos con ellos, conduciendo, en algunos casos, a roturas catastróficas. El hidrógeno actúa penetrando desde el ambiente hacia el interior del material, acumulándose con el tiempo en posibles puntos de fractura hasta alcanzar en uno de ellos el valor de concentración crítica, instante en el cual tiene lugar la fractura.

Según Albístur y Fernández [16]. El hidrógeno produce cambios en el comportamiento plástico y en el comportamiento de fractura de un metal o aleación, lo cual es el resultado de la absorción de este elemento en los metales, generalmente en combinación con los esfuerzos residuales o aplicados, dando lugar a un deterioro en las propiedades mecánicas y restringiendo severamente su utilización.

El daño más típico causado por el hidrógeno es la fragilización. La fragilización por hidrógeno involucra una gran pérdida de las propiedades mecánicas con las siguientes características [15]:

- La ductilidad del acero con contenido de hidrógeno disminuye progresivamente con el aumento de este elemento.
- La tenacidad a la fractura disminuye con el aumento del contenido de hidrogeno en el acero.
- La presencia de hidrógeno en el acero puede cambiar el tipo de fractura, de una morfología típicamente dúctil a otra esencialmente frágil.
- Ocurre en un rango de temperatura entre -100°C – 100°C , con un máximo efecto en temperaturas próximas a la temperatura ambiente.
- Es más crítica en situaciones de baja deformación

Las propiedades que no se ven modificadas significativamente por la presencia de hidrógeno [13] son:

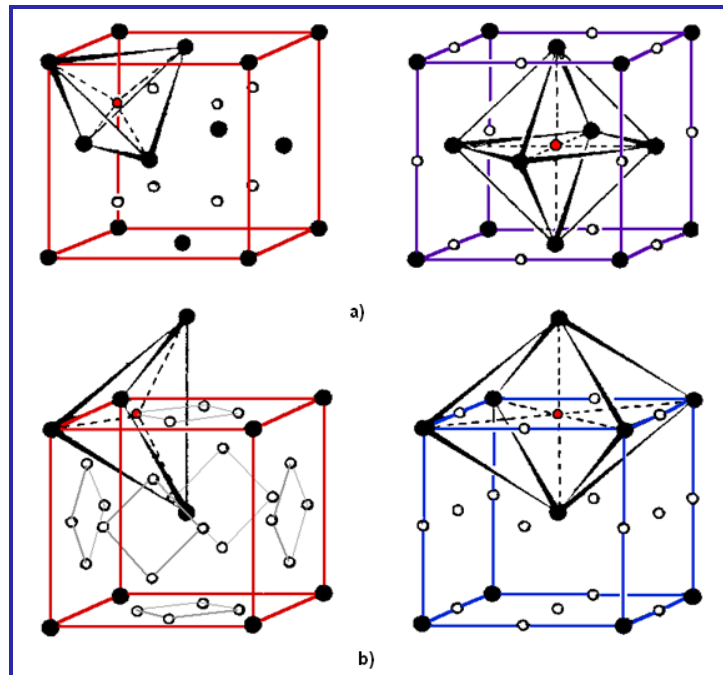
- Limite elástico.
- Modulo de elasticidad.
- Dureza.

2.6.1 Mecanismo de fragilización por hidrógeno

El hidrógeno una vez presente en la estructura de los aceros, se encuentra disuelto en los sitios intersticiales de la red cristalina teniendo cierta preferencia por los sitios tetraédricos para los metales con estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC) y octaédricos para los metales cúbicos de caras centradas (FCC) (Figura 10) [17]. El hidrógeno dentro del metal puede existir en forma atómica (H), protónica (H^+), molecular (H_2) o combinado con los elementos de aleación (CH_4). La severidad y el tipo de daño por hidrógeno también depende de factores metalúrgicos tales como la composición química, heterogeneidad de la estructura, tipo de microestructura, dureza, inclusiones no metálicas, defectos estructurales, esfuerzos internos y factores ambientales, tales como naturaleza

de la solución, concentración de hidrógeno, pH del medio, tiempo de exposición, temperatura, presión y esfuerzos aplicados [14].

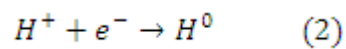
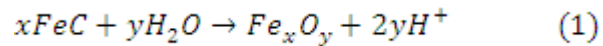
Figura 10. Sitios intersticiales ocupados por el hidrógeno en estructuras cristalinas: a) Estructura cubica de cara centrada (FCC); b) Cubica de cuerpo centrado (BCC).



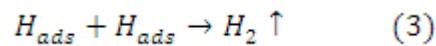
Fuente [28]

La entrada del hidrógeno en el material, se produce principalmente por dos caminos. El primero, es favorecido por procesos electroquímicos como la polarización catódica, que se desarrolla acompañando a diversos sistemas de protección frente a la corrosión, como sucede en el caso de plataformas petrolíferas o conducciones por tubería en el mar [18]. El segundo, es el debido a la exposición directa del metal a hidrógeno en estado gaseoso, como ocurre en reactores de *hydrotreating*, llevados a cabo en condiciones de alta presión y temperatura, o en oleoductos y gasoductos, que se encuentran sometidas a altas presiones, y en contacto permanente con sulfuro de hidrógeno H_2S [19].

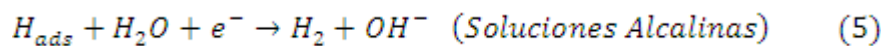
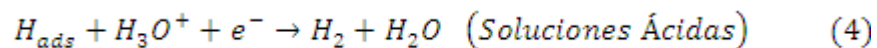
Según DAYAL [20]. El hidrógeno inicialmente puede estar presente tanto externa como internamente en un metal o aleación. Cuando la superficie del acero entra en contacto con un ambiente acuoso tienen lugar las siguientes reacciones:



Este hidrógeno es adsorbido (H_{ads}) en la superficie del acero y luego absorbido (H_{abs}). Dependiendo de las condiciones superficiales y del medio se puede recombinar según la reacción de taffel [21]:



O por las reacciones de Heyrovsky [21]:



El hidrógeno que no se recombina es absorbido convirtiéndose en H_{abs} (Figura 11), según la reacción:

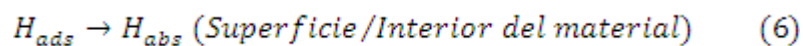
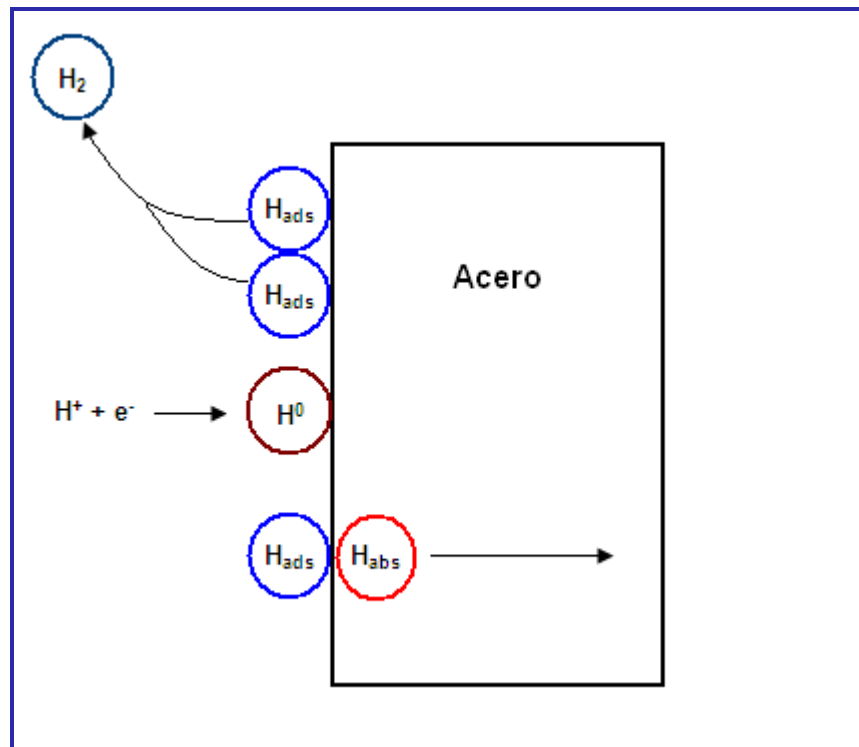


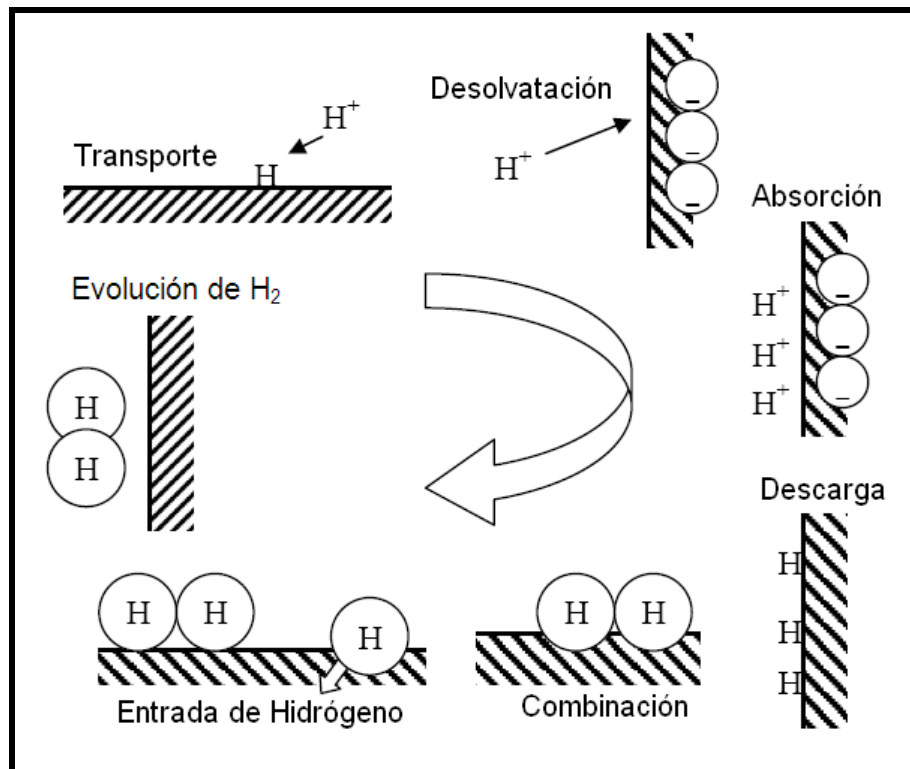
Figura 11. Mecanismo de entrada de hidrógeno al acero.



Fuente [21] (adaptado)

Para entender el mecanismo de entrada de hidrógeno en un metal, es necesario conocer las características de la reacción de evolución de hidrógeno. La figura 12 muestra los distintos pasos asociados con el proceso de entrada de hidrógeno en el metal. En primer lugar, átomos hidratados son transportados a la doble capa (superficie), ocurre una separación de átomos de hidrógeno y agua por adsorción, electro donación con la carga de electrones lo cual produce una descarga. El proceso de combinación de hidrógeno puede ocurrir de dos maneras: átomo-átomo o ion-átomo o ambos. El paso final puede ser eventualmente por desorción y entrar en el material, con la compañía de la reacción de evolución de hidrógeno, culminando en la formación y difusión de hidrógeno [22].

Figura 12. Esquema de generación de hidrógeno



Fuente [22] (adaptado)

Existe un gran número de teorías, que estudian los mecanismos locales bajo los cuales se desarrolla la fragilización por hidrógeno. Entre ellas, las que más importancia han cobrado con el paso del tiempo, son la “*teoría de la presión*”, la “*teoría de la descohesión*” y la “*teoría de la pérdida de plasticidad a nivel local (HELP)*”.

2.6.1.1 Teoría de la presión:

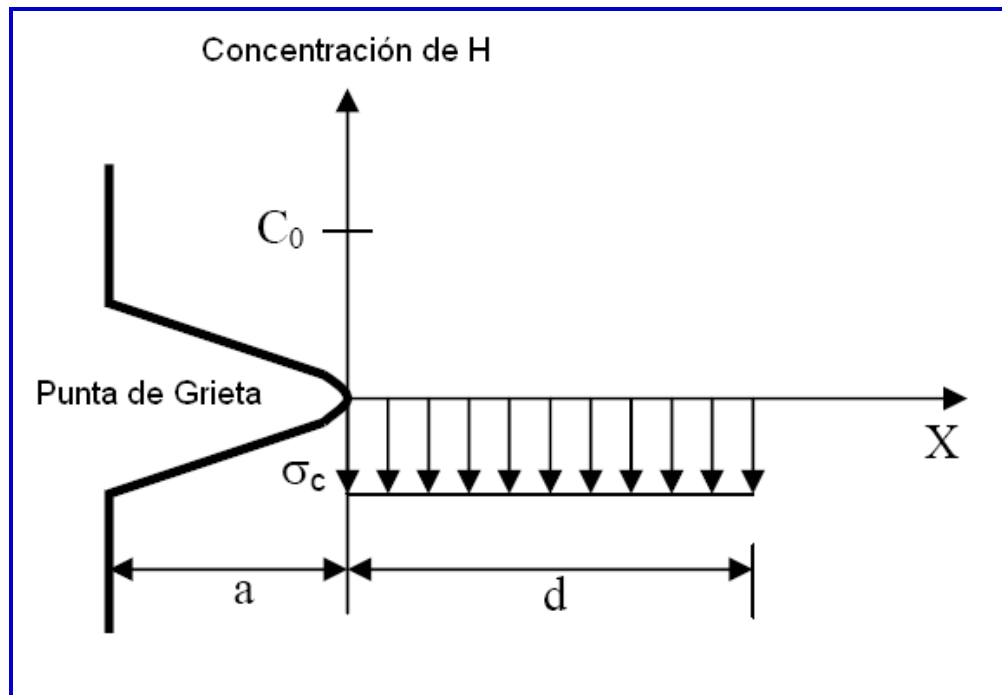
Sugerida por Zapffe y Sims [23], asume que la fragilización por hidrógeno ocurre cuando el hidrógeno atómico que difunde es recombinado (H₂) en los poros internos u otros defectos microestructurales, los cuales empiezan a crecer debido a la alta presión interna (acumulación de moléculas de H₂), aumentando el número de microporos o microgrietas en el material [24]. La

manifestación de este tipo de mecanismo de daño por hidrógeno es notable como ampollas, especialmente en la superficie de la muestra donde la concentración de hidrógeno es mayor. Además, la presencia de ampollas puede causar la iniciación y el crecimiento de grietas en ausencia de esfuerzos aplicados [24].

2.6.1.2 Teoría de la descohesión:

Fue primeramente propuesta por Troiano y se basa en la premisa que el hidrógeno reduce la resistencia cohesiva del acero [25]. Troiano indicó que el hidrógeno disuelto en el acero puede concentrarse en regiones de alta triaxialidad de esfuerzos, causando una disminución de la fuerza cohesiva entre los átomos del metal y aumentando la nucleación de microgrietas. Cuando la concentración local de hidrógeno alcanza un nivel crítico, causada por el campo de esfuerzo, se produce una fragilización localizada y la grieta avanza fuera de la región de segregación de hidrógeno, donde la punta de la grieta sufre embotamiento debido a la deformación plástica. El proceso completo es reiterado y la propagación de la grieta es discontinua y controlada por la difusión de hidrógeno en la punta de la grieta, así que a medida que la grieta avanza hay que esperar la difusión de hidrógeno en la región de altos estados de esfuerzos (Figura 13) [22].

Figura 13. Modelo de descohesión propuesto por Troiano



Fuente [24]

2.6.1.3 Teoría de la pérdida de plasticidad a nivel local (HELP):

Fue propuesta por Birnbaum y se basó en la idea que el hidrógeno aumenta la movilidad de las dislocaciones, resultando en una deformación plástica extremadamente localizada, la cual es suficiente para hacer posible el crecimiento de grieta sub-crítico, que es macroscópicamente frágil (deformación macroscópica muy pequeña) [26]. Este fenómeno causa una reducción en la ductilidad del material y una apariencia frágil de la superficie de fractura a bajos aumentos. El mecanismo HELP propone que el movimiento de las dislocaciones es aumentada debido a la acumulación de hidrógeno, causando una disminución en la energía elástica en el movimiento de las dislocaciones con los obstáculos (carburos).

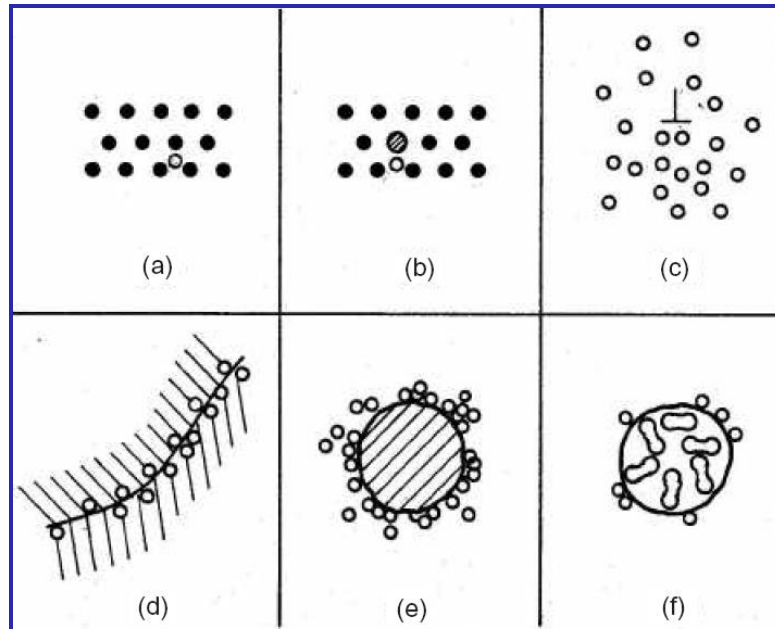
Dado que el hidrógeno reduce la energía de interacción, el esfuerzo requerido para el movimiento de las dislocaciones es disminuido y la plasticidad localizada es mayor [22].

Todas estas teorías tienen en común, que las zonas críticas para la aparición del proceso de fragilización por hidrógeno en los aceros, desde un punto de vista mecánico, son aquellas en que se desarrollan estados triaxiales de esfuerzos, puesto que en ellas es máxima la deformación volumétrica, y en definitiva esto último favorece la acumulación de hidrógeno, además de tratarse del estado tensional más desfavorable posible, puesto que contribuye a la propagación de grietas.

2.6.1.4 Localización de zonas críticas de interacción con el hidrógeno

Existen varias zonas específicas en un material donde la presencia de hidrógeno puede ser fundamental para el comportamiento de la fractura. Esto incluye a la red misma (hidrógeno en solución) así como los límites de grano, precipitados coherentes e incoherentes, poros y dislocaciones como muestra la figura 14. En donde se indica la manera en la cual el hidrógeno a partir de una variedad de fuentes transportadas por dislocaciones o por difusión en la red puede acumularse en uno o en conjunto con otros sitios (trampas) en la matriz metálica.

Figura 14. Diseño esquemático de la interacción del hidrógeno con la microestructura: (a) solución sólida; (b) par hidrogeno-soluto; (c) atmosfera de dislocación; (d) acumulación en los límites de grano; (e) acumulación en la interfase matriz-partícula; (f) poros que contienen hidrógeno recombinado.



Fuente [20]

Muchos estudios previos han demostrado que las trampas más peligrosas, donde se inicia el proceso de agrietamiento debido al hidrógeno, son las interfases (intercaras) inclusión-matriz (especialmente peligrosas cuando aquéllas tienen forma alargada, MnS normalmente) y la presencia de zonas frágiles segregadas [27]. En estas zonas, el hidrógeno tiene un doble efecto perjudicial. Por un lado, disminuye las fuerzas de cohesión del propio material (descenso de la tenacidad) y, por otro, la aparición de hidrógeno introduce un nuevo sumando a la fuerza de sollicitación en ese punto. En la figura 15 se puede observar el fenómeno comentado alrededor de una inclusión de Sulfuro de Manganeso.

En dicha figura se muestra como sin la presencia de hidrógeno, se tiene una fuerza de sollicitación σ^T , que es suma de una hipotética tensión residual presente en el material, σ^R , y la tensión aplicada, σ^a , la cual es contrarrestada por una fuerza cohesiva σ^C (tenacidad) del propio material. Sin embargo,

3 METODOLOGÍA

3.1 MATERIAL

El material utilizado en los ensayos fue una lámina de 1/2 pulgadas de acero ASTM A 283 Gr C [30]. Suministrado por el ECOPETROL-ICP tal como lo recibió del proveedor.

3.2 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL

Para tal fin se prosiguió de la siguiente manera:

3.2.1 Composición química

Se realizó en el equipo BAIRD SPECTROVAC mediante la técnica de espectrometría de emisión óptica (EEO), siguiendo los lineamientos de la norma ASTM 415-99^a.

3.2.2 Metalografía

Siguiendo los lineamientos de la norma ASTM E3-01 se extrajeron dos muestras para determinar microestructura y el sentido de laminación de la lámina, y así extraer las muestras para los diferentes ensayos en este sentido. Las muestras del acero A283 Gr C fueron caracterizadas metalográficamente (a 100x y 200x) en un microscopio óptico (REICHERT – JUNG) figura 16

ubicado en el laboratorio de corrosión del Instituto Colombiano del Petróleo (ICP).

Figura 16. Microscopio óptico (REICHERT – JUNG)



Fuente [Los autores]

3.2.3 Ensayo de tensión

Los ensayos de tracción uniaxial fueron realizados en el laboratorio de resistencia de materiales del Instituto Colombiano del Petróleo (ICP), utilizando una máquina universal marca INSTRON (figura 17), de acuerdo con las recomendaciones de la norma ASTM E8 [31]. Con el fin de determinar, resistencia a la tracción, punto de fluencia y porcentaje de elongación.

Figura 17. Máquina universal marca INSTRON (MTS)



Fuente [los autores]

3.2.4 Ensayo de dureza

Se utilizó un durómetro marca BRICKERS 220 (ver figura 18) para la valoración y se procedió según la norma ASTM E10-08 [32], determinándose dureza Brinell.

Figura 18. Durómetro BRICKERS 220



Fuente [Los autores]

3.2.5 Ensayo de impacto

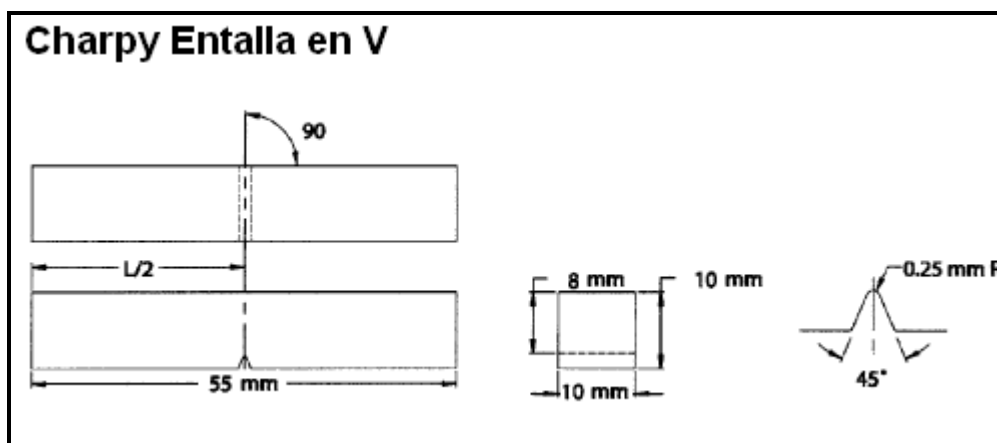
Los ensayos de impacto se realizaron utilizando una máquina de impacto marca SATEC (Figura 19), de acuerdo con las recomendaciones de la norma ASTM E23-07 [7] para determinar energía absorbida. La figura 20 muestra las dimensiones de las muestras utilizadas.

Figura 19. Máquina de impacto Charpy



Fuente [los autores]

Figura 20. Dimensiones de las muestras Charpy utilizadas



Fuente [7]

3.3 RECUBRIMIENTO

Sin recubrimiento en la superficie de salida del hidrogeno se ha observado, la formación de películas pasivas de óxidos sobre las muestras, que actúan como películas barrera para la salida de hidrogeno en la superficie [33]. Esto lleva a registros de permeación de hidrógeno erróneos, por el incremento de la concentración de hidrógeno en la superficie de salida, en consecuencia reduce el gradiente de concentración de hidrogeno en la superficie, lo cual lleva a una lógica disminución del flujo de permeación comprometiendo la confiabilidad de los resultados [33, 34]

Por tanto los parámetros de permeación de hidrógeno 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 [35]. Esto se logra recubriendo la superficie con una película muy delgada de paladio que evitará la reacción de recombinación de los átomos de hidrogeno [36].

Debido a la formación de películas de óxido en la superficie de salida del hidrógeno. Se recubrió un conjunto de 4 probetas con paladio, con un espesor de aproximadamente 0.3 μm , de acuerdo a lo recomendado por Canabal y Villamizar [21].

El recubrimiento se realizó por la técnica de electrodeposición, las probetas fueron desbastadas con papel de lija número 600, desengrasadas con acetona, inmersas en HCl por 10 segundos e inmediatamente fueron inmersas en la solución de hidróxido de amonio (NH_4OH) al 28% p/p y 0.5 g de cloruro de paladio (PdCl_2) y posteriormente lavadas con agua destilada y secadas.

3.3.1 Composición del electrólito.

Se utilizó una solución de Hidróxido de Amonio (NH_4OH) al 28% p/p y 0.5 g de Cloruro de Paladio (PdCl_2).

3.3.1.1 Condiciones

- Densidad de corriente: 2 mA/cm^2 .
- Ánodo de platino.
- Relación ánodo-cátodo: 1:1.
- pH final: 13 – 14.
- Temperatura ambiente.
- Tiempo: 20 minutos.

El tiempo de deposición fue calculado según ley de Faraday de acuerdo al espesor deseado de 0.3 μm .

$$\text{Masa Pd}_{\text{depositada}} = \rho \cdot A \cdot e \quad (6)$$

Donde:

ρ : Densidad (g/cm³).

A: Área a recubrir (cm²).

e: Espesor de la película (cm).

$$\text{Tiempo de deposición} = \frac{\# \text{ de } e^{-} \cdot C \cdot \text{Masa de Pd}_{\text{depositada}}}{PM_{Pd} \cdot I} \quad (7)$$

Donde:

C: Constante de Faraday.

PM_{Pd}: Peso molecular Pd (g/mol).

I: Corriente (A).

3.4 PRUEBAS ELECTROQUÍMICAS

3.4.1 Solución de Trabajo.

Las pruebas electroquímicas se realizaron utilizando una solución 0.1 M de NaOH a 25°C, pH 12.5 y burbujeo de nitrógeno durante los ensayos.

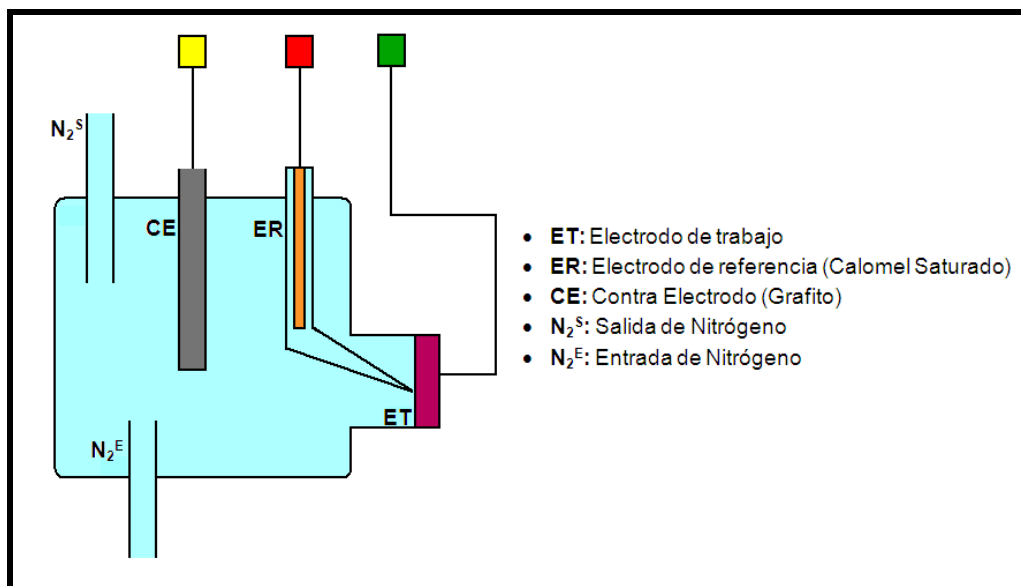
3.4.2 Pruebas de polarización potenciodinámica.

Las pruebas electroquímicas fueron realizadas bajos los lineamientos de la norma ASTM G5 [37] con el fin de determinar el potencial de la reacción de evolución de hidrógeno.

Este ensayo consiste en la aplicación de una rampa lineal de diferencia de potencial por hora entre el electrodo de trabajo (muestra a analizar) y el contra electrodo (grafito), comenzando a partir del potencial de circuito abierto medido entre el electrodo de referencia (Electrodo Calomel Saturado/SCE) y el electrodo de trabajo.

Este procedimiento se realizó en la celda de Devanathan (Figura 21), utilizando un solo compartimiento con la programación de eventos un programa de adquisición y control en las rutinas a realizar.

Figura 21. Diseño esquemático de la celda de polarización.



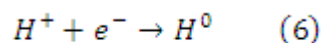
Fuente [Los autores]

3.4.3 Pruebas de permeación de hidrógeno.

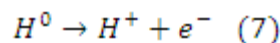
Los ensayos de permeación se realizaron siguiendo los lineamientos de la norma ASTM G-148 [36], aplicando el método duplo-potenciostático, utilizando una celda de dos compartimientos (figura 22), cada compartimiento está constituido por un contraelectrodo de grafito (CE), electrodo de referencia de Calomel saturado (ER), un lugín (L), un orificio donde se pone en contacto la probeta con la solución hidrogenante de 0.384cm^2 , y un sistema de entrada y salida de nitrógeno para eliminar el posible oxígeno disuelto durante la prueba y además proveer agitación. Entre los dos compartimientos se coloca el electrodo de trabajo (ET).

En el compartimiento 1 se aplica el potencial de generación de hidrógeno y en el compartimiento 2 el potencial de reposo entre ET y ER, para oxidar el hidrógeno (Reacciones 6,7 y 8).

Solución/superficie de entrada de H^0 al metal.



Superficie de salida del H^0 /solución.



Solución/superficie del contraelectrodo de grafito.

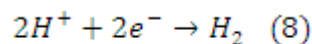
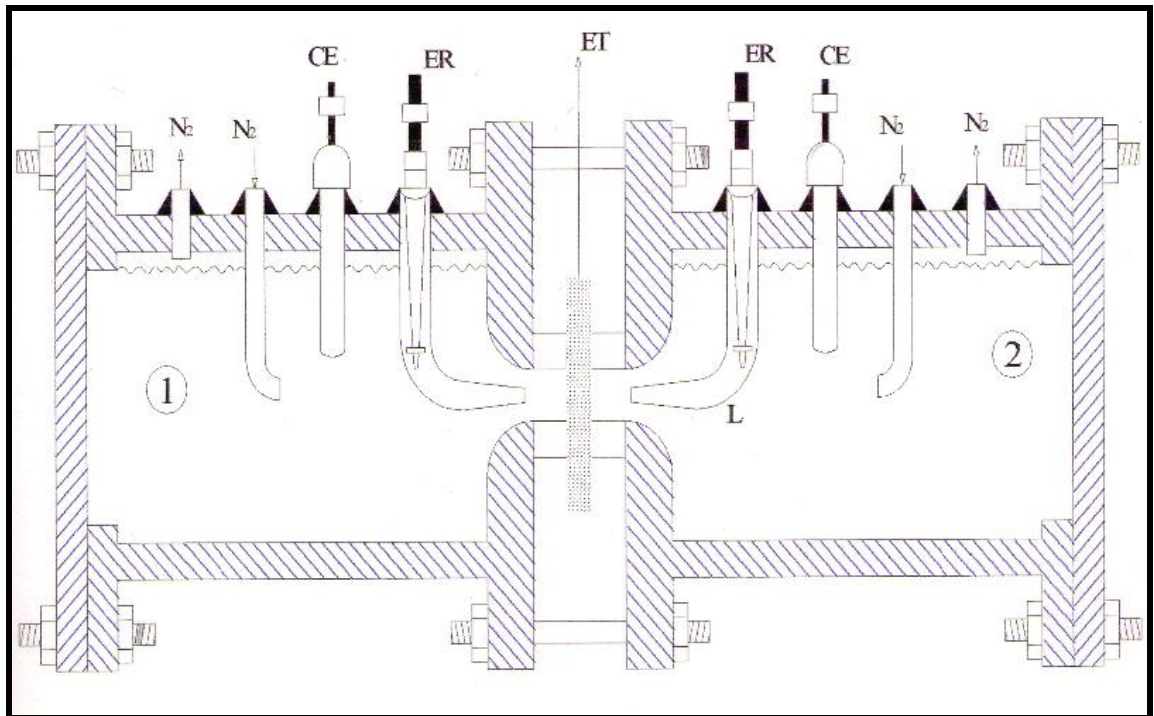


Figura 22. Celda de permeación de hidrógeno



Fuente [21] (adaptado)

El método de permeación electroquímica duplo-potenciostático consta de las siguientes etapas:

- Determinación del potencial de reposo o circuito abierto.
- Desgasificación de la muestra.
- Hidrogenación de la muestra.

3.4.3.1 Determinación del potencial de reposo entre el electrodo de trabajo (ET) y el electrodo de referencia (ER) en la celda de detención.

Esta etapa tiene como objetivo establecer el potencial de reposo en la celda de detección, Esto consiste en esperar la estabilización del potencial de circuito abierto para saber que potencial se debe aplicar en la etapa de desgasificación.

3.4.3.2 Desgasificación de la muestra

Esta etapa tiene como objetivo eliminar el hidrógeno presente en la muestra, mediante la aplicación del potencial de circuito abierto entre el electrodo de trabajo y el contraelectrodo en la celda de detección.

La aplicación de este potencial entre el electrodo de trabajo y el contraelectrodo succiona el hidrógeno difusible fuera del metal, fluyendo una corriente anódica hacia el contraelectrodo, ésta es monitoreada con el tiempo hasta que se mantenga en el orden de 1×10^{-9} amperios, lo que quiere decir que el hidrógeno difusible es aproximadamente cero.

3.4.3.3 Hidrogenación de la muestra

Terminada la desgasificación se aplica en la celda de generación el potencial de generación de hidrógeno, determinado por la curva de polarización catódica y al mismo tiempo en la celda de detección, el potencial de reposo, en este momento comienza a correr la prueba y al transcurrir un tiempo hay una

generación de corriente anódica en el lado de detección. Este registro viene dado corriente vs tiempo (Figura 23).

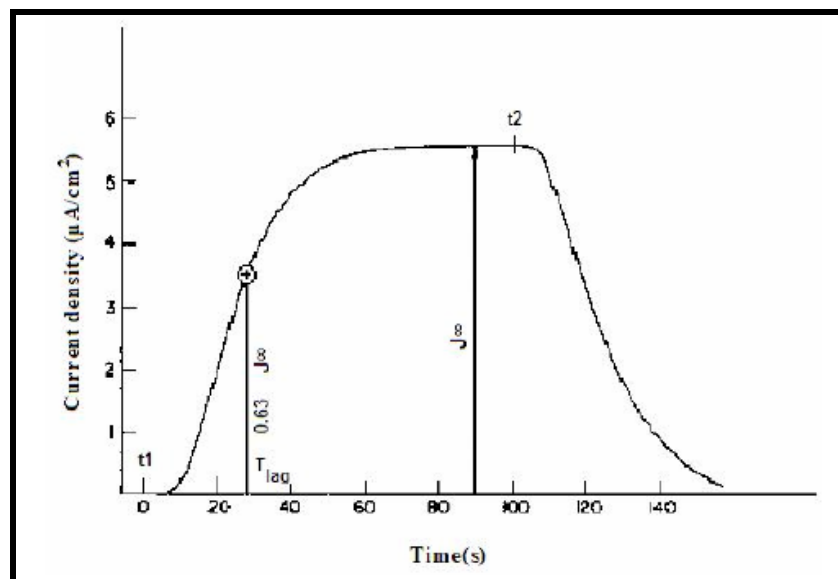
A partir del ensayo de permeación de hidrogeno se pueden obtener tres (3) parámetros los cuales son: permeabilidad, Difusividad aparente, y Solubilidad.

Permeabilidad. La permeabilidad del hidrógeno en un material se define como la cantidad de hidrógeno atómico que atraviesa una lámina metálica. La permeabilidad se calcula según la ecuación (8)

$$P = \frac{I_{max} \cdot L}{F} \quad (8)$$

Donde **P** es la permeabilidad de hidrógeno (mol H/m.s), **I_{max}** es la densidad de corriente en estado estacionario (A/m²), **L** es el espesor de la muestra metálica (m), **F** es la constante de Faraday (96500 C).

Figura 23.Registro corriente vs tiempo.



Fuente [38]

Difusividad. Mide la velocidad a la cual difunde el hidrógeno en el acero, considerando los defectos del material.

$$D = \frac{L^2}{15.3t_b} \quad (9)$$

Donde **D** es la difusividad (m^2/s), **L** es el espesor de la muestra metálica (m), **t_b** (Breakthrough Time) es el tiempo necesario para que 1 átomo de hidrógeno atraviese la muestra metálica (s).

Solubilidad. La solubilidad es la concentración de hidrógeno total introducido y almacenado en el material, en solución sólida intersticial o atrapado (trampas).

$$S = \frac{P}{D} \quad (10)$$

Donde **S** es la solubilidad (mol H/m³), **P** es la permeabilidad (mol H/m.s) y **D** es la difusividad (m^2/s).

3.5 HIDROGENACIÓN

Las hidrogenaciones de las muestras Charpy fueron realizadas sobre las mismas condiciones experimentales de los ensayos electroquímicos, usando una solución acuosa 0.1 M de NaOH, a temperatura ambiente. La electrolisis fue conducida teniendo como ánodo una lámina de acero AISI SAE 430 y como cátodo las muestras a ensayar. La figura 24 muestra el esquema de la celda utilizada para la hidrogenación [39].

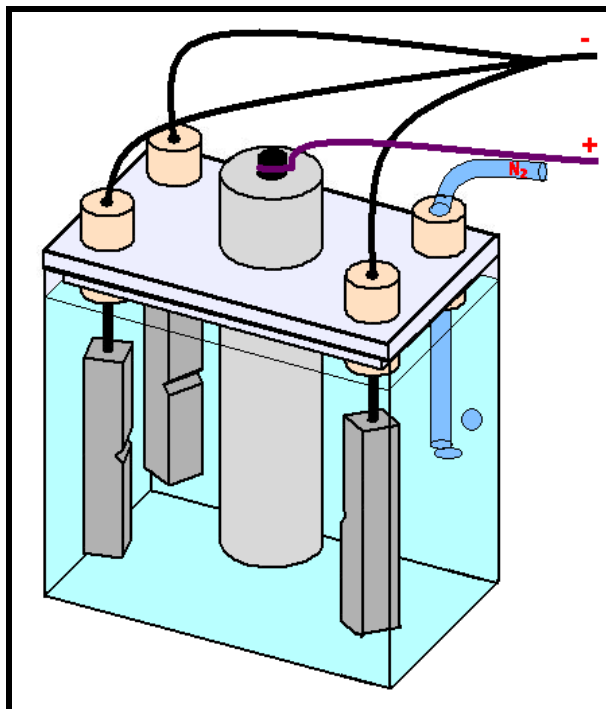
El proceso de introducción de hidrogeno en un material, así mismo como el tiempo necesario para que todo el volumen de la muestra pueda ser saturado, con una distribución uniforme de hidrógeno, puede ser obtenido aplicando la segunda ley de Fick con las siguientes condiciones iniciales [39]:

Para $t=0$, $C(x,0)=0$

Para $t>0$, $C(0,t)= C_0$

Donde C_0 es la concentración inmediatamente próxima a la superficie del metal y equivale a la solubilidad (S) de hidrógeno en el material [39].

Figura 24. Esquema de la celda utilizada para la hidrogenación



Fuente [los autores]

Despreciando cualquier pérdida o ganancia por los lados de las muestras y suponiendo que D es independiente de la concentración, [39] la solución de la segunda ley de Fick puede ser expresada por la ecuación:

$$\frac{C(x, t)}{C_o} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{n_p=0}^{\infty} \frac{(-1)^{n_p}}{2n_p + 1} \exp \left[-(2n_p + 1)^2 \frac{\pi^2 D t}{4 L^2} \right] \cos \left[\left(\frac{2n_p + 1}{2} \right) \pi \frac{x}{L} \right] \quad (11)$$

La representación grafica de esta función es la evolución con el tiempo del perfil de concentración de hidrogeno a través de una muestra. Donde **L** es el espesor y **C_o** es la solubilidad del hidrógeno de la muestra a ser hidrogenada. Por medio de esta ecuación se puede prever el tiempo necesario para una hidrogenación homogénea [39].

La densidad de corriente utilizada en la hidrogenación (i), es la densidad de corriente correspondiente al potencial de evolución de hidrogeno (E_v), obtenido por medio de la curva de polarización potenciodinámica.

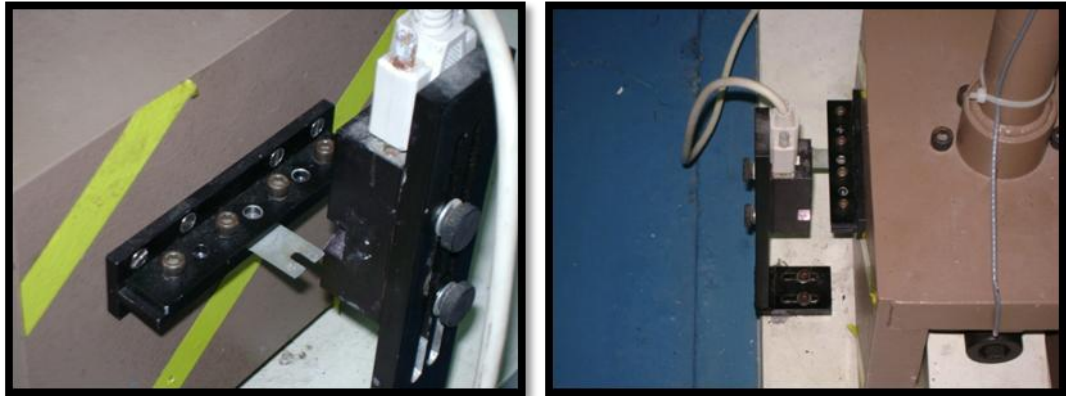
3.6 ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO

De acuerdo con las recomendaciones de las normas ASTM E23 [7], ASTM E2298 [40] e ISO 14556 [41], los ensayos fueron realizados a temperatura ambiente a una velocidad de 5.18 m/s. Se evaluaron tres muestras por cada ensayo (no hidrogenada e hidrogenada).

Las muestras hidrogenadas, después de la hidrogenación fueron recubiertas con cobre por medio de la inmersión en una solución saturada de sulfato de cobre, para evitar la salida de hidrógeno [39]. La instrumentación para la

adquisición de datos que consta de unos sensores en el martillo y el yunque, y el procesador de la información se muestran en las figura 25.

Figura 25. Instrumentación



Fuente (Los autores)

3.6.1 Porcentaje de fractura dúctil

Las medidas del porcentaje de fractura dúctil fueron realizadas de acuerdo con la norma ASTM E 23-07 [7], utilizando la siguiente tabla.

Figura 26. Medidas para el porcentaje de fractura dúctil en milímetros

TABLE A6.1 Percent Shear for Measurements Made in Millimetres																			
NOTE 1—100 % shear is to be reported when either <i>A</i> or <i>B</i> is zero.																			
Dimension <i>B</i> , mm	Dimension <i>A</i> , mm																		
	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5	5.0	5.5	6.0	6.5	7.0	7.5	8.0	8.5	9.0	9.5	10
1.0	99	98	98	97	96	96	95	94	94	93	92	92	91	91	90	89	89	88	88
1.5	98	97	96	95	94	93	92	92	91	90	89	88	87	86	85	84	83	82	81
2.0	98	96	95	94	92	91	90	89	88	86	85	84	82	81	80	79	77	76	75
2.5	97	95	94	92	91	89	88	86	84	83	81	80	78	77	75	73	72	70	69
3.0	96	94	92	91	89	87	85	83	81	79	77	76	74	72	70	68	66	64	62
3.5	96	93	91	89	87	85	82	80	78	76	74	72	69	67	65	63	61	58	56
4.0	95	92	90	88	85	82	80	77	75	72	70	67	65	62	60	57	55	52	50
4.5	94	92	89	86	83	80	77	75	72	69	66	63	61	58	55	52	49	46	44
5.0	94	91	88	85	81	78	75	72	69	66	62	59	56	53	50	47	44	41	37
5.5	93	90	86	83	79	76	72	69	66	62	59	55	52	48	45	42	38	35	31
6.0	92	89	85	81	77	74	70	66	62	59	55	51	47	44	40	36	33	29	25
6.5	92	88	84	80	76	72	67	63	59	55	51	47	43	39	35	31	27	23	19
7.0	91	87	82	78	74	69	65	61	56	52	47	43	39	34	30	26	21	17	12
7.5	91	86	81	77	72	67	62	58	53	48	44	39	34	30	25	20	16	11	6
8.0	90	85	80	75	70	65	60	55	50	45	40	35	30	25	20	15	10	5	0

Fuente [7]

4 RESULTADOS

4.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA

En la tabla 1 se puede observar la composición química experimental del acero A283 Gr C con respecto a los valores máximos que ofrece la norma ASTM A283/A283M – 07 [30], verificando que el acero cumple con los niveles permitidos.

Tabla 1. Composición Química Acero A283 Gr C

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Ti	Nb	Al	Fe
0.24	0.40	0.90	0.035	0.04	--	--	--	--	--	--	Rest*
0.175	0.220	0.459	0.013	0.009	0.022	0.035	0.009	0.0015	0.0017	0.034	Rest**

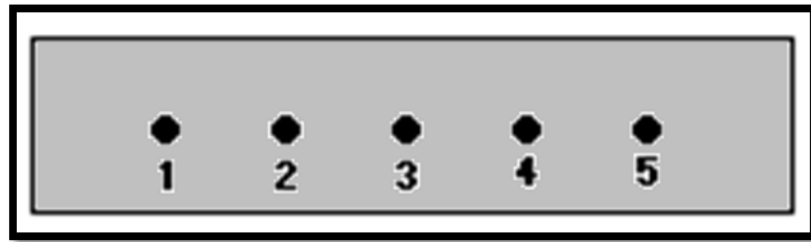
* - Composición química máxima del acero A283 Gr C (Valores de referencia norma ASTM A283/A283M - 07) [30]. No existe especificación para los elementos asignados con “-”.

** - Composición Química experimental del acero A283 Gr C.

4.2 DUREZA

Los valores de dureza fueron realizados utilizando una muestra representativa de la lámina de acero A 283 Gr C tal como se muestra en la figura 27.

Figura 27. Esquema de las medidas de dureza en la muestra de acero A 283 Gr C



Fuente [los autores]

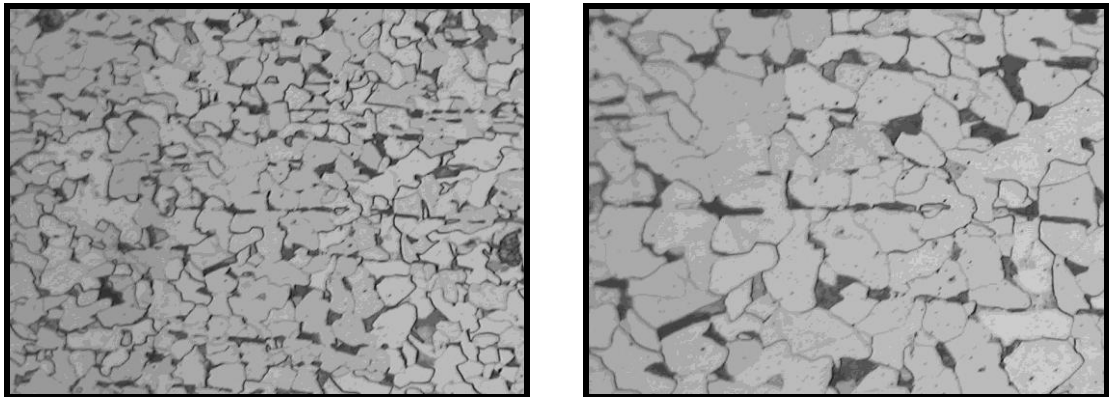
Tabla 2. Dureza Brinell (HB)

Valores					
1	2	3	4	5	Promedio
147	148	147	148	152	148.40 ± 2.07

4.3 METALOGRAFÍA

La microestructura del acero A283 Gr C en estado de entrega revela granos ferríticos con perlita distribuida en los bordes de grano. Este acero brinda una alta difusividad de hidrógeno que favorece la reproducibilidad y análisis de resultados. La microestructura no se vio afectada por la hidrogenación, mostrándose igual antes y después de la hidrogenación.

Figura 28. Microestructura de Acero A283 Gr C a) 100x, b) 200x. Ataque con Nital 2%



a)

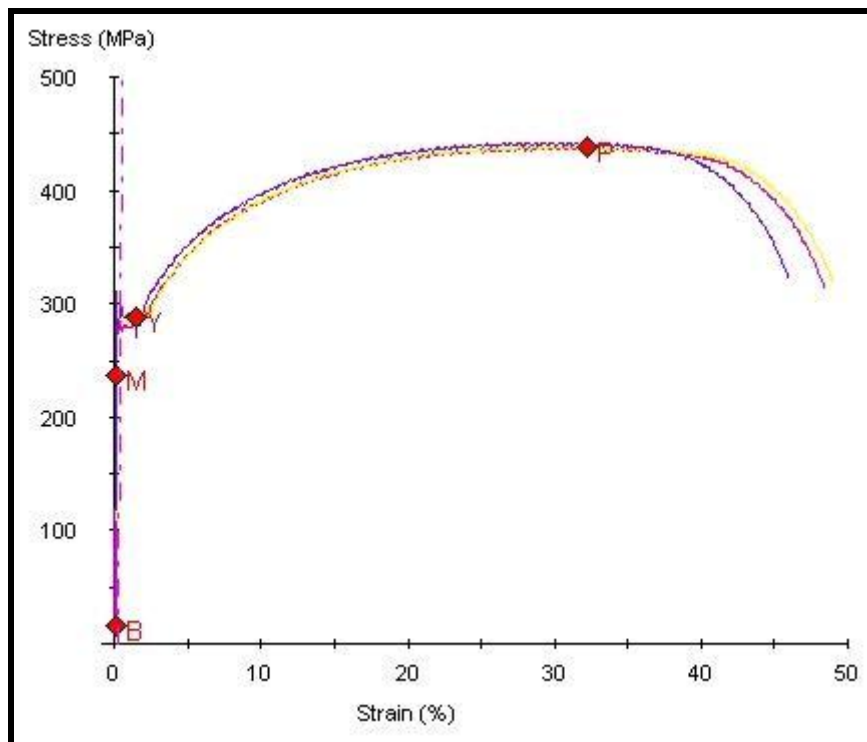
b)

Fuente [Los autores]

4.4 TRACCIÓN UNIAXIAL

Las curvas de tracción para el acero en estado de entrega (Condición cero) obtenidas se muestran en la figura 29. Los valores de las propiedades mecánicas en tracción se encuentran en la tabla 3.

Figura 29. Curvas esfuerzo-deformación para muestras de acero A 283 Gr C



Fuente [Los autores]

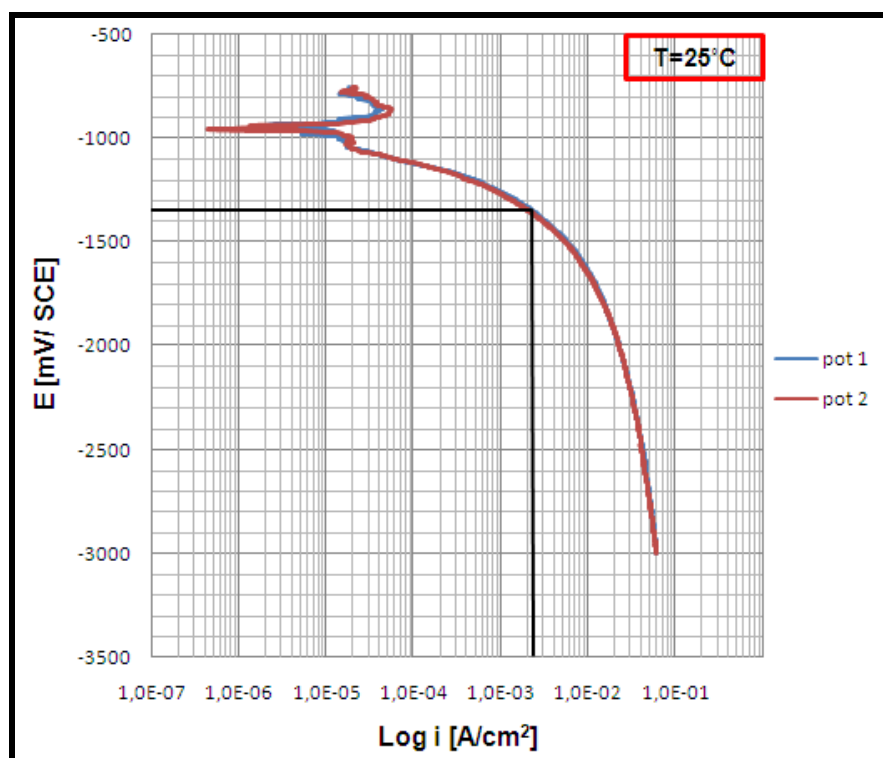
Tabla 3. Propiedades mecánicas en tracción para un acero A283 Gr C

	ASTM A283/A283M	Condición Cero
Resistencia a la tracción (Mpa)	380-515	439.58
Punto de fluencia (Mpa)	205	287.40
% elongación [50 mm], min	25	38.96

4.5 CURVAS DE POLARIZACIÓN POTENCIODINÁMICA

Las curvas de polarización permiten establecer la forma como el acero responde a la polarización en solución 0.1 M de NaOH a 25°C.

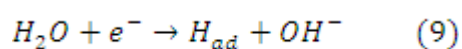
Figura 30. Curvas de polarización potenciodinámica para una muestra de acero A283 Gr C.



Fuente [Los autores]

Esta curva sirve para establecer el potencial de generación de hidrógeno sobre la superficie del acero y garantizar un cubrimiento de hidrógeno atómico estable en la superficie de entrada de las muestras.

En la figura 30, se puede observar la zona de control por activación de la corriente. El potencial varia hasta llegar a una región donde el control es por difusión, en el cual la corriente permanece constante a un rango de potenciales catódicos; continuando con la variación del potencial, la corriente aumenta nuevamente debido a la descomposición de la solución de NaOH y a la formación de hidrógeno atómico en la superficie metálica según la reacción (9)



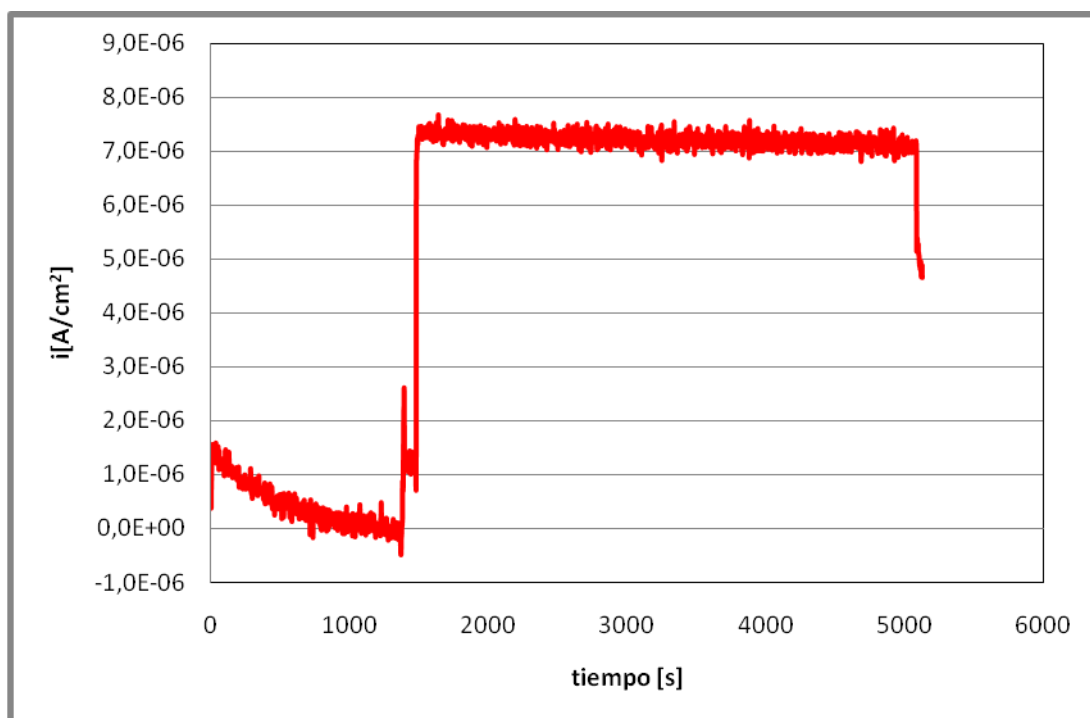
Alcanzando una corriente limite e un rango de potencial del cual se escogió -1366,55 (\pm 0.02) mV vs SCE, siendo este potencial el de generación de hidrogeno para realizar los ensayos de permeación electroquímica.

4.6 ENSAYO DE PERMEACIÓN DE HIDRÓGENO

La figura 31 muestra la curva obtenida mediante el ensayo de permeación de hidrógeno para las muestras de acero A283 Gr C, a 25° C.

A partir del ensayo de permeación de hidrógeno fueron calculados los valores de las propiedades físicas (tabla 4): difusividad, permeabilidad, y solubilidad.

Figura 31. Curva de permeación de hidrogeno para una muestra de acero A283 Gr C, recubierta con paladio en la superficie de salida de hidrogeno.



Fuente [Los autores]

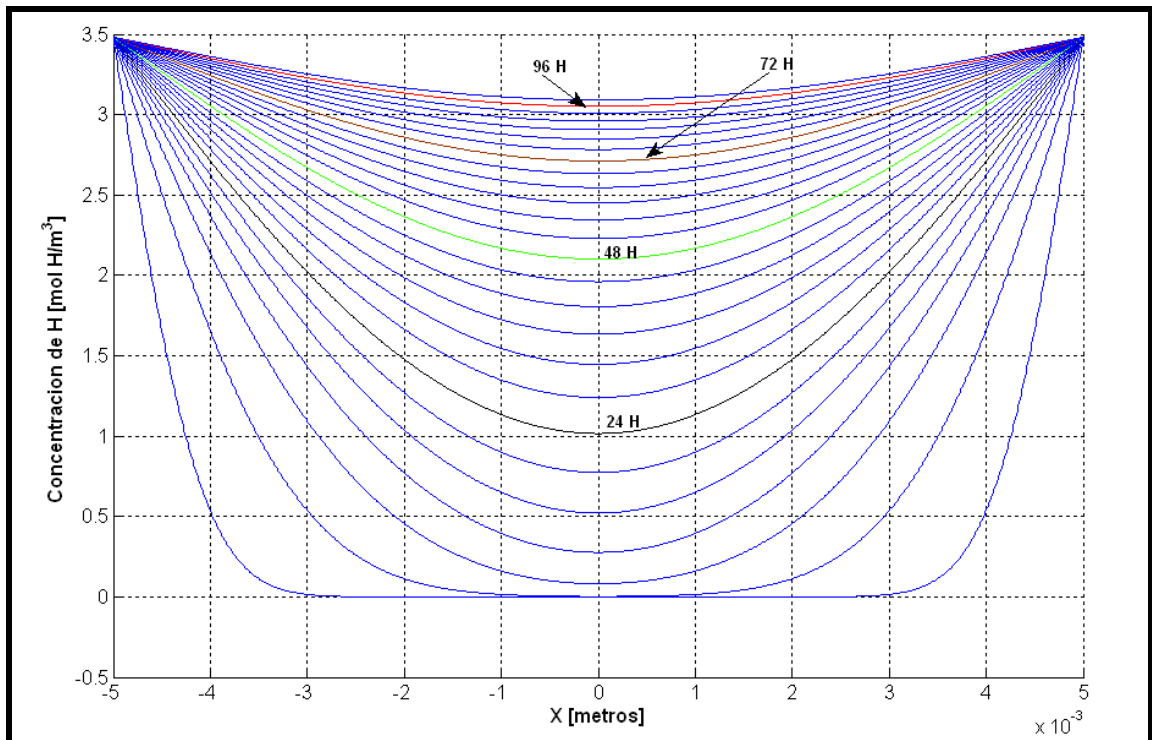
Tabla 4. Parámetros de permeación de hidrógeno para una muestra de acero A283 Gr C.

t_b [s]	I_{max} [A/cm ²]	Difusividad [m ² /s]	Permeabilidad [mol H/m-s]	Solubilidad [mol H/m ³]
85.98	7.7×10^{-6}	$6,842 \times 10^{-11}$	$2,384 \times 10^{-10}$	3,485

4.7 HIDROGENACIÓN

La evolución con el tiempo del perfil de concentración se muestran en la figura 32. Perfil que se adaptó del propuesto en el trabajo de Vianna [39] para las condiciones del material del presente proyecto. A partir del grafico del perfil de concentración de hidrógeno versus espesor, se estimó una posible concentración de hidrógeno en el material en un tiempo determinado. Los tiempos (t_{H_2}), en horas de hidrogenación de las muestras Charpy se muestran en la tabla 5.

Figura 32. Perfiles de concentración de hidrogeno para una muestra Charpy de acero A 283 Gr C.



Fuente [31] Adaptado

Tabla 5. Tiempos de hidrogenación para las muestras Charpy de acero A283 Gr C.

Tiempos de Hidrogenación (t_{H2})	
Muestras Charpy	24
	48
	72
	96

4.8 CALIBRACIÓN DEL SISTEMA CHARPY INSTRUMENTADO

Tabla 6. Factor de calibración martillo liviano (con pesas)

PESO		26.6 lb	
		12.07 kg	
FACTOR DE CALIBRACIÓN		RANGO DE CARGA	
lb	N	lb	N
4631	19398	1000	4448
4309	19167	2000	8896
3926	17463	4000	17792
3660	16280	10000	44482

Tabla 7. Factor de calibración martillo pesado

PESO		66.66 lb	
		30.24 kg	
FACTOR DE CALIBRACIÓN		RANGO DE CARGA	
Lb	N	lb	N
2661	11836	2500	11120
2599	11560	5000	22241
2599	11560	7500	33361
2599	11560	10000	44482

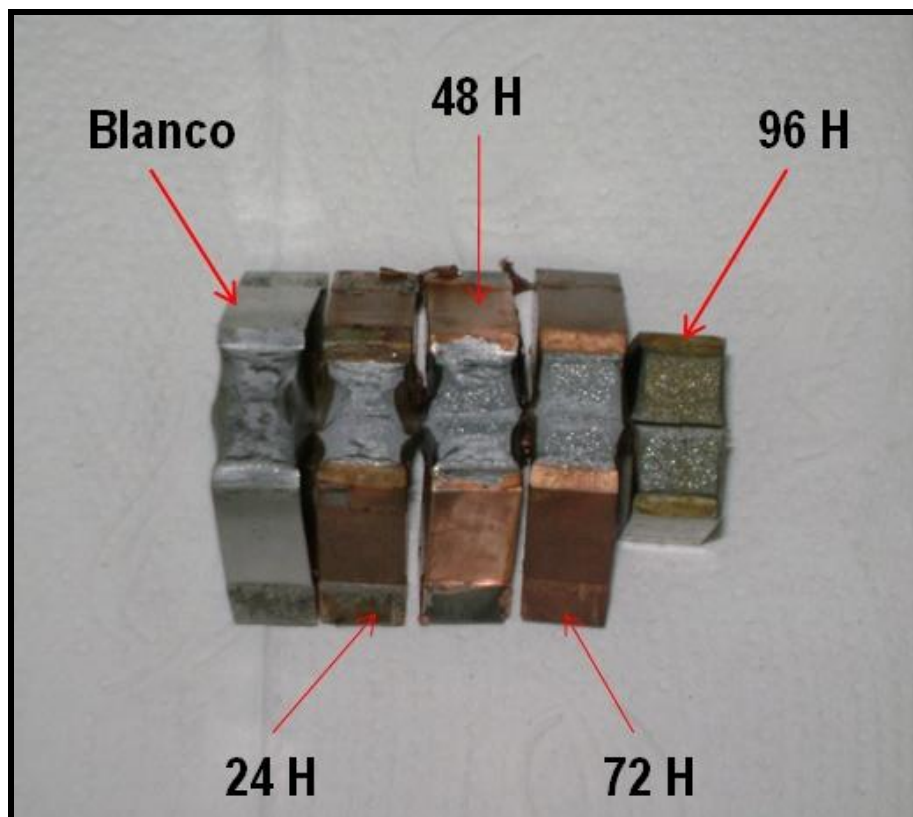
De acuerdo con las tablas 6 y 7 se obtiene el factor de calibración correspondiente a la necesidad de la prueba. Ya que el valor de rango de carga utilizado en el presente proyecto no se encontraba estipulado en las tablas, se determinó interpolando entre los valores cercanos al rango de carga requerido, con el fin de obtener el factor de calibración adecuado para la prueba.

Al realizar la respectiva interpolación se llegó a 11,8 KN como factor de calibración con un rango de carga de 50 KN para el ensayo del acero A283 grado C.

4.9 ENSAYO CHARPY INSTRUMENTADO

Las muestras Charpy ensayadas (no hidrogenada e hidrogenada) se muestran en la figura 33. La tabla numero 8 muestra los valores de energía absorbida obtenidos para cada tiempo de hidrogenación.

Figura 33. Muestras Charpy ensayadas a diferentes tiempos de hidrogenación



Fuente [Los autores]

Tabla 8. Valores de energía absorbida a diferentes tiempos de hidrogenación

t_{H_2} [horas]	E_{abs} (J) – Máquina				E_{abs} (J) – Instrumentación			
	1	2	3	Prom	1	2	3	Prom
Cero	307	296	315	306	306.942	284.73	301.490	297.72
24	196	224	196	205	121.512	150.088	287.921	186.51
48	146	134	108	129	145.464	66.786	93.688	101.98
72	103	111	120	111	-	-	-	-
96	103	90	105	99	24.769	7.155	243.784	91.89

4.10 TENACIDAD A LA FRACTURA BAJO CARGA DINÁMICA

Los valores que se presentan en la tabla 9, fueron determinados según relación con la energía absorbida (CVN) por medio de la ecuación 14 propuesta en la norma API 579/ASME FFS 07 en el anexo F 4.5.2 [9].

$$K_{Id} = 22.5(CVN)^{0.17} \quad (MPa\sqrt{m}, MPa, J) \quad (14)$$

Tabla 9. Valores de K_{Id} según relación con (CVN)

Tiempo de Hidrogenación (horas)	Concentración de Hidrógeno [ppm]	CVN [J]	K_{Id} [$MPa\sqrt{m}$]
Cero	0*	306	59,5
24	1.017	205	55,6
48	2.104	129	51,4
72	2.714	111	50,1
96	3.302	99	49,1

*- los valores de concentración de hidrogeno para cada tiempo de exposición fueron extraídos del los perfiles de concentración (figura32). Para efectos de comparación se asume que el acero A283 Gr C la cantidad de hidrogeno en este material es igual a cero (0).

4.11 TENACIDAD A LA FRACTURA BAJO CARGA ESTÁTICA K_{IC}

Los valores que se presentan en la tabla 10, fueron determinados según relación con la energía absorbida (CVN) por medio de la ecuación 14 propuesta en la norma API 579/ASME FFS 07 en el anexo F 4.5.2 [9].

$$\left(\frac{K_{IC}}{\sigma_{ys}}\right)^2 = 0,52 \left(\frac{CVN}{\sigma_{ys}} - 0,02\right) \quad (MPa\sqrt{m}, MPa, J) \quad (15)$$

Tabla 10. Valores de K_{IC} según relación con (CVN)

Tiempo de Hidrogenación [horas]	σ_{ys} [MPa]	CVN [J]	K_{IC} [MPa \sqrt{m}]
0	287,4	306	211,8
24	287,4	205	172,6
48	287,4	129	135,7
72	287,4	111	125,4
96	287,4	99	118,1

4.12 PORCENTAJE DE FRACTURA DÚCTIL

4.12.1 Muestra Charpy condición Cero

En la figura 34 se observa la superficie de fractura de la muestra Charpy en condición cero vista macroscópicamente, en donde se aprecia una superficie dúctil.

Figura 34. Superficie de fractura bajo condición cero



Fuente [Los autores]

Muestra no rota en su totalidad

$$E_{ab} \text{ (J)} = 307$$

$$\% \text{ Fractura Dúctil} = 100\%^*$$

4.12.2 Muestra Charpy a 24 h de hidrogenación

En la figura 35 se observa la superficie de fractura de la muestra Charpy a 24 h de hidrogenación vista macroscópicamente, en donde se aprecia una superficie dúctil.

Figura 35. Superficie de fractura bajo 24 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

Muestra no rota en su totalidad

E_{ab} (J) = 205

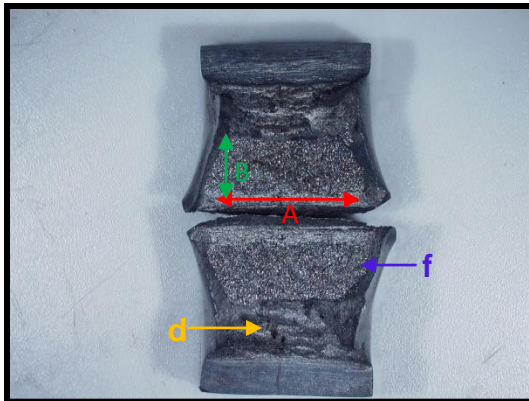
% Fractura Dúctil = 100% *

*- En el caso donde una muestra Charpy no se separe en dos partes durante el ensayo de impacto y la fractura ocurra sin ninguna evidencia de fractura frágil (clivaje), el porcentaje de fractura dúctil puede ser considerada del 100% y la muestra debe ser reportada como no rota y puede ser promediada con los demás ensayos realizados. Siempre y cuando el valor de energía absorbida por la muestra este por debajo del 80% de la capacidad del martillo (407 J) [7].

4.12.3 Muestra Charpy a 48 h de hidrogenación

En la figura 36 se observa la superficie de fractura de la muestra Charpy a 48 h de hidrogenación vista macroscópicamente, en donde se aprecia zona dúctil (d) y zona frágil (f).

Figura 36. Superficie de fractura bajo 48 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

Eab (J) = 129

A= 8.11 mm

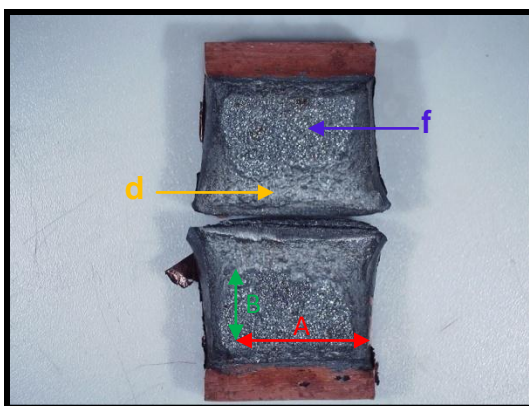
B= 4.20 mm

% Fractura Ductil = 58.67 % ± 0.9

4.12.4 Muestra Charpy a 72 h de hidrogenación

En la figura 37 se observa la superficie de fractura de la muestra Charpy a 72 h de hidrógenación vista macroscópicamente, en donde se aprecia zona dúctil (d) ya en menor proporción y zona frágil (f).

Figura 37. Superficie de fractura bajo 72 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

Eab (J) = 111

A = 7.36 mm

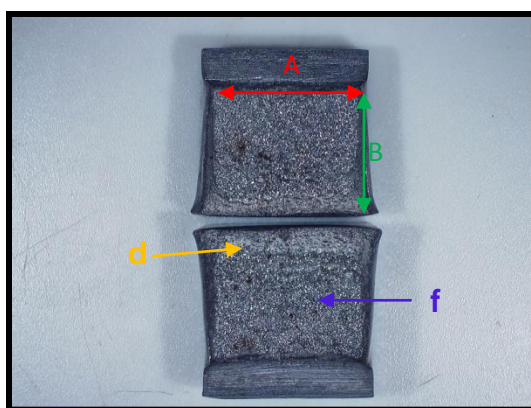
B = 6.48 mm

% Fractura Ductil = 44.00% ± 1.19

4.12.5 Muestra Charpy a 96 h de hidrogenación

En la figura 38 se observa la superficie de fractura de la muestra Charpy a 96 h de hidrogenación vista macroscópicamente, en donde se aprecia zona dúctil (d) ya muy limitada y zona frágil (f).

Figura 38. Superficie de fractura bajo 96 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

Eab (J) = 99

A = 8.39 mm

B = 6.12 mm

% Fractura Dúctil = 37.84% ± 1.39

4.13 Morfología de la superficie de fractura de las muestras charpy

Las figuras 39 a 48 muestran las micrografías electrónicas de barrido de la superficie de fractura bajo carga dinámica del acero A 283 Gr C (condición cero e hidrogenado), fractografías que presentan una variación de una morfología esencialmente dúctil (condición cero) a una morfología esencialmente frágil a medida que se aumentan los tiempos de hidrogenación.

4.13.1 Muestra Charpy - Condición Cero

Las micrografías de la superficie de fractura para la muestra Charpy (condición cero) se muestran en las figuras 39, 40 y 41. En la figura 39 se observa una imagen central de la superficie de fractura mostrándose la dirección de propagación de la grieta.

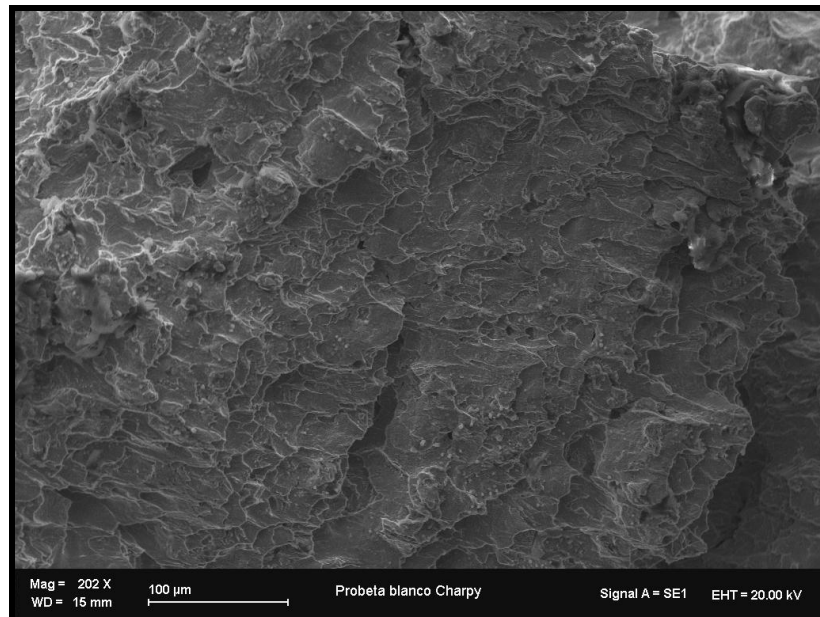
Figura 39. Micrografía (SEM) muestra Charpy en condición cero



Fuente [Los autores]

En la figura 40 se puede observar un mecanismo de fractura esencialmente dúctil, en la que se pueden observar hoyuelos alargados y orientados en una misma dirección

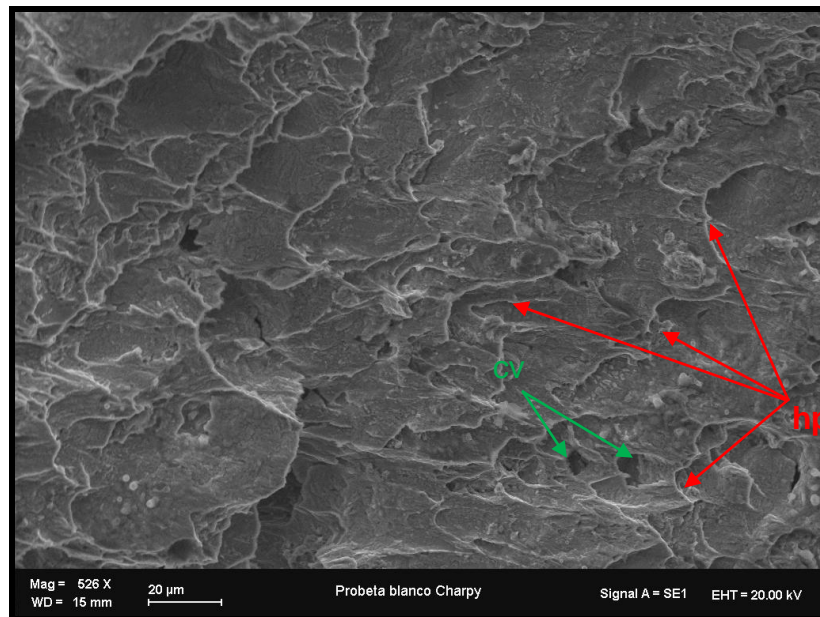
Figura 40. Micrografía (SEM) muestra Charpy en condición cero



Fuente [Los autores]

A mayores aumentos en la figura 41 se puede observar que los hoyuelos alargados son de forma parabólica (**hp**). También se observan algunas cavidades (**cv**). Este tipo de fractura por hoyuelos en los cuales los hoyuelos se encuentran orientados en la dirección opuesta de la dirección de propagación de la grieta es característico de los materiales dúctiles.

Figura 41. Micrografía (SEM) muestra Charpy en condición cero



Fuente [Los autores]

4.13.2 Muestra Charpy – 24 horas de hidrogenación.

Con respecto a las micrografías de la superficie de fractura para una muestra Charpy sometida a 24 horas de hidrogenación (Figuras 42, 43, 44 y 45) se puede observar un mecanismo de fractura esencialmente dúctil. A pesar de que ha presentado una pérdida considerable en la energía absorbida, el material continuo siendo completamente dúctil.

En la figura 42 se observa una imagen central de la superficie de fractura, en donde se muestra la dirección de propagación de la grieta, la imagen muestra que aunque sigue siendo completamente dúctil,. A su vez, se observan mayor cantidad de microporos que en la imagen central de la muestra en condición cero figura 39, y esto debido a la interacción con el hidrógeno.

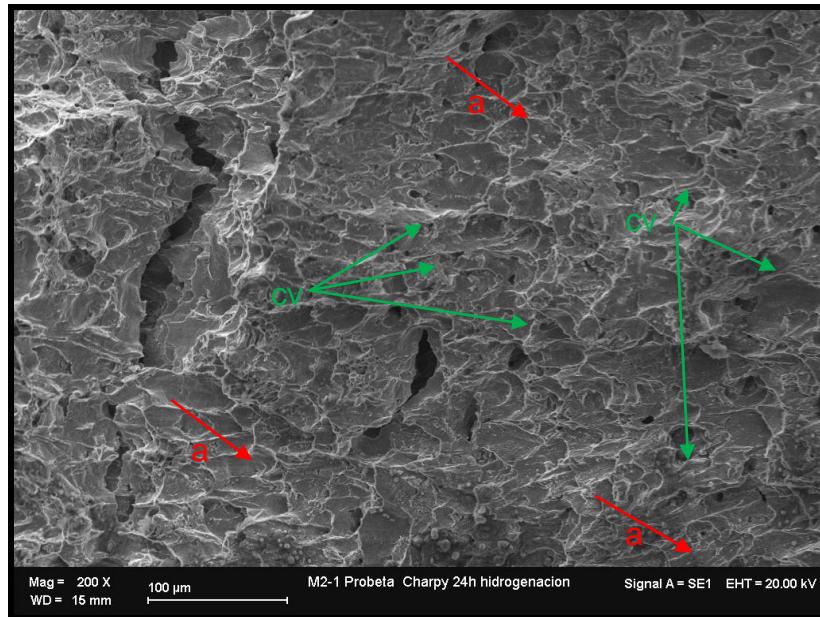
Figura 42. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 24 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

A mayores aumentos (Figura 43) se aprecia de una mejor manera el cambio en la superficie de fractura, los hoyuelos no siguen una misma dirección, algunos pasaron de ser de forma parabólica a ser de forma elíptica (a). También se observan pequeñas cavidades (cv) debido al efecto del hidrogeno.

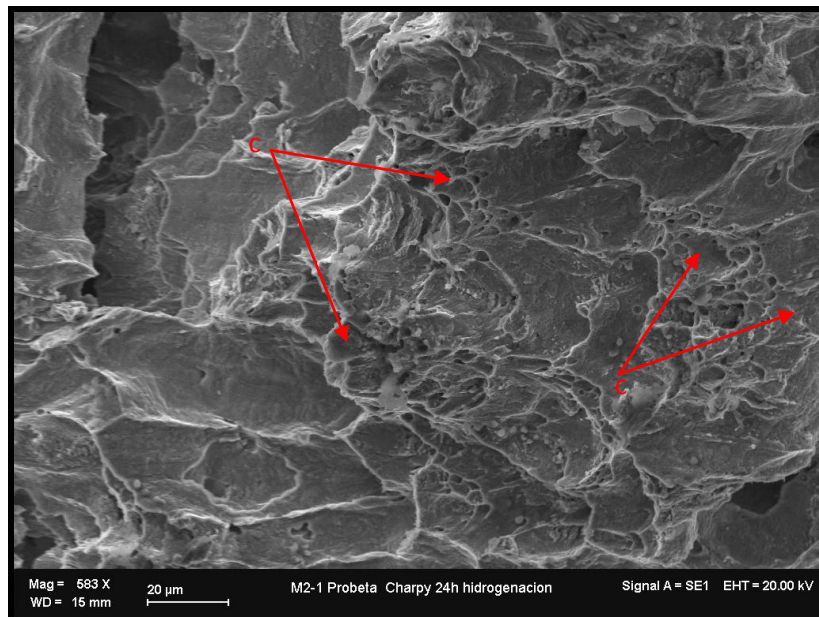
Figura 43. Micrografía muestra Charpy luego de 24 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

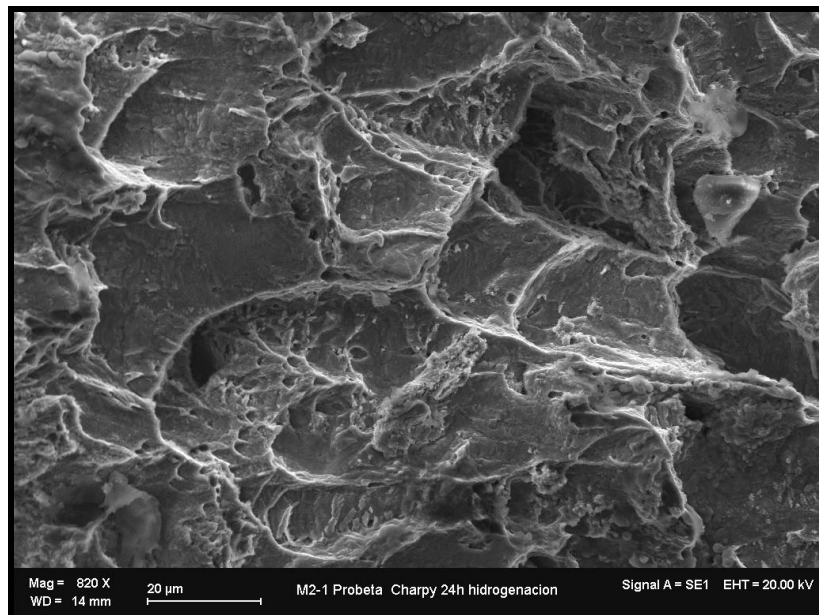
En la figura 44 es posible observar a mayores aumentos el cambio en la superficie de fractura que presenta este acero a 24 horas de hidrogenación. Se pueden observar la presencia de hoyuelos equiaxiales (c) sobre los granos. De igual manera se observa en la figura 48 hoyuelos parabólicos acompañados de hoyuelos equiaxiales.

Figura 44. Micrografía muestra Charpy luego de 24 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

Figura 45. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 24 horas de hidrogenación

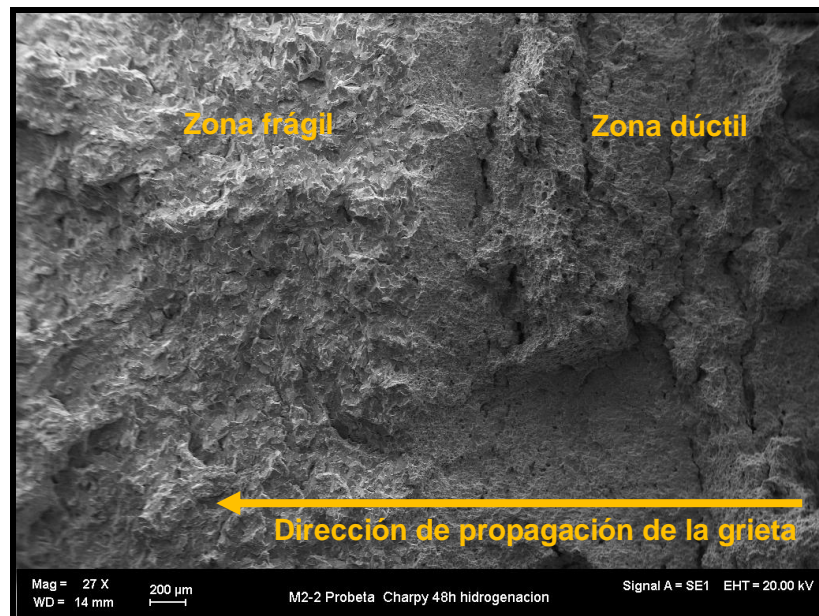


Fuente [Los autores]

4.13.3 Muestra Charpy – 48 horas de hidrogenación.

Para las muestras Charpy sometidas a 48 horas de hidrogenación el mecanismo presenta un cambio, la muestra pasa de esencialmente dúctil (derecha) a esencialmente frágil (izquierda) figura 46. En la zona dúctil de esta imagen se presenta un aumento de los microporos y esto se debe a la acción del hidrógeno.

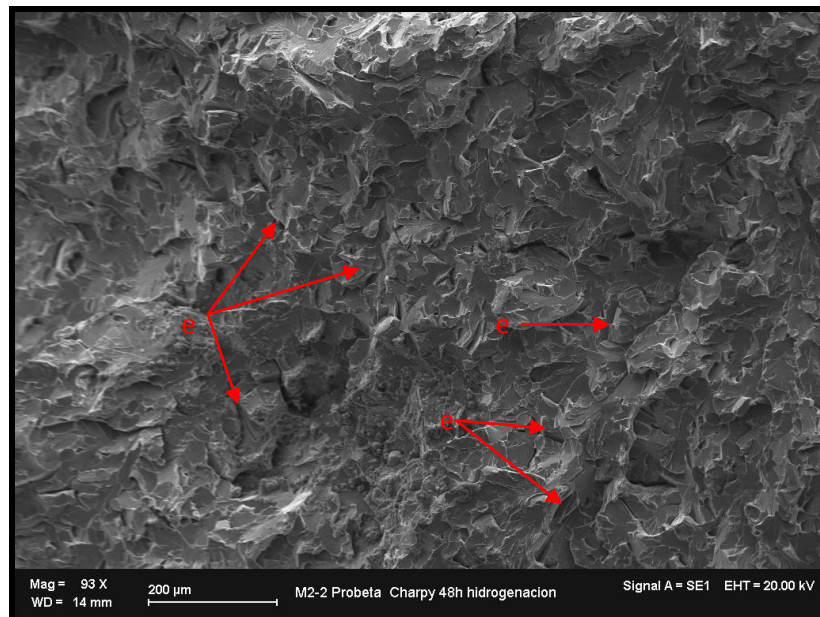
Figura 46. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 48 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

A mayores aumentos en la figura 47, se pueden observar microgrietas (e) en la zona frágil producto de la acción de hidrógeno.

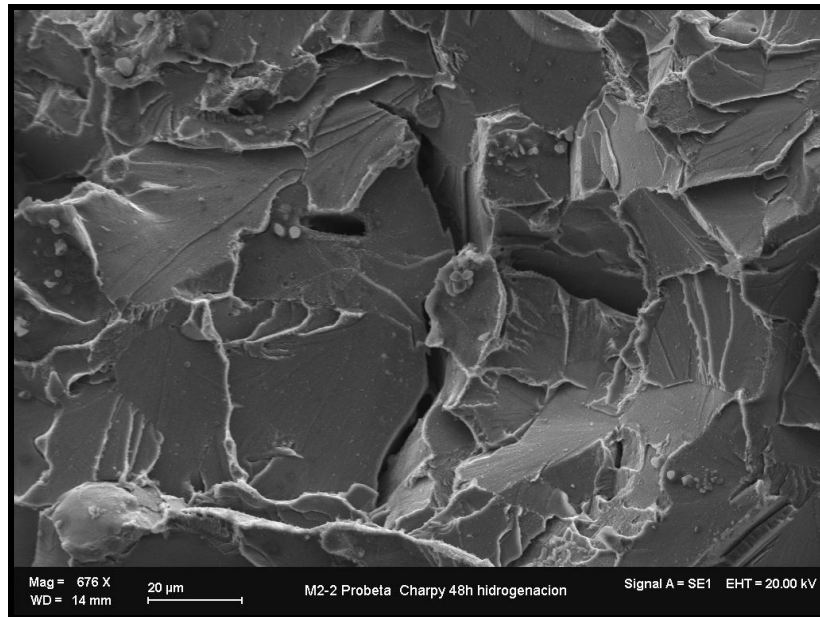
Figura 47. Micrografía (SEM) zona frágil - muestra Charpy luego de 48 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

En la figura 48 se puede observar una zona de clivaje en la cual se presenta un punto triple, punto en el cual una grieta que se viene propagando en los límites de grano se divide en dos grietas transgranulares y esto hace más evidente la acción del hidrógeno porque comienzan a propagarse grietas en diversas direcciones.

Figura 48. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 48 horas de hidrogenación

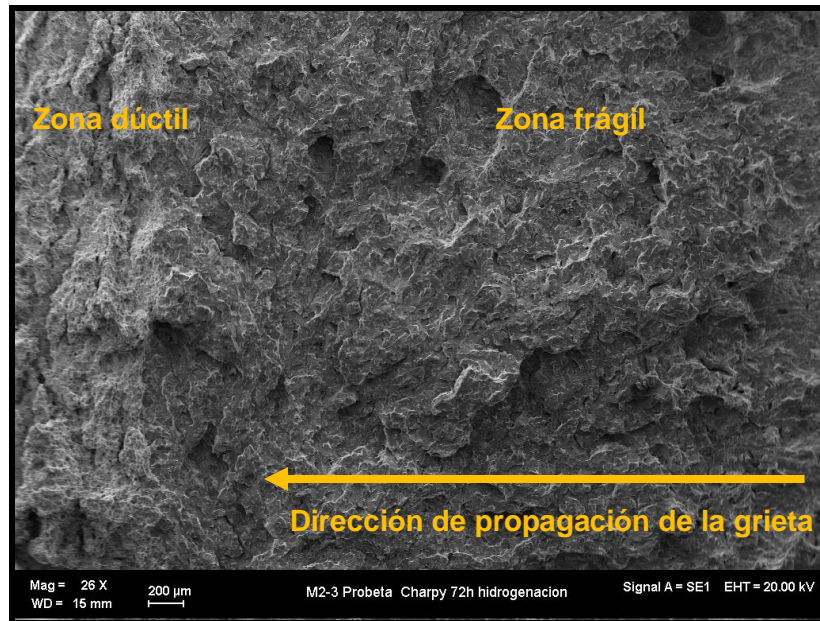


Fuente [Los autores]

4.13.4 Muestra Charpy – 72 horas de hidrogenación

En la imagen central de la superficie de fractura a bajos aumentos (Figura 49) se observa como disminuye la región dúctil con relación a las muestras sometidas a menor tiempo de hidrogenación y es de esperarse por el carácter fragilizante del hidrógeno.

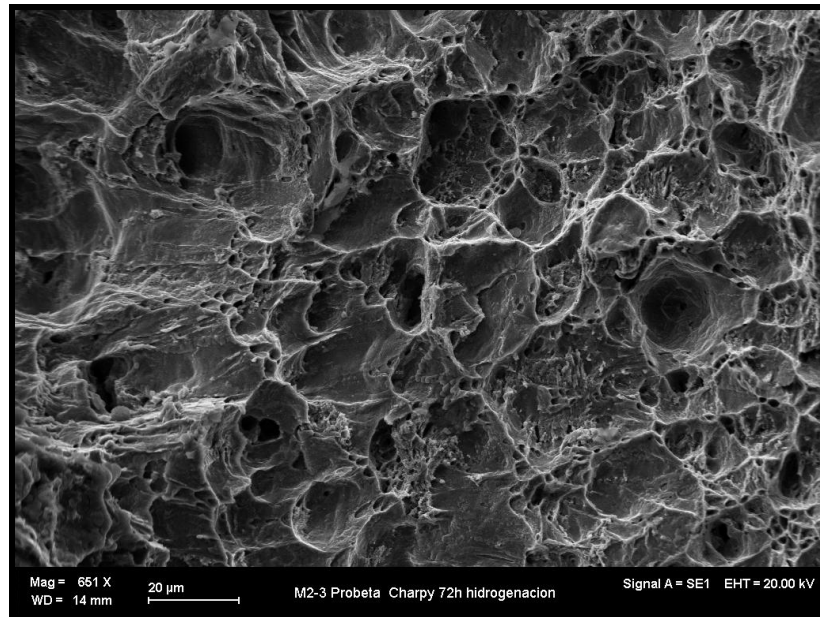
Figura 49. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 72 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

En la figura 50 (zona dúctil) se puede observar un mecanismo de fractura que consiste en cavidades y hoyuelos equiaxiales que comparada con las muestras de menor tiempo de hidrogenación donde la superficie de fractura se observan hoyuelos de forma parabólica y algunas cavidades, se puede observar que para un tiempo de hidrogenación de 72 horas la zona dúctil presenta un cambio debido a la acción del hidrogeno

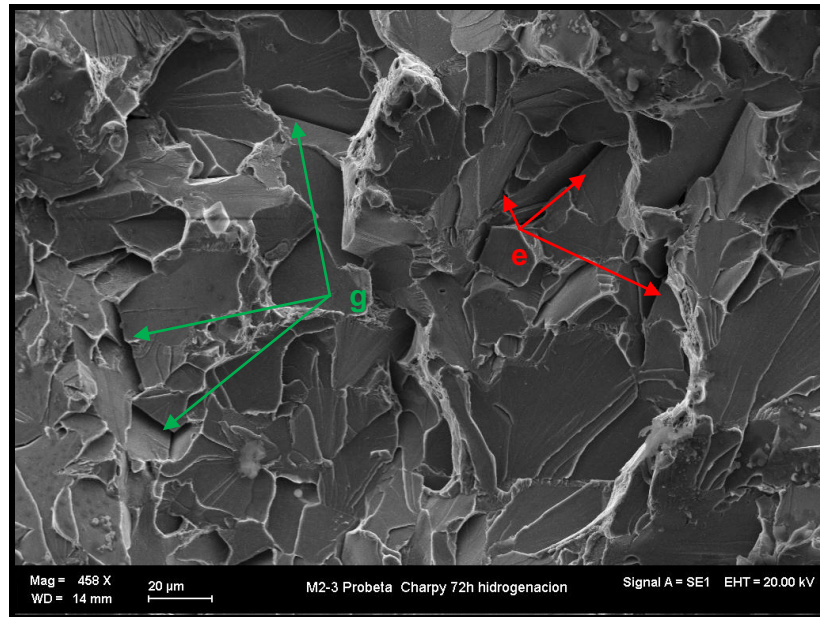
Figura 50. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 72 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

En la (figura 51) se muestra una zona frágil en la que se observa clivaje en toda la extensión. A su vez pueden notarse microgrietas (e) en algunas regiones de la superficie de fractura alrededor de los granos. También se observa que para este tiempo de hidrogenación en la zona frágil se presenta descohesión de los granos (g), lo que indica que bajo estas condiciones se puede considerar que el material esta cercano al punto de saturación.

Figura 51. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 72 horas de hidrogenación

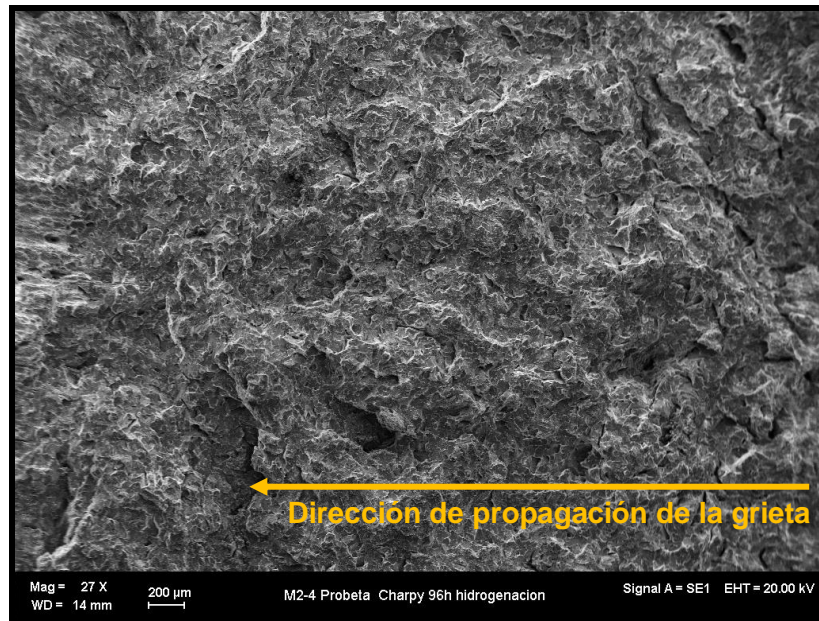


Fuente [Los autores]

4.13.5 Muestra Charpy – 96 horas de hidrogenación

En la imagen central de la superficie de fractura a bajos aumentos (Figura 52) se observa una sola región en toda la imagen correspondiente a una región frágil, que se sustenta en la mayor concentración de hidrógeno en la muestra, en las siguientes imágenes (Figuras 53 y 54) a medianos aumentos se observa una fractura por clivaje en toda la superficie de la muestra.

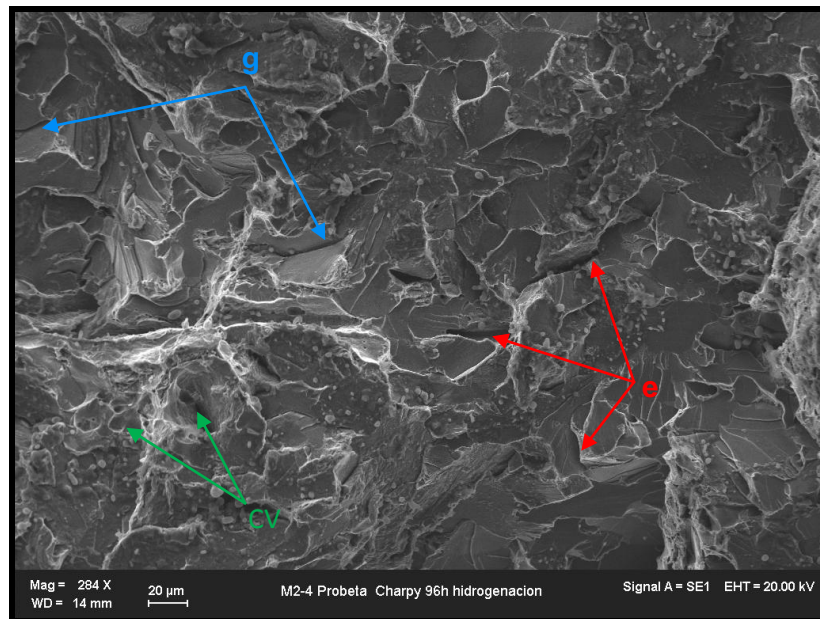
Figura 52. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 96 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

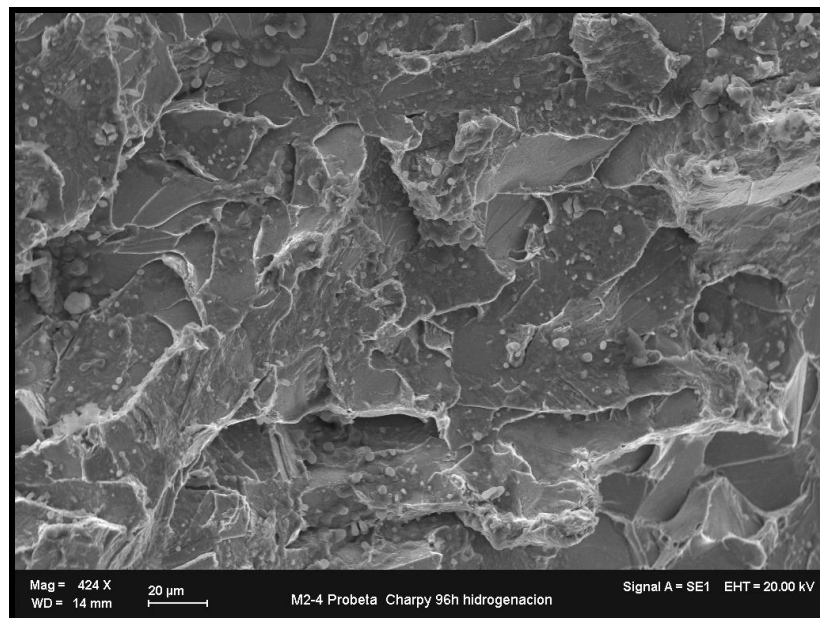
En la figura 53 se puede observar una superficie de fractura por clivaje, acompañado de microgrietas (e), descohesión de los granos (g), algunas cavidades (cv) y óxidos de hierro. Aunque la superficie de fractura en general se puede considerar como frágil, en una zona de la muestra la fractura se presenta de modo mixto. A mayores aumentos (Figura 54) se observa una superficie de fractura frágil acompañada de óxidos de hierro, que dificultan la observación de zonas de importancia para el análisis

Figura 53. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 96 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

Figura 54. Micrografía (SEM) muestra Charpy luego de 96 horas de hidrogenación



Fuente [Los autores]

5 ANÁLISIS DE RESULTADOS

5.1 DUREZA

Con respecto a la dureza, la hidrogenación no surtió ningún efecto con respecto a los valores obtenidos para el material en condición cero concordando esto con la literatura, en donde se sugiere que esta propiedad no se ve afectada drásticamente por la presencia de hidrógeno en el material.

5.2 METALOGRAFÍA

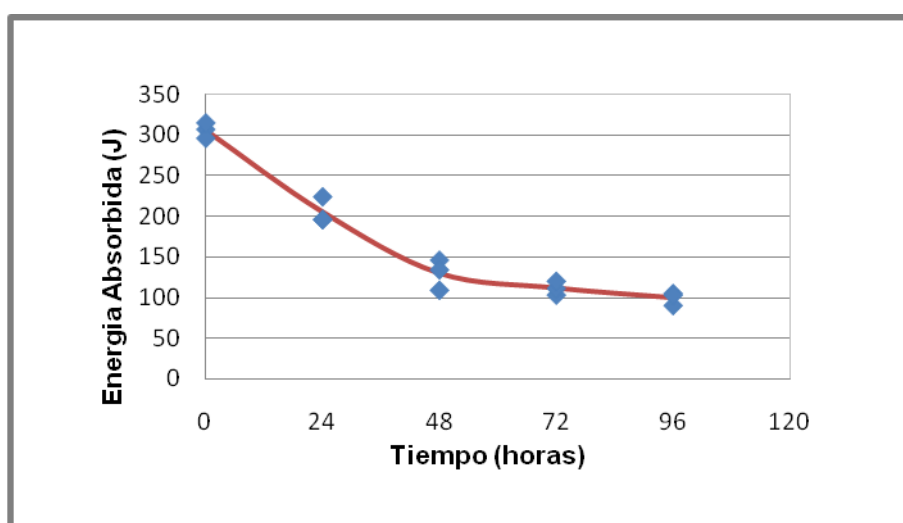
Con respecto a la metalografía no se percibieron modificaciones en el material hidrogenado, de acuerdo con lo revisado en la literatura consultada en la cual no se encuentran efectos del hidrógeno sobre la microestructura.

5.3 ENERGÍA ABSORBIDA

A partir de los resultados obtenidos (Figura 55) se puede observar que la energía absorbida de las muestras Charpy disminuye drásticamente a medida que aumenta el tiempo de hidrogenación. La energía absorbida para las muestras Charpy sometidas a 24 horas de hidrogenación se obtuvo una reducción de la energía absorbida del 33.24% (Tabla 11). Esta disminución en la energía absorbida es alta, pero a pesar de esto el material bajo estas condiciones presentó un comportamiento esencialmente dúctil. Las muestras que se sometieron a 48 horas de hidrogenación, presentaron una disminución de energía absorbida de 57.63%. A medida que se aumentaron los tiempos de exposición en la solución hidrogenante, la energía absorbida en el material

disminuyó a un valor de 99 J (96 horas), lo cual corresponde a una disminución en la energía absorbida de 67.54%. Disminución que puede ser considerada como crítica ya que el material bajo estas condiciones presentó un comportamiento esencialmente frágil.

Figura 55. Variación de la energía absorbida vs tiempo de hidrogenación



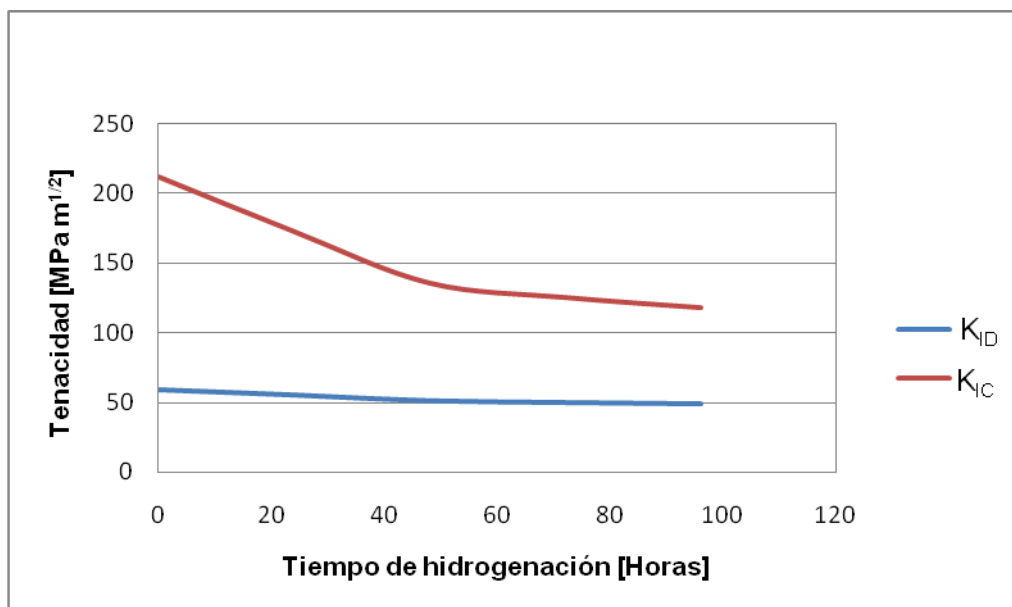
Fuente [Los autores]

Tabla 11. Tenacidad a la fractura para diferentes tiempos de hidrogenación

Tiempo de exposición [Horas]	Concentración de Hidrógeno [ppm]	CVN [J]	σ_{ys} [MPa]	K_{Id} [MPa \sqrt{m}]	K_{Ic} [MPa \sqrt{m}]
Condición cero	0	306	287,4	59,5	211,8
24	1.017	205	287,4	55,6	172,6
48	2.104	130	287,4	51,4	135,7
72	2.714	111	287,4	50,1	125,4
96	3.302	99	287,4	49,1	118,1

De acuerdo con la tabla 11 se puede observar que la tenacidad a la fractura bajo carga dinámica (K_{ID}) presentó poca disminución a pesar de que la energía absorbida presentó una disminución significativa a medida que aumentó la concentración de hidrógeno en el material (Figura 56). Para los datos de energía absorbida cuando son convertidos a valores de tenacidad bajo carga cuasiestática, se observa que existe una disminución significativa a medida que aumentan los tiempos de hidrogenación, tal como se esperaba que sucediera por el efecto del hidrogeno.

Figura 56. Tenacidad a la fractura vs tiempo de hidrogenación



5.4 PORCENTAJE DE FRACTURA DÚCTIL

El porcentaje de fractura dúctil y la energía absorbida se vieron afectados significativamente a medida que fue aumentando el tiempo de hidrogenación para las probetas ensayadas. Para la probeta en condición cero se observó una fractura 100% dúctil; al someter la muestra a 24 horas de hidrogenación se mantuvo el 100% de ductilidad con respecto a la condición cero, lo que

sugiere una muy buena ductilidad del acero, ya que a pesar de sufrir una alta disminución en su capacidad de absorber energía, siguió teniendo un comportamiento en fractura esencialmente dúctil. Al someter la muestra a 48 horas de hidrogenación la fractura dúctil disminuyó a un porcentaje de 58,67% con respecto a la condición cero, resultados que hacen visible el efecto fragilizante del hidrógeno. Con respecto a las muestras sometidas a tiempos de hidrogenación de 72 y 96 horas, la fractura dúctil disminuyó a un porcentaje de 44% y 37,84% respectivamente marcando un patrón de disminución con respecto a la condición cero. Se puede notar de los dos últimos resultados de porcentaje de fractura dúctil una relativa cercanía, que se explica en el hecho de que ya se está alcanzando el punto de saturación del material donde no fragiliza más por efecto del hidrógeno.

5.5 RELACIÓN SISTEMA INSTRUMENTADO VS MÁQUINA DE IMPACTO CHARPY

Debido a la exagerada desviación de los valores de energía absorbida arrojados por el software con respecto a los arrojados por la máquina, no fue posible determinar valores de tenacidad confiables que pudiesen ser validados con los obtenidos por el ensayo CTOD.

La inconsistencia de estos resultados se le atribuye al mal estado de la instrumentación con que cuenta el sistema Charpy instrumentado del que se dispuso para la realización de la presente investigación. Ya que, pese a tener una calibración ajustada a los requerimientos del sistema [42], los resultados presentaron una gran variación para una misma prueba (Anexo 1 graficas arrojadas por el software DYNATUP 830-FT que procesa la información de la instrumentación).

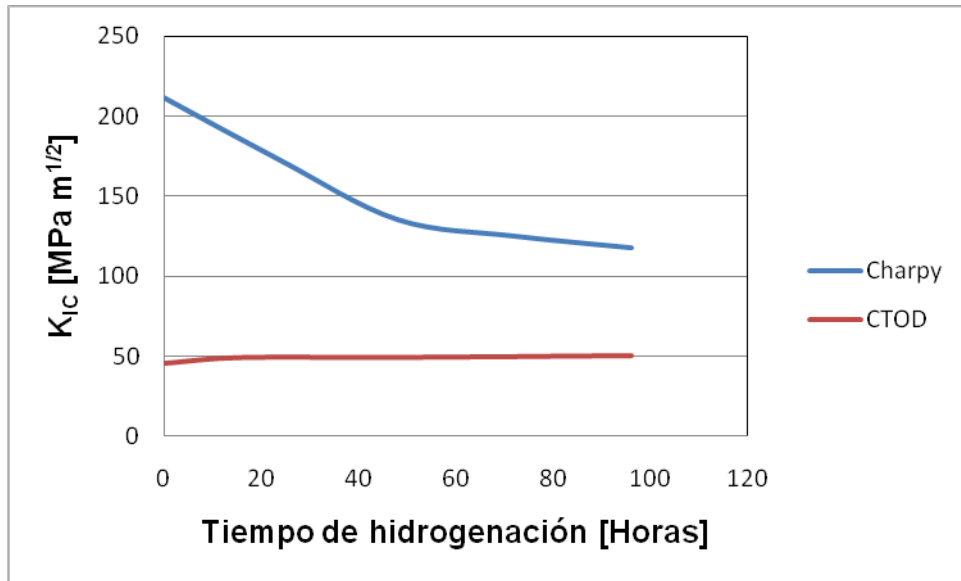
5.6 RELACIÓN VALORES DE K_{IC} OBTENIDOS A PARTIR DE LA ENERGÍA ABSORBIDA SEGÚN API 579/ FFS 07 EN EL ANEXO F 4.5.2 [9] Y LOS VALORES OBTENIDOS MEDIANTE EL ENSAYO CTOD

Tabla 12. K_{IC} obtenidos mediante CTOD y Charpy – Entalla en V

CTOD –Flexión en 3 Puntos		Charpy – Entalla en V	
Tiempo de hidrogenación [horas]	K_{IC} [MPa \sqrt{m}]	Tiempo de Hidrogenación [horas]	K_{IC} [MPa \sqrt{m}]
0	45,89	0	211,8
16	49,44	24	172,6
48	49,57	48	135,7
96	50,61	72	125,4
Fuente [43] tesis de grado paralela realizada sobre el mismo material.		96	118,1

De acuerdo con los valores de la tabla 12. Se puede notar una gran diferencia. Los datos de tenacidad obtenidos mediante el ensayo CTOD no presentan una variación significativa a medida que se aumentaban los tiempos de hidrogenación. Mientras que los datos de tenacidad a la fractura obtenidos a partir del ensayo Charpy muestran un comportamiento descendente a medida que se aumentan la concentración de hidrogeno en el material (figura 57) lo que muestra que por medio de este ensayo es posible realizar evaluaciones sobre muestras hidrogenadas. Sin embargo los datos de K_{IC} obtenidos por el ensayo Charpy son mucho mayores, comparados con los datos obtenidos mediante el ensayo CTOD. Esto es debido a las condiciones en la que cada ensayo es realizado.

Figura 57. K_{IC} vs Tiempo de hidrogenación



El ensayo CTOD se realiza en condiciones cuasi-estáticas y con muestras pre-agrietados, simulando así de mejor manera las condiciones para determinar el K_{IC} . Mientras que el ensayo de impacto Charpy a muestras con entalla en V sin pre-agrietar, muestra unas condiciones distintas para la determinación del K_{IC} . Aunque existen correlaciones como la utilizada según API 579/ FFS 07 en el anexo F 4.5.2 [9], existe mucha incertidumbre sobre la energía de iniciación de grieta, que se debe descartar en la medida del K_{IC} .

Debido a esto se puede observar un valor mucho más grande en el K_{IC} obtenido a partir de la energía absorbida, que el obtenido a partir del CTOD [43].

5.7 ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO

La morfología de la superficie de fractura es analizada para revelar el comportamiento de la fragilización por hidrogeno en el acero. Las micrografías para las muestras no hidrogenadas, revelan una fractura netamente dúctil con muchos dimples al igual que la muestra sometida a 24 horas de hidrogenación, lo que demuestra que el acero A283 Gr C a pesar que en 24 horas presentó una disminución muy considerable de la energía absorbida, su superficie de fractura no presentó zonas frágiles. Sin embargo, para las muestras sometidas a 48 horas, la superficie de fractura comienza a presentar cambios; la aparición de zona frágil (clivaje) debido al efecto fragilizante del hidrógeno, mecanismos que se notan con mayor intensidad a medida que aumentan los tiempos de hidrogenación de las muestras. Es importante tener en cuenta que para un tiempo de hidrogenación de 48 horas, el material pasa de ser 100% dúctil a ser 67.1% dúctil, reducción que es importante, ya que para un periodo de tiempo de 48 horas es posible observar el efecto del hidrogeno en la morfología de fractura de este acero. Sin embargo un gran número de grietas secundarias (microgrietas), las cuales constituyen la zona frágil, se observaron a medida que aumentaban los tiempos de hidrogenación. Estas microgrietas se fueron creando lentamente a medida que la concentración de hidrógeno aumentó, debido a que el hidrógeno actúa como una barrera que impide el movimiento de las dislocaciones durante la deformación por impacto.

Por otro lado, cuando se introduce hidrógeno en las muestras Charpy, el hidrógeno que queda atrapado en las diferentes trampas microestructurales presentes en este acero, tiene como efecto principal sobre las propiedades mecánicas, disminuir su ductilidad y tenacidad [27]. Este efecto se justifica porque el hidrógeno que difunde, por un lado, también reacciona con los campos de esfuerzos de tensión asociados a las dislocaciones y dificulta el inicio de la deformación plástica, y por otro lado favorece que la nucleación de cavidades internas, que tienen lugar por descohesión de las interfases

inclusión-matriz, ocurra bajo menores niveles de carga (menor ductilidad y tenacidad).

Esto es debido a que el ensayo Charpy la velocidad de propagación de grieta es alta y no es posible que al crearse una grieta en el material, el hidrógeno pueda difundir en la punta de la grieta una vez sea creada la nueva superficie de fractura, situación que descarta la *teoría de descohesión* propuesta por Troiano [25]. Por lo tanto la teoría de fragilización por hidrógeno que está de acuerdo con los resultados obtenidos es la *teoría de la pérdida de plasticidad a nivel local (HELP)* propuesta por Birnbaum [27]. En este mecanismo, el efecto del hidrógeno es reducir el esfuerzo requerido para causar el movimiento de las dislocaciones e incrementar la movilidad y la densidad de las dislocaciones móviles a un esfuerzo constante [44]. Es difícil llegar a conclusiones firmes sobre el papel exacto de hidrógeno en la fragilidad de los aceros, sobre la base de los resultados actuales. Sin embargo, la combinación del efecto del hidrógeno en las propiedades mecánicas y la información obtenida en las superficies de fractura implica que el efecto intrínseco de hidrógeno es disminuir la ductilidad.

De acuerdo con los estudios realizados con respecto al mecanismo de fragilización por hidrógeno, Louthan et al. [45] han deducido que, si bien no hay acuerdo entre los investigadores sobre los mecanismos de fragilización por hidrógeno, todos los mecanismos sugieren acumulación de una concentración de hidrógeno muy localizada, como requisito previo para el proceso de fragilización. Una observación similar ha sido formulada también por Pressouyre [46] y propuso la teoría de las trampas, teoría que en algunos aspectos intentó unificar otras teorías de fragilización por hidrógeno. Según esta teoría, independientemente del mecanismo de fragilización, una grieta se inicia o su crecimiento es asistido cuando la concentración de hidrógeno atrapado en un defecto pre-existente excede cierto valor crítico. Esta teoría se puede utilizar para la racionalización de las observaciones de este estudio. Los

defectos importantes en este contexto son las dislocaciones, las interfases matriz-inclusiones y los límites de grano [47]. La asociación de hidrógeno con estas características estructurales influye en el comportamiento de deformación y fractura como se explicó anteriormente. Los resultados de esta investigación sugieren claramente que debe ser alcanzado algún concentrador de esfuerzos crítico al igual que una concentración de hidrógeno crítica en los sitios de captura (trampas) con el fin de nuclear una grieta.

CONCLUSIONES

- De acuerdo con la superficie de fractura vista macroscópica y microscópicamente, el acero A283 grado C demostró ser un material de muy buena ductilidad, ya que aun al soportar una alta reducción en su capacidad de absorber energía siguió teniendo un comportamiento esencialmente dúctil, que solo fue afectado al disminuir la energía absorbida a más del 50 % de su capacidad.
- De las pruebas realizadas sobre muestras Charpy se concluye que la criticidad de la presencia de hidrógeno en el acero A283 grado C comienza luego de 48 horas de hidrogenación, tiempo que corresponde a una concentración de hidrogeno de 2.8 ppm aproximadamente, ya que es ahí donde se comenzó a presentar fragilidad en la superficie de fractura.
- Al analizar la dureza y la metalografía del acero A283 grado C no se encontró ninguna variación en los resultados después de la hidrogenación con respecto a los obtenidos en condición cero. Concordando esto con lo revisado en la literatura.
- Es imprescindible un adecuado funcionamiento del sistema Charpy instrumentado, para obtener una buena información del proceso de agrietamiento para las pruebas Charpy en muestras con entalla en V sin pre-agrietar, ya que los valores de tenacidad obtenidos a partir de la energía absorbida según [9] se desvían mucho de los obtenidos por el ensayo CTOD, debido al desconocimiento de la energía asociada al inicio de la grieta. Y así validar los resultados obtenidos por el ensayo de impacto con los resultados obtenidos por el ensayo CTOD.

RECOMENDACIONES

- Se recomienda para próximos ensayos Charpy instrumentado en el laboratorio de materiales del ICP una revisión eléctrica del sistema de adquisición de datos del equipo, ya que este puede ser el origen de los errores en los valores arrojados por el software DYNATUP 830-FT [42] que procesa la información de la instrumentación).
- El presente trabajo fue un estudio de la tenacidad a la fractura K_{IC} a partir de un ensayo dinámico a muestras con entalla en V, que deja abierta la puerta a otras condiciones de ensayo que arrojarían resultados más coherentes. Como serían las pruebas sobre muestras con entalla en V y pre-agrietadas.

Existen otros métodos revisados en la literatura [48, 49] que podrían ser motivo de investigación para próximos proyectos. Métodos en donde se implementan elementos externos a la instrumentación, los cuales buscan una medida más exacta de la zona plástica que se forma antes de la propagación de la grieta, y así obtener valores aceptables que sean validados por la norma ASTM E399 [11].

BIBLIOGRAFÍA

[1] DA CRUZ NOGUEIRA, F. Influência do raio de ponta do entalhe do tipo de carregamento e da microestrutura no processo à fratura do aço estrutural ABNT-4340., Tese de Mestre em Engenharia Mecânica. Ilha Solteira: Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho". Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, 2006. 53p.

[2] DIETER, G.E. Mechanical metallurgy, SI Metric Edition, McGraw-Hill, 1988, 265p.

[3] ASM International. Metals Handbook Ninth Edition, Vol.8, Mechanical Testing, Materials Park, OH, 2000.

[4] SIEWERT, T.A., MANAHAN, M.P., McCOWAN, C.M., HOLT, J.M., MARSH, F.J. and RUTH, E.A. Pendulum Impact Testing a Century of Progress: The history and importance of the impact testing. En: ASTM STP 1380, USA, 1953. p 3-16.

[5] ORTEGA, Y. Prueba de impacto: Ensayo Charpy. En: Revista Mexicana de Física junio, 2006 Ed. 52 No1, p 51-57.

[6] RUBIO, C. Dynamic fracture toughness of pre-fatigued materials. International Journal of Fatigue. 2008, Vol 30, p. 1056–1064.

[7] ASTM E23 - 07ae1. Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials, 2007.

[8] Technical Report [online]: Experimental Study on the Material Dynamic Fracture Properties, Baosteel Group Co [cited 1 may 2006]. Disponible en internet: http://www.baosteel.com/group_e/07press/ShowArticle.asp?ArticleID=378

[9] API 579/ASME FFS-1. Fitness-for-Service, 2007.

[10] WULLAERT, R. A. Applications of the instrumented Charpy Impact test. En: ASTM STP 466. *Impact Testing of Metals*. American Society for Testing and Materials. 1970, p 148-164.

[11] ASTM E 399-06. Standard Test Methods for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials, 2006.

[12] ASTM E 1820 - 09e1. Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, 2009.

[13] MENDES DE FIGUEIREDO, K. Aplicação de ensaio de impacto Charpy instrumentado no estudo da tenacidade à fratura dinâmica nas soldas a arco submerso em aços para caldeiras., Tese de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais. São Carlos: Universidade de São Paulo. Escola de Engenharia de São Carlos. Instituto de Física de São Carlos. Instituto de Química de São Carlos, 2004. 41p.

[14] RÉQUIZ, R., CAMERO, S., ARISTIZABAL, V. and RIVAS, A. Estudio del daño por hidrógeno en uniones soldadas de un acero API 5L X52. En: Revista de Metalurgia, Vol 44, 2008, p. 101 – 112.

[15] RAMUNNIA, V.P., DE PAIVA COELHO, T. DE MIRANDA, P.E.V. Interaction of hydrogen with the microstructure of low-carbon steel. En: Materials Science and Engineering, 2006, p. 504 – 514.

[16] ALBÍSTUR, A. FERNÁNDEZ, J. Influencia del hidrógeno en las propiedades mecánicas de los aceros micro 1000 y formax. En: Anales de mecánica de la fractura, vol 22, 2005, p. 155 – 160.

[17] BERMUDEZ, C. M. 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 en Ingeniería Metalúrgica. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, 2000, 5p.

[18] CAYÓN, A., DE CARLOS, A., ALVAREZ, J.A., y GUTIÉRREZ SOLANA, F. Comportamiento de dos familias de aceros microaleados en condiciones de fisuración inducida por hidrogeno, Anales de mecánica de la fractura, Vol. 18, 2001, p. 97-106.

[19] CAYÓN, A., ÁLVAREZ, J.A., GUTIÉRREZ-SOLANA, F. influencia de la microestructura y de los estados triaxiales de tensiones en fenómenos de fisuración inducida por ambiente. En: Anales de mecánica de la fractura, Vol. 20, 2003, p. 273 -278.

[20] DAYAL, R. K. and PARVATHAVARTHINI, N. Hydrogen embrittlement in power plant steels. En: *Sadhana* Vol. 28, Parts 3 & 4, June/August 2003, p. 431–451.

[21] CANABAL MENDEZ, C., VILLAMIZAR USECHE, J.L. Efecto de un recubrimiento protector en la superficie de salida de hidrogeno para pruebas de permeación electroquímica en acero de bajo carbono. Tesis de pregrado para título de ingeniero metalurgico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, 2001. 6p.

[22] QUISPITUPA YUPA, A. Fatigue behavior of ultra high strength structural materials. Thesis of Doctor of Philosophy in Civil Engineering: University of Puerto Rico, Mayagüez Campus, 2007. 16p.

[23] CHALAFTRIS, G. Evaluation of Aluminum-Based Coating for Cadmium Replacement. PhD Thesis: Granfield University, School of Industrial and Manufacturing Science, 2003, 11p.

[24] Página Web:

ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Materials/Mechanical/ImpactToughness.htm

[25] HIRTH, J. P., Effects of Hydrogen on the Properties of Iron and steel. En: Metallurgical Transactions A, 1980, Vol 11 A, p. 861-890.

[26] GANGLOFF, R.P. Hydrogen assisted cracking of high strength alloys. En: Comprehensive Structural Integrity, Elsevier Science, New York, EUA (2003), p. 31-101.

[27] SALDAÑA, E. LEZCANO, R. BELZUNCE F.J. y RODRIGUEZ, C. Análisis de los procesos de fractura en presencia de hidrogeno de aceros resistentes al medio acido. En: Anales de mecánica de la fractura, Vol. 18, 200, p. 51-56.

[28] Página Web:

http://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/def_en/kap_1/illustr/t1_3_3.html

[29] ASM International, "Metals Handbook Ninth Edition: Vol.12, Fractography", Materials Park, OH, 2000.

[30] ASTM A283 / A283M – 03 (2007). Standard Specification for Low and Intermediate Tensile Strength Carbon Steel Plates. 2007

[31] ASTM E8 / E8M - 09. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, 2009.

[32] ASTM E 10-08., Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials, 2008.

[33] MANOLATOS, P. and JEROME. M. A thin palladium coating on iron for hydrogen permeation studies. En: Electrochimica Acta, Vol. 41, No 3, 1996, p. 359-365.

[34] CASANOVA, T. and CROUSIER, J. The influence of an oxide layer on hydrogen permeation through steel. En: Corrosion Science, Vol. 38, No 9, 1996, p. 1535-1544.

[35] MANOLATOS, P. JEROME, M. and GALLAND, J. Necessity of a palladium coating to ensure hydrogen oxidation during electrochemical permeation measurements on iron. En: Electrochimica Acta, Vol. 40, No 7, 1995, p. 867-874.

[36] ASTM G 148 - 97 (Reapproved 2003). Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, and Transport in Metals by Electrochemical Technique, 1997.

[37] ASTM G 5 – 94 (Reapproved 2004). Standard Reference Test Method for Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements. 1994.

[38] DEVANATHAN, M.A.V. and STACHURSKI, Z. The Adsorption and Diffusion of Electrolytic Hydrogen in Palladium, Proceedings of the Royal Society of London, A 270, 1962, p. 90-102.

[39] VIANNA, C. Comportamento mecânico do aço API 5L X-60 com e sem hidrogênio, Tese do grau de mestre em ciências em engenharia metalúrgica e de materiais. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro. Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2005, 51p.

[40] ASTM E 2298 - 09, Standard Test Method for Instrumented Impact Testing of Metallic Materials, 2009.

[41] Internacional Standard ISO 14556-01. Steel-Charpy V-notch pendulum impact test- Instrumented test method. 2001.

[42] DYNATUP 830-ITM Data Acquisition System, Instruction Manual, General Research Corporation, USA.

[43] SANCHEZ, E. BARRIENTOS, L. Determinación de la tenacidad a la fractura por medio del ensayo CTOD en un acero A283 grado C. Tesis de pregrado para título de ingeniero metalúrgico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, 2010.

[44] LIU, Y.Z. ZU, X.T. LI, C. QIU, S.Y. LI, W.J. HUANG, X.Q. Hydrogen embrittlement of a TiAlAlZr alloy evaluated by impact test method. En: Scripta Materialia, Vol 52, 2005, p. 821–825.

[45] LOUTHAN, M.R. and MORGAN, J.M.J. Some technology gaps in the detection and prediction of hydrogen-induced degradation of metals and alloys. En: Journal of Nondestructive Evaluation, Vol 15, Numbers 3-4, 1996, p.113-120.

[46] PRESSOUYRE, G.M. Current Solutions to Hydrogen Problems in Steels, ASM, Metals Park, OH, 1982, p. 18.

[47] ORIANI, R.A. The diffusion and trapping of hydrogen in steel. En: Acta Metallurgica, Vol 18, 1970, p.147.

[48] TRONSKAR, J.P. MANNAN, M.A. and LAI, M.O. Application of acoustic emission for measuring crack initiation Toughness in Instrumented Charpy Impact Testing. En: Journal of Testing and evaluation, Vol 31, No 3, 2003, p. 1-12.

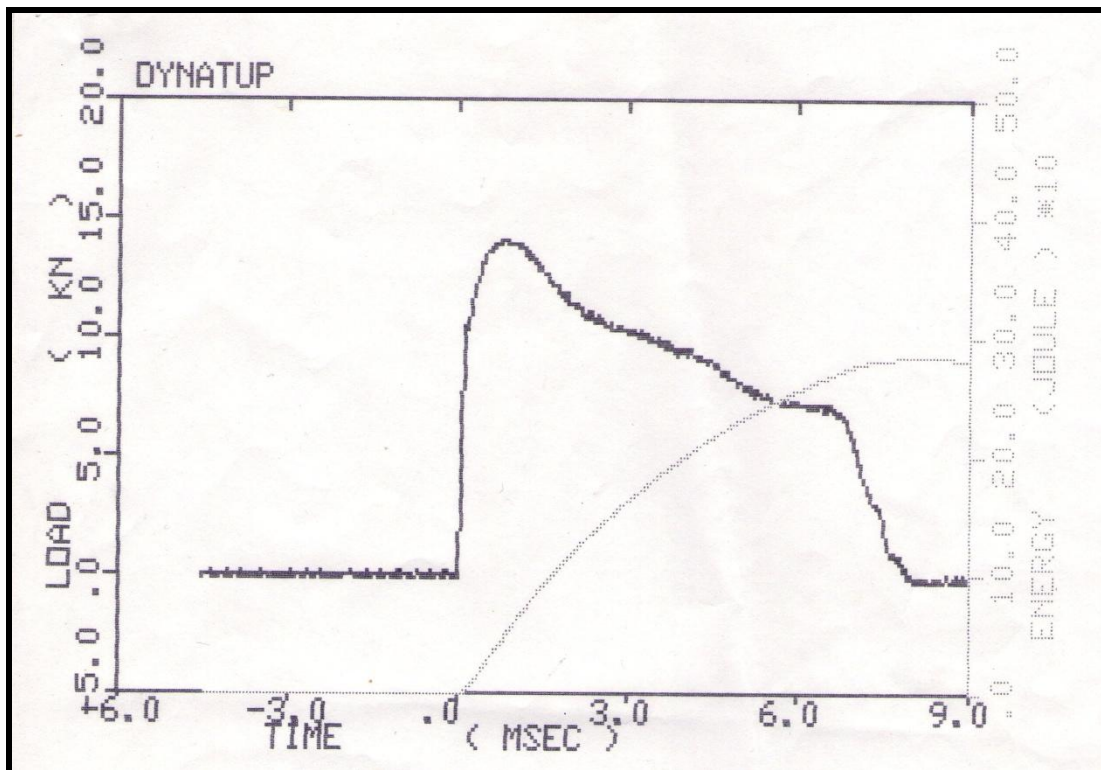
[49] TRONSKAR, J.P. MANNAN, M.A. and LAI, M.O. Direct measurement of displacement in Instrument Charpy Impact Testing for integrity structural Assessment. En: Journal of Testing and Evaluation, JTEVA, Vol 29, No 3, May 2001, p. 246–257.

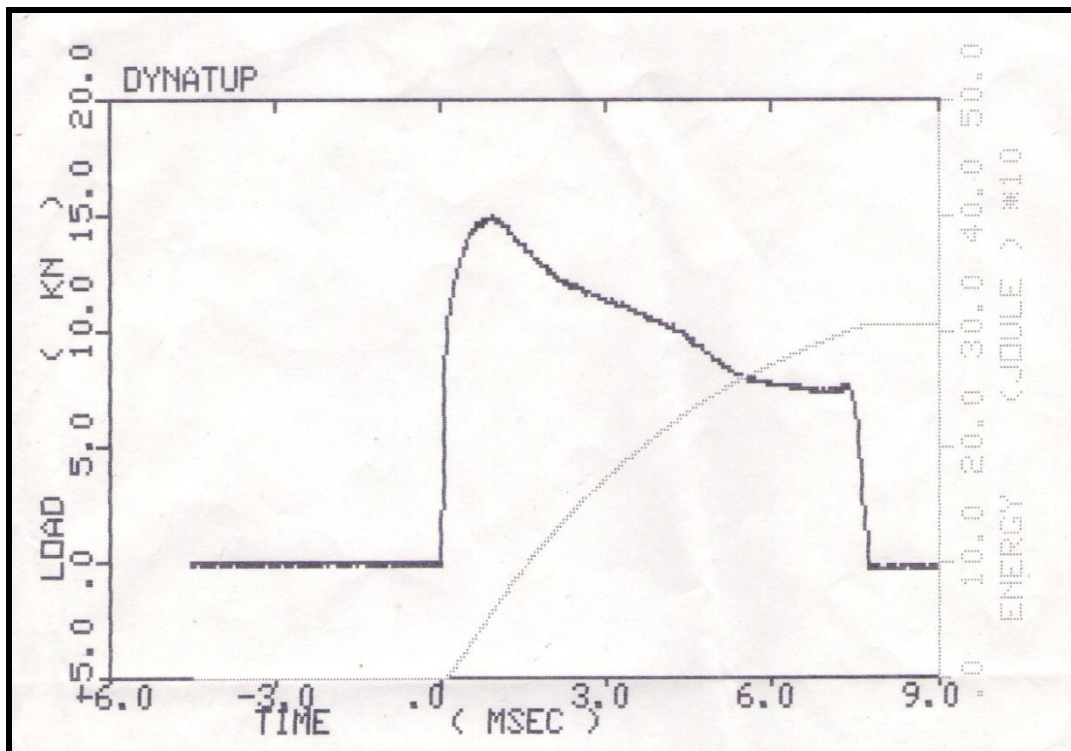
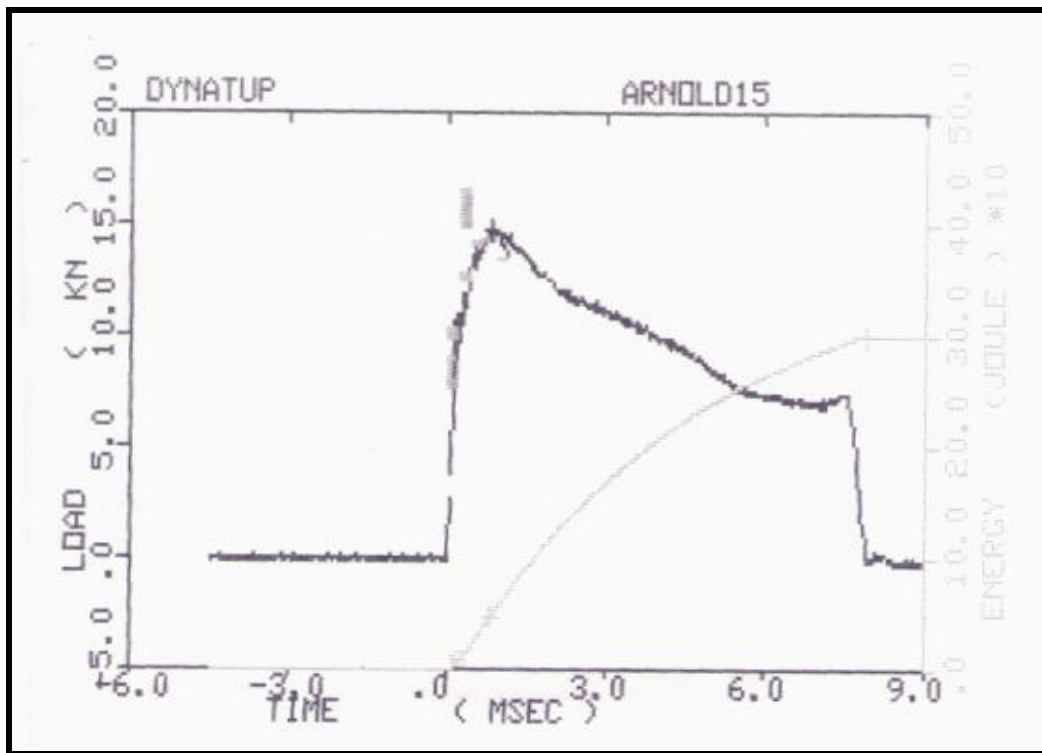
ANEXOS

Anexo 1. Graficas arrojadas por el software DYNATUP 830-FT

Muestras en condicion Cero

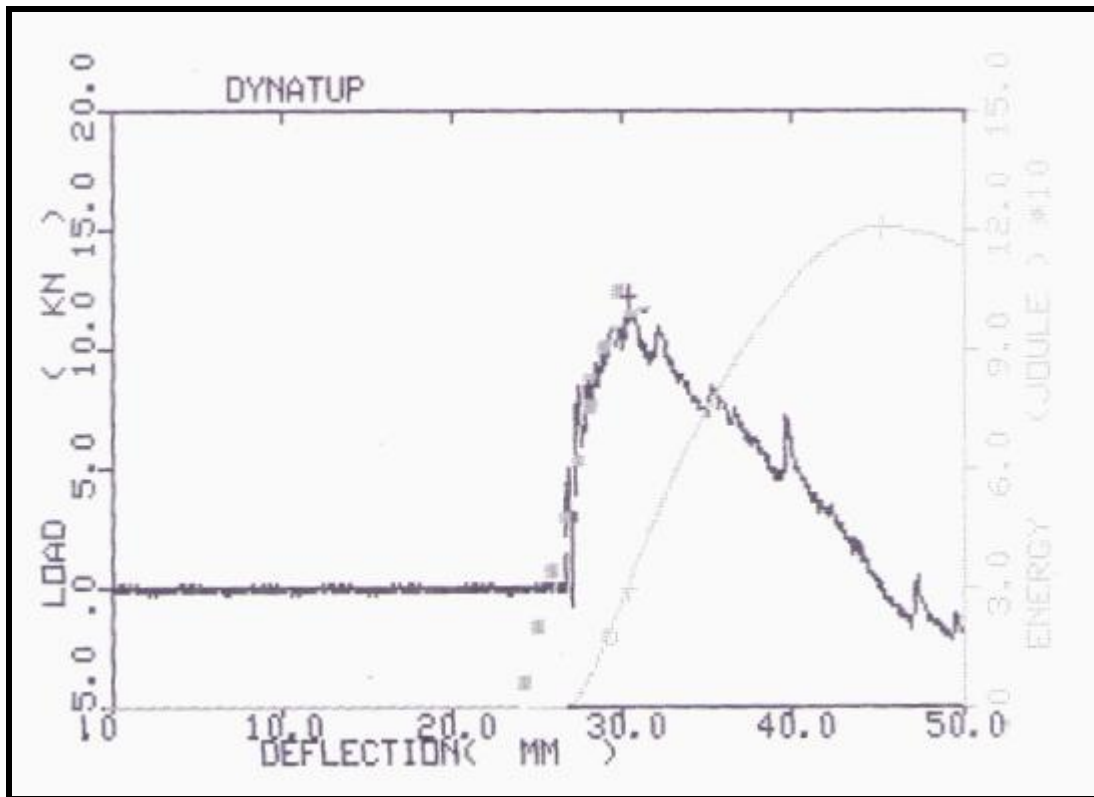
Cero	Vel impacto (m/s)	Energía de Impacto (J)	Tiempo a carga máxima (ms)	Carga máxima (KN)	Energía a carga máxima (J)	Energía total (J)
1	5,17	404,449	0,77	7,94	14,2162	284,73
2	5,17	404,658	0,83	14,70757	49,0,68	301,49
3	5,17	404,658	0,86	15,0182	57,759	306,942
Promedio	5,17	404,588	0,82	12,555	35,988	297,721

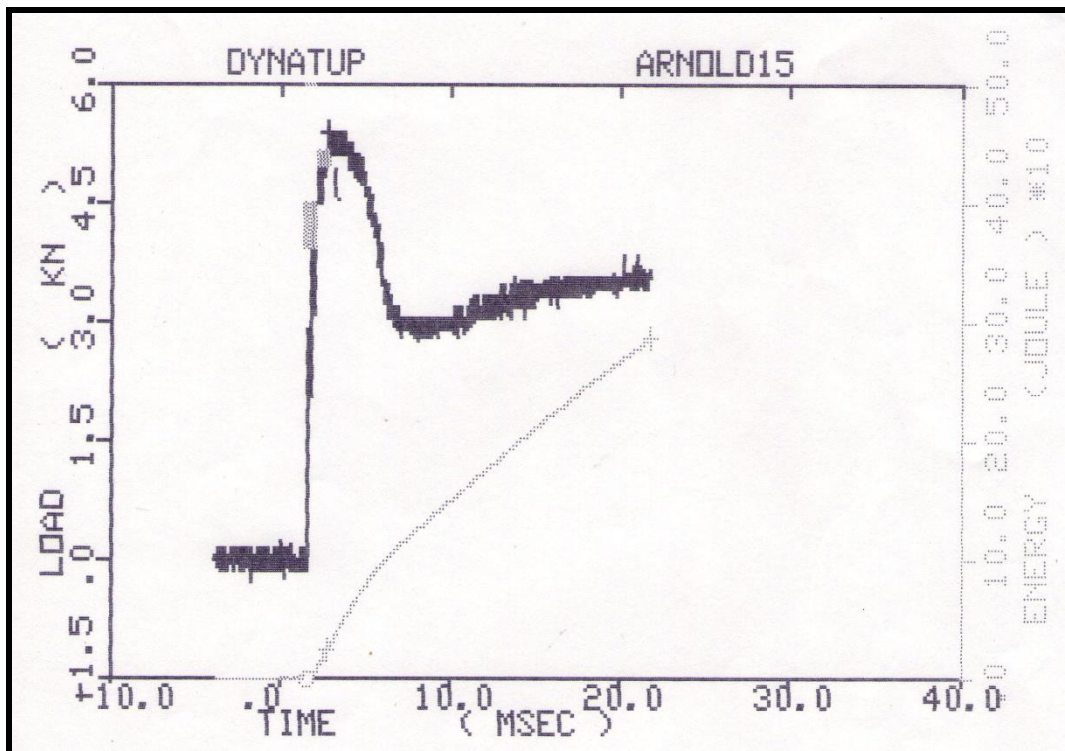
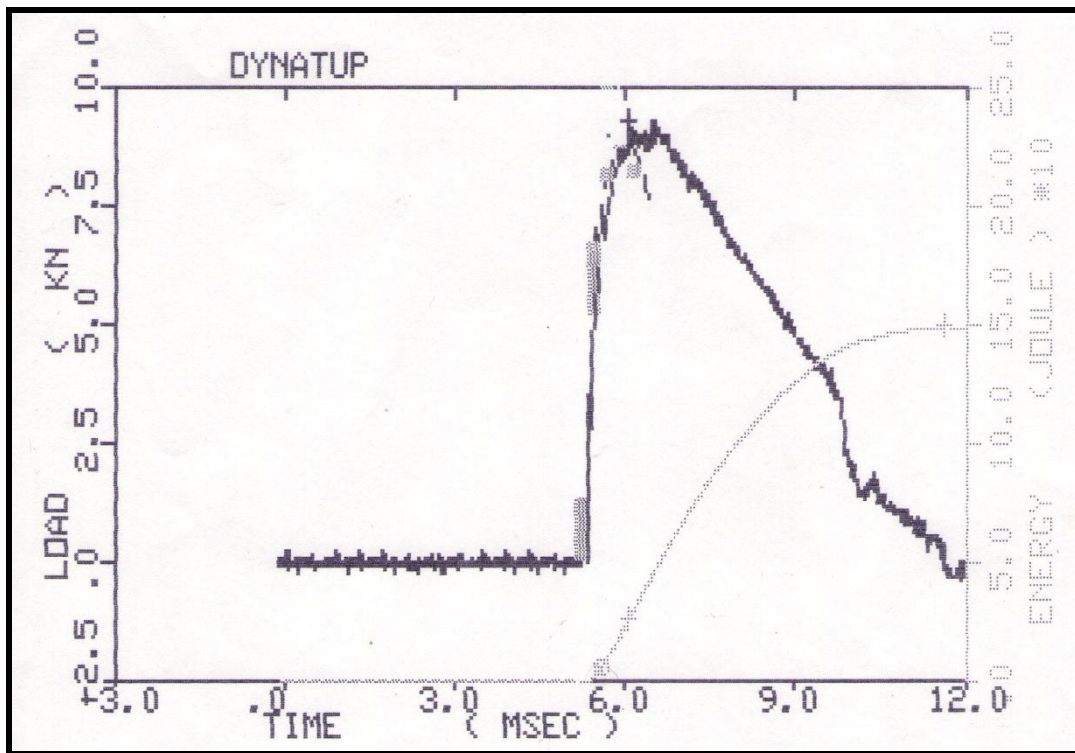




Muestras con 24 horas de hidrogenación

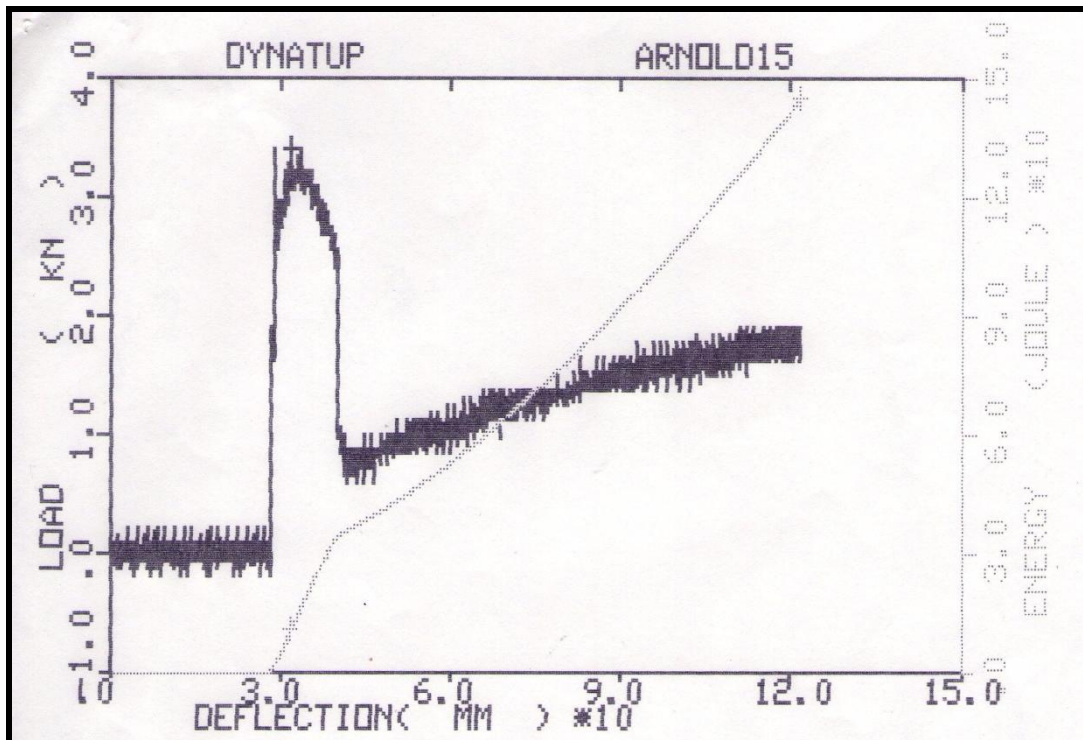
24 H	Vel impacto (m/s)	Energía de Impacto (J)	Tiempo a carga máxima (ms)	Carga máxima (KN)	Energía a carga máxima (J)	Energía total (J)
1	5,18	405,287	5,86	12,2245	30,593	121,512
2	5,18	405,077	6,07	9,3307	27,401	150,088
3	5,18	405,077	2,85	5,3993	27,351	287,921
Promedio	5,18	405,147	4,93	8,9848	28,448	186,507

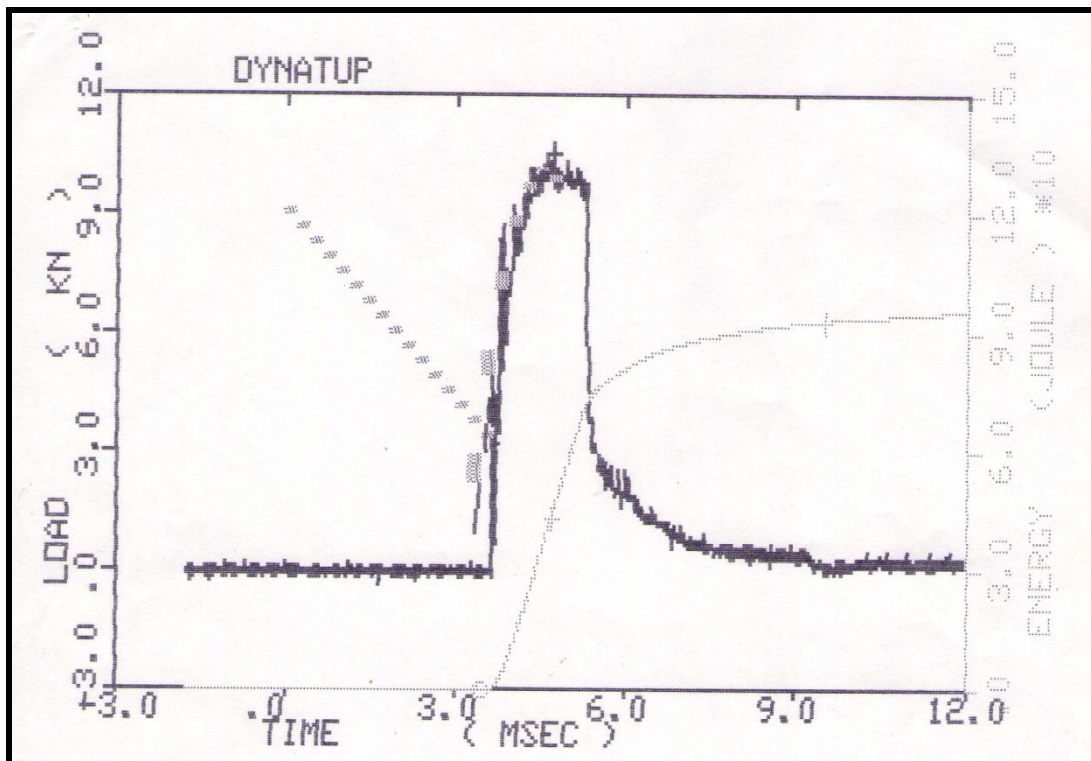
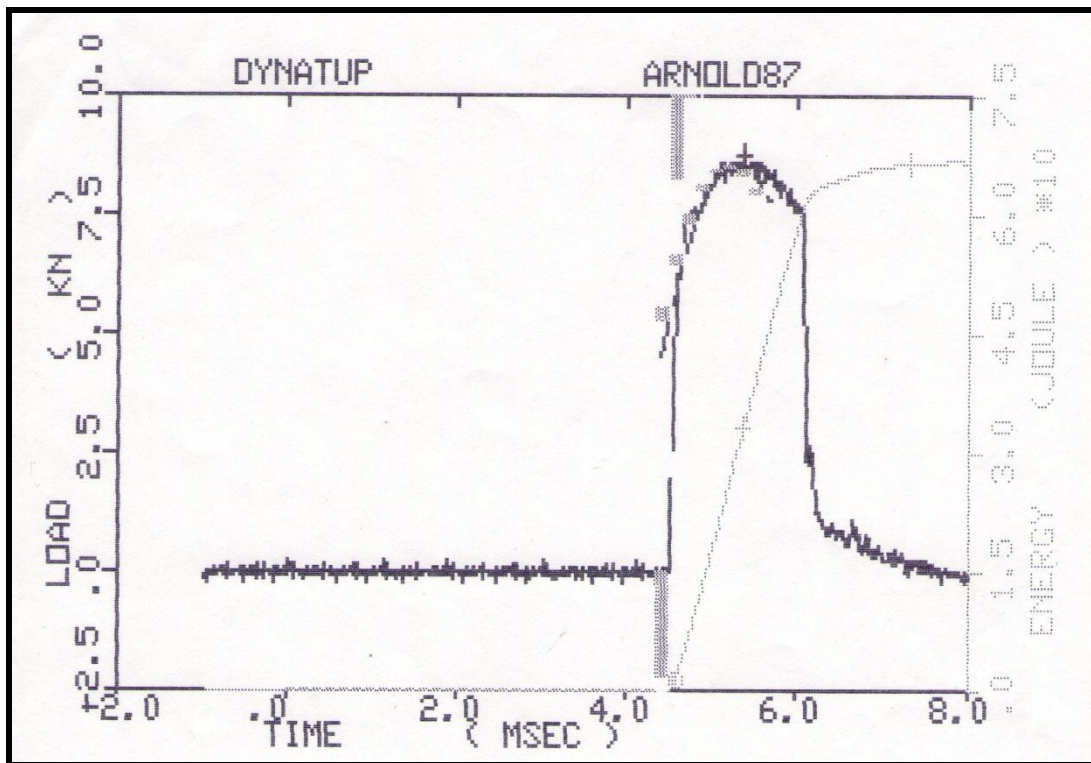




Muestras con 48 horas de hidrogenación

48 H	Vel impacto (m/s)	Energía de Impacto (J)	Tiempo a carga máxima (ms)	Carga máxima (KN)	Energía a carga máxima (J)	Energía total (J)
1	5,18	405,287	6,21	3,4284	11,364	145,464
2	5,18	405,497	5,36	8,8006	33,352	66,786
3	5,18	405,287	4,69	10,5109	43,811	93,688
Promedio	5,18	405,357	5,42	7,5800	29,509	101,979





Muestras con 96 horas de hidrogenación

96 H	Vel impacto (m/s)	Energía de Impacto (J)	Tiempo a carga máxima (ms)	Máxima carga (KN)	Energía a carga máxima (J)	Energía total (J)
1	5,18	405,077	0,04	8,4219	0,561	24,769
2	5,18	405,077	5,52	2,3694	0,359	7,155
3	5,18	405,077	6,82	7,8477	43,947	243,784
Promedio	5,18	405,077	4,13	6,2130	14,956	91,903

