

**EVALUACIÓN DEL EFECTO DEL HIDRÓGENO EN LAS PROPIEDADES
MECÁNICAS DE UN ACERO ASTM A 283 GRADO C, UTILIZADO EN LA
INDUSTRIA PETROLERA.**

FÉLIX ROSENDO GARCÍA BRUGÉS

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE FISICOQUÍMICA
ESCUELA DE INGENIERIA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA**

2010

**EVALUACIÓN DEL EFECTO DEL HIDRÓGENO EN LAS PROPIEDADES
MECÁNICAS DE UN ACERO ASTM A 283 GRADO C, UTILIZADO EN LA
INDUSTRIA PETROLERA.**

FÉLIX ROSENDO GARCÍA BRUGÉS

**Trabajo De Grado Para Optar El Título De
INGENIERO METALÚRGICO**

Director

IVAN URIBE PEREZ

Msc. INGENIERO METALÚRGICO

Codirector

EDWING MORANTES APONTE

INGENIERO METALÚRGICO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE FISICOQUÍMICA

ESCUELA DE INGENIERIA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES

BUCARAMANGA

2010

DEDICADO

A Dios por su bendición por este logro tan importante en mi vida... a mi linda madre Elizabeth María Brugés Guerra, por su amor y su fuerza en cada batalla perdida... TE AMO MAMÁ! A mi padre Félix García Gámez, por enseñarme que la honestidad y la constancia, son valores que hacen grande a un hombre... a Grace Carolina, Nayreth Lorena, Nora Elizabeth, mis hermanas por su amor incondicional...

Félix Rosendo

AGRADECIMIENTOS

Al ingeniero Iván Uribe Pérez por toda su enseñanza y su apoyo, siempre encontré en usted una respuesta... muchas gracias! A los ingenieros Luis Eduardo Zabala, Edwing Morantes, Martín Lizcano, Julio Forero, Javier Mateus y a todo el grupo de Laboratorio de Materiales del Instituto Colombiano de Petróleo (ICP), GRACIAS!! Por brindarme la oportunidad de aprender en compañía de ustedes, también agradecer al ingeniero Aldrin Velosa Pacheco por su confianza en este trabajo de investigación. Finalmente a la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales por su formación, hace excelentes profesionales...

Félix Rosendo García Brugés

RESUMEN

TITULO: EVALUACION DEL EFECTO DEL HIDRÓGENO EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C UTILIZADO EN LA INDUSTRIA PETROLERA.*

AUTOR: FÉLIX ROSENDO GARCÍA BRUGES**

Palabras Claves: Ensayo de tracción, fragilización por hidrógeno, tenacidad a la fractura.

DESCRIPCION

En este trabajo de investigación se caracterizó y se evaluó el comportamiento del acero ASTM A283 grado C, sometido a un ambiente de hidrógeno, para determinar cómo afecta el hidrógeno el material. Este material se sometió a diferentes tiempos de hidrogenación en una solución de NaOH 0.1M.

También se analizó el comportamiento mecánico del material mediante ensayo de tracción después de la hidrogenación, para determinar si hubo pérdida de sus propiedades, además se analizaron las muestras en microscopio electrónico de barrido (SEM).

Los resultados obtenidos mediante estos procesos han sido. El acero ASTM A283 Grado C es susceptible a la fragilización por hidrógeno, ya que hubo una reducción considerable de sus propiedades, donde se observó que hubo pérdida del esfuerzo de fluencia del material. Los resultados que arrojó la microscopia electrónica fue notable la presencia del hidrógeno desde las 24 horas de hidrogenación al observándose microgrietas en el material, a partir de las 36 horas de hidrogenación se observa presencia de elementos como el carbono que combinado con el hidrógeno me forma burbujas de metano que rompen la red cristalina del material que es más notable en las muestras hidrogenadas a 85 horas, donde la presencia de hoyuelos es considerables formando una mayor cantidad de microgrietas en el material, perdiendo este sus propiedades considerablemente a mayores tiempos de concentración de hidrógeno.

* Trabajo de Investigación

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales, Universidad Industrial de Santander. Director. Iván Uribe Perez (UIS). Codirector Edwing Morantes Aponte (ICP).

SUMMARY

TITLE. EVALUATION OF THE EFFECT OF HYDROGEN ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF STEEL ASTM A283 GRADE C USED IN THE OIL INDUSTRY.*

AUTHOR: FÉLIX ROSENDO GARCIA BRUGÉS**

KEY WORDS: Tensile Testing, Hydrogen embrittlement, toughness fracture.

DESCRIPTION

In this investigation paperwork we characterized and evaluated the ASTM A283 C degree steel's behavior, subjected to a hydrogen environment, in order to determine how hydrogen affects the material. This material was subjected to different hydrogenation times in a NaOH 0.1M solution. It was also analyzed the mechanical behavior's material through tensile testing after hydrogenation to determine if there was properties lost.

The results got through these processes were: The ASTM A283 C degree steel is susceptible to embrittlement hydrogen, this due to the considerable reduction of properties. The results obtained by these processes have been. Steel ASTM A283 Grade C is susceptible to hydrogen embrittlement, because there was a significant reduction in their properties, where it was observed that there was loss of yield stress of material.

The results of electronic microscopy showed a notable the presence of hydrogen after 24 hours of hydrogenation the observed microcracks in the material after 36 hours of hydrogenation is observed the presence of elements like carbon, this combined with hydrogen forms bubbles methane that break the lattice of the material that is most noticeable in the samples hydrogenated at 85 hours, where the presence of dimples is considering forming a greater number of microcracks in the material properties of losing this time considerably higher concentration of hydrogen.

* Work Degree

** Faculty of Physical and Chemical Engineering, school of Metallurgical Engineering and Materials Science. Directress: Ivan Uribe Perez. (UIS), Codirectress: Edwing Morantes (ICP).

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	17
1. JUSTIFICACIÓN	19
2. OBJETIVOS GENERAL	20
2.1. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	20
3. FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO	21
3.1 Ataque por hidrógeno (APH)	24
3.2 Fisuración inducida por hidrógeno (FIH)	24
3.3 Fragilización asistida por hidrógeno (FPH).....	25
3.4 Difusión y permeación	25
4. ENSAYO DE TRACCIÓN	29
4.1 Dimensiones de las probetas	31
4.2 Mecánica de la fractura	32
5. ENFOQUE EXPERIMENTAL	37
5.1 Selección del material	37
5.3 Composición química	38
5.4 Metalografía	39
5.5 Ensayo de dureza en escala Brinell – HBN	42
5.6 Ensayos electroquímicos.....	43
5.6.1 Polarización potenciodinámico.....	44
5.6.2 Curva potenciodinámica	45
5.6.3 Recubrimiento de paladio.....	46
5.6.4 Ensayos de permeación.....	47
5.6.5 Procedimiento de permeación	48
• Determinación del potencial de reposo o circuito abierto	49
• Desgasificación de la muestra	49
• Hidrogenación de la muestra.....	49
5.7 Hidrogenación de probetas, mediante cargamento catódico.....	50

6	RESULTADOS	52
6.1	Metalografía	52
6.2	Hidrogenación de las muestras de trabajo	54
6.2.1	Ensayo tracción, probetas blanco	55
6.2.2	Ensayo tracción, probetas hidrogenadas	56
6.3	Microscopía electrónica	60
6.4	Análisis fractográficos del material	62
6.4.1	Micrografía probetas blanco	62
6.4.2	Micrografía probetas hidrogenadas 24 horas	65
6.4.3	Micrografía probetas hidrogenadas 36 horas	68
6.4.4	Micrografía probetas hidrogenadas 85 horas	71
6.5	Resultados de tenacidad a la fractura	74
7	CONCLUSIONES	77
	RECOMENDACIONES	78
	BIBLIOGRAFÍA	79
	ANEXOS 1	82

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1. PROCESO FÍSICO-QUÍMICO DE LA FRAGILIZACIÓN.	22
FIGURA 2. MAQUINA DE ENSAYOS UNIVERSALES WDW20E (ICP)	29
FIGURA 3. MUESTRA DE PROBETA TRACCIÓN CON ENTALLA.....	31
FIGURA 4. PROBETAS DE TRACCIÓN CILÍNDRICA CON ENTALLA.....	31
FIGURA 5. MODOS DE CARGA APLICADOS A UNA GRIETA.....	33
FIGURA 6. CORRELACIÓN DE LA GEOMETRÍA DE LA PROBETA EN PROBETA COMPACTA PARA EL ENSAYO (CTOD) Y PROBETA CILÍNDRICA DE TRACCIÓN.....	34
FIGURA 7. DETERMINACIÓN DEL FACTOR Y PARA PROBETA CON ENTALLA	36
FIGURA 8. LAMINA ACERO ASTM A283 GRADO C, MUESTRAS PARA LOS ENSAYOS ELECTROQUÍMICOS Y ENSAYOS MECÁNICOS, (A) MUESTRA PARA ENSAYO POTENCIODINÁMICO, (B) MUESTRA PARA ENSAYO PERMEACIÓN, (C) MUESTRA PARA ENSAYO DE TRACCIÓN.	38
FIGURA 9. NIVEL DE INCLUSIONES ACERO A 283 GRADO C SIN ATAQUE (100X), NORMA ASTM E 45-01.	40
FIGURA 10. MICROESTRUCTURA ACERO A283 GRADO C (100X), DIRECCIÓN DE FORMACIÓN DE PERLITA, NORMA ASTM E 407 – 07.	41
FIGURA 11. MICROESTRUCTURA ACERO A283 GRADO C (200X), DIRECCIÓN DE FORMACIÓN DE PERLITA DEL SENTIDO DE LAMINACIÓN, NORMA ASTM E407 -07.....	41
FIGURA 12. MICROESTRUCTURA ACERO A283 GRADO C (1000X), FORMACIÓN DE PERLITA LAMINAR Y FERRITA, NORMA ASTM E407 -07.	42
FIGURA 13. PROCEDIMIENTO DE LABORATORIO	46
FIGURA 14. PROCEDIMIENTO DE LABORATORIO DE PALADIZACIÓN.....	47
FIGURA 15. DISEÑO ESQUEMÁTICO DEL SISTEMA DE PERMEACIÓN	48
FIGURA 16. PROCEDIMIENTO DE LABORATORIO	50
FIGURA 17. PROCEDIMIENTO DE LABORATORIO DE HIDROGENACIÓN	51
FIGURA 18. MICROESTRUCTURA ACERO A283 GRADO C A 85 HORAS DE EXPOSICIÓN DE HIDROGENO (200X), PERLITA LAMINAR, NORMA ASTM E3-01.	52

FIGURA 19. MICROESTRUCTURA ACERO A283 GRADO C A 85 HORAS DE EXPOSICIÓN DE HIDROGENO (500X), PERLITA LAMINAR Y INCLUSIONES DE ÓXIDOS, NORMA ASTM E3- 01.	53
FIGURA 20. MICROESTRUCTURA ACERO A283 GRADO C A 85 HORAS DE EXPOSICIÓN DE HIDROGENO (1000X), FORMACIÓN DE HIDROGENO EN LOS LÍMITES DE GRANO, NORMA ASTM E3-01.	53
FIGURA 21. PERFIL DE HIDROGENACIÓN VERSUS ESPESOR	54
FIGURA 22. SUPERFICIE DE FRACTURA DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO DE ENTREGA (BLANCO).	60
FIGURA 23. SUPERFICIE DE FRACTURA, PROBETA HIDROGENADA 24 HORAS.....	61
FIGURA 24. SUPERFICIE DE FRACTURA, PROBETA HIDROGENADA 36 HORAS.....	61
FIGURA 25. SUPERFICIE DE FRACTURA, PROBETAS HIDROGENADAS 85 HORAS.....	61
FIGURA 26. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO DE ENTREGA (BLANCO) FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO FRACTURA DÚCTIL.	63
FIGURA 27. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO DE ENTREGA (BLANCO) FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO FRACTURA DÚCTIL.	63
FIGURA 28. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO DE ENTREGA (BLANCO) FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO FRACTURA DÚCTIL.	64
FIGURA 29. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO DE ENTREGA (BLANCO) FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO FRACTURA DÚCTIL.	64
FIGURA 30. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO DE ENTREGA (BLANCO) FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO FRACTURA DÚCTIL.	65
FIGURA 31. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 24 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO FRACTURA DÚCTIL Y FRÁGIL.....	66

FIGURA 32. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 24 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL	66
FIGURA 33. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 24 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO CUASICLIVAJE.	67
FIGURA 34. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 24 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO PEQUEÑAS CAVIDADES.	67
FIGURA 35. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 24 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO CLIVAJE TOTAL Y MICROFISURAS.	68
FIGURA 36. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 36 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO HOYUELOS Y POROSIDADES.	69
FIGURA 37. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 36 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL.	69
FIGURA 38. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 36 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL.	70
FIGURA 39. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 36 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO PRESENCIA DE ORIFICIOS.	70
FIGURA 40. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 36 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO HOYUELOS.	71
FIGURA 41. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 85 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE	

TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO FRACTURA DÚCTIL PRESENCIA DE HOYUELOS Y POROSIDADES.	72
FIGURA 42. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 85 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO CLIVAJE TOTAL Y MICROFISURAS.	72
FIGURA 43. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 85 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO MICROFISURAS Y DIMPLES.	73
FIGURA 44. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 85 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO ELEMENTOS EXTRAÑOS ATRAPADORES DE HIDRÓGENO.....	73
FIGURA 45. MICROGRAFÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C EN ESTADO HIDROGENADO POR 85 HORAS, FRACTURADA MEDIANTE UN ENSAYO DE TRACCIÓN UNIAXIAL MOSTRANDO ELEMENTO POSIBLES ATRAPADORES DE HIDROGENO.	74

LISTA DE GRÁFICAS

GRAFICA 1. CURVA POTENCIODINÁMICA.....	45
GRAFICA 2. CURVA DE PERMEACIÓN	50
GRAFICA 3. CURVA ESFUERZO DEFORMACIÓN PROBETA BLANCO.....	55
GRAFICA 4. CURVA ESFUERZO DEFORMACIÓN, PROBETA HIDROGENADA 24 HORAS.....	56
GRAFICA 5. CURVA ESFUERZO DEFORMACIÓN, PROBETA HIDROGENADA 36 HORAS.....	57
GRAFICA 6. CURVA ESFUERZO DEFORMACIÓN, PROBETA HIDROGENADA 85 HORAS.....	58
GRAFICA 8. ESFUERZO VS TIEMPO DE HIDROGENACIÓN	59
GRAFICA 7. COMPORTAMIENTO DE LOS TRES PROCESOS DE HIDROGENACIÓN, 24H, 36H, 85H, PARA UN ACERO ASTM A 283 GRADO C.....	59
GRAFICA 9. RESULTADOS DE TENACIDAD A LA FRACTURA PROBETAS BLANCO, HIDROGENADAS	76

LISTA DE TABLAS

TABLA 1. VELOCIDADES DE ENSAYO DE TRABAJO Y TIEMPO DE HIDROGENACIÓN	30
TABLA 2. COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL MATERIAL ASTM A283 GRADO C, NORMA ASTM E 415 – 08.....	38
TABLA 3. DUREZA DEL MATERIAL ASTM A 283 GRADO C, EN ESTADO DE ENTREGA, NORMA ASTM E10 -10.....	43
TABLA 4. PARÁMETROS DE PERMEACIÓN DE HIDRÓGENO, ACERO ASTM A 283 GRADO C.	49
TABLA 5. TIEMPOS DE HIDROGENACIÓN.....	54
TABLA 6. RESULTADOS ENSAYOS PROBETAS BLANCO	55
TABLA 7. PROPIEDADES PROBETA HIDROGENADA POR 24HORAS DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C.....	56
TABLA 8. PROPIEDADES PROBETA HIDROGENADA POR 36 HORAS DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C.....	57
TABLA 9. PROPIEDADES PROBETA HIDROGENADA POR 85 HORAS DE UN ACERO ASTM A283 GRADO C.....	58
TABLA 10. RESULTADOS DE K _{IC} PARA UN ACERO ASTM A283 GRADO C, EN ESTADO DE ENTREGA.....	75
TABLA 11. RESULTADOS DE K _{IC} PARA UN ACERO ASTM A283 GRADO C, PROBETAS HIDROGENADAS	75

INTRODUCCIÓN

La industria del petróleo depende en gran parte del buen desempeño de varios tipos de aceros que mantengan una adecuada resistencia. En el procesamiento de crudo se utilizan reactores de acero ferríticos que son normalmente operados bajo condiciones que pueden alcanzar en el metal temperaturas alrededor de los 565 °C y presiones alrededor de 27,6 Mpa¹.

Estos reactores trabajan en ambientes de hidrógeno a altas presiones y altas temperaturas, y los principales mecanismos de daño que se presentan en esta clase de equipos son la formación y crecimiento de grietas producto de la fragilización por revenido y el ataque por hidrógeno, originando una reducción en la tenacidad y resistencia mecánica. La presencia de hidrógeno en el acero puede cambiar de fractura, de una morfología típicamente dúctil a otra esencialmente frágil.

Por lo tanto es justificable dirigir los esfuerzos a estudiar y evaluar la integridad de los equipos en servicio con presencia de hidrógeno, para esclarecer los posibles mecanismos de deterioro en los materiales, así como la fractura asistida por hidrógeno y la posible formación de grietas en materiales hidrogenados.

Para estudiar los mecanismos de daños que se presentan en los reactores, requiere de la implementación de ensayos normalizados que permitan describir el comportamiento del crecimiento de las grietas. Por tanto, se va a realizar para tal fin un ensayo de tracción, aplicado a un acero ASTM A 283 Gr C, nuevo e hidrogenado para su posterior comparación.

El comportamiento mecánico de un acero ASTM A283 Grado C, será evaluado por medio de un equipo de tracción, con probetas en estado de entrega e hidrogenadas, a diferentes tiempos de exposición para su posterior comparación.

La caracterización microestructural será realizada por microscopía óptica y electrónica de barrido (SEM).

1. JUSTIFICACIÓN

En el presente proyecto de investigación se analizarán los resultados obtenidos en ensayos mecánicos como el ensayo de tracción, además de ensayos electroquímicos donde las probetas serán sometidas a ataque por hidrógeno. De ese modo se obtendrán resultados que permitan analizar el efecto que tiene el hidrógeno en los materiales usados en la industria petroquímica.

En muchos casos, los estudios de integridad estructural se establecen para realizar el seguimiento del comportamiento mecánico de los materiales; pero no se tienen en cuenta la degradación del material debido a las condiciones de operación. En este marco, la incorporación de este ensayo debe estar propiamente normalizada, siguiendo la evaluación de la fitness for service² de integridad estructural.

Los análisis de integridad estructural muchas veces se desarrollan fundamentados en datos teóricos iniciales sin tener en cuenta la degradación de los materiales debido a sus condiciones de operación; es por esto que, mediante un ensayo de tracción, se van a evaluar las causas y los efectos de los daños en las propiedades mecánicas en un acero ASTM A283 grado C.

2. OBJETIVOS GENERAL

Evaluar el comportamiento mecánico en tracción, de un acero ASTM A283 grado C en estado de entrega con y sin hidrógeno.

2.1. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Puesta a punto de la máquina de tracción.
- Determinar la respuesta mecánica del acero ASTM A283 grado C, cuando se somete a ensayos de tracción, hidrogenado y sin hidrogenar.
- Evaluar la pérdida de la tenacidad a la fractura por efecto del hidrógeno.
- Determinar los aspectos fractográficos de la superficie de fractura del acero ASTM A283 grado C.

3. FRAGILIZACION POR HIDRÓGENO

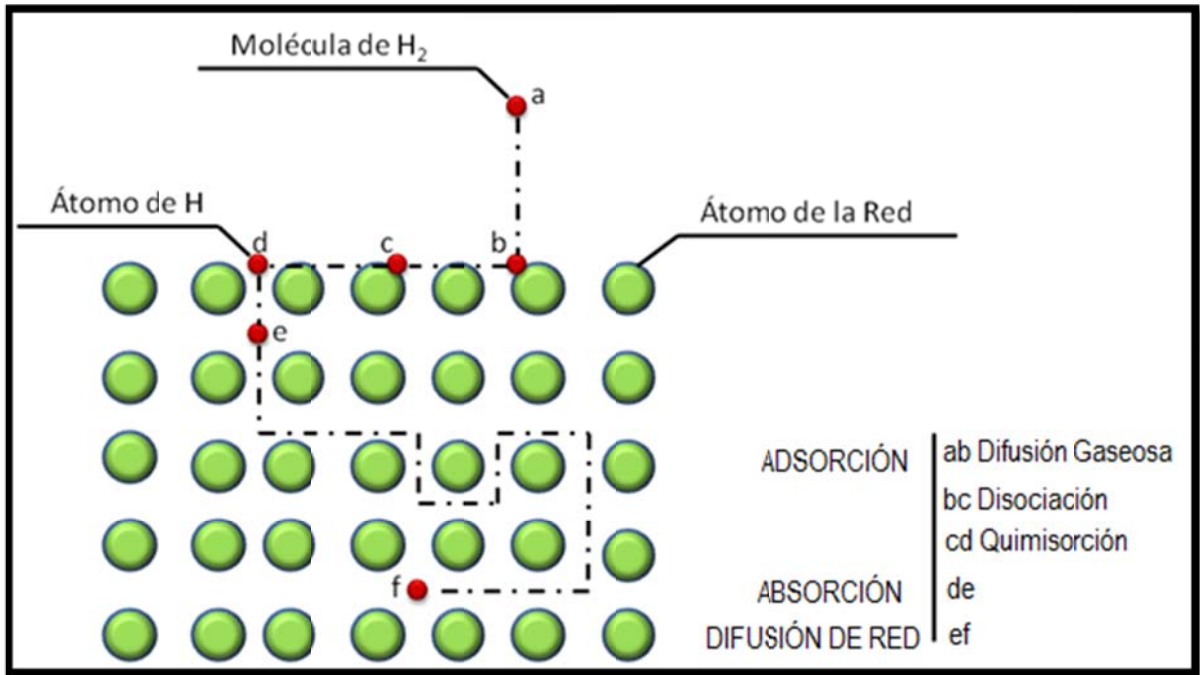
La fragilización por hidrógeno en la industria petroquímica, ha sufrido diversos tipos de problemas de hidrógeno durante muchos años. Existen varios tipos de fragilidad, y varias teorías para explicar los efectos observados.

Durante este tiempo se han producido un gran número de fracturas en estructuras por efectos del hidrógeno. Estas roturas tienen lugar en condiciones inferiores a las permitidas normalmente, son de apariencia frágil y requieren un tiempo de "incubación" muy variable y difícilmente predecible.

Así las estructuras que han de trabajar en presencia de hidrógeno deben diseñarse con materiales seleccionados de acuerdo con el conocimiento que se tenga de su comportamiento frente a la fragilización.

En la figura 1 se representa de forma esquemática un modelo de los procesos elementales que conducen a la fragilización. Como se puede observar, inicialmente hay una difusión gaseosa del hidrógeno molecular (paso a-b) hacia la superficie del material, allí las moléculas se disocian en átomos (paso b-c) y luego son quimisorbidos (paso c-d), completando una serie de etapas denominadas conjuntamente como adsorción. Posteriormente los átomos de hidrógeno son absorbidos (paso d-e) y se difunden en el interior de la red hacia posiciones de menor energía potencial ("trampas"), (paso e-f) donde, en algunos casos se puede iniciar la microfisuración³.

Figura 1. Proceso físico-químico de la fragilización.



Fuente. Tesis, Fragilización por Hidrogeno en tuberías de acero, Federico Solana Gutiérrez Salcedo, UNIVERSIDAD POLITECNICA DE MADRID, 1981.

Estos procesos forman parte de muchos mecanismos de fragilización por hidrógeno que han sido descritos, se pueden destacar algunos³:

- La teoría de la presión interna, basada en una sobresaturación interna y por consiguiente en una sobrepresión.
- El modelo de Beachem, basado en el aumento de movilidad de las dislocaciones.
- La disminución de energía superficial.
- La fragilización de borde de fisura
- De la formación de hidruros y la descohesión.

Todos estos mecanismos, y hablando individualmente de cada uno, no justifican todos los efectos producidos por el hidrógeno, logran contribuir como parte de un mecanismo conjunto de fragilización.

El daño que éste genera se origina en cada tipo de acero y se manifiesta en diferentes aspectos, entre los que se encuentran la variación de las propiedades mecánicas.

Teniendo en cuenta la pérdida de ductilidad que sufren los aceros en presencia de hidrógeno, se toma la medida de pérdida de reducción de área en un ensayo de tracción, como parámetro de medida de la sensibilidad frente al hidrógeno

Esta pérdida está determinada por la expresión:

$$\mathbf{PRA} = \frac{RA-RAH}{RA} \quad (1)$$

Donde RA representa la reducción de área que tiene el acero en ausencia de hidrógeno, y RAH es la reducción en presencia de hidrógeno en las condiciones del ensayo.

Esta investigación propone estudiar el parámetro (PRA) en ensayos de tracción con probetas entalladas, debido a que la sensibilidad es mayor en ellas, y con esto, la influencia del factor de concentración de tensiones en la entalla. Éste se puede considerar también como parámetro de medida de la fragilización del material por hidrógeno, ya que su valor disminuye en presencia del mismo a medida que aumenta el factor de concentración de tensiones en la entalla.

En el caso de los aceros, la interacción del hidrógeno con este material puede producir tres tipos de daños⁴:

- 1) Ataque por hidrógeno (APH).
- 2) Fisuración inducida por hidrógeno (FIH).
- 3) Fragilización asistida por hidrógeno (FPH).

3.1 Ataque por hidrógeno (APH)

En la industria en especial la petroquímica, se encontró que el acero expuesto a altas temperaturas 200°C y altas presiones parciales de hidrógeno (700kPa) sufría importante deterioro de sus propiedades mecánicas. Este tipo de daño conocido como APH es uno de los más importantes problemas en la industria del petróleo y las plantas petroquímicas, también en los tubos de calderas convencionales.

El mecanismo es el siguiente: los aceros en presencia de hidrógeno a presiones elevadas (700kPa) y temperaturas elevadas >200°C sufren una descarburación importante con la formación, in situ, de metano que no puede difundir debido al tamaño de sus moléculas, provocando fisuración intergranular, estas son muy finas y numerosas; este daño es considerado como irreversible.

3.2 Fisuración inducida por hidrógeno (FIH)

La FIH se produce, a temperatura ambiente, en ausencia de tensiones, cuando parte del H atómico generado en la superficie del acero, como consecuencia de una reacción de corrosión, penetra y se recombina en forma molecular en la interfase entre la matriz metálica y partículas no metálicas (inclusión), alcanzando presiones suficientemente altas como para despegar las interfase y producir ampollas o fisuras.

3.3 Fragilización asistida por hidrógeno (FPH)

La FPH es el daño por hidrógeno más peligroso y el menos conocido en lo referente a su mecanismo. Este tipo de daño se traduce por una alteración de la mayoría de las propiedades mecánicas del material, especialmente pérdida de la ductilidad, pudiendo llegar a producir rotura catastrófica.

Para que se produzca la FPH se necesita: una cantidad mínima de H en el material (concentración crítica), una tensión mínima en el rango elástico (tensión crítica) aplicada y una microestructura interna susceptible al hidrógeno.

Es de carácter reversible, es decir que, si es detectado a tiempo, puede eliminarse mediante tratamientos adecuados. Pero es muy peligrosa, debido a que no es detectable fácilmente por ensayo no destructivo.

Una alta densidad de hidruros produce una baja ductilidad y tenacidad del material a temperatura ambiente que puede conducir a la rotura catastrófica del componente.

3.4 Difusión y permeación

La movilidad de una especie atómica en un medio isotrópico se describe mediante un parámetro llamado el coeficiente de difusión. Esto se define por las cantidades mensurables de flujo resultante de las especies difundentes y el gradiente de concentración. En la matemática de la difusión para el estado estacionario a lo largo de una sola dimensión, x , es la relación entre el gradiente de concentración, y el flujo resultante de difundentes especie (o de hidrógeno de flujo), J , se define por la primera ley de Fick⁵:

$$\mathbf{J} = - \mathbf{D} \frac{\partial c}{\partial x} \quad (2)$$

Donde J se expresa en unidades de átomos (o átomos-gramo) por unidad de área y unidad de tiempo y representa la tasa de especies difundentes que pasa por una unidad de área perpendicular a la dirección del flujo; c es la concentración de especies en los átomos difundentes (o átomo-gramo) por unidad de volumen y D es el coeficiente de difusión o difusividad y es el cuadrado de la unidad de longitud por unidad de tiempo. El signo negativo indica que la dirección de difusión es contraria al gradiente de concentración, el coeficiente de difusión D varía exponencialmente con la temperatura, como puede verse en la siguiente ecuación⁵:

$$\mathbf{D} = \mathbf{D}_0 \exp \left(\frac{-E_a}{RT} \right) \quad (3)$$

Donde: E_a es la energía de activación para el proceso de difusión, D_0 es la constante de difusión y R es la constante de gas. La fuerza motriz para las reacciones de difusión, cuando esto sucede de acuerdo a la ecuación 16 (primera Ley Fick), es el gradiente de potencial. En la mayoría de las situaciones prácticas la difusión se produce en estado no estacionario (o estado transitorio), donde el flujo de difusión y la gradiente de concentración en un punto específico dentro de un sólido varían con el tiempo. El perfil de concentración en función del tiempo y posición para el régimen transitorio se puede predecir por la segunda ley de Fick, mientras que D depende de la concentración⁵:

$$\frac{\partial C(x,t)}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C(x,t)}{\partial x^2} \quad (4)$$

La capacidad de un material metálico sólido que contengan hidrógeno en solución sólida y la movilidad de este elemento dentro de la estructura metálica se puede evaluar mediante la determinación de la cinética de penetración. El objetivo de la prueba de permeación de hidrógeno es la obtención de las propiedades físicas de la permeabilidad, la solubilidad y la difusividad del hidrógeno en el metal de la muestra.

El límite de solubilidad (S) es la cantidad (en moles) necesaria para saturar la solución con un volumen estándar de un disolvente (1 m³) en condiciones de cierta temperatura. Unidad⁵:

$$\frac{\text{mol de soluto}}{\text{m}^3 \text{ de solvente}}$$

La difusividad (D) es una constante de proporcionalidad que vincula el flujo de hidrógeno [mol.m⁻¹] que atraviesa un cierto espesor y la concentración diferencial de hidrógeno en la dirección de espesor [mol.m⁻⁴] en la superficie de la salida de hidrógeno. Unidad [m² s⁻¹]

La permeabilidad (P) es el producto de solubilidad y difusividad de esta magnitud expresa la facilidad (o dificultad) con la que el hidrógeno pasa a través de una capa normal de un material bajo ciertas condiciones de temperatura y presión. Unidad: [mol.m⁻¹ s⁻¹].

Para las muestras en forma de hojas, el parámetro de la permeabilidad en función del tiempo (t) que absorbe el hidrógeno y la posición (x) a lo largo del espesor (L) viene dada por:

$$P(x, t) = D C(x, t) \quad (5)$$

Donde D es el coeficiente de difusión de hidrógeno en el material y C (x, t) es la concentración de hidrógeno. Cuando el parámetro de la permeabilidad es constante e independiente del tiempo (cuando el estado estacionario se alcanza), la concentración comienza a representar el límite de solubilidad (S); los parámetros de permeabilidad se determinan:

$$P = D S \quad (6)$$

4. ENSAYO DE TRACCIÓN

El ensayo de tracción fue realizado en el Laboratorio de Ingeniería de Materiales del Instituto Colombiano de Petróleo (ICP), donde se realizó en una máquina dinámica de ensayos universales como se muestra en la figura 2. Esta máquina se utiliza para ensayos de tracción compresión conforme con la norma ISO 7500 -1, EN10002 – 2, DIN51221, ISO6892, tiene una máxima capacidad de 20K. se utilizó para alcanzar los objetivos de esta investigación.

Figura 2. Máquina de ensayos universales WDW20E (ICP)



Fuente: timegroup.en.alibaba.com/.../WDW_20E_Electronic_universal_testing_machine

La mayoría de los materiales cuando están en servicio están sometidos a fuerzas o cargas. Es necesario conocer las características del material en diferentes condiciones y poder analizar la forma que este se va usar, de tal forma que los esfuerzos a los que se va exponer no excedan la resistencia del material y no se fracture. El comportamiento mecánico de un material está condicionado por su respuesta o deformación ante una fuerza aplicada.

El ensayo de Tracción, permite determinar propiedades mecánicas de los materiales como ductilidad y tenacidad. Consiste en someter una probeta a esfuerzos progresivos y crecientes de tracción en la dirección de su eje (axial) hasta que llegue a la deformación y/o a la rotura correspondiente. Las propiedades mecánicas más importantes en ingeniería que podemos obtener con el ensayo de tracción son las siguientes:

1. Esfuerzo de fluencia
2. Límite elástico a 0.2 %
3. Resistencia máxima a la tensión
4. Porcentaje de elongación a la fractura
5. Porcentaje de reducción de área de fractura

Las muestras normalmente tienen sección transversal circular, sin embargo, también se usan especímenes rectangulares. La probeta de tracción con entalla figura 3, garantiza que haya una mayor concentración de hidrógeno en el material. La muestra se sostiene por sus extremos en la maquina por medio de mordazas que a su vez se somete la muestra a una velocidad constante. La máquina de ensayo WDW20E, mide la carga aplicada y la elongación resultante. En este proyecto de investigación se utilizó 18 probetas (tabla1) cilíndricas entalladas, donde se varia los tiempo de hidrogenación de las muestras.

Tabla 1. Velocidades de ensayo de trabajo y tiempo de hidrogenación

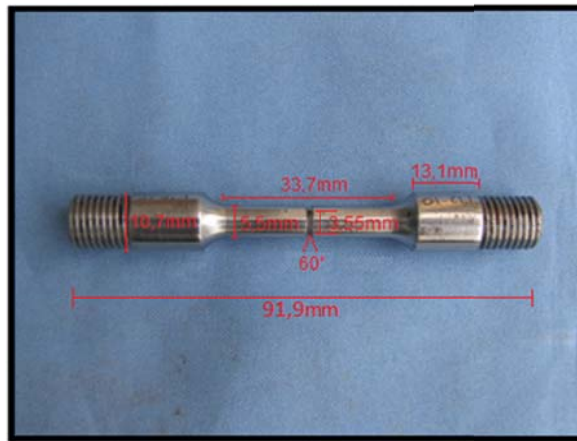
Numero de probetas		Tiempo de hidrogenación	Velocidad de trabajo
Blanco	hidrogenadas		
3	3	24 horas	0.1232 mm/min
3	3	36 horas	0.1232 mm/min
3	3	85 horas	0.1232 mm/min

Fuente: El autor

4.1 Dimensiones de las probetas

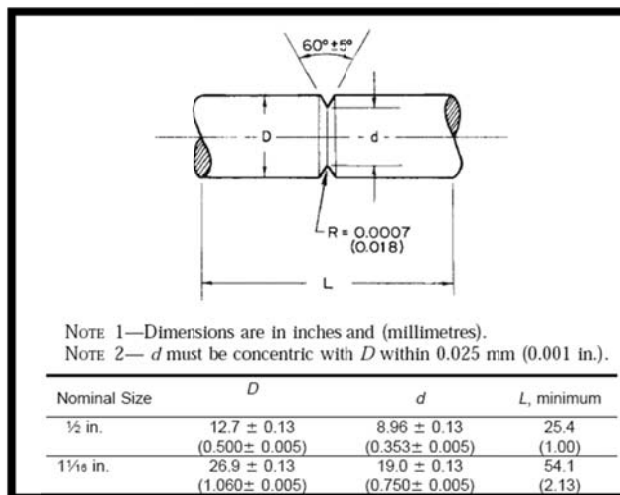
Para este proyecto de investigación y la puesta punto del ensayo se mecanizaron 29 probetas cilíndricas con entalla figura 3, con las siguientes especificaciones según la norma ASTM E602 – 03⁶ como se observa en la figura 4, las cuales se utilizaron 9 para el desarrollo electroquímico de hidrogenación.

Figura 3. Muestra de probeta tracción con entalla



Fuente: El autor

IIa.



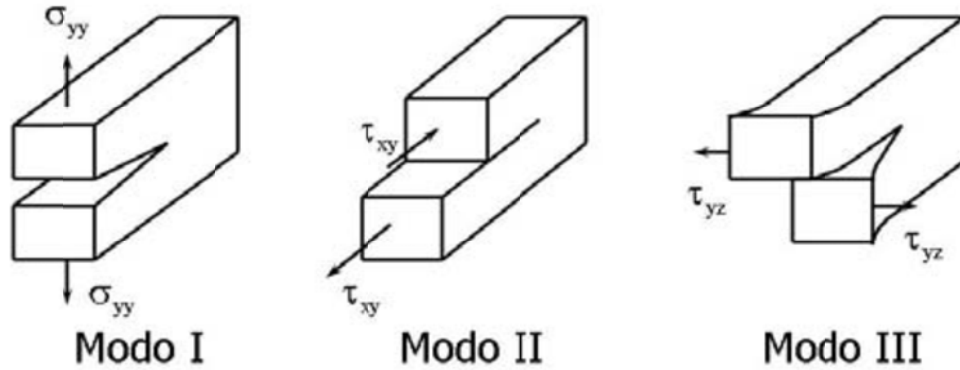
4.2 Mecánica de la fractura

Los conocimientos clásicos de mecánica de fractura se fundamentan en la definición de un único parámetro de fractura que describe el estado tensional en el fondo de la grieta. El comienzo de la existencia de diferentes parámetros depende del comportamiento del material.

Fundamentalmente, existen dos alternativas para el análisis de fractura: el uso del factor de intensidad de tensiones y el criterio energético. Estas dos aproximaciones están interrelacionadas y son similares para ciertos casos. El criterio energético está razonado en la teoría de Griffith, quien define que la fractura ocurre cuando la energía liberada por el crecimiento de la grieta sea capaz de suministrar la energía requerida para crear nuevas superficie de fractura⁷.

El criterio de intensidad de tensiones está fundamentado en los ensayos experimentales de Irwin, en el cual se utilizó la solución del campo tensional en el fondo de una grieta aguda para explicar que la tensión y el desplazamiento cerca de la punta de la grieta puede ser descrito por un parámetro único relacionado con la tasa de liberación de energía. Según esta investigación⁷, Irwin denominó a la constante de proporcionalidad como factor de intensidad de tensiones K . y este depende del modo de aplicación de la carga. Se hallan tres modos básicos de carga a los que se puede someter una grieta como puede verse en la figura 5. El modo I o modo de abertura, modo II o modo de deslizamiento y el modo III o modo de desgarre.

a grieta



Fuente: Evaluación computacional del efecto de la pérdida de constricción en la tenacidad de fractura de la vasija de reactores nucleares, Marta Serrano García, UNIVERSIDAD POLITECNICA DE MADRID. 2007, Pag 28-31

La expresión de tensiones en la punta de la grieta puede simplificarse de la forma:

$$\sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[1 + \operatorname{sen} \frac{\theta}{2} \operatorname{sen} \frac{3\theta}{2} \right]$$

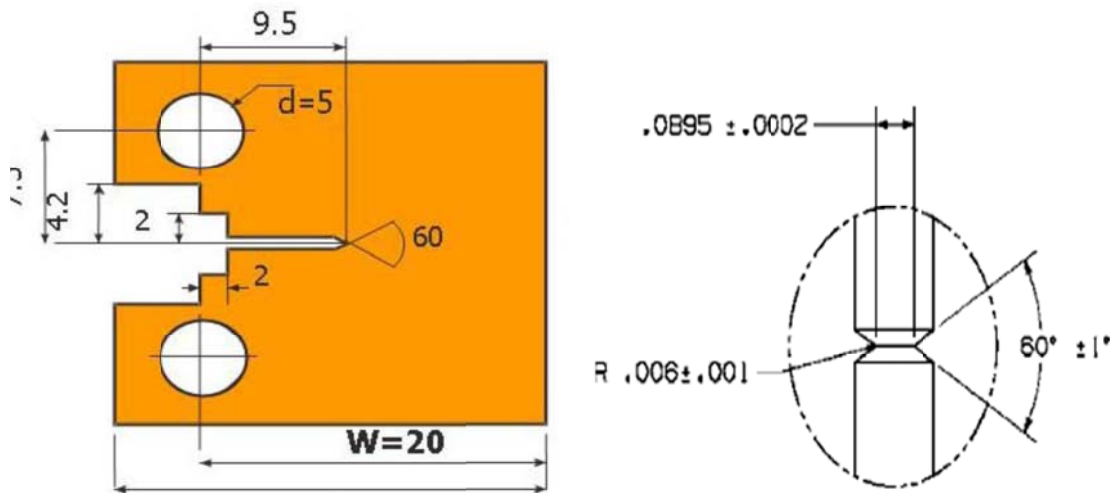
$$\sigma_{xx} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[1 - \operatorname{sen} \frac{\theta}{2} \operatorname{sen} \frac{3\theta}{2} \right]$$

The diagram shows a crack tip at the origin of a Cartesian coordinate system (X, Y) and a polar coordinate system (r, theta). A differential element is shown at a distance r from the tip at an angle theta. The stress components acting on this element are labeled as σ_{xx} , σ_{yy} , σ_{xy} , σ_{θ} , and σ_r .

Quedando K_I como el factor de intensidad de tensiones modo I. El valor de K_I está dependiendo únicamente de las condiciones de la grieta, es decir la tensión aplicada, y de la geometría de la probeta, las cuales son las bases fundamentales para determinar la propiedad de tenacidad a la fractura con probeta cilíndrica con entalla en este trabajo de investigación, teniendo en cuenta la dependencia del campo tensional con $1/\sqrt{r}$ introduce una particularidad, que la grieta debe siempre mantenerse con un ángulo de curvatura igual a 0 en la punta.

El razonamiento de fractura se establece cuando el factor de intensidad de tensiones en modo I, en condiciones de deformación plana, alcanza un valor crítico de K_{IC} denominado tenacidad de fractura que es una propiedad del material⁷.

Figura 6. Correlación de la geometría de la probeta en probeta compacta para el ensayo (CTOD) y probeta cilíndrica de tracción.



Fuente: Evaluación computacional del efecto de la pérdida de constricción en la tenacidad de fractura de la vasija de reactores nucleares, Marta Serrano García, UNIVERSIDAD POLITECNICA DE MADRID. 2007, Pag 74

Es importante resaltar que la geometría de la probeta en la figura 6 es la base fundamental para determinar las propiedades de tenacidad a la fractura por medio de este ensayo. En esta investigación se tiene este parámetro específico y se basa en la geometría de la entalla con un ángulo de 60° que facilita el camino a encontrar dicha propiedad.

Según Bueckner e Irwin⁸ el K_{IC} se determina teniendo en cuenta la profundidad de la entalla, para este tipo de probeta se analizó la profundidad de acuerdo la siguiente forma:

$$1 - \frac{d^2}{D^2} = p \quad (7)$$

Donde:

D = diámetro externo

d = diámetro interno

p = profundidad de entalla

Teniendo en cuenta la geometría de la probeta se halla un factor (Y) asumiendo la relación de diámetro mayor y diámetro menor que me determina la profundidad de la entalla y se usa la expresión:

$$Y = 1.72 \frac{D}{d} - 1.27 \quad (8)$$

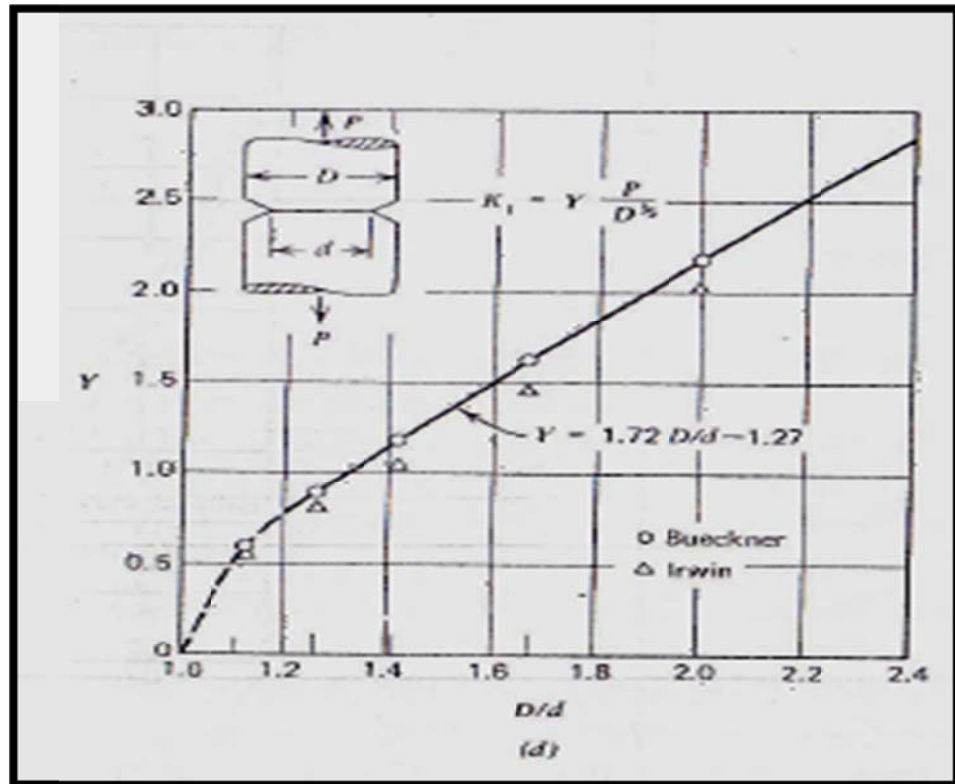
Luego de hallar esa expresión (Y) teniendo en cuenta que los valores de 1.72 y 1.27 son constantes según Bueckner y Irwin se puede utilizar la siguiente fórmula para determinar K_I ; este es equivalente a la tenacidad a la fractura.

$$K_I = Y \frac{P}{D^{3/2}} \quad (9)$$

Bueckner y Irwin⁹ después de muchos ensayos experimentales demostraron una nueva expresión donde se involucra el factor (Y) y obtenemos un nuevo dato de tenacidad a la fractura.

$$K_I = \frac{P}{D^{3/2}} \left\{ 1.72 \left(\frac{D}{d} \right) - 1.27 \right\} = K_{Ic} \quad (10)$$

Para determinar el factor (Y) en la figura 7, en la geometría de la probeta se debe tener en cuenta que el diámetro menor de la probeta debe ser la mitad del espesor de la probeta entallada.



Fuente: Deformation and fracture mechanics of engineering material, Richard W. Hertzberg, pag 267

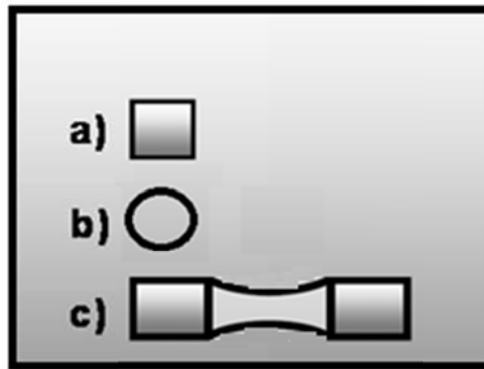
5. ENFOQUE EXPERIMENTAL

Existen numerosos métodos de ensayo empleados para evaluar la susceptibilidad de los materiales en ambientes producidos por hidrógeno, durante el procesamiento o en servicio, estas pruebas incluyen diferentes variables como pruebas dinámicas y estáticas, por ejemplo, ensayos de baja velocidad de deformación, ensayos de flexión, y pruebas de impacto. Ninguno de los métodos de ensayo parecen ser del todo satisfactorios, el tiempo de prueba puede ser largo, costoso y de datos pocos confiables. En vista de todos estos imprevistos, para este ensayo de tracción, se han seleccionado probetas cilíndricas con entalla para garantizar datos confiables de la fragilización. Asimismo, se procederá a hidrogenar el material variando sus concentraciones esperando una afectación del material.

5.1 Selección del material

Para este procedimiento se tuvo en cuenta las necesidades de Ecopetrol, ya que en su refinería posee un alto número de recipientes a presión construidos con ese material, y así poder analizar la incidencia que tiene el hidrógeno en este material. La muestra a utilizar es ASTM A283 grado C. La figura 8 muestra un esquema del material que fue seleccionado de una lámina de un recipiente en la refinería de Ecopetrol.

Figura 8. Lamina acero ASTM A283 Grado C, muestras para los ensayos electroquímicos y ensayos mecánicos, (a) muestra para ensayo potenciodinámico, (b) muestra para ensayo permeación, (c) muestra para ensayo de tracción.



Fuente: El autor

5.3 Composición química

Este estudio se realizó en el Laboratorio de Ingeniería de Materiales, del Instituto de Colombiano del Petróleo (ICP), en el área de Caracterización de Materiales. En este análisis está basado en la técnica de emisión atómica, la cual, depende de los átomos de los elementos que pueden ser energizados (excitados) para emitir energía radiante cuando son expuestos a una fuente de excitación. La tabla 2 muestra la composición química del material, la cual se determinó por medio de la técnica de Espectrometría de Emisión Óptica – EEO, de acuerdo con los procedimientos técnicos de ensayo ICP-PTE-123050 “Preparación de Probetas para Composición Química”, ICP-PTE 123054 “Análisis de Composición Química de Aleaciones Metálicas”, y las especificaciones de la norma ASTM E 415–08¹⁰ “Standard. El equipo utilizado para este análisis es el Espectrómetro de emisión Óptica, marca Shimadzu, modelo PDA 7000.

Tabla 2. Composición química del material ASTM A283 Grado C, norma ASTM E 415 – 08.

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
Material A283	0.18557	0.23729	0.45802	0.01274	0.00838	0.02246	0.03491
Norma	0.24	0.40	0.90	0.035	0.04	-----	-----

Fuente: El autor

5.4 Metalografía

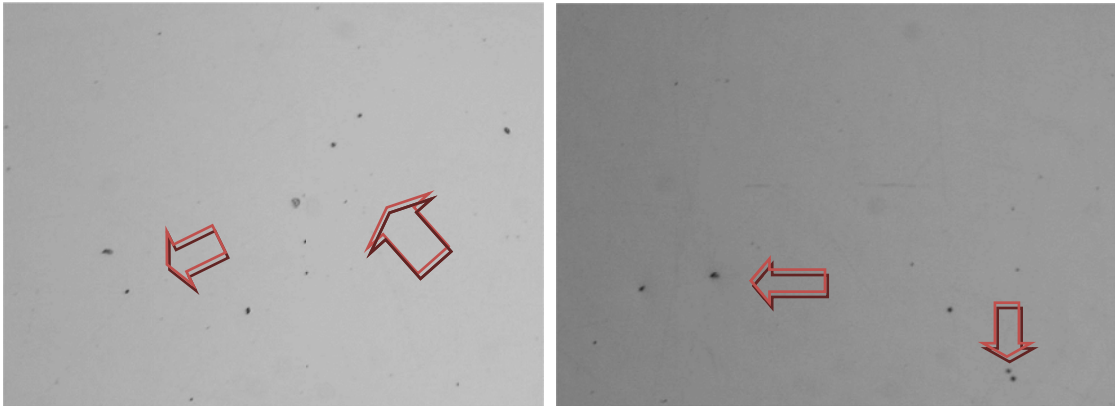
Las muestras de acero A283 grado C, fueron caracterizadas metalográficamente en el Laboratorio de Ingeniería de Materiales del Instituto Colombiano de Petróleos (ICP). Este análisis metalográfico consiste en observar al microscopio óptico probetas pulidas y generalmente atacadas con un reactivo apropiado de acuerdo con el procedimiento técnico de ensayo ICP-PTE-123036 “Preparación de Probetas para Análisis Metalográfico” y las especificaciones de la norma ASTM E 3–01R07¹¹ “Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens”, observadas sin ataque y con ataque químico.

El examen metalográfico permite determinar el tamaño de grano, el tamaño forma y distribución de varias fases o micro-constituyentes y precipitados de segunda fase e inclusiones las cuales tienen un gran efecto sobre las propiedades mecánicas del metal. El procedimiento no sólo sirve para el estudio de la estructura, sino que resulta muy útil para determinar otras características, como las particularidades de una grieta o el espesor y calidad de la interfase de un recubrimiento.

- **Sin Ataque:**

Sobre la sección longitudinal de la probeta se observó: el tipo, tamaño y forma de las inclusiones no metálicas, de acuerdo con el procedimiento técnico de ensayo ICP-PTE-123046 “Análisis Metalográfico” y las especificaciones de la norma ASTM E 45–01¹² “Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel”. Podemos destacar figura 9, el nivel de inclusiones de óxidos globulares serie fina nivel de severidad 1 y 2. Método comparativo según la norma ASTM E45-01¹².

Figura 9. Nivel de inclusiones acero A 283 Grado C sin ataque (100X), norma ASTM E 45-01.

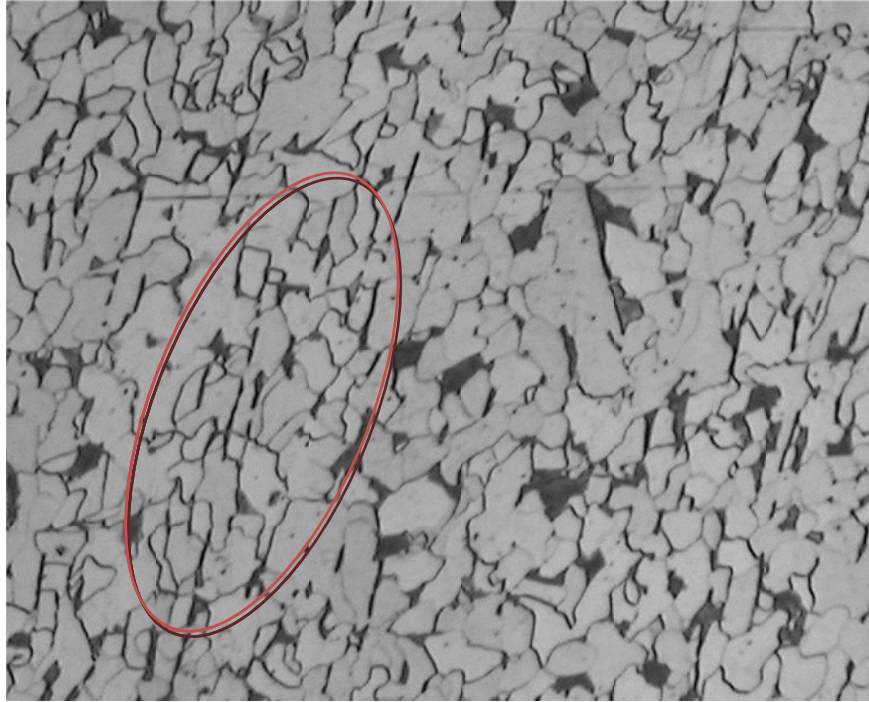


Fuente: El autor

- **Con Ataque Químico:**

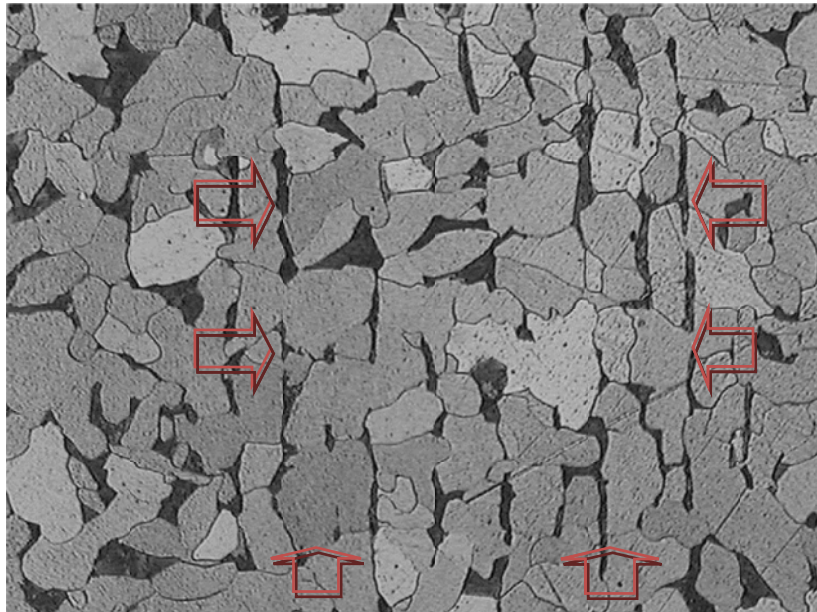
En las siguientes figuras que se muestra a continuación, las probetas se atacaron químicamente con una solución de Nital al 2% durante 10 segundos, de acuerdo con el procedimiento técnico de ensayo ICP-PTE-123046 “Análisis Metalográfico” y las especificaciones de la norma ASTM E 407-07¹³ “Standard Practice for Microetching Metals and Alloys”. En la figura 10 y 11, se puede observar una microestructura ferrita perlita típica en los aceros al carbono, también se observa la orientación de la perlita, esto se debe al sentido de laminación del material, además en la figura 12 podemos observar la formación de perlita laminar.

Figura 10. Microestructura acero A283 Grado C (100X), dirección de formación de perlita, norma ASTM E 407 – 07.



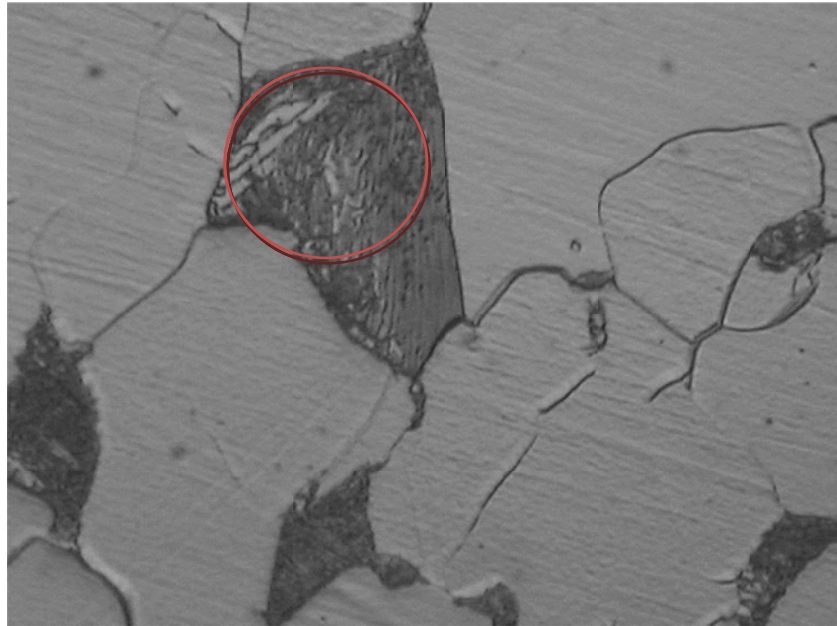
Fuente: El autor

Figura 11. Microestructura acero A283 Grado C (200X), dirección de formación de perlita del sentido de laminación, norma ASTM E407 -07.



Fuente: El autor

Figura 12. Microestructura acero A283 Grado C (1000X), formación de perlita laminar y ferrita, norma ASTM E407 -07.



Fuente: El autor

5.5 Ensayo de dureza en escala Brinell – HBN

Este ensayo consiste, en la aplicación de una carga constante usualmente de 187.5 Kg, con un indentador tipo bola, fabricado con acero endurecido y de 2.5 mm de diámetro, sobre una pieza por evaluar. La carga es sostenida por un tiempo específico (10 a 15 segundos para aceros y 30 segundos para materiales blandos), requerido para asegurarse de que el flujo plástico del material se ha detenido. Finalmente, el área dejada por la indentación es medida para calcular la dureza del material. Este ensayo es realizado bajo condiciones estándar (187.5 Kg / 2.5 mm, incertidumbre de la medición: ± 2.07), de acuerdo con el procedimiento técnico de ensayo ICP-PTE-123060 “Ensayo de Dureza Brinell” y las especificaciones de la norma ASTM E 10–10¹⁴ “Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials”. Este ensayo fue realizado en el Laboratorio de Ingeniería de Materiales del Instituto Colombiano de Petróleo (ICP). Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 3.

Tabla 3. Dureza del material ASTM A 283 Grado C, en estado de entrega, norma ASTM E10 -10

Dureza Brinell (HBN)						
Valores					Promedio	Desviación
1	2	3	4	5		
147	148	147	148	152	148.40	2.07

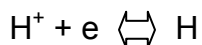
Fuente: El autor

5.6 Ensayos electroquímicos

Los ensayos electroquímicos fueron realizados en la sede de investigación de la Universidad Industrial de Santander, en el Grupo de Investigación de Corrosión (GIC) con sede en Guatiguara Piedecuesta – Santander, donde se hizo uso de equipos y procedimientos para este trabajo.

La determinación de la solubilidad, difusividad y permeabilidad del hidrógeno en los metales, pueden ser hecha por diversas técnicas, dentro de las cuales están los ensayos electroquímicos, los cuales han sido aplicados para este desarrollo. En este trabajo de investigación se excluye la temperatura para la simplicidad y flexibilidad de las condiciones experimentales.

El principio de este proyecto se basa en el monitoreo de la concentración de hidrógeno en la superficie del acero, cuando es inmersa en una solución con contenido de hidrógeno, donde esquemáticamente se puede describir como:



Donde:

H^+ = Hidrógeno presente en la solución

H = Hidrógeno en la superficie del acero.

La modificación de la concentración de hidrógeno en la superficie de la muestra, es decir la migración de los iones de hidrógeno de la solución para la superficie del metal, en una muestra con un contra – electrodo, tomando como referencia un electrodo “CALOMELANO”.

El flujo de hidrógeno que migra internamente en el metal puede ser calculado por la ecuación de la ley de Faraday:

$$J = \frac{i}{nqF} \quad (11)$$

Donde:

J = Flujo de hidrógeno

i = Corriente

q = Área

F = Constante de Faraday

n = número de electrones en la reacción.

La cantidad total de hidrógeno absorbido por el metal durante la prueba puede ser calculado integrándose la corriente registrada continuamente o la misma en relación con el tiempo.

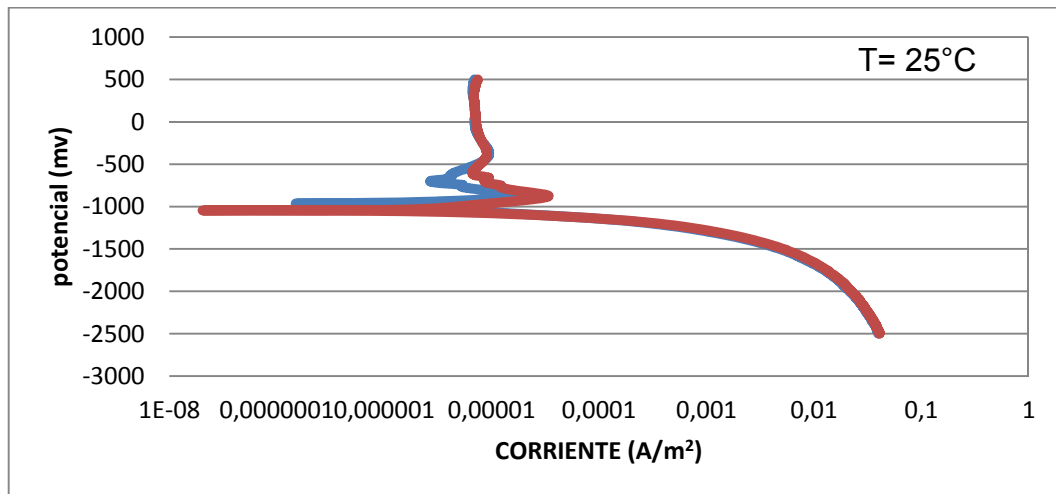
5.6.1 Polarización potenciodinámico

En esta etapa del proyecto, buscamos determinar las condiciones de hidrógeno que serán utilizadas en el ensayo de permeación. Este procedimiento se realizó bajo la norma ASTM G5 – 94 – R4¹⁵ y fue realizado en la sede de investigación de la Universidad Industrial de Santander, Grupo de Investigación de Corrosión (GIC).

5.6.2 Curva potenciodinámica

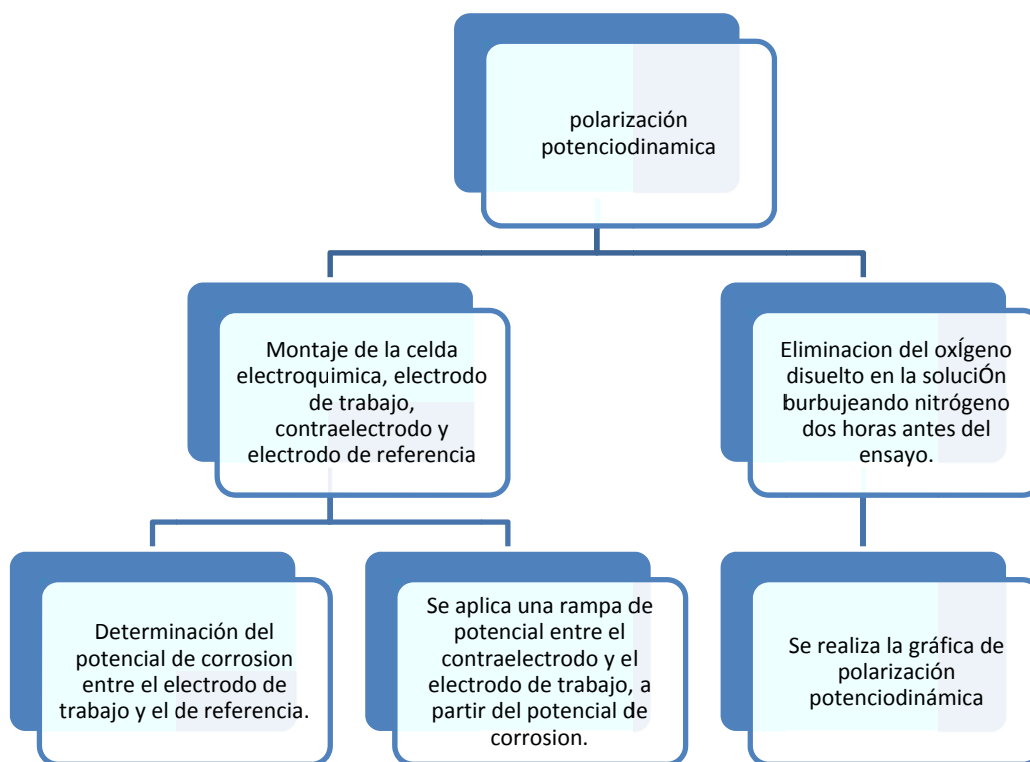
La curva de la grafica 1 sirve para establecer el potencial de generación de hidrógeno y consiste en la aplicación de una rampa lineal de diferencia de potencial entre el electrodo de trabajo y el contraelectrodo (grafito), comenzando a partir del potencial de circuito abierto medido entre el electrodo de referencia (calomel saturado) y el electrodo de trabajo. El potencial de trabajo que se utilizó fue de -1366.55 (0.02) mV vs SCE, estableciéndose como es potencial de trabajo para los ensayos de permeación electroquímica. Este ensayo fue realizado a temperatura ambiente, además se puede observar en la figura 13 el procedimiento de laboratorio utilizado en esta etapa.

Grafica 1. Curva Potenciodinámica



Fuente: El autor

Figura 13. Procedimiento de Laboratorio

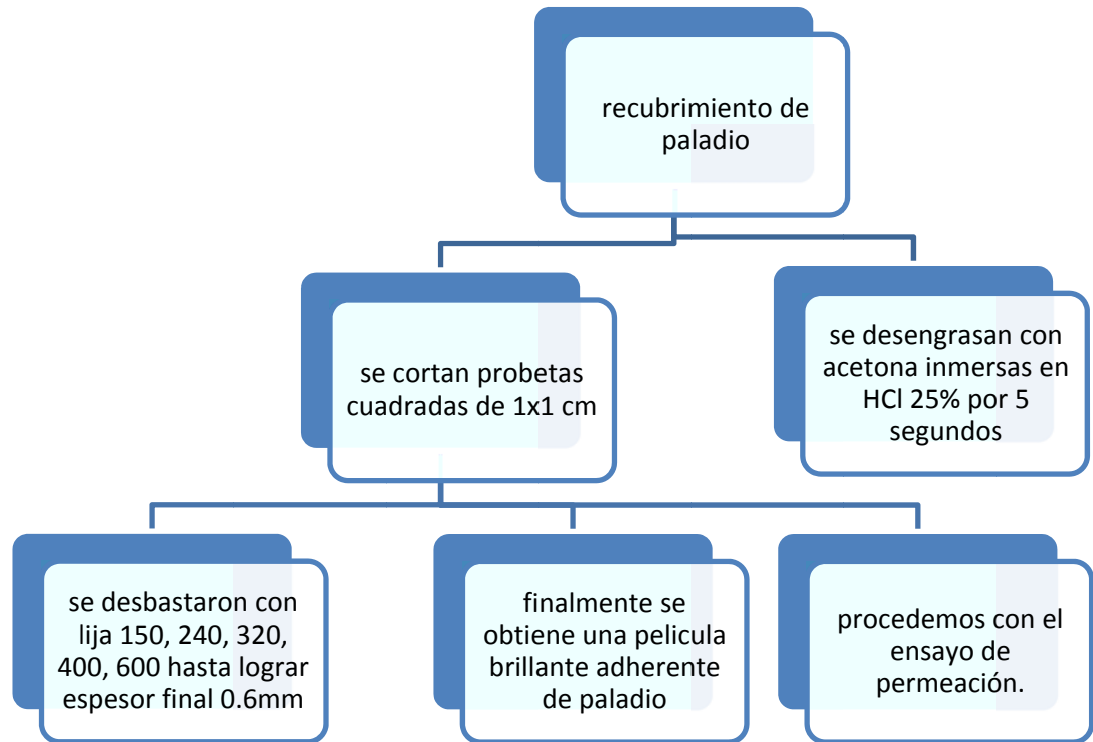


Fuente: El autor

5.6.3 Recubrimiento de paladio

En este procedimiento figura 14, se usa un recubrimiento de paladio de un espesor aproximado de $0.5\mu\text{m}$, luego de lijarlas y desengrasarlas en ácido por 10 segundos; su función es crear una sola capa donde haya difusión sin reacciones secundarias. Después de este procedimiento se realiza el ensayo de permeación, este procedimiento se realizó bajo la norma ASTM B679 – 98 R09¹⁶ fue realizado en el Laboratorio de Corrosión de la Universidad Industrial de Santander.

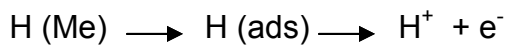
Figura 14. Procedimiento de laboratorio de paladización



Fuente: El autor

5.6.4 Ensayos de permeación

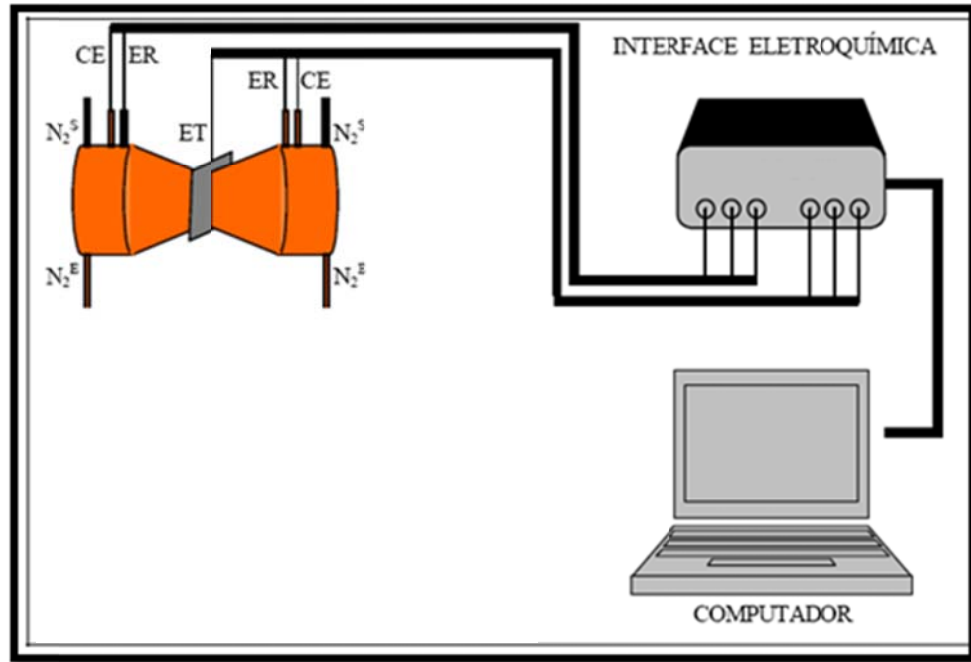
En este aparte de la investigación, se busca medir la absorción de hidrógeno en el material y estudiar la difusión del mismo, este flujo de electrones liberado de hidrógeno se mide a través de una corriente anódica que varía con el tiempo hasta alcanzar un estado invariable⁵.



Este procedimiento experimental fue realizado en una bicelda o celda de dos compartimientos como se observa en la figura 15, según la norma ASTM G 148 – 97 R03¹⁷ Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, Transport in Metals by an Electrochemical Technique, Donde en un lado se genera hidrógeno y en el otro se detecta, colocando la muestra entre los dos

compartimiento, que se llenan con NaOH 0.1M. Anteriormente se debe desairear la solución durante 2 horas con N_2 .

Figura 15. Diseño esquemático del sistema de permeación



Fuente: COMPORTAMENTO MECÂNICO DO AÇO API 5L X-60 COM E SEM HIDROGÊNIO, Cristia dos Santos Vianna, UNIVERSIDAD FEDERAL DO RIO DE JANEIRO, 2000

5.6.5 Procedimiento de permeación

Este ensayo fue realizado en la sede de Investigación de la Universidad Industrial de Santander, Grupo de Investigación de Corrosión (GIC), bajo la norma ASTM G148 – 97 R03¹⁷. Para este ensayo se utilizó una celda de permeación electroquímica. La muestra fue dispuesta entre dos compartimentos los cuales estaban llenos con una solución de NaOH 0.1M. Durante todo el ensayo mantuvimos continuamente nitrógeno burbujeando para evitar la oxidación rápida de la muestra.

Los métodos de permeación electroquímica duplo-Potenciostática, figura 15, donde cada compartimiento está constituido por contraelectrodo de grafito (CE) un

electrodo de calomel saturado (ER) un luggin (L) y un sistema de entrada de nitrógeno.

El método de permeación duplo-Potenciostática consta de las siguientes etapas:

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

Luego del ensayo de permeación determinamos el coeficiente de difusividad, solubilidad y permeabilidad como se ve en la tabla 4. El acero ASTM A 283 grado C, teniendo en cuenta que con estos parámetros se determinan las condiciones de hidrogenación.

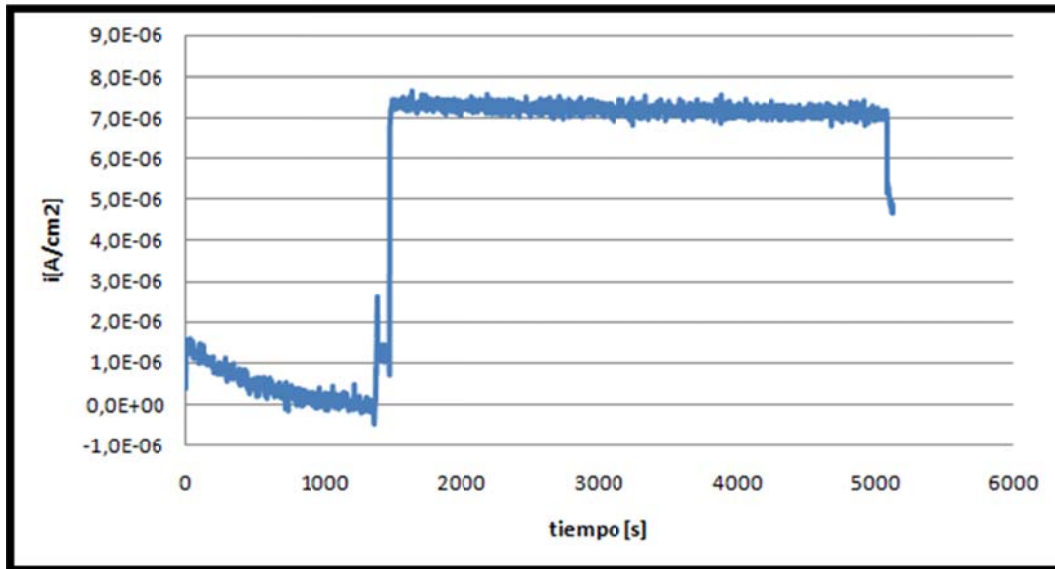
Tabla 4. Parámetros de permeación de hidrógeno, acero ASTM A 283 Grado C.

Difusividad D_{ap} (m^2/s)	Solubilidad S_{ap} ($mol\ H/m^3$)	Permeabilidad P ($mol\ H/m.s$)
6.842×10^{-11}	3.485	2.348×10^{-10}

Fuente: El autor

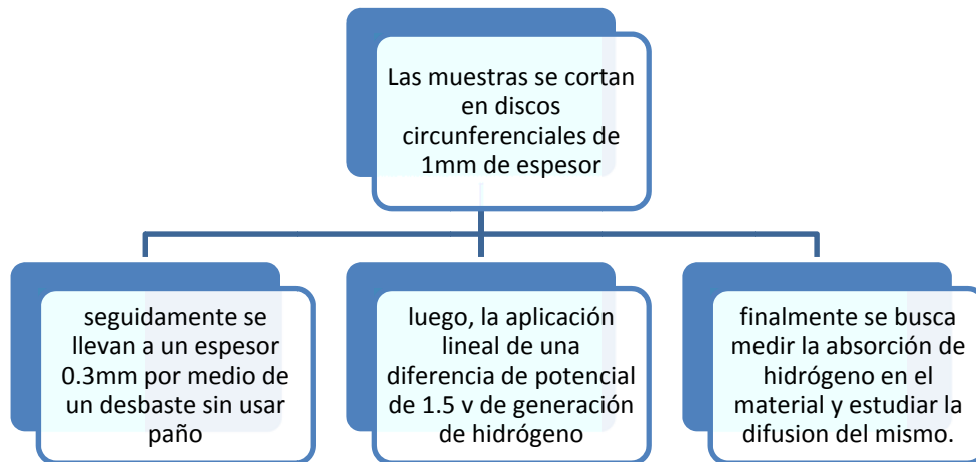
La curva de permeación de la grafica 2 se puede determinar cuanta cantidad de hidrogeno atómico atraviesa la muestra ensayada, además, se puede medir la velocidad con que difunde el hidrógeno y obtener un concentración de que tan soluble es el material. El procedimiento de laboratorio para este ensayo se muestra en la figura 16.

Grafica 2. Curva de permeación



Fuente: El autor

Figura 16. Procedimiento de Laboratorio



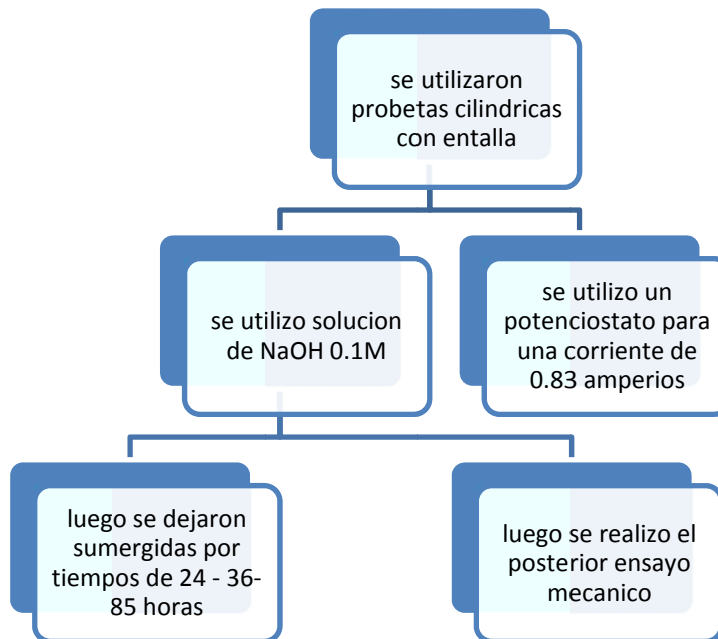
Fuente: El autor

5.7 Hidrogenación de probetas, mediante cargamento catódico

El procedimiento de la figura 17 es el más importante dentro de la investigación, se utilizó una solución de NaOH 0.1M para difundir el hidrógeno en el material. El hidrógeno se generó catódicamente en una celda electrolítica y se utilizó un potencial constante de corriente de 0.83 amperios contra un electrodo de acero inoxidable (AISI SAE 430) y como cátodo las muestras a ensayar, luego se define

el tiempo en que las muestras serán hidrogenadas mediante un perfil de hidrogenación. Para esta investigación se trabajó con 24, 36 y 85 horas de exposición de la probeta de acero al carbono A283 grado C. El procedimiento fue realizado en el laboratorio de corrosión de la Universidad Industrial de Santander en la Escuela de Ingeniería Metalúrgica.

Figura 17. Procedimiento de laboratorio de hidrogenación



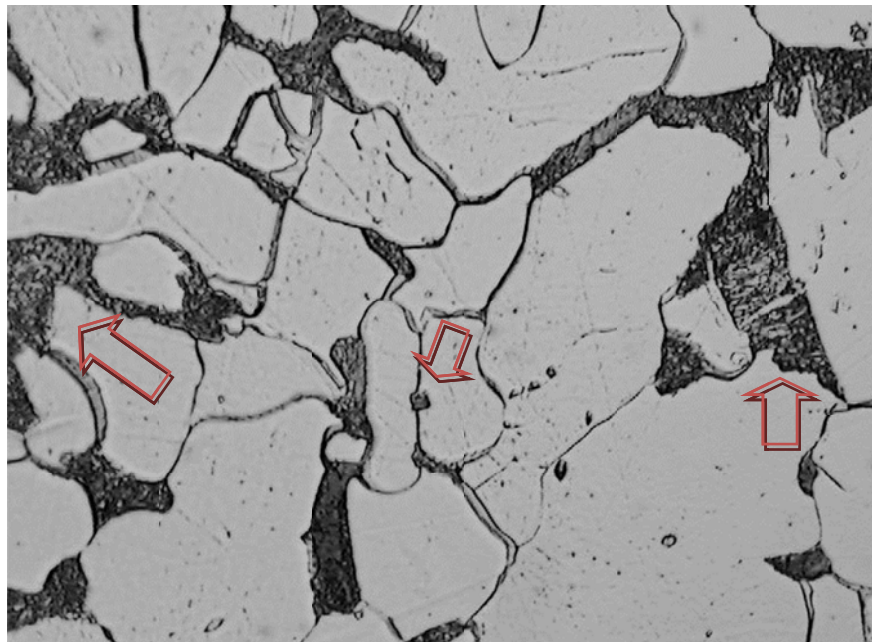
Fuente: El autor

6 RESULTADOS

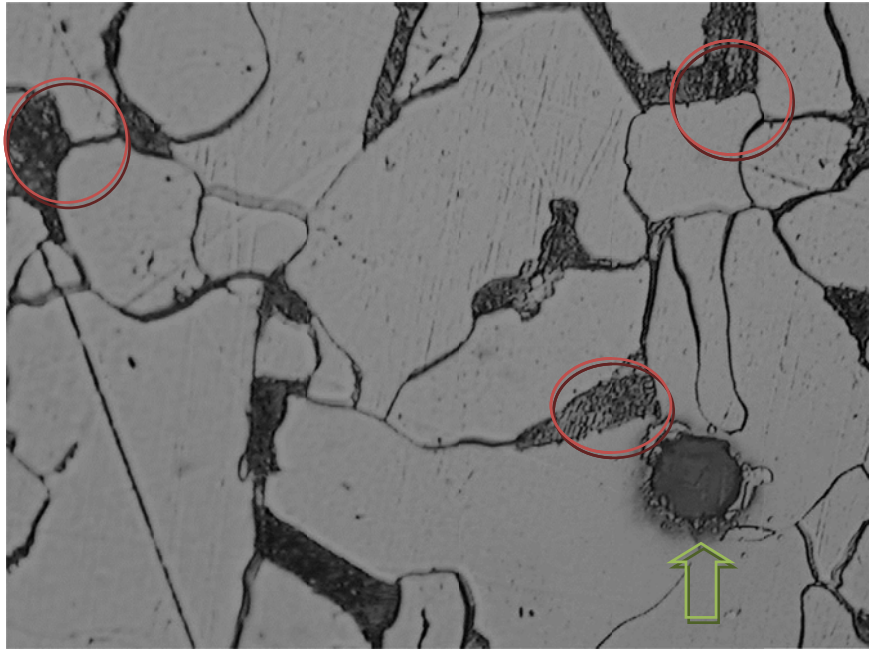
6.1 Metalografía

Los resultados metalográficos que se muestran a continuación en las siguientes figuras 18,19 y 20, reflejan la posible incidencia del hidrógeno en la estructura del material en especial en los límites de grano. También se puede decir que es una microestructura perlita y ferrita con un tamaño de grano ferríticos 6 a 8 según la norma ASTM E3-01R07¹¹ “Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens”, observadas sin ataque y con ataque químico. Estas muestras metalográficas fueron expuestas a un ambiente de hidrógeno de 24 horas, 36 horas y 85 horas.

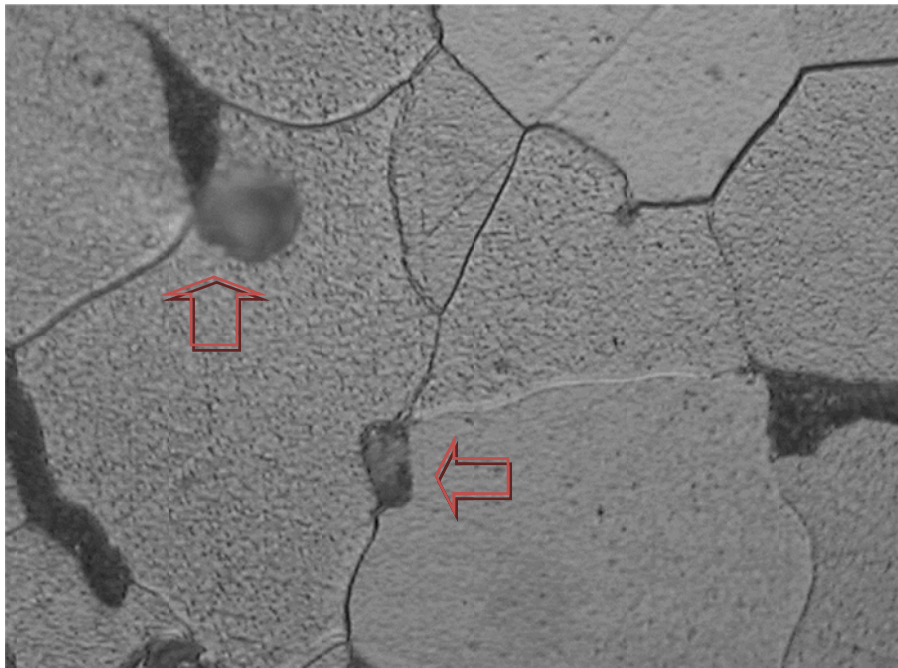
perlita



Fuente: El autor



Fuente: El autor

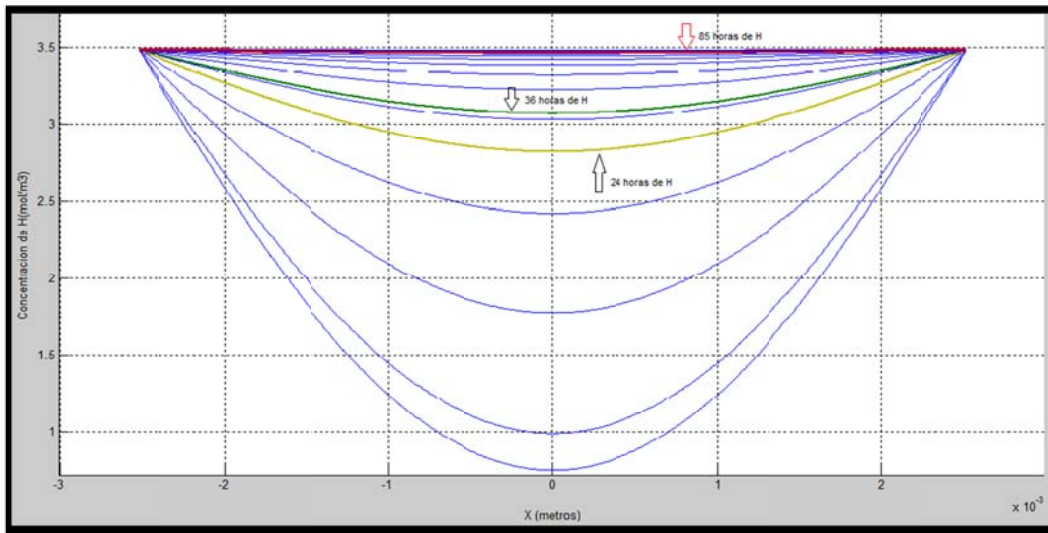


Fuente: El autor

6.2 Hidrogenación de las muestras de trabajo

La evaluación del proceso de hidrogenación se realizó con el perfil de hidrogenación contra espesor⁵, actualizado en las condiciones de trabajo que se muestra en la figura 21. Se estimó una posible concentración de hidrógeno en el material ASTM A 283 Grado C, para tiempos de 24, 36, y 85 horas de hidrogenación como se observa en la tabla 5 para probeta de tracción con entalla.

Figura 21. Perfil de hidrogenación versus espesor



Fuente: COMPORTAMENTO MECÂNICO DO AÇO API 5L X-60 COM E SEM HIDROGÊNIO, Cristia dos Santos Vianna, UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO, 2005. (Anexos)

Tabla 5. Tiempos de hidrogenación

Tiempos de Hidrogenación (t_{H_2})		Concentración de H (ppm ó mol/m ³)
Muestras de tracción	24 horas	2.7
	36 horas	3.2
	85 horas	3.45

6.2.1 Ensayo tracción, probetas blanco

En la tabla 6 se puede observar que el material ASTM A 283 grado C los resultado sus propiedades. El valor más alto se descarta para obtener los promedios.

Tabla 6. Resultados ensayos probetas blanco

Espécimen (#)	Velocidad (mm/seg)	Esfuerzo Fluencia (MPa)	Esfuerzo Ultimo (MPa)	Carga rotura (KN)	Elongación (%)	Tiempo (min)
M2	0.10362	445	670	13.344	24.5	2
M2	0.10362	450	655	13.066	21.5	2
M2	01.0362	605	710	13.096	20	2
Promedio	-----	527.5	682.5	13.081	22	-----

Grafica 3. Curva esfuerzo deformación probeta blanco



Fuente: El autor

6.2.2 Ensayo tracción, probetas hidrogenadas

La tabla 7 muestra los resultados de los ensayos realizados a probetas en un ambiente de hidrógeno a 24 horas de exposición a temperatura ambiente, donde se observa que las muestras, tiene una disminución de su esfuerzo de fluencia, lo que indica que el material está perdiendo propiedades. El valor más alto se descarta para obtener los promedios.

Tabla 7. Propiedades Probeta hidrogenada por 24horas de un acero ASTM A283 Grado C.

Espécimen (#)	Velocidad (mm/seg)	Esfuerzo Fluencia (MPa)	Esfuerzo Ultimo (MPa)	Carga rotura (KN)	Elongación (%)	Tiempo (min)
M2 – (24h)	0.10362	550	835	13.240	23.5	2
M2 – (24h)	0.10362	485	720	13.124	23	2
M2 – (24h)	01.0362	455	670	12.860	21	2
Promedio	-----	470	695	12.992	22.5	-----

Fuente: El autor

Grafica 4. Curva esfuerzo deformación, probeta hidrogenada 24 horas



La tabla 8 muestra los resultados de los ensayos realizados a las probetas en un ambiente de hidrógeno a 36 horas de exposición a temperatura ambiente, donde se observa que el material, continúa decreciendo su esfuerzo de fluencia comparado con la probeta blanco en la tabla 6 y la probeta hidrogenada 24 horas en la tabla 7, la cual indica que el material está perdiendo propiedades. El valor más alto se descarta para obtener los promedios.

Tabla 8. Propiedades Probeta hidrogenada por 36 horas de un acero ASTM A283 Grado C.

Espécimen (#)	Velocidad (mm/seg)	Esfuerzo Fluencia (MPa)	Esfuerzo Ultimo (MPa)	Carga rotura (KN)	Elongación (%)	Tiempo (min)
M2 – (36h)	0.10362	455	670	12.380	20.5	2
M2 – (36h)	0.10362	455	670	13.760	24.5	2
M2 – (36h)	01.0362	440	645	12.952	23	2
Promedio	-----	447	657	13.356	22.6	2

Fuente: El autor

5



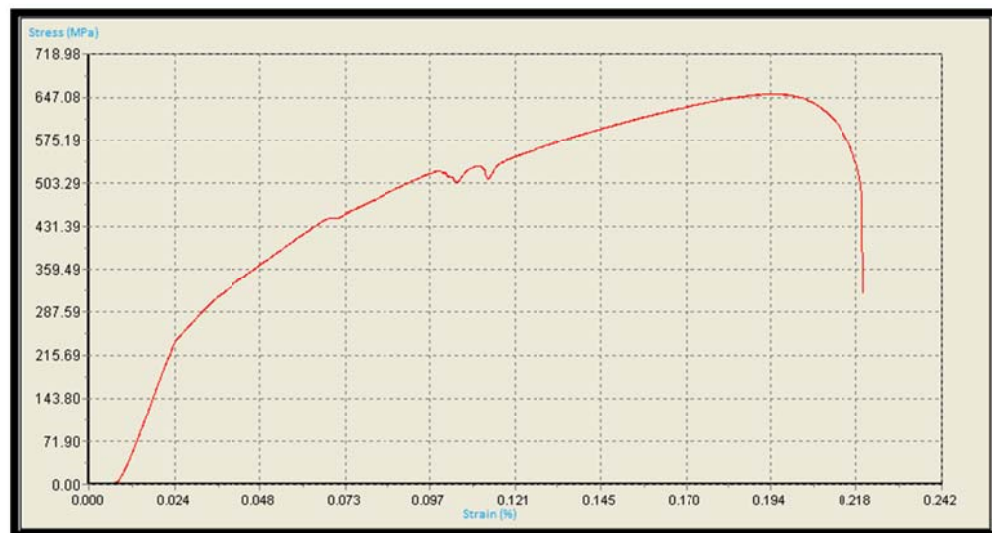
La tabla 9 se observa los resultados de los ensayos realizados a las probetas en un ambiente de hidrógeno a 85 horas de exposición a temperatura ambiente, donde se observa que el material, continúa decreciendo su esfuerzo de fluencia comparado con la probeta blanco en la tabla 6, la probeta hidrogenada 24 horas en la tabla 7 y la probeta hidrogenada 36 horas en la tabla 8 que fueron expuestas en la solución de NaOH 0.1M, la cual indica que el material continúa perdiendo propiedades y está siendo afectado por el hidrógeno. El valor más alto se descarta para obtener los promedios.

Tabla 9. Propiedades Probeta hidrogenada por 85 horas de un acero ASTM A283 Grado C.

Espécimen (#)	Velocidad (mm/seg)	Esfuerzo Fluencia (MPa)	Esfuerzo Ultimo (MPa)	Carga rotura (KN)	Elongación (%)	Tiempo (min)
M2 – (85h)	0.10362	480	700	11.912	18	2
M2 – (85h)	0.10362	445	655	13.092	22	2
M2 – (85h)	01.0362	435	655	13.592	23	2
Promedio	-----	440	655	13.342	21	2

Fuente: E I autor

oras



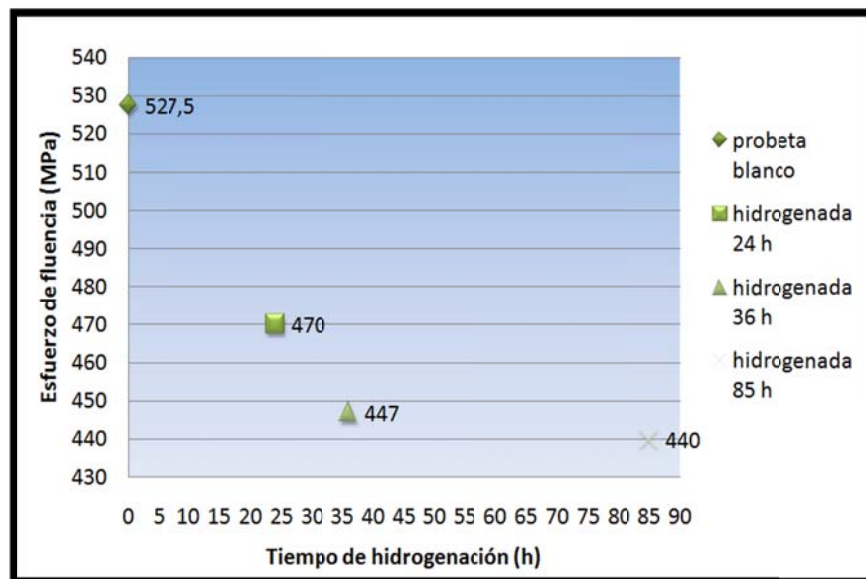
En la gráfica 7 se observa el comportamiento de las tres concentraciones en probetas hidrogenadas, podemos analizar que el material sufre una disminución a medida que aumenta la exposición en ambiente hidrogenado. En la grafica 8 es notable que el hidrógeno haya afectado el material disminuyendo su esfuerzo de fluencia, por tanto el material es susceptible a la fragilización por hidrógeno.

C.



Fuente: El autor

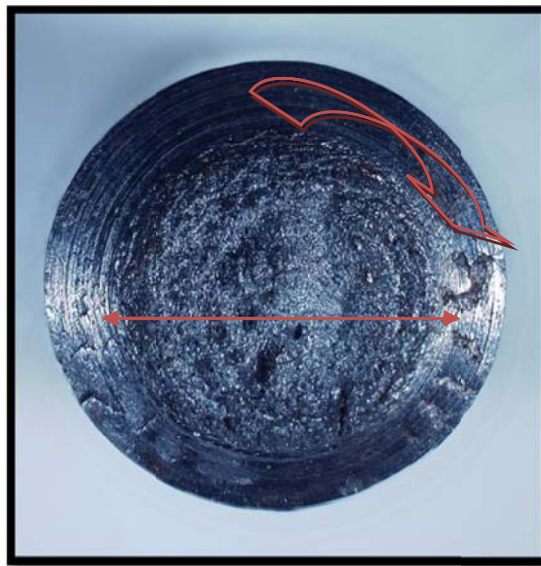
Grafica 8. Esfuerzo vs tiempo de hidrogenación



6.3 Microscopía electrónica

Este estudio se realizó en Laboratorio de Ingeniería de Materiales, del Instituto Colombiano del Petróleo (ICP), en el área de Caracterización de Materiales. La microscopía electrónica fue realizada en un microscopio electrónico marca HIROX KH-7700, de acuerdo con el procedimiento técnico de ensayo ICP-PTE-123039 "Preparación de Probetas para Análisis de microscopía electrónica". Donde podemos observar con facilidad y analizar la fractura que tuvo el material.

En la figura 22 podemos observar que la probeta Blanco tuvo fractura de tipo dúctil, con comportamiento normal de la grieta que se obtiene con el ensayo de tracción, obteniendo una fractura de adentro hacia fuera, producto de la deformación axial. Además podemos observar una reducción área de fractura en el material.



Fuente: El autor

De la misma manera se puede analizar las probetas figura 23, 24 y 25 que fueron hidrogenadas a 24, 36 y 85 horas de exposición en una solución de NaOH 0.1M, a

temperatura ambiente. Donde se observa un progresivo deterioro del material de acuerdo con el tiempo de exposición en la solución. Este será un gran punto de partida para un mejor análisis ya que las muestras serán analizadas en un microscopio electrónico de barrido para un mejor análisis de todas las muestras.

ractura,
horas.



ura,
as.



Fuente: El autor



Fuente: El autor

6.4 Análisis fractográficos del material

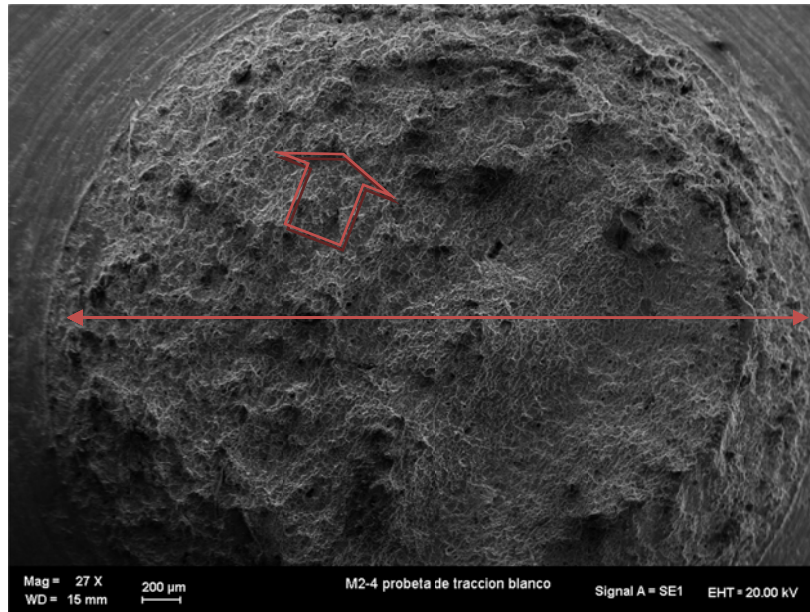
Este estudio se realizó con el microscopio electrónico Leo 1450VP, equipado con sistema de rayos X por energía dispersa OXFORD INCA. Se trabajó sobre la muestra metálica sin recubrimiento. Las imágenes observadas se obtuvieron usando detector de electrones secundarios (SE) y detector de electrones retrodispersos (BSE), los contrastes de intensidad que se observan en el modo SE dependen principalmente de la morfología de la muestra, su interpretación es similar a la del objeto visto por encima con iluminación lateral. En el modo BSE los contrastes dependen principalmente del número atómico promedio, zonas más claras en BSE corresponden a número atómico promedio elevado, en tanto que las oscuras pertenecen a números atómicos bajos.

Se presentan imágenes de baja ampliación con el fin de mostrar la morfología general, junto con el espectro de composición elemental correspondiente a la muestra. Se presentan también imágenes más ampliadas de zonas de interés. En la parte inferior de la micrografía, junto con la identificación de la muestra y algunos parámetros de operación del microscopio, aparece en la esquina inferior izquierda. La ampliación, o aumentos a los que se adquirió la imagen y la línea de escala con la cual puede estimarse el tamaño de las zonas de interés.

6.4.1 Micrografía probetas blanco

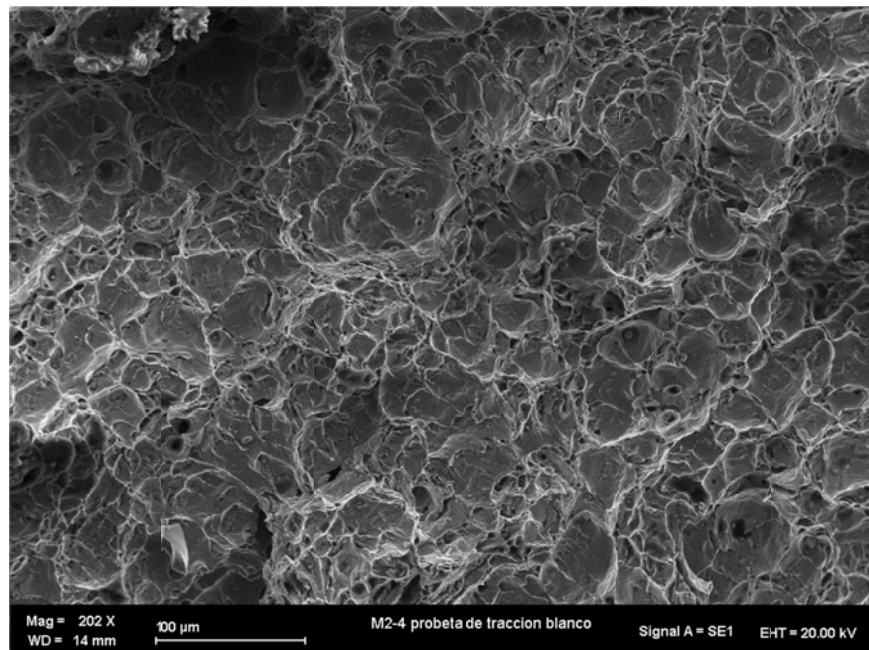
En la figura 26 se puede observar la apariencia de la superficie de fractura del material acero ASTM 283 Grado C típica de un material nuevo donde su fractura es dúctil, se caracterizan por tener microporos y una superficie rugosa, a un mayor aumento se puede observar la figura 27 a la 30. Donde se observa dimples¹⁸ y grietas radiales que tienen aspecto de clivaje que se dan rápidamente y ocurren antes de la rotura definitiva, también es posible observar inclusiones pequeñas en la parte inferior de la figura.

Figura 26. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado de entrega (blanco) fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando fractura dúctil.



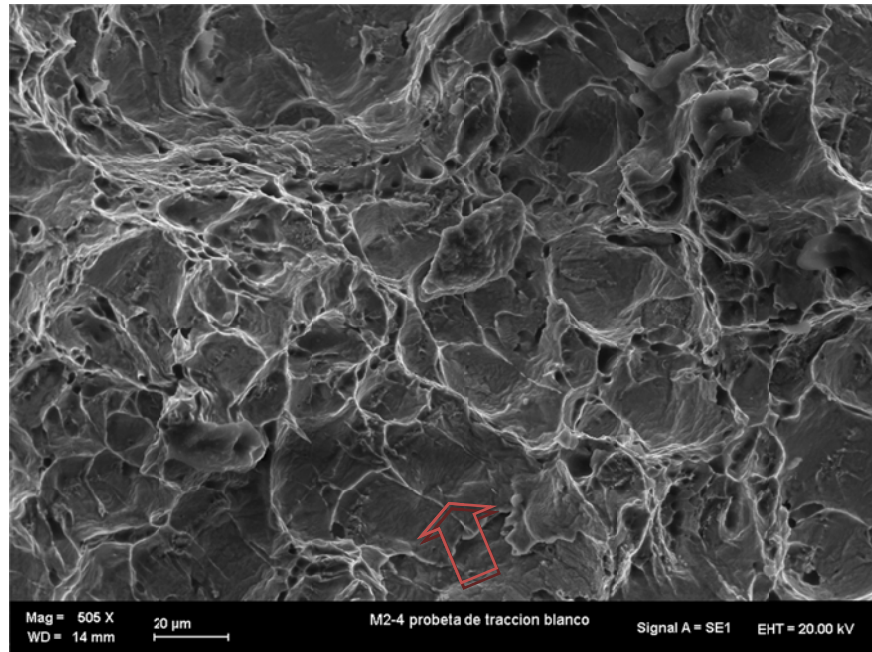
Fuente: El autor

Figura 27. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado de entrega (blanco) fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando fractura dúctil.



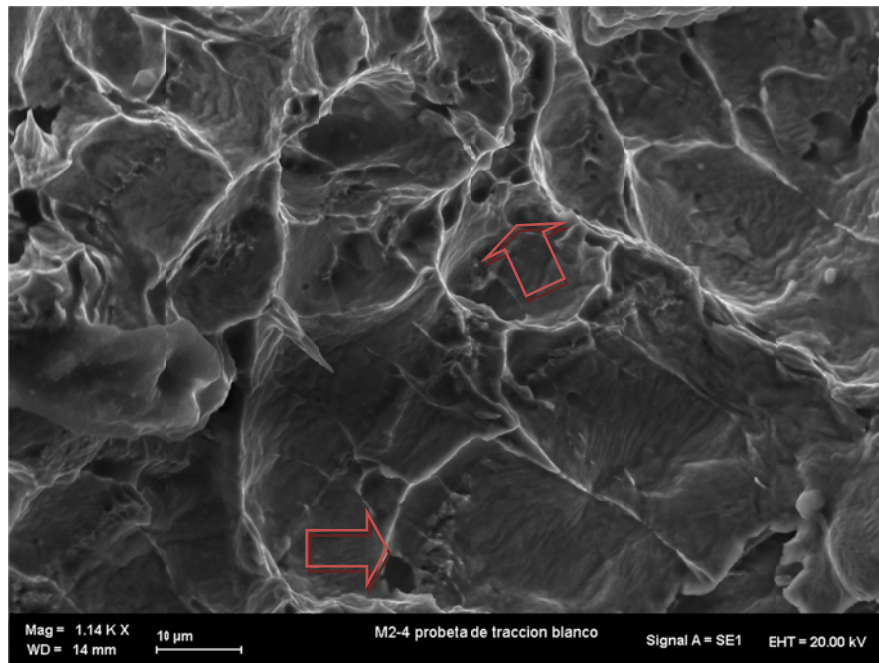
Fuente: El autor

Figura 28. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado de entrega (blanco) fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando fractura dúctil.



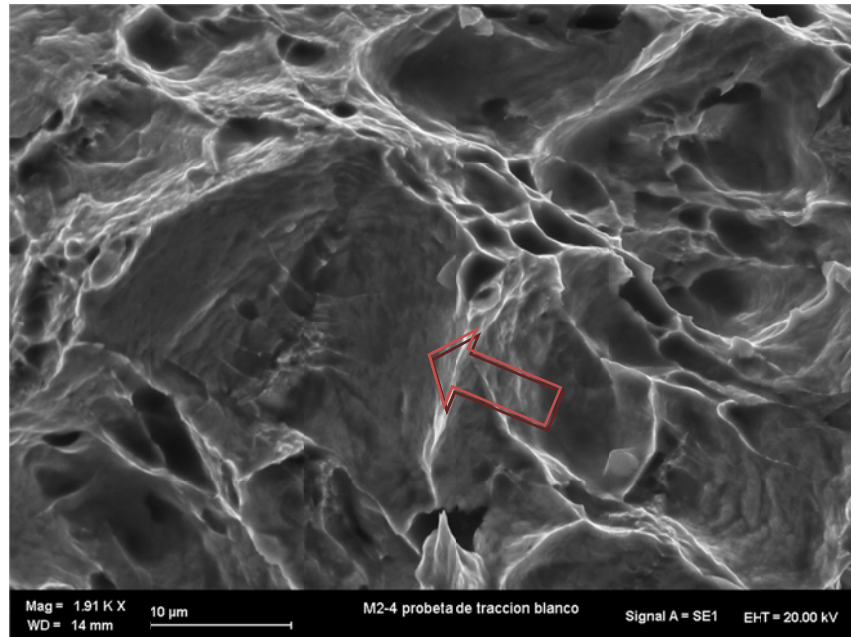
Fuente: El autor

Figura 29. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado de entrega (blanco) fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando fractura dúctil.



Fuente: El autor

Figura 30. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado de entrega (blanco) fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando fractura dúctil.

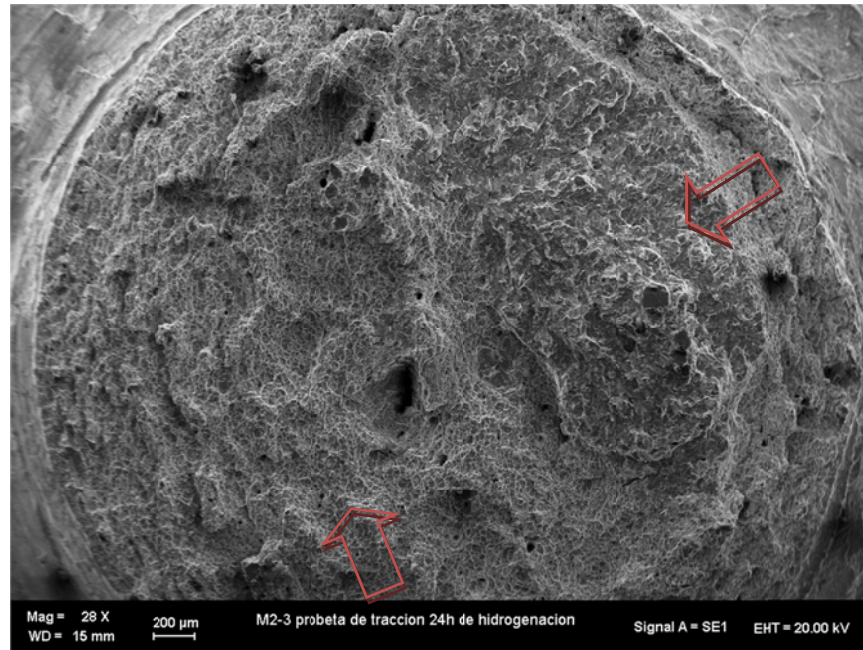


Fuente: El autor

6.4.2 Micrografía probetas hidrogenadas 24 horas

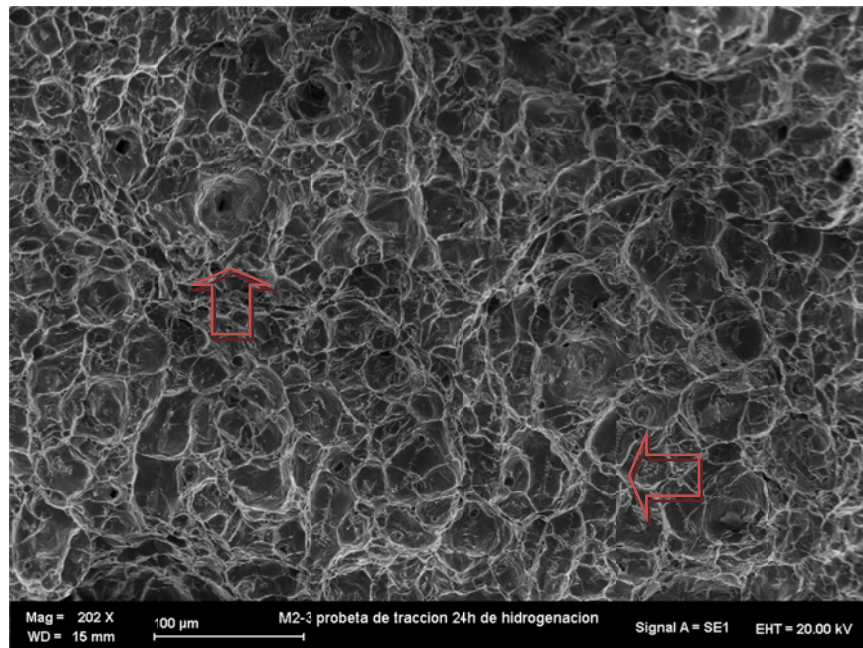
En esta etapa de hidrogenación de las probetas expuestas durante 24 horas podemos observar que hay una disminución de la superficie de fractura con respecto a la probeta no hidrogenada figura 31, donde encontramos presentes dos zonas, una frágil y una dúctil como se observa en la figura 32. En la parte lateral derecha se observa superficie de fractura, tenemos un tipo fractura dúctil y otra zona porosa con pequeños hoyuelos, probablemente por la presencia del hidrógeno. Además se puede analizar a un mayor aumento figura 33 y 34 la presencia de cavidades importantes. En la figura 35 se observa la presencia de una microgrieta longitudinal la cual nos acerca a la teoría que el material está siendo susceptible al daño por hidrógeno.

Figura 31. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 24 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando fractura dúctil y frágil.



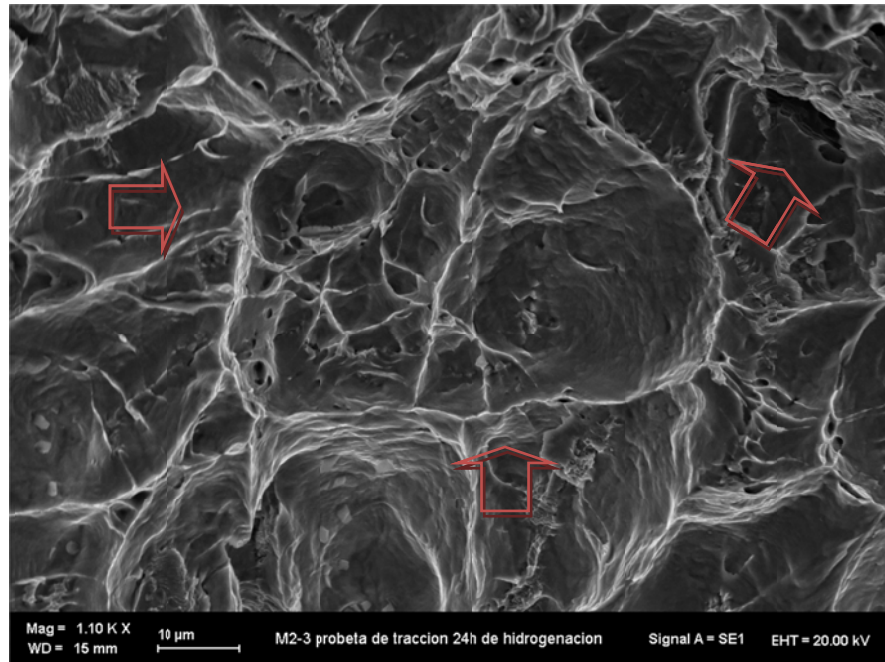
Fuente: El autor

Figura 32. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 24 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial.



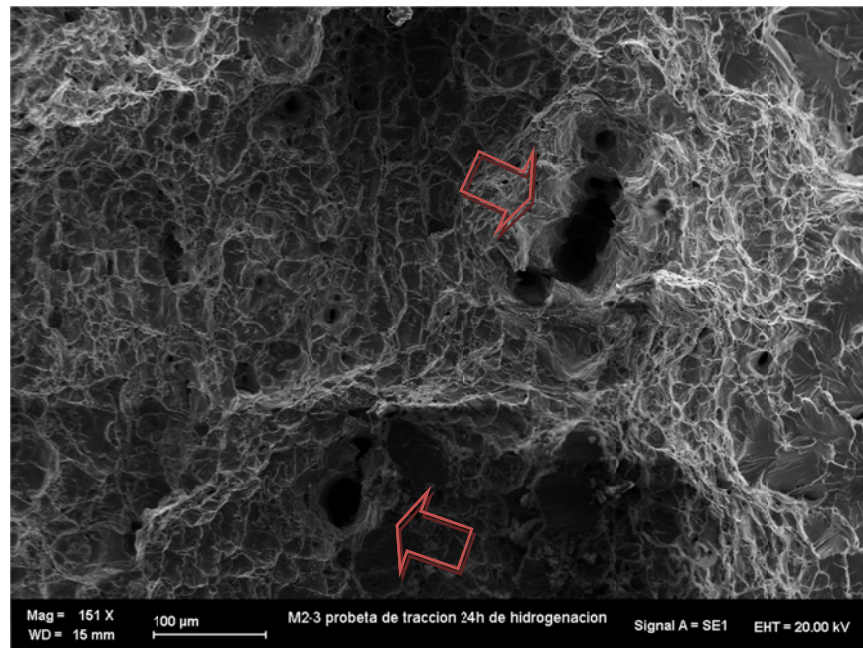
Fuente: El autor

Figura 33. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 24 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando cuasiclivaje.



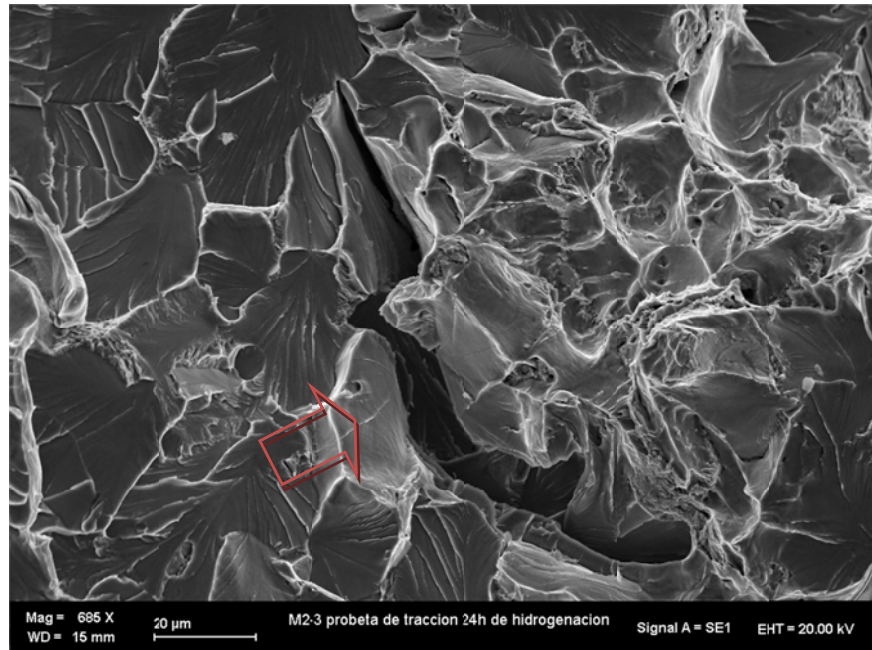
Fuente: El autor

Figura 34. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 24 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando pequeñas cavidades.



Fuente: El autor

Figura 35. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 24 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando clivaje total y microfisuras.

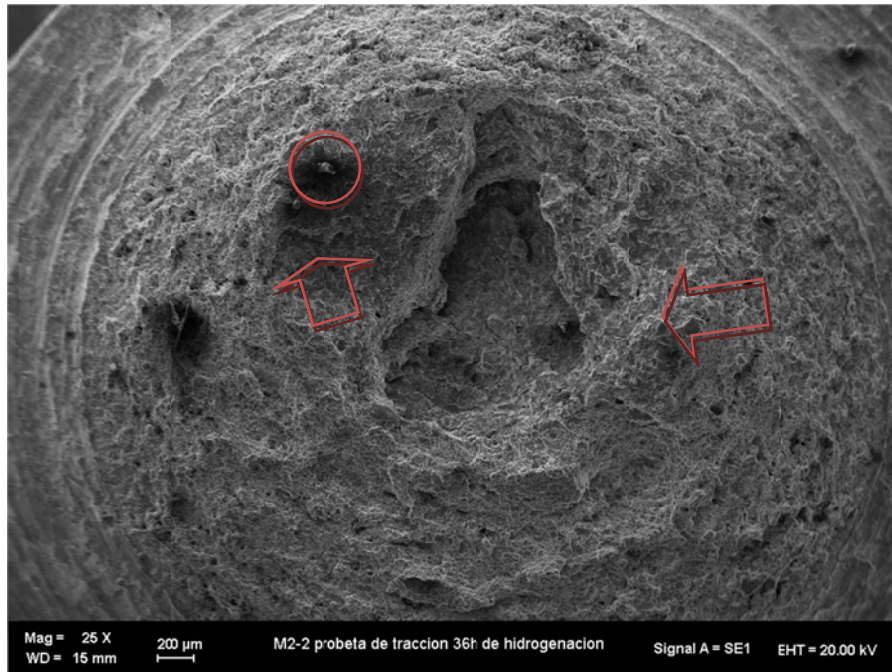


Fuente: El autor

6.4.3 Micrografía probetas hidrogenadas 36 horas

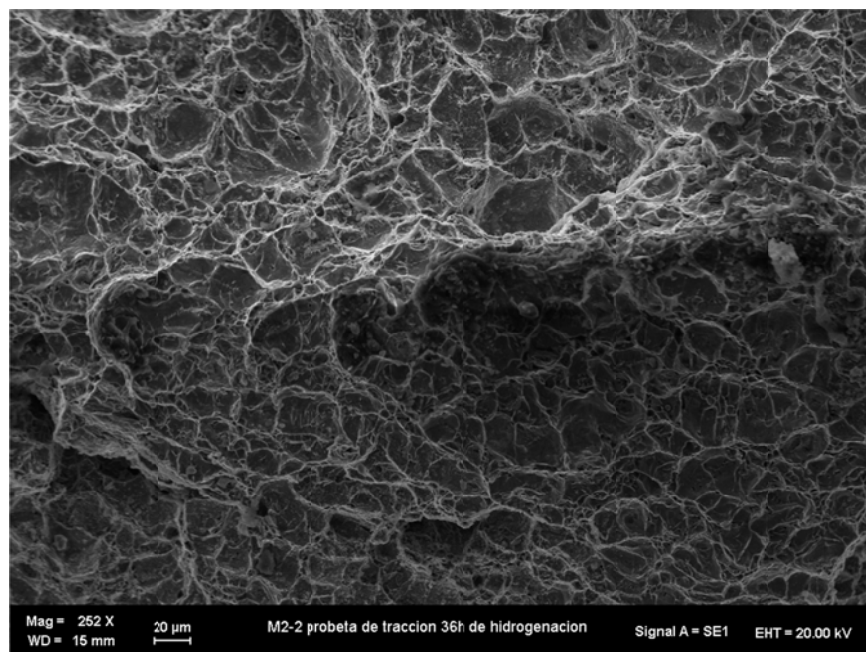
Es la segunda etapa de hidrogenación las probetas fueron expuestas a 36 horas de hidrogenado donde se observa que hay una disminución de la superficie de fractura, y notable presencia de hoyuelos o cavidades, también la aparición de pequeñas partículas dentro de esos agujeros figura 36, que pueden estar asociados a carbono ya que este se combina con el hidrogeno atómico y me forma metano, siendo estos atrapadores de hidrogeno; además muestra una fractura totalmente dúctil. En la figuras 37 ó 38, se puede observar una mayor cantidad de orificios o cavidades, producto del aumento del tiempo en la hidrogenación de las probetas como se observa en las figuras 39 y 40.

Figura 36. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 36 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando hoyuelos y porosidades.



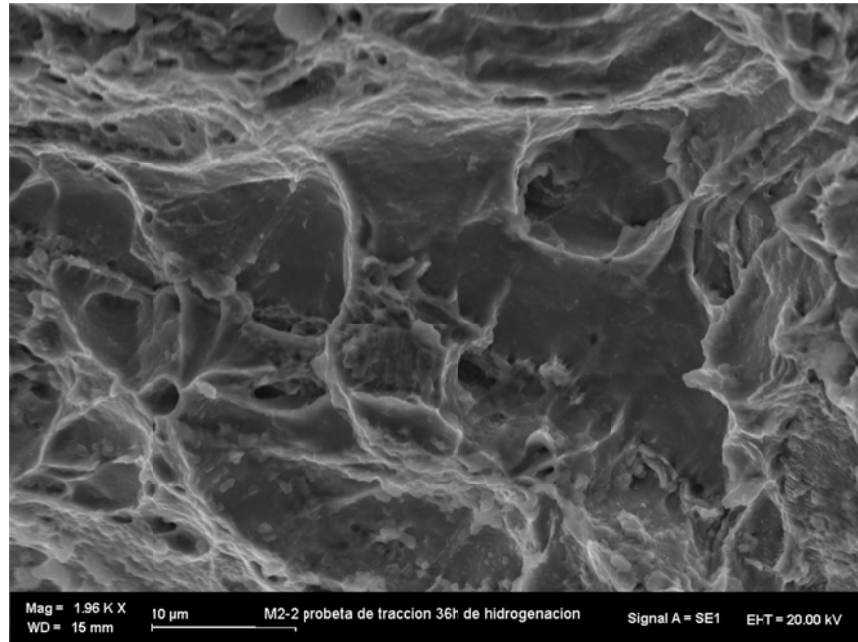
Fuente: El autor

Figura 37. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 36 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial.



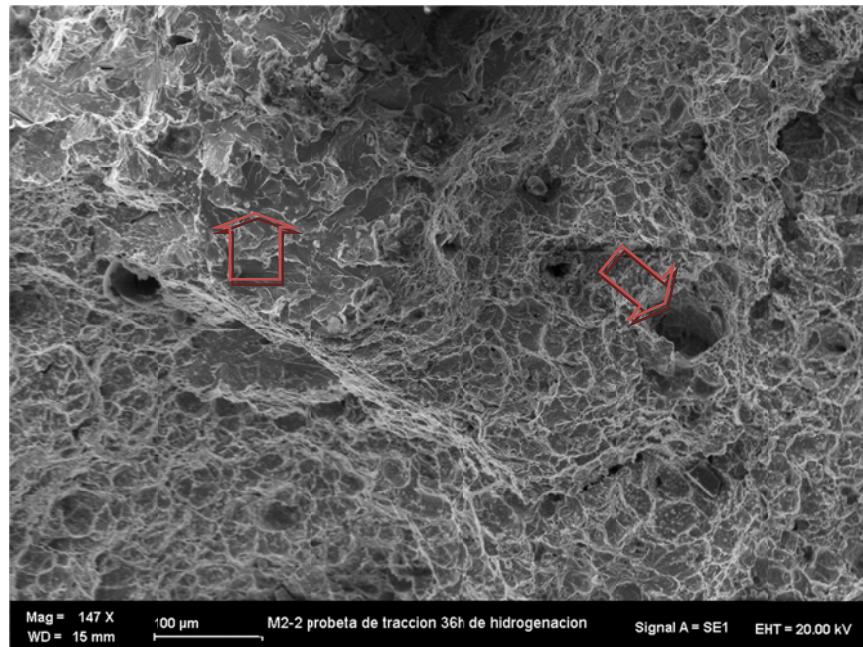
Fuente: El autor

Figura 38. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 36 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial.



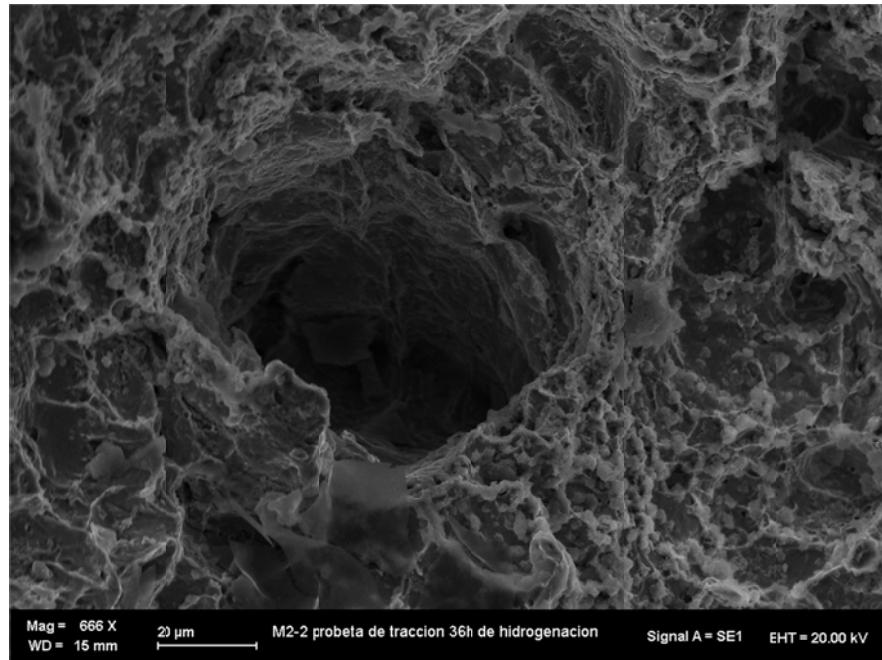
Fuente: El autor

Figura 39. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 36 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando presencia de orificios.



Fuente: El autor

Figura 40. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 36 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando hoyuelos.

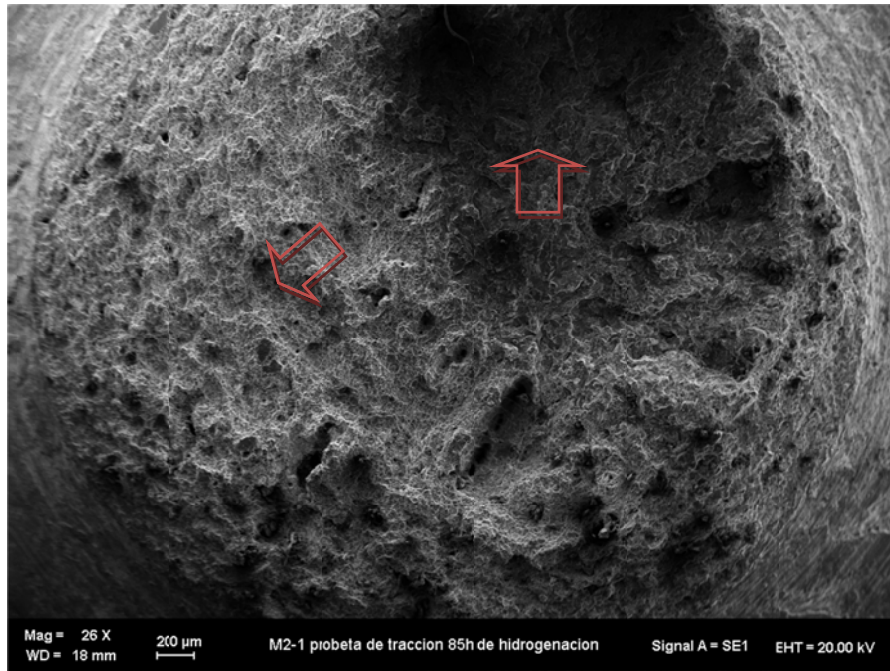


Fuente: El autor

6.4.4 Micrografía probetas hidrogenadas 85 horas

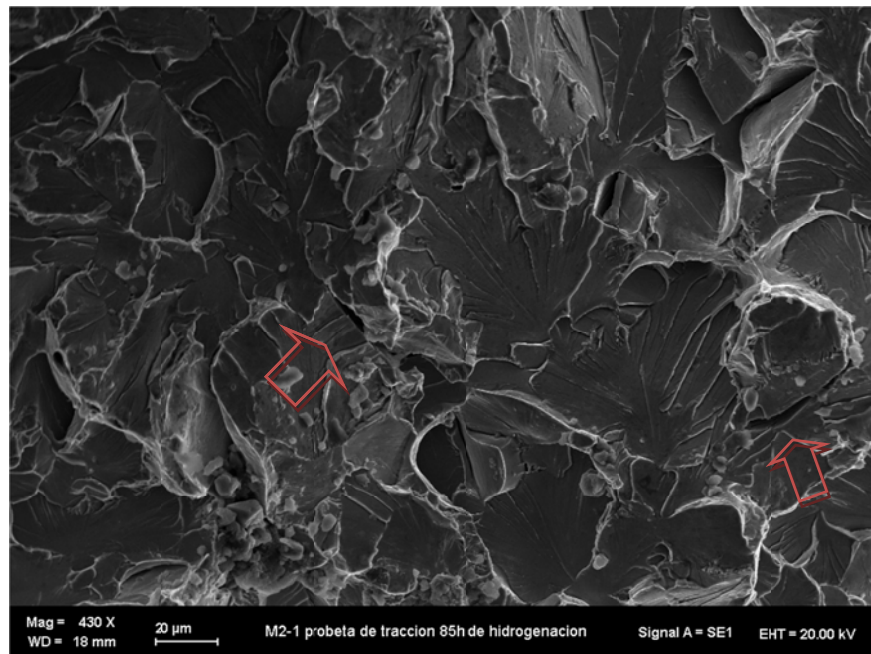
Es la última etapa de hidrogenación de esta investigación. La figura 41 muestra la micrografía de las probetas que fueron expuestas a 85 horas de hidrogenado donde observamos que hay una disminución de la superficie de fractura y una considerable presencia de hoyuelos o cavidades; también se observa en la figura 42 clivaje típico de fractura frágil. En la figura 43 ó 44 se puede observar que en los hoyuelos o cavidades podemos encontrar la presencia de elementos atrapadores de hidrógeno figura 45 como metano dentro de los agujeros (probablemente fuente de grietas longitudinales) indican que presentan un papel preponderante en el mecanismo de nucleación en este acero cuando es debilitado por el hidrógeno.

Figura 41. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 85 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando fractura dúctil presencia de hoyuelos y porosidades.



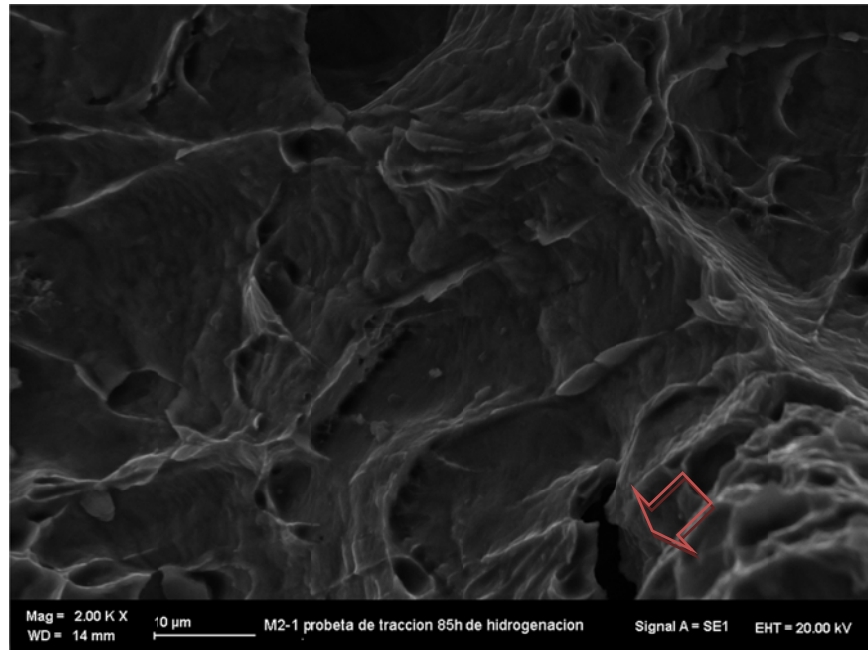
Fuente: El autor

Figura 42. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 85 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando clivaje total y microfisuras.



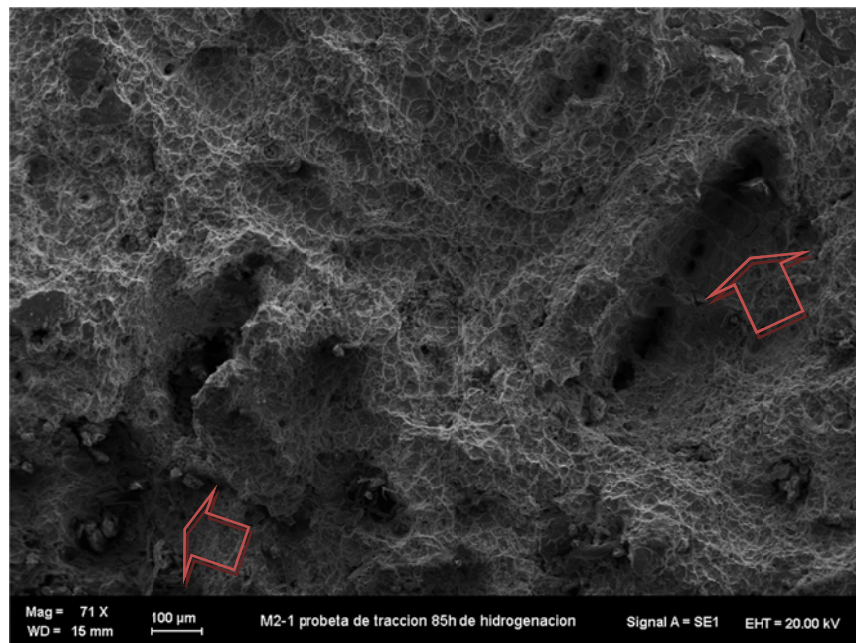
Fuente: El autor

Figura 43. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 85 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando microfisuras y dimples.



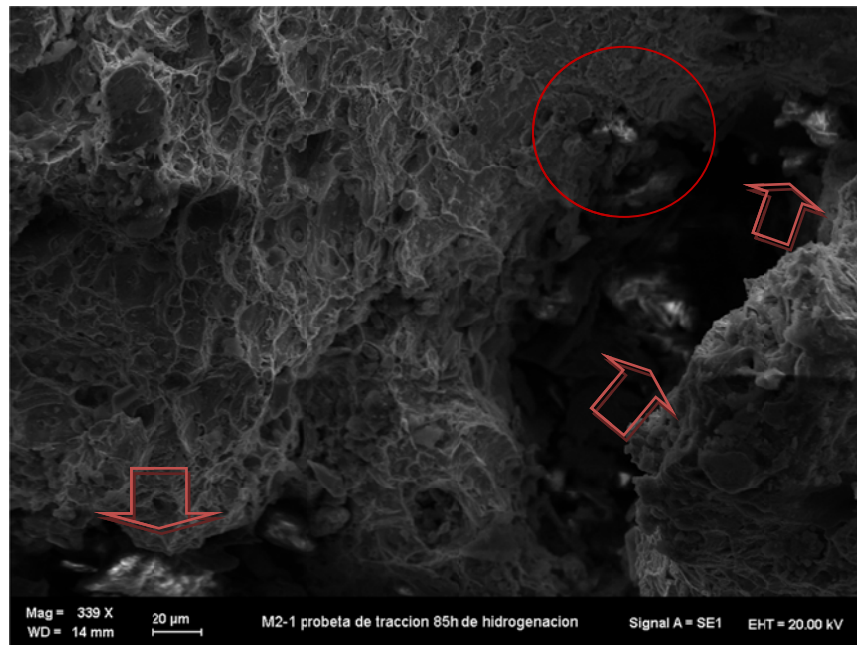
Fuente: El autor

Figura 44. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 85 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando elementos extraños atrapadores de hidrógeno.



Fuente: El autor

Figura 45. Micrografía electrónica de barrido de un acero ASTM A283 Grado C en estado hidrogenado por 85 horas, fracturada mediante un ensayo de tracción uniaxial mostrando elemento posibles atrapadores de hidrogeno.



Fuente: El autor

6.5 Resultados de tenacidad a la fractura

Teniendo en cuenta la literatura investigada, el ensayo de Tracción no es el adecuado para medir la tenacidad a la fractura de un material. Sin embargo se encontró una forma según Dieter⁹. Este dice que para hallar la tenacidad a la fractura de un material se debe tener en cuenta su geometría. Tomando como base los fundamentos de Dieter⁹, se encontraron valores de tenacidad que se puede observar en las tablas 10 y 11, donde permite concluir que esta propiedad del material también fue afectada por el hidrógeno.

Tabla 10. Resultados de K_{IC} para un acero ASTM A283 grado C, en estado de entrega.

Probeta (#)	Diámetro mayor (mm)	Diámetro menor (mm)	Carga de rotura (KN)	K_{IC}, MPa√m
M2- (Blanco)	5,05	1,5	13344	168
M2- (Blanco)	5,05	1,5	13066	164
M2- (Blanco)	5,03	1,45	13096	172
Promedio	5,04	1,48	13168	168

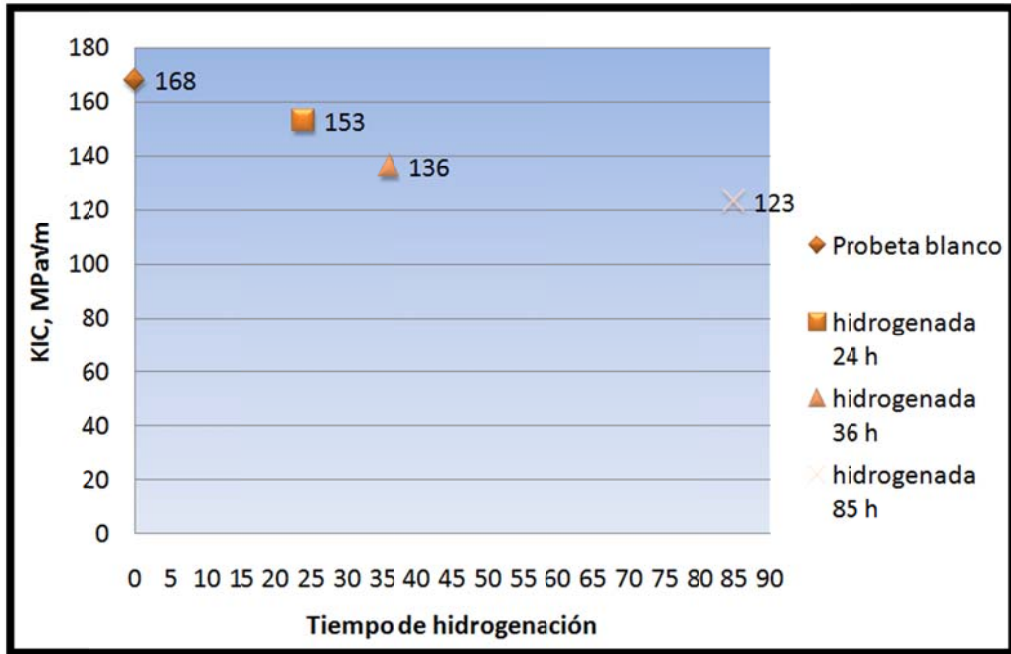
Fuente: El autor

Tabla 11. Resultados de K_{IC} para un acero ASTM A283 grado C, probetas hidrogenadas

Probeta (#)	Diámetro mayor (mm)	Diámetro menor (mm)	Carga de rotura (KN)	K_{IC}, MPa√m
M2- (24h)	4,68	1,6	13124	153
M2- (36h)	4,85	1,6	12860	136
M2- (85h)	4,95	1,6	13240	123

Fuente: El autor

Grafica 9. Resultados de tenacidad a la fractura probetas blanco, hidrogenadas



Fuente: El autor

7 CONCLUSIONES

De acuerdo con el desarrollo del presente trabajo de grado, se ha evaluado el efecto del hidrógeno en un acero ASTM A283 Grado C para la industria petrolera.

De este estudio se obtiene las siguientes conclusiones:

1. Se analizó la sensibilidad del acero estudiado a la fragilización por hidrógeno por polarización catódica y se observó que el hidrógeno afecta las propiedades del material, reduciendo su esfuerzo de fluencia y su tenacidad.
2. Es importante reconocer que para medir la tenacidad a la fractura, no se debe utilizar el ensayo de tracción, pues este puede resultar erróneo y bastante alejado de los resultados debido a que la geometría de probeta no es suficiente para medir esta propiedad.
3. Se observó en las probetas hidrogenadas hubo una disminución de su resistencia a la fluencia a partir de las 24 horas de hidrogenación, lo que nos hace pensar que el material es susceptible al daño por hidrógeno.
4. El estudio del SEM fue de gran importancia para esta investigación ya que permite despejar posibles dudas con respecto a los resultados del ensayo.

RECOMENDACIONES

1. Reemplazo de la solución NaOH 0.1M para hidrogenación para una mayor eficiencia en tiempos cortos, se puede usar ácidos o soluciones de tiosulfato de sodio¹⁹ teniendo en cuenta que estos disminuyen considerablemente los resultados.
2. Tener en cuenta otros medios de hidrogenación, como autoclaves²⁰ para garantizar la entrada del hidrógeno. Debido que por este método es posible que hidrógeno después de un tiempo salga del metal.
3. Los ensayos electroquímicos se recomiendan realizarlos en un lugar cercano a los ensayos mecánicos, debido a que puede haber pérdida de hidrógeno del material y afectar los resultados de los ensayos.

BIBLIOGRAFÍA

1. VISWANATHAN R. Damage mechanisms and life assesment of high-temperature components. ASM International. USA. 1993.
2. API 579-1/ASME fitness for service, second edition, June 5, 2007.
3. Fragilización por Hidrogeno en tuberías de acero, Federico Solana Gutiérrez Salcedo, UNIVERSIDAD POLITECNICA DE MADRID, 1981.
4. José Ovejero García. Una mirada a daño por hidrogeno en materiales metálicos. En: Ieds, 2009. N°1, pagina 7- 8.
5. Comportamento Mecanico do aco API 5L X-60 com e sem Hidrogenio, Cristia dos Santos Vianna, UNIVERSIDAD FEDERAL DO RIO DE JANEIRO, 2005. Pag. 18-20.
6. ASTM E602 – 03, Standard Test Method for Sharp-Notch Tension Testing with Cylindrical Specimens.
7. Evaluación computacional del efecto de la pérdida de constricción en la tenacidad de fractura de la vasija de reactores nucleares, Marta Serrano García, UNIVERSIDAD POLITECNICA DE MADRID. 2007, Pag 28-31.
8. Mechanical Metallurgy, George E. Dieter, SI Metric Edition, 1988. Pag 374.
9. Deformation and fracture machanics of engineering material, Richard W. Hertzberg. Pag, 255 - 267

10. ASTM E 415–08: Standard Test Method for Optical Emission Vacuum Spectrometric Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel. West Conshohocken: ASTM, 2008, 9p.
11. ASTM E 3–01R07 Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens.
12. ASTM E 45–01: Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel. West Conshohocken: ASTM, 2005, 19p.
13. ASTM E 407 – 07 Standard Practice for Microetching Metals and Alloys.
14. ASTM E 10 –10 Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials.
15. ASTM Designation G5 – 94 (R 04) Standard Reference Test Method for Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements.
16. ASTM Designation B679 – 98 (R 09) Standard Specification for Electrodeposited Coatings of Palladium for Engineering Use.
17. ASTM Designation G148 – 97 (R 03) Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, and Transport in Metals by an Electrochemical Technique.
18. ASM METAL HANDBOOK, 9th Edition, volume 12. Fractography.
19. Estudo dos efeitos da fragilizacao pelo hidrogenio nos acos uns G41300 e UNS – S31803 atraves de ensaios de tracao com baixa taxa de deformacao

em solucoes de tiosulfato de sodio, Flavio Dias De Moraes, UNIVERSIDAD DE RIO JANEIRO, 1994.

20. Estudo da corrosao sob tensao e fragilizacao pelo hidrogeno em acos inoxidaveis martensíticos e austeno-ferritico atraves de ensaio de tracao BTB, Ana Luiza De Lima Teixeira Small, UNIVERSIDAD DE RIO DE JANEIRO, 1996.

ANEXOS 1

Este anexo se presenta para el perfil de hidrogenación.

1. Programación de MATLAB para perfil de hidrogenación.

MATLAB desktop keyboard shortcuts, such as Ctrl+S, are now customizable.

In addition, many keyboard shortcuts have changed for improved consistency across the desktop.

To customize keyboard shortcuts, use Preferences. From there, you can also restore previous default settings by selecting "R2009a Windows Default Set" from the "Active settings" drop-down list. For more information, see Help.

[Click here if you do not want to see this message again.](#)

```
>> %  
%Programa que calcula los parametros de permeacion (Acero A283 Gr C)  
%datos a ingresar  
Co=input('introduzca la solubilidad,(mol H)*(m-3):');  
L=input('introduzca la mitad del espesor de la muestra,m:');  
D=input('introduzca la difusibilidad del material,(m2)*(s-1):');  
Min=input('introduzca el espesor minimo,m:');  
Max=input('introduzca el espesor maximo,m:');  
N=input('introduzca el numero de potencia:');  
paso=0.00001;  
T=[18000;36000;21600;54000;72000;90000;108000;126000;144000;16200  
0;180000;86400;198000;216000;234000;252000;270000;288000;306000;3  
24000;342000;360000;378000;396000;414000;432000;450000;468000;486
```

```

0000;504000;230400;522000;244800;540000;558000];%tiempo de
permeacion de hidrogeno
figure,hold;
for i = 1:size(T,1),
C = zeros(round((Max-Min)/paso + 1),1);
t = T(i,1);
for x = Min:paso:Max,
Suma = 0;
for n = 0:N,
Suma = Suma + (((-1)^n)/(2*n+1))*exp((-
(2*n+1)^2*((pi^2)/4)*(D*t)/L^2))*cos(((2*n + 1)/2)*pi*x/L));
end
C(round((x-Min)/paso+1),1) = Co*(1 - ((4/pi)*Suma));
end
plot(Min:paso:Max,C),title('Concentracion de H vs Espesor'),....
end
ylabel('Concentracion de H'),xlabel('X'),grid
Introduzca la solubilidad,(mol H)*(m^-3):3.485
Introduzca la mitad del espesor de la muestra,m:0.002525
Introduzca la difusibilidad del material,(m^2)*(s^-1):6.842e-11
Introduzca el espesor mínimo:-0.002525
Introduzca el espesor maximo,m:0.002525
Introduzca el numero de potencia:10
Current plot held
>>

```