

PMM/T - 33/96

IT/T - 13/96

**INSTITUTO DE
TECNOLOGIA**

PROF. JORGE A. SABATO

**UNIVERSIDAD NACIONAL
DE GENERAL SAN MARTIN**

**COMISION NACIONAL
DE ENERGIA ATOMICA**

**MAESTRIA EN
CIENCIA Y
TECNOLOGIA
DE MATERIALES**

EVALUACION DE LA SUSCEPTIBILIDAD A LA FISURACION BAJO TENSION EN MEDIO SULFIDRICO DE ACEROS AL CARBONO DE BAJA ALEACION

Claudio Ruben Morales

UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTÍN

INSTITUTO DE TECNOLOGÍA

**Evaluación de la Susceptibilidad a la Fisuración Bajo Tensión
en Medio Sulfídrico de Aceros al Carbono de Baja Aleación ⁽¹⁾**

Ing. Claudio Morales

Director

**Ing. Teresa Pérez
Dr. Guillermo Fitzsimons**

⁽¹⁾Tesis para optar al título de *Magister en Ciencia y Tecnología de Materiales*

República Argentina

1996

AGRADECIMIENTOS

Durante el desarrollo de esta Tesis han sido muchos los aportes recibidos, fuesen estos en el campo profesional, personal o, mejor aun, ambos. Se que es una causa perdida a priori el tratar de condensar mi agradecimiento en unas pocas palabras, resultaré injusto por omisión a personas y por incapacidad de trasladar sensaciones al campo de lo escrito. Me disculpo y agradezco:

A Teresa Pérez. Por todo. Declaro mi incapacidad para expresar mi admiración y respeto en lo profesional y mi afecto en lo personal. Sólo confío en que ella los perciba.

A todos los integrantes del CINI por generar una atmósfera de trabajo duro y compartido, continuo y optimista.

A Guillermo Echaniz, cuyos conocimientos y generosidad al realizar trabajos conjuntos pude disfrutar, enriqueciéndome en lo personal y profesional.

A los integrantes del LEPE, por su disposición permanente a interactuar en la tarea, permitiéndome superar obstáculos de otro modo insalvables. A Daniel Johnson, por lo anterior y mucho más.

Al personal de SULF, con el cual tuve la suerte de compartir tantos momentos. Su capacidad profesional y su bonomía están fuera de descripción. A José y Nestor, por ser capaces de cultivar una amistad en medio de la dura tarea.

A los integrantes de los demás laboratorios de SIDERCA con los cuales debí interactuar. Al personal del LAMT, LAFI y LAQU, siempre dispuestos a aceptar mis urgencias.

A mis compañeros: Gregorio, Mauro, Pablo, Fabián y Julio. Por todo lo que compartimos.

A las autoridades de FUDETEC y del Instituto de Tecnología, que permitieron que este trabajo se llevase adelante.

Al personal del Instituto de Tecnología y del Departamento Ciencias de los Materiales de la CNEA, por ofrecerme su ayuda toda vez que fuera necesario. A Alicia Sarce y José Ovejero García por no dejar el afecto de lado durante la relación profesional.

Quienes desarrollamos nuestras tareas en el CINI sufrimos recientemente una dura pérdida, desde lo profesional y personal. A Guillermo Fitzsimons va dedicado este trabajo. Espero que resulte digno.

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1: FISURACIÓN BAJO TENSIÓN EN MEDIO SULFÚDRICO	
1-1 Fisuración inducida por el medio	3
1-2 Fragilización por Hidrógeno	4
1-2-1 Fisuración Bajo Tensión por Hidrógeno	4
1-3 Fisuración Bajo Tensión por Sulfuros	5
1-3-1 Generación, Ingreso y Transporte de H en aceros	6
1-3-2 Influencia del Hidrógeno sobre las propiedades mecánicas de los aceros	8
1-3-3 Factores que afectan a la Fisuración Bajo Tensión por Sulfuros	9
a) Factores dependientes del medio	9
b) Factores dependientes del material	10
CAPÍTULO 2: EVALUACIÓN DE LA SUSCEPTIBILIDAD A LA SSC	
2-1 Métodos de evaluación	16
2-2 El método D	18
2-2-1 Principales características del método	18
2-2-2 De la implementación del método	20
a) Prefisuración	21
b) Determinación de la carga final	22
2-2-3 Utilización de probetas DCB de espesor reducido	24
CAPÍTULO 3: EVALUACIÓN DE LA SUSCEPTIBILIDAD A LA SSC. RESULTADOS EXPERIMENTALES	
3-1 Organización del capítulo	26
Parte A: Construcción de una base de datos	26

3-A-2 Caracterización de los materiales ensayados	26
3-A-3 Ensayos DCB: Resultados	29
3-A-4 Análisis de resultados	30
Parte B: Efecto del espesor de probeta	37
3-B-2 Materiales ensayados	37
3-B-3 Resultados de los ensayos DCB	38
3-B-4 Análisis de resultados	39
Parte C: Análisis Microestructural	41

CAPÍTULO 4: CINÉTICA DE PROPAGACIÓN DE FISURAS POR SSC EN PROBETAS DCB

4-1 Introducción	50
4-2 Descripción del equipamiento	52
4-3 Fundamentos del método y desarrollo de la técnica	56
a) Fundamentos	56
b) Desarrollo de la técnica	58
4-4 Aplicación de la técnica	62
4-4-1 Materiales ensayados	63
4-4-2 Resultados obtenidos y tratamiento de los mismos	64

CONCLUSIONES

1- El ensayo DCB y la susceptibilidad a la SSC	78
2- De la cinética de propagación	79

Apéndice 1: Equipamiento utilizado	80
---	-----------

Apéndice 2: Determinación de las condiciones de prefisuración	83
--	-----------

Apéndice 3: Reproducibilidad de los ensayos DCB	88
--	-----------

Apéndice 4: Sensibilidad	100
---------------------------------------	------------

Apéndice 5: Unidades	110
BIBLIOGRAFÍA	112

INTRODUCCIÓN

El fenómeno de fragilización por hidrógeno, y en particular el de Fisuración Bajo Tensión en Medio Sulfídrico o Sulfide Stress Cracking (SSC), ha sido objeto de estudio durante muchos años [1-3], fundamentalmente a partir del descubrimiento de que este fenómeno fuera el causante de la falla ocurrida en el pozo de producción Walter Marr 1, Pincher Creek Field, Canadá (1951). Este pozo, de 12000 pies de profundidad, contenía un alto porcentaje en volumen de sulfuro de hidrógeno, cercano al 10% [4].

En los aceros al carbono la incorporación de hidrógeno, producto de la reacción entre el sulfídrico y el hierro, provoca un marcado descenso de la fractoténacidad del material. Este descenso resulta mayor cuanto más alta es la resistencia mecánica del material [5,6].

La disminución en las reservas de petróleo, sumada al costo creciente de la energía, lleva a la necesidad de explotar pozos profundos, de alta presión y con elevados contenidos de sustancias agresivas, en particular sulfuro de hidrógeno. Se requerirá en estos casos de materiales capaces de presentar simultáneamente una elevada resistencia mecánica y buena resistencia a la SSC.

Por razones económicas, es conveniente utilizar materiales de bajo contenido de aleantes y alta resistencia mecánica. Son los aceros al carbono de alta resistencia mecánica y baja aleación (HSLA steels) sobre los que, básicamente, se centran los trabajos de investigación y desarrollo en este campo [7-11].

Estos trabajos están orientados a lograr una microestructura que permita incrementar, en forma simultánea, la resistencia mecánica y a la SSC. En ellos se busca obtener, mediante el control de aleantes y el tratamiento térmico, una microestructura que presente una buena resistencia a la SCC con tensión de fluencia entre 95 y 125 Ksi.

Fijado este objetivo resulta claro que es necesario evaluar la performance de los materiales expuestos al o los medios de interés, es decir, determinar el efecto del hidrógeno sobre las propiedades del material.

La National Association of Corrosion Engineers (NACE), ha standardizado algunos de los ensayos más utilizados en la Norma NACE TM0177-90 [12].

En esta Norma son presentados 4 ensayos, de los cuales el denominado Método D, basado en un trabajo de R.B. Heady [13], es un ensayo de carácter fractomecánico del tipo de arresto. Se utiliza una probeta doble cantilever (DCB) para evaluar la resistencia a la propagación de fisuras por SSC y cuantificarla a través del factor de intensidad de tensiones crítico en el medio. La aplicación de este método se ha difundido en los últimos años dado su carácter cuantitativo y la posibilidad de aplicar al diseño los resultados obtenidos.

No obstante lo difundido del ensayo existen preguntas por responder en lo que hace al efecto de ciertas variables del mismo, como por ejemplo espesor de la probeta ensayada o tiempo del ensayo, sobre el resultado obtenido [14-16].

Por otra parte, resulta de interés conocer la velocidad con que se produce el avance de la fisura, tanto para aplicar este resultado a la comprensión de los mecanismos de propagación, como por la posibilidad de utilizar esa información dentro del criterio fractomecánico de Damage Tolerance, durante el servicio de los materiales [17].

En el presente trabajo se ha determinado la resistencia a la SSC de distintos aceros al carbono de baja aleación mediante la aplicación del ensayo DCB y se ha estudiado el efecto de las propiedades mecánicas, tratamientos térmicos y microestructura sobre dicha performance. También se evaluó el efecto de la geometría de la probeta DCB, ensayando probetas con distintos espesores permitidos por la Norma TM0177-90.

Además, se desarrolló un método que permite, por aplicación de técnicas de Ultrasonido, determinar la velocidad de propagación de fisuras por SSC en probetas DCB, y correlacionar esta velocidad con el factor de intensidad de tensiones aplicado.

CAPÍTULO 1

FISURACIÓN BAJO TENSIÓN EN MEDIO SULFÚDRICO

1-1 Fisuración inducida por el medio

Las formas de corrosión que producen fisuración de metales como resultado de su exposición al medio son, generalmente, englobadas bajo la denominación de Fisuración Inducida por el Medio o Environmentally Induced Cracking. Esta fisuración puede presentarse con características de propagación estable y relativamente lenta de la fisura o, como frecuentemente ocurre, dar lugar a una fractura catastrófica.

Es posible considerar cuatro tipos de Fisuración Inducida por el Medio, a saber [18]:

- ↳ Corrosión Bajo Tensión o Stress Corrosion Cracking (SCC)
- ↳ Fragilización por Hidrógeno o Hydrogen Embrittlement (HE)
- ↳ Fragilización por Metal Líquido o Liquid Metal Embrittlement (LME)
- ↳ Fragilización Inducida por Metal Sólido o Solid Metal Induced Cracking (SMIC)

A la fecha no ha sido posible desarrollar una teoría que explique completamente todos los comportamientos observados para ninguno de estos fenómenos. Si bien existen teorías que explican el comportamiento de ciertos materiales en determinados medios, ninguna posee universalidad. Si nos remitimos, por ejemplo, a la Corrosión Bajo Tensión se cuenta en la actualidad con tres mecanismos [19] disponibles en la literatura: Disolución Anódica, Clivage y de Movilidad Superficial. El primero de ellos presenta limitaciones teóricas, el segundo, a pesar de haber sido formulado hace décadas, se halla aún en la etapa de probar la credibilidad de sus hipótesis básicas. El tercero, que englobaría SSC, HE y LME, es de reciente presentación [20] y, habiéndose mostrado como promisorio, aún requiere de desarrollo adicional tanto en lo experimental como en lo teórico.

La carencia de modelos mecanísticos completamente satisfactorios para cualquiera de estos fenómenos torna dificultosa la predicción de la Fisuración Inducida por el Medio, lo cual es de indudable importancia, máxime si tenemos en cuenta que cuando ocurren son altamente localizados y por ello pueden ser difíciles de detectar.

El campo de la Fisuración Inducida por el Medio es uno de los más activos entre los de investigación de la corrosión y se encuentra en continuo cambio.

1-2 Fragilización por Hidrógeno

La Fragilización por Hidrógeno implica la pérdida de ductilidad y fractoténacidad de los metales, debido a la presencia de hidrógeno en solución sólida [21]. Podemos distinguir dos tipos fundamentales:

- ↳ Fisuración Inducida por Hidrógeno o Hydrogen Induced Cracking (HIC), también conocida como Fisuración por Ampollado o Blistering. La aparición de este fenómeno no requiere de la existencia de tensiones.
- ↳ Fisuración Bajo Tensión por Hidrógeno o Hydrogen Stress Cracking (HSC). Se produce por el efecto combinado del tipo de estructura, la existencia de tensiones y la presencia de hidrógeno en solución sólida en el material.

1-2-1 Fisuración Bajo Tensión por Hidrógeno

La Fisuración Bajo Tensión por Hidrógeno o Hydrogen Stress Corrosion (HSC) se produce cuando concurren la presencia de hidrógeno en solución sólida en el material, la de tensiones de tracción y una microestructura susceptible al fenómeno. Este tipo de falla es, a diferencia de la Corrosión Bajo Tensión, un fenómeno de carácter catódico, ya que es la reducción de los protones del medio la que provee el hidrógeno atómico necesario.

La susceptibilidad de una aleación a la HSC aumenta con el incremento de la resistencia mecánica de la misma y con el grado de trabajado en

frío al que se haya sometido al material. La susceptibilidad es también función de la temperatura, siendo máxima a temperaturas cercanas a 25°C y muy baja por encima de los 80°C [21].

Como se dijo, una de las condiciones necesarias para la aparición de HSC es la presencia de hidrógeno atómico en el material, este hidrógeno atómico puede provenir de varias fuentes, como por ejemplo procesos de soldadura, electrodeposición, exposición a hidrógeno gaseoso a alta temperatura, contacto con medios ácidos, etc. El efecto fragilizador del hidrógeno puede considerarse reversible en el caso de que sea removido del material previo a la formación de fisuras, es decir dentro del tiempo de incubación de las mismas.

En soluciones líquidas ácidas el mecanismo básico de incorporación de hidrógeno al material consiste en la reducción de protones y su adsorción sobre la superficie del mismo, seguido de absorción. Parte del hidrógeno adsorbido puede recombinarse para dar hidrógeno gaseoso, que no penetrará al material. Son venenos para esta recombinación el S y As [6]. Estos elementos reducen la velocidad de la reacción de recombinación, incrementando la fugacidad del hidrógeno en el material. Por el contrario, algunos inhibidores actúan favoreciendo la reacción de recombinación.

La Fisuración Bajo Tensión por Hidrógeno puede promover modos de fractura en una dada aleación que difieran de los normalmente observados en otros medios. De hecho, todos los modos de fractura han sido observados en la mayoría de las aleaciones comerciales; por lo general, las fisuras se presentan como agudas, sin el branching característico del SCC [18]. De singular interés resulta un caso particular del HSC, la Fisuración Bajo Tensión por Sulfuros o Sulfide Stress Cracking (SSC), donde el hidrógeno se produce en soluciones acuosas de sulfuro de hidrógeno.

1-3 Fisuración Bajo Tensión por Sulfuros

Es este un fenómeno de particular importancia en la industria de explotación de gas y petróleo. La necesidad de explotar pozos de elevada presión y con altos contenidos de agua y sulfuro de hidrógeno trae aparejadas condiciones propicias para la aparición del mismo. La conveniencia de utilizar materiales de alta resistencia mecánica que,

como se dijo, suelen presentar una alta susceptibilidad a la SSC, ha llevado a extensos programas de desarrollo.

Es en general aceptado que el sulfuro de hidrógeno no produce fragilización en forma directa pero tiene dos importantes efectos: colabora en la producción de hidrógeno (por provocar corrosión del acero y por su carácter ácido) y promueve la introducción de hidrógeno al metal, envenenando la reacción de recombinación del hidrógeno adsorbido [22].

1-3-1 Generación, Ingreso y Transporte de H en aceros

En aceros expuestos a soluciones acuosas ácidas, en presencia de H₂S, la generación e incorporación de H al mismo ocurre a través de las siguientes reacciones [23]:

ÁNODO:



CÁTODO:



REACCIÓN NETA:



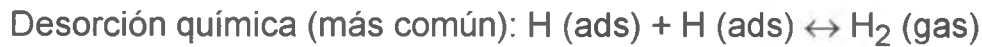
El hidrógeno atómico, adsorbido sobre la superficie del metal, podrá ingresar al mismo por absorción, o recombinarse para formar hidrógeno molecular.

ABSORCIÓN



RECOMBINACIÓN

En una solución ácida puede ocurrir a través de los siguientes mecanismos [22]:



Dado que el azufre presente en el medio envenena la recombinación, en el medio sulfídrico se favorecería la incorporación. A partir de experimentos en los que se agrega H_2S gaseoso a H_2 se ha encontrado que la actividad del Hidrógeno en el metal llega a ser hasta 10^5 veces más alta que en ausencia de H_2S [24]. Esta relación es muy próxima al límite termodinámico [6], lo que implicaría que no sólo es importante el efecto cinético que tiene el S actuando como veneno sino también sobre la tendencia hacia el equilibrio termodinámico.

En definitiva, la concentración de hidrógeno en el metal será función tanto de la concentración de protones en la solución como de la concentración de H_2S en la misma. Esta concentración (hidrógeno en la red más el atrapado en trampas reversibles) ha sido medida en un caso [25], encontrándose la siguiente relación funcional:

$$[H]_{Fe} = A ([H^+] [H_2S])^{0.25}$$

donde A es una constante que depende del acero particular y las concentraciones se expresan en ppm.

A partir de lo anterior es posible extraer dos conclusiones importantes:

↪ A fin de conseguir reproducibilidad al ensayar materiales en medio sulfídrico, deberá controlarse tanto el valor de pH de la solución como la concentración de H_2S en la misma.

↳ Por comparación de las concentraciones de H en el metal en el medio sulfídrico con las resultantes en hidrógeno gaseoso, resulta que las fugacidades de H en el metal son mucho más altas en el primer caso, lo cual explica la menor resistencia a la fisuración en ese medio [6, 26].

El transporte de hidrógeno en el material puede ocurrir por difusión o vía transporte por dislocaciones en atmósferas de Cottrell. Si bien la velocidad de difusión del hidrógeno en redes bcc es de por sí particularmente rápida, el transporte por medio del movimiento de dislocaciones es aún varios órdenes de magnitud mayor, lo que redundaría en una altísima velocidad de difusión aparente del H en el acero [27].

1-3-2 Influencia del Hidrógeno sobre las propiedades mecánicas de los aceros.

No ha sido aún develado el modo en que la presencia de Hidrógeno afecta las propiedades mecánicas del acero.

En aceros de baja resistencia mecánica, la fisuración asistida por hidrógeno es relacionada con la formación de voids en las inclusiones y carburos de gran tamaño [28].

Aún en los casos más simples, aquellos donde la incorporación de hidrógeno no produce cambio en la forma de fractura comparando con la rotura en aire, no hay completo acuerdo entre diferentes autores. Algunos, como Thompson [29], concluyen que el H no afecta la nucleación de microvoids y sólo afecta la velocidad de crecimiento; otros, como Oriani [30], encuentran el resultado contrario.

En aceros de alta resistencia mecánica, se han encontrado distintos modos de fractura, tanto transgranulares como intergranulares [31]. Varios autores han observado la influencia de la segregación de metaloides en fracturas intergranulares [32-34].

Diferentes teorías han sido propuestas para explicar el efecto del H en los metales [18]. Es probable que, para obtener una completa descripción del

fenómeno en una situación dada, deban incorporarse aspectos de varias teorías.

1-3-3 Factores que afectan a la Fisuración Bajo Tensión por Sulfuros

Podemos dividir estos factores en aquellos **dependientes del medio** y aquellos **dependientes del material**.

1-3-3-a) Factores dependientes del medio

a1) Concentración de H₂S

Las causas de su influencia han sido presentadas en 1-3-1. En base a la experiencia, en la Norma NACE MR-01-75 (Rev. 90) [35], se especifica que si la presión parcial de H₂S en un pozo de gas con agua es menor que 0.05 psi (0.45 MPa), no resulta necesario utilizar materiales resistentes a la corrosión sulfídrica. Un pozo de petróleo con agua y H₂S es menos agresivo que un pozo gasífero.

a2) Efecto del pH

Como se expuso en 1-3-1, la concentración de hidrógeno en el metal está influenciada por el pH del medio. En general, es aceptado que mantener el pH por encima de 8 es beneficioso para reducir la tendencia a la SSC [36]. La Federación Europea de Corrosión está proponiendo fijar los límites críticos de H₂S en función del pH.

a3) Temperatura

La temperatura tiene un efecto importante sobre la susceptibilidad a la Fisuración bajo Tensión por Sulfuros [37], siendo máxima la susceptibilidad a temperatura ambiente. A temperaturas superiores a la ambiente, se produce un aumento de la resistencia a la fisuración por disminución de la velocidad de permeación [38]. Esto es de importancia práctica, dado que permite que materiales susceptibles a temperatura ambiente puedan ser utilizados en aplicaciones donde la temperatura sea elevada, por ejemplo en las zonas más profundas de un pozo [36]. Se considera que, por encima de los 80 a 90°C la tendencia a la SSC disminuye marcadamente. Por debajo de la temperatura ambiente, la disminución en la velocidad de difusión produce, de igual manera, un aumento de la resistencia.

a4) Substancias coexistentes

La presencia de CO₂ y de iones cloruro acelera la corrosión y por ende habrá de contribuir a aumentar la susceptibilidad a la fisuración. La presencia de iones cianuro en soluciones alcalinas incrementa la adsorción de hidrógeno propiciado, entonces, un incremento de la susceptibilidad [21].

a5) Tensiones

Tanto las tensiones de tracción provocadas por las cargas exteriores como las tensiones residuales, que son función de la historia termomecánica del material, afectan la performance de un acero en el medio sulfídrico. Hay acuerdo generalizado en el sentido de que existe un umbral de tensiones, por debajo del cual no se produce SSC. Este umbral es función tanto del material como del medio y resulta difícil establecerlo [36].

1-3-3-b) Factores dependientes del material

La microestructura del acero, el nivel de tensiones residuales que posee y la resistencia mecánica del mismo son dependientes de su composición química y de los tratamientos termomecánicos de fabricación, esto lleva a considerar como factores dependientes del material a la *microestructura, composición química y tratamientos termomecánicos*.

A continuación se compendia información básica respecto de la influencia de estos factores, sin la pretensión de efectuar una completa descripción, sino con la intención de presentar algunos conceptos que se usarán en apartados posteriores. Exhaustivas revisiones bibliográficas respecto de estos factores pueden ser halladas en la literatura, por ejemplo [21].

b1) Microestructura

En general, se considera que los aceros con estructura tipo martensita revenida son los más resistentes a la SSC [9-11], mientras que las martensitas sin revenir presentan la máxima susceptibilidad.

No existe, sin embargo, acuerdo entre distintos autores sobre la influencia de la presencia de bainita [39] o austenita retenida.

Algunos autores [40] indican que la variación en la susceptibilidad a la SSC al modificarse el porcentaje de martensita depende de las propiedades mecánicas del acero.

Existen evidencias que muestran que la recristalización de la martensita revenida, controlada adecuadamente, aumenta la resistencia a la fisuración en medio sulfídrico [41]. Este efecto podría deberse, entre otras causas, a la dilución o limpieza de los límites de grano austenítico previo de la segregación de P, Mn y otros elementos residuales peligrosos, a la disminución de la densidad de dislocaciones y a la reducción del tamaño de grano [6]. El grado de recuperación y recristalización, a una temperatura de revenido dada, resultará mayor a menor contenido de C y menor tamaño de grano austenítico previo.

b2) Efecto del tratamiento termomecánico

b2-1) Efecto de las condiciones de austenizado

Existe acuerdo con respecto a que un menor tamaño de grano austenítico previo mejora la resistencia a la SSC. Este tamaño se modifica al variar la temperatura y/o tiempo de austenizado, lo cual obliga a controlar la temperatura durante el proceso.

Algunos autores, sin embargo, afirman que en determinados aceros el efecto del tamaño de grano austenítico sólo se evidencia por encima de ciertos valores de resistencia a la tracción [40].

Otros autores [3] indican que el efecto del tamaño de grano depende del modo de fractura. Un incremento del tamaño de grano austenítico previo tendría influencia negativa si la fractura fuese por clivaje o intergranular. Si el modo de fractura fuese dúctil, dicho tamaño no influiría de modo apreciable.

Es importante, además, lograr mediante los tratamientos termomecánicos una estructura con fina distribución de subgranos dentro de los granos de austenita primaria [9].

b2-2) Efecto de la temperatura de revenido y de las condiciones de enfriamiento posterior al mismo.

La temperatura de revenido tiene marcada influencia sobre el nivel de resistencia mecánica del acero, como también sobre la microestructura

final y la segregación. Además, altas temperaturas de revenido serán convenientes para lograr una adecuada recuperación y recristalización lo que favorece la resistencia a la SSC [6].

Otro factor a considerar es la velocidad de enfriamiento luego del revenido. Debe evitarse el enfriamiento a bajas velocidades ya que esta situación podría llevar a una fragilización por revenido del material. Las condiciones que promueven la fragilización por revenido, es decir la permanencia del material entre 375 y 575°C, deberán ser igualmente evitadas durante el enderezamiento o relevamiento de tensiones [9].

b3) Composición Química

La influencia de los diferentes aleantes o impurezas de un acero, continúa siendo motivo de controversia.

El hecho de que diferentes elementos puedan actuar en forma sinérgica, interactuando entre sí y enmascarando los efectos individuales es un factor que dificulta el análisis.

Además, un elemento puede provocar distintos resultados dependiendo del método por el cual se esté evaluando la susceptibilidad, es decir de que se utilice un método de iniciación de fisura o de propagación de la misma.

La información que sigue es referida a aceros de baja aleación y alta resistencia mecánica (HSLA steels).

b3-1) Efecto del carbono

Existe coincidencia en cuanto a que, para los tenores de C que habitualmente se manejan (0.18 a 0.30%), el contenido de C no modifica la resistencia a la fisuración sulfídrica. Esto resulta válido en el caso de que se mantengan las restantes variables constantes, en particular la tensión de fluencia del material [9]. El contenido de C deberá mantenerse por debajo de 0.3% para evitar la formación de fisuras durante el templado en agua [40].

b3-2) Efecto del Manganeso

El marcado aumento de la templabilidad que produce la adición de Manganeso, sumado a su bajo costo, hace que este sea un aleante habitualmente utilizado, con tenores por encima de 0.40%.

En general, hay acuerdo en el sentido de que los incrementos en el contenido de manganeso tienden a aumentar la susceptibilidad a la SSC [40,42]. El manganeso reduce la cohesión de los límites de grano austenítico [43] e impulsa al P a segregarse a esos límites de grano [44].

b3-3) Efecto del Silicio

El Silicio, al igual que el manganeso, promueve la segregación de P a límites de grano [44], por lo cual resultaría perjudicial.

b3-4) Efecto del Níquel

La Norma NACE MR0175-90 [35] establece que, para aceros al carbono de baja aleación, el contenido de Ni no debe exceder el 1%. Estas recomendaciones están basadas en trabajos [45] que indican que a porcentajes superiores a ese se observa una disminución de la resistencia a la SSC.

Por su parte, otros autores [46], encuentran que adiciones de Ni por debajo del 2% no producen efectos perjudiciales sobre la resistencia al SSC. Debe hacerse notar que el modo de evaluación de la susceptibilidad a la SSC en uno y otro caso ha sido llevada a cabo mediante distinto tipo de ensayo, lo cual justificaría las diferencias.

b3-5) Efecto del Cromo

El cromo produce endurecimiento por solución sólida e incrementa la templabilidad. Hay contradicciones respecto del efecto que su adición produce sobre la SSC.

b3-6) Efecto del Molibdeno

El molibdeno, que incrementa la templabilidad de un acero, permite aumentar la temperatura de revenido y endurece por solución sólida, previniendo además la segregación de elementos fragilizadores a borde de grano austenítico [6]. Es por esto que su adición mejora la resistencia a la SSC.

b3-7) Efecto del Niobio y el Titanio

El Nb produce un refinamiento de la microestructura que es beneficioso. Forma carburos del tipo MC, que actúan como trampas para el hidrógeno [32]. Por otra parte, con un adecuado diseño de la aleación y de los tratamientos termomecánicos es posible lograr que cierta cantidad de Nb

se mantenga en solución sólida y precipite durante el revenido. Esto permite alcanzar tensiones de fluencia mayores utilizando temperaturas de revenido más altas.

La adición conjunta de Nb y Ti posee un efecto sinérgico. El uso simultáneo de ambos aleantes produce carbonitruros finos, que controlan el crecimiento del grano austenítico y dan lugar a una martensita revenida fina y homogénea [9].

Algunos autores consideran que el rol fundamental del Ti es fijar el Nitrógeno, impidiendo la precipitación del Boro en los aceros a los cuales se incorpora este aleante para aumentar la templabilidad [40].

b3-8) Efecto del Boro

La adición de B incrementa la templabilidad pues, al segregarse a borde de grano, retrasa la transformación martensita→ferrita.

Para que el B se encuentre en solución sólida es necesario evitar su precipitación como nitruro, lo que se logra mediante la adición de elementos fijadores del N, como lo son Ti o Al [9].

El incremento de la templabilidad debido a la adición de B permite disminuir la concentración de Mn, lo cual resulta beneficioso para la performance en medio sulfídrico.

Sin embargo, se ha encontrado que el agregado de B retarda la recuperación y recristalización cuando el acero es revenido a alta temperatura [47].

b3-9) Efecto del Vanadio

Algunos autores [41] han encontrado que el endurecimiento por precipitación que produce el agregado de pequeñas cantidades de V a los aceros al Cr-Mo, permite incrementar la resistencia mecánica de los mismos sin disminución de la resistencia al SSC.

Los aceros endurecidos al V requieren de una mayor temperatura de revenido para lograr un determinado nivel de resistencia mecánica, dando como resultado una menor densidad de dislocaciones, lo cual contribuye a mejorar la resistencia a la SSC [9].

b3-10) Efecto de otros elementos

Hay acuerdo generalizado en que los elementos residuales (principalmente S, P, As, Sb) deben ser mantenidos tan bajos como sea posible.

En particular, el P segregado al borde de grano austenítico previo actuaría como un veneno para la recombinación del hidrógeno y contribuiría a la decohesión intergranular [9].

En general, las condiciones que promueven fragilización por revenido son promotoras de la SSC [6].

CAPÍTULO 2

EVALUACIÓN DE LA SUSCEPTIBILIDAD A LA SSC

2-1 Métodos de evaluación

A fin de desarrollar materiales aptos para el servicio en medios donde pueda ocurrir SSC, es imprescindible la determinación de susceptibilidad.

Numerosos son los métodos para evaluarla que pueden encontrarse en la literatura. A fin de normalizar este tipo de ensayos la National Association of Corrosion Engineers (NACE) ha establecido la Norma TM-0177-90 [12].

En dicha Norma se proponen y describen cuatro métodos de evaluación:

↳ **Método A (NACE Standard Tensile Test) o método de tracción**

En este método, una probeta cilíndrica del material, inmersa en el medio de ensayo, es sometida a una carga de tracción uniaxial.

La determinación de susceptibilidad a la SSC se basa en un criterio de falla-no falla. Cargando varias probetas del mismo material a distintos niveles de tensión y determinando cual es la mayor tensión que soporta el material sin rotura en un lapso de 30 días, es posible obtener una tensión umbral que resultará una medida de la susceptibilidad a la SSC.

Es de amplia utilización, en general el requerimiento para un producto tubular es que resista una tensión prefijada durante 30 días.

↳ **Método B (NACE Standard Bent Beam Test)**

Se utilizan en este caso probetas planas flexionadas en tres puntos, a las cuales se le maquinan dos pequeños orificios que actúan como concentradores de tensiones.

En este ensayo la susceptibilidad es expresada mediante la tensión crítica Sc , que es la tensión a la cual la probabilidad de falla (interpretándose como falla la fisuración de la probeta) bajo las condiciones de ensayo es del 50%. La duración del ensayo es de 30 días.

Las pequeñas dimensiones de la probeta hacen que este método sea el más adecuado para ensayar materiales delgados o zonas localizadas.

↳ **Método C (NACE Standard C-Ring Test)**

Este ensayo ha sido diseñado para la evaluación de trozos de tubos, se utiliza una probeta en forma de anillo C no entallada que se solicita en forma circunferencial.

Al igual que en el método A se toma como valor umbral la mayor carga para la cual no se produce rotura del material en un ensayo de 30 días.

↳ **Método D (NACE Standard Double-Cantilever-Beam Test) o ensayo DCB**

Es un ensayo fractomecánico que permite medir la susceptibilidad de un material a la SSC, expresada en términos de un factor de intensidad de tensiones crítico. El método provee entonces de un valor numérico de la susceptibilidad sin necesidad de evaluaciones falla-no falla. La duración del ensayo es de 14 días para aceros al carbono de baja aleación.

Todos estos métodos son considerados severos y acelerados, según se expresa en la propia Norma.

Por otra parte, las características particulares de cada ensayo, básicamente en lo que hace al tipo de sollicitación mecánica sobre el material, llevan a que no necesariamente los valores característicos obtenidos en cada uno de ellos para un material dado correlacionen entre si [48].

La Federación Europea de Corrosión ha publicado una guía [49] en la cual incorpora los métodos anteriores (con algunas modificaciones o adiciones) y agrega el ensayo de Slow Strain Rate (SSRT), como método E. Este ensayo es esencialmente una tracción a velocidad de deformación constante, con velocidades de deformación en el rango de 10^{-7} a 10^{-4} seg^{-1} [50].

2-2 El método D

El ensayo DCB presenta algunas características que han provocado la difusión del mismo en los últimos años. Es posible aplicar el resultado obtenido al diseño, teniendo en cuenta el mínimo tamaño de defecto detectable.

Otras ventajas del método [51-52] son: su no dependencia de la iniciación de la fisuración, dado que se parte de una probeta prefisurada, el corto tiempo de ensayo comparado con los restantes métodos y el hecho de que requiere el mínimo costo para obtener un valor numérico de la susceptibilidad de una aleación cuya resistencia a la SSC se desconozca.

Estas características hacen del método D una herramienta de singular importancia como etapa del desarrollo de materiales aptos para desenvolverse en medios ricos en H_2S y es el que se adoptado en este trabajo para la determinación de susceptibilidad a la SSC.

2-2-1 Principales características del método

Probeta:

La probeta utilizada, denominada Double Cantilever Beam (DCB), se muestra en la Figura 2.1. Para la probeta DCB standard, el espesor es de 0.375" (9.5 mm). En el caso de que el espesor del material no sea suficiente para obtener este tipo de probeta pueden usarse espesores opcionales de 0.25" o 0.188", manteniendo las demás dimensiones y también la relación de entallado.

El maquinado de las probetas debe ser realizado evitando sobrecalentamientos y trabajado en frío, fundamentalmente en la zona de

las entallas laterales, dado que estos factores pueden modificar la performance del material.

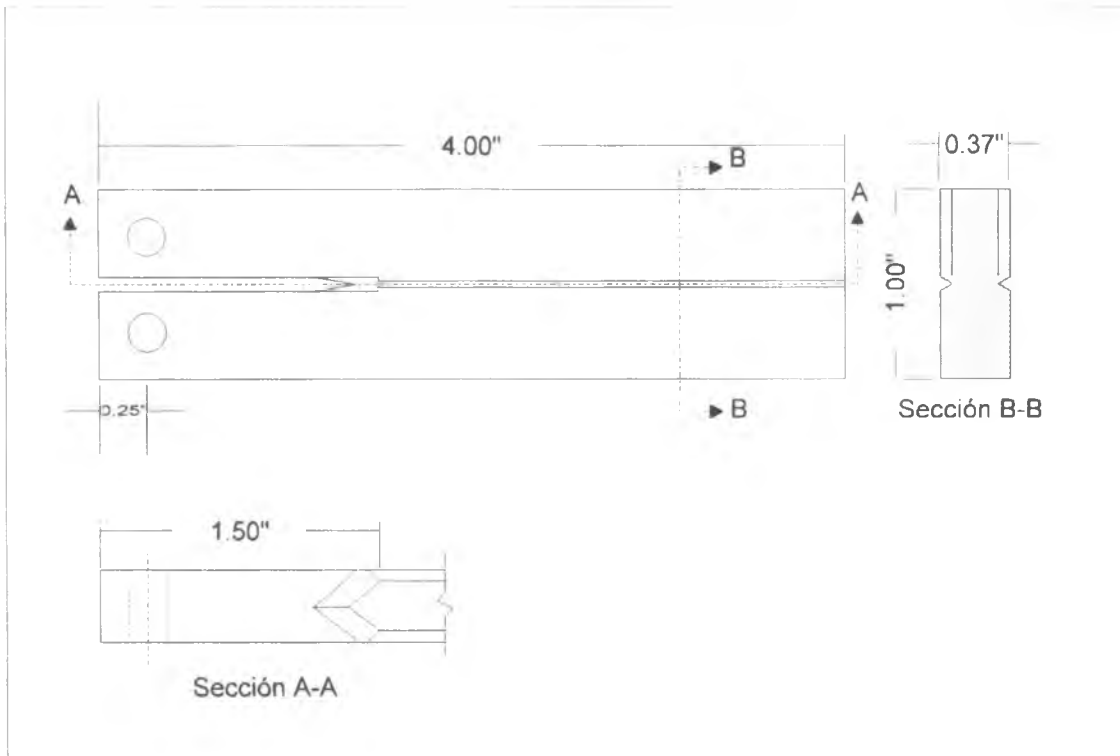


Figura 2-1-Principales dimensiones de la Probeta DCB

La carga de la probeta, se lleva a cabo por inserción de una cuña entre los brazos de la misma. La longitud de la cuña es tal que la línea de carga coincide con la pasante por los centros de los agujeros maquinados en los brazos de la probeta. Su espesor es seleccionado acorde al tipo y grado del material en ensayo y determina el factor de intensidad de tensiones inicial a que es sometido el material. Dado que este factor de intensidad de tensiones podría tener efecto sobre el K_{ISSC} [48, 51] la norma determina los rangos utilizables en cada caso.

Prefisuración:

La Norma sugiere que las probetas sean prefisuradas con carga controlada, fijando cargas máximas y mínimas admisibles durante este proceso para la probeta DCB standard. Se debe evitar además que el factor de intensidad de tensiones máximo durante el prefisurado supere cierto porcentaje del factor de intensidad de tensiones aplicado a la probeta al insertar la cuña (K_{I0}).

Solución de ensayo

Se trata de una solución al 5% en peso de NaCl y 0.5% en peso de HCH₃COO, en agua destilada o deionizada. El pH de esta solución es del orden de 2.7.

La Federación Europea de Corrosión propone [49] la utilización de soluciones diferentes a la anterior, con pH de 3.5 o 4.5 según se deseen reproducir condiciones de pozo gasífero o petrolífero, respectivamente. La solución base consiste de 50 gL⁻¹ de NaCl y 4 gL⁻¹ de CH₃COONa en agua destilada o deionizada, el ajuste de pH se realiza con HCl o NaOH.

El volumen de solución por probeta debe estar entre 10 y 15 ml/cm² de área de probeta.

Dado que el oxígeno actúa como inhibidor [53], es necesario asegurar el deaerado de la solución de ensayo, lo cual se realiza por desplazamiento con un gas inerte.

2-2-2 De la implementación del método

El parámetro K_{ISSC} , factor de intensidad de tensiones crítico en medio sulfídrico, se calcula para cada probeta ensayada por aplicación de la ecuación de Heady, que se transcribe en la Norma. Dicha ecuación es:

$$K_{ISSC} = \frac{Pa(\sqrt{12} + 2.38(h/a))(B/Bn)^{0.5774}}{Bh^{1.5}}$$

siendo:

- P carga final aplicada a la probeta por medio de la cuña.
- a longitud de la fisura (medida desde la línea de carga) al finalizar el ensayo.
- 2h altura de la probeta DCB.
- B espesor de la probeta.
- Bn espesor de la probeta, medido entre entallas laterales.

A fin de determinar el parámetro buscado es necesario proceder a la medición o determinación de las variables anteriores. El equipamiento utilizado a tal efecto se describe en el Apéndice 1.

Respecto del modo de ejecución de los ensayos, estos se han realizado siguiendo la Norma NACE TM0177-90. Esta es explícita en cuanto a los distintos pasos a seguir para la realización del ensayo y por esa razón los mismos no se transcriben en este trabajo.

Sin embargo dada su importancia, y teniendo en cuenta que en la TM0177-90 sólo se hace alusión a ellas, describiremos con cierto detalle dos etapas del ensayo: la de prefisurado y la de determinación de la carga final.

2-2-2-a) Prefisuración

A efectos de determinar las condiciones de prefisuración se han tomado en cuenta dos consideraciones:

- ❶ por indicación de la Norma, el $K_{I\text{MAX}}$ (valor máximo del factor de intensidad de tensiones impartido durante el prefisurado) no deberá ser superior al 70% del K_{I0} (valor del factor de intensidad de tensiones aplicado al cargar la probeta con la cuña). Además, la carga durante prefisurado no deberá ser superior a 700 lbs ni inferior a 70 lbs.
- ❷ trabajos anteriores realizados con probetas DCB [15] han mostrado la necesidad de utilizar valores bajos de la relación carga máxima a carga mínima durante el prefisurado (recomendándose el valor de 0.15).

En base a lo anterior, y conocidas las ecuaciones de compliancia [16] y factor de intensidad de tensiones [12] para la probeta es posible definir las condiciones de prefisurado de modo de cumplir en forma simultánea con ambos requerimientos. Por razones conservativas se utilizan valores máximos de K_I durante el prefisurado que no superen el 60% del K_{I0} , mientras que, por características de la máquina prefisuradora, se toma como relación de carga mínima a máxima el valor de 0.20. La velocidad de trabajo es de 1300 rpm.

A fin de explicitar el procedimiento utilizado para la determinación de dichas condiciones, en el Apéndice 2 se incluye el cálculo de las mismas para un acero de grado 90.

Las características de la máquina utilizada para prefisurar hacen que la variación de la carga en el tiempo sea aproximadamente sinusoidal, tal como se aprecia en la Figura 2.2. La gráfica corresponde al prefisurado

de una probeta DCB standard de acero con $YS=120$ Ksi y es posible observar el decrecimiento de la carga a medida que la fisura avanza.

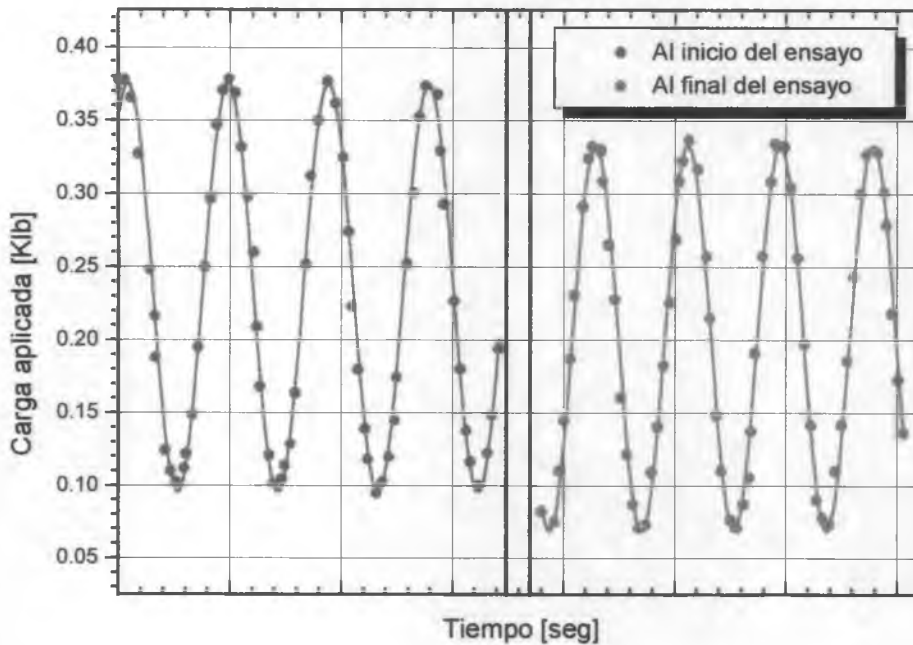


Figura 2.2-Caida de la carga entre inicio y fin de prefisuración

2-2-2-b)Determinación de la carga final

La carga que ejerce la cuña sobre la probeta en el instante final del ensayo es uno de los variables involucradas en el cálculo del factor de intensidades crítico $K_{I,SSC}$. Por ello y previo a la rotura de la probeta para exponer y medir la fisura que ha crecido por SSC, es necesario proceder a la determinación de dicha carga. La misma se realiza obteniendo la llamada curva Lift-off de la probeta, que no es otra cosa que la curva carga-desplazamiento obtenida al someter la misma a tracción.

El cambio de pendiente observado al separarse probeta y cuña, permite determinar la carga final por intersección de las rectas correspondientes a cada tramo de la curva. Han sido reportado problemas en la obtención de la carga final mediante la utilización de la curva lift-off [54] (debido a la aparición de fuerzas de adhesión cuña-probeta, holguras entre los pines de sujeción y los agujeros de la DCB o ausencia de un cambio de pendiente abrupto); estos no se han observado en los ensayos realizados en el presente trabajo.

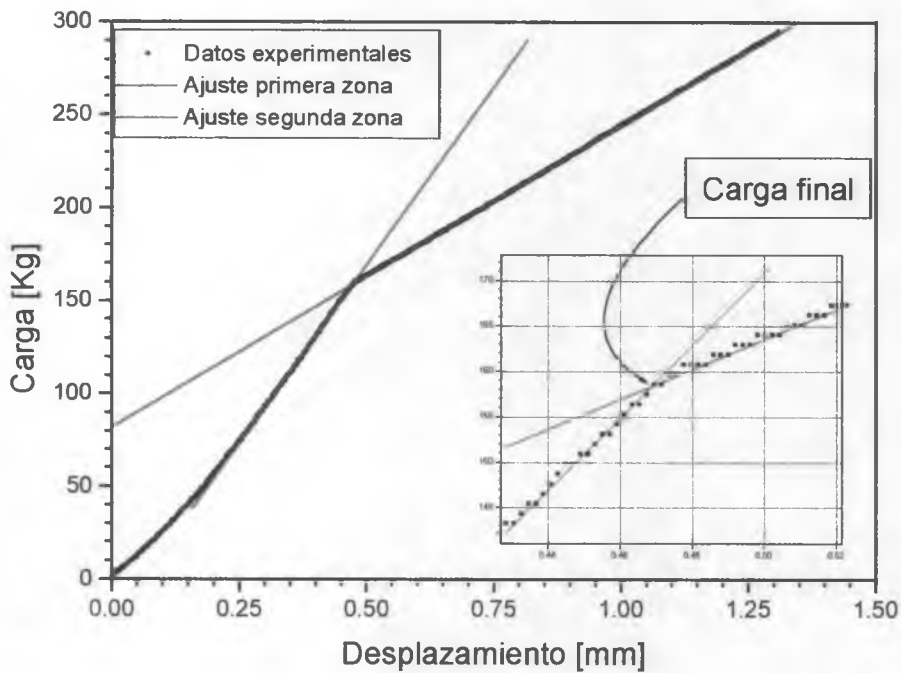


Figura 2.3-Curva Lift-off típica

El arreglo experimental utilizado para la obtención de las curvas lift-off se esquematiza en la figura a continuación.

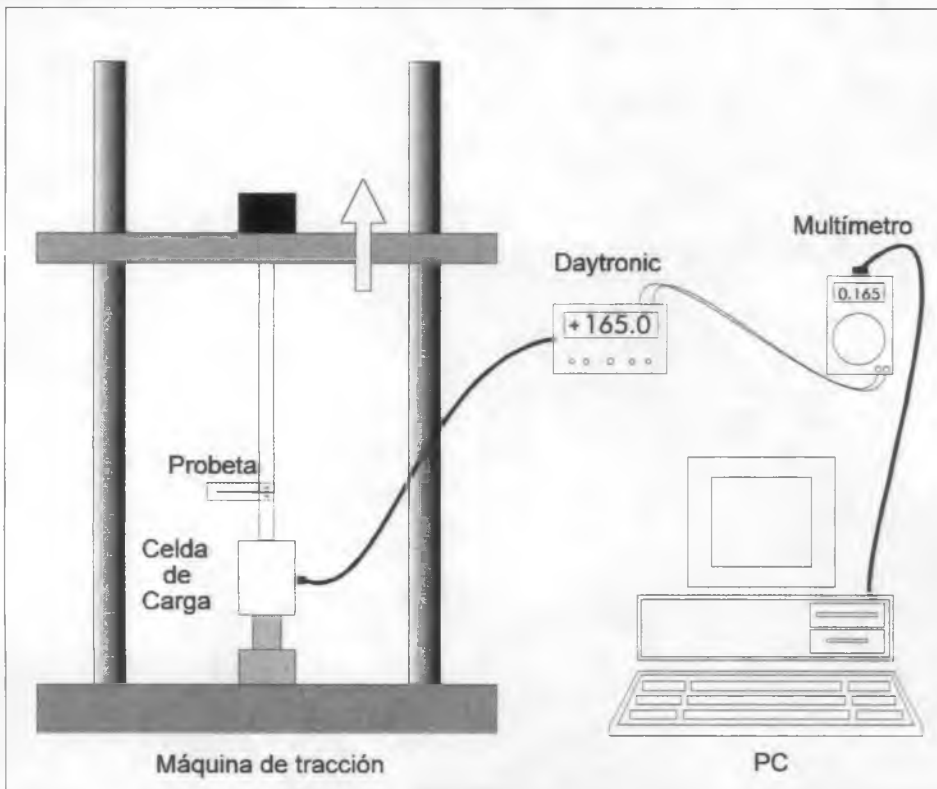


Figura 2.4-Arreglo experimental para obtener la curva Lift-off

2-2-3 Utilización de probetas DCB de espesor reducido

Acorde a la Norma, la ecuación a utilizar para la evaluación del K_{ISSC} en el caso de ensayar probetas DCB de espesor distinto al standard es la misma, es decir la ecuación de Heady [13].

Es conocido el efecto del espesor de probeta en los ensayos de determinación del factor de intensidad de tensiones crítico en aire. Para considerar como valor crítico al K obtenido deberá cumplirse la condición de plain-strain:

$$\frac{B}{(K_I / \sigma_{ys})^2} \geq Q$$

siendo B el espesor de la probeta, σ_{ys} la tensión de fluencia del material y Q adopta el valor empírico de 2.5 en el caso de probetas sin entallas laterales.

En el caso de probetas de espesor menor al que cumpla esta condición, el factor de intensidad de tensiones obtenido resultará superior al crítico.

En la Norma NACE TM0177-90 no se incluye una condición que considere la situación anterior. Gourlie [55] encuentra que el no cumplimiento de la condición de plain strain no influye en los resultados del ensayo, lo cual avalaría la omisión anterior. Debe notarse que la ecuación anterior no fue construida para el caso de fisuración inducida por el medio [13].

Otros autores, como Asahi [48], encuentran dependencia de los resultados del ensayo con el espesor de la probeta. Además, en la revisión propuesta en 1994 a la Norma TM0177-90 [56], se expresa que varios autores, ensayando probetas de espesor reducido, han obtenido valores del factor de intensidades crítico menores que los correspondientes a probetas standard.

La ejecución del ensayo DCB sobre probetas de espesor reducido es, en todas sus etapas, análogo al ya descrito para probetas standard. Merece, sin embargo, consideración particular la etapa de prefisuración de dichas probetas:

Para determinar las condiciones de prefisuración a imponer en el caso de probetas DCB de espesor reducido ($B=0.188"$), teniendo en cuenta que el

control se realiza por carga, sería necesario conocer una expresión para la compliancia de dicha probeta.

Para la probeta DCB standard ($B=0.375''$) el cálculo de las condiciones de prefisurado fue realizado utilizando una expresión de compliancia [16] válida sólo para ese tipo de probetas puesto que fue obtenida en forma experimental. Dado que trabajos anteriores [15], mostraron que el término CEB (siendo C la compliancia de la probeta, E el módulo de Young del material y B el espesor de probeta) era independiente de B, se extendió el uso de la expresión usada para probetas standard y se la utilizó para probetas de espesor reducido.

Las condiciones de prefisurado para probetas DCB de espesor reducido se determinan, entonces, por aplicación de la rutina de cálculo mostrada en el Apéndice 2, considerando la geometría de la probeta fina.

CAPÍTULO 3

EVALUACIÓN DE LA SUSCEPTIBILIDAD A LA SSC. RESULTADOS EXPERIMENTALES

3-1 Organización del capítulo:

El ensayo de la probeta DCB fue utilizado para la construcción de una base de datos que permitiese comprobar la influencia de distintas variables en la susceptibilidad al Sulfide Stress Cracking de los aceros al carbono de baja aleación y alta resistencia mecánica (HSLA steels).

Se presentan y analizan los resultados obtenidos al conformar la base de datos (Parte A), como también los resultados obtenidos al estudiar la microestructura de algunos materiales de la misma seleccionados en función de su comportamiento (Parte C). Además, se estudia la influencia del espesor de la probeta DCB sobre el factor de intensidad de tensiones (Parte B).

Parte A: Construcción de una base de datos

3-A-2 Materiales ensayados

Con objeto de conocer su susceptibilidad a la SSC, aceros al carbono de baja aleación con distinto tenor de microaleantes (Nb y B) y distintas condiciones de tratamiento térmico de temple y revenido, fueron ensayados siguiendo el método D de la Norma NACE TM0177-90, utilizando probetas DCB de espesor standard, prefisuradas acorde al procedimiento señalado en el capítulo anterior.

En función de las condiciones de tratamiento térmico, pueden ser clasificados en dos grupos:

- ↳ Materiales cuyo tratamiento térmico consistió en austenizado, seguido de temple por aspersion exterior con agua y revenido. Identificaremos a estos materiales como **(T+R)**.
- ↳ Materiales que tras ser sometidos al tratamiento anterior fueron re-austenizados, templados por inmersión en agua con agitación y revenidos. Se identifican como **D(T+R)**.

3-A-2- Caracterización de los materiales ensayados

Todos los materiales fueron sometidos a los siguientes análisis:

a) Composición química: mediante la utilización del equipamiento señalado en el apartado 6 del Apéndice 1.

b) Propiedades mecánicas: dureza, tensión de fluencia y UTS. Se utilizaron los equipos citados en el apartado 5 del Apéndice 1. Las curvas de tracción se realizaron por duplicado usando miniprobetas de sección circular, con un diámetro de 4 mm y una longitud calibrada de 25 mm.

c) Determinación de tamaño de grano austenítico previo: probetas metalográficas tomadas de las DCB ya ensayadas fueron pulidas hasta pasta de diamante 1 μm . Se atacaron con solución de ácido pícrico en agua con adición de un agente tensioactivo para favorecer el mojado, a 60°C durante aproximadamente 1 minuto. La medición se realizó en el banco metalográfico LEITZ Wetzlar, a 200X, haciendo uso de la capacidad del mismo para proyectar la imagen de la muestra sobre pantalla. La correlación entre las dimensiones observadas en pantalla y las reales en la muestra se logró por proyección de un patrón de medida. Mediante el conteo del número de intersecciones entre el eje X del proyector y los bordes de grano austenítico previo (GAP), y por utilización de la tabla 2, Norma ASTM E 112-88 (Standard Test for Determining Average Grain Size) fue determinado el tamaño de grano austenítico previo (TGAP).

d) Microestructura: Los materiales fueron estudiados vía microscopía óptica y electrónica de barrido. Aquellos materiales que presentaron una performance alejada de la tendencia establecida por la mayoría fueron estudiados con mayor profundidad, al igual que materiales con doble tratamiento térmico (Parte C).

Resultados de la caracterización:

En la Tabla 3.1 se presentan las composiciones químicas de los aceros ensayados, con tenores de carbono que van de 0.23 a 0.29%. Algunos son microaleados al Nb y se observa también la adición de B, a fin de aumentar la templeabilidad.

Número	Identificación	%C x102	%Mn x102	%S x103	%P x103	%Si x102	%Cr x102	%Mo x102	%Al x103	%Nb x103	%N x104	%O x104	%Ti x103	%B x104
1	J1	28	48	6	11	31	93	46	47	30	51	14	12	10
2	rh31	24	51	4	11	25	98	52	28	3	60	23	3	1
3	T52	23	48	1	11	25	91	52	21	4	88	25	3	2
4	H28	25	50	1	10	26	93	52	24	3	60	21	37	15
5	T53	25	49	1	9	24	91	51	26	3	68	12	3	1
6	T54	23	51	1	11	24	92	51	26	2	57	17	41	15
7	S92	25	43	5	7	32	90	45	73	25	56	30	28	14
8	H31	24	51	4	11	25	98	52	28	3	60	23	3	1
9	TB54	27	55	3	10	27	96	52	28	3	76	14	4	1
10	r54	23	51	1	11	24	92	51	26	2	57	17	41	15
11	H30	25	50	1	9	26	95	53	26	4	50	19	4	1
12	H29	25	50	1	11	26	95	52	22	3	58	21	2	1
13	H46	24	53	1	10	24	94	52	14	4	87	13	3	1
14	89-7	26	48	2	11	26	93	66	38	32	63	13	4	1
15	T73	29	51	2	11	24	94	72	35	24	45	25	34	1
16	T2	27	49	2	11	26	93	67	39	34	59	17	3	1
17	89-6.8	26	48	2	12	26	94	66	38	32	61	16	5	1
18	H92	27	45	1	10	27	91	67	34	30	75	24	3	1
19	TB73	24	50	2	10	25	92	67	21	26	71	22	3	2
20	A65	23	50	1	9	24	94	67	17	26	70	24	3	2
50	S1	24	54	3	10	27	94	51	23	4	54	20	43	13
51	SC	23	46	2	12	20	90	50	26	4	53	18	3	1
52	S2	24	50	1	9	26	93	50	27	4	60	17	40	14

Tabla 1 - Composición química de los aceros ensayados

En la Tabla 3.2 se resumen las propiedades mecánicas así como el tamaño de grano austenítico previo observado. Se han ensayado aceros con tensión de fluencia entre 95.4 y 126.5 Ksi, en tanto que las UTS variaron entre 109.6 y 137.7 Ksi. Los valores extremos de dureza observados fueron 19.5 y 29.5, y los tamaños de grano austenítico variaron entre 8 y 32 μm .

Número	Identificación	Tratam. Térmico	Fluencia (Ksi)	UTS (Ksi)	Dureza (Rc)	TGAP (μm)
1	j1	(T+R)	95,4	110,8	22	18
2	rh31	D(T+R)	95,5	109,6	20	20
3	T52	(T+R)	96,4	112,9	19,5	21
4	H28	(T+R)	97	111	20,5	17
5	T53	(T+R)	98,6	114,4	20,5	17
6	T54	(T+R)	99,3	113,5	20,5	21
7	s92	(T+R)	99,7	112	21,6	18
8	H31	(T+R)	100,5	116,9	21	19
9	TB54	(T+R)	101,4	117,8	21	17
10	rt54	D(T+R)	102	113,8	22	20
11	H30	(T+R)	102,3	118,9	22	25
12	H29	(T+R)	102,7	118,8	22	19
13	H46	(T+R)	103,6	119,7	23	17
14	89-7	D(T+R)	104,2	114,9	24,5	8
15	T73	(T+R)	104,3	118,5	22	11
16	T2	(T+R)	106	121	22,5	11
17	89-6.8	D(T+R)	114,2	125,3	25,5	8
18	H92	(T+R)	116,2	129,4	26	11
19	TB73	(T+R)	120,4	131,2	26,5	11
20	A65	(T+R)	126,5	137,7	29,5	11
50	S1	(T+R)	96	111.7	22	32
51	SC	(T+R)	95.5	111.6	22.5	20
52	S2	(T+R)	96.4	111.8	21	24

Tabla 3.2-Propiedades mecánicas y TGAP de los aceros ensayados

3-A-3- Ensayos DCB: Resultados

Los valores promedio de K_{ISSC} obtenidos para cada material se muestran en la Tabla 3.3. Los valores del factor de intensidad de tensiones de cada una de las probetas se detallan en el Apéndice 3. En la Tabla 3.3 se incluyen también las características geométricas del tubo del cual fueron extraídas las probetas, pues éstas pueden influir sobre la eficiencia del tratamiento térmico y la homogeneidad del material.

Los ensayos han sido realizados por triplicado como se especifica en la Norma, salvo en los siguientes casos:

89-68 (17): si bien el ensayo se realizó por triplicado, dos de las probetas fueron destinadas otros ensayos, previo a la determinación del K_{ISSC} , por lo cual esas probetas no fueron consideradas

J1(1), H31(8), T2(16), S1(50), SC(51) y S2(52): materiales para los cuales a fin de estudiar reproducibilidad se efectuó más de un ensayo (vease Apéndice 3).

Número	Identificación	Fluencia (Ksi)	$K_{ISSC}(pr)$ (Ksi in ^{0.5})	Diam. Ext. (in)	Espesor (mm)
1	j1	95.4	39.9	7	18.5
2	rh31	95.5	38.7	9 5/8	13.84
3	T52	96.4	39.8	9 5/8	12
4	H28	97	31.9	9 5/8	23
5	T53	98.6	35.6	9 5/8	12
6	T54	99.3	30.7	9 5/8	26.5
7	s92	99.7	39.1	7 3/4	15.5
8	H31	100.5	30.6	9 5/8	13.84
9	TB54	101.4	34	9 5/8	12
10	rt54	102	31.2	9 5/8	26.5
11	H30	102.3	34.9	9 5/8	13.84
12	H29	102.7	32.38	9 5/8	13.84
13	H46	103.6	29.6	7	11.5
14	89-7	104.2	29.3	9 5/8	13.84
15	T73	104.3	30.1	4 1/4	20
16	T2	106	27.5	9 5/8	13.84
17	89-6.8	114.2	24.8	9 5/8	13.84
18	H92	116.2	22.4	7	11.5
19	TB73	120.4	22.9	9 5/8	12
20	A65	126.5	19.9	4	16
50	S1	96	27.8	8	25.4
51	SC	95.5	28.4	7	12
52	S2	96.4	29.5	8	25.4

Tabla 3.3-Valores de K_{ISSC} obtenidos

Para la construcción de la base de datos se ensayó un total de 91 probetas DCB standard.

3-A-4-Análisis de resultados

Graficando los valores de K_{ISSC} en función de la tensión de fluencia, UTS y dureza (Figuras 3.1 a 3.3), se observa la tendencia a la disminución del

factor de intensidad de tensiones crítico en el medio, es decir un aumento de la susceptibilidad a la SSC, a medida que se incrementa la resistencia mecánica de los materiales ensayados.

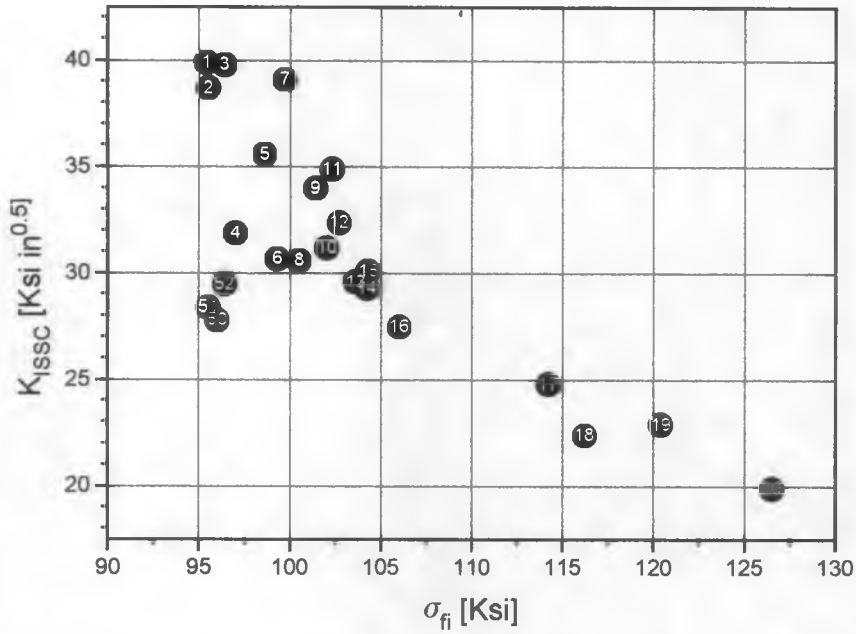


Figura 3.1-Factor de intensidad de tensiones crítico vs tensión de fluencia

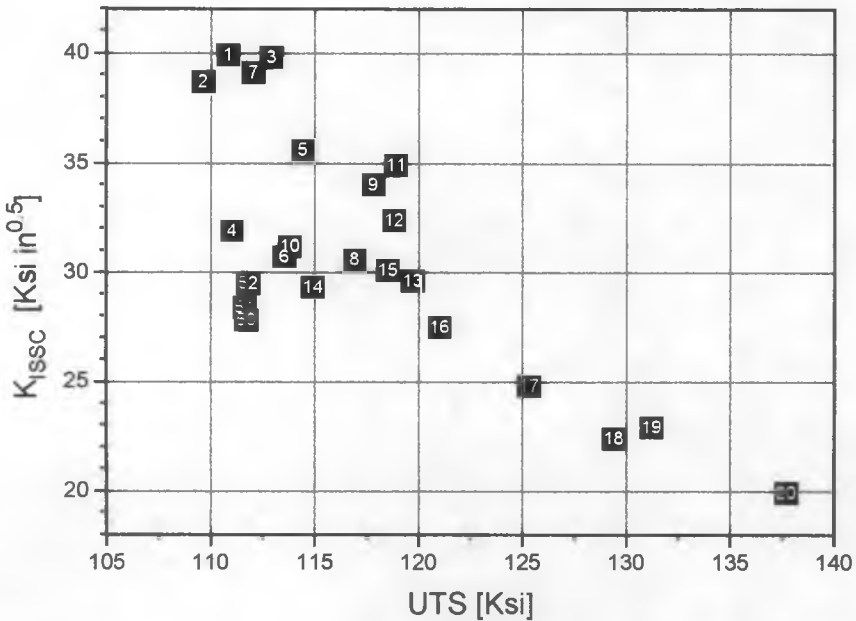


Figura 3.2-Factor de intensidad de tensiones crítico vs UTS

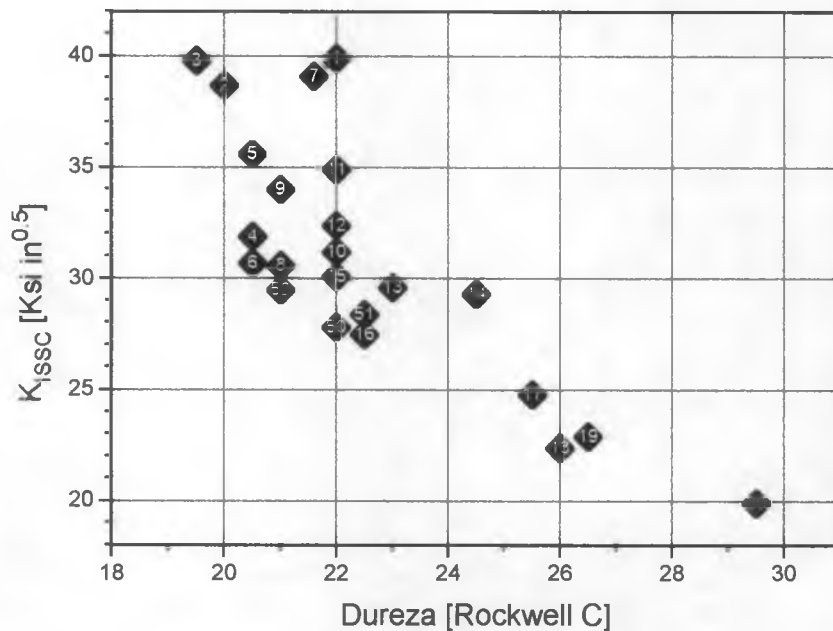


Figura 3.3-Factor de intensidad de tensiones crítico vs Dureza

En las figuras anteriores se observa que materiales con resistencia mecánica similar presentan diferencias importantes en sus valores promedio de K_{ISSC} , lo cual implica que no es ésta la única variable que influye sobre la performance del material en medio sulfídrico. Los cambios en la composición química, la diferente geometría de los tubos a partir de los cuales fueron tomadas las probetas ensayadas, las características de tratamiento térmico, influyen sobre la microestructura del material y por ende, sobre su susceptibilidad en medio sulfídrico.

Tomando en adelante a la tensión de fluencia como medida de la resistencia mecánica de los materiales ensayados, es posible ajustar los valores determinados de resistencia a la SSC en función de dicha variable. En el ajuste realizado no han sido considerados los materiales S1, SC y S2 (50 a 52), por presentar valores singularmente bajos para su tensión de fluencia. La razón de este comportamiento se analiza en la parte C.

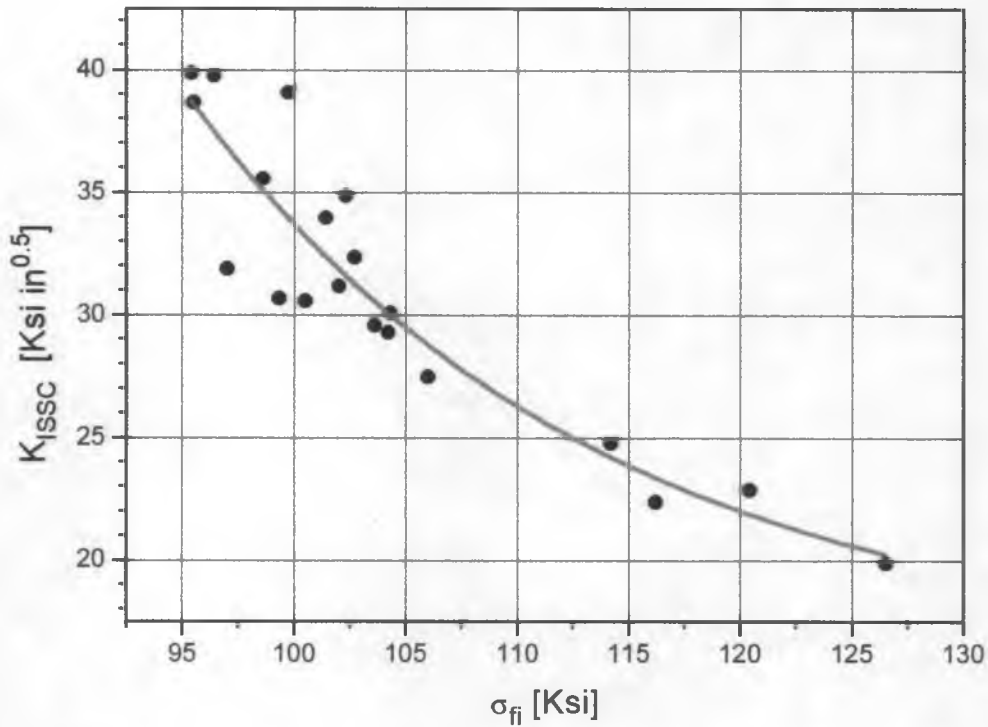


Figura 3.4-Ajuste de los valores de susceptibilidad

El ajuste realizado fue de tipo exponencial, correspondiendo la curva a la ecuación:

$$K_{ISSC} = 16.12 + 20.25 \exp(-(\sigma_{fi} - 97.44) / 18.31) \quad (1)$$

También se ha realizado el mismo tipo de ajuste considerando sólo a los del grupo (T+R)(excluyendo a los materiales S1, SC y S2), obteniéndose:

$$K_{ISSC} = 15.24 + 21.62 \exp(-(\sigma_{fi} - 97.03) / 19.69) \quad (2)$$

Efecto del espesor del material

Una de las características del material que juega un rol importante durante el temple es el espesor de la pieza, tornándose el mismo más dificultoso (para una química dada) para espesores crecientes. En la Figura 3.5 se han representado los valores de K_{ISSC} obtenidos para los materiales tomados de tubos templados por aspersion exterior, con

espesores entre 20 y 26.5mm, y se los compara con el ajuste dado por la ecuación (2). Aún cuando los materiales H28 (4), T54 (6), S1 (50) y S2 (52) contienen Boro, lo que incrementa su templabilidad, se observa una susceptibilidad a la SSC superior a la que predice el ajuste realizado, salvo en el caso del material de menor espesor.

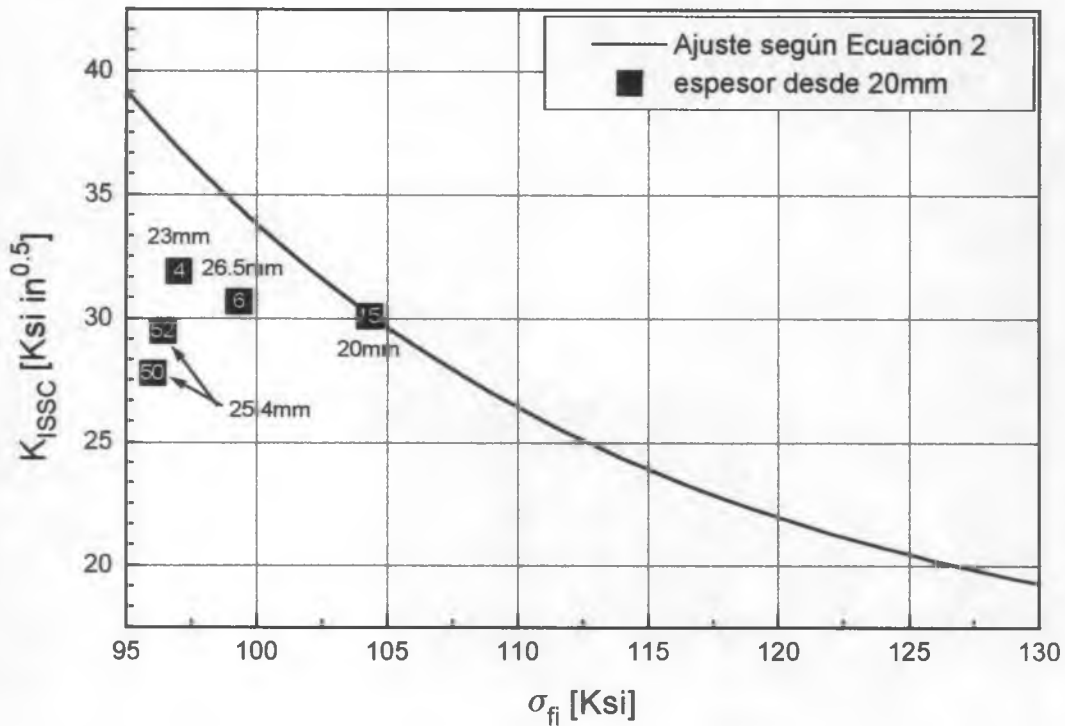


Figura 3.5-Influencia del espesor del tubo

Efecto de las condiciones de tratamiento térmico

Entre los materiales que componen la base de datos, algunos han sido sometidos a un segundo tratamiento de austenizado, temple y revenido (los del grupo D(T+R)). Para estos materiales es posible presumir una eficiencia superior del segundo temple dado que este es realizado por inmersión en agua con agitación, mientras que los materiales con un sólo tratamiento son templados por aspersion. Si nos basamos en el criterio ampliamente aceptado acerca de que se lograría la mejor performance de un acero en medio sulfídrico si la microestructura del mismo correspondiese completamente a martensita revenida, sería esperable encontrar mayor valor de K_{ISSC} en el caso de los materiales con doble

tratamiento térmico, dado que para los mismos la severidad del temple es mayor. Por otra parte existe la creencia de que un doble temple y revenido mejoraría la performance de un material para el servicio en medio sulfídrico.

Para comprobar estos posibles efectos se compararon los valores de K_{ISSC} obtenidos para los materiales del grupo D(T+R) contra el ajuste dado por la ecuación (2) para materiales con un sólo tratamiento, no detectándose diferencias. La microestructura de dos de estos materiales se estudia en la parte C.

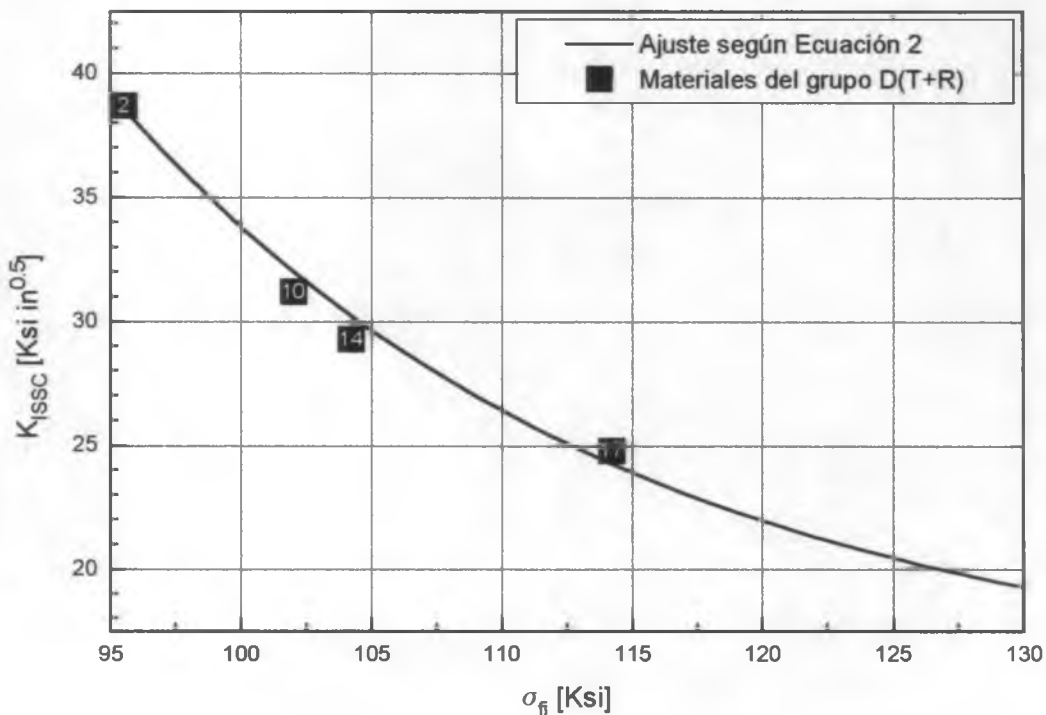


Figura 3.6-influencia de las condiciones de tratamiento térmico

Efecto del tamaño de grano austenítico previo

Respecto de su TGAP los materiales analizados pueden agruparse en:

- a) aquellos cuyo TGAP promedio es inferior a 15 micrones
- b) los que tienen un TGAP promedio entre 15 y 20 micrones
- c) los de TGAP promedio superior a 20 micrones

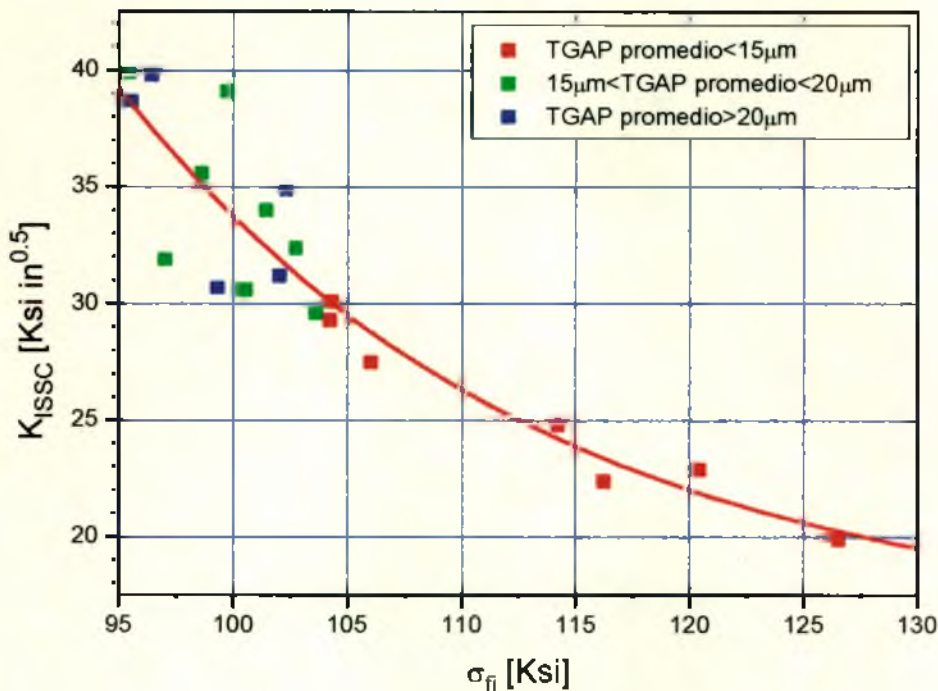


Figura 3.7-Influencia del TGAP (1)

No se observa una relación entre la posición relativa de la susceptibilidad de un material dado, determinada por el Método D, respecto de la curva de ajuste y el tamaño de grano de ese material, dentro del rango de tamaños ensayados.

Para ese rango (8 a 25 μm), la susceptibilidad es determinada por la microestructura final del material.

En ensayos tales como el SSRT se ha encontrado un mayor efecto del TGAP sobre la susceptibilidad [57]

A fin de analizar el comportamiento de un material con un tamaño de grano austenítico previo considerablemente mayor a los ensayados, un trozo del material T2 (16) fue sometido a un segundo tratamiento térmico consistente en:

- Austenizado a 1100°C durante 50 minutos
- Templado en agua con agitación
- Revenido a 700°C durante 75 minutos

El tamaño de grano austenítico previo promedio de este material resultó del orden de los 60 micrones. El valor de $K_{I,SSC}$ obtenido fue de 28.2 Ksi $\text{in}^{0.5}$ con una tensión de fluencia de 96 Ksi.

Este valor es marcadamente menor que el esperable del ajuste (ecuación 1) (Figura 3.8).

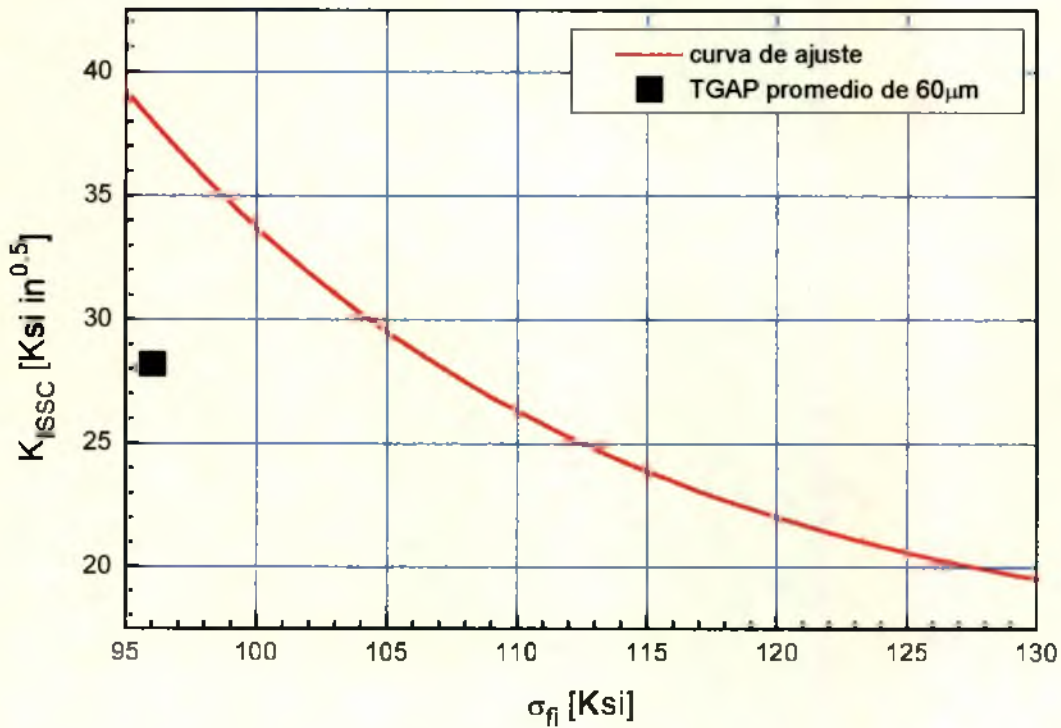


Figura 3.8-Influencia del TGAP (2)

Esto es indicativo de que un crecimiento excesivo del grano austenítico previo resulta detrimental para la resistencia a la SSC.

Parte B: Efecto del espesor de probeta

3-B-2- Materiales ensayados

Con el objeto de analizar el efecto del espesor se construyeron probetas standard ($B=0.375"$) y finas ($B=0.188"$) de seis de los materiales en estudio (J1, H30, 89-7, 89-6.8, TB73 y A65, numerados como 1, 11, 14, 17, 19 y 20 precedentemente). Para cada material las probetas standard

y finas fueron ensayadas en una cuba común a fin de asegurar idéntico medio para las dos geometrías.

Todos los ensayos se realizaron por triplicado, con probetas prefisuradas. En el caso del material 89-6.8 (17), dos probetas standard y dos finas fueron destinadas a otros ensayos en una instancia previa a la de determinación de carga final y sólo se reportan los valores obtenidos para las probetas que siguieron la rutina normal.

La composición química de estos materiales, así como sus propiedades mecánicas fueron detalladas en las Tablas 3.1 y 3.2.

También fue ensayado un material identificado como D (53), con tensión de fluencia de 118 Ksi, UTS de 129 Ksi, dureza promedio 28 Rc y TGAP promedio de 15µm. La composición química de este material se muestra en la Tabla 3.4, y dada la geometría del tubo del cual fueron extraídas las probetas sólo fue posible construir DCB finas. Para este material se ensayaron 3 probetas finas prefisuradas.

Identificación	%C x10 ²	%Mn x10 ²	%S x10 ³	%P x10 ³	%Si x10 ²	%Cr x10 ²	%Mo x10 ²
Material D (53)	24	52	2	7	25	95	65
	%Al x10 ³	%Nb x10 ³	%N x10 ⁴	%O x10 ⁴	%Ti x10 ³	%B x10 ⁴	
	22	29	88	27	4	2	

Tabla 3.4-Composición química del material D

3-B-3-Resultados de los ensayos DCB

Los valores promedio de K_{ISSC} y los particulares de cada probeta de espesor standard (Tabla 3.5) y finas (Tabla 3.6) se muestran a continuación.

Las desviaciones se obtuvieron utilizando la expresión (Apéndice 3):

$$e = \frac{1}{n} \sum |K_i - K_{prom}|$$

Número	Identificación	σ_{fi} (Ksi)	K_{ISSC} av, st (Ksi in ^{0.5})	Valores de K_{ISSC} st (B=0.375")
1	j1	95.4	40.8±0.27	40.38-40.95-41.05
11	H30	102.3	34.9±0.42	35.53-34.84-34.33
14	r89-7	104.2	29.3±0.05	29.39-29.32-29.24
17	r89-6.8	114.2	24.8	24.8
19	TB73	120.4	22.9±0.14	22.88-22.70-23.11
20	A65	126.5	19.9±0.54	19.08-20.32-20.29

Tabla 3.5-Resultados de ensayos DCB sobre probetas standard

Número	Identificación	σ_{fi} (Ksi)	K_{ISSC} av, finas (Ksi in ^{0.5})	Valores de K_{ISSC} finas (B=0.188")
1	j1	95.4	36.7±1.85	34.28-39.51-36.37
11	H30	102.3	27.1±0.75	26.36-28.27-26.80
14	r89-7	104.2	21±1.17	19.85-20.33-22.69
17	r89-6.8	114.2	19.1	19.1
19	TB73	120.4	17.2±0.14	17.36-16.96-17.21
20	A65	126.5	16.2±0.33	15.81-16.63-16.02
53	D	118	14.5±0.47	14.33-13.95-15.09

Tabla 3.6-Resultados de ensayos DCB sobre probetas finas

3-B-4-Análisis de Resultados

En la Figura 3.9 se grafican los valores promedio del factor de intensidad de tensiones de cada uno de los materiales, para ambas geometrías, así como los ajustes de cada grupo.

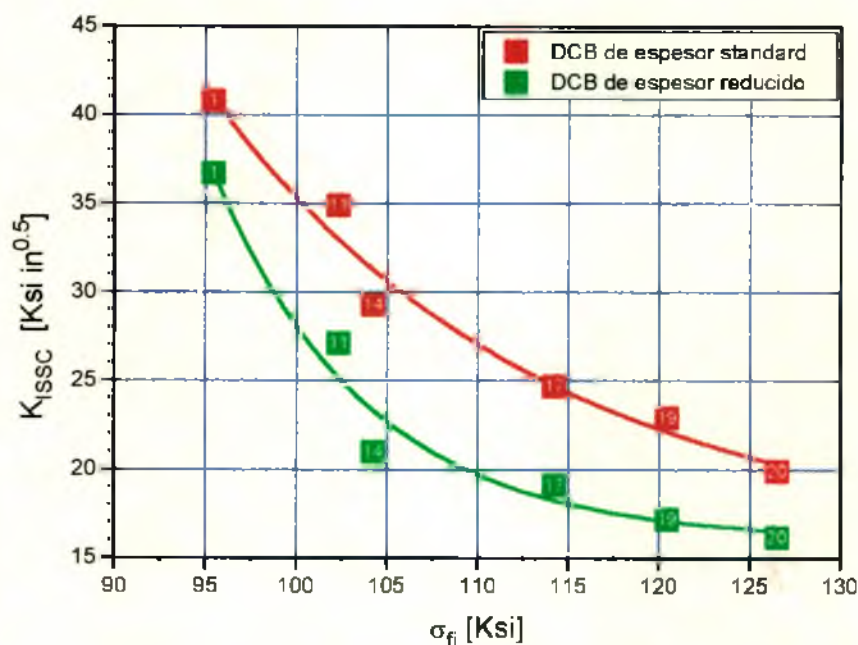


Figura 3.9-Influencia del espesor de la probeta DCB (1)

Los valores correspondientes a cada geometría, aparecen claramente separados. Las curvas correspondientes a cada espesor no se solapan al considerar la dispersión de resultados, Figura 3.10.

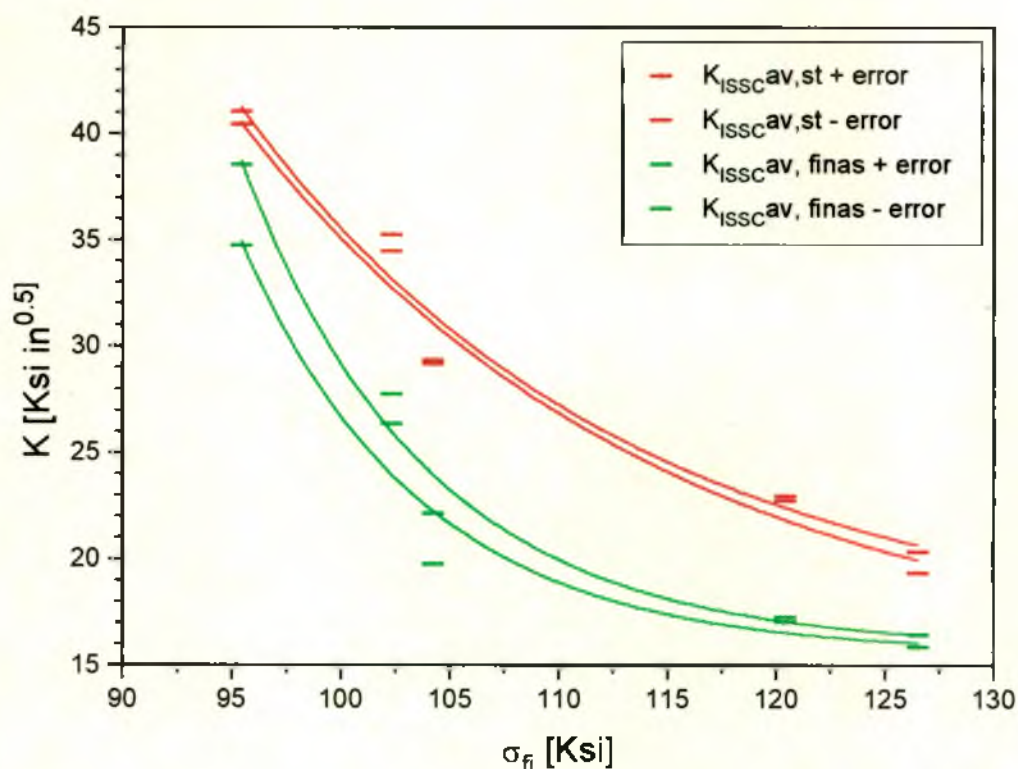


Figura 3-10-Influencia del espesor de la probeta DCB (2)

Esto muestra que existe influencia del espesor de la probeta DCB sobre el resultado del ensayo y es concordante con lo informado por otros autores [48, 56]. Resta encontrar explicación al porque de dicha influencia. Este efecto es contrario al observado en aire, donde la disminución en el espesor de las probetas puede llevar a la obtención de valores del factor de intensidad de tensiones superiores a los obtenidos en condición de plain-strain.

Los resultados anteriores implican que, al menos en lo que hace a los espesores de probetas antes ensayados, sólo será posible comparar performances de distintos materiales cuando se utilicen probetas de igual espesor.

Si se posiciona el valor de K_{ISSC} obtenido para el material D (53), acorde a su tensión de fluencia, con los antes mostrados para probetas finas, es

posible observar una susceptibilidad marcadamente superior a la esperada (Figura 3.11). La microestructura de este material se estudia en la parte C a fin de explicar este comportamiento.

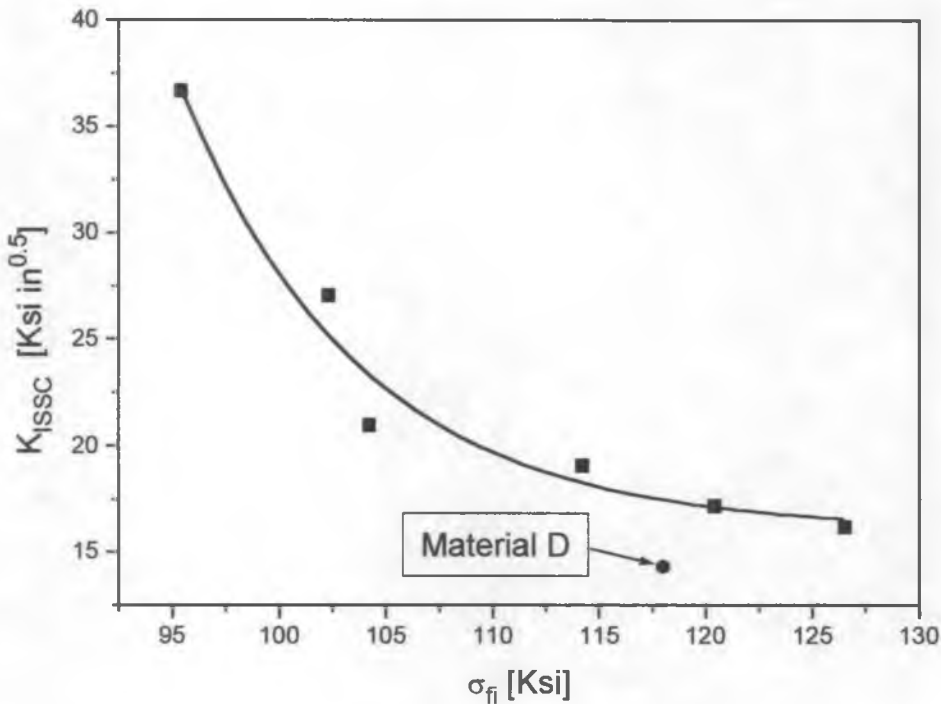


Figura 3.11-Susceptibilidad del material D

Parte C: Análisis microestructural

En los materiales S1, SC y S2 (50 a 52), que presentan un valor de K_{ISSC} marcadamente menor al previsto por el ajuste, se realizó un estudio microestructural más profundo con el objeto de buscar una explicación a dicho comportamiento.

Lo mismo se hizo con el material T52 (3), de tensión de fluencia similar a los anteriores y con una resistencia a la SSC marcadamente mayor y el material S92 (7), que presentó valores de K_{ISSC} superiores a lo que podía preverse a partir del ajuste realizado (Figura 3.12).

Dos de los materiales con doble tratamiento térmico, identificados como 89-7 (14) y 89-6.8 (17) fueron también estudiados en esa forma.

Las características químicas y mecánicas de estos materiales, así como los resultados de los ensayos DCB, fueron informados en la Parte A de este Capítulo.

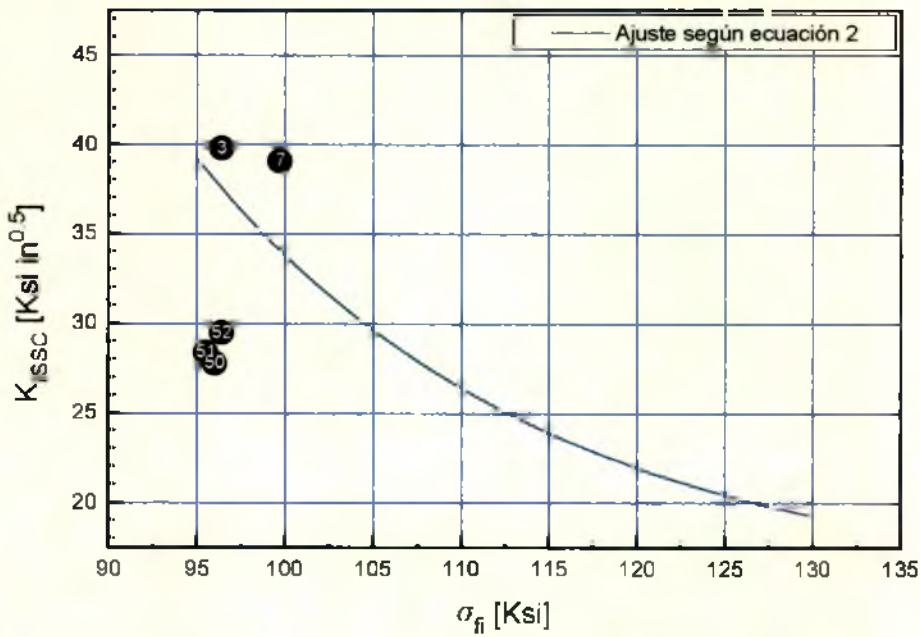


Figura 3.12-Performance de los materiales S1, SC, S2, T52 y S92

Los materiales fueron estudiados por microscopía óptica y electrónica de barrido, con el equipamiento citado en el Apéndice 1.

Para los materiales S1, SC y S2 se encontró que la microestructura correspondía a una mezcla de bainita tipo inferior y estructura tipo laths distribuidos en uno o más paquetes dentro de cada grano austenítico (Fig.3.13).



Figura 3.13-Material S1

En principio, este último tipo de estructura podría corresponderse con bainita tipo superior revenida o martensita revenida. Sin análisis por microscopía electrónica de transmisión es difícil diferenciar una bainita tipo superior revenida de una martensita revenida.

También es difícil la identificación de una bainita tipo inferior sin el TEM, en el presente trabajo la identificación fue posible comparando su morfología con la de estructuras de ese tipo identificadas por G. Echaniz en UMIST, usando microscopía de transmisión. Consiste de una matriz ferrítica con precipitados tipo aguja orientados en una o tres direcciones [58].

La estructura tipo laths (Fig 3.14) consiste de una matriz ferrítica y carburos cortados. En los tres materiales (S1, SC y S2) ha sido muy alta la proporción de granos ocupados por uno o muy pocos paquetes (alrededor de un 40%). Este tipo de estructura podría corresponder a martensita revenida o bainita tipo superior revenida (Figura 3.15). El ancho de los laths (que resulta mayor en el caso de la bainita tipo superior) y lo poco revenida que se presenta parte de esa estructura (a igual temperatura de revenido, la bainita reviene más lentamente que la martensita), podrían indicar que esta estructura sería al menos en parte bainita tipo superior revenida (Figuras 3.16 y 3.17).

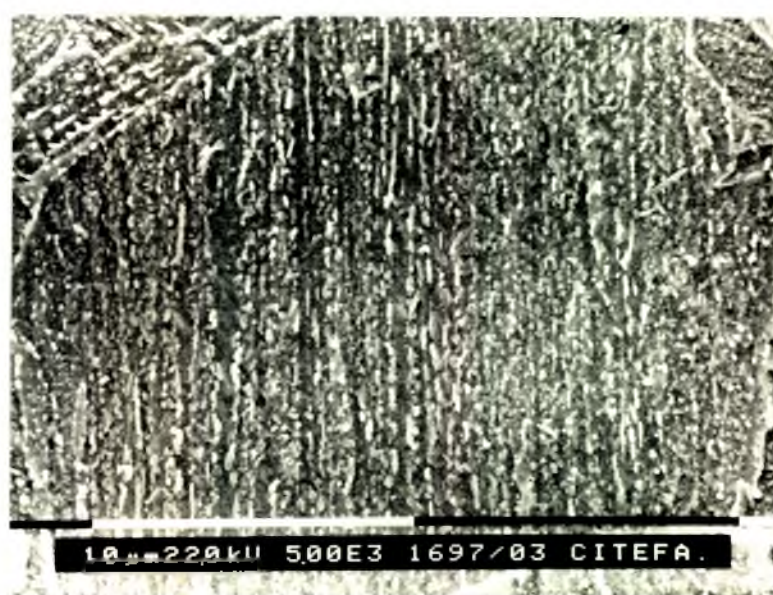


Figura 3.14-Material S1

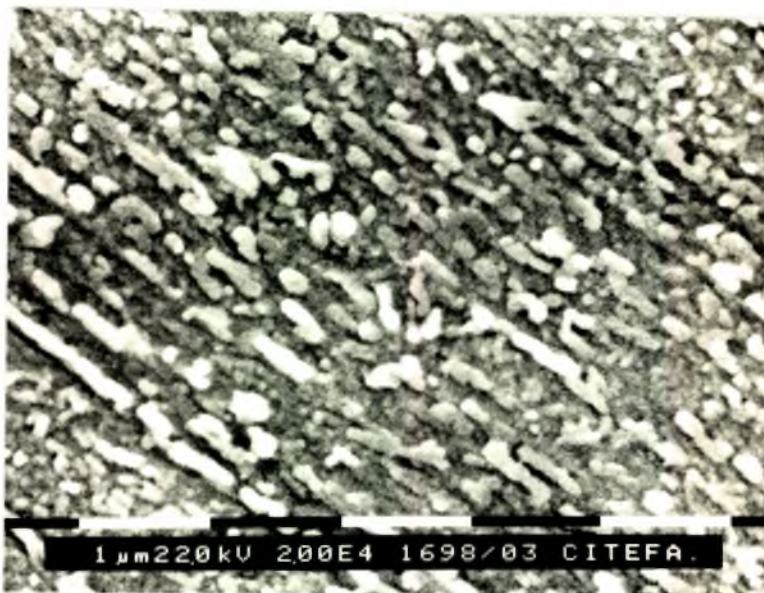


Figura 3.15-Material S1



Figura 3.16-Material SC

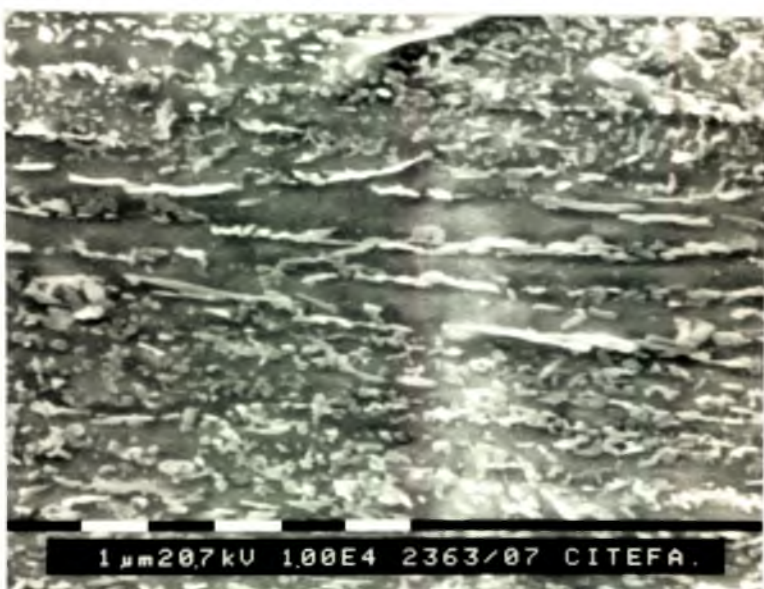


Figura 3.17-Material SC

Una microestructura como la observada, con grandes conjuntos de placas ocupando la casi totalidad de un grano austenítico, favorecerá la propagación de fisuras, ya que es una estructura deficiente en bordes de alto ángulo, que son los que pueden impedir el avance de fisuras [58].

En síntesis, la microestructura observada en los materiales S1, SC y S2 presenta las siguientes particularidades:

- una alta fracción de estructura orientada en uno o pocos paquetes por grano austenítico previo, estructura detrimental para la resistencia a la SSC. Parte de esta estructura podría tratarse de bainita tipo superior.
- una baja proporción de bainita tipo inferior.
- en el caso del material S1, se encuentran carburos de gran tamaño, hasta 1 micrón, en los bordes del GAP, como se ve en la Figura 3.18. En los materiales SC y S2 los carburos fueron de menor tamaño.



Figura 3.18-Material S1

En los materiales T52 y S92, que presentaron muy buena performance (Figuras 3.19 a 3.21), no se observó esa estructura de uno o pocos paquetes por grano austenítico presente en los materiales S1, SC y S2.

La proporción de bainita tipo inferior observada (al microscopio óptico tras atacar con Nital 2% aparece como una fase clara) resultó alta,

fundamentalmente en el S92 (alrededor de un 40%). Esta estructura se muestra en la Figura 3.22.

Los carburos observados en estos materiales tienen un tamaño entre 0.2 y 0.3 micrones, es decir de un orden de magnitud menor que en el material S1.

La proporción de fase identificable como bainita tipo superior resultó muy baja.



Figura 3.19-Material T52



Figura 3.20-Material S92



Figura 3.21-Material S92

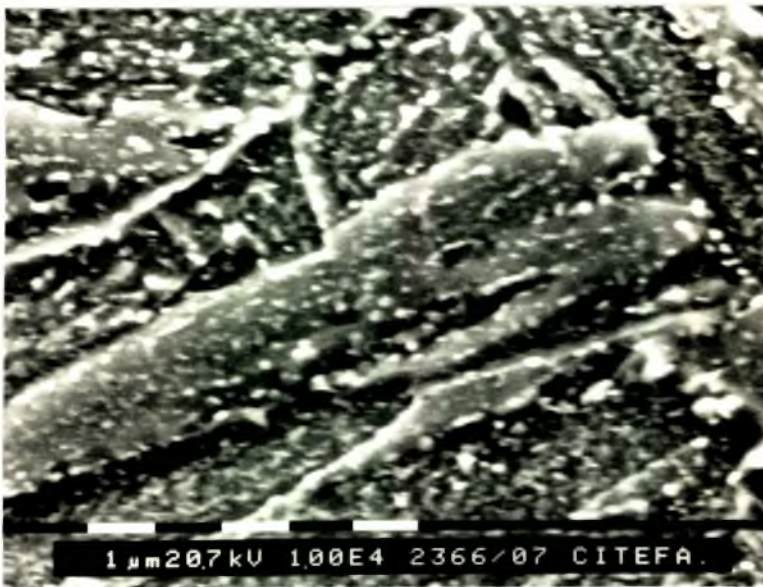


Figura 3.22-Material S92

Por su parte, los materiales con doble tratamiento térmico 89-7 y 89-6.8 mostraron microestructuras muy similares entre si. Al microscopio óptico presentaron una fracción muy baja de fase clara. La microestructura de estos materiales es básicamente martensita revenida, con carburos de pequeño tamaño (del orden de 0.2 micrones). Mediante microscopía electrónica de barrido se observa igualmente una baja fracción de bainita

tipo inferior (respecto por ejemplo del S92) y no se detectó bainita de tipo superior (Figura 3.23).



Figura 3.23- Material 89-7

En el apartado 3-B-4 se mostró que el material identificado como D, presentó un factor de intensidad de tensiones crítico menor que el esperado al compararlo con los demás materiales ensayados con DCB finas. A fin de tratar de explicar este comportamiento se estudió la microestructura del mismo, por medio de microscopía óptica y electrónica de barrido.

Su tamaño de grano austenítico previo promedio fue de 15 micrones, relativamente grande para aceros microaleados al Nb.

La microestructura fue fundamentalmente martensita revenida de tipo laths en varios paquetes dentro de cada grano.

Además presentó una estructura tipo laths de mayor ancho, similar a la de los materiales S1, SC y S2, que podría tratarse de bainita tipo superior (Figuras 3.24 y 3.25). No fue detectada la presencia de bainita tipo inferior.



Figura 3.24-Material D



Figura 3.25-Material D

CAPÍTULO 4

CINÉTICA DE PROPAGACIÓN DE FISURAS POR SSC EN PROBETAS DCB

4-1 Introducción

El ensayo DCB, llevado a cabo en la forma normalizada por la NACE TM0177-90, suministra información trascendente en cuanto a la capacidad de los materiales en ensayo para operar bajo condiciones de carga en un medio rico en H_2S . No da información respecto de la velocidad real con que se propaga la fisura en cada momento del ensayo, permitiendo sólo obtener un valor medio de la velocidad de propagación, de poco valor si se pretenden extrapolar los resultados de este ensayo a tiempo mayores que 14 días.

A fin de poder obtener velocidades instantáneas de propagación de fisuras en la probeta DCB, es necesario poder monitorear la posición del frente de fisura en función del tiempo, manteniendo la probeta en las condiciones más próximas a las del ensayo normalizado.

Adicionalmente, al obtener la posición del frente de la fisura en función del tiempo sería posible correlacionar la velocidad de propagación da/dt con el factor de intensidad de tensiones aplicado K_I , lo cual podría servir como una buena descripción cuantitativa del proceso de fragilización.

Ha sido demostrado que la forma general de la curva de velocidad de propagación, da/dt , versus el factor de intensidad de tensiones, K , para distintos materiales y en distintos medios es del tipo que se muestra en la Figura 4.1 [60-61]

La curva presenta tres etapas diferenciadas; Etapa 1: a bajos valores de K , da/dt es fuertemente dependiente del mismo; Etapa 2: a valores intermedios de K , da/dt se vuelve relativamente independiente de K ; Etapa 3: a medida que K se aproxima a su valor crítico K_c , da/dt crece rápidamente.

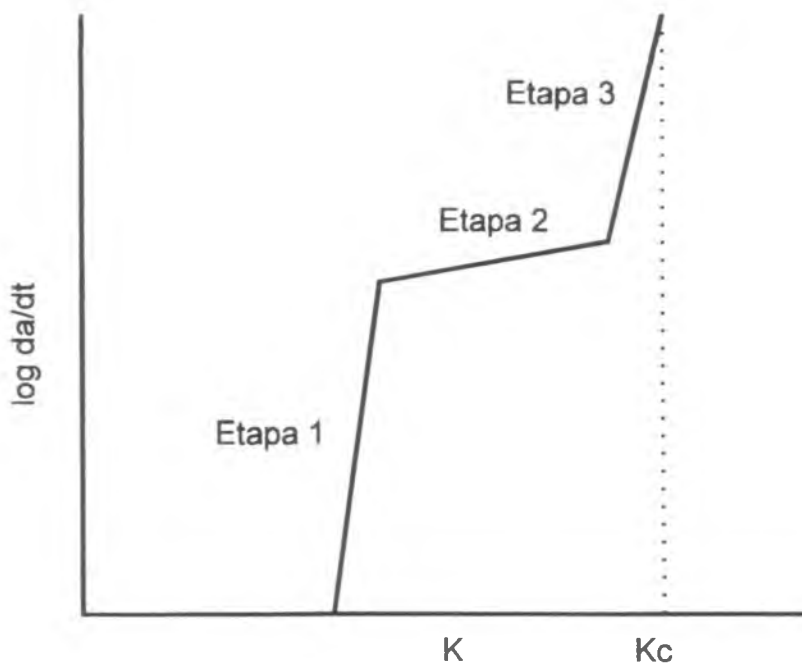


Figura 4.1-Forma típica de la curva de propagación

A fin de responder a los interrogantes antes planteados se ha trabajado en la implementación de un método que permita evaluar el crecimiento de fisura en la probeta DCB, en las condiciones de ensayo previstas por la NACE TM0177-90.

En la literatura [62, 63] se citan distintos métodos que podrían utilizarse a fin de monitorear la posición del frente de fisura, como microscopía óptica, caída de potencial, “displacement gages”, etc. Algunos de estos métodos presentan claras limitaciones dadas las particulares características del medio de ensayo, por ejemplo la microscopía óptica donde la turbidez de la solución dificulta la observación. En el caso del método de caída de potencial, las características del medio y la formación de sulfuros, podrían producir perturbaciones que dificultasen la interpretación.

En el presente trabajo se puso a punto una técnica que permite evaluar el crecimiento experimentado por la fisura, por utilización de Ultrasonido (US). El hecho de que la fisura principal se propague en un plano conocido facilita la determinación con US. Además, la existencia y accesibilidad de equipos comerciales de US hacen particularmente

atractiva la propuesta del uso de esta técnica pues no requiere de largos periodos de desarrollo de equipamiento.

Las razones anteriores y el hecho de que el US hubiese sido utilizado con anterioridad para evaluar propagación de fisuras por fatiga [62] han llevado a elegir esta técnica cuya implementación y aplicación se describen a continuación.

4-2 Descripción del equipamiento

Se implementó un dispositivo que permite la inmersión de la probeta en el medio de ensayo (Figuras 4.2 a 4.7), dejando expuesta una cara de la misma (paralela al plano de propagación). Esta cara resulta accesible al transductor de US, no estando entonces en contacto con la solución. Esto hace que las condiciones de ensayo no respondan exactamente a lo prescrito por la NACE TM0177-90, Método D.

Un equipo de Ultrasonido recoge la información del transductor, presentándola en una pantalla. Es necesario, además, disponer de un elemento de medición de la posición del transductor, ya que se requerirá correlacionar las indicaciones de pantalla (altura de picos) con la zona de la probeta que se está monitoreando. Esa posición se determina utilizando un Charriot con mínima división de 0.1 mm, midiendo con él la ubicación de un punto fijo de dicho transductor.

La celda esquematizada ha sido construída con tubo de vidrio de 15 cm de diámetro interior y tapas de acrílico a fin de facilitar el maquinado.

Se utilizó un transductor Krautkramer MSEB4H, de frecuencia 4 Mhz, palpador de doble cristal, ondas longitudinales y un equipo de ultrasonido Krautkramer USIP 11. El palpador ha sido dotado de un respaldo a fin de evitar su rotación al efectuar el contacto. Al apoyar este respaldo sobre la guía incorporada a la celda se posibilita el movimiento horizontal del palpador manteniendo una orientación repetible del mismo respecto de la probeta. Esto asegura que al mover el transductor horizontalmente el haz ultrasónico se desplaza en la misma dirección.

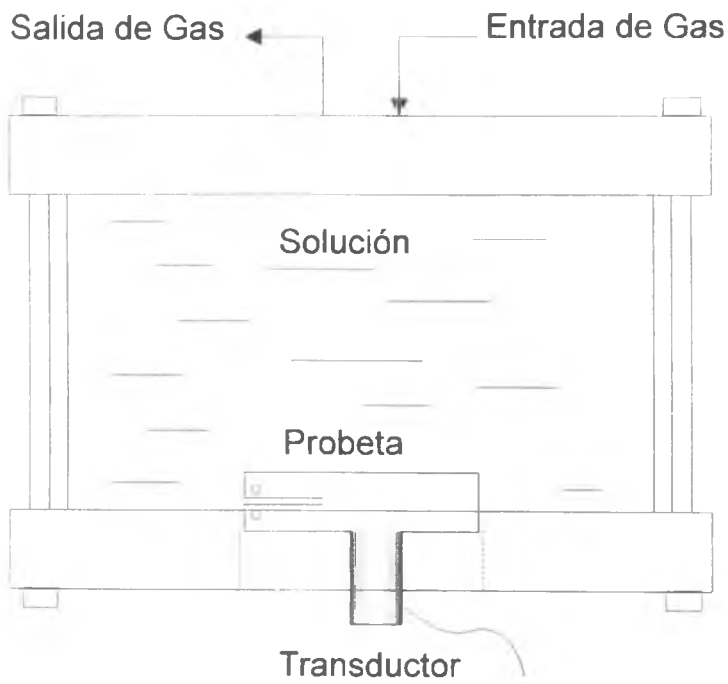


Figura 4.2-Vista superior del dispositivo

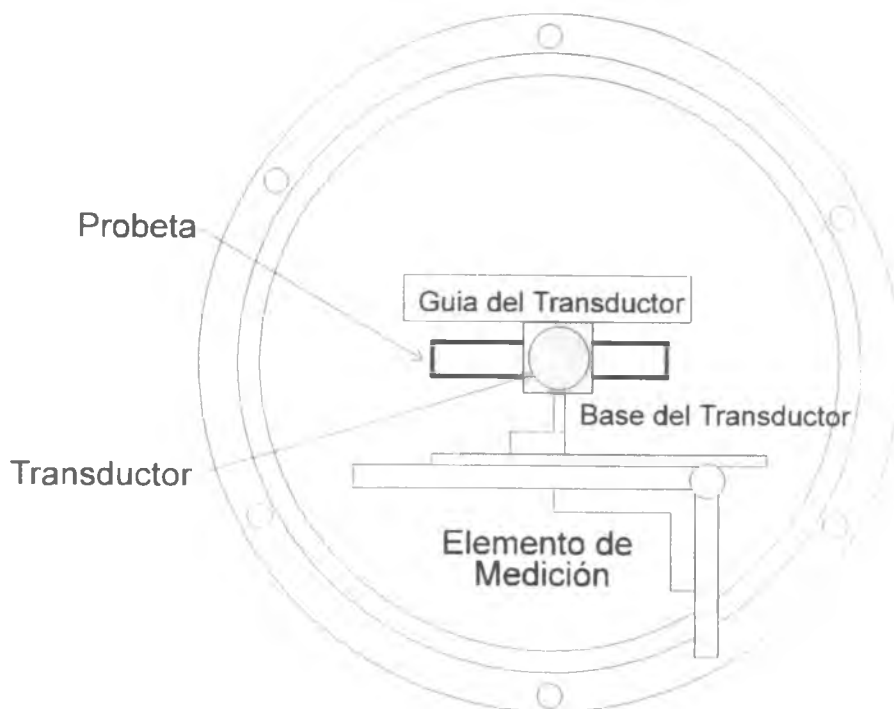


Figura 4.3-Vista frontal del dispositivo

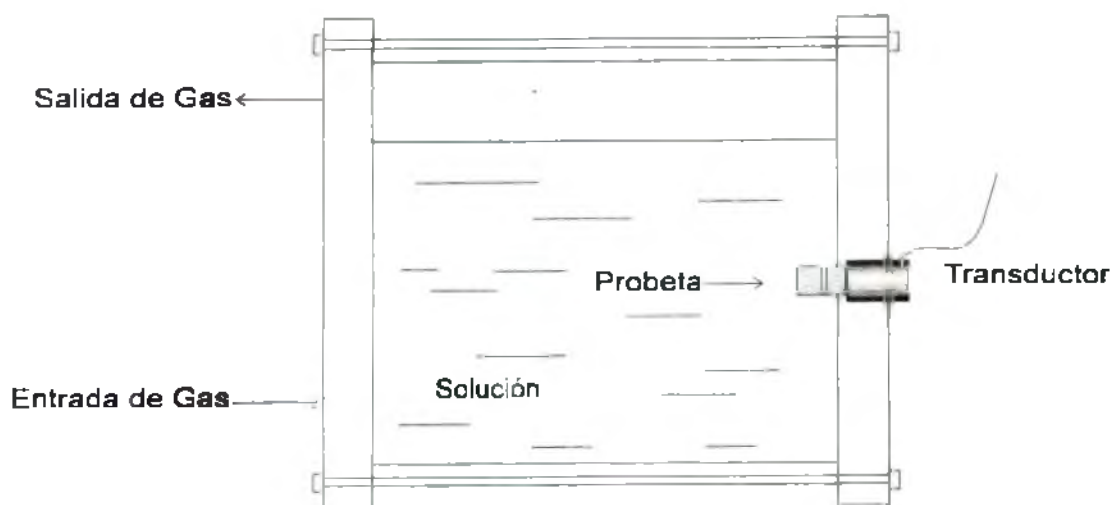


Figura 4.4-Vista lateral del dispositivo

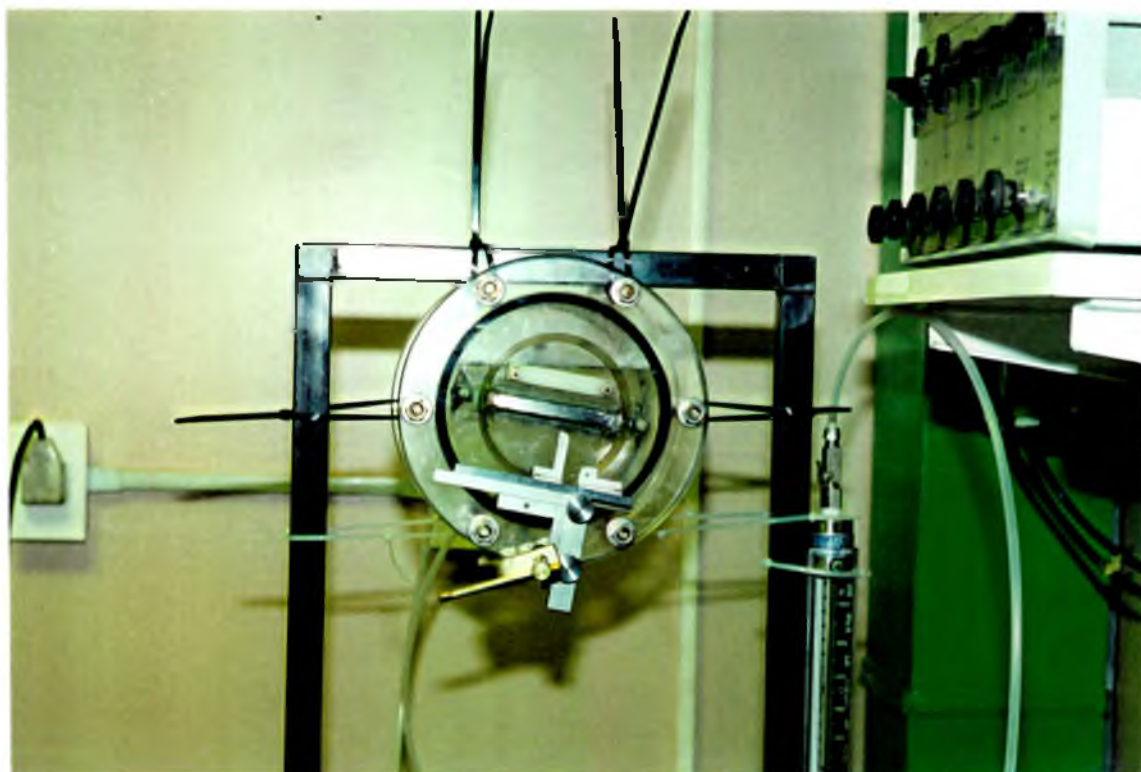


Figura 4.5

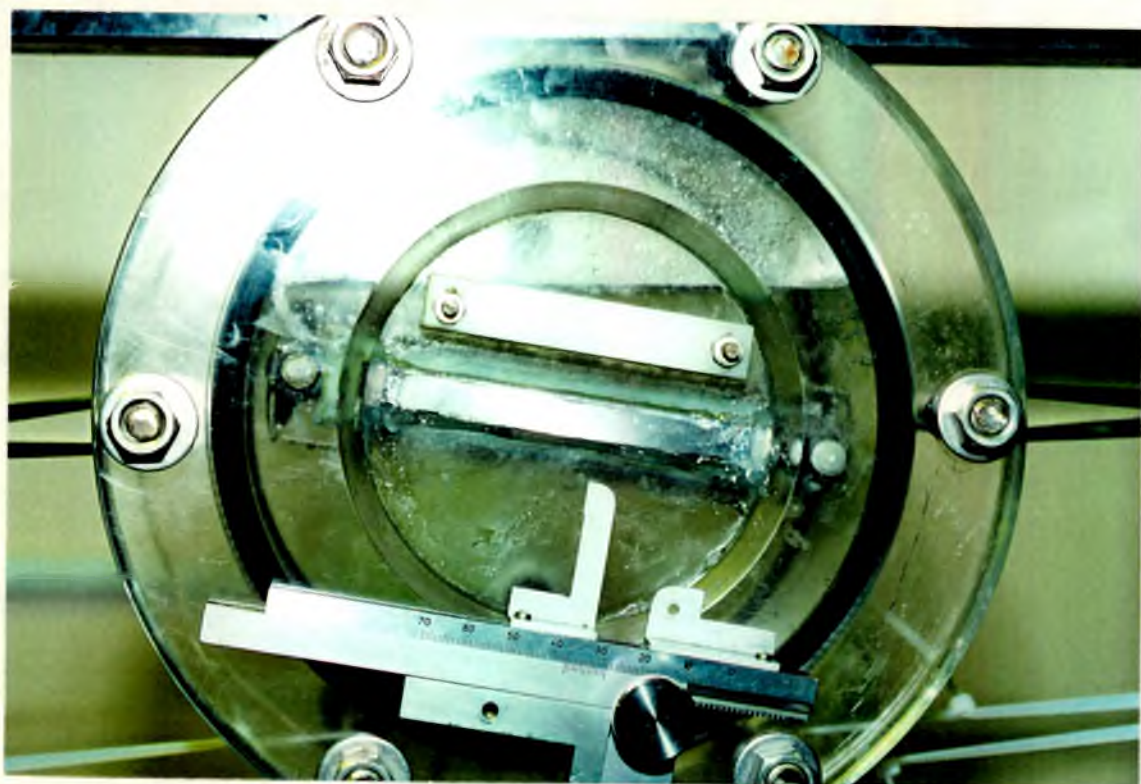


Figura 4.6

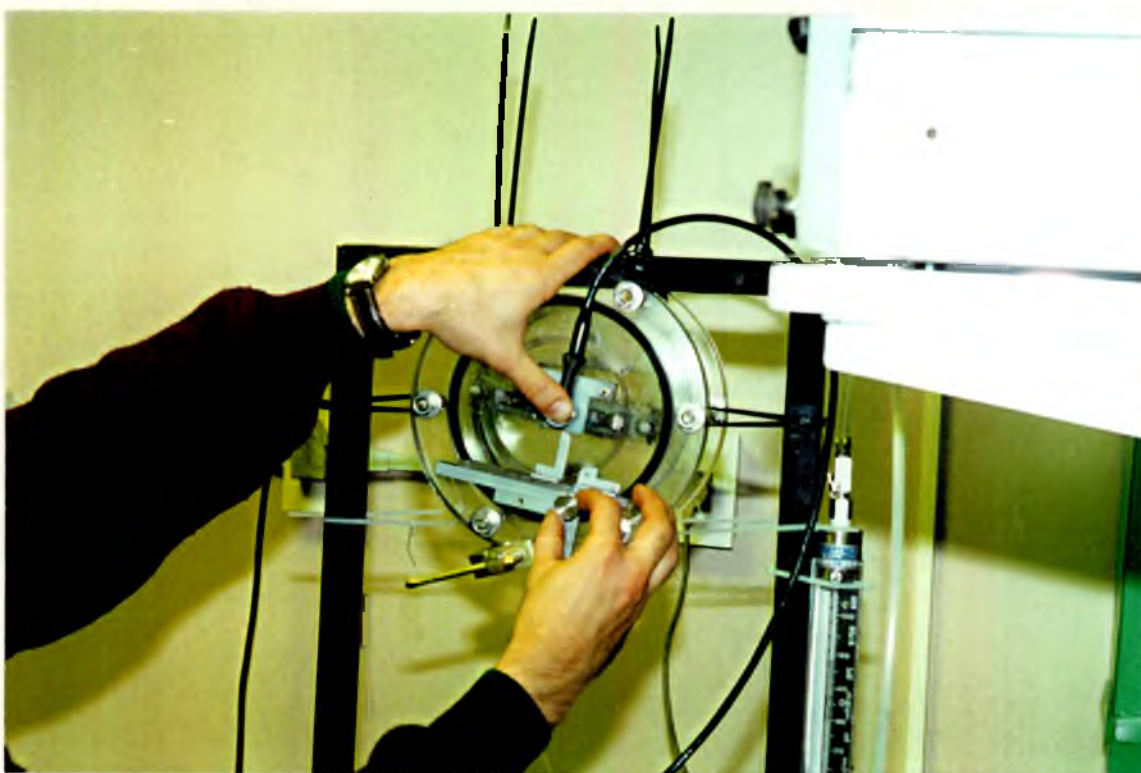


Figura 4.7

4-3 Fundamentos del método y desarrollo de la técnica

a) Fundamentos [63 a 65]

El ensayo ultrasónico de los materiales está basado en los fenómenos que se producen en la propagación de vibraciones mecánicas, con frecuencias entre 0.25 y 25 Mhz. La más extendida de las aplicaciones se basa en la reflexión del ultrasonido en la interfase producida por defectos o discontinuidades en los materiales.

Las ondas ultrasónicas pueden propagar en todo material con propiedades elásticas. En aquellos materiales con estructura cristalina, como los metales, los átomos que forman parte de la red pueden ser desplazados de su posición de equilibrio describiendo oscilaciones, originando distintos tipos de ondas: longitudinales, transversales, superficiales y de Lamb. En todos los casos estamos hablando de la propagación de una perturbación, constituida por la puesta en oscilación de las partículas del material alrededor de sus posiciones de equilibrio y no de transporte de materia.

La velocidad de propagación de cada tipo de onda depende de las propiedades del medio. Distintos medios habrán de oponer resistencias distintas a la propagación del ultrasonido, esta resistencia puede caracterizarse por medio de la impedancia acústica Z , siendo:

$$Z = \delta \cdot V$$

donde: Z =impedancia acústica
 δ =densidad del material
 V =velocidad de propagación

Cuando un haz ultrasónico llega a una interfase en un material, por ejemplo un defecto, el cambio en la impedancia acústica a uno y otro lado de la interfase provocará una reflexión del haz. La parte de energía que es reflejada dependerá de ambas impedancias acústicas, siendo mayor cuanto mayor es la diferencia entre ellas. Resumiendo, la existencia de un defecto provocará la reflexión de parte del haz incidente. Es claro que será posible, entonces, evaluar la existencia de un defecto en el material

por medición de la energía reflejada (lo que da origen a la técnica de pulso-eco) o de la transmitida (técnica por transmisión).

El palpador o transductor es la fuente del haz ultrasónico incidente, cuya generación se basa en el efecto piezoeléctrico. Basicamente, la aplicación de una tensión alternativa a caras opuestas de un cristal piezoeléctrico generará deformaciones con la consiguiente transformación de energía eléctrica en energía mecánica. Dado que el fenómeno es reversible la energía mecánica incidente sobre un cristal de este tipo provocará la aparición de cargas eléctricas en las caras del mismo, que se traducirá en un potencial eléctrico. En un palpador de doble cristal, uno de los cristales generará el haz ultrasónico por aplicación de una tensión alternativa mientras que el segundo cristal actuará como receptor de las ondas mecánicas reflejadas, dando como salida una señal eléctrica, cuyo posterior procesamiento dará información acerca de la interacción entre el haz incidente y el material. Este procesamiento es llevado a cabo por el equipo de ultrasonido. La presentación de esta información en un equipo con pantalla de tipo Tubo de Rayos Catódicos consiste en picos que resultan una medida bien del haz incidente o bien de los reflejados en el material.

Como ejemplo, y para la técnica de pulso-eco, puede observarse la siguiente figura:

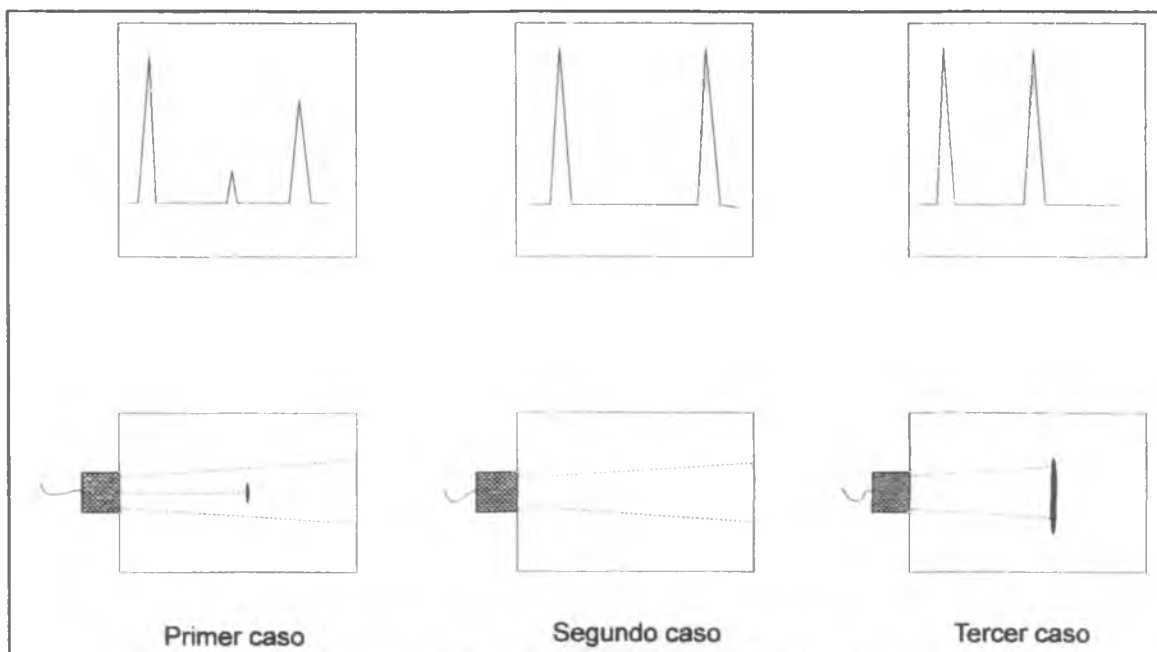


Figura 4.8-Defectos e indicaciones en pantalla. Pulso-eco

En el primer caso se observa un defecto cuyo tamaño es inferior al ancho del haz, en la pantalla pueden apreciarse tres picos: el correspondiente al pulso emitido, el de reflexión en el defecto y el que representa a la fracción del haz reflejada por la cara posterior de la pieza en análisis.

En el segundo caso se esquematiza la indicación correspondiente a una pieza sin defectos. El pico de reflexión en la cara posterior de la muestra es básicamente equivalente al de emisión.

En el tercer caso el defecto posee un tamaño tal que intercepta por completo al haz emitido, no se observa, entonces, pico de reflexión en cara posterior.

En todos los casos la posición del pico de reflexión en el eje X de la pantalla puede suministrar información acerca de la profundidad a la cual se encuentra el defecto o del espesor de la pieza. Para conocer esta profundidad es necesario calibrar el conjunto palpador-equipo. Se utilizan bloques de calibración de un material similar al que habrá de ensayarse, libres de defectos y de espesor conocido.

La utilización de ensayos ultrasónicos se encuentra ampliamente difundida tanto en detección como en dimensionamiento de defectos. Varias son las técnicas utilizadas y su selección dependerá de las características de la pieza, de él o los defectos presentes y de la información que desea obtenerse del ensayo.

En nuestro caso, entonces, al seleccionar e implementar el método de detección se han tenido en cuenta las características de la probeta, del ensayo, el equipamiento disponible y el tipo de información que se desea obtener.

b) Desarrollo de la técnica

El primer paso tras la calibración del equipo, realizada por utilización de bloques de calibración, consistió en evaluar la capacidad del conjunto transductor-equipo para determinar la longitud de una fisura en la probeta DCB (Figura 4.9).

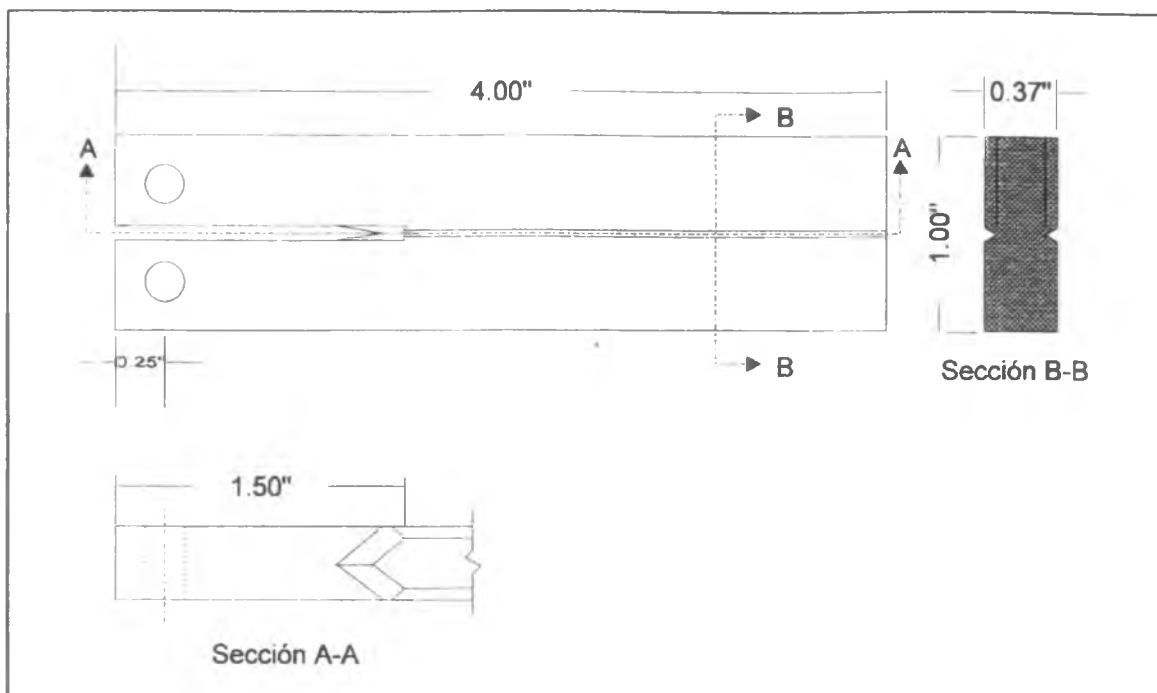


Figura 4.9-Probeta DCB

La propagación de una fisura en la probeta ocurre en el plano A-A (Figura 4.9). Por ende, un palpador ubicado en la cara superior de la probeta emitirá un haz aproximadamente normal a la superficie de fractura, ubicada a 0.5 pulgadas de la superficie de contacto. La cara de fondo de la probeta se encuentra a 1 pulgada de la superficie de contacto. Partimos, entonces, conociendo cual deberá ser la posición temporal o de profundidad de los picos de reflexión de fisura y fondo de probeta.

Siguiendo la evolución del pico correspondiente a la fisura se podría evaluar el crecimiento de la misma.

Se procedió, entonces, a llevar a cabo el siguiente ensayo:

- Una probeta DCB fue prefisurada acorde a los procedimientos descritos en capítulos anteriores, introduciendo una fisura por fatiga del orden de los 10 mm más allá de la base del chevron, buscando de este modo evitar que el haz interactuase con la entalla que posee la probeta. La probeta fue cargada mediante la inserción de una cuña de altura seleccionada en función del grado del acero siguiendo a la Norma NACE TM0177-90.

Tras montar la probeta en el dispositivo experimental descrito en 4-2, utilizando un sellante que asegurase la estanqueidad del sistema, se procedió a incorporar solución NACE a la celda siguiendo en un todo las previsiones de la Norma. El momento de conclusión de estas etapas se considera como "tiempo cero del ensayo".

Para determinar las variaciones en la posición del frente de fisura se tomó como base un trabajo de Clark y Ceschini [62], que estudiaron propagación de fisuras por fatiga en probetas de tipo WOL; la esencia del método consiste en relacionar los cambios de posición del transductor en la superficie de la probeta con los cambios en la posición del frente de la fisura, modificando la posición del transductor para mantener una altura de pico constante a la profundidad correspondiente al plano de propagación de la fisura.

En la Figura 4.10 se esquematiza el concepto del método:

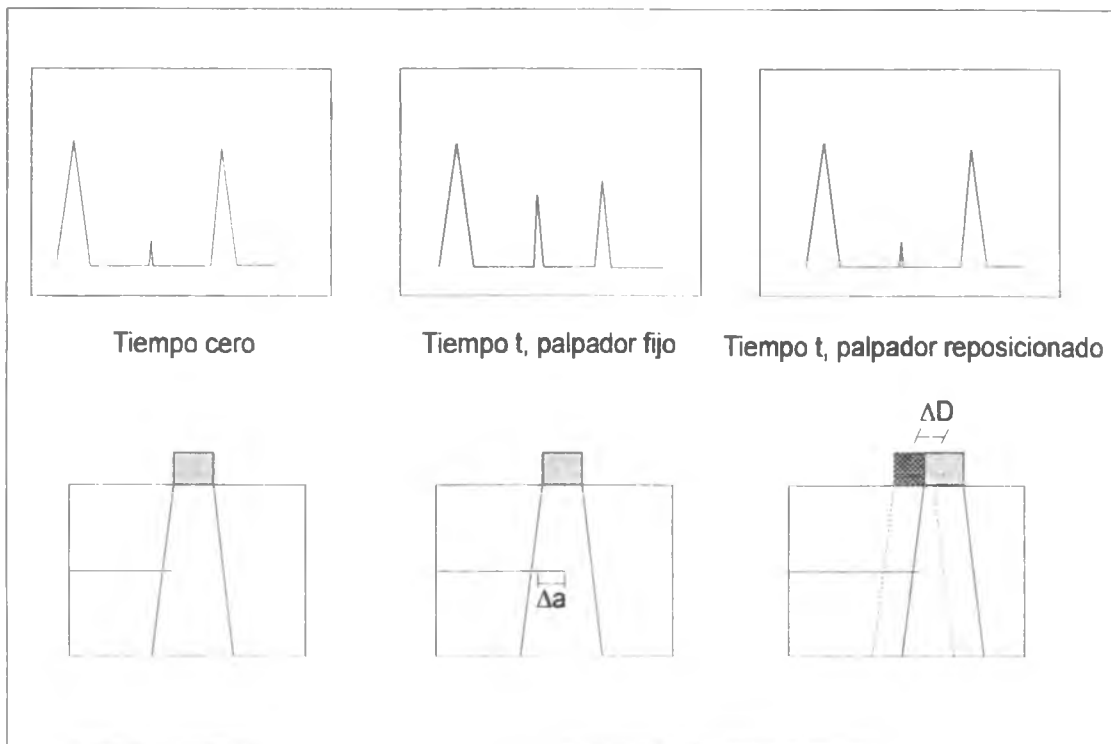


Figura 4.10

A tiempo cero se posiciona el transductor de modo de obtener un pico correspondiente a la prefisura de una altura determinada, siendo esa la posición que corresponde a "crecimiento de fisura cero". Luego de un tiempo "t", y cuando se ha producido crecimiento de la fisura por

SSC, de mantener la posición del transductor se observa un crecimiento de este pico, dado que el área de fisura que interactúa con el haz es mayor. Reposicionando el palpador hasta conseguir reproducir la señal inicial en pantalla (altura de pico idéntica a la correspondiente a tiempo cero), se aseguraría que el área de la fisura que produce reflexión del haz ultrasónico al tiempo "t" coincide con la de tiempo cero. El desplazamiento del transductor, ΔD , es equivalente al movimiento del frente de fisura, Δa , es decir al crecimiento experimentado por la misma.

Como al concluir el ensayo la fisura es expuesta, resulta posible medir la longitud de la prefisura introducida por fatiga " a_0 " y por lo tanto calcular "a".

Al llevar el método a la práctica se encontró que las particularidades del ensayo, en cuanto al contacto de la probeta con un medio agresivo, lo hacían inapropiado. En un período corto, comparado con la duración del ensayo, la superficie de la probeta expuesta al aire mostró ennegrecimiento, si bien continuó siendo perfectamente plana. Dado que esta es la superficie de contacto con el palpador, estos cambios redundaron en variaciones en el acople transductor-probeta, y la longitud final de fisura determinada por el método no coincidió con la real. Un peor acople a medida que el ensayo transcurría llevaba a que, para reproducir la altura de pico inicial, fuese necesario que el haz intersectase cada vez un área mayor de fisura, con lo cual la determinación subvaloraba el crecimiento.

Debido a lo anterior el método fue descartado y se pasó a evaluar una modificación del mismo que fuese capaz de dar cuenta de los cambios en la posición del frente de fisura, independizándose del deterioro de la superficie antes citado.

- En esta modificación la posición del palpador correspondiente a "crecimiento de fisura cero" se fija haciendo coincidir las alturas de los picos de fisura principal y de reflexión en la cara posterior de la probeta (que coincide en "tiempo de vuelo" con el de segunda reflexión de la fisura). En caso de mantener el transductor en esa posición, el crecimiento de la fisura debido al fenómeno de fisuración

por sulfuros hace que se produzca un desbalance de los picos observándose el crecimiento del pico correspondiente al plano de fisura y un decrecimiento del correspondiente a la reflexión en la cara posterior de la probeta. Modificando la posición del transductor hasta conseguir nuevamente la igualdad de altura de los picos se consigue reproducir el área de fisura intersectada por el haz ultrasónico en el instante inicial y por ello ΔD coincidirá con Δa .

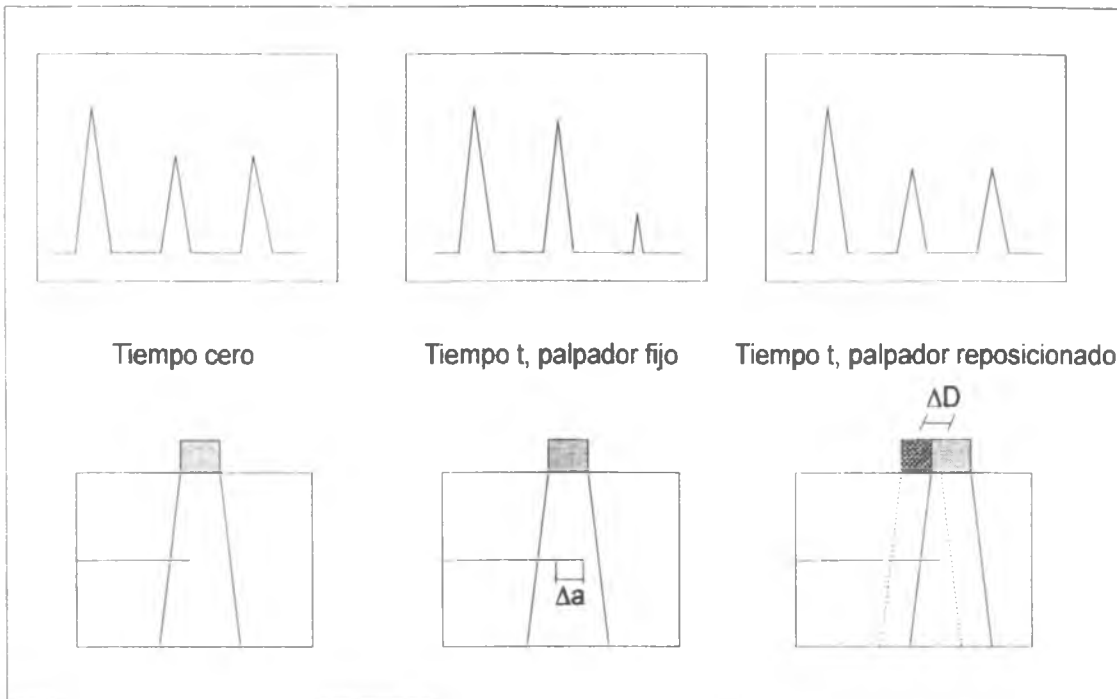


Figura 4.11

Al trabajar con alturas relativas de picos de reflexión nos independizamos de las variaciones en el acople, ya que esto influirán tanto en el pico correspondiente al plano de la fisura como en el de la cara posterior. De hecho, a medida que transcurre el ensayo, es posible observar que la igualdad de picos se consigue (de mantener la amplificación constante), con alturas absolutas decrecientes, que indican un peor acople.

Los resultados obtenidos por la aplicación de este método han mostrado excelente acuerdo de longitudes finales de fisura determinadas y medidas.

4-4- Aplicación de la técnica

Se determinó la cinética de propagación en varios de los materiales en estudio.

4-4-1- Materiales ensayados

Se determinó la cinética de 5 materiales. Estos son los materiales previamente identificados como S92, SC, 89.7 y 89.68 y un quinto material con las siguientes características:

a) Composición química:

Identificación	%C x10 ²	%Mn x10 ²	%S x10 ³	%P x10 ³	%Si x10 ²	%Cr x10 ²	%Mo x10 ²
89-5	26	48	2	11	26	93	66
	%Al x10 ³	%Nb x10 ³	%N x10 ⁴	%O x10 ⁴	%Ti x10 ³	%B x10 ⁴	
	38	32	62	13	4	1	

Tabla 4.1

b) Propiedades mecánicas:

La fluencia del material resultó de 180 Ksi y su UTS de 188.4 Ksi.

La dureza promedio fue de 41 Rc, mostrando baja dispersión.

Microestructura:

Para todos los materiales se determinó el tamaño de grano austenítico previo (TGAP), siguiendo el procedimiento descrito en el capítulo anterior.

Los tamaños promedio determinados para los materiales S92, SC, 89-7 y 89-6.8 se informaron en la Tabla 3.2 del Capítulo 3. El material 89-5 mostró un TGAP promedio de 11 micrones.

Las microestructuras de estos materiales han sido observadas tanto en microscopio óptico como electrónico de barrido.

Para los materiales S92, SC, 89-7 y 89-6.8, las microestructuras han sido descritas en el Capítulo 3, Parte C.

El material 89-5 presenta las siguientes características: al microscopio óptico se observa una baja proporción de fase clara. Al SEM es posible observar que la microestructura predominante es la de martensita revenida, con presencia de pequeñas fracciones de la fase denominada como bainita tipo inferior.

No se detectó la presencia de bainita tipo superior.

El rasgo distintivo del material ha sido lo poco revenida que se observa la muestra, con carburos grandes y alargados, no esferoidizados.

4-4-2 Resultados obtenidos y tratamiento de los mismos

Aplicando la técnica descrita previamente se puede determinar la variación de la longitud de fisura en función del tiempo.

Al finalizar el ensayo, y tras obtener la carga final mediante la curva lift-off, se abre la probeta, y se mide la longitud de la prefisura inicial y de la fisura crecida por SSC. Con esta información se puede calcular la longitud en función del tiempo:

$$a(t) = a_0 + \Delta a(t) \quad (1)$$

siendo: $a(t)$ = longitud de fisura al tiempo t

a_0 = longitud de prefisura

$\Delta a(t)$ = crecimiento medido al tiempo t

Conociendo la longitud de la fisura a distintos tiempos, se puede evaluar la velocidad de propagación de la misma, graficando a vs t y derivando, por utilización de software adecuado. Se calculó además, el factor de intensidad de tensiones aplicado a distintos tiempos, para correlacionarlo con las velocidades de propagación. Ese factor depende de la longitud de la fisura, la geometría de la probeta y la carga aplicada.

Con la curva lift-off es posible obtener la carga aplicada en el instante final del ensayo. Con este valor, y la expresión de compliancia para la probeta DCB de espesor standard [16] se puede obtener la carga aplicada en un instante cualquiera conociendo la longitud de fisura y teniendo en cuenta que el ensayo es a desplazamiento constante.

Siendo:

$$\delta = C P$$

resulta:

$$C(t) P(t) = C(t_f) P(t_f)$$

donde t_f indica el final del ensayo y t es un tiempo cualquiera para el cual se ha obtenido la longitud de fisura mediante (1). Calculando $C(t)$, $C(t_f)$ y

conocido $P(t_r)$ a partir de la curva lift-off, es posible obtener $P(t)$. Por aplicación de la ecuación de Heady [12, 13] se calcula entonces el factor de intensidad de tensiones aplicado.

Mediante la aplicación de esta rutina de cálculo a los valores de $(\Delta a \text{ vs } t)$ medidos, se han obtenido los siguientes resultados para los materiales considerados:

a) Variación de la longitud de fisura en función del tiempo

En las Figuras 4.12 a 4.16 se muestran los resultados obtenidos para los cinco materiales ensayados. Se incluye en cada caso el ajuste de los datos experimentales.

En todos los materiales ensayados se encontró un buen acuerdo entre los valores finales de la longitud de fisura medidos al abrir la probeta y los determinados por ultrasonido. La diferencia máxima fue de 0.2 mm; cabe destacar que, en todos los casos, el crecimiento determinado por US resultó inferior al real.

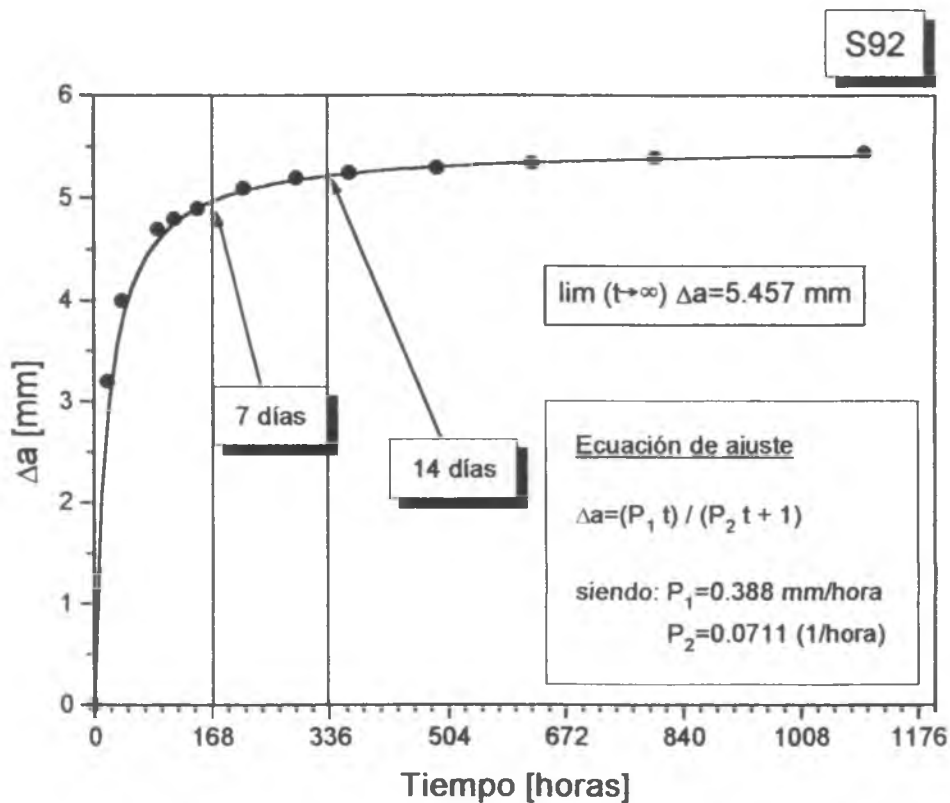


Figura 4.12

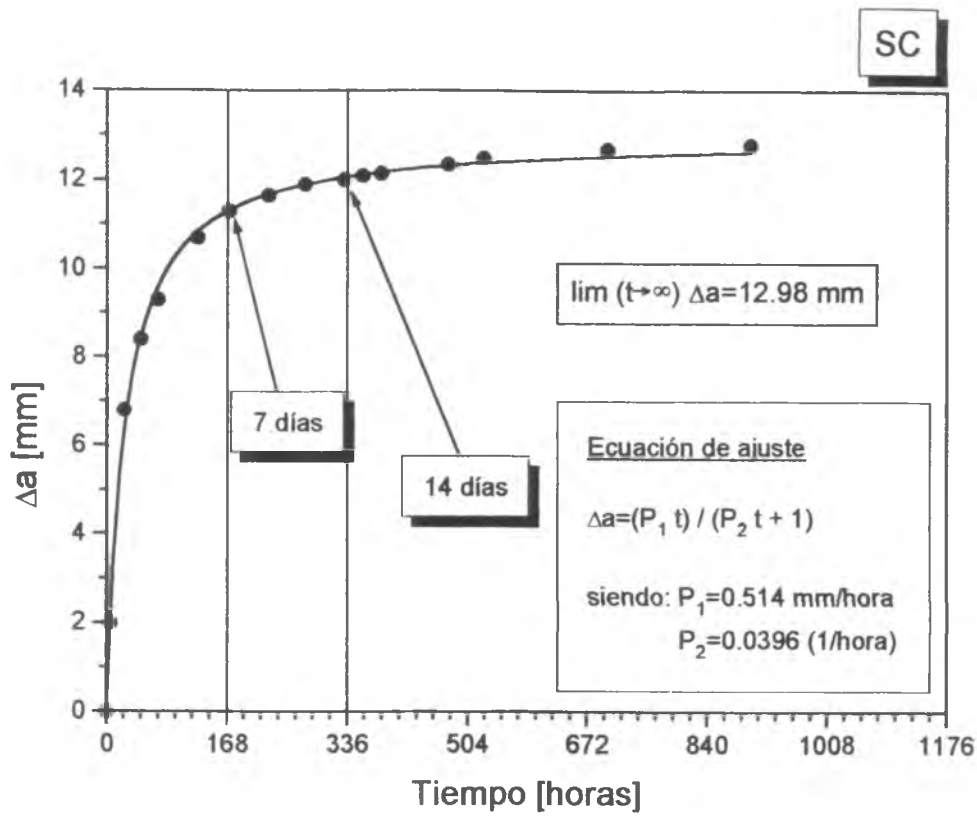


Figura 4.13

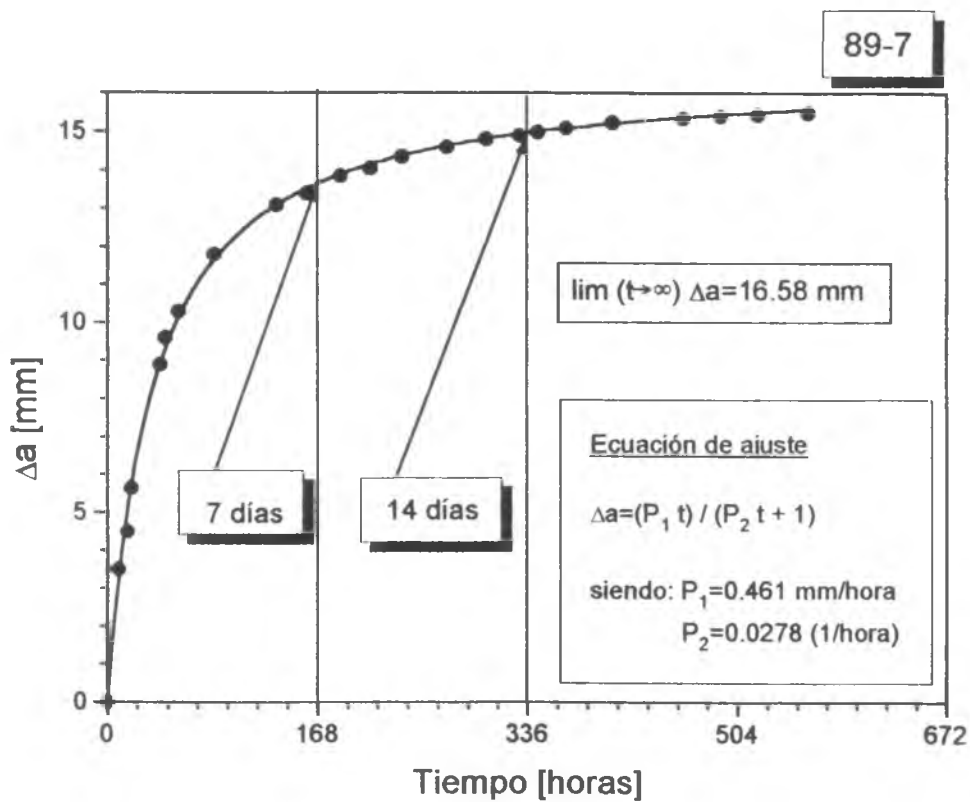


Figura 4.14

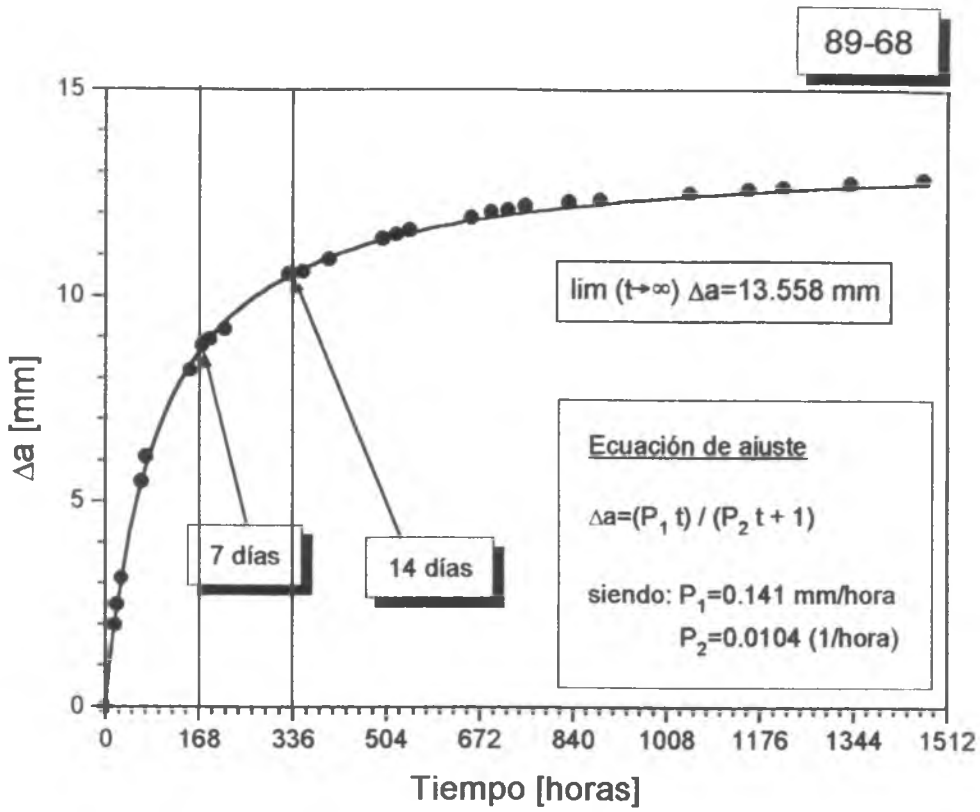


Figura 4.15

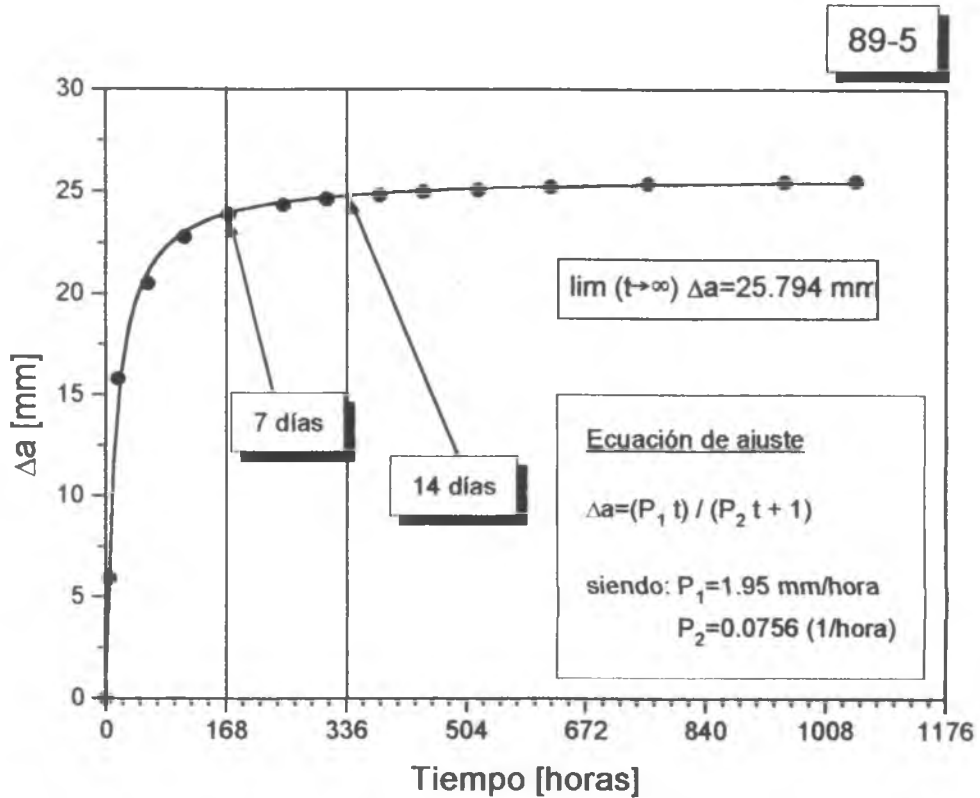


Figura 4.16

b) Caída de la carga al propagarse la fisura

Mediante la aplicación de la ecuación de compliancia para probetas DCB [16] y la utilización de la carga final obtenida de la curva lift-off para los materiales ensayados se han obtenido los resultados que siguen. Los datos experimentales han mostrado buen ajuste por una ecuación del tipo doble decaimiento exponencial, es decir:

$$P(t) = \alpha + \beta e^{(-t/t_1)} + \gamma e^{(-t/t_2)}$$

en las figuras correspondientes a cada material se muestran los valores de las constantes de la ecuación anterior, al igual que la curva de ajuste (Figuras 4.17 a 4.21).

Para cada material se utilizó un espesor de cuña que permitiera obtener un valor del desplazamiento en el centro del rango propuesto por la NACE TM0177-90 para el grado correspondiente. Para los materiales S92, SC y 89-7, por tratarse de aceros con tensión de fluencia entre 95 y 110 Ksi el desplazamiento fue del orden de $28 \cdot 10^{-3}$ in. Para el material 89-6.8, Grado API 110, el desplazamiento impartido a los brazos de la probeta fue de $21 \cdot 10^{-3}$ in, mientras que para el 89-5 con tensión de fluencia de 180 Ksi, el desplazamiento fue de $12 \cdot 10^{-3}$ in.

Esto implica que la condición inicial de carga es dependiente de la tensión de fluencia y por ello lo será el K_{I0} .

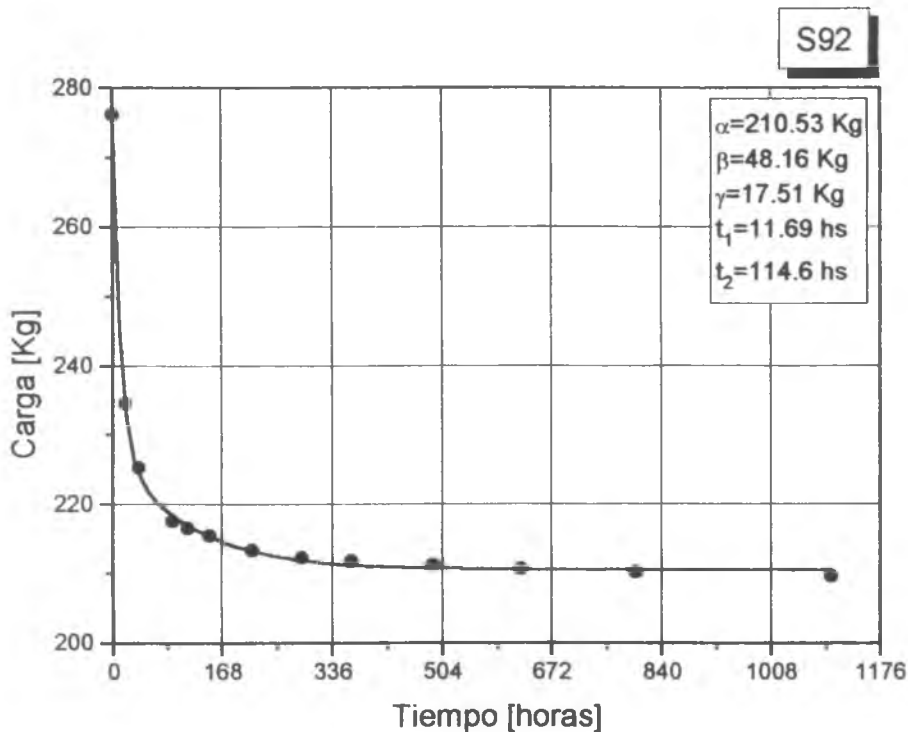
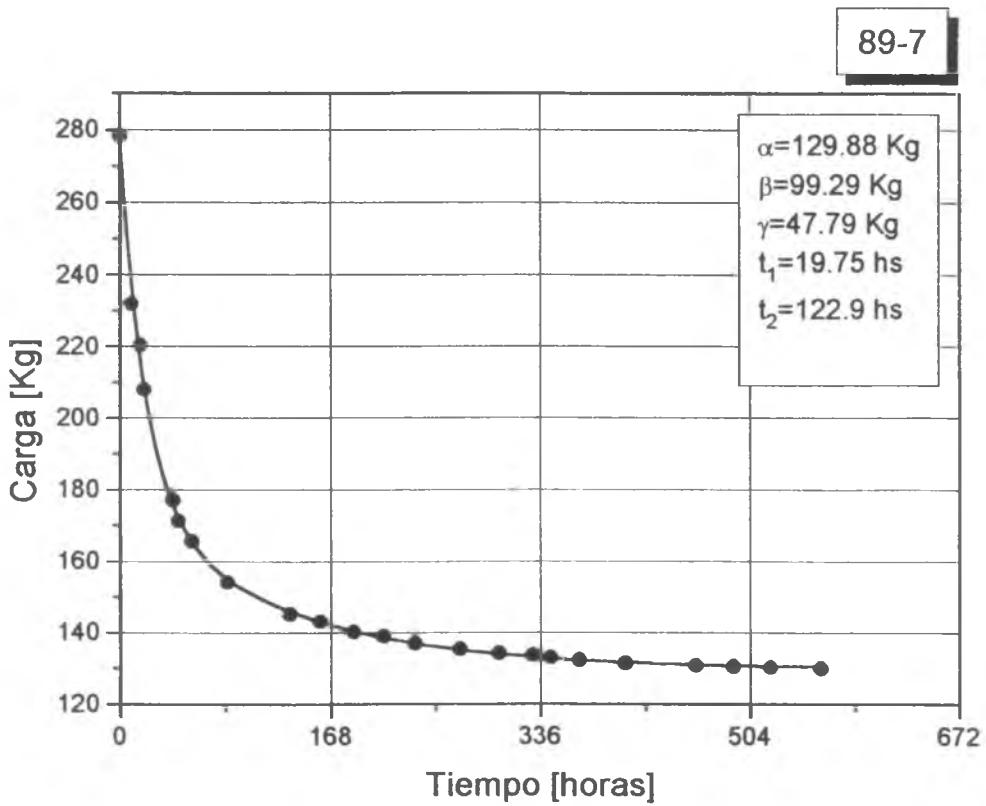
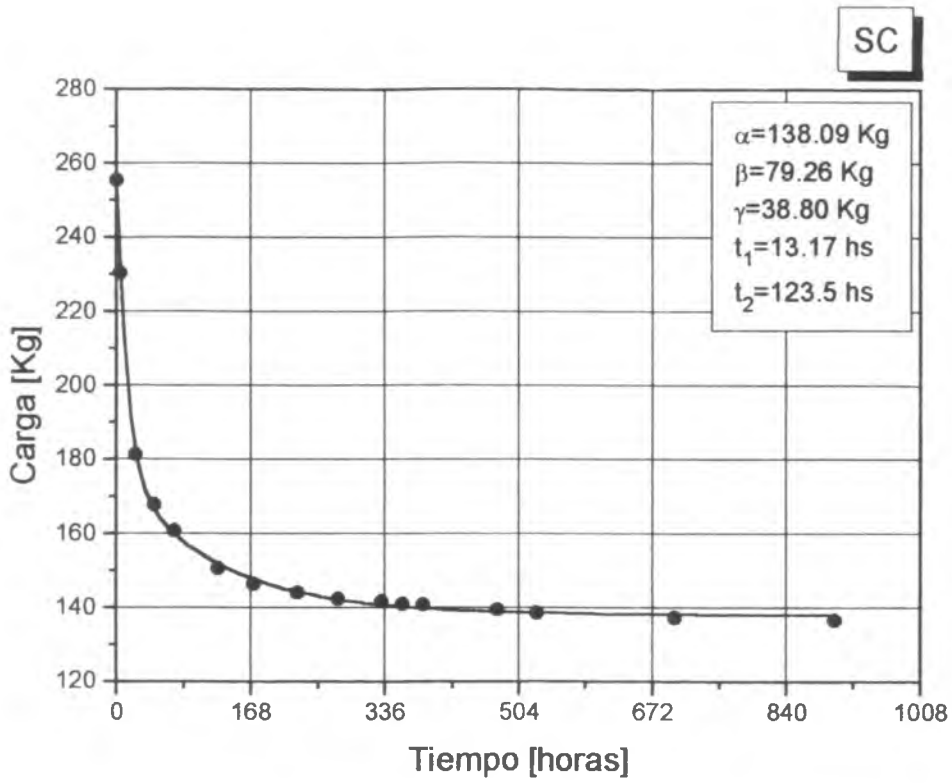
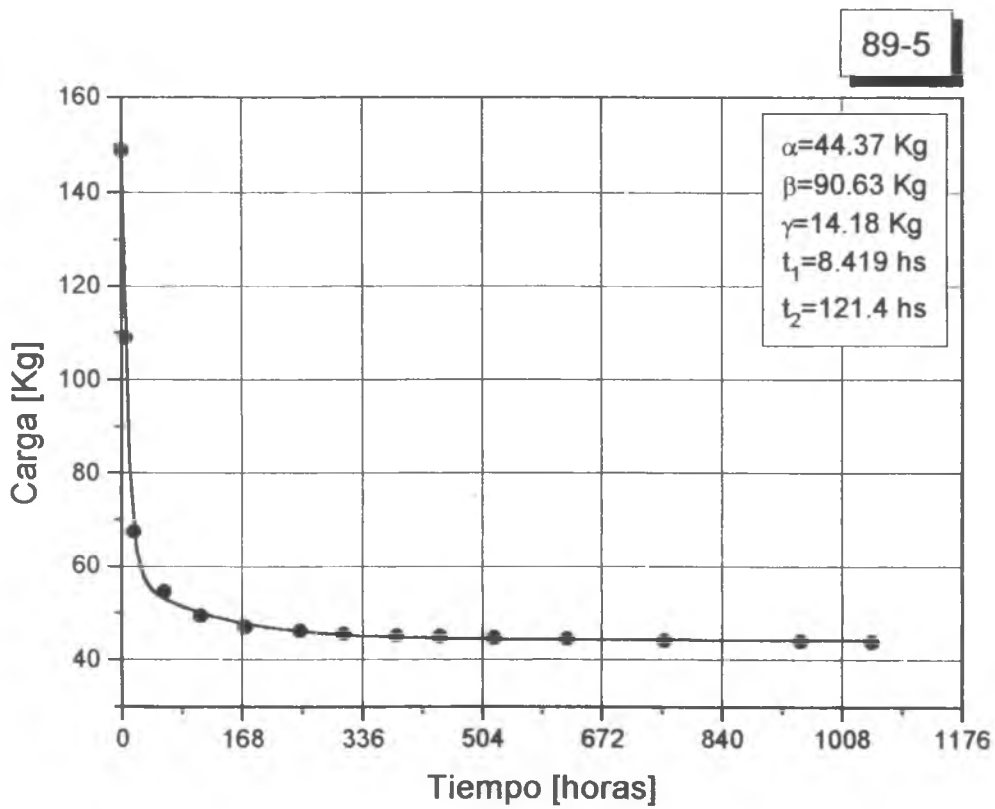
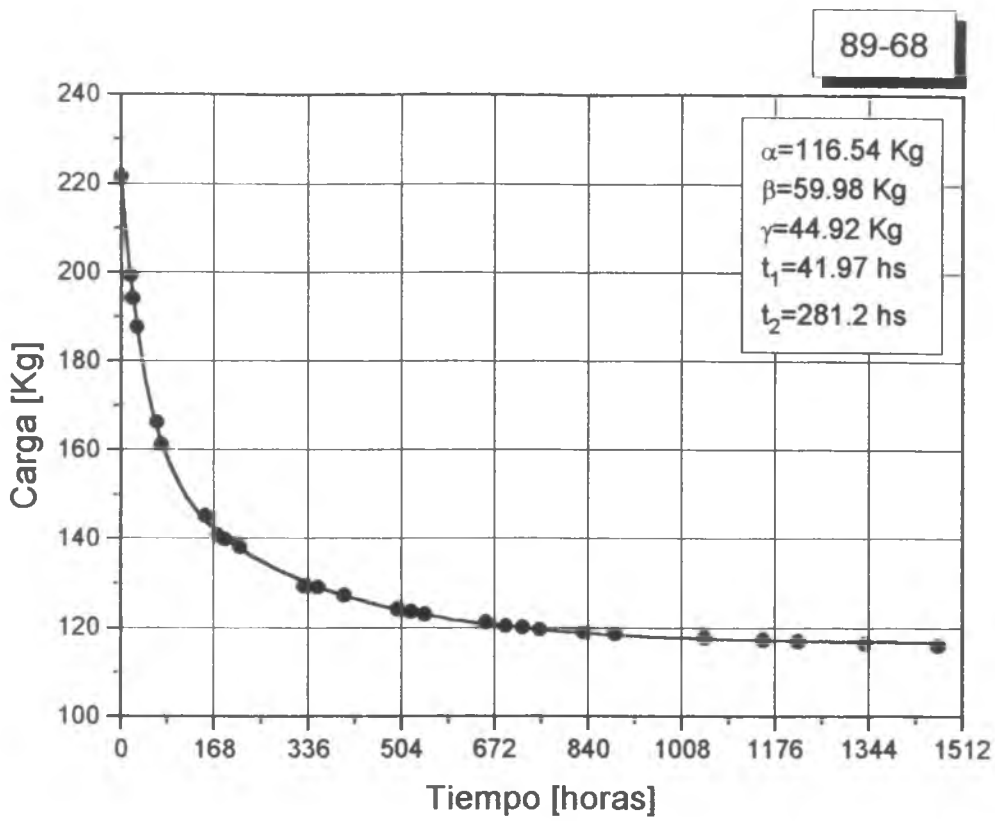


Figura 4.17





c) Variación del factor de intensidad de tensiones aplicado a lo largo del ensayo

El cálculo del factor de intensidad de tensiones aplicado es de singular importancia por dos razones:

- 1 correlacionar los valores de velocidad de propagación con los del factor de intensidad de tensiones aplicado, que es el modo habitualmente utilizado para presentar las características de propagación.
- 2 la determinación del factor de intensidad de tensiones para un tiempo de 14 días, lo cual permite comparar contra los resultados de un ensayo DCB tradicional.

Los resultados obtenidos (que se grafican junto a ajustes de tipo doble exponencial) han sido (Figuras 4.22 a 4.26):

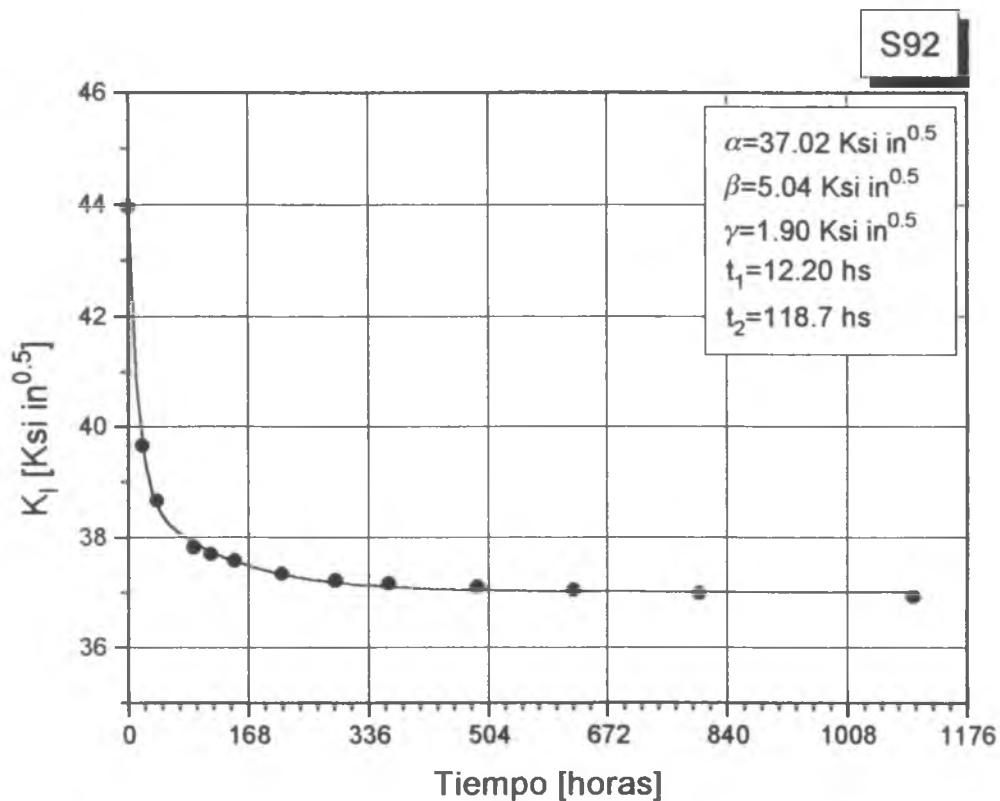


Figura 4.22

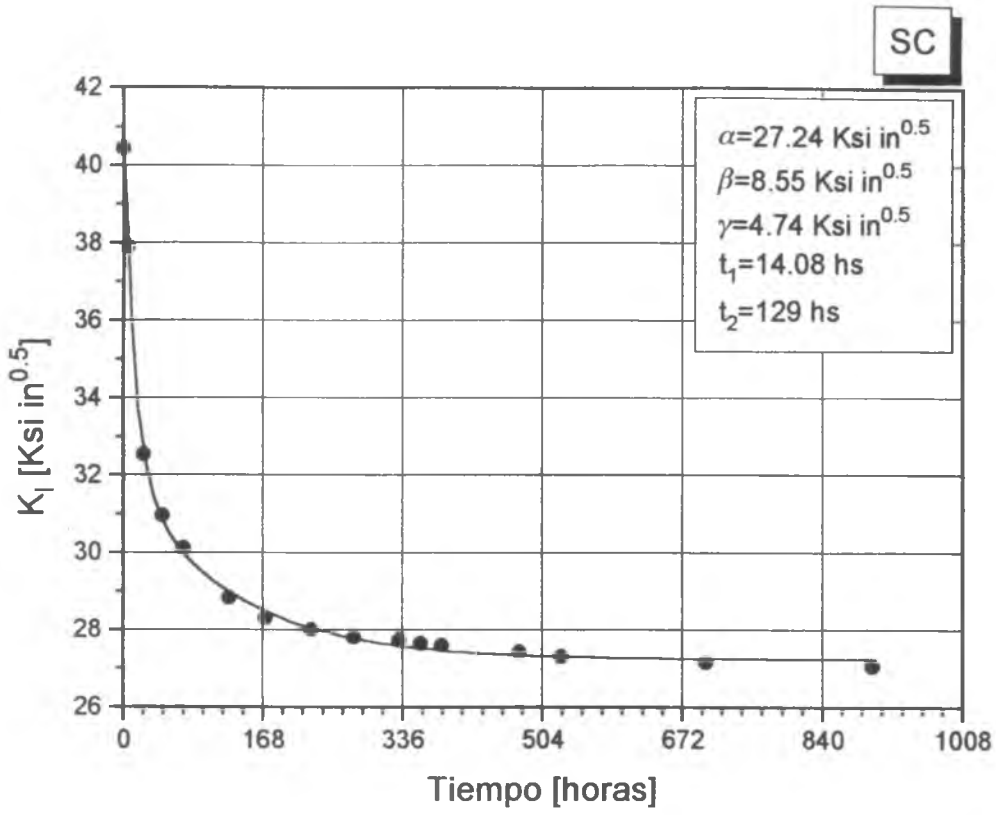


Figura 4.23

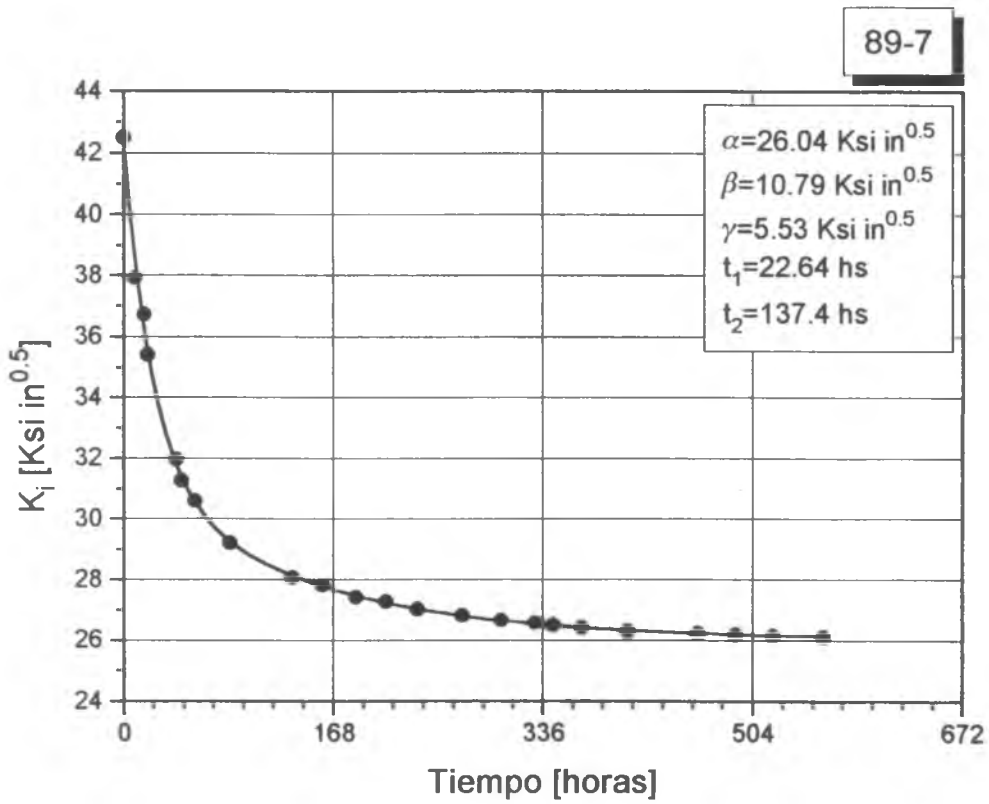


Figura 4.24

89-68

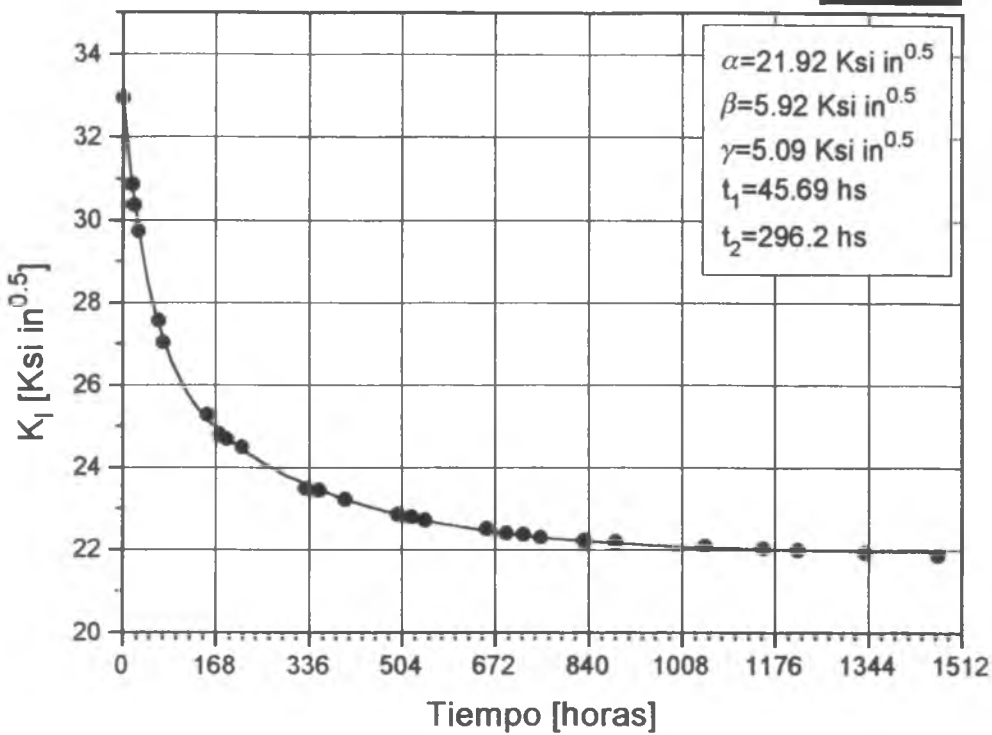


Figura 4.25

89-5

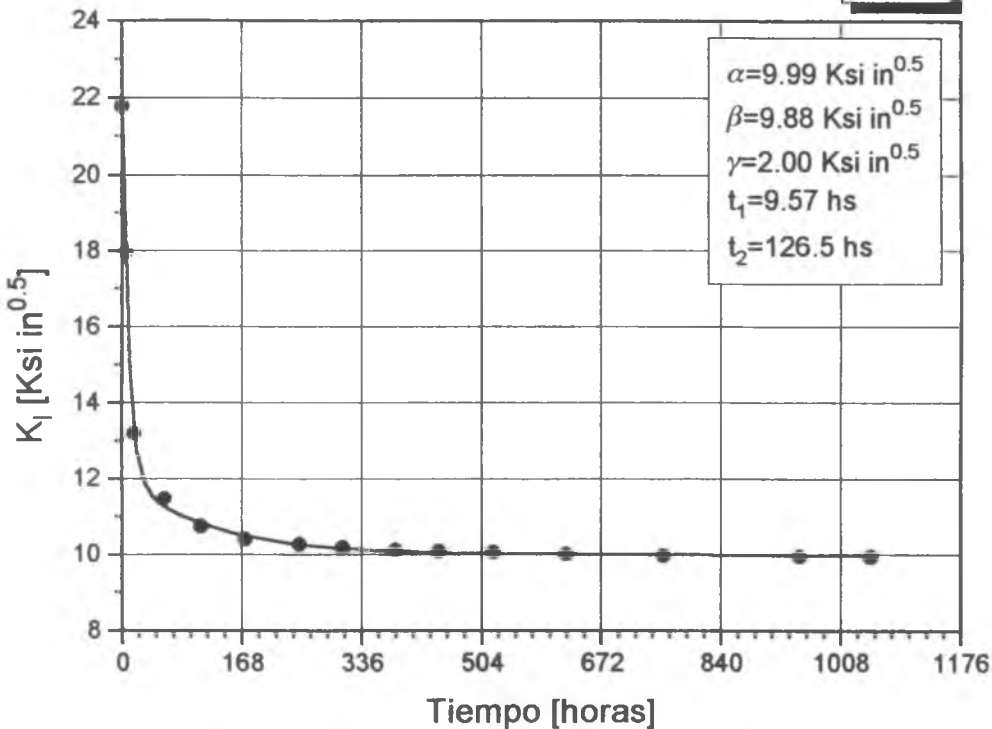


Figura 4.26

A partir de las figuras anteriores es posible estimar el factor de intensidad de tensiones en medio sulfídrico a 14 días (336 hs).

Salvo para el material r89-5, se han realizado ensayos según el método D para los materiales aquí ensayados. Los valores de K_{ISSC} promedio obtenidos por el método D y los estimados via US, son:

Material	$K_{ISSC,av}$ (Ksi in ^{0.5})	$K_{ISSC,estimado}$ (Ksi in ^{0.5})	Diferencia relativa (%)
S92	39.1	37.2	-5.35
SC	27.8	27.6	-0.72
89-7	29.3	26.4	-9.89
89-68	24.8	23.7	-4.44

Tabla 4.2

La proximidad entre los valores de K_{ISSC} estimados y los determinados en el ensayo tradicional da validez al método utilizado. No se ha encontrado explicación para la discrepancia observada en el material 89-7, que es mayor que para los demás materiales.

d) Curvas log da/dt vs K_I

A partir de la rutina de cálculo detallada en apartados anteriores ha sido posible obtener las siguientes curvas de propagación (Fig. 4.27 a 4.31):

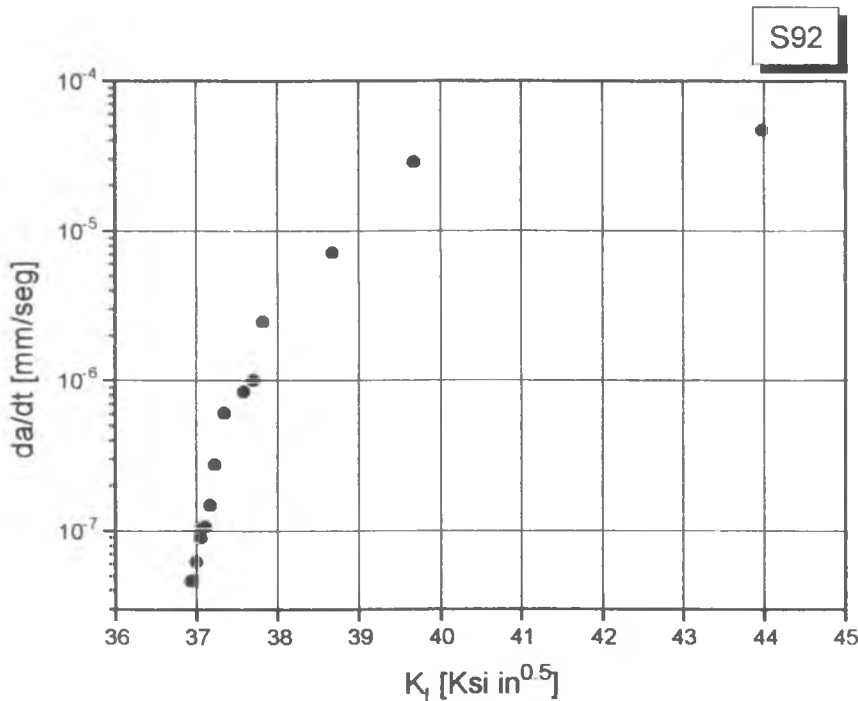


Figura 4.27

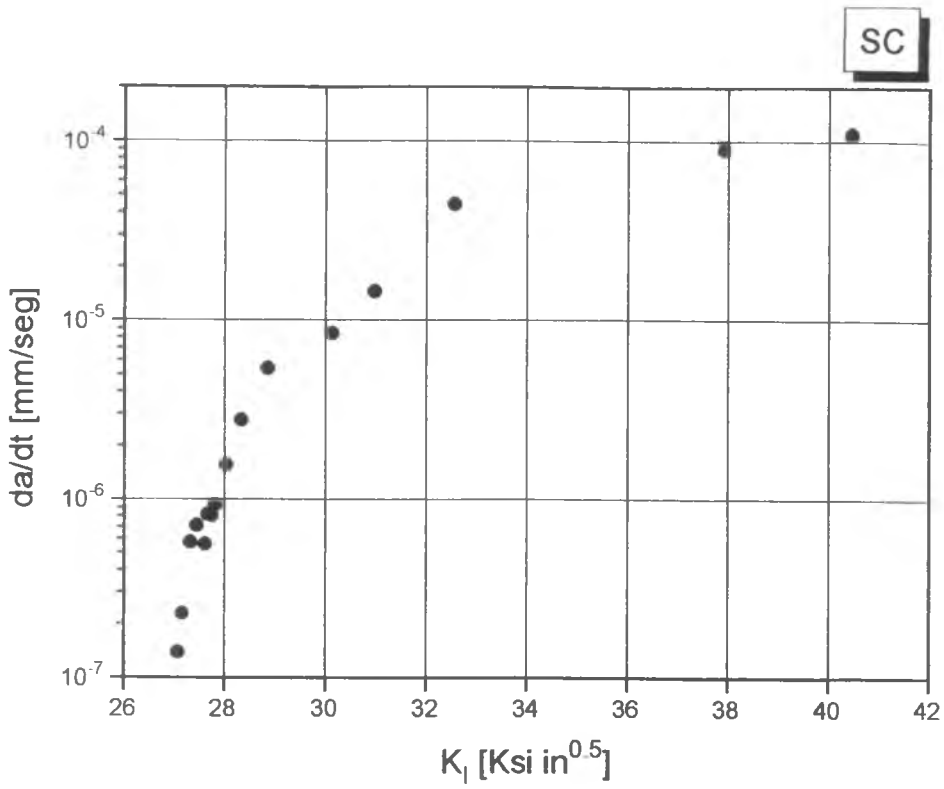


Figura 4.28

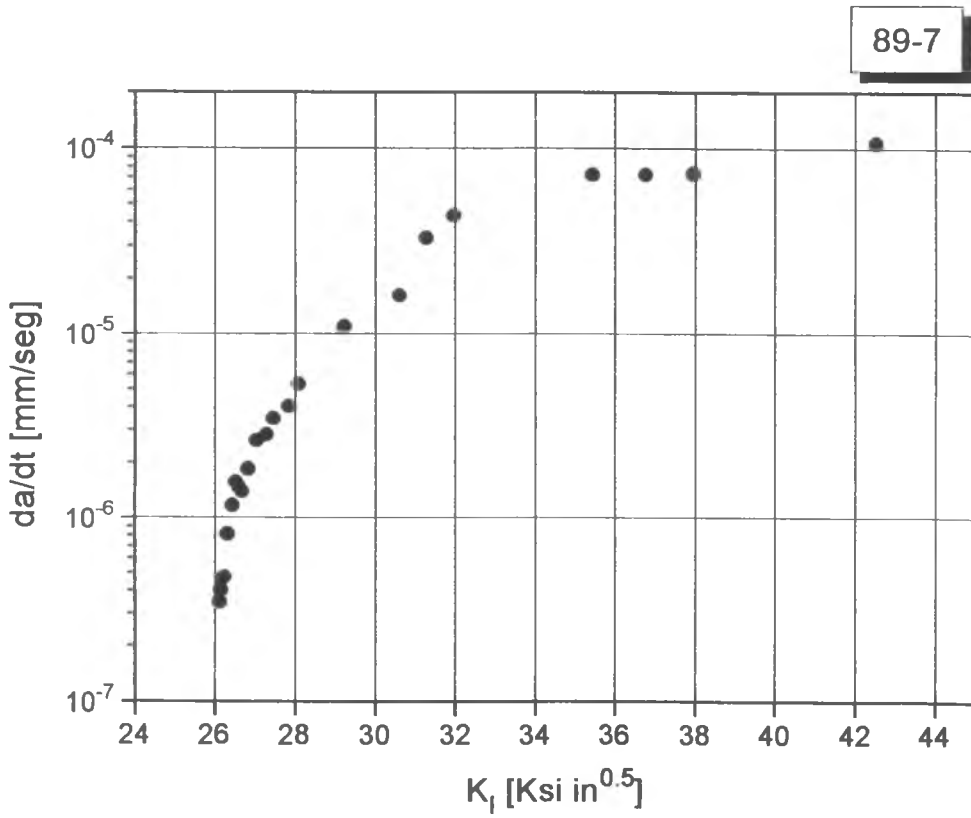


Figura 4.29

89-68

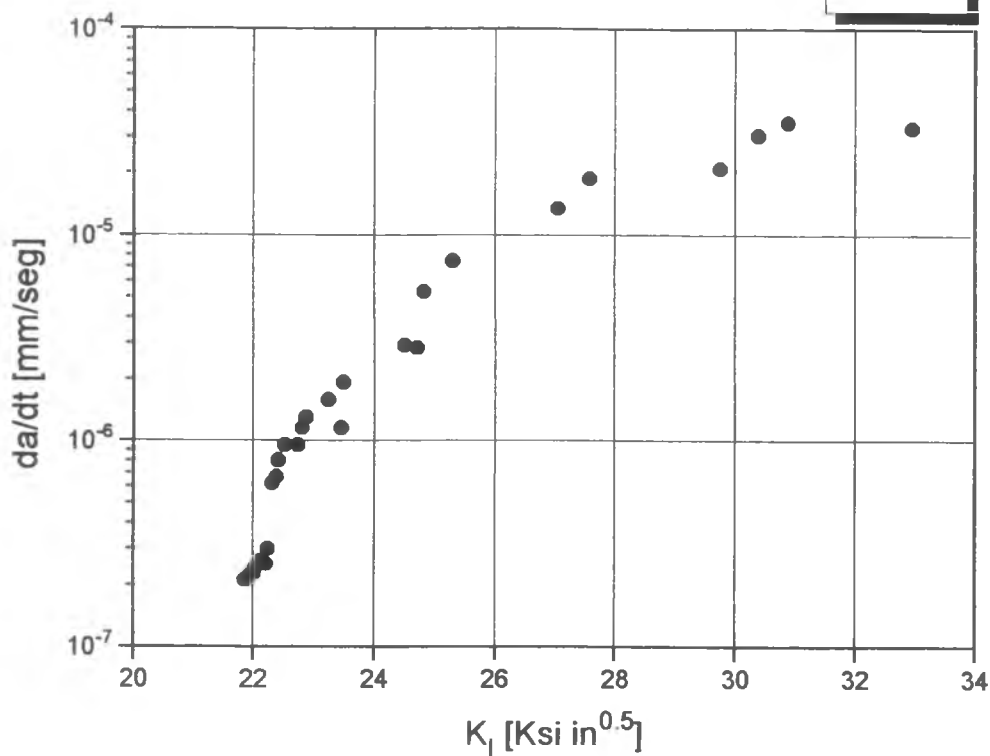


Figura 4.30

89-5

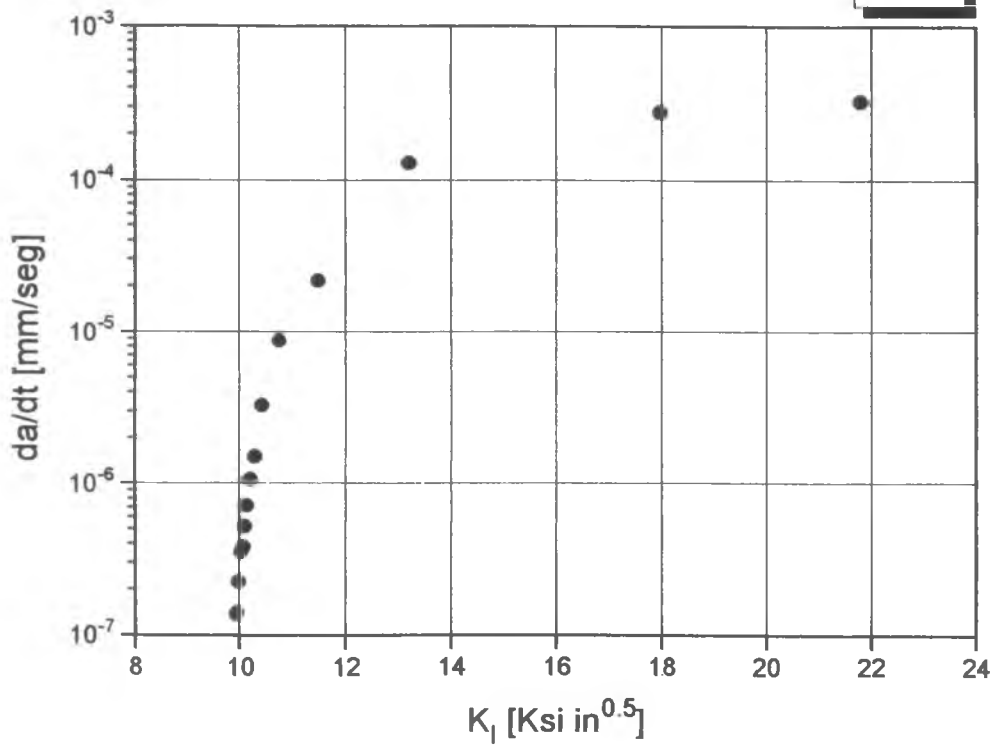


Figura 4.31

En las Figuras 4.27 a 4.31 se ve que durante el ensayo se trabaja en las etapas denominadas 1 y 2 de la curva típica de propagación (Figura 4.1).

CONCLUSIONES

1- Características del ensayo

El ensayo DCB, efectuado bajo las condiciones detalladas en este trabajo, mostró una buena reproducibilidad, tanto para probetas ensayadas en simultáneo como en forma separada. El máximo error relativo resultó del orden del 6%.

Al estudiar el efecto de la geometría de la probeta DCB sobre los resultados del ensayo se encontró que el espesor de la misma influye sobre el valor de K_{ISSC} . Para probetas de espesor reducido los valores del factor de intensidad de tensiones resultan menores que para las probetas standard, con diferencias que variaron entre 10 y 27%. Sólo será posible, entonces, la comparación de resultados de K_{ISSC} cuando los materiales a comparar hayan sido ensayados con probetas DCB de idéntico espesor.

2- Variables que afectan a la susceptibilidad

Se ha comprobado el descenso de la fractotenacidad en medio sulfídrico de los aceros al carbono de baja aleación y alta resistencia mecánica, con tratamiento de temple y revenido, a medida que se incrementa la resistencia mecánica. Se observó, sin embargo, que materiales con propiedades mecánicas similares arrojan valores marcadamente distintos de K_{ISSC} , hecho que demuestra la influencia de otras variables sobre la performance en el medio. Respecto de esta influencia se puede concluir:

- Los materiales tomados de tubos de gran espesor han mostrado valores bajos de K_{ISSC} para su tensión de fluencia, aun cuando en ellos se hubiese utilizado Boro como microaleante para aumentar la templabilidad.

- En materiales sometidos a doble temple y revenido no se obtuvo una performance del material diferenciada de la media de los materiales con un solo tratamiento.

- No se encontró influencia del tamaño de grano austenítico previo sobre la susceptibilidad en el rango de tamaños entre 8 y 25 micrones. En el caso de un material con un TGAP excesivamente grande (60 micrones), se obtuvo un valor de K_{ISSC} muy bajo para su tensión de fluencia.

- La microestructura juega un rol fundamental en la susceptibilidad de los materiales.

Se ha encontrado que una microestructura de tipo laths con uno o pocos paquetes por grano austenítico previo es detrimental para el servicio de los aceros en medio sulfídrico, por ser pobre en bordes de alto ángulo.

La presencia casi exclusiva de martensita revenida, como se encontró en los materiales con doble temple y revenido, no asegura una performance superior a la promedio.

Se observaron valores altos de K_{ISSC} en materiales cuya microestructura correspondió a martensita revenida combinada con una alta proporción de bainita tipo inferior. En materiales donde se detectó la presencia de bainita tipo superior la performance fue, por el contrario, inferior a lo esperado para su resistencia mecánica.

Los carburos de gran tamaño son perjudiciales para el servicio en medio sulfídrico.

3-De la cinética de propagación

La técnica de Ultrasonido implementada permite monitorear el crecimiento de fisuras por SSC en probetas DCB, habiéndose observado pequeñas diferencias (no superiores a 0,2 mm) entre las longitudes finales de fisura medidas y las determinadas por uso de la técnica.

Aún cuando la exposición de la probeta al medio sulfídrico no es completa durante el ensayo, también se encontró un buen acuerdo entre los valores de K_{ISSC} estimados a 14 días y los medidos en el ensayo DCB tradicional.

Apéndice 1

Equipamiento utilizado

El equipamiento utilizado en las distintas etapas ha sido el siguiente:

1) Prefisuración

Para la prefisuración de las probetas a ensayar, se ha utilizado una máquina construída especialmente y que permite la aplicación de desplazamientos alternativos con valor medio controlado mediante un tornillo de pretensado y amplitud regulable por modificación de la posición relativa de dos levas concéntricas.

Las cargas resultantes de los desplazamientos aplicados son monitoreadas por utilización de una celda de carga para fatiga, Interface 1110 AF-10K con capacidad máxima de 10000lb, y un indicador Daytronic 3270. Ambos elementos son periódicamente calibrados en el Laboratorio de Pruebas y Ensayos Especiales (LEPE), CINI.

La gran rigidez del sistema permite, dado un desplazamiento aplicado, prefisurar las probetas con un K_I decreciente a medida que la fisuración por fatiga avanza. Esta característica permite asegurar el cumplimiento de los límites de $K_{Imáx}$ que fija la Norma durante el prefisurado.

El sistema es accionado por un motor de corriente continua Piudo Artin CK110, de 0.5 HP, con variador electrónico de velocidad.

2) Determinación de carga final

La carga final que la cuña imparte a la probeta DCB se obtiene a partir de la curva Lift-off. Para obtener estas curvas se ha utilizado una máquina de tracción INSTRON 1131, de accionamiento mecánico. Para la determinación de la carga se usa una celda de carga Reacción CZ300, de capacidad máxima 300 Kg, calibrada por CITSAFE (INTI) y un indicador Daytronic 3270.

La adquisición de datos se realiza tomando señal del indicador mediante un multímetro TES 2730 y software provisto con el instrumento (Recmeter for Windows, v1.28).

3) Determinación de la longitud de fisura

La longitud de fisura final ha sido medida, tras la apertura de la probeta, tanto por utilización de Lupa de 10X y charriot BIMA como por uso de calibre Mitutoyo, obteniéndose coincidencia de resultados.

4) Medición de las dimensiones de la probeta

Para la medición de las dimensiones de la probeta se han utilizado calibres y micrómetros Mitutoyo. La medición de la profundidad de las entallas laterales se realiza con micrómetro Mitutoyo especialmente adaptado a tal fin.

5) Determinación de propiedades mecánicas

La determinación de las curvas de tracción de los materiales ensayados se realizó utilizando la misma máquina INSTRON 1131 usada para la determinación de curvas Lift-off. La celda de carga usada es la original de máquina, calibrada periódicamente contra patrón en LEPE, CINI. Se utiliza como indicador un Daytronic 3270, cuya señal es usada para la adquisición de datos mediante multímetro TES 2730 y programa Recmeter.

La obtención de los perfiles de dureza de los materiales se realiza en el Laboratorio Físico de Siderca (LAFI), utilizando durómetros GNEHM OM250 y WILSON 600. Se utilizan patrones de dureza Wilson, traceables al NIST.

6) Determinación de composición química

La composición química de los materiales ensayados ha sido determinada en el Laboratorio Químico de Siderca (LAQU), utilizándose los siguientes equipos:

- Espectrómetro de emisión óptica ARL 3460 B
- Analizador de gases LECO TC-136, para la determinación de oxígeno y nitrógeno.

-Analizador de carbono y azufre LECO CS-144

7) Análisis microestructural

Los estudios microestructurales por microscopía óptica fueron realizados en banco metalográfico LEITZ Wetzlar MM5 y microscopio metalográfico Olympus PMG3, ambos de LAMT, Siderca.

Los estudios de microscopía electrónica de barrido se han efectuado en equipos Phillips, en CITEFA, y CAC (CNEA).

Todos los ensayos DCB, en lo que respecta a la exposición de las probetas al medio de interés, fueron llevados a cabo en SULF, CINI-MEPR, Siderca, laboratorio diseñado para la realización de ensayos que involucren la utilización de sulfuro de hidrógeno, dotado del equipamiento y medidas de seguridad necesarias para tal servicio.

Apéndice 2

Determinación de las condiciones de prefisuración

De acuerdo a la tabla de Pagina 18 de la Norma NACE TM0177-90 para un acero de grado 90 los desplazamientos provocados a los brazos de la probeta DCB al insertar la cuña de carga deberán estar comprendidos entre 25 y 35 10^{-3} pulgadas; adoptando el valor central de este rango, resulta:

$$\delta = 30 \cdot 10^{-3} \text{ in}$$

Si se desea que la prefisura introducida por fatiga sea del orden de los 2 milímetros pasando la base del chevron, la longitud de fisura a considerar en el instante de la introducción de la cuña es:

$$a_0 = (1.25 + (2/25.4))^{\prime\prime} = 1.329 \text{ in}$$

Asumiendo este valor podemos calcular la compliancia de la probeta al instante de la carga que, aplicando la ecuación de compliancia desarrollada por Sklarz-Pérez [16], resulta:

$$C_0 = 0.0314 \text{ in/Klb}$$

Estamos entonces en condiciones de obtener la carga aplicada a la probeta al introducir la cuña:

$$P_0 = \delta / C_0 = (30 \cdot 10^{-3} \text{ in} / 0.0314 \text{ in/Klb}) = 955.4 \text{ lb}$$

Estimada la carga inicial podemos obtener un valor adecuado de carga máxima a aplicar en el prefisurado como:

$$P_{\max} = 0.6 P_0 = 575 \text{ lb}$$

y, dado que se desea una relación R de carga mínima a carga máxima de 0.2, la carga mínima durante el prefisurado deberá establecerse en:

$$P_{\min} = 0.2 P_{\max} = 0.2 \cdot 575 = 115 \text{ lb}$$

Con lo cual quedan fijadas las condiciones de carga durante el prefisurado. La velocidad se establecerá en 1300 rpm y el tiempo de prefisurado estará en el orden de 45 minutos para obtener una prefisura que vaya entre 2 y 3 mm más allá de la base del chevron.

Notese que los valores de carga caen en el rango de validez previsto por la Norma, que es de 70 a 700 lb para la probeta DCB standard.

Veremos que bajo estas condiciones se cumple lo especificado por la Norma, en donde se estipula que el $K_{I\text{MAX}}$ durante el prefisurado no debe superar el 70% del K_{I0} , siendo este el factor de intensidad de tensiones aplicado al insertar la cuña.

Al cargar la probeta durante el prefisurado con P_{\max} (condición de K_{\max}), se lo ha hecho con $P_{\max}=0.6 P_0$, siendo la longitud de fisura en el instante de inicio de dicho prefisurado $a'_0 = 1.25''$, es decir menor que la longitud real de fisura al introducir la cuña. Siendo:

$$K_{I\text{MAX}}(t=0) = P_{\max} (2 \sqrt{3} a'_0 + c) / d$$

mientras que

$$K_{I\text{MAX}}(t=\text{final}) = P_{\max} (2 \sqrt{3} a_0 + c) / d$$

con lo cual:

$$(K_{I\text{MAX}}(t=0) / K_{I\text{MAX}}(t=\text{final})) = (2 \sqrt{3} a'_0 + c) / (2 \sqrt{3} a_0 + c)$$

$$\text{siendo } c=2.38 \text{ h}=1.19$$

$$a'_0=1.25''$$

$$a_0=1.329'' \text{ (2 mm más allá de la base del chevron)}$$

$$(K_{I\text{MAX}}(t=0) / K_{I\text{MAX}}(t=\text{final})) = 0.953$$

con lo cual

$$K_{I\text{MAX}}(t=0) = 0.572 K_{I0} \quad \text{y} \quad K_{I\text{MAX}}(t=\text{final}) = 0.6 K_{I0}$$

es decir que estamos en una condición conservativa respecto de la Norma.

Si consideramos además que, al propagarse la prefisura en la probeta se observa una caída de la carga (25% para un acero de grado 90 cuando la prefisura creció 2 milímetros), en la condición final de prefisurado estaremos por debajo del 60% del factor de intensidad de tensiones inicial. Por tanto, el método de prefisurado utilizado respeta con creces las previsiones de la Norma NACE TM0177-90.

Una situación que puede darse durante el prefisurado es, sobre todo en aceros que no han sido ensayados con anterioridad, un crecimiento de prefisura que vaya más allá de lo previsto al realizar el cálculo de las cargas.

Dado que al introducir la cuña en esta geometría de probeta habrá de aplicarse una carga menor que la prevista para determinar las cargas de prefisurado, es posible que, de producirse un crecimiento desmedido de la prefisura no estemos cumpliendo con la restricción de la Norma en cuanto a que $K_{I\text{MAX}} < 0.7 K_{I0}$.

Interesa saber, entonces, en el caso de trabajar con un acero de grado 90, haber previsto una prefisura de 2 mm más allá de la base del chevron, y haber calculado las cargas de prefisurado de acuerdo a esa geometría de probeta, hasta que valor de longitud de prefisura real se sigue dentro de lo previsto por la Norma.

En una primera aproximación al problema consideremos que la carga máxima se mantiene constante durante el avance de la fisura por fatiga. Este es un criterio excesivamente conservativo pues sabemos que durante la propagación de la fisura se produce efectivamente una caída de carga, pero nos marcará un límite inferior.

Para un acero de grado 90, bajo los supuestos anteriores, resulta:

$$P_0 = 955.4 \text{ lb}$$

$$P_{\text{max}} = 575 \text{ lb}$$

De producirse un crecimiento que de lugar a una longitud total de fisura a , al momento de introducir la cuña (con $\delta = 30 \cdot 10^{-3} \text{ in}$), se tiene:

$$K_{I0} = P'_0 a (2 \sqrt{3} + 2.38 h/a)(B/B_n)^{(1/\sqrt{3})} / (B h^{1.5})$$

y como $P'_0 = \delta / C_0$

con $C_0 = (1 / E B) (-9.5168 + 105.71 a/h - 20.447 (a/h)^2 + 12.054 (a/h)^3)$

queda:

$$K_{I0} = \delta a (2 \sqrt{3} + 2.38 h/a)(B/B_n)^{(1/\sqrt{3})} E / (h^{1.5} (-9.5168 + 105.71 a/h - 20.447 (a/h)^2 + 12.054 (a/h)^3))$$

Fijando $K_{iMAX} = 0.7 K_{I0}$, y reemplazando en la ecuación anterior, resulta

$$(P_{MAX} / B) = (0.7 \delta E) / (-9.5168 + 105.71 a/h - 20.447 (a/h)^2 + 12.054 (a/h)^3)$$

y reordenando

$$(-9.5168 + 211.42 a/h - 81.788 (a/h)^2 + 96.432 (a/h)^3) = 410.87$$

resolviendo graficamente la ecuación se observa:

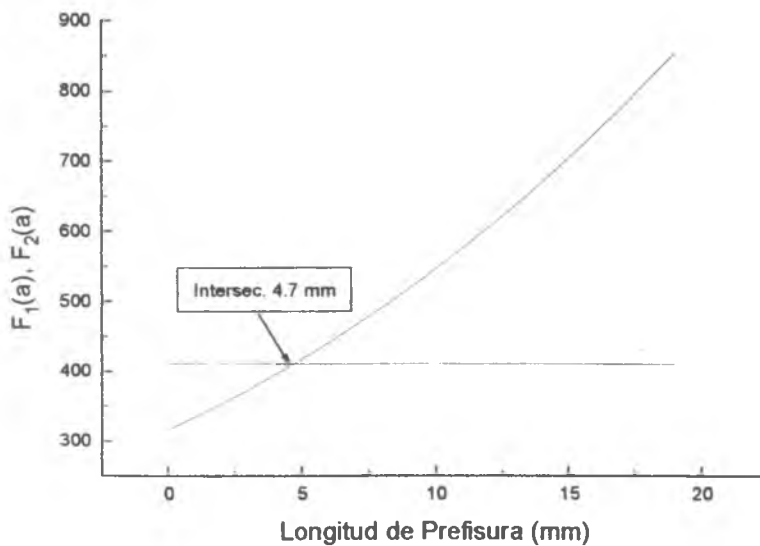


Figura A2-1

es decir, hasta superados los 4.7 mm más allá de la base del chevron no comenzariamos a violar la condición fijada por la Norma.

Es claro que para aproximarnos algo más a la realidad debemos considerar la caída de carga que se experimenta durante el crecimiento de la fisura. Si tomamos por ejemplo una caída del 25% en la carga máxima como fué observado para prefisuras de hasta 3 mm, con lo cual nos mantenemos en posición conservativa, y replanteamos las ecuaciones anteriores con esta nueva condición, resulta:

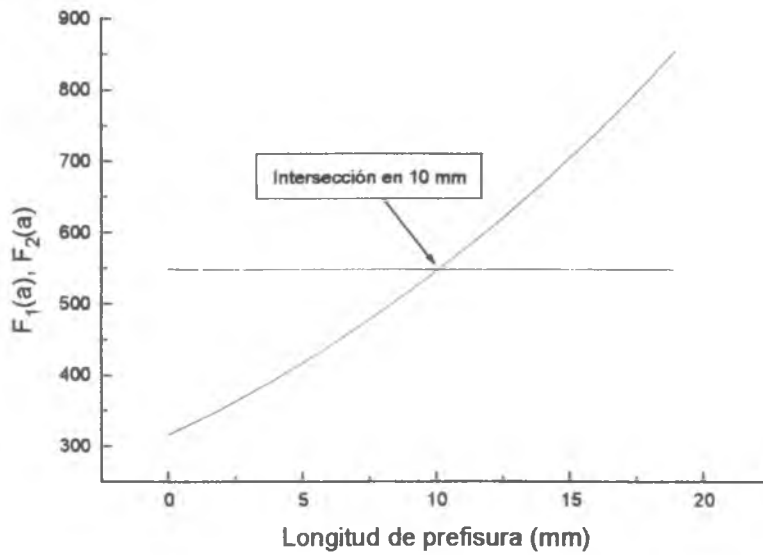


Figura A2-2

y ahora nos estaría permitido llegar a los 10 mm de prefisura por fatiga sin modificar las condiciones iniciales de carga (esta posibilidad es de importancia en los casos en que resulte necesario introducir en la probeta longitudes de prefisura de ese orden, tal cual ocurre cuando se requiere preparar una probeta DCB a fin de seguir cinética de propagación por ultrasonido).

Apéndice 3

Reproducibilidad de los ensayos DCB

Uno de los aspectos fundamentales a considerar al evaluar la fiabilidad de un ensayo es el de la reproducibilidad de sus resultados, es decir, de la capacidad del mismo para arrojar resultados similares entre sí al ensayar un mismo material bajo pretendidas condiciones.

En particular en el ensayo DCB, y dada la gran cantidad de etapas que lo conforman, este es un aspecto que podría resultar comprometido.

El maquinado de la probeta, las condiciones de prefisuración, la carga inicial de la probeta, la solución de ensayo y su saturación al igual que la determinación de la carga y longitud de fisura finales, son variables que podrían tener influencia sobre el resultado del ensayo.

Dado que los ensayos, de acuerdo a lo previsto por la Norma son realizados por triplicado, de la comparación de los resultados obtenidos para el grupo de tres probetas requeridas se obtiene una primera respuesta al interrogante planteado. En esta situación están presentes todas las variables que se relacionan con el maquinado, la prefisuración, la carga de las probetas y la determinación de resultados. Sin embargo, las probetas son ensayadas en forma simultánea, es decir, no se están considerando las variables que deriven del medio al cual están expuestas, variables como pH de la solución, contenido de sulfídrico o temperatura que, aún cuando se busque repetirlas exactamente en dos ensayos distintos, podrán presentar pequeñas diferencias.

Por esto se ha analizado no sólo la reproducibilidad de resultados obtenida dentro de un ensayo, sino que se han repetido ensayos completos para distintos materiales a fin de evaluar la reproducibilidad en forma integral.

1- Reproducibilidad de resultados para probetas ensayadas en simultáneo

Se resumen a continuación los resultados obtenidos por probeta para los distintos ensayos realizados siguiendo el método D con DCB de tipo standard, donde los valores de factor de intensidad de tensiones se expresan en $Ksi\ in^{0.5}$.

Material	$\sigma_{fi}(Ksi)$	K_1	K_2	K_3	K_4	K_5	K_6
j1	95.4	40.38	40.95	41.05	--	--	--
j1	95.4	40.55	39.85	--	--	--	--
j1	95.4	37.58	39.52	--	--	--	--
j1	95.4	40.85	38.58	--	--	--	--
rh31	95.5	40.72	36.7	38.69	--	--	--
SC	95.5	26.56	28.58	29.81	--	--	--
SC	95.5	27.66	29.05	28.81	--	--	--
r11-7	96	29.27	28.16	27.05	--	--	--
S1	96	26.93	26.67	28.29	29.48	29.44	28.4
S1	96	27.18	25.88	28.15	--	--	--
T52	96.4	39.83	39.12	40.39	--	--	--
S2	96.4	28.77	29.55	29.07	28.84	30.25	30.3
H28	97	31.77	32.9	30.97	--	--	--
T53	98.6	35.6	34.57	34.4	--	--	--
T54	99.3	30.82	31.26	29.96	--	--	--
s92	99.7	36.87	40.68	39.81	--	--	--
H31	100.5	31.52	32.03	29.95	--	--	--
H31	100.5	29.74	29.6	31.01	--	--	--
TB54	101.4	32.98	33.6	35.43	--	--	--
rt54	102	32.4	31.17	30.13	--	--	--
H30	102.3	35.53	34.33	34.84	--	--	--
H29	102.7	32.48	32.63	32.04	--	--	--
H46	103.6	29.84	29.01	29.83	--	--	--
89-7	104.2	29.39	29.32	29.24	--	--	--
T73	104.3	30.05	30.89	29.31	--	--	--
T2	106	26.58	26.46	26.23	--	--	--
T2	106	28.07	28.49	28.99	--	--	--
H92	116.2	20.84	22.98	23.45	--	--	--
TB73	120.4	22.88	22.7	23.11	--	--	--
A65	126.5	19.08	20.32	20.29	--	--	--

Tabla A3.1

A fin de evaluar la repetitibilidad en los resultados obtenidos para probetas de un mismo material ensayadas en forma simultánea, a partir de los valores de Tabla A3.1 se han calculado dos parámetros que permiten cuantificar la dispersión [66]:

$$\sigma_{n-1} = \sqrt{\frac{\sum (K_i - K_{prom})^2}{n-1}} \quad (\text{desviación standard con corrección de Bessel})$$

$$e = \frac{1}{n} \sum |K_i - K_{prom}| \quad (\text{desviación media})$$

Los valores obtenidos se muestran en la Tabla A3.2 y se grafican en la Figura A3.1.

Material	K_{Inrm} (Ksi in ^{0.5})	σ_{n-1} (Ksi in ^{0.5})	e (Ksi in ^{0.5})
j1	40.79	0.36	0.28
j1	40.20	0.49	0.35
j1	38.55	1.37	0.97
j1	39.72	1.61	1.14
rh31	38.70	2.01	1.34
sc	28.32	1.64	1.17
sc	28.51	0.74	0.56
r11-7	28.16	1.11	0.74
s1	28.20	1.20	0.93
s1	27.07	1.14	0.79
T52	39.78	0.64	0.44
s2	29.46	0.69	0.57
H28	31.88	0.97	0.68
T53	34.86	0.65	0.50
T54	30.68	0.66	0.48
s92	39.12	2.00	1.50
H31	31.17	1.08	0.81
H31	30.12	0.78	0.60
TB54	34.00	1.27	0.95
r654	31.23	1.14	0.78
H30	34.90	0.60	0.42
H29	32.38	0.31	0.23
H46	29.56	0.48	0.37
89-7	29.32	0.08	0.05
T73	30.08	0.79	0.54
T2	26.42	0.18	0.13
T2	28.52	0.46	0.32
H92	22.42	1.39	1.06
TB73	22.90	0.21	0.14
A65	19.90	0.71	0.54

Tabla A3.2

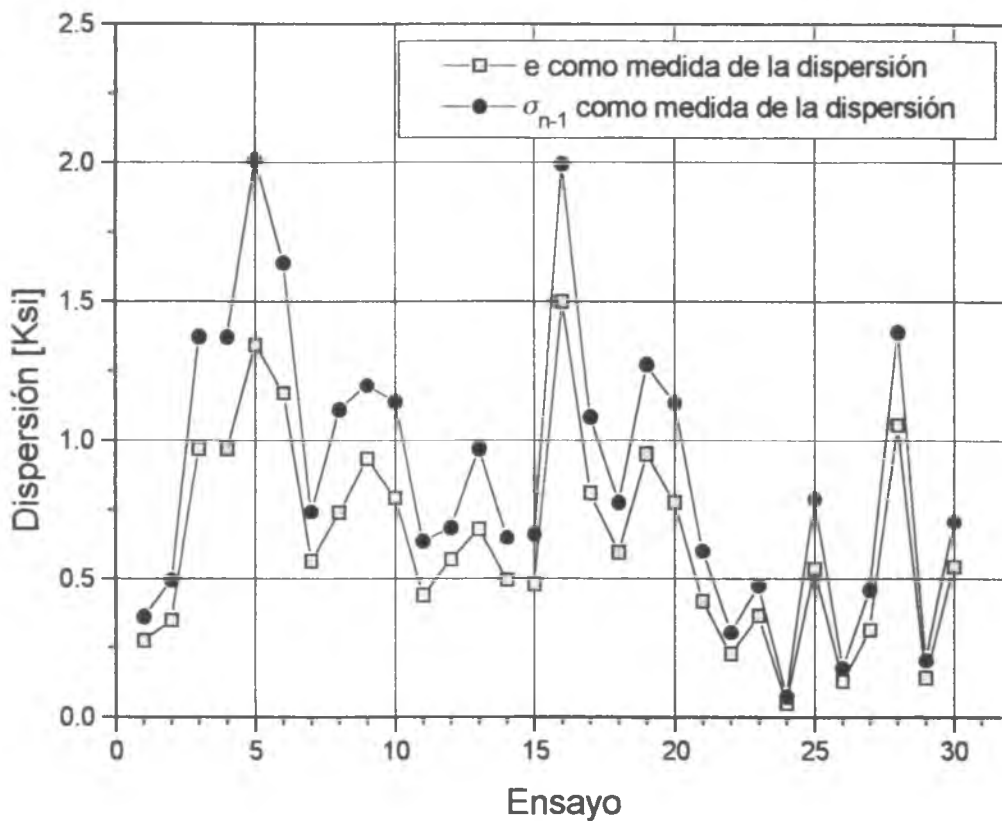


Figura A3.1

El valor máximo de dispersión es del orden de $2 \text{ Ksi in}^{0.5}$ o $1.5 \text{ Ksi in}^{0.5}$ según se la calcule vía σ_{n-1} o e.

No se observa una dependencia de la dispersión calculada con los valores del factor de intensidad de tensiones, por ello resulta necesario referir los valores de dispersión calculados al valor medio para el ensayo. Esto puede hacerse calculando la relación entre la medida de dispersión tomada y el K_{ISSC} promedio, los resultados obtenidos se grafican en la Figura A3.2.

El valor máximo de dispersión relativa encontrado fue del orden del 6%.

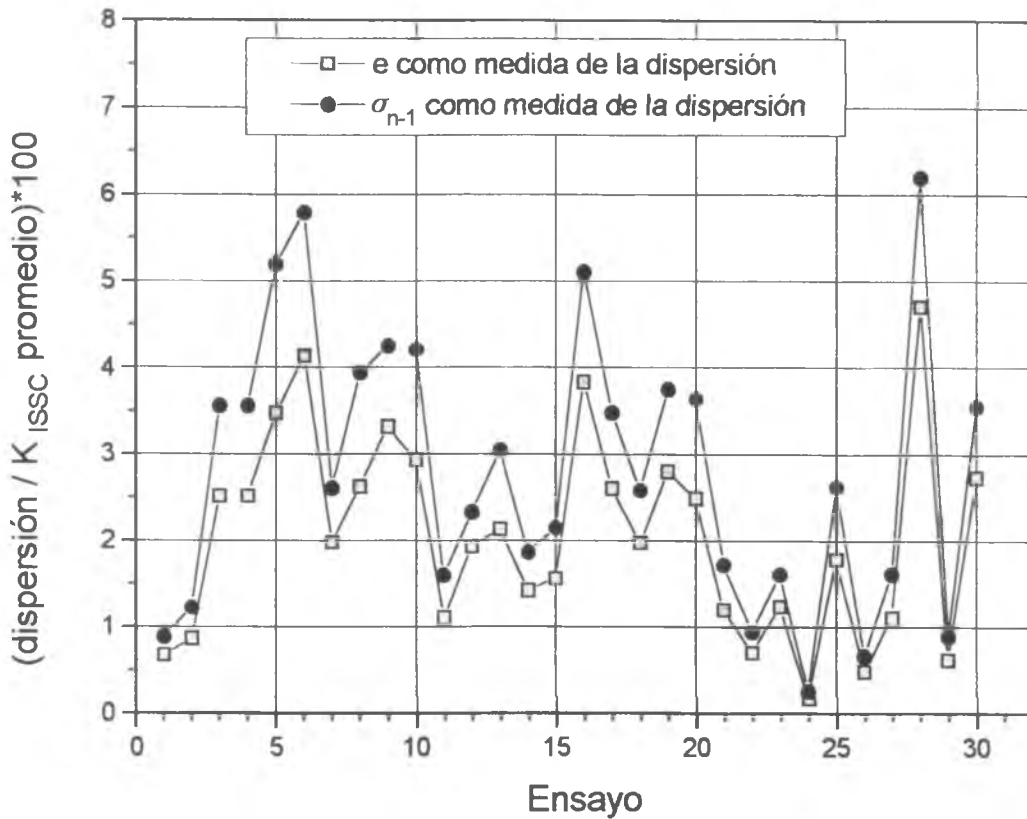


Figura A3.2

2- Reproducibilidad en la repetición de ensayos:

Para estudiar la reproducibilidad en forma integral se reiteraron ensayos para cinco materiales.

Material	Número de ensayos	Total de Probetas
J1	4	9
S1	2	9
CS	2	6
T2	2	6
H31	2	6

Tabla A3.3

Los resultados obtenidos en cada caso han sido los siguientes:

2-1-Material J1

Este material, cuyas características químicas y mecánicas pueden verse en las Tablas 3.1 y 3.2 del Capítulo 3 (al igual que las de los materiales que siguen), ha sido ensayado en 4 oportunidades, utilizándose 3 probetas en el primer ensayo y 2 probetas en cada uno de los restantes. En la siguiente tabla se muestran los valores de K_{ISSC} (en Ksi in^{0.5}) para las distintas probetas ensayadas en cada caso:

Ensayo				
Probeta	Primero	Segundo	Tercero	Cuarto
1	40.38	40.55	37.58	40.85
2	40.95	39.85	39.52	38.58
3	41.05	---	---	---
Promedio	40.79	40.20	38.55	39.72

Tabla A3.4

que se presentan en la Figura A3.3, a continuación:

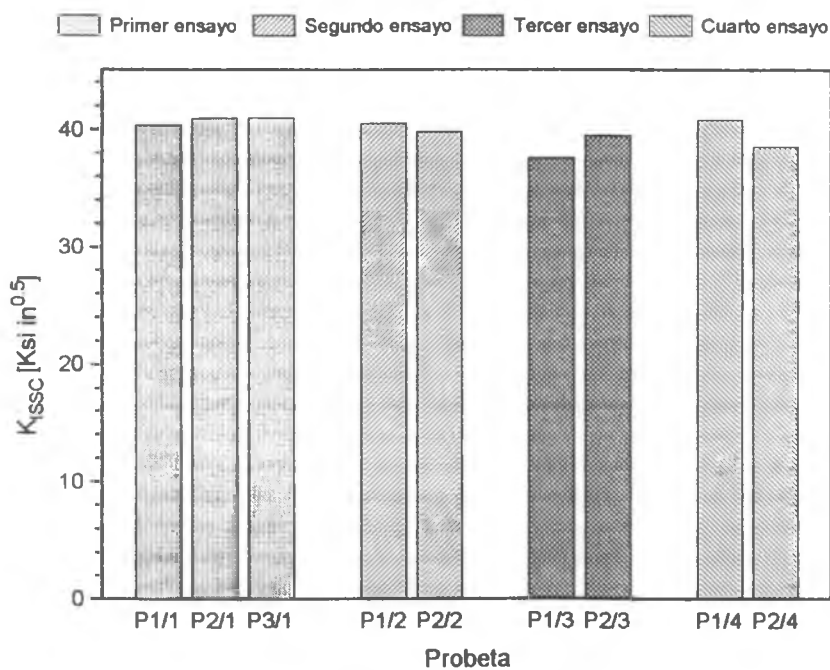


Figura A3.3

Si se obtiene un valor promedio de K_{ISSC} considerando las 9 probetas y se adopta este valor como el factor de intensidad de tensiones crítico en el medio para el material, es posible calcular las desviaciones de los valores individuales respecto del mismo, obteniéndose:

$$K_{ISSC,av} = \text{Promedio de toda la población} = 39.92 \text{ Ksi in}^{0.5}$$

$$R = \text{rango} = 3.47 \text{ Ksi in}^{0.5}$$

$$\sigma_{n-1} = \text{desviación standard} = 1.19 \text{ Ksi in}^{0.5}$$

Por otra parte, y utilizando los factores de intensidad de tensiones promedio de cada ensayo (Tabla A3.4) y el promedio general para el material antes calculado ($K_{ISSC,av}$), podemos obtener los errores relativos de los valores de K_{ISSC} por ensayo referidos al valor adoptado como crítico para el material. Es decir:

$$E_i = \frac{K_{prom, ensayo i} - K_{ISSC,av}}{K_{ISSC,av}} 100\%$$

obteniéndose los siguientes resultados (Figura A3.4):

$$E_1 = +2.17\%$$

$$E_2 = +0.70\%$$

$$E_3 = -3.43\%$$

$$E_4 = -0.50\%$$

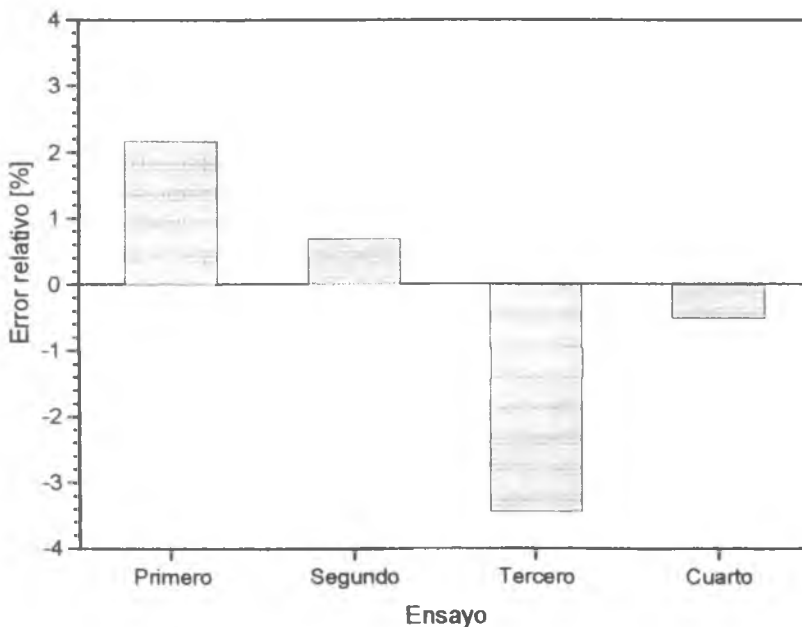


Figura A3.4

2-2-Material S1

Para el material S1 se han realizado dos ensayos, el primero con un total de 6 probetas y el segundo con 3 de ellas. Los valores de K_{ISSC} obtenidos son los siguientes (en $Ksi\ in^{0.5}$):

Probeta	Ensayo	
	Primero	Segundo
1	26,93	27.18
2	26.67	25.88
3	28.29	28.15
4	29.48	----
5	29.44	----
6	28.40	----
Promedio	28.20	27.07

Tabla A3.5

valores que se grafican a continuación:

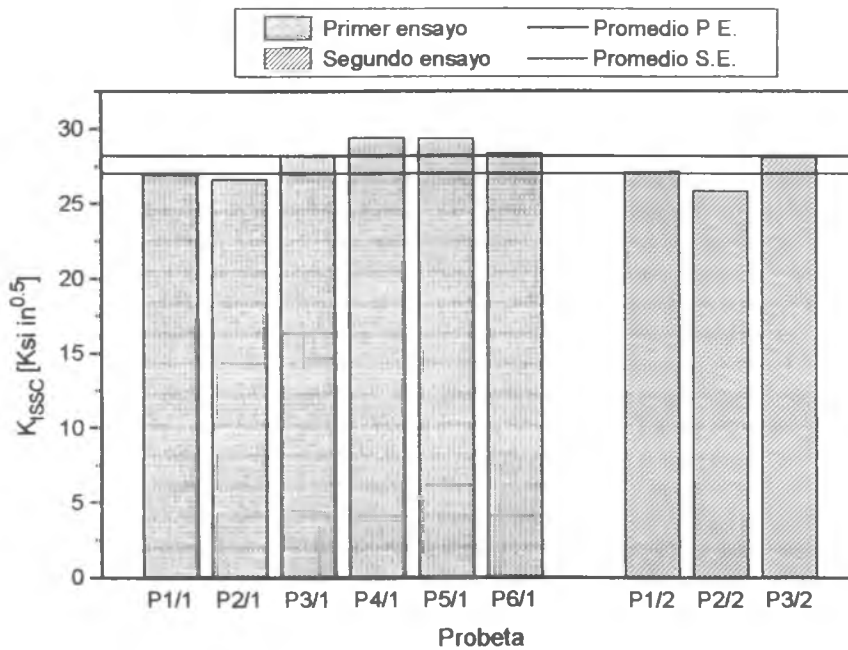


Figura A3.5

A partir de los resultados anteriores se obtienen los siguientes parámetros estadísticos:

$$K_{ISSC,av}=27.82 \text{ Ksi in}^{0.5}$$

$$R=3.60 \text{ Ksi in}^{0.5}$$

$$\sigma_{n-1}=1.24 \text{ Ksi in}^{0.5}$$

Utilizando el promedio general antes calculado y los promedios del K_{ISSC} para cada ensayo, tomados de la Tabla A3.5, se obtienen los siguientes valores de error relativo:

$$E_1=+1.37\%$$

$$E_2=-2.70\%$$

que se grafican en la Figura A3.6.

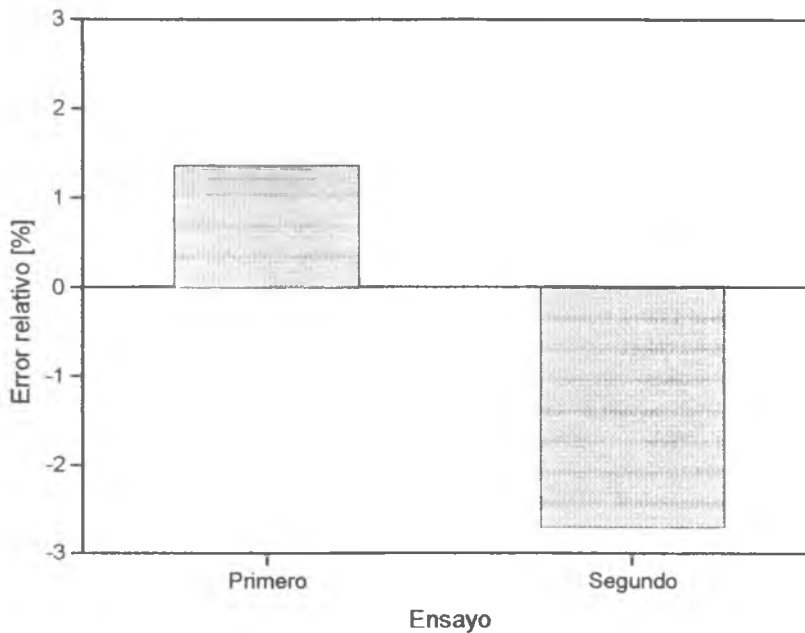


Figura A3.6

2-3-Material SC

Se han realizado dos ensayos para este material, cada uno de ellos sobre un set de 3 probetas. Los resultados de los ensayos y los valores calculados a partir de estos son:

Ensayo		
Probeta	Primero	Segundo
1	26.56	27.66
2	28.58	29.05
3	29.81	28.81
Promedio	28.32	28.51

Tabla A3.6

$$K_{ISSC,av}=28.41 \text{ Ksi in}^{0.5}$$

$$R=3.25 \text{ Ksi in}^{0.5}$$

$$\sigma_{n-1}=1.14 \text{ Ksi in}^{0.5}$$

$$E_1=-0.33\%$$

$$E_2=+0.33\%$$

2-4-Material T2

Los resultados obtenidos para este material, que fue ensayado en dos oportunidades, cada una de ellas utilizando tres probetas, fueron los siguientes:

Ensayo		
Probeta	Primero	Segundo
1	26.58	28.07
2	26.46	28.49
3	26.23	28.99
Promedio	26.42	28.52

Tabla A3.7

resultando:

$$K_{ISSC,av}=27.47 \text{ Ksi in}^{0.5}, R=2.76 \text{ Ksi in}^{0.5}, \sigma_{n-1}=1.19 \text{ Ksi in}^{0.5}$$

$$E_1=-3.82\%, E_2=+3.82\%$$

2-5-Material H31

Se utilizaron 3 probetas por ensayos, realizándose dos ensayos. Los resultados obtenidos se informan en la tabla a continuación:

Probeta	Ensayo	
	Primero	Segundo
1	31.52	29.74
2	32.03	29.60
3	29.95	31.01
Promedio	31.17	30.12

Tabla A3.8

De lo cual resulta:

$$K_{ISSC,av}=30.64 \text{ Ksi in}^{0.5}, R=2.43 \text{ Ksi in}^{0.5}, \sigma_n=0.93 \text{ Ksi in}^{0.5}$$

$$E_1=+1.71\%, E_2=-1.71\%$$

Los resultados anteriores pueden resumirse en las siguientes tablas:

Material	σ_{fi} (Ksi)	K_{ISSC} (Ksi in ^{0.5})	σ_n (Ksi in ^{0.5})	Rango (Ksi in ^{0.5})
J1	95.4	39.92	1.12	3.47
S1	96.0	27.82	1.17	3.60
SC	95.5	28.41	1.04	3.25
T2	106	27.47	1.09	2.76
H31	100.1	30.64	0.93	2.43

Material	σ_{fi} (Ksi)	E.R.% (1er ens)	E.R.% (2do ens)	E.R.% (3er ens)	E.R.% (4to ens)
J1	95.4	2.17	0.70	-3.43	-0.50
S1	96.0	1.37	-2.70	--	--
SC	95.5	-0.33	0.33	--	--
T2	106	-3.82	3.82	--	--
H31	100.1	1.71	-1.71	--	--

Tabla A3.9

Los valores de la desviación standard y del error relativo son bajos, en el caso más desfavorable este último no supera el 4%. Es posible concluir que a pesar del gran número de etapas involucradas en la ejecución del ensayo el mismo es repetible en alto grado. Debe tenerse en cuenta además que los materiales presentan inhomogeneidades características del proceso de fabricación que, en parte, serán responsables de la desviación observada.

Apéndice 4

Sensibilidad

El cálculo tradicional del factor de intensidad de tensiones crítico en el medio sulfúrico (K_{ISSC}) se basa en la utilización de valores medidos de la longitud de fisura final (a) y carga final (P), además de las dimensiones de la probeta. Es posible también obtener dicho valor utilizando la compliancia de la probeta, en este caso se usan como variables el desplazamiento (δ) y la longitud final de la fisura (a), además de las geométricas. Se analizará, para ambos enfoques, la influencia de los errores en la determinación de las variables que permiten el cálculo del K_{ISSC} .

1- El K_{ISSC} como función de a y P

De acuerdo a la ecuación de Heady [13]:

$$K_{ISSC} = \frac{Pa(\sqrt{12} + 2.38(h/a))(B/B_n)^{0.5774}}{Bh^{1.5}} \quad \text{Ecuación 1}$$

y, siendo para la probeta DCB de tamaño standard:

$$B=0.375 \text{ in}$$

$$B_n=0.6 B$$

$$h=0.5 \text{ in}$$

resulta:

$$K_{ISSC} = Pa(35.092 + (12.055 / a)) \quad \text{Ecuación 2}$$

con:

$$[P]=\text{Ksi}$$

$$[a]=\text{in}$$

$$[K_{ISSC}]=\text{Ksi in}^{0.5}$$

1-a) Influencia del error en la determinación de la longitud de fisura

Analizaremos la incidencia de la indeterminación en la longitud final de fisura sobre el valor del factor de intensidad de tensiones crítico en medio sulfídrico. Esta indeterminación puede provenir de la dificultad para determinar la posición exacta tanto de la línea de carga como del final de la fisura (cuyo frente generalmente no es plano), o bien del propio error de medición.

Si se deriva la ecuación respecto de la longitud de fisura considerando a la carga como constante, se obtiene:

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial a} \right|_P = \frac{\partial}{\partial a} [35.092Pa + 12.055P] \Big|_P \quad \text{Ecuación 3}$$

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial a} \right|_P = 35.092P \quad \text{Ecuación 4}$$

y, si se grafica la ecuación anterior, se observa:

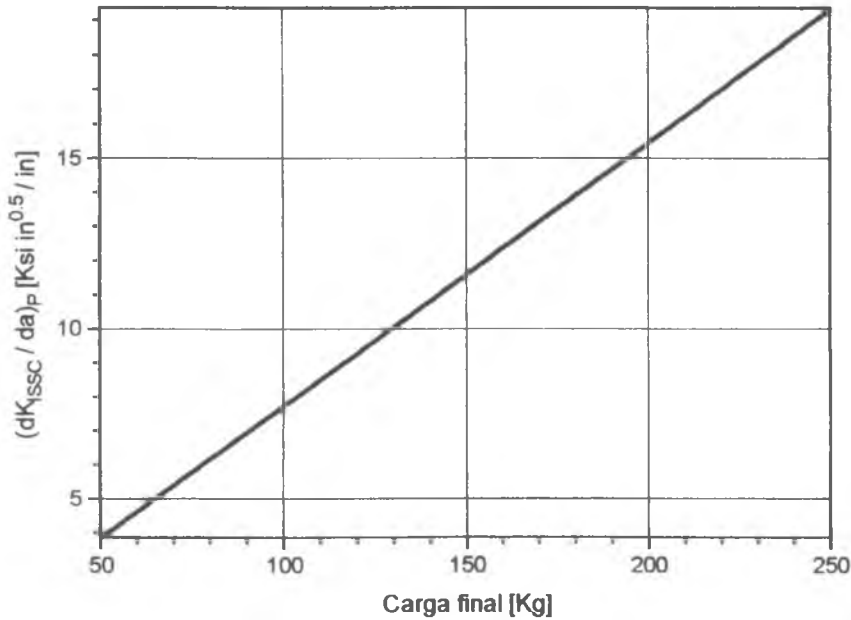


Figura A4.1

A partir de los resultados anteriores se puede deducir que la indeterminación o error en los valores de la longitud de fisura final

resultan de mayor influencia cuanto mayor es la carga final, dándose esta situación, generalmente, en aquellos materiales con menor resistencia mecánica. El signo de la derivada está indicando que en caso de cometer un error en exceso en la determinación de a , se estará sobrestimando el valor de K_{ISSC} .

A fin de ejemplificar, podemos considerar algunos valores típicos.

Para un material con una tensión de fluencia del orden de los 95 Ksi, se puede considerar que la carga final será de alrededor de 200 Kg, y utilizando la ecuación 4, surge:

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial a} \right|_P = 15.46 \frac{Ksi \text{ in}^{0.5}}{\text{in}}$$

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial a} \right|_P = 0.609 \frac{Ksi \text{ in}^{0.5}}{\text{mm}}$$

mientras que, para un material de mayor resistencia mecánica, con tensión de fluencia en torno a 120 Ksi, para el cual la carga final fuese del orden de los 100 Kg, resultaría:

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial a} \right|_P = 7.73 \frac{Ksi \text{ in}^{0.5}}{\text{in}}$$

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial a} \right|_P = 0.304 \frac{Ksi \text{ in}^{0.5}}{\text{mm}}$$

Dado que para un acero sour con una tensión de fluencia de 95 Ksi el factor de intensidad de tensiones crítico en medio sulfídrico estará en el orden de los 38 $Ksi \text{ in}^{0.5}$, un error de 1mm en la determinación de a final, producirá un error relativo en K_{ISSC} del 1.6%. Para un material con una tensión de fluencia de unos 120 Ksi con un K_{ISSC} del orden de 22 $Ksi \text{ in}^{0.5}$, el error relativo será de 1.4%. Esto muestra que, si bien en términos absolutos resulta más comprometida la situación en los materiales de menor resistencia mecánica, en términos de error relativo la incidencia es similar para ambos materiales. Los valores obtenidos muestran la necesidad de extremar los cuidados en la determinación de la longitud final de la fisura.

1-b) Influencia del error en la determinación de la carga

A partir de la Ecuación 1 es posible también analizar el efecto de las indeterminaciones en la carga final sobre el K_{ISSC} . Si se deriva, es posible obtener:

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial P} \right|_a = \frac{\partial}{\partial P} [35.092Pa + 12.055P] \Big|_a \quad \text{Ecuación 5}$$

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial P} \right|_a = 35.092a + 12.055 \quad \text{Ecuación 6}$$

y, graficando la Ecuación 6, se observa:

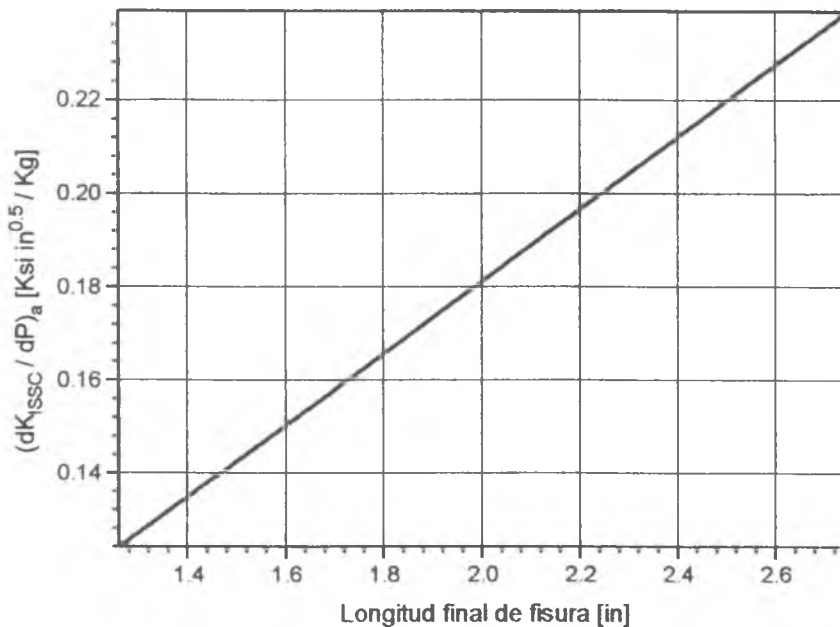


Figura A4.2

Se desprende de lo anterior que cuanto mayor resulte la longitud de fisura final mayor será el error de K_{ISSC} , para un valor dado de error en la carga final.

Los materiales de mayor resistencia mecánica, por ser en general más susceptibles al SSC, desarrollan longitudes de fisura mayores, por ende, para estos materiales resultará mayor la incidencia sobre el ΔK_{ISSC} . Estos errores pueden deberse bien a la no coincidencia de la línea de

carga real (contacto cuña-probeta) con la línea de carga en la máquina de tracción, a la dificultad para determinar con exactitud el punto de cambio de pendiente en la curva lift-off, a la indeterminación en el cero real de carga sobre la probeta o simplemente a la mínima división del instrumento de medición.

Los valores de la derivada son positivos, lo cual indica que un error en exceso en la carga nos llevará a una sobre estimación del valor de K_{ISSC} .

A modo de ejemplo, obtengamos valores para un acero de grado 95 en el límite inferior del grado y uno de grado 110, con una tensión de fluencia cercana a la superior.

Para un material con una tensión de fluencia del orden de los 95 Ksi, puede ser del orden de los 45mm (1.77"). Utilizando la ecuación 6, surge:

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial P} \right|_a = 0.0742 \frac{Ksi \text{ in}^{0.5}}{lb}$$

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial P} \right|_a = 0.1635 \frac{Ksi \text{ in}^{0.5}}{Kg}$$

en tanto que, para un material con una tensión de fluencia de 120 Ksi y longitud final de fisura del orden de los 65mm (2.56"), resulta:

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial P} \right|_a = 0.102 \frac{Ksi \text{ in}^{0.5}}{lb}$$

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial P} \right|_a = 0.2244 \frac{Ksi \text{ in}^{0.5}}{Kg}$$

Si evaluamos la incidencia en términos de error relativo, resultará que para un material de fluencia 95 Ksi con un K_{ISSC} de 38 $Ksi \text{ in}^{0.5}$ es del 0.4% para un error absoluto de 1 Kg en la carga final, mientras que para un material de 120 Ksi con un K_{ISSC} de 22 $Ksi \text{ in}^{0.5}$ y el mismo error absoluto en carga el error relativo es del 1.0%.

2- El K_{ISSC} como función de δ y a

La compliancia permite relacionar carga y desplazamiento, siendo:

$$\delta = CP \quad \text{Ecuación 7}$$

Introduciendo la ecuación 7 en la ecuación 1, resulta:

$$K_{ISSC} = \frac{\delta a (\sqrt{12} + 2.38(h/a))(B/B_n)^{0.5774}}{CBh^{1.5}} \quad \text{Ecuación 8}$$

que, por reemplazo de las dimensiones de la probeta DCB standard, podemos escribir como:

$$K_{ISSC} = \frac{\delta}{C} a (35.092 + (12.055/a)) \quad \text{Ecuación 9}$$

Tomamos como expresión de la compliancia [15]:

$$C = \frac{1}{EB} (-9.5168 + 211.42a - 81.908a^2 + 96.432a^3) \quad \text{Ecuación 10}$$

siendo E el módulo de Young para el material, expresado en Ksi. Al introducir el valor de "a" en pulgadas al igual que el valor de B, se obtiene la compliancia en pulgadas sobre Kilolibras (in/Klb).

Reemplazando la compliancia en la ecuación 9 por su expresión a partir de la ecuación 10, se obtiene la expresión que vincula al factor de intensidad de tensiones con el desplazamiento (que se mantiene constante durante el ensayo) y la longitud final de fisura, para la probeta DCB standard, a saber:

$$K_{ISSC} = \frac{\delta a EB (35.092 + 12.055/a)}{(-9.5168 + 211.42a - 81.908a^2 + 96.432a^3)} \quad \text{Ecuación 11}$$

Al introducir los valores de E y B se obtiene:

$$K_{ISSC} = \frac{\delta a (394789 + 135619/a)}{(-9.5168 + 211.42 - 81.908a^2 + 96.432a^3)} \quad \text{Ecuación 12}$$

2-a) Influencia del error en la determinación de la longitud de fisura

Derivando esta ecuación, del tipo de la segunda ecuación de Heady [12], respecto de la longitud de fisura a desplazamiento constante, resulta:

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial a} \right|_{\delta} = \frac{(-3487.4\delta + 2389.1a\delta - 741.75a^2\delta - 8187a^3\delta)}{(-0.09869 + 2.19243a - 0.84939a^2 + a^3)^2} \quad \text{Ecuación 13}$$

Esta derivada nos permitirá evaluar como afecta la indeterminación en la medición de la longitud final de la fisura al factor de intensidad de tensiones en caso de utilizar la ecuación 11. El valor de la misma resulta función de la longitud final de fisura y del desplazamiento impartido a los brazos de la probeta.

Para aceros de grado 95 la Norma NACE TM0177-90 indica que deben utilizarse desplazamientos entre 23 y $33 \cdot 10^{-3}$ in, mientras que para un grado 110 el mismo deberá encontrarse entre 15 y $25 \cdot 10^{-3}$ in.

Si graficamos la derivada anterior para distintos valores de desplazamiento en el rango indicado por la Norma, en el caso de un acero grado 95, se observa:

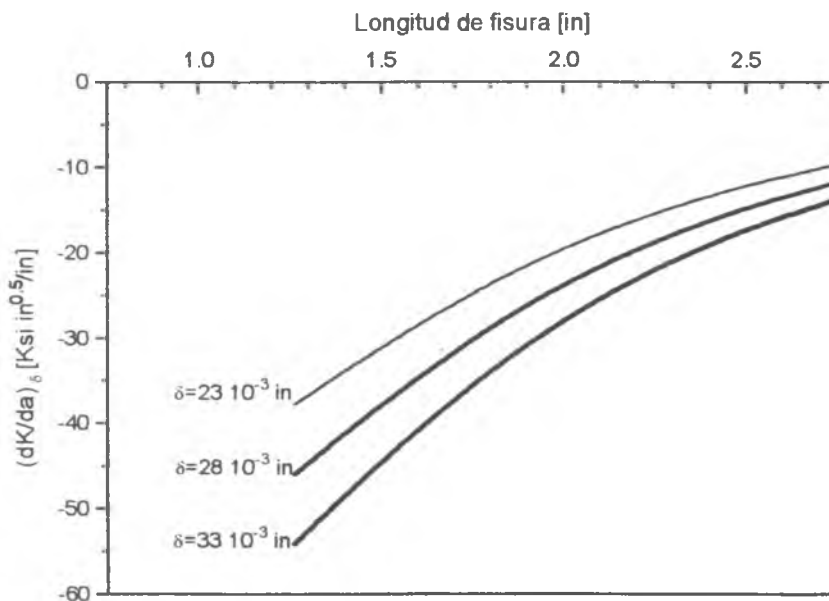


Figura A4.3

El valor negativo de dK/da a δ constante indica que los errores en defecto que se cometan al determinar la longitud de la fisura llevarán a una sobre estimación del $K_{I,SSC}$. Esto es natural dado que una mayor longitud final de la fisura propagada por SSC es indicativa de un material más susceptible.

En la figura A4.3 puede observarse que el error en $K_{I,SSC}$ por indeterminación en "a" será mayor en valor absoluto cuanto mayor sea el desplazamiento impartido y menor resulte la longitud final de la fisura. Sin embargo, para un material dado, a medida que se utiliza un δ menor, menor será el K_I inicial y por ello será menor la fuerza impulsora para la propagación de la fisura, con lo cual la longitud final de fisura resultará menor.

Para ejemplificar consideremos un material cuyo $K_{I,SSC}$ sea de $38 \text{ Ksi in}^{0.5}$, y hallemos la longitud final de fisura para distintos desplazamientos a través de la ecuación 12. Conocidos el desplazamiento y a, es posible calcular dK/da utilizando la ecuación 13. Se obtiene:

$\delta(10^{-3} \text{ in})$	a (in) (Ec.12)	dK/da (Ksi $\text{in}^{0.5}/\text{in}$) (Ec.13)
23	1.4777	-31.61
28	1.7155	-31.14
33	1.9184	-30.33

El error en $K_{I,SSC}$ debido a la indeterminación en la longitud final de "a" resulta prácticamente independiente del desplazamiento impartido a los brazos de la probeta. Tomando un valor aproximado de $31 \text{ Ksi in}^{0.5}/\text{in}$ para el valor absoluto de la derivada resulta un valor de $1.2 \text{ Ksi in}^{0.5}/\text{mm}$ para un acero con un $K_{I,SSC}$ de $38 \text{ Ksi in}^{0.5}$.

Si se repite el cálculo anterior para un acero del mismo grado que presente una mayor resistencia mecánica y por ende un valor menor de $K_{I,SSC}$, por ejemplo $28 \text{ Ksi in}^{0.5}$, resulta:

$\delta(10^{-3} \text{ in})$	a (in) (Ec.12)	dK/da (Ksi $\text{in}^{0.5}/\text{in}$) (Ec.13)
23	1.8491	-22.58
28	2.0978	-21.67
33	2.31459	-20.75

lo cual muestra que el error absoluto en el factor de intensidad de tensiones debido al error en la determinación de la longitud final de fisura resulta mayor para los materiales con mayor resistencia al SSC. Sin embargo si a partir de los valores antes calculados se obtiene el error relativo (referido al valor de intensidad de tensiones crítico) resulta que en ambos casos es del orden del 3%.

Nótese que en caso de utilizar la ecuación 12 para el cálculo de K_{ISSC} , en lugar de la recomendada por la Norma (Ec. 1), el impacto de los errores en la determinación de "a" resulta mayor que en el primer caso. Esto daría una primera justificación al uso del enfoque tradicional, contrariamente a la opinión de algunos autores [54].

2-b) Influencia del error en la determinación del desplazamiento

A partir de la ecuación 12 es posible también obtener:

$$\left. \frac{\partial K_{ISSC}}{\partial \delta} \right|_a = \frac{135619 + 394789a}{-9.5168 + 211.42a - 81.908a^2 + 96.432a^3} \quad \text{Ecuación 14}$$

Graficando, resulta:

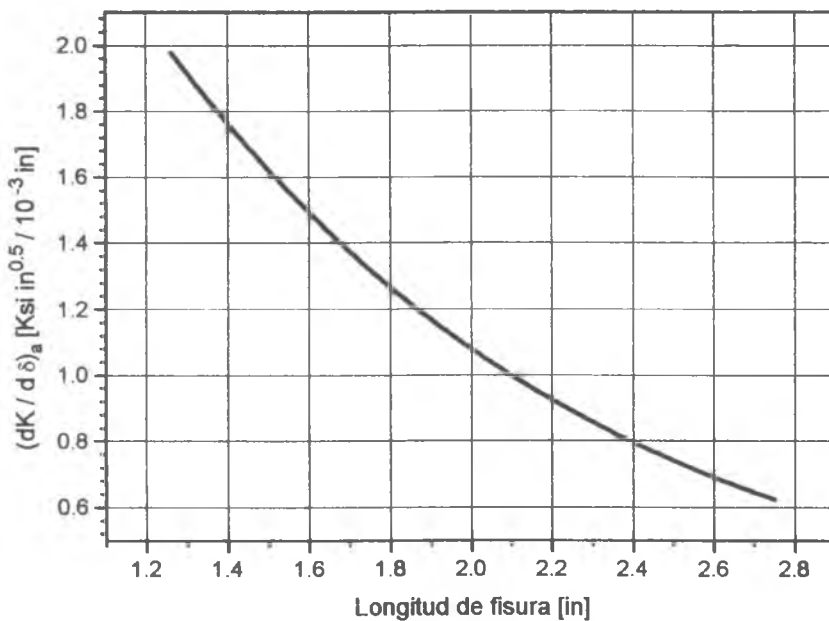


Figura A4.4

La derivada es positiva, lo cual implica que una sobre estimación del valor de δ nos conducirá a cometer error en exceso en la determinación de K_{ISSC} . En la Figura A4.4 se observa, además, que a medida que se incrementa la longitud de fisura final disminuye el impacto que los errores en su medición provocan sobre ΔK_{ISSC} . Dado los valores que toma el desplazamiento y la dificultad que implica medirlo, los errores en su medición pueden ser importantes (del orden de 2 a 3 milésimas de pulgadas), lo cual llevaría a errores excesivamente elevados en el factor de intensidad de tensiones (del orden de 3 Ksi in^{0.5} para una longitud de fisura de alrededor de 50 mm). Esto justifica la utilización del método tradicional para el cálculo del mismo.

Apendice 5

Unidades

En el presente trabajo, y debido a su amplia utilización, tanto las propiedades mecánicas obtenidas de los ensayos de tracción como los factores de intensidad de tensiones han sido expresados en unidades inglesas. En este Apéndice, se reproducen los principales resultados obtenidos, esta vez en unidades del Sistema Internacional.

Número	Identificación	Fluencia (MPa)	UTS (MPa)	$K_{ISSC}(pr)$ (MPa m ^{0.5})
1	j1	657.8	763.9	43.8
2	rh31	658.4	755.7	42.5
3	T52	664.7	778.4	43.7
4	H28	668.8	765.3	35.1
5	T53	679.8	788.8	39.1
6	T54	684.6	782.6	33.7
7	s92	687.4	772.2	43.0
8	H31	692.9	806.0	33.6
9	TB54	699.1	812.2	37.4
10	rt54	703.3	784.6	34.3
11	H30	705.3	819.8	38.3
12	H29	708.1	819.1	35.6
13	H46	714.3	825.3	32.5
14	89-7	718.4	792.2	32.2
15	T73	719.1	817.0	33.1
16	T2	730.8	834.3	30.2
17	89-6.8	787.4	863.9	27.3
18	H92	801.2	892.2	24.6
19	TB73	830.1	904.6	25.2
20	A65	872.2	949.4	21.9
50	S1	661.9	770.1	30.5
51	SC	658.4	769.5	31.2
52	S2	664.7	770.8	32.4

Tabla A5.1-Propiedades mecánicas y K_{ISSC} para los aceros de la base de datos.

Efecto del espesor de probeta

Número	Identificación	σ_{fi} (MPa)	$K_{I,SSC}$ av, st (MPa m ^{0.5})	Valores de $K_{I,SSC}$ st (B=0.375")
1	j1	657.8	44.8±0.30	44.37-45.00-45.11
11	H30	705.3	38.4±0.46	39.04-38.28-37.72
14	r89-7	718.4	32.2±0.05	32.29-32.22-32.13
17	r89-6.8	787.4	27.25	27.25
19	TB73	830.1	25.16±0.15	25.14-24.94-25.39
20	A65	872.2	21.87±0.59	20.97-22.33-22.29

Tabla A5.2-Resultados de ensayos DCB sobre probetas standard

Número	Identificación	σ_{fi} (MPa)	$K_{I,SSC}$ av, finas (Ksi in ^{0.5})	Valores de $K_{I,SSC}$ finas (B=0.188")
1	j1	657.8	40.3±2.03	37.67-43.41-39.96
11	H30	705.3	29.8±0.82	28.96-31.06-29.45
14	r89-7	718.4	23.1±1.29	21.81-22.34-24.93
17	r89-6.8	787.4	21.0	21.0
19	TB73	830.1	18.9±0.15	19.08-18.64-18.91
20	A65	872.2	17.8±0.36	17.37-18.27-17.60
53	D	813.6	15.93±0.52	15.75-15.33-16.58

Tabla A5.3-Resultados de ensayos DCB sobre probetas finas

Cinética de propagación de fisuras

Material	$K_{I,SSC,av}$ (Ksi in ^{0.5})	$K_{I,SSC,estimado}$ (Ksi in ^{0.5})
S92	43.0	40.9
SC	30.6	30.3
89-7	32.2	29.0
89-68	27.3	26.0

Tabla A5.4-Comparación entre valores estimados por US y determinados por método D

BIBLIOGRAFÍA

- 1-G. Pressouyre, I. Berstein, *Acta Met.*, 27, 1979, p89.
- 2-P. Grobner, D. Sponseller, W. Cia, *Materials Performance*, 1975 (6).
- 3-D. Sponseller, R. Garber y J. Straatmann, *ASTM STP 792 Micon 82*, 1982, p172.
- 4-L. W. Vollmer, *H₂S Corrosion in Oil & Gas Production-A Compilation of Classic Papers*, NACE, 1981, p38.
- 5-*Corrosion in the Petrochemical Industry*, ASM, p264.
- 6-C. Pampillo, *Informe Interno CINI 748/94*, 1994.
- 7-E. Anelli, L. Cariboni, F. Leone, A. Mascanzoni, *3rd Int. Conf. on Steel Rolling*, Japón, 1985, p637.
- 8-G. Echaniz, T. Pérez, C. Pampillo-CINI-R. Newman, R. Procter, G. Lorimer-University of Manchester, Corrosion and Protection Center-*Presentado en el 5th International Conference Hydrogen Effects on Materials Behavior*, Wyoming, USA, Septiembre 1994. Publicado en los *Proceedings del Congreso*.
- 9-T. Pérez, R. Jais, *1er Congreso de Corrosión y P.C.*; Mendoza, Argentina, 1990. Publicado en los *Proceedings del Congreso*, p735.
- 10-G. Pressouyre, R. Blondeau, L. Cadiou, *HSLA Steels Tech. and Appl.*, *Conference Proceedings*, ASM, 1984, p827.
- 11-M. Watkins, R. Ayer, *Corrosion 95*, Paper 50.
- 12-NACE Standard TM-0177-90, *Standard Test Method, Laboratory Testing of Metals for Resistance to Sulfide Stress Cracking in H₂S Environments*, 1990.

- 13-R. Heady, Corrosion, Marzo 1977, p98.
- 14-D. Sponseiler, Corrosion 91, Paper 3.
- 15-T. Pérez, R. Herrera, P. Hatcher, K. Szklarz, Corrosion 93, Paper 142.
- 16-K. Szklarz, T. Pérez, Corrosion 95, Paper 48.
- 17-M. Kanninen, C. Popelar, Advanced Fracture Mechanics, Oxford Engineering Series 15, 1985, p24.
- 18-ASM Handbook, Vol. 13, 1987, p145.
- 19-J. R. Galvele, in: Modern Aspects of Electrochemistry, Vol 27, 1994.
- 20-J. R. Galvele, J. Electrochem. Soc., 133, 1986, p953.
- 21-T. Pérez, Informe Interno CINI/1.06-326/91, 1991.
- 22-G. Echaniz, First Year Report, Corrosion and Protection Center, UMIST, 1994.
- 23-B. Gerus, H₂S Corrosion in Oil & Gas Production-A Compilation of Classic Papers, NACE, 1981, p888.
- 24-Palczewska, W. Bull, L'Academie Polonaise des Sciences Chimiques, v.12, 183, 1964.
- 25-A. Asahi, M. Ueno, T. Yonezawa, Corrosion 93, Paper 130.
- 26-Su-II Pyun, Hyo-Gun Lie, Steel Research 61, 1990, N°9, p419.
- 27-J. Tien, A. Thompson, I. Bernstein, R. Richards, Met. Trans. A, Vol 7A, 1976, p821.
- 28-T. Lee, T. Goldenberg, J. Hirth, Met. Trans. A, Vol 10A, 1979, p199.

- 29-R. Garber, I. Bernstein, A. Thompson, *Scripta Metallurgica*, V10, 1976, p352.
- 30-R. Oriani, P. Josephic, *Met. Trans. A*, V11A, 1980, p1809.
- 31-Y. Takeda, C. McMahon ,Jr., *Met. Trans. A*, V12A, 1981, p1255.
- 32-J. Charbonier, H. Margot-Marette, A. Brass, M. Aucouturier, *Met. Trans. A*, V16A, 1985, p935.
- 33-R. Lantanision, M. Kurkela, F. Lee, Hydrogen effects in metal, *The Metallurgical Society of AIME*, 1980, p379.
- 34-J. Charbonier, H. Margot-Marette, F. Moussy, D. Bridoux, C. Perdrix, *La Revue de Metallurgie*, Janvier 1988, p92.
- 35-NACE Standard MR0175 (Revision 1990), *Materials Requirements: Sulfide Stress Cracking Resistance Metallic Materials for Oild Field Equipment*.
- 36-J. Colwell, *Metals Handbook*, V., p298.
- 37-C. Hudgins, Jr., R. McGlasson, *H₂S Corrosion in Oil & Gas Production-A Compilation of Classic Papers*, NACE, 1981, p90.
- 38-*Corrosion in the Petrochemical Industry*, ASM, p263.
- 39-A. Thompson, I. Bernstein, *Adv. Corros. Sci Technol.*, V17, 1979, p53.
- 40-H. Asahi, Y. Sogo, M. Ueno, H. Higashiyama, *Corrosion* 88, Paper 56.
- 41-E. Anelli, L. Cariboni, A. Mascanzoni, *HSLA Steels*, A. de Ardo, Jr ed., 1988, p477.
- 42-M. Kowada, T. Yukitoshi, T.Moroishi, K. Nishida, S. Nagata, *Sumitomo Search* 9, 1973, p24.
- 43-H. Grabke et al, *Scripta Met.* 21, p1329.

- 44-J. Smith, Acta Metall. 28, 1980, p1555.
- 45-G. Waid, R. Ault, Corrosion 1979, Paper 180.
- 46-Y. Yoshino, Y. Minozaki, Corrosion 42 (4), 1986, p222.
- 47-G. Thomas, Yen-Lung Chen, Met. Trans. A, V12A, 1981, p933.
- 48-H. Asahi, Y. Tsukano, M. Ueno, Corrosion 91, Paper 29.
- 49-Guidelines on Materials Requirements for Carbon and Low Alloy Steels for H₂S-Containing Environments in Oil and Gas Production, European Federation of Corrosion Publications, 1995.
- 50-P. Vizcaíno, T. Pérez, G. Fitzsimons, Informe Interno CINI 909/96, 1996.
- 51-D. Sponseller, Corrosion Engineering, V48, N°1, 1992, p159.
- 52-T. Perez, O. Rosa, R. Jais, 1er Congreso de Corrosión, Mendoza, Argentina, 1990, Publicado en los Proceedings del Congreso, p763.
- 53-Wilhelm, Abayarathna, Corrosion 92, Paper 449.
- 54-V. Astafjev, P. Shmelev, T. Tetjueva, Corrosion, V50, N°12, 1994, p947.
- 55-A. Gourlie, G. Podolski, J. Fleet, Corrosion 89, Paper 10.
- 56-Proposed Revision to NACE Standard TM0177-90, Draft #1, 1994, NACE International.
- 57-P. Vizcaíno, Tesis de Maestría, U.N. de Gral. San Martín, 1996.
- 58-G. Echaniz, T. Pérez, G. Fitzsimons, Informe Interno CINI 950/96, 1996.
- 59-Badheshia et al., Met. Trans. A, V10A, 1979, p895.

60-G. Kerns, R. Staehle, *Scripta Met.*, 1972, p631.

61-C. Carter, *Eng. Fract. Mech.*, 3,1, 1971.

62-W. Clark and L. Ceschini, *Materials Evaluation*, V27, 1969, p180.

63-J. Coffey, *Ultrasonic Measurement of Crack Dimensions in Laboratory Specimens, The Measurement of Crack Length and Shape during Fracture and Fatigue*, Engineering Materials Advisory Service LTD, U.K., 1980.

64-F. Gomez, *Introducción a los métodos de ensayos no destructivos*, 3ra Edición, Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial, Madrid.

65-J. Baez, *Ensayos No Destructivos en Tecnología de Materiales*, CNEA-AC 14/86, 1991.

66-R. Sirohi, H. Radha Krishna, *Mechanical Measurements 2nd. ed.*, John Wiley & Sons, 1983.