

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTÍN
COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA
“Prof. Jorge A. Sabato”**

Estudio sobre la fragilización por hidrógeno (FPH) del acero inoxidable martensítico grado API 5CT L80 13Cr (*)

por Joaquin Pedro Gambini

Director del Trabajo

**Dr. Ing. Martín E. Valdez
Ing. Mariano Coloschi**

Tutor: Ing. Guillermo Orlando Anteri

(*) Trabajo de Seminario - Ingeniería en Materiales

República Argentina

2024

Agradecimientos

Al Ing. Mariano Coloschi y al Dr. Ing. Martín E. Valdez por darme la oportunidad de formar parte de este trabajo de investigación, guiándome y apoyándome a lo largo de todo el proyecto.

Al Instituto Sabato y a la Comisión Nacional de Energía Atómica por proporcionarme una educación de excelencia y especialmente a todos los docentes y no docentes que, con esfuerzo, aportaron a mi desarrollo tanto académico como profesional. En particular, quisiera agradecer a mi tutor Ing. Guillermo Orlando Anteri por su celeridad para brindarme consejo y su paciencia para corregir mis errores. No puedo dejar de agradecer al Dr. Ing. Mariano Kappes, la Dra. Carolina Andrea Vázquez y a la Dra. Mariel Reinoso, por brindarme orientación y apoyo.

A la empresa Tenaris por dejarme participar en un proyecto tan desafiante y brindarme todos los recursos necesarios para llevarlo a cabo. También quisiera agradecer particularmente a todo el personal de Tenaris que, de forma generosa y desinteresada, me brindó su conocimiento, técnica y sobre todo, su amabilidad y candor.

Agradezco a mi familia y amigos por brindarme su contención y cariño durante tantos años. Especialmente agradezco a mis padres sin los cuales no sería el hombre que soy hoy.

Agradezco a Dios, fuente de toda sabiduría y verdad, por darme la oportunidad de maravillarme con su creación.

" Quod bonum ego facio, opus Dei est; cetera mea culpa est. "

San Ignacio de Loyola

Índice

1	Introducción	6
1.1	Contexto	6
1.2	Marco teórico	7
1.2.1	Mecanismos del FPH	9
1.2.2	Descripción del fenómeno de fragilización por hidrógeno	10
1.3	Ensayos de fatiga estática y FPH	12
1.4	Principales diferencias con los trabajos de la literatura.	13
1.5	Situación en planta	14
2	Procedimiento experimental	16
2.1	Plan de trabajo	16
2.2	Material base	17
2.3	Probetas de fatiga estática	18
2.4	Tratamientos térmicos realizados	19
2.5	Simulaciones en Abaqus CAE.....	20
2.5.1	Teoría de elementos finitos	20
2.5.2	Consideraciones sobre las simulaciones realizadas	21
2.5.3	Modelos desarrollados	23
2.6	Ensayos de fatiga estática.....	25
2.6.1	Descripción del procedimiento	25
2.6.2	Correcciones por diferencias entre las dimensiones reales y las nominales	26
2.7	Caracterización.....	27
2.7.1	Microscopía óptica.....	27
2.7.2	Microscopía con microscopio electrónico de barrido (MEB).....	28
2.7.3	Medición de hidrógeno	28
2.7.4	Difracción de rayos X	28
2.7.5	Ensayo de dureza	28
2.7.6	Ensayos de flexión por impacto.....	28
2.7.7	Ensayos de tracción.....	29
2.7.8	Inspección de las probetas	29
3	Resultados y discusiones.....	29
3.1	Metalografías.....	29

3.2	Medición de tamaño de grano	35
3.3	Difracción de rayos X	38
3.4	Medición de hidrógeno.....	40
3.5	Ensayos de dureza	42
3.6	Ensayos de flexión por impacto	44
3.7	Ensayos de tracción.....	45
3.8	Simulaciones de Abaqus.....	46
3.9	Ensayos de fatiga estática.....	48
3.9.1	Primer lote.....	48
3.9.2	Segundo y tercer lotes	52
3.9.3	Cuarto y quinto lotes.....	53
3.10	Análisis de los resultados de fatiga estática realizados.	54
3.11	Susceptibilidad de los estados metalúrgicos a la FPH	56
4	Conclusiones	56
5	Referencias.....	58

Resumen

Los tubos OCTG (del inglés, *Oil Country Tubular Goods*) de acero inoxidable martensítico grado API 5CT L80 13Cr son susceptibles a la fragilización por hidrógeno (FPH) en estado sin revenir durante su fabricación. Debido a esto y para evitar que sufran fisuración diferida tras la etapa de laminación, los tubos son tratados térmicamente dentro de un determinado período de tiempo de forma preventiva. Dicho período no está optimizado para la planta Siderca y existe un gran interés en poder incrementarlo con el objetivo de mejorar la eficiencia del proceso productivo. En este trabajo, se busca determinar el tiempo de incubación de fisuras en tubos austenizados y templados al aire (sin revenir) debidas al FPH. Se realizó una caracterización exhaustiva, tanto del estado laminado como de los estados austenizados y templados, incluyendo metalografías (con microscopio óptico y microscopio electrónico de barrido), medición de tamaño de grano, difracción de rayos X, medición de hidrógeno total, mediciones de dureza, ensayos de tracción y ensayos de flexión por impacto. También se desarrolló un método de ensayos a deformación constante para conocer el tiempo para el cual ocurre fisuración diferida en tubos OCTG debido a la FPH. Fue posible obtener una buena caracterización de diferentes propiedades de los estados metalúrgicos estudiados y determinar que los mismos son susceptibles a la FPH. Sin embargo, no se manifestó la fisuración diferida durante los ensayos realizados con tensiones aplicadas superiores a la fluencia debido a una concentración de hidrógeno menor a la crítica en las probetas utilizadas.

Palabras claves: Fragilización por hidrógeno (FPH), fisuración diferida, caracterización, ensayo a deformación constante, ensayo de fatiga estática, acero inoxidable martensítico, OCTG.

Abstract

Oil Country Tubular Goods (OCTG) made of martensitic stainless steel grade API 5CT L80 13Cr are susceptible to hydrogen embrittlement (HE) in the untempered condition during manufacturing. To prevent delayed cracking after the rolling stage, these tubes undergo a specific heat treatment within a defined timeframe as a preventive measure. However, this timeframe is not optimized for the Siderca plant, and there is significant interest in extending it to enhance production process efficiency. This study aims to determine the crack initiation time in austenitized and air-tempered (untempered) tubes because of HE. Comprehensive characterization was conducted on the as-rolled state, as well as on the austenitized and tempered states, including metallography (using optical and scanning electron microscopy), grain size measurement, X-ray diffraction, total hydrogen measurement, hardness tests, tensile tests, and impact bending tests. Additionally, a constant strain testing method was developed to find out the time at which delayed cracking occurs in OCTG tubes because of HE. The study provided a thorough characterization of various metallurgical states studied and determined their susceptibility to HE. However, delayed cracking did not occur during tests conducted at stress levels above yield due to hydrogen concentrations below the critical level in the test specimens used.

Keywords: *Hydrogen embrittlement (HE), delay cracking, characterization, constant strain testing, static fatigue testing, martensitic stainless steel, OCTG.*

1 Introducción

1.1 Contexto

A pesar de la intensa búsqueda de fuentes de energía renovables, los combustibles fósiles siguen siendo los principales responsables de impulsar el mundo moderno. El bajo costo relativo de los combustibles fósiles, junto a su versatilidad productiva (únicamente comparable a la energía nuclear) y aplicabilidad en la más diversa gama de maquinarias, hacen que su explotación sea irremplazable a corto y mediano plazo. Debido a esto, resulta imprescindible impulsar una transición interna dentro de los combustibles fósiles, buscando disminuir la explotación de carbón a costa de una mayor explotación de petróleo y gas, siendo estos últimos combustibles menos contaminantes.

Considerando únicamente la etapa extractiva es preciso remarcar los requerimientos y exigencias a las que se somete a la infraestructura en los pozos de petróleo y gas. En particular, es preciso mencionar a los productos tubulares para pozos petroleros (OCTG) utilizados para perforar, brindar sustento estructural y extraer petróleo o gas de los correspondientes pozos. Estos productos tubulares, no solo son sometidos a grandes cargas estructurales, sino que también a un ambiente corrosivo cuya severidad varía dependiendo el tipo de pozo.

Dentro de la clasificación de los pozos de petróleo y gas, estos pueden dividirse entre dulces y agrios dependiendo de la cantidad de azufre presente ya sea en estado libre o formando compuestos como el ácido sulfhídrico (H_2S). El petróleo crudo y el gas son considerados dulces cuando poseen menos de 0,5 % de azufre (S) en peso y menos de 1% de azufre en volumen respectivamente. (Duisenov, 2013). La corrosión de la infraestructura ocurre en ambos tipos de pozos. En los pozos dulces, el dióxido de carbono (CO_2) reacciona con agua para generar ácido carbónico, siendo este el principal agente corrosivo (corrosión dulce). En los pozos agrios, el principal agente corrosivo es el H_2S (corrosión agria)

Una opción eficiente para la explotación de pozos dulces consiste en la utilización de productos tubulares martensíticos inoxidables. La presencia de Cr en cantidades adecuadas, por encima de un 11% (Ovejero García, 2016), permite formar una capa pasivante de óxido de cromo en la superficie del acero que disminuye la velocidad de corrosión de la pieza en cuestión. La empresa Tenaris fabrica tubos OCTG con aceros L80 13Cr que cumplen con la especificación API 5CT (API, 2023). A continuación, se presenta la composición química de los aceros L80 13Cr.

Aleación	Carbono (%)	Silicio, ≤ (%)	Manganeso, ≤ (%)	Fósforo, ≤ (%)	Azufre, ≤ (%)	Cromo (%)	Níquel, ≤ (%)
L80 13Cr	0,15-0,22	1,00	1,00	0,02	0,01	12,0-14,0	0,5

Tabla 1: Composición química del acero inoxidable L80 13Cr. Valores extraídos de la especificación API 5CT (API, 2023).

El acero L80 13Cr presenta alta templabilidad principalmente debido a su alto porcentaje de cromo. En consecuencia, durante el enfriamiento al aire de los tubos desde la temperatura de austenización, ocurre una transformación martensítica. En este estado de martensita sin revenir, el material es

sumamente frágil y susceptible a la fisuración tanto durante la manipulación como diferida en el tiempo durante la estiba. La fisuración diferida es resultado directo de la fragilización por hidrógeno (FPH), fenómeno en el cual ocurre una disminución de las propiedades mecánicas del acero y pasa a existir una alta probabilidad de fisuración.

Para evitar que ocurra la FPH y la consecuente fisuración, luego de la laminación de los tubos se requiere realizar tratamientos térmicos adecuados para revenir la martensita y aumentar la tenacidad de esta. Existen procedimientos internos que fijan un período máximo para realizar estos tratamientos y así prevenir la FPH. Si bien los criterios utilizados para fijar este tiempo están basados en la experiencia industrial pasada, no se encuentran optimizados para la planta Siderca. Por este motivo, se requiere realizar un estudio del fenómeno de fisuración diferida para validar el tiempo máximo de espera antes del tratamiento térmico en esta planta.

En este trabajo, se buscó investigar la fragilización por hidrógeno (FPH) en tubos OCGT de acero martensítico L80 13Cr sin revenir. Mediante diferentes técnicas experimentales de caracterización, se estudiaron diferentes estados metalúrgicos del acero L80 13Cr susceptibles a la FPH y se buscó obtener curvas de fatiga estática experimentales que ayuden a la toma de decisiones que permitan reducir la incidencia de este fenómeno durante la producción de tubos para OCTG.

1.2 Marco teórico

El hidrógeno es el gas más ligero conocido, pero no puede ingresar en los metales de forma molecular sino en forma atómica o iónica. Existen diversas formas en las que el hidrógeno puede introducirse a un metal: a partir de hidrógeno gaseoso, a partir de las reacciones de sustancias hidrogenadas con el metal (H_2S , pinturas, etc.) y a través de la descomposición a alta temperatura de la humedad ambiente, grasas o aceites durante procesos productivos como coladas, tratamientos térmicos, soldadura, etc. (Ovejero García, 2016). Una vez dentro del metal, el hidrógeno queda retenido como hidrógeno atómico ya sea en los sitios intersticiales de la aleación (hidrógeno difusible), o en los defectos microestructurales conocidos como “trampas” (bordes de granos, dislocaciones, interfases matriz-precipitados, etc.). También, puede quedar retenido en forma de hidrógeno molecular en cavidades dentro del metal.

Las trampas son regiones dentro del material donde la energía del hidrógeno es menor que en el resto de la red (Venezuela et al., 2016). Debido a esto resultan zonas de acumulación preferenciales para el hidrógeno. Existen trampas irreversibles, con una energía superior a los 50 kJ/mol (Michler & Balogh, 2010) las cuales retienen al hidrógeno de forma casi permanente a temperatura ambiente, actuando como “sumideros” de hidrógeno. Las trampas reversibles por su parte poseen una energía menor a los 30 kJ/mol (Venezuela, Liu, Zhang, Zhou, & Atrens, 2016) y actúan como “sumideros y fuentes de hidrógeno” dependiendo de la energía de la trampa y la temperatura (Ovejero García, 2016). Las trampas reversibles de baja energía actuarán como fuentes de hidrógeno a temperatura ambiente, aumentando la cantidad de hidrógeno difusible. Como concepto general, la presencia de trampas aumenta la solubilidad total del hidrógeno dentro del material.

El hidrógeno puede generar la degradación de las propiedades mecánicas del acero y de otros metales. Se pueden definir tres tipos de daños o formas en las que el hidrógeno afecta perjudicialmente las propiedades del acero (Ovejero García, 2016): El ataque por hidrógeno (APH), la

fisuración inducida por hidrógeno (FIH) y la fragilización por hidrógeno (FPH). Nos centraremos únicamente en este último tipo de daño.

La fragilización por hidrógeno (FPH) conlleva una caída de la ductilidad y fractoténacidad del acero mientras que, en la mayoría de los casos, la resistencia mecánica se ve poco afectada (Ovejero García, 2016; Venezuela *et al.*, 2016). Debido a la fragilización por hidrógeno en el material, puede ocurrir otro fenómeno conocido como fisuración diferida en el tiempo donde debido a la caída en la fractoténacidad y ductilidad producto de la FPH, puede ocurrir la progresiva formación y crecimiento de fisuras.

La FPH precisa de tres factores indispensables para ocurrir explicitados en la Figura 1. Los mismos son:

-Presencia de hidrógeno: Debe existir una cantidad de hidrógeno dentro del material que permita que se alcance, por lo menos de forma localizada, una concentración crítica (C_H) necesaria para que la FPH ocurra. Dicho valor de C_H dependerá de distintos factores. Dependerá de factores externos, relacionados a la temperatura, presión y composición química del medio donde el acero este siendo utilizado (Ovejero García, 2016). Además, las propias tensiones de tracción aplicadas sobre un material pueden generar migraciones de hidrógeno en solución hacia concentradores de tensiones, aumentando la concentración de hidrógeno de forma localizada y permitir la FPH (Louthan, 2008). Factores inherentes al material como la resistencia mecánica o el tipo de microestructura también afectan al valor de C_H (Louthan, 2008). Por ejemplo, los aceros ferríticos con resistencia mecánica inferior a los 750 MPa requieren una concentración de hidrógeno muy alta para experimentar FPH mientras que los aceros martensíticos de alta resistencia mecánica (superiores a 1400 MPa) presentan FPH para concentraciones de 0,5-1 ppm de hidrógeno (Lynch, 2012). Con todo lo antes dicho, resulta evidente que la concentración crítica de hidrógeno es muy sensible a los siguientes factores: tensiones de tracción y microestructura sensible.

-Presencia de tensiones de tracción: El material debe estar sometido a tensiones de tracción, ya sean tensiones residuales u ocasionadas por solicitaciones, por encima de una tensión mínima necesaria. Esta última a su vez puede encontrarse por debajo de la tensión de fluencia del material, dentro del rango elástico (Venezuela, Liu, Zhang, Zhou, & Atrens, 2016). En consecuencia, aún sin generarse deformación plástica macroscópica en la aleación, la FPH puede ocurrir. La presencia de tensiones de tracción no solo facilita el aumento en la concentración de hidrógeno de forma localizada, sino que también facilita la formación y crecimiento de fisuras.

-Presencia de microestructura susceptible: El material debe contar con una microestructura “susceptible” a la FPH. Por regla general, aquellas microestructuras con una mayor tensión de fluencia o una mayor dureza serán más susceptibles a este fenómeno. Esta regla es válida para comparar aceros con una microestructura similar, ya que aceros con una microestructura poco susceptible pueden presentar una alta tensión de fluencia con bajo riesgo de que ocurra FPH. Respecto a la microestructura, los aceros martensíticos sin revenir presentan una máxima susceptibilidad debido a su alta dureza, la presencia de tensiones residuales y a su alta densidad de dislocaciones que actúan como trampas reversibles de hidrógeno. Las estructuras ferríticas y austeníticas presentan un grado decreciente de susceptibilidad a la FPH. (Ovejero García, 2016).

A partir de la descripción de factores antes realizada, es posible observar una fuerte interdependencia entre factores, especialmente en lo que respecta a la concentración crítica de hidrógeno. Esto no hace sino complejizar el estudio de la FPH.

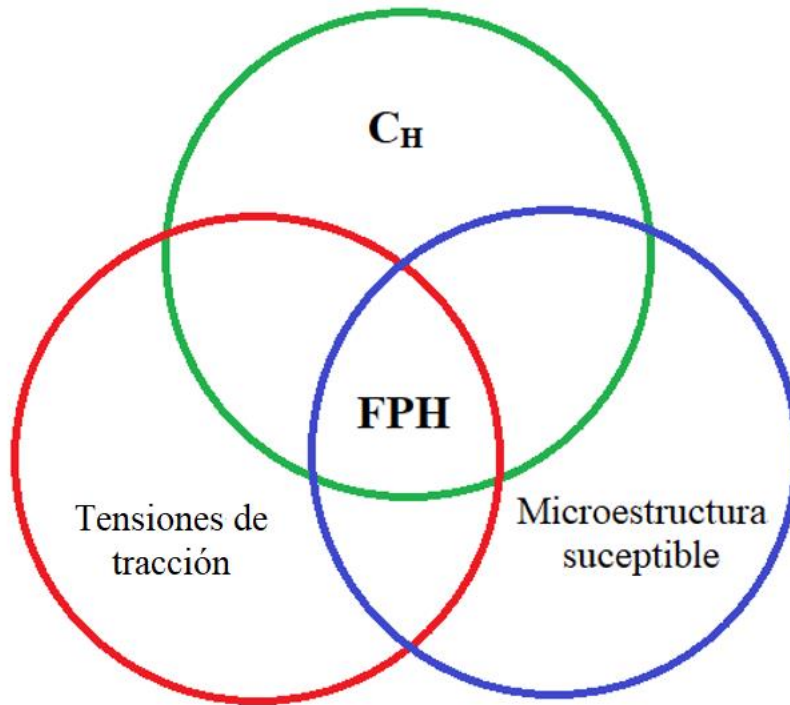


Figura 1: Esquema que presenta los 3 factores necesarios para la fragilización por hidrógeno: Concentración crítica de hidrógeno (C_H), tensiones presentes (σ) y microestructura susceptible. Es importante remarcar que C_H es afectado a su vez por los otros 2 factores.

A continuación, se presentan algunos de los posibles mecanismos a través de los cuales, la FPH puede ocurrir.

1.2.1 Mecanismos de la FPH

No existe una teoría unificadora que permita explicar la forma en que el hidrógeno difusible fragiliza localizadamente al acero, permitiendo la posterior formación y propagación de fisuras. Describiremos con brevedad las tres teorías principales normalmente aceptadas para metales no formadores de hidruros como el acero (Venezuela *et al.*, 2016):

Teoría de la descohesión inducida por hidrógeno (Por sus siglas en inglés, HEDE): Presentada por Troiano y desarrollada por Oriani posteriormente, explica que el hidrógeno en solución migra a los concentradores de tensiones y debilita las uniones entre los átomos del acero. Esto conlleva a que los átomos se separen en lugar de deslizar unos sobre otro. Así, se generan embriones de fisuras que podrán propagar gradualmente. Este mecanismo se sustenta principalmente en simulaciones teóricas.

Teoría de la plasticidad local inducida por hidrógeno (HELP): Presentado por Beachem, explica que el hidrógeno en solución migra a los concentradores de tensiones y promueve el movimiento de dislocaciones junto a deformación plástica localizada. Así, la aparición de fisuras sería consecuencia de la coalescencia de microhoyuelos. Al ser la deformación plástica tan localizada, las fracturas tendrán apariencia frágil a nivel macroscópico. Si bien algunos ensayos en películas delgadas observadas mediante microscopio electrónico de transmisión sustentan este modelo, se ha argumentado que dichos ensayos no representan casos reales con piezas de mayor tamaño.

Teoría de la emisión de dislocaciones inducida por adsorción (AIDE): Propuesta por Lynch, propone que el hidrógeno adsorbido en las superficies genera deformación plástica localizada (Similar a HELP). En aquellas zonas de la superficie donde se concentran tensiones (como las puntas de fisuras preexistentes) el hidrógeno es adsorbido y facilita la nucleación y emisión de dislocaciones que permiten la propagación de las fisuras. Al igual que en HELP, la coalescencia de microhoyuelos también promueve el crecimiento de fisuras.

Diferentes aspectos de estas hipótesis son aceptados parcialmente, existiendo en cada caso evidencia a favor y en contra de las mismas. La discusión sobre cuál de estos mecanismos explica mejor la FPH en el acero L80 13Cr supera por mucho las posibilidades de este trabajo. Solamente se presentan para dar una noción de la complejidad involucrada en estudiar este fenómeno

1.2.2 Descripción del fenómeno de fragilización por hidrógeno

En la norma ASTM F2078 (ASTM, 2016), la FPH puede dividirse en fragilización por hidrógeno en medio ambiente (EHE) o fragilización por hidrógeno interno (IHE). En el EHE, el hidrógeno causante de la fragilización es introducido al mismo tiempo que el material es sometido a tensiones y dicho hidrógeno proviene del ambiente que rodea al material. Este es el caso de, por ejemplo, los tubos OCTG sometidos a un ambiente acuoso rico en H_2S como lo son los pozos agrios. Por otra parte, en el IHE, el hidrógeno causante de la fragilización se encuentra presente con anterioridad a la aplicación de tensiones y suele provenir de procesos de fabricación del producto (fundición, soldadura, decapado, etc.). El hidrógeno presente en los tubos OCTG estudiados en este trabajo proviene principalmente del proceso de colada y por ende, procederemos a explicar la FPH desde la perspectiva del IHE.

Considérese una pieza con hidrógeno difusible y en trampas reversibles, con concentradores de tensiones ya sean artificiales (entallas) o intrínsecas (defectos como fisuras preexistentes o inclusiones). Al aplicar tensiones de tracción sobre la pieza, se generarán tensiones triaxiales localmente delante de los concentradores de tensiones. Esto llevará a una plastificación localizada y el inicio de una fisura. A su vez, el hidrógeno presente en solución y en trampas reversibles tenderá a migrar hacia los concentradores de tensión. De esta forma, la concentración de hidrógeno en solución aumenta de forma localizada delante de los concentradores de tensiones, ocasionando una caída progresiva de la fractotenacidad de forma localizada. Al alcanzarse una C_H , la fractotenacidad cae hasta el punto de permitir el avance de fisuras. Este proceso continuará progresivamente con el tiempo, permitiendo que la fisura alcance un tamaño crítico y se propague de forma descontrolada generando la fisuración de la pieza (Ovejero García, 2016). En la Figura 2, se presenta el fenómeno esquemáticamente.

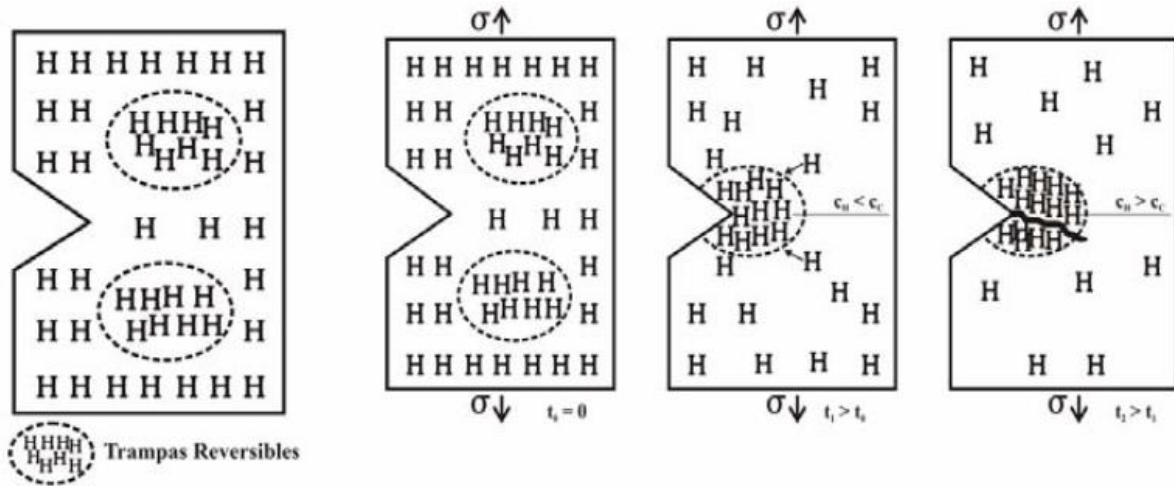


Figura 2: Esquema de la FPH considerando IHE (Ovejero García, 2016)

A partir de lo explicado, puede entenderse que la FPH es un fenómeno fuertemente dependiente del tiempo. Troiano divide el proceso en tres periodos distintos: Período de incubación, período de propagación lenta y la falla catastrófica de la pieza con la propagación rápida de la fisura. Dichos periodos son puestos de manifiesto experimentalmente en la Figura 3. Esta figura es resultado de un trabajo experimental (Barnett & Troiano, 2017) donde se midió la variación de resistencia eléctrica en una probeta cargada con hidrógeno y sometida a tensión constante. A medida que una fisura se forma y propaga, la sección remanente de la probeta disminuye y por ende aumenta su resistencia eléctrica. De esta manera, fue posible confeccionar esta curva donde la resistencia eléctrica medida es proporcional al tamaño de la fisura.

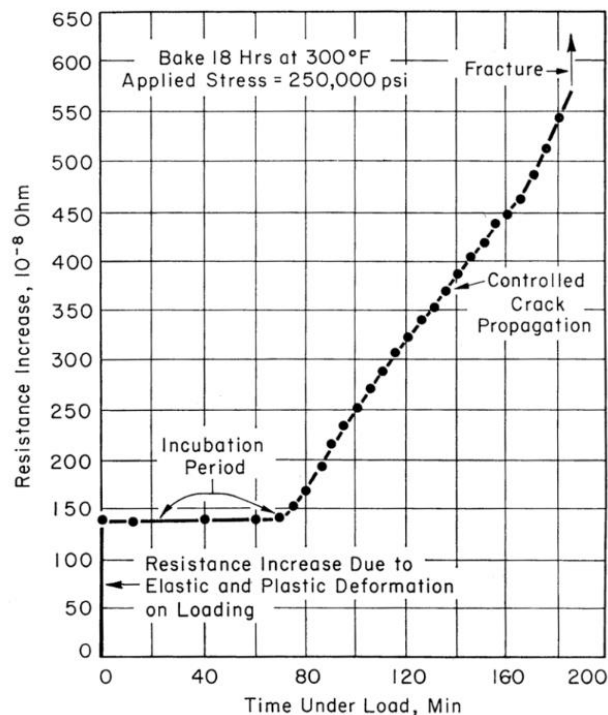


Figura 3: Identificación de los tres períodos de la formación de una fisura por FPH por medio de la medición de la resistencia de la probeta en función del tiempo. El tamaño de fisura es proporcional a la resistencia presentada en el eje de ordenadas (Troiano, 1960).

La dependencia temporal de la FPH dificulta su detección debido a que los ensayos que llevan al material a rotura antes de que transcurra el período de incubación, revelan baja o nula susceptibilidad al FPH. De esta manera, los ensayos de flexión por impacto (Smallman et Bishop, 1999) y la mayoría de los ensayos de tracción convencionales (Troiano, 1960) no pueden detectar la susceptibilidad a la FPH.

Existen ensayos más complejos, como el F-test o el Fidelle Test descrito en la norma ASTM F1459 (ASTM, 2017) que permiten establecer un índice de susceptibilidad a la FPH y comparar la idoneidad de diferentes aceros frente a este fenómeno. Sin embargo, estos ensayos no permiten determinar el C_H crítico del metal en sus condiciones de ensayo. Tampoco permiten establecer una dependencia entre la fisuración diferida generada por la FPH y la tensión aplicada sobre la probeta. Para esto último, existen ensayos de fatiga estática.

1.3 Ensayos de fatiga estática y FPH

Existe un tipo de ensayo denominado ensayo de fatiga estática el cual consiste en aplicar una carga o desplazamiento constante a una probeta y esperar hasta la falla de esta. Las probetas pueden tener diferentes geometrías y algunas de las maquinarias utilizadas para realizar este tipo de ensayos son descritas en la norma ANSI NACE TM0177 (NACE, 2016) y la ASTM E1681 (ASTM, 2024). Es preciso remarcar que, en las normas antes mencionadas, se estudia a la FPH desde la perspectiva del EHE mientras que este trabajo se centrará en el IHE.

Las probetas de fatiga estática pueden tener entallas o no y en todos los trabajos consultados, son cargadas previamente con hidrógeno ya sea gaseoso o mediante la electrolisis de una solución química (Johnson, J.G, & Troiano, 1958) (Frohberg, W.J, & A.R, 1954) (Ronevich, 2009). Este tipo de ensayos proveen información de la concentración crítica de hidrógeno C_H , la deformación a fractura, la tensión a fractura y el tiempo a fractura de la probeta.

Los ensayos de fatiga estática para evaluar la fisuración diferida en aceros se realizan por lo menos desde la década del 50. Autores como Troiano realizaron trabajos cargando con hidrógeno probetas de tracción previamente entalladas y ensayándolas a tensión constante hasta alcanzar rotura. Aquellas probetas con mayores concentraciones de hidrógeno fallaron a menor tiempo y tensión aplicada. De forma similar, las probetas con entallas que tengan mayores factores de concentración de tensión, fallaron a menor tiempo y tensión aplicada. Un ejemplo de este tipo de curvas se presenta a continuación, en la Figura 4 (Troiano, 1960).

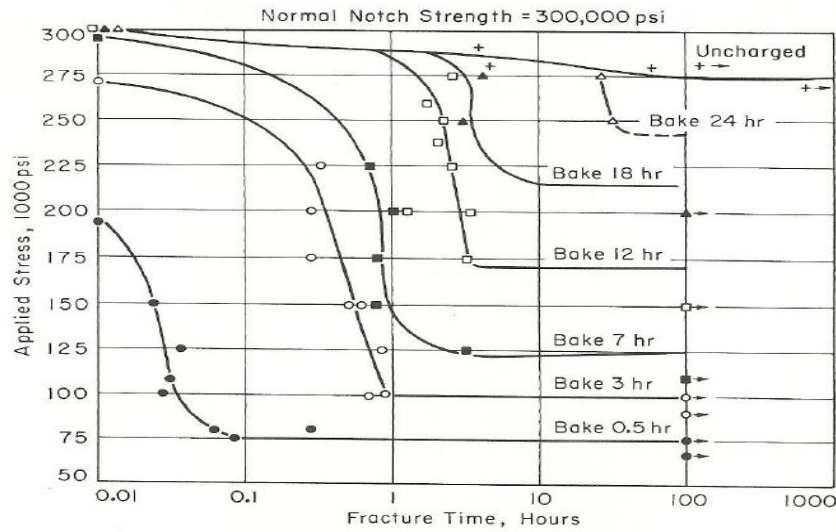


Figura 4: Curvas de fatiga estática obtenidas por Troiano cargando probetas con hidrógeno y recociéndolas a diferentes tiempos a 149°C (Troiano, 1960).

1.4 Principales diferencias con los trabajos de la literatura.

Como se mencionó con anterioridad, en la mayoría de los trabajos y normas consultadas se realizan cargas de hidrógeno en las probetas. Dicha carga puede ser previa al comienzo del ensayo de fatiga estática (Johnson, J.G, & Troiano, 1958) o llevarse a cabo durante el mismo como indican la norma ANSI NACE TM0177 y la ASTM E1681. Además, en diferentes trabajos se suele agregar una entalla sobre la probeta para facilitar la formación de fisuras (Johnson, J.G, & Troiano, 1958) (Frohberg, W.J, & A.R, 1954). En el caso de la ASTM E1681, las probetas se encuentran entalladas y con una prefisura.

En este trabajo, no se cargaron a las probetas con hidrógeno y se permitió que el hidrógeno presente desde la colada de los tochos de L80 13Cr genere FPH. Tampoco se realizaron entallas de ningún tipo, buscando que los únicos concentradores de tensiones sean los resultantes del proceso normal de fabricación. Además, se buscó utilizar probetas que no requieran máquinas de tracción o equipos de carga constante, sino que puedan ser ensayadas de forma autónoma, minimizando los elementos requeridos para ensayar a la probeta. En la literatura inglesa, se llama a estas probetas *self-loaded*. Un ejemplo de este tipo de probetas son las del tipo C-ring, utilizadas en el estudio de EHE (NACE, 2016)).

Se decidió utilizar probetas de sección “C” que serán descriptas más adelante. Este tipo de probetas son sometidas a deformación constante en lugar de carga constante. Debido a esto, la aparición de fisuras conlleva un relajamiento de tensiones que termina por frenar la fisuración completa de la probeta. Para cada probeta se buscó registrar la tensión aplicada y el tiempo necesario para que aparezcan fisuras sobre la misma. Este tiempo se denominó tiempo a fisuración. Con estos pares de valores, se intentaría graficar una curva como la presentada en el siguiente esquema:

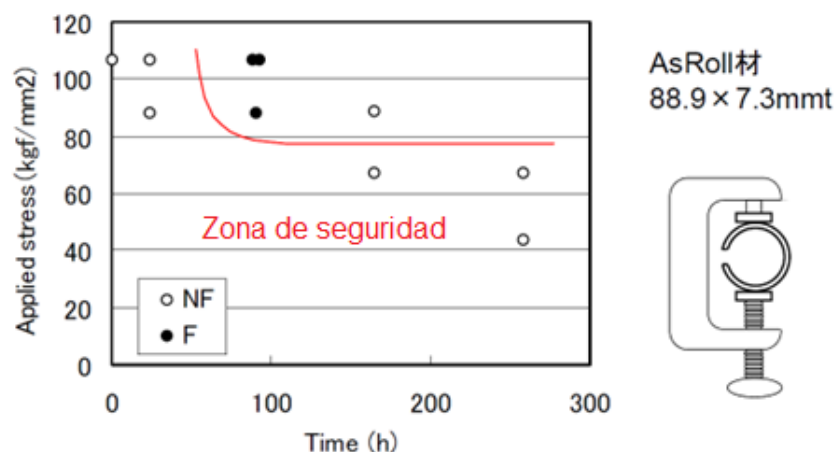


Figura 5: Esquema de curva de fatiga estática donde se grafica la carga aplicada a cada probeta vs el tiempo a fisuración. A la derecha del gráfico, se presenta una prensa con la que se ensayaron probetas en un informe generado por la planta NKK de Tenaris ubicada en Japón.

En la Figura 5, los puntos blancos (NF) indican que no aparecieron fisuras en las probetas mientras que los puntos negros (F) indican que sí aparecieron fisuras. Es posible observar cómo se determinó una aproximada zona de seguridad por debajo de la curva donde las probetas no presentarían fisuración en diferido. Es decir, piezas de este material que sean sometidos a tensiones dentro de la zona de seguridad no fallarían debido a la fisuración diferida causada por FPH.

Si bien existen trabajos realizados en la planta NKK de Tenaris a partir de los cuales se estableció un tiempo de espera máximo, dicho tiempo de espera no se encuentra optimizado para la planta de Siderca. Esto se debe a las diferencias en la composición química, dimensiones y proceso de fabricación entre los tubos fabricados por NKK y los tubos fabricados por Siderca. Además, los tochos provienen de diferentes acerías. Debido a esto, existe un genuino interés por determinar dicho período de tiempo para la planta de Siderca y compararlo contra el valor utilizado en la actualidad.

1.5 Situación en planta

Tenaris lamina aceros inoxidables de L80 13Cr. Para la fabricación de los tubos, se parte de tochos colados en la planta de Dalmine (Bérgamo, Italia) que luego son transportados y laminados en la planta de Siderca, (Campana, Argentina) a temperaturas superiores a la de austenización del acero. Al final de laminación, los tubos se encuentran a una temperatura superior a los 900°C y se dejan enfriar al aire a la espera de posteriores etapas de producción.

Los tubos en este estado son denominados “Laminados” y su microestructura presenta granos no equiaxiales, alargados en la dirección de laminación del tocho. Además, debido a la alta templeabilidad del acero y al proceso de enfriamiento al aire, la microestructura es mayoritariamente martensita sin revenir, de alta resistencia mecánica y sumamente frágil. La presencia de tensiones residuales no es cuantificada, pero resulta esperable debido a la transformación martensítica que ocurre y las variaciones térmicas en los tubos, esperables en un proceso a escala industrial. Dichas tensiones residuales no desaparecen hasta que se realice un posterior tratamiento subcrítico.

Los tubos en estado “Laminado” son manipulados con grúas y estibados para reducir la superficie que ocupan en la planta. Considerando que cada tubo tiene un peso en el rango de los cientos de kilogramos y que el área de contacto entre dos tubos es baja, el movimiento y estibado de los mismos implica someterlos a tensiones considerables (siempre por debajo de la tensión de fluencia).

Se asume que el proceso de fusión y colada es la principal fuente de hidrógeno en los tubos OCTG estudiados. El contenido de hidrógeno se controla durante la colada para que se ubique en pocas partes por millón (ppm), y va disminuyendo progresivamente a lo largo del proceso. La concentración de hidrógeno remanente en los tubos recién laminados podría ser suficiente para causar FPH.

Debido a todo lo antes dicho, los tubos en estado “Laminado” resultan susceptibles a la FPH debido a la presencia de los tres factores: **Tensiones aplicadas (tensiones residuales y externas), concentración crítica de hidrógeno** y una **microestructura susceptible**. Debido a esto, el riesgo de fisuración diferida tras la laminación es alto.

Tras la laminación, se debe someter a los tubos a posteriores tratamientos térmicos (austenizado, temple al aire, revenido, etc.) que son presentados de forma simplificada en la Figura 6. Una vez comenzados dichos tratamientos, se puede garantizar que no habrá FPH. Se ha establecido un tiempo de espera máximo entre la laminación y el tratamiento para evitar la FPH, basado en la experiencia industrial previa en NKK. En caso de superarse el tiempo de espera máximo establecido, el riesgo de FPH y fisuración diferida aumentan. En otras plantas, se han registrado eventos de fisuración diferida en productos OCTG que superaron el tiempo de espera aconsejado entre la laminación y los tratamientos térmicos. La siguiente figura presenta la detección de fisuras generadas por fisuración diferida mediante el método de partículas magnéticas en un tubo en una etapa de inspección al final del proceso de fabricación.



Figura 6: Detección de fisuras ocasionadas por FPH y fisuración diferida a través del ensayo de partículas magnéticas en un tubo que superó el tiempo de espera máximo.

En la actualidad, se considera que el tiempo de espera máximo fijado a partir de la experiencia de NKK para prevenir la FPH resulta muy restrictivo porque reduce la flexibilidad del proceso y reduce la eficiencia. Además, existe la percepción de que es muy conservador al no encontrarse optimizado para las condiciones de trabajo de la planta Siderca y podría extenderse sin aumentar significativamente el riesgo de fisuración. Por ese motivo, se requiere estudiar el fenómeno para evaluar la posibilidad de relajar este requerimiento.

En este trabajo, se buscará obtener una curva de fatiga estática similar a la presentada en la Figura 5. Obtenida dicha curva, se deberá analizar la máxima tensión que experimentan los tubos durante su manipulación y estibado. Conociendo dicha tensión máxima, se podrá utilizar la curva para determinar el período de tiempo necesario para que un tubo falle por efecto de la FPH. De ser dicho período mayor al tiempo de espera máximo actualmente utilizado, se podrá aumentar el tiempo entre laminación y aplicación de tratamientos térmicos sin riesgo de que ocurra FPH.

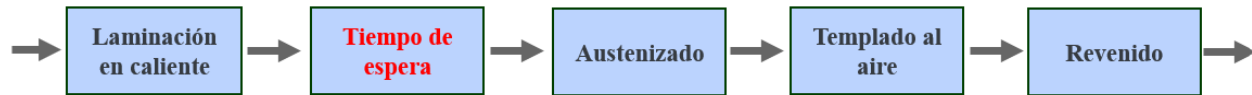


Figura 7: Esquema parcial del proceso de fabricación de los tubos L80 13Cr.

2 Procedimiento experimental

2.1 Plan de trabajo

Para fabricar las probetas de fatiga estática, se partió de tubos laminados ya templados y revenidos en planta (estado “Templado y revenido” o “T+R”). No se fabricaron probetas a partir de tubos en estado “Laminado” ya que el proceso de mecanizado requiere tiempo y no se podría controlar el tiempo de incubación, por lo que existe una alta probabilidad de que el material se fisure durante el proceso o se generen defectos de forma no controlada. Por otra parte, el mecanizado del material en estado martensítico (sin revenir) conlleva dificultades tecnológicas y altos costos por su alta dureza.

Una vez obtenidas las probetas, las mismas fueron tratadas térmicamente realizando diferentes austenizados, en una atmósfera no controlada, por encima de los 900 °C y luego templándolas al aire. Con esto se buscó obtener una microestructura de martensita fresca, susceptible a la fisuración diferida. Este estado fue denominado como “Austenizado-X” o “A-X”, siendo X la temperatura en grados Celsius a la que se realice el austenizado.

Se buscó caracterizar tanto los estados “Laminado” como los de “A-X” mediante diferentes técnicas. Esto con el objetivo de obtener más información del comportamiento del material bajo distintas condiciones de procesamiento además de intentar identificar una temperatura de austenizado que provea un estado “A-X” con mayor susceptibilidad a la FPH. Se buscó someter a ensayos de fatiga estática a probetas en el estado de mayor susceptibilidad posible. De esta forma, se intentó

obtener curvas más conservativas que permitieran una toma de decisiones cautelosa a la hora de establecer el tiempo de espera máximo admisible en condiciones reales dentro de la planta.

Realizado el austenizado y temple correspondiente, las probetas “A-X” fueron sometidas inmediatamente a deformación constante mediante el apriete de los tornillos y tuercas. Se aplicaron tensiones dentro del rango plástico del “A-X”, aumentando la probabilidad de que ocurra la fisuración diferida. En caso de ocurrir fisuración diferida, se aplicarían tensiones sucesivamente menores para la confección de la curva de fatiga estática.

Para tener un mayor control de las tensiones generadas en la probeta, se realizaron simulaciones mediante el método elementos finitos (MEF) para diferentes aprietes del sistema tornillo/tuerca utilizando el programa Abaqus CAE.

Para determinar la aparición de defectos, se realizaron inspecciones visuales periódicas de las probetas en busca de fisuras y/o ensayos no destructivos mediante partículas magnéticas en busca de fisuras. Encontradas dichas fisuras, se registraría la tensión promedio a la que fue sometida la probeta y el tiempo a fisuración. Con los datos experimentales, se confeccionaría una curva de fatiga estática y determinado el tiempo de espera máximo admisible en planta.

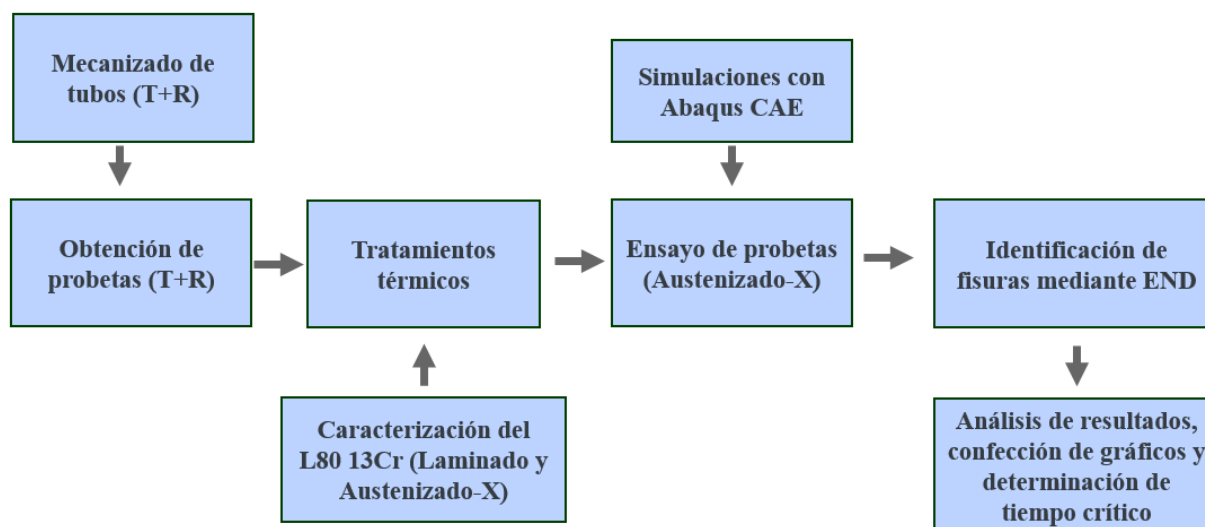


Figura 8: Esquema del plan de trabajo a realizar.

2.2 Material base

Para fabricar las probetas a utilizar en los ensayos de fatiga estática, se partió de segmentos de un tubo para OCTG L80 13Cr en estado “Templado y revenido”, laminado y sometido a tratamientos térmicos en la fecha 28/09/2023. También se solicitaron muestras de un tubo OCTG L80 13Cr en estado “Laminado”, terminado de laminar en la fecha 19/01/2024. Todos los segmentos utilizados en este trabajo contaban con las siguientes dimensiones nominales:

-Diámetro externo: 73,02 mm

-Espesor: 5,51 mm

-Largo: 500 mm

Análisis químicos realizados durante el proceso de colada determinaron que ambos tubos utilizados cumplen con las especificaciones de la API 5CT. El tubo en estado “Laminado” posee un valor carbono 0,02% superior que el tubo en estado “T+R”.

En total, se utilizaron 13 segmentos de un mismo tubo en estado “T+R” y un segmento de un tubo en estado “Laminado”. Algunas muestras del acero en estado “T+R” fueron sometidas a procesos de austenizado y temple al aire para seleccionar cual sería el estado de las probetas durante el ensayo. La mayoría de los segmentos de tubo en estado “T+R” fueron directamente utilizados para la fabricación de 24 probetas de fatiga estática debido a las condiciones óptimas para mecanizado del metal en este estado. Las muestras “Laminado” fueron únicamente utilizadas para caracterización y no fueron utilizadas para la fabricación de probetas.

2.3 Probetas de fatiga estática

Se optó por utilizar únicamente probetas inspiradas en la norma ASTM E1928 (ASTM, 2013) donde se establece una relación entre el diámetro y largo de las probetas cilíndricas en 3 a 1. En la Figura 9, se presenta un plano de las probetas utilizadas en este trabajo. A partir de cada segmento de tubo “T+R” se lograron obtener 2 probetas. Se evaluó la posibilidad de fabricar probetas con sección “C” a partir de la norma ANSI NACE TM0177, sin embargo, se decidió utilizar las probetas presentadas en la Figura 9 por las razones que se presentan más adelante.

Las probetas de fatiga estática cuentan con agujeros pasantes. Por los mismos se introducen tornillos con arandelas bajo sus cabezas. Del otro lado, se introducen arandelas y posteriormente tuercas (Figura 10). La tensión en las probetas se genera a partir de la aplicación de deformación de las probetas mediante el apriete generado por el ajuste del sistema tornillo/tuerca. La deformación es aplicada sobre las probetas por medio del contacto directo con las arandelas. Estos ensayos son realizados a deformación constante. Se optó por utilizar este tipo de probetas y este método para generar deformación constante debido a diferentes razones que se explican a continuación:

-Como se mencionó anteriormente, el material base disponible para fabricar probetas consiste en tubos OCTG terminados o en proceso de fabricación. Debido a esto, la geometría de las probetas a fabricar queda limitada por la geometría de los tubos OCTG y no se podría fabricar la mayoría de las probetas presentadas en la norma ASTM E1681.

-El tipo de probeta elegida simplifica el método de ensayo al no requerir el uso de máquinas de ensayo dado que las probetas son *self-loaded*.

-La geometría C-ring minimiza las tensiones térmicas durante el temple, por lo que se reduce el riesgo de fisuración por temple.

-Las probetas tipo ASTM E1928 poseen mayor longitud que las probetas C-Ring utilizadas en la norma ANSI/NACE TM0177. Dada la geometría de los tubos OCTG disponible, las probetas C-Ring no pueden tener una longitud mayor a 55 mm, mientras que las ASTM E1928 tienen una longitud de 240 mm (mayor a tres veces el diámetro). Una mayor longitud de probeta implica que la misma contendrá una mayor cantidad de concentradores de tensiones generados normalmente durante un proceso de fabricación a escala industrial que puedan propiciar la nucleación de fisuras

frente a la presencia de hidrógeno y tensiones aplicadas. Adicionalmente, este tipo de probetas permite generar condiciones de carga más cercanas a un estado plano de deformaciones en la mayor parte de la longitud. En síntesis, una probeta de mayor longitud reproduce más fielmente las condiciones a las que se somete un tubo real que una probeta de menor longitud.

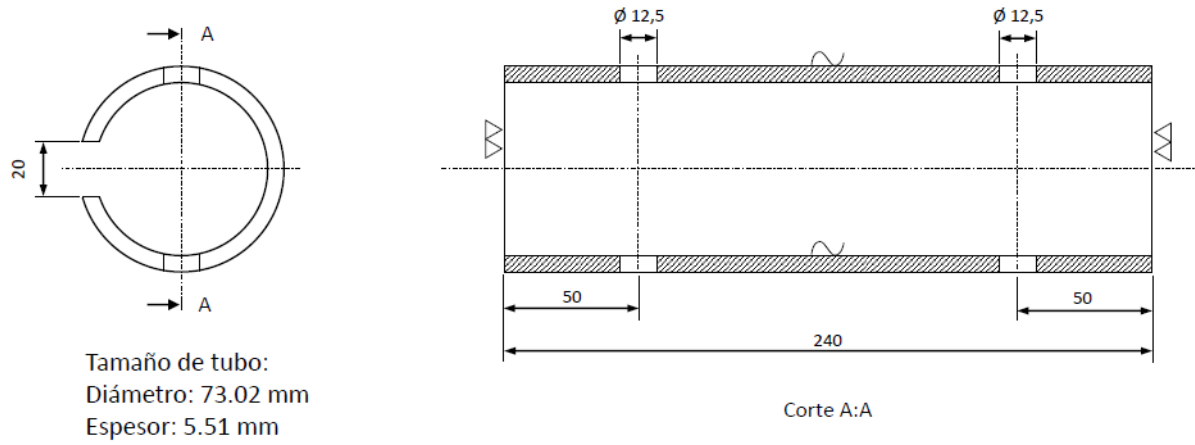


Figura 9: Plano de la probeta inspirada por la norma ASTM E1928. Se colocaron 2 bulones con sus respectivas tuercas para aplicar deformación constante en cada probeta.



Figura 10: Foto de la probeta a ensayar, incluyendo los tornillos pasantes, tuercas y arandelas.

2.4 Tratamientos térmicos realizados

Para caracterizar el material austenizado a diferentes temperaturas, se cortaron 4 anillos de 1,5 cm de ancho a partir de los segmentos de tubo en estado “T+R”. Se eligió realizar un austenizado de 900 °C, 950 °C, 1000 °C o 1050 °C durante 20 minutos (un austenizado por probeta), retirar las probetas del horno y dejarlas templar al aire. Para todos los austenizados se utilizó un horno mufla marca LINDBERG modelo. 11 - RO – 15301222AS. Estos anillos fueron luego seccionados y

sometidos a diferentes métodos de caracterización. No se utilizaron atmosferas especiales durante los austenizados.



Figura 11: Probetas siendo introducidas en la mufla LINDBERG para realizar un austenizado a 1000 °C.

Utilizando la misma mufla, luego se sometieron a los diferentes lotes de probetas de fatiga estática a un austenizado y posterior temple al aire. El primer lote de 4 probetas fue austenizado durante 20 minutos a 1050 °C y posteriormente templado al aire. El segundo y tercer lote de probetas, de 5 especímenes cada uno, fueron austenizados durante 20 minutos a 1000 °C y luego templados al aire. Por último, el cuarto y quinto lote de probetas, de 5 especímenes cada uno, fueron austenizados durante 20 minutos a 1050 °C y luego templados al aire. No se utilizaron atmosferas especiales en ninguno de los austenizados. En todos los casos se controló la temperatura de las probetas durante todo el proceso mediante una termocupla tipo K adosada a una de las probetas de cada lote.

2.5 Simulaciones en Abaqus CAE

No fue posible determinar el campo de tensiones generados en las probetas de fatiga estática mediante ecuaciones analíticas. En consecuencia, se decidió generar diferentes modelos representativos de las probetas por medio de simulaciones mediante el método de elementos finitos (MEF) para diferentes aprietes del sistema tornillo/tuerca utilizando el programa Abaqus CAE. Dichos modelos fueron sometidos a diferentes deflexiones y se registraron las tensiones calculadas. Estos datos fueron utilizados para estimar las deflexiones a aplicar sobre las probetas de fatiga estática reales para generar los niveles de tensión definidos para cada ensayo.

2.5.1 Teoría de elementos finitos

El método de elementos finitos (MEF) es un método numérico utilizado en la resolución de ecuaciones diferenciales. Dependiendo el objeto de estudio, dichas ecuaciones diferenciales representan el fenómeno que sufre un cuerpo de estudio. En MEF, se toma un cuerpo y se lo divide o discretiza en subdominios no intersecantes entre si conocidos como “elementos”. Dentro de cada elemento se encuentran puntos característicos conocidos como nodos. El proceso de dividir un cuerpo en elementos y sus respectivos nodos se presenta en la siguiente imagen.

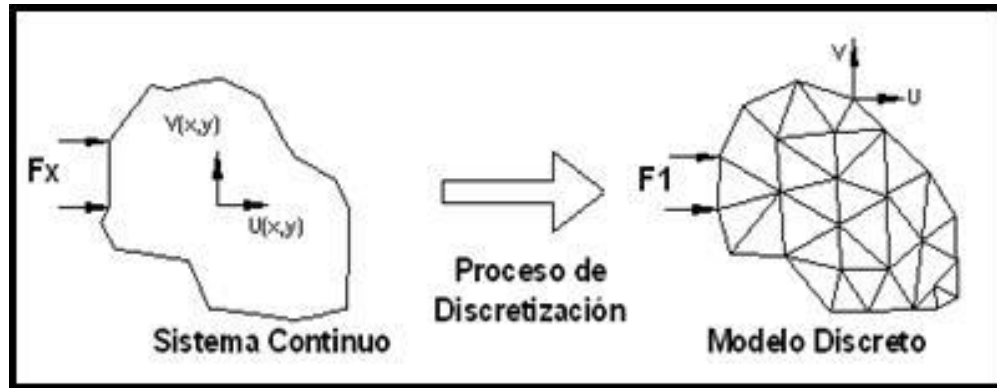


Figura 12: Representación gráfica del proceso de discretización de un cuerpo continuo en elementos finitos. Esquema obtenido de (Beltrán-Fernández et al, 2019).

El conjunto de nodos de un cuerpo o estructura discretizada se conoce como “malla de nodos” y sobre esta malla, se resuelven las ecuaciones diferenciales que hacen al problema. Para esto, se establecen relaciones entre nodos adyacentes entre sí y se definen variables incógnitas en cada nodo a resolver. De esta forma, se establece una matriz de ecuaciones lineales cuyo número de ecuaciones es proporcional al número de nodos utilizados. A partir de la resolución de la matriz antes descrita, se obtienen resultados exactos para las ecuaciones diferenciales del problema en los nodos del cuerpo. Para los puntos del cuerpo que no son nodos, se obtienen soluciones aproximadas mediante la interpolación de los resultados exactos de los nodos. De esta manera, se obtienen resultados aproximados para el fenómeno experimentado por el cuerpo. (Ortiz Prado, Ruiz Cervantes, & Ortiz Valera, 2013)

Considerando lo antes explicado, es previsible que un aumento del número de nodos y elementos finitos utilizados para discretizar un cuerpo permita generar resultados más cercanos a la realidad. Sin embargo, como se ha remarcado antes, el aumento en el número de nodos conlleva a la necesidad de resolver más ecuaciones lineales, necesitándose mayor capacidad computacional y tiempos más largos para realizar una simulación. Por esto, se debe llegar a un compromiso con los recursos disponibles a la hora de mallar una pieza.

Otro factor a la hora de elegir el tamaño de elementos a utilizar en la discretización es la geometría del cuerpo a analizar. Dependiendo de dicha geometría, algunos mallados pueden desembocar en elementos deformados que generaran errores de cálculo.

2.5.2 Consideraciones sobre las simulaciones realizadas

Se presentan a continuación consideraciones sobre las simulaciones realizadas:

Buscando agilizar las simulaciones y evitar la aparición de errores durante las mismas a causa de un mal mallado, se tuvo en cuenta la geometría de las probetas y se fijaron condiciones de contorno de simetría. Así, si bien las imágenes presentadas a continuación muestran probetas “incompletas” respecto a las de la Figura 10, en realidad se está considerando los efectos sobre la totalidad de la probeta en cada simulación. En las primeras simulaciones se utilizaron simetrías solo en la dirección Y de la probeta. Sin embargo, a medida que la complejidad de las simulaciones y la densidad del mallado aumentaba, se terminó utilizando simetrías en las direcciones Y y Z.

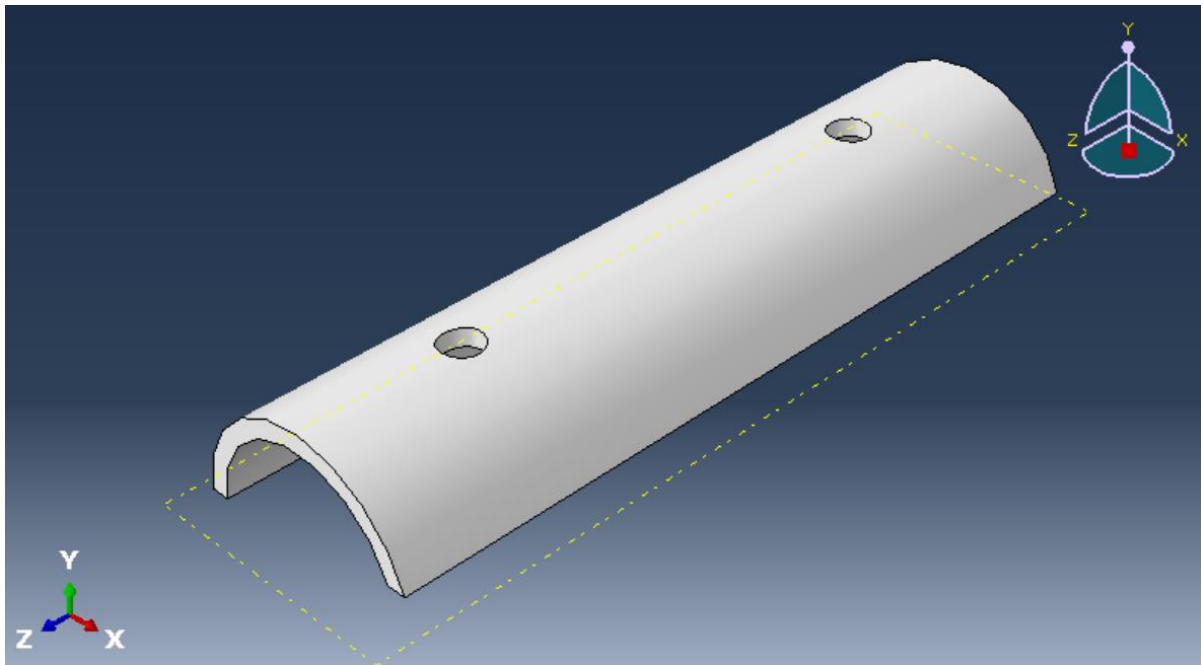


Figura 13: Modelo de la probeta a ensayar con simetrías en la dirección Y.

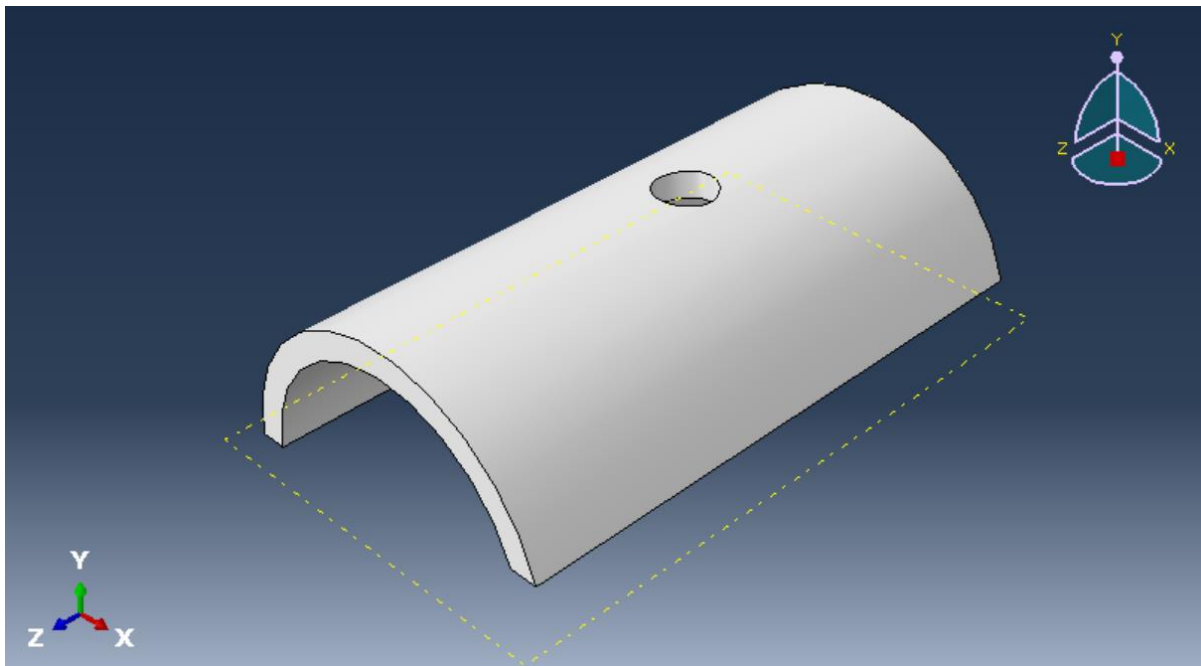


Figura 14: Modelo de la probeta a ensayar con simetrías en las direcciones Y y Z.

Las primeras simulaciones realizadas solo contemplan deformación elástica en las probetas. Posteriormente, se sumó a las simulaciones información sobre la deformación plástica de la aleación L80 Cr13 obtenida mediante ensayos de tracción.

En todas las simulaciones 3D realizadas, se decidió medir la tensión a lo largo de la generatriz principal de las probetas marcada en la Figura 15. Sobre esta generatriz, se obtienen los máximos valores de tensión a lo largo de la probeta debido a su geometría. En particular, se trabajó con la componente de tensión σ_{yy} o σ_{22} , siendo esta la tensión actuante en la dirección Y, en la cara Y de un dado elemento. Dado el sistema de coordenadas utilizado, la componente σ_{yy} de los elementos a lo largo de la generatriz principal, actúa como una tensión tangencial. Se decidió utilizar esta componente del tensor de tensiones por ser la que más contribuye a la formación de fisuras en la dirección radial de la probeta.

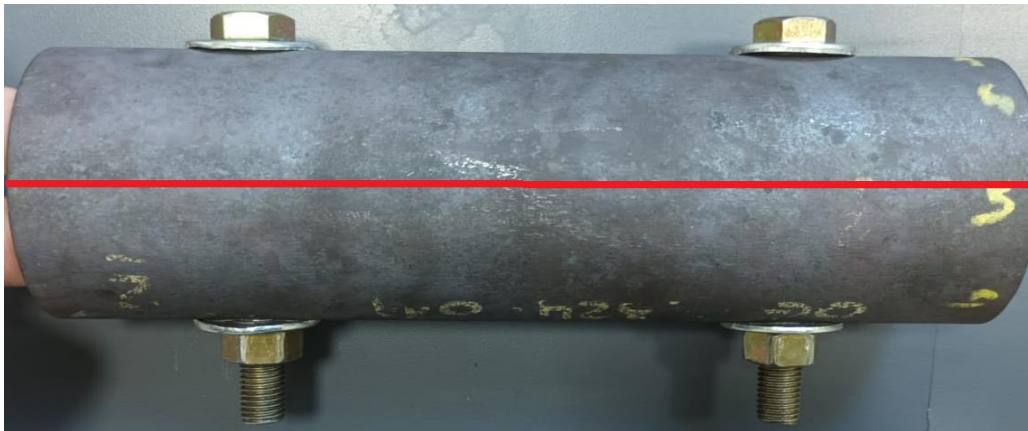


Figura 15: En rojo se marca la generatriz donde se obtienen las máximas tensiones en la probeta. Las tensiones σ_{yy} utilizadas para la toma de decisiones se registraron a lo largo de esta generatriz.

2.5.3 Modelos desarrollados

En la realidad y tal como se infiere de la Figura 9, el sistema tornillo\tuerca se cierra y transmite fuerzas sobre las arandelas. A su vez, las arandelas ejercen fuerzas sobre la probeta. Inicialmente se evitó simular las arandelas como cuerpos independientes, aplicándose desplazamientos localizados directamente sobre la probeta: modelos A, B y C. Se probaron diferentes áreas de aplicación que simulan la zona de contacto que tendrían las arandelas con las probetas. Sin embargo, luego del ensayo del primer lote de 4 probetas, se decidió incluir en las simulaciones a las arandelas como cuerpos independientes que entran en contacto con la probeta y transfieren la carga ejercida por los tornillos y tuercas. De esta forma, los desplazamientos de apriete dejaron de ser aplicados directamente sobre la superficie de la probeta y son aplicados sobre la cara exterior de las arandelas. Este nuevo modelo fue llamado D. Se descartó la posibilidad de incluir a las tuercas y tornillos como cuerpos independientes en las simulaciones debido al excesivo aumento en el número de operaciones matemáticas que el programa debería realizar.

Finalmente, se incluyeron datos sobre la deformación plástica del acero L80 13Cr en el estado “A-1000” y “A-1050” con el objetivo de tener un mayor control de las tensiones generadas sobre las probetas al aplicar deformación. Estos datos experimentales extraídos de ensayos de tracción se

incluyeron en la simulación tipo D, modificándola y dando lugar a la simulación E (ver Figura 16). En la Tabla 2, se describen brevemente todos los modelos realizados.

Número de probeta	Descripción
Modelo A	Las cargas son aplicadas sobre toda la generatriz que atraviesa los dos agujeros por donde pasan los tornillos. En este modelo se emula una placa del largo de la probeta que se colocaría entre los tornillos y la probeta.
Modelo B	Las cargas son aplicadas en segmentos sobre la generatriz que atraviesa los agujeros, emulando el contacto entre una arandela indeformable y la probeta
Modelo C	Las cargas son aplicadas sobre áreas rectangulares centradas en la generatriz, emulando el contacto entre arandelas que se deforman y la probeta.
Modelo D	Las cargas son aplicadas sobre las caras exteriores de arandelas independientes que entran en contacto con la probeta, deformándola. La carga sobre las arandelas se aplica en la zona de contacto que tienen las tuercas con las arandelas en la realidad.
Modelo E	Igual que el modelo D, pero incluyendo datos experimentales sobre el comportamientos elastoplástica de la probeta ya sea para el estado “A-1000” o “A-1050”.

Tabla 2: Descripción de los diferentes modelos de probetas para ensayos de fatiga estática creados con Abaqus CAE

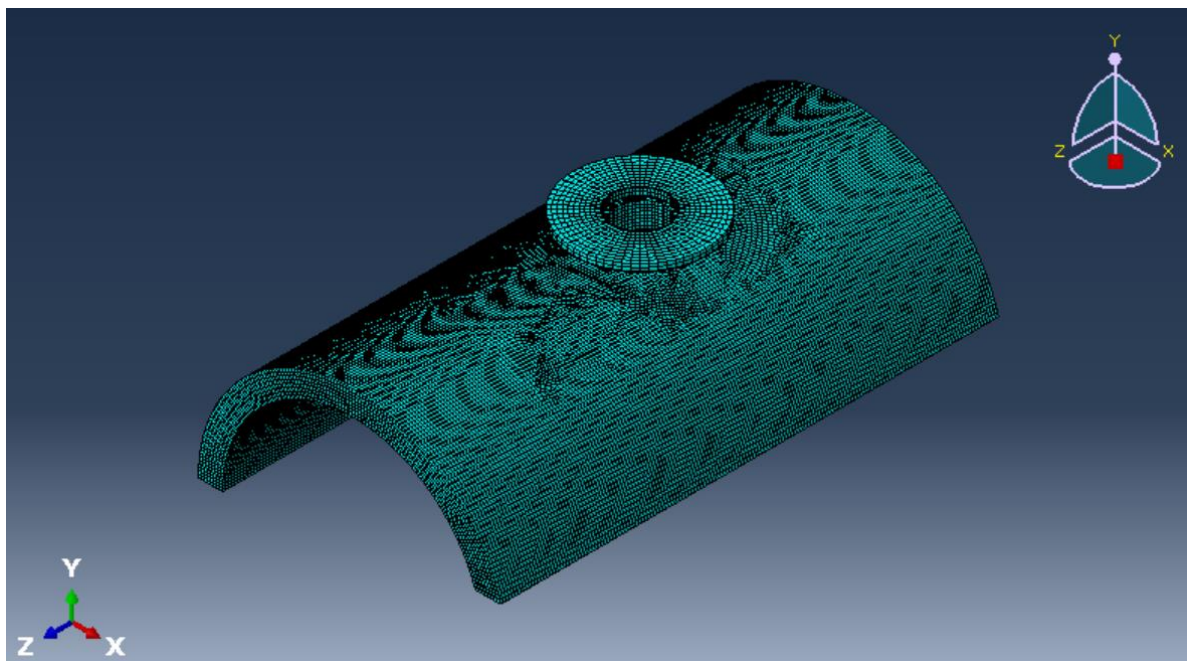


Figura 16: Ensamble del modelo E donde se presentan la probeta a ensayar y la arandela que transmitirá el desplazamiento buscado.

2.6 Ensayos de fatiga estática

2.6.1 Descripción del procedimiento

Una vez mecanizadas las probetas, las mismas fueron sometidas en diferentes lotes a un austenizado durante 20 minutos a una dada temperatura y posteriormente templadas al aire. Una vez que las probetas alcanzaron temperatura ambiente, se midió el diámetro de las probetas en tres planos distintos utilizando un calibre digital. Además, se midió el espesor de cada probeta en 8 puntos a lo largo de su circunferencia. Terminadas las mediciones, se introdujeron los correspondientes tornillos pasantes, tuercas y arandelas a cada probeta. La cabeza de los tornillos fue inmovilizada en una morsa y mediante llaves combinadas de $\frac{3}{4}$ de pulgada, se aplicó el apriete correspondiente a cada probeta ajustando las tuercas. El apriete a realizar en cada probeta fue determinado a partir de los resultados de las simulaciones y corregido tomando en cuenta la diferencia entre los espesores y diámetros reales y nominales. Las probetas se dejaron cargadas durante alrededor de 14 días realizando inspecciones diarias en busca de fisuras

El primer lote de 4 probetas fue austenizado a 1050 °C durante 20 minutos. A partir de los resultados del modelo B, se aplicó a 2 de las probetas una deformación que se pensaba generaría tensiones del orden del 90% de la resistencia a la tracción (R) y a las otras 2, una deformación que generaría tensiones del orden del 80% de la R. El valor de R considerado para este ensayo se estimó a partir de mediciones de dureza realizadas anteriormente en la empresa Tenaris. Posteriormente y ya terminado el ensayo, se calcularon nuevamente las tensiones aplicadas sobre las probetas a partir del Modelo E para la temperatura de 1050°C.

Es importante remarcar que este primer lote de probetas fue de carácter exploratorio, con el objetivo de evaluar el método de ensayo y debido a esto, las condiciones de ensayo se definieron de forma aproximada. En estos ensayos se evaluaron las condiciones de seguridad, se realizaron modificaciones menores a la probeta y se definió el método de inspección para futuros lotes.

Para el segundo y tercer lotes de probetas, de 5 especímenes cada uno, se utilizó una temperatura de austenizado de 1000 °C. Las probetas del segundo lote se deformaron buscando que se genere en ellas el equivalente a la tensión de fluencia ($R_{P0,2}$). Las probetas del tercer lote fueron deformadas de forma tal que alcancen 1,1 veces la tensión de fluencia. La elección de la temperatura en este caso se basó en los resultados de las curvas de tracción. La elección de la deformación a aplicar se basó en el uso del modelo E aplicado al estado “A-1000”.

Para el cuarto y quinto lotes de probetas, de 5 especímenes cada uno, se utilizó una temperatura de austenizado de 1050 °C. Las probetas del cuarto lote se deformaron para que se genere en ellas el equivalente a la tensión de fluencia ($R_{P0,2}$). Las probetas del quinto lote fueron deformadas de forma tal que alcancen 1,1 veces la tensión de fluencia. La elección de la deformación a aplicar se basó en el uso del modelo E aplicado al estado “A-1050”.

Número de lote	Estado	Tensión objetivo	Modelo utilizado	Inspección realizada y periodicidad
1	“A-1050”	90% R y 80%R	Modelo B	Inspección visual diariamente Partículas magnéticas al final del ensayo
2	“A-1000”	100% R _{P0,2}	Modelo E-1000°C	Partículas magnéticas diariamente
3	“A-1000”	110% R _{P0,2}	Modelo E-1000°C	Partículas magnéticas diariamente
4	“A-1050”	100% R _{P0,2}	Modelo E-1050°C	Partículas magnéticas diariamente
5	“A-1050”	110% R _{P0,2}	Modelo E-1050°C	Partículas magnéticas diariamente

Tabla 3: Resumen de las condiciones de ensayo para los 5 lotes ensayados.

2.6.2 Correcciones por diferencias entre las dimensiones reales y las nominales

Para cada valor de tensión deseado a generar en las probetas, se utilizaron los modelos B o E para calcular los aprietes a aplicar. Los modelos fueron generados a partir de las dimensiones nominales de la probeta que aparece en la Figura 9. Debido a esto, los aprietes obtenidos a partir de los modelos B y E fueron corregidos utilizando las dimensiones reales de cada probeta. Para poder corregir la influencia de las dimensiones reales sobre el apriete a aplicar, se decidió utilizar una expresión aplicada por la norma ASTM E1928:

$$S = \pm \frac{Et}{1 - \mu^2} \times \frac{D_1 - D_o}{D_1 D_o} \quad (1)$$

Donde S son las tensiones circunferenciales residuales (En la generatriz principal de la Figura 9, la componente de tensiones S se corresponde con la tensión σ_{yy}), E el módulo de Young del acero, μ el coeficiente de Poisson, D_0 el diámetro externo de la probeta antes del corte para liberar tensiones residuales y D_1 el diámetro externo de la probeta luego del corte. Reacomodando la expresión, obtenemos:

$$S = c * t * \left(\frac{1}{D_{final}} - \frac{1}{D_{inicial}} \right) \quad (2)$$

En este trabajo, el D_1 pasaría a ser el diámetro externo antes de la aplicación de tensiones ($D_{inicial}$) y D_0 el diámetro externo luego de aplicar tensiones (D_{final}). La constante c pasa a contener el coeficiente de Poisson y el módulo de Young.

La ecuación (2) no fue utilizada para calcular las tensiones residuales sino para poder, a partir de las variables que presenta, calcular una suerte de desviación generada por la diferencia entre las dimensiones nominales consideradas en el modelo numérico y las reales de cada probeta. Así, se fijaron las desviaciones a causa de la diferencia entre nominales como:

$$\Delta S = \Delta t * c * \left(\frac{1}{D_{final\ n}} - \frac{1}{D_{inicial\ n}} \right) + \Delta D_{inicial} * c * t_n * \left(\frac{1}{D_{inicial\ n}^2} \right) - \Delta D_{final} * c * t_n * \left(\frac{1}{D_{final\ n}^2} \right) \quad (3)$$

Donde el subíndice _n significa nominal, $\Delta t = t_{real} - t_{nominal}$, $\Delta D_{inicial} = D_{inicial\ real} - D_{inicial\ nominal}$, $\Delta D_{final} = D_{final\ real} - D_{final\ nominal}$.

Igualando ΔS a 0 y reordenando, obtenemos:

$$D_{final\ real} = D_{final\ nominal} + \frac{\Delta t * \left(\frac{1}{D_{final\ n}} - \frac{1}{D_{inicial\ n}} \right) + \Delta D_{inicial} * t_n * \left(\frac{1}{D_{inicial\ n}^2} \right)}{t_n * \left(\frac{1}{D_{final\ n}^2} \right)} \quad (4)$$

Con esto obtenemos un valor $D_{final\ real}$, tal que el apriete corregido que se intentó aplicar en cada probeta es:

$$Apriete\ corregido = D_{final\ real} - D_{inicial\ real} \quad (5)$$

Debido al error experimental, no fue posible aplicar exactamente el apriete corregido en cada probeta lo cual generó desviaciones respecto a la tensión objetivo. Para intentar cuantificar las desviaciones de la tensión generada en las probetas, se cuantifico el valor ΔS en cada probeta mediante la expresión (3).

2.7 Caracterización

2.7.1 Microscopía óptica

Para la caracterización del material Laminado y las muestras austenizadas, se utilizó un microscopio digital KH-7700 Hirox y un microscopio óptico Olympus

Todas las muestras metalográficas fueron rectificadas y posteriormente lijadas con sucesivas lijas al agua de tamaño de grano 100-300-600-1200. Posteriormente, fueron pulidas con paño con pasta de diamante de 6 micrones. Luego fueron atacadas con diferentes ataques químicos destinados a revelar la microestructura del acero y el antiguo borde de grano austenítico. Todos los ataques químicos o electrolíticos fueron realizados bajo campana y los ataques electrolíticos fueron realizados utilizando una fuente de voltaje continuo comercial.

Para el revelado de la microestructura, las muestras fueron atacadas principalmente con reactivo Vilella durante 40 segundos, lavadas y secadas. Para el revelado del antiguo borde de grano austenítico, se utilizaron diferentes ataques tanto químicos como electrolíticos. Para las muestras “Laminado” se realizaron ataques con solución acuosa de hidróxido de sodio (NaOH) al 10%, utilizando un voltaje de 3 Volts durante 3 minutos.

Para el caso de las muestras “A-1050” y “A-1000” se ensayaron gran variedad de ataques electrolíticos en pos de revelar el antiguo borde de grano austenítico. Se realizaron ataques químicos con reactivo Vilella, persulfato de amonio ((NH₄)₂S₂O₈), persulfato de amonio y ácido clorhídrico (HCl), soluciones de ácido clorhídrico y ácido nítrico (HNO₃). También se realizaron ataques electroquímicos con solución acuosa de hidróxido de sodio y solución de ácido nítrico concentrado. Se ensayaron diferentes tiempos de ataque y combinaciones de los ataques químicos y

electroquímicos antes mencionados. El ataque de mayor efectividad fue realizado con una solución acuosa de hidróxido de sodio al 10%, utilizando un voltaje de 3 Volts durante 8 minutos seguido de un ataque con Vilella durante 40 segundos.

A partir del revelado del antiguo borde de grano austenítico de las diferentes muestras, fue posible mediante el método de intercepciones presentado por la norma ASTM E112 (ASTM, 2021) realizar mediciones del tamaño de grano de las muestras. Para el caso del estado “Laminado”, sus granos son equiaxiales debido a la deformación plástica a la que es sometido el material durante la laminación. Fue necesario medir el tamaño de grano en tres planos perpendiculares entre sí.

2.7.2 Microscopía con microscopio electrónico de barrido (MEB)

Mediante un microscopio electrónico de barrido Carl Zeiss EVO 10VP se observaron muestras de acero “Laminado”, “A-900”, “A-950”, “A-1000” y “A-1050” preparadas como se describió anteriormente y atacadas con Vilella durante 40 segundos. Con este mismo microscopio también se observaron las fisuras que aparecieron en las probetas durante los ensayos.

2.7.3 Medición de hidrógeno

Con el objetivo de tener nociones del hidrógeno total del acero L80 13Cr en diferentes estados, se realizaron diferentes ensayos de espectroscopía química con una máquina LECO ONH836 perteneciente a la empresa TENARIS. Las mediciones se realizaron sobre muestras “Laminado”, “Templado y revenido”, “A-1050” y “A-1000” en diferentes fechas. La técnica empleada tiene un mínimo de detección de 0,3 ppm de hidrógeno y una sensibilidad de 0,1 ppm según los datos suministrados por el laboratorio de caracterización. Las mediciones se realizaron en muestras provenientes de dos tubos distintos, el primero proveniente de la planta en estado “Laminado” y el segundo recibido como “Templado y revenido” y sometido a diferentes tratamientos térmicos.

2.7.4 Difracción de rayos X

Se realizaron barridos de rayos x en un difractómetro Philips X-Pert para muestras “Laminado”, “A-1000” y “A-1050” buscando caracterizar las fases cristalinas presentes en los diferentes estados metalúrgicos.

2.7.5 Ensayo de dureza

Uno de los primeros ensayos de caracterización realizado fue el de medición de dureza. Utilizando un micro durómetro LECO LM247-AT se midió la dureza Vickers de muestras de acero “Laminado”, “A-900”, “A-950”, “A-1000” y “A-1050” utilizando una carga de 1 kgf. Las mediciones se realizaron sobre los anillos de acero antes mencionadas. Se midió la dureza en el diámetro externo, centro y diámetro interno en cuatro secciones de cada anillo. Los resultados fueron promediados y utilizados en la posterior toma de decisiones.

2.7.6 Ensayos de flexión por impacto

Con el objetivo de comparar la tenacidad del acero L80 13Cr en diferentes estados, se fabricaron probetas tipo Charpy de tamaño reducido (10 x 5 mm) con entalla en V a partir de acero en estado “Laminado”, “A-900”, “A-950”, “A-1000” y “A-1050” para luego ensayarlas siguiendo la norma ASTM E23 (ASTM, 2024). Los ensayos de flexión por impacto se realizaron a 20°C y a 0°C.

2.7.7 Ensayos de tracción

Se fabricaron mini probetas de tracción a partir de acero en estado “Laminado”, “A-900”, “A-950”, “A-1000” y “A-1050” y posteriormente se ensayaron utilizando la máquina de tracción INSTRON 5969 y un extensómetro siguiendo la norma ASTM E8 (ASTM, 2024).

2.7.8 Inspección de las probetas

Una vez sometidas las probetas a deformación constante, se procedió a inspeccionarlas. El primer lote fue inspeccionado visualmente a ojo desnudo de forma diaria durante los días hábiles de 2 semanas consecutivas. Pasadas las 2 semanas, se realizaron partículas magnéticas fluorescentes sobre las 4 probetas. El segundo, tercer, cuarto y quinto lotes fueron inspeccionados de forma diaria utilizando partículas magnéticas fluorescentes durante los días hábiles de dos semanas consecutivas.

3 Resultados y discusiones

3.1 Metalografías

En la siguiente figura se presenta un esquema sobre las direcciones del tubo de donde se obtuvieron las muestras con las direcciones “Longitudinal”, “Circunferencial” y “Radial”.

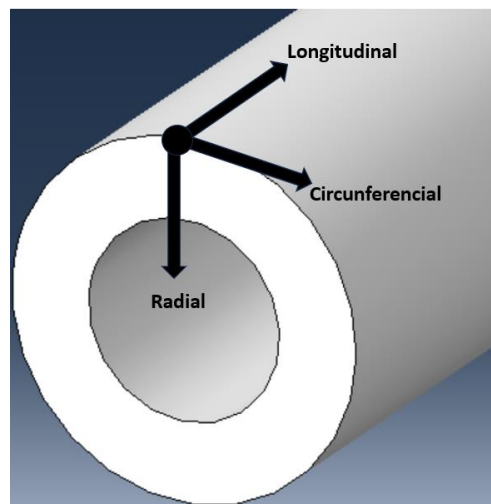


Figura 17: Esquema con las tres direcciones del tubo.

A continuación, se presentan las metalografías obtenidas con microscopio óptico de muestras en estado “Laminado”, “A-1000” y “A-1050”.

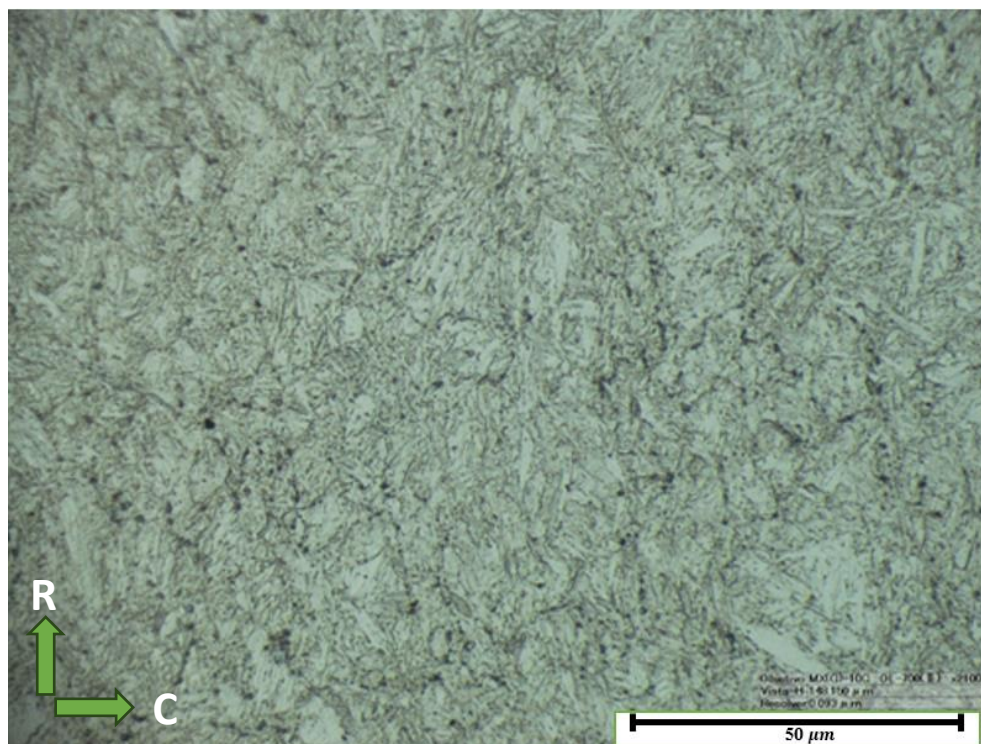


Figura 18: Muestra “Laminado” atacada con Vilella durante 40s. Plano circunferencial-radial.

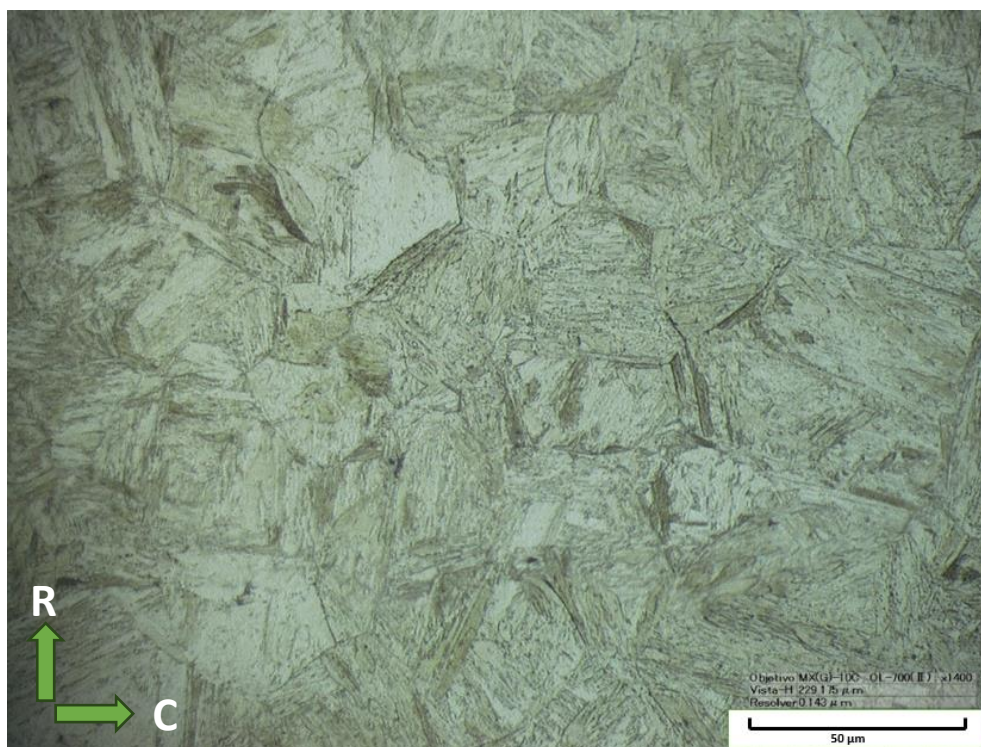


Figura 19: Muestra “Austenizado-1050” atacada con Vilella durante 40s. Plano circunferencial-radial.

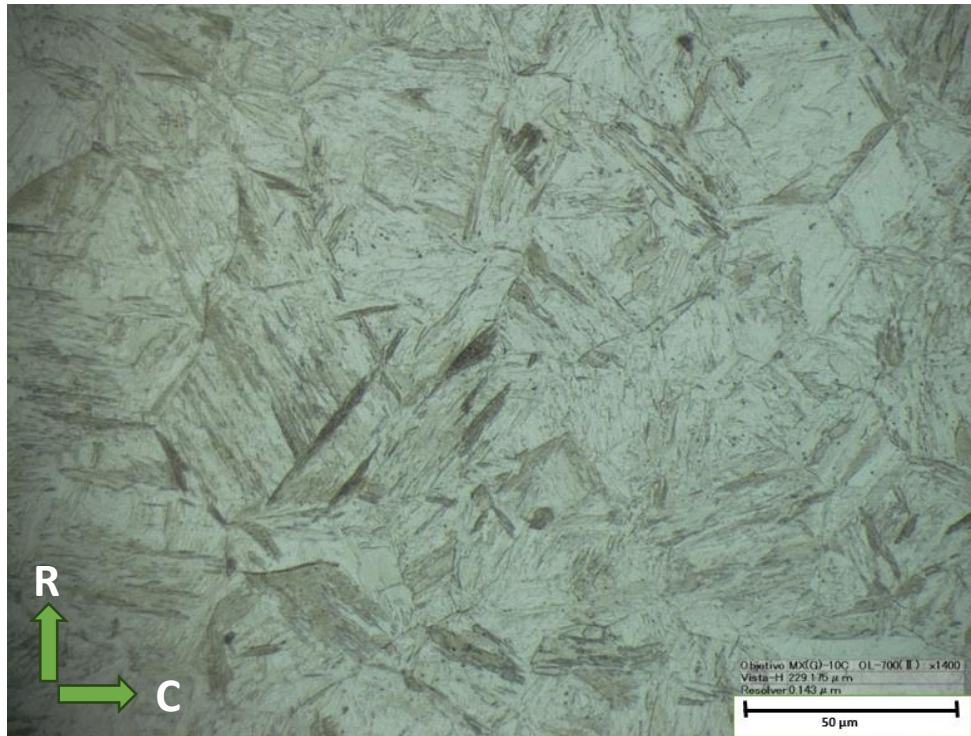


Figura 20: Muestra “Austenizado-1000” atacada con Vilella durante 40s. Plano circunferencial-radial.

A partir de las Figuras 18 a 20 se concluye que el principal microconstituyente de los estados “Laminado”, “A-1000” Y “A-1050” es la martensita. No se detectó presencia de ferrita delta o austenita retenida en ninguno de los anteriores estados metalúrgicos.

Se realizaron metalografías con el microscopio electrónico de barrido de las muestras “A-900”, “A-950”, “A-1000”, “A-1050” y “Laminado”.

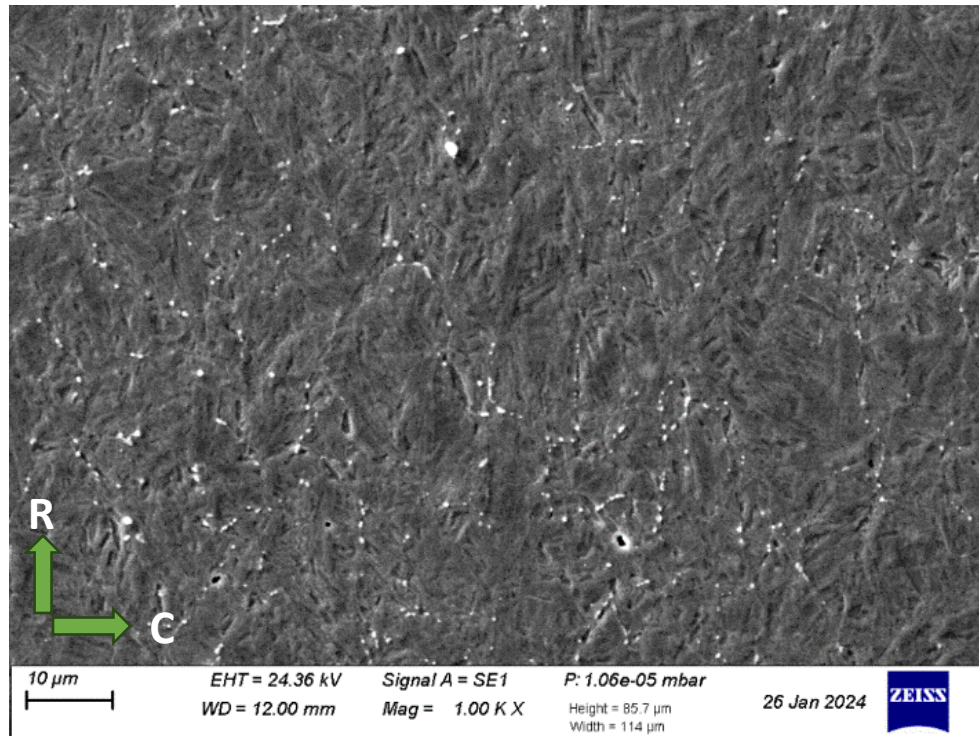


Figura 21: Metalografía con MEB de la muestra “Laminado” atacada con Vilella durante 40s. Plano circunferencial-radial.

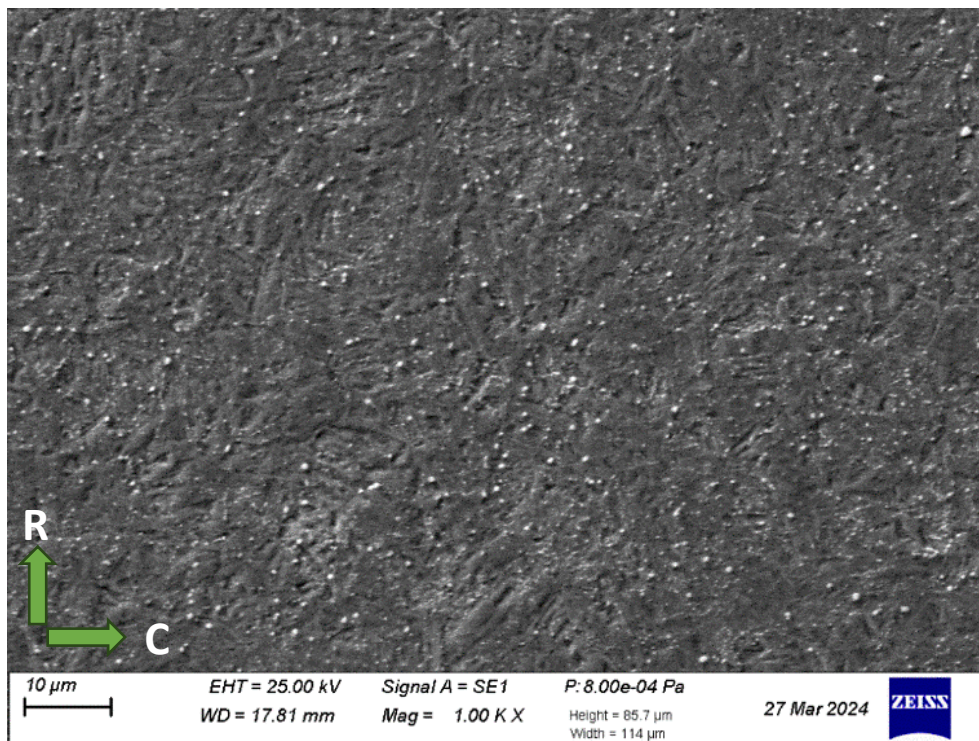


Figura 22: Metalografía con MEB de la muestra “Austenizado-900” atacada con Vilella durante 40s. Plano circunferencial-radial.

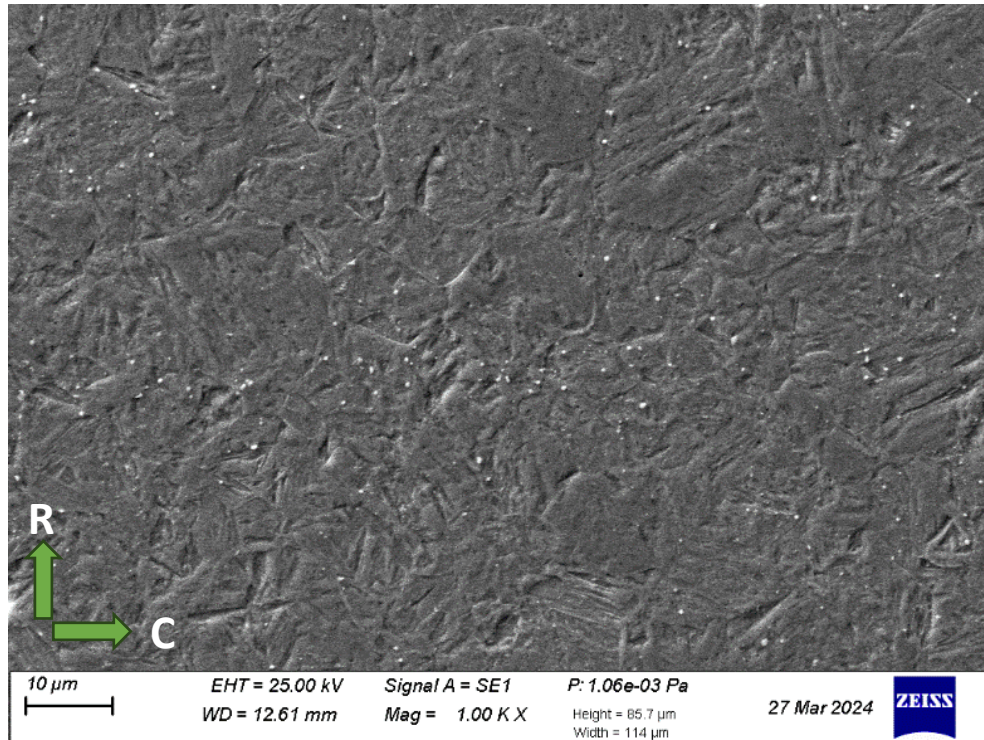


Figura 23: Metalografía con MEB de la muestra “Austenizado-950” atacada con Vilella durante 40s. Plano circunferencial-radial.

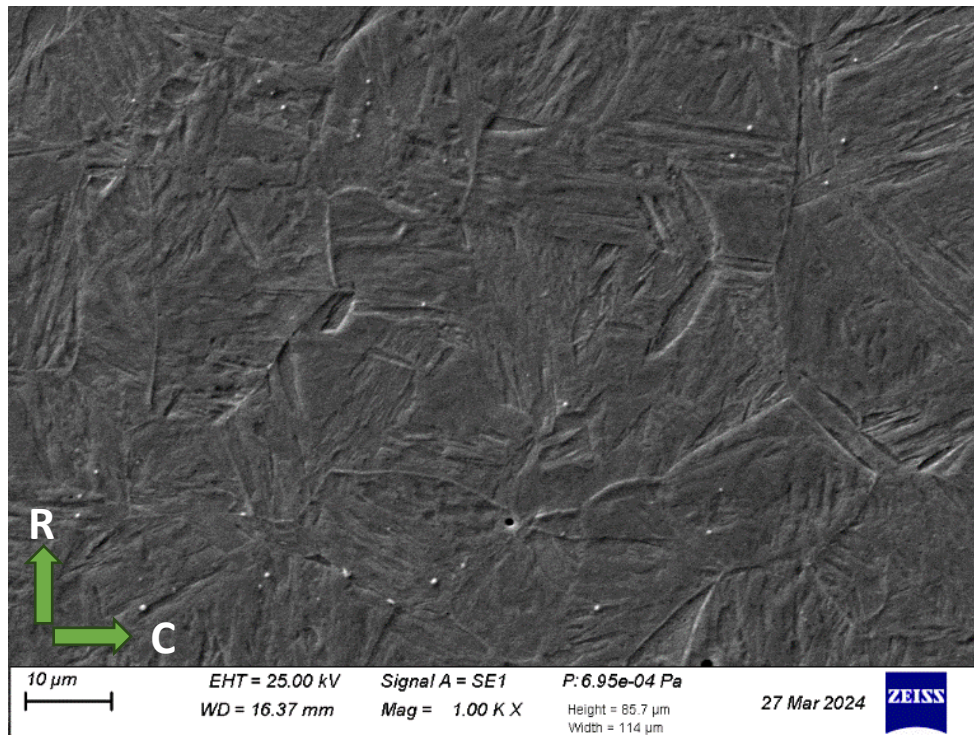


Figura 24: Metalografía con MEB de la muestra “Austenizado-1000” atacada con Vilella durante 40s. Plano circunferencial-radial.

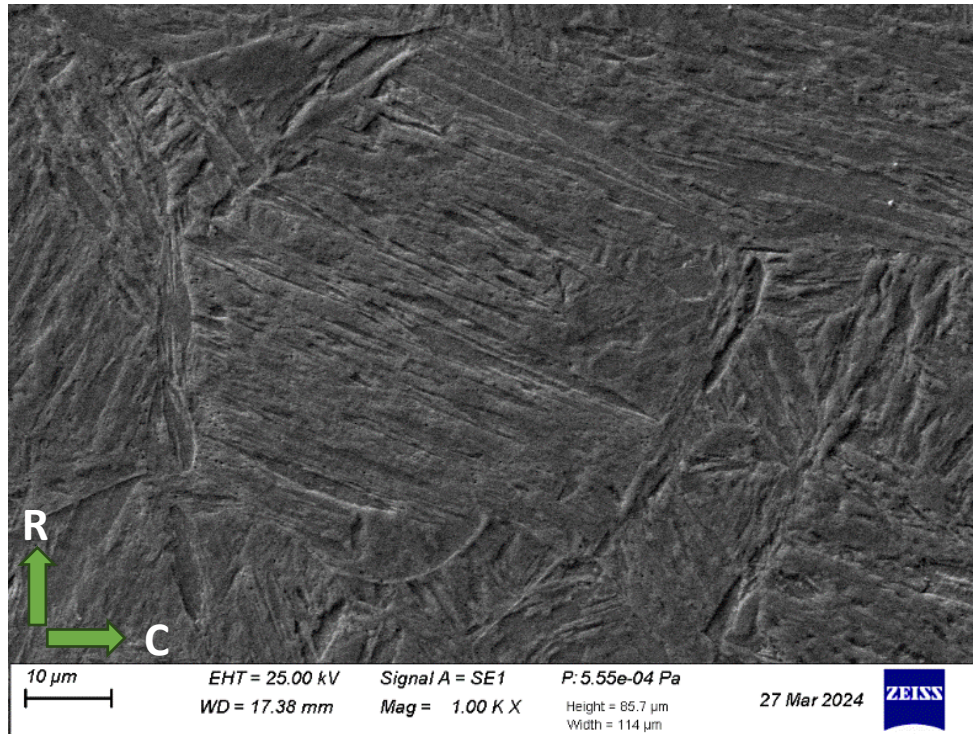


Figura 25: Metalografía con MEB de la muestra “Austenizado-1050” atacada con Vilella durante 40s. Plano circunferencial-radial.

Se observa que en las muestras “A-900”, “A-950”, “A-1000” y “A-1050” hay una disminución progresiva de la cantidad de carburos con el aumento de la temperatura de austenizado. No fue posible determinar qué tipo de carburos son los observados en las Figuras 20 a 24 pero se considera que son del tipo $M_{23}C_6$ ($M=Cr, Mn, Fe$) basado en la composición química del acero L80 13Cr y de los diagramas de fluorescencia de rayos X por energía dispersiva (EDXRF) realizados con el MEB. Los carburos $M_{23}C_6$ son comunes en esta aleación, lo cual refuerza la posibilidad de que los carburos encontrados sean de este tipo. Nuevamente, no se detectó presencia de ferrita delta o austenita retenida mediante el uso de MEB.

Para los estados “A-900” y “A-950” donde la cantidad de carburos es mayor, se debe considerar el efecto de estos respecto a la FPH. La presencia de estos en los aceros puede ser beneficiosa o perjudicial en lo que respecta a la FPH. Los carburos cuyas interfases resulten trampas irreversibles, tienden a actuar como sumideros que retiran el hidrógeno disponible para que la FPH ocurra. La energía asociada a estas trampas y por ende su grado de “irreversibilidad”, aumenta con la pérdida de coherencia por parte del precipitado. Por otro lado, también se deben tener en cuenta los efectos de la distribución y tamaño de precipitado (Venezuela, Liu, Zhang, Zhou, & Atrens, 2016).

Para el caso de los carburos $Cr_{23}C_6$, se encontró un trabajo en la literatura donde se estudia su efecto sobre la FPH en un acero martensítico de similar composición al L80 13Cr (Michler & Balogh, 2010). En este trabajo se plantea que, si el hidrógeno atómico en solución es atrapado en trampas irreversibles ubicadas en borde de grano, el hidrógeno aumentará localizadamente en el borde de grano y habrá más susceptibilidad del acero a fracturas intergranulares. Por otra parte, si

las trampas irreversibles (carburos) se encuentran dispersas dentro de los granos, estas atraparán hidrógeno en solución y el hidrógeno transportado por dislocaciones (según la teoría HELP). De esta manera, el hidrógeno en solución disminuye y se reduce el riesgo de que ocurra FPH (Michler & Balogh, 2010). La presencia de carburos (posiblemente Cr_{23}C_6) en los bordes de grano del L80 13Cr en estados “A-900” y “A-950”, implicaría un aumento en la susceptibilidad a la FPH y una mayor facilidad para el avance de fisuras por borde de grano.

3.2 Medición de tamaño de grano

A continuación, se presentan ejemplos de los campos utilizados para medir el tamaño de grano en los estados “Laminado”, “A-1000” y “A-1050”. Para el estado “Laminado” se midió el tamaño de grano en tres planos distintos debido a los granos se encontraban alargados en la dirección de laminación (dirección longitudinal). Los estados “A-1000” y “A-1050” se midieron en un único plano debido a que sus granos eran equiaxiales.

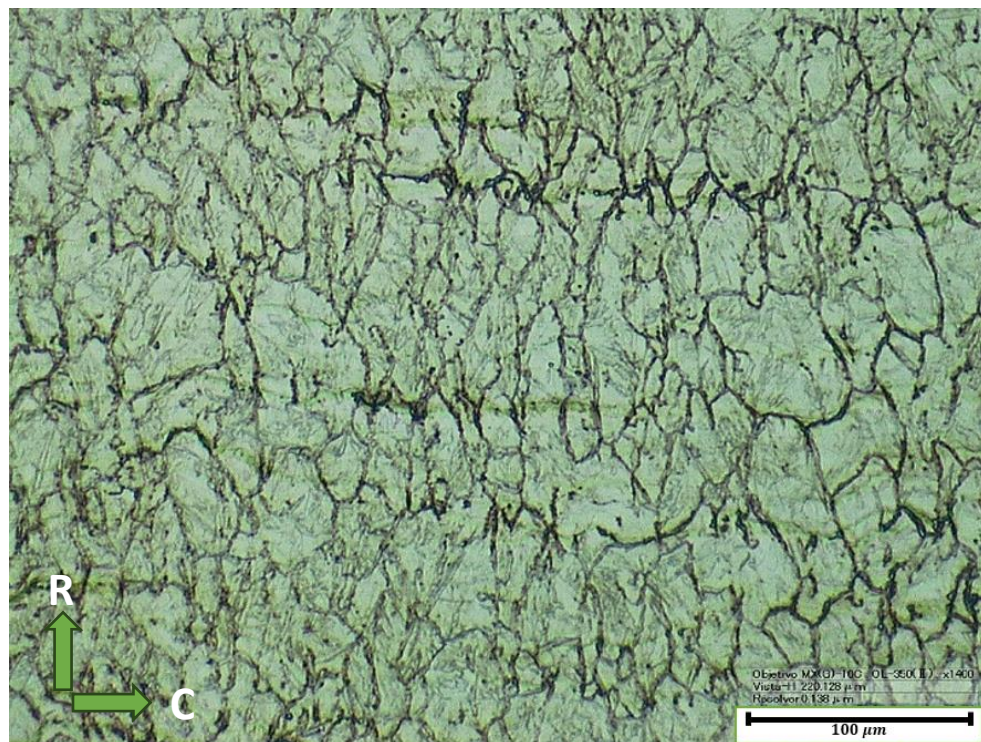


Figura 26: Muestra “Laminado” atacada con solución NaOH al 10% durante 3 minutos. Plano circunferencial-radial.

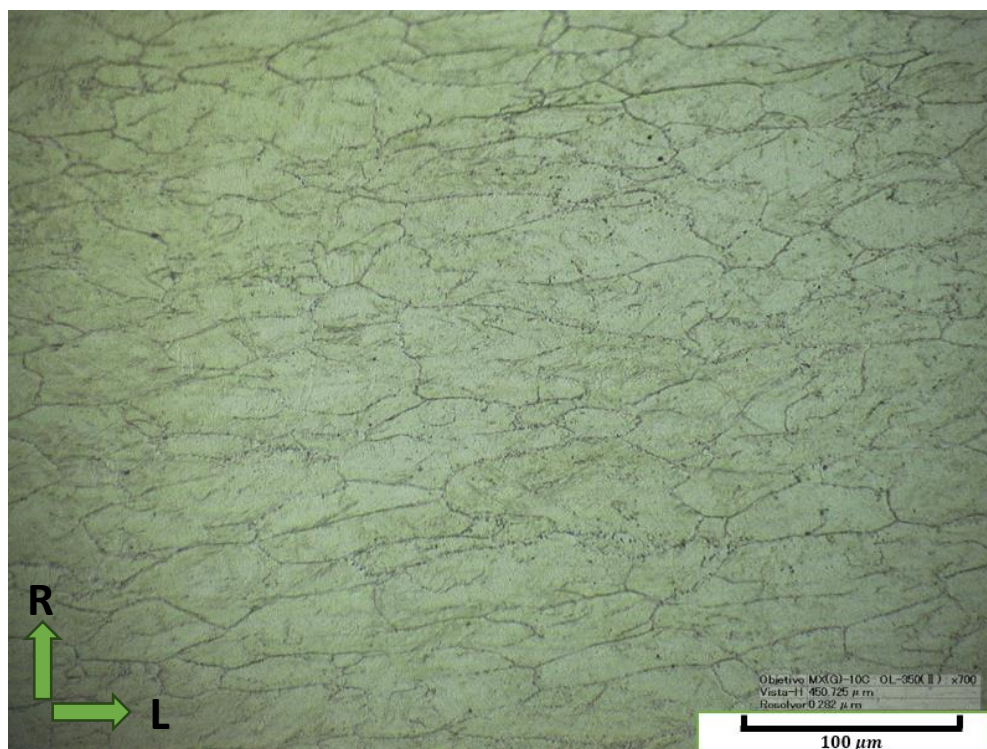


Figura 27: Muestra “Laminado” atacada con solución NaOH al 10% durante 3 minutos. Plano longitudinal-radial.

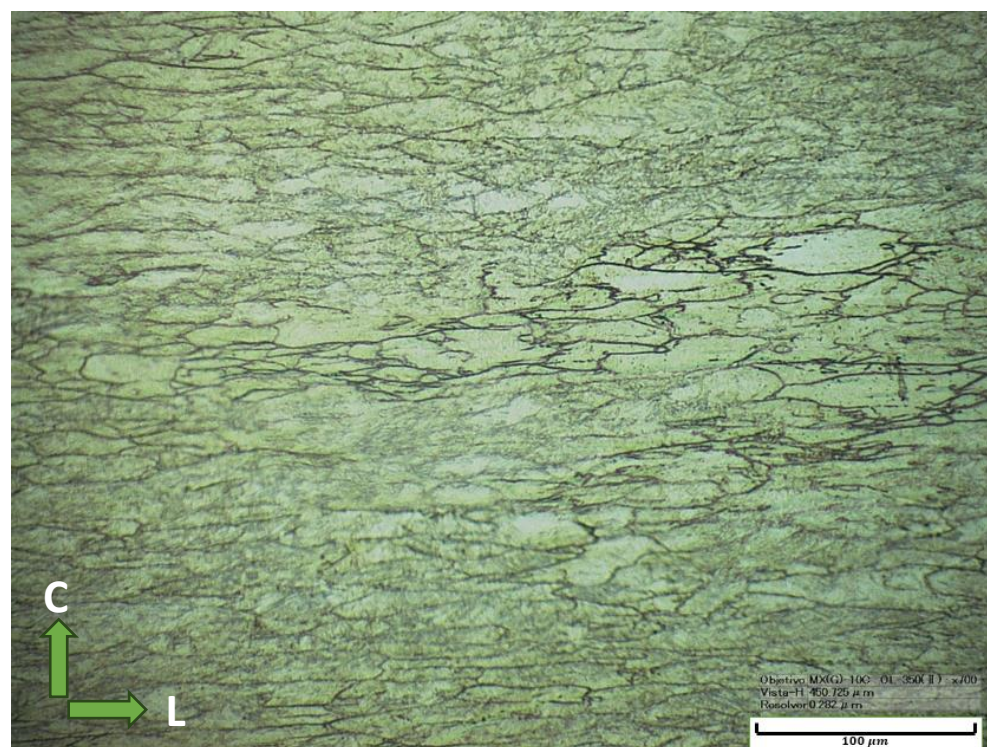


Figura 28: Muestra “Laminado” atacada con solución NaOH al 10% durante 3 minutos. Plano longitudinal-circunferencial.

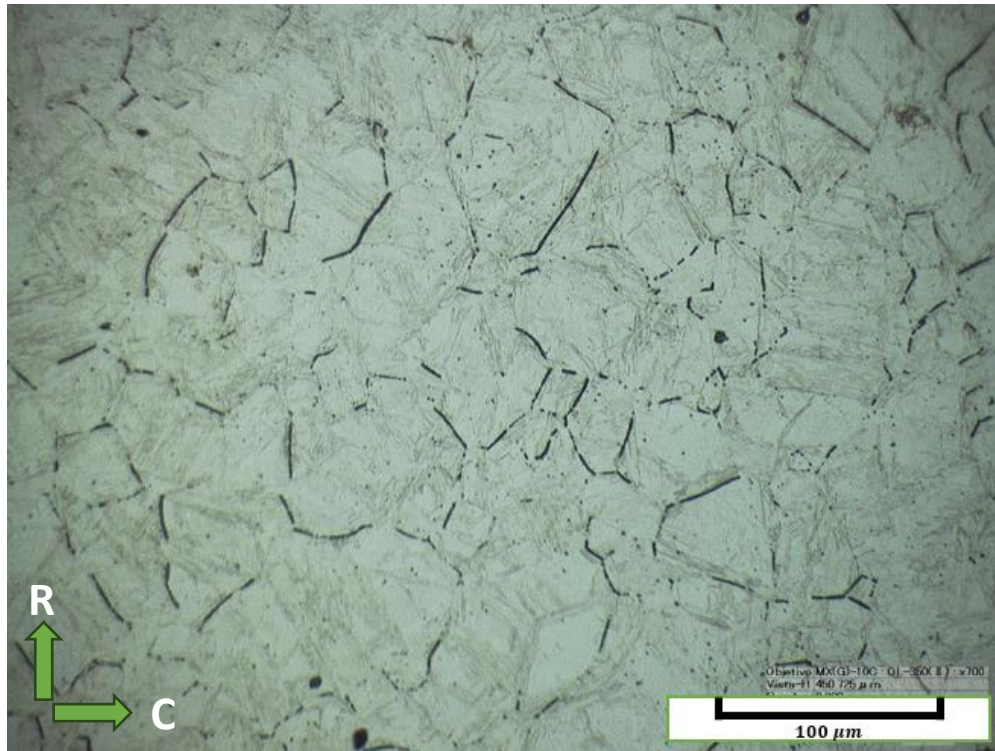


Figura 29: Muestra Austenizado-1000 atacada con solución NaOH al 10% durante 8 minutos y luego atacada con Vilella durante 40 segundos. Plano circunferencial-radial.

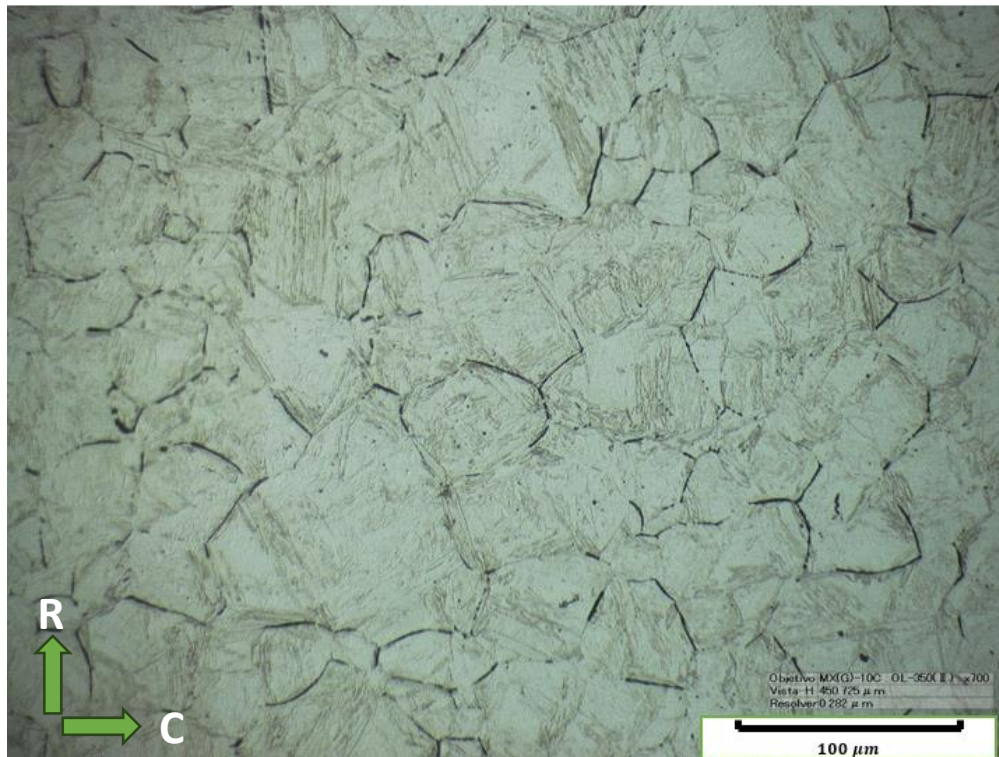


Figura 30: Muestra Austenizado-1050 atacada con solución NaOH al 10% durante 8 minutos y luego atacada con Vilella durante 40 segundos. Plano circunferencial-radial.

A continuación, se presenta información sobre el tamaño de grano de los estados “Laminado”, “A-1000” y “A-1050”.

Muestra	Plano	Dirección	Intercepción promedio (μm)	Diametro medio del grano (μm)	N° ASTM
Laminado	C-R	C	8 $\pm$ 2	10 $\pm$ 1	10
		R	12 $\pm$ 3		
	R-L	R	21 $\pm$ 2	42 $\pm$ 5	6
		L	57 $\pm$ 8		
	L-C	L	40 $\pm$ 4	19 $\pm$ 2	8
		C	10 $\pm$ 1		
	Promedio	-	-	20 $\pm$ 5	8
Austenizado 1000°C	C-R	C	37 $\pm$ 3	40 $\pm$ 5	6
		R	34 $\pm$ 3		
Austenizado 1050°C	C-R	C	39 $\pm$ 2	40 $\pm$ 5	6
		R	35 $\pm$ 2		

Tabla 4: Mediciones de tamaño de grano para muestras en diferente estado.

Se utilizó el método de intersecciones para estimar el tamaño de grano en los diferentes estados. Una intersección se define como un segmento de línea que se superpone sobre un grano. Este valor da una idea aproximada del diámetro del grano en una dada dirección. A partir de la tabla anterior, es posible visualizar la anisotropía presente en el estado “Laminado” al haber un alargamiento de grano en la dirección longitudinal, coincidente con la dirección de laminación. Considerando los valores de diámetro medio de grano y el tamaño de grano según la norma ASTM, el tamaño de grano promedio de las muestras “Laminado” es menor que en las muestras “A-1000” y “A-1050”

El efecto del tamaño de grano sobre la FPH es complejo. Por un lado, un menor tamaño de grano puede aumentar la resistencia a la FPH al atrapar mayor cantidad de hidrógeno y disminuir la difusión de hidrógeno (Takasawa, Wada, Ishigaki, & Kayano, 2010) (Bechtle, Kumar, Somerday, & Launey, 2009). Otro posible factor que considerar es la influencia de los elementos residuales en borde de grano, los cuales promueven la fractura intergranular al encontrarse en alta concentración. Una mayor cantidad de bordes de grano implica que los residuales pueden distribuirse en un mayor volumen, disminuyendo la concentración total de elementos residuales en borde de grano y aumentando la resistencia a la FPH (Latanision & Oppenhauser, 1974). Por otro lado, algunos estudios remarcan la ausencia de correlación entre el tamaño de grano y la susceptibilidad a la FPH en ciertas aleaciones de acero (Banerji, MacMahon, & Feng, 1978). Al existir evidencia tanto a favor como en contra de la disminución de la susceptibilidad a FPH con una disminución del tamaño de grano, no sería adecuado utilizar este parámetro para evaluar la susceptibilidad a la FPH de los estados “A-1000” y “A-1050”

3.3 Difracción de rayos X

Se obtuvieron los siguientes diagramas de difracción para las muestras “Laminado”, “A-1000” y “A-1050”

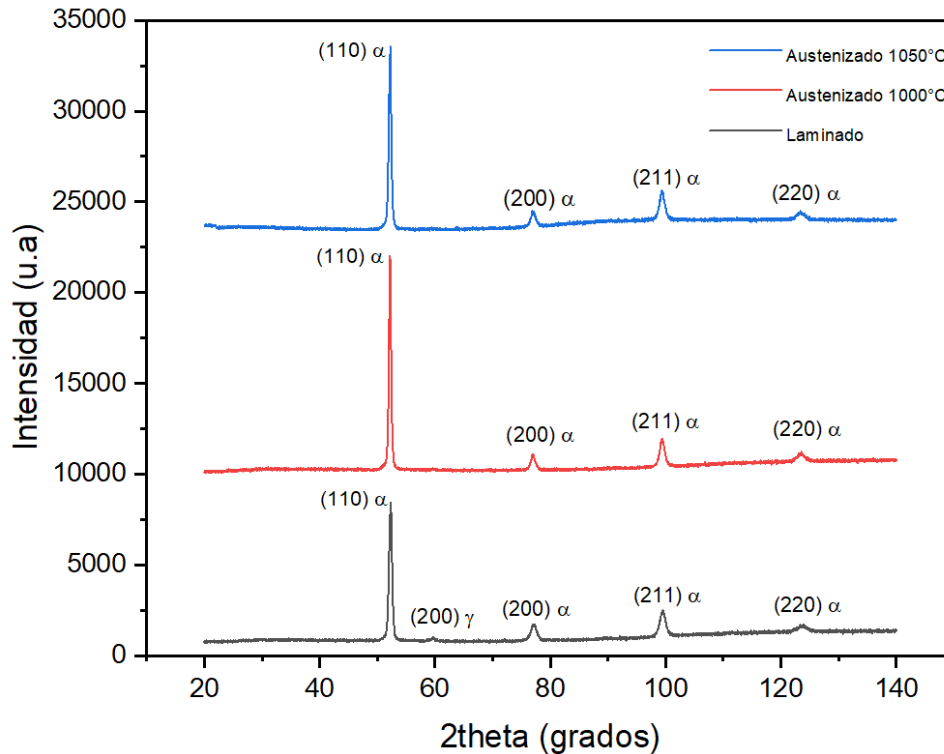


Figura 31: Diagramas de difracción para tres estados metalúrgicos.

Para los tres estados metalúrgicos estudiados se encontraron picos de ferrita/martensita ya que el difractómetro no distingue entre ambas fases debido a su similar estructura cristalina. Esto se concide con las micrografías obtenidas previamente, donde la martensita era la fase principal.

Para la muestra “Laminado”, se encontró un pico correspondiente a austenita. A partir de la pequeña área del pico y de no haberse encontrado austenita en las micrografías de muestras “Laminado”, se concluye que dicha fase ha de encontrarse en muy baja proporción. Debido a la baja área del pico y el ruido de fondo en el diagrama, no fue posible cuantificar la proporción de las fases. En posteriores trabajos se deberá volver a realizar una corrida con el difractómetro, pero esta vez, en un rango de ángulos cercanos al ángulo de 60° (Donde se encuentra el pico de austenita en la muestra “Laminado”).

Para el caso del estado “Laminado”, la presencia de austenita retenida puede aumentar la resistencia del acero a la FPH debido a que el coeficiente de difusión del hidrógeno en la austenita es 3 a 4 veces menor que en la martensita. De esta forma, el crecimiento de fisuras en la martensita aleada a la austenita se retrasa (Kovalev, Waintein, Mishina, & Zabilsky, 2002). Este fenómeno se presenta en aceros maraging (Wang, et al., 2013), pero no se encontró referencias de este fenómeno en aceros martensíticos 13Cr. Debido a esto, la austenita en el estado “Laminado” en principio disminuye la susceptibilidad de este estado a la FPH. Sin embargo, la probabilidad de que esta fase cristalina transforme a martensita debido a la aplicación de tensiones en los tubos es alta. En caso de ocurrir esta transformación, la nueva fase martensítica sería sumamente frágil y susceptible a FPH al no contar con un adecuado revenido. Debido a esto, la presencia de austenita retenida resulta en un potencial aumento de la susceptibilidad a la FPH del estado “Laminado”.

Tampoco fue posible detectar carburos en los diagramas de difracción a pesar de que las micrografías del MEB indican la presencia de carburos en diferentes proporciones para los tres estados metalúrgicos. Esto es debido principalmente al ruido de fondo presente en todas las corridas realizadas, el cual cubre los picos menores pertenecientes a los carburos.

3.4 Medición de hidrógeno

Con la maquina LECO ONH836 perteneciente a la empresa Tenaris, se realizaron mediciones sobre muestras provenientes de los tubos en estado “Laminado” y estado “Templado y revenido”. Ambos tubos fueron laminados con una diferencia de 113 días. Las mediciones de hidrógeno total se realizaron en diferentes fechas, registradas desde la laminación de cada tubo. También se realizó la medición de hidrógeno total en muestras austenizadas a 1000°C y a 1050°C, provenientes del tubo “Templado y revenido”. Los resultados de dichas mediciones se presentan a continuación.

Estado	Secuencia de medición	1	2	3	4
Laminado	t (días)	0.3	19	53	128
	H total (ppm)	1.32	0.55	1.29	0.8
Temple y revenido	t (días)	139	166		
	H total (ppm)	1.7	1.31		
Austenizado 1050°C (Lote 1)	t (días)	166			
	H total (ppm)	1.67			
Austenizado 1000°C (Lote 2)	t (días)	241			
	H total (ppm)	0.8			
Austenizado 1000°C (Lote 3)	t (días)	241			
	H total (ppm)	0.4			

Tabla 5: Mediciones de hidrógeno en diferentes estados. t representa cuando se realizó la medición, contando desde la laminación de cada tubo. H total representa el hidrógeno total medido en cada medición.

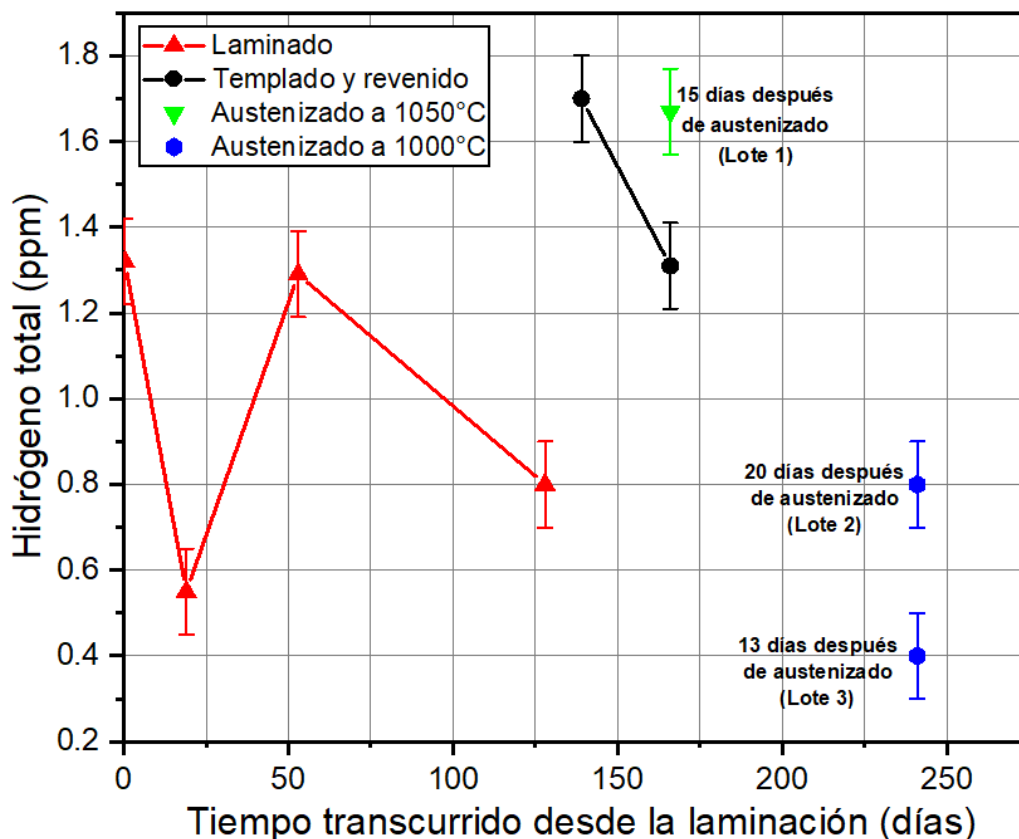


Figura 32: Mediciones de hidrógeno total en función del tiempo transcurrido desde la laminación

Los resultados para las diferentes series no son consistentes en revelar una caída progresiva de los niveles de hidrógeno, acorde con la difusión de hidrógeno fuera de los tubos por el paso del tiempo y la expulsión del hidrógeno de las trampas reversibles debido a los austenizados sucesivos. Tampoco es posible vislumbrar valores constantes de hidrógeno total a lo largo del tiempo en las muestras “Laminado” ya que las fluctuaciones en las mediciones son superiores al error experimental del método utilizado. Debido a esto, las mediciones realizadas no permiten garantizar de forma confiable los niveles de hidrógeno total en las muestras ensayadas. Únicamente se puede considerar que los valores de hidrógeno en los estados estudiados son bajos, por debajo de los 2 ppm de hidrógeno total.

Esto puede deberse a distintas dificultades experimentales, posiblemente asociadas a la preparación o manipulación de la muestra. Los valores de hidrógeno total obtenidos para el estado “Laminado” están siendo remedidos con una técnica similar en el Centro Atómico Constituyentes (CAC). Cuando estos resultados estén disponibles se compararán con los realizados por la empresa Tenaris para una mejor comprensión de las posibles fuentes de incertidumbre.

Es importante remarcar que estas mediciones de hidrógeno no permiten diferenciar el hidrógeno difusible del hidrógeno presente en trampas reversibles o irreversible. Para poder cuantificar el hidrógeno difusible, sería necesario efectuar un ensayo más específico conocido como “Desgasado en solución inerte” donde se sumerge una pieza metálica en un líquido donde el hidrógeno sea poco soluble (glicerina, mercurio, etc.) y se permite que el hidrógeno difunda fuera de la pieza

hacia el líquido, para luego ser recolectado en un recipiente al vacío (Ohtsubo, Goto, & Amano, 1985). También se podría utilizar el método presentado por la ASTM F1113 (ASTM, 2017).

Respecto a la cuantificación de hidrógeno en trampas reversibles e irreversibles, se podría realizar una *Thermal Desorption Spectroscopy* (TDS) en la cual se calienta progresivamente una muestra con una rampa de calentamiento preestablecida y se cuantifica el hidrógeno liberado con un espectrómetro de masas. De esta forma, se puede evaluar cuanto hidrógeno se libera en un dado rango de temperaturas e identificar si el mismo se trata de hidrógeno difusible o proviene de una trampa reversible o irreversible (Takasawa, Wada, Ishigaki, & Kayano, 2010) (Wang, Zhang, & Liang, 2021).

3.5 Ensayos de dureza

Los resultados de las mediciones de dureza son presentados a continuación:

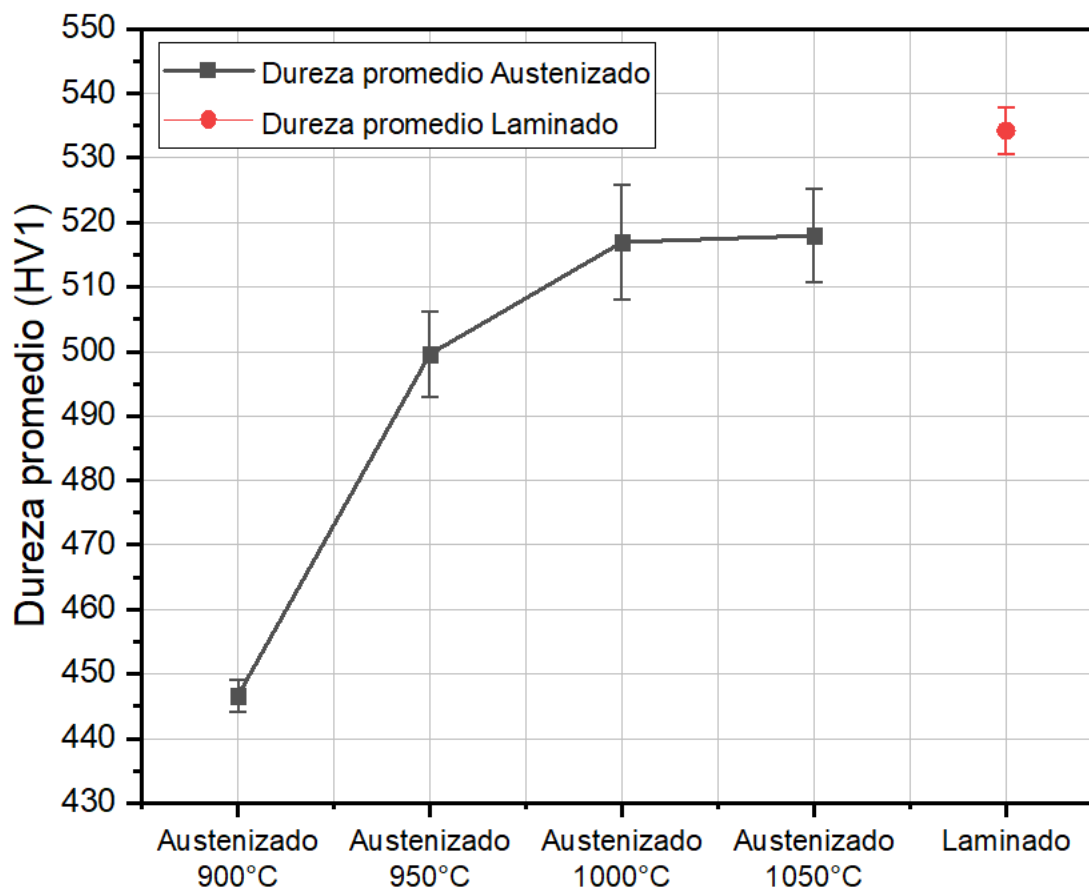


Figura 33: Mediciones de dureza para diferentes temperaturas de austenizado.

Es posible observar como la dureza del estado “Laminado” resulta superior que los niveles de dureza de los estados “Austenizado-X”. Además, tanto el estado “Laminado” como los estados “A-1000”, “A-1050” presentan durezas superiores a los 513 HV1 o 50 HRC (ASTM, 2019). Por su parte, los estados “A-900” y “A-950” presentan durezas de alrededor de 447 HV1 (45 HRC) y 500 HV1 (49 HRC) respectivamente. Ovejero menciona la existencia de reglas petroleras (NACE,

2003) que limitan la dureza de tubos para uso petrolero en 22 HRC para evitar la FPH (Ovejero García, 2016). Por su parte, Lynch menciona que en aceros martensíticos, una dureza de 38 HRC implica una alta susceptibilidad a la FPH (Lynch, 2012). Considerando esto, todos los estados estudiados resultan muy susceptibles a la FPH. Además, estos niveles de dureza aumentan la probabilidad de que se manifieste la fisuración diferida en los diferentes estados.

La mayor dureza en la muestra “Laminado” puede explicarse considerando que esta muestra proviene de un tubo con un 0,02% más carbono que el tubo del que provienen las muestras “A-900”, “A-950”, “A-1000” y “A-1050”. Esto implica que la muestra “Laminado” tendrá más carbono en solución, aumentando su dureza. Además, también marca el hecho de que la dureza en los estados austenizados podría ser mayor de haber sido obtenidas de un tubo con mayor concentración de carbono.

Por otra parte, para las muestras “Austenizado-X” es posible observar que la dureza aumenta al aumentar la temperatura de austenizado hasta alcanzar un aparente valor límite. Esto sería efecto principalmente de una mayor concentración de aleantes (en particular carbono) en solución lo que daría como resultado una martensita más dura. Esto se condice con las micrografías de MEB (Figuras 21 a 25), donde las muestras “Austenizado-X” presentan menor cantidad de carburos a medida que aumenta la temperatura de austenizado. Esto puede observarse más claramente en el siguiente diagrama de equilibrio Fe-Cr-C para un acero con 0,2% de carbono. Al austenizar un acero con un 13% de cromo se atraviesa un campo bifásico de austenita y carburos $(Fe,Cr)_{23}C_6$. Superados los 950°C aproximadamente, los carburos dejan de ser termodinámicamente estables y se disolverán progresivamente, aumentando los aleantes en solución y la dureza de la muestra.

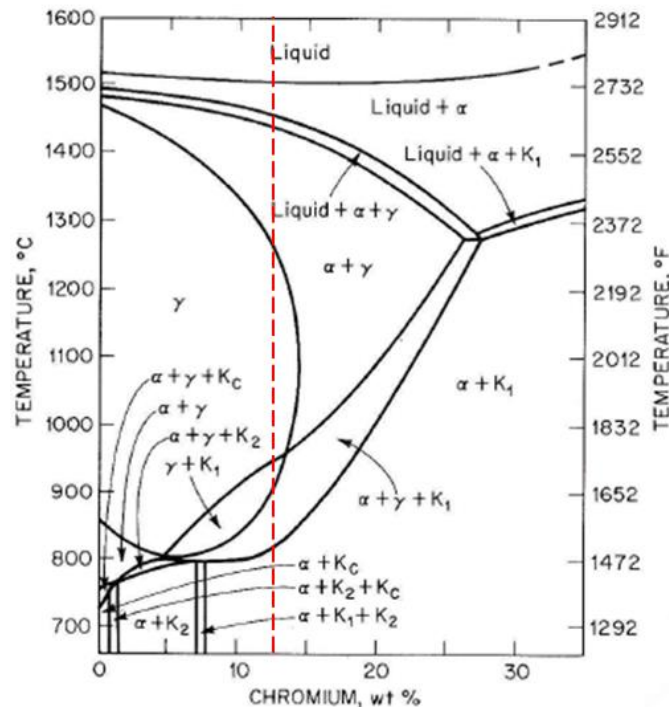


Figura 34: Sección del diagrama de fases Fe-Cr-C para un valor de $C=0,20\%$. $K_C=Fe_3C$; $K_1=(Fe,Cr)_{23}C_6$; $K_2=(Fe,Cr)_7C_3$. En rojo se marca un valor de $Cr=13\%$. (Lovejoy, 1977)

3.6 Ensayos de flexión por impacto

Se ensayaron 3 probetas de charpy por cada estado “A-900”, “A-950”, “A-1000” y “A-1050” y “Laminado”. Se presentan los resultados a continuación:

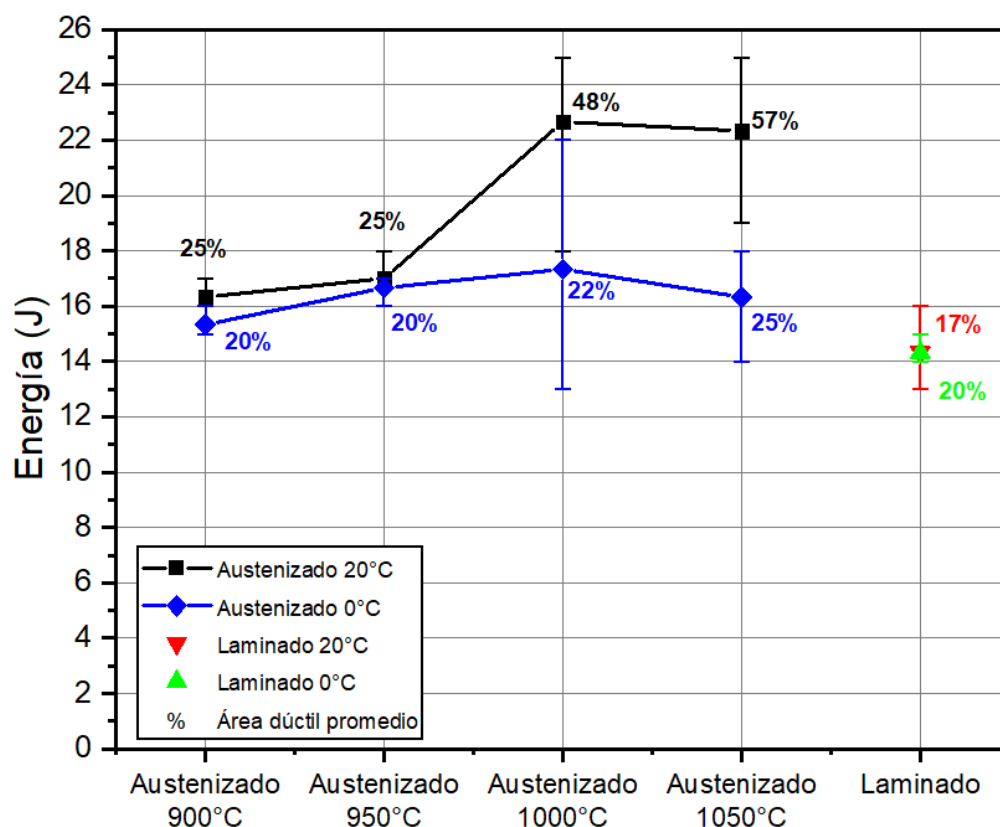


Figura 35: Resultados de los ensayos de flexión por impacto.

A partir de la Figura 35, se concluye que el estado “Laminado” presenta la menor tenacidad de todas las muestras tanto para 0°C como para 20°C. También se observa que las probetas “A-X” presentan valores de tenacidad y área dúctil crecientes a temperatura ambiente a medida que incrementa la temperatura de sus austenizados.

La mayor fragilidad del estado “Laminado” y los estados “A-900” y “A-950” podría estar relacionada con la presencia de carburos en borde de grano que disminuyan la tenacidad en dichos estados.

Los ensayos de flexión por impacto no permiten relevar la susceptibilidad del acero a la FPH (Rosenberg & Sinaiova, 2017) (Nagumo, 2023), principalmente debido a la rápida velocidad de deformación aplicada sobre las probetas que impide ocurra la formación y propagación de fisuras descriptas en la introducción. Solamente en casos puntuales este tipo de ensayos pueden revelar la presencia de FPH (Lynch, 2012) (Sunil et al, 2017). Por otra parte, los ensayos de flexión por impacto contribuyen a la caracterización de los diferentes estados metalúrgicos estudiados y resultan un primer paso en el estudio de las propiedades fractomecánicas de un material.

3.7 Ensayos de tracción

Se ensayaron 2 probetas de tracción de cada estado “A-900”, “A-950”, “A-1000” y “A-1050”. Con esto, se obtuvieron 8 curvas de tracción y sus respectivas tensiones de fluencia y la resistencia a la tracción (R).

Identificación de la probeta	Estado	Tensión de fluencia $R_{p0,2}$ (MPa)	Resistencia a la tracción R (MPa)
5A	Laminado	1361,86	-
4A	Austenizado-1050	1132,50	1565,60
4B	Austenizado-1050	1164,25	1585,75
3A	Austenizado-1000	1198,79	1611,18
3B	Austenizado-1000	1173,34	1639,05
2A	Austenizado-950	1102,57	1600,52
2B	Austenizado-950	1138,66	1590,59
1A	Austenizado-900	1038,29	1452,00
1B	Austenizado-900	1022,93	1443,96

Tabla 6: Valores de la tensión de fluencia y la resistencia a la tracción.

A continuación, se presentan las curvas de tensión-deformación ingenieril de ensayos de tracción de 4 probetas seleccionadas., con alargamiento medido con extensómetro. Estas curvas se utilizaron para determinar el límite de fluencia convencional al 0.2% de alargamiento no proporcional (offset). El instrumento fue retirado una vez entrado en el período plástico, para evitar su deterioro con la rotura de la probeta.

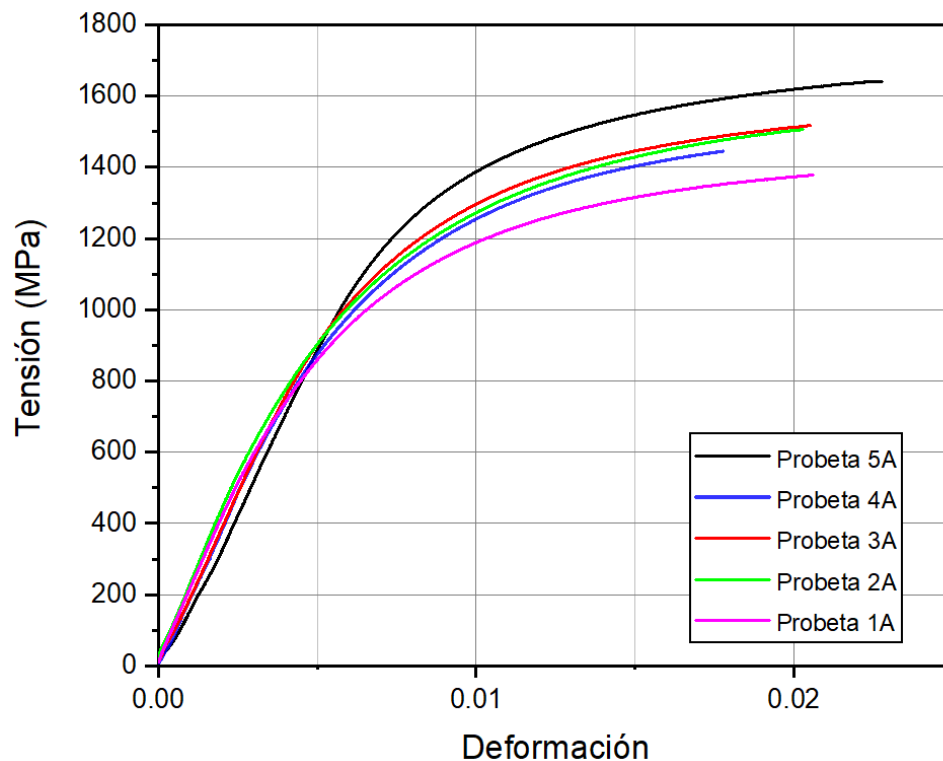


Figura 36: Curvas de tracción para 4 probetas representativas de los estados ensayados.

Debido a demoras con la empresa de mecanizado y la alta demanda de la máquina de tracción INSTRON 5969, solo fue ensayar una muestra en estado “Laminado”. No fue posible alcanzar la resistencia mecánica de la probeta debido a las limitaciones de la máquina de tracción utilizada. Debido a esto, no se registró el valor de la resistencia mecánica para el estado “Laminado”. Solo se puede concluir que la resistencia mecánica de este estado es superior al del resto de estados.

A partir de los valores presentados en la Tabla 6 y las indicaciones antes mencionadas, es posible observar que el estado “Laminado” presenta los mayores valores de tensión de fluencia y resistencia mecánica, seguidos por los estados “A-1000”, “A-1050”, “A-950” y “A-900”. Es sabido que los aceros de alta resistencia tienen mayor susceptibilidad a la FPH (Sunil et al, 2019) y se ha reportado susceptibilidad a la FPH para aceros martensíticos con resistencia mecánica mayor a los 1000 MPa (Sunil et al , 2017). Esto pareciera indicar susceptibilidad a la FPH por parte de todos los estados austenizados y templados estudiados.

3.8 Simulaciones de Abaqus

A continuación, se presenta un ejemplo de los datos obtenidos de cada apriete realizado sobre una probeta. En este ejemplo, se aplicó un desplazamiento (a partir de ahora, apriete) de 5 mm sobre un modelo de la probeta número 14, perteneciente al tercer lote. Se graficó la componente σ_{yy} de cada elemento perteneciente a la generatriz principal en función de la posición de dicho elemento en la probeta. Se observan los valores máximos de tensión en los puntos donde se aplicó el apriete mediante los tornillos. Desde esos máximos, la tensión cae hasta llegar a tensiones mínimas cerca de los bordes de la probeta. Desde los valores mínimos, la tensión aumenta hacia los extremos de la probeta debido a un efecto de borde constante en todas las simulaciones. Dicho efecto de borde surge debido a la simulación de probetas de largo finito.

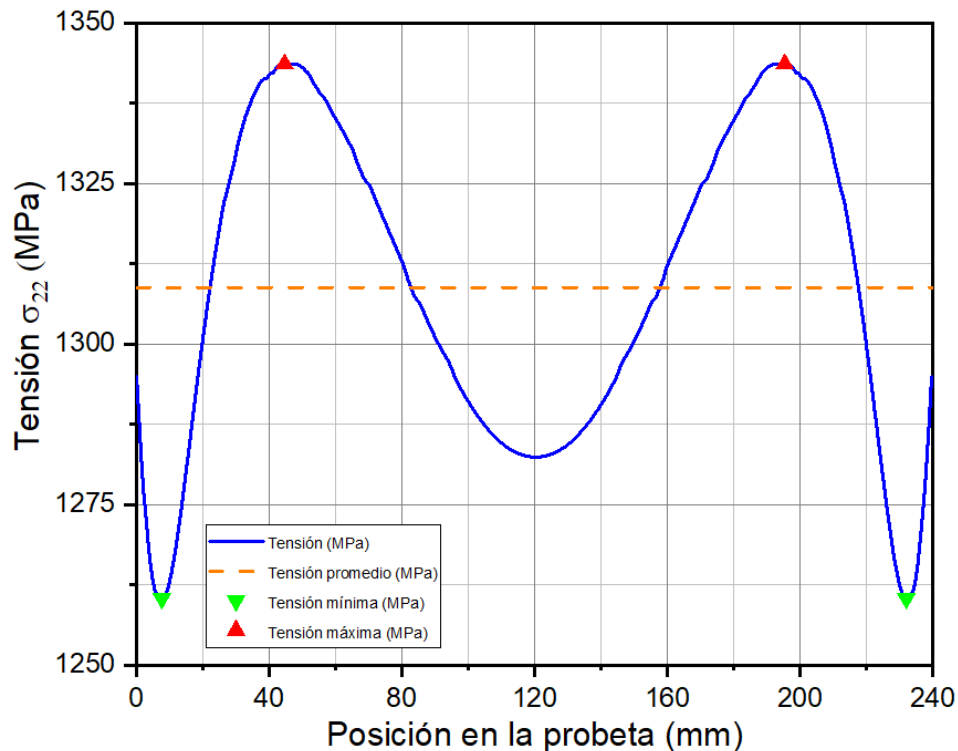


Figura 37: Tensiones σ_{yy} en función de la posición a lo largo de la probeta.

A partir de este tipo de curvas, se decidió calcular el valor promedio de la tensión σ_{yy} a lo largo de la probeta para sucesivos aprietes. Con estos conjuntos de datos (tensión promedio σ_{yy} , apriete aplicado), se graficaron los modelos presentados en la Figura 38. Es necesario remarcar que el hecho de utilizar los valores de tensión promedio σ_{yy} implica una incertidumbre de entre -49 MPa y +35 MPa entre el valor de tensión local en cada punto a lo largo de la probeta y el promedio calculado para cada apriete. Sin embargo, se decidió utilizar los valores de tensión promedio σ_{yy} para la confección de los modelos ya que estos permiten un aprovechamiento rápido y flexible de las simulaciones de Abaqus realizadas.

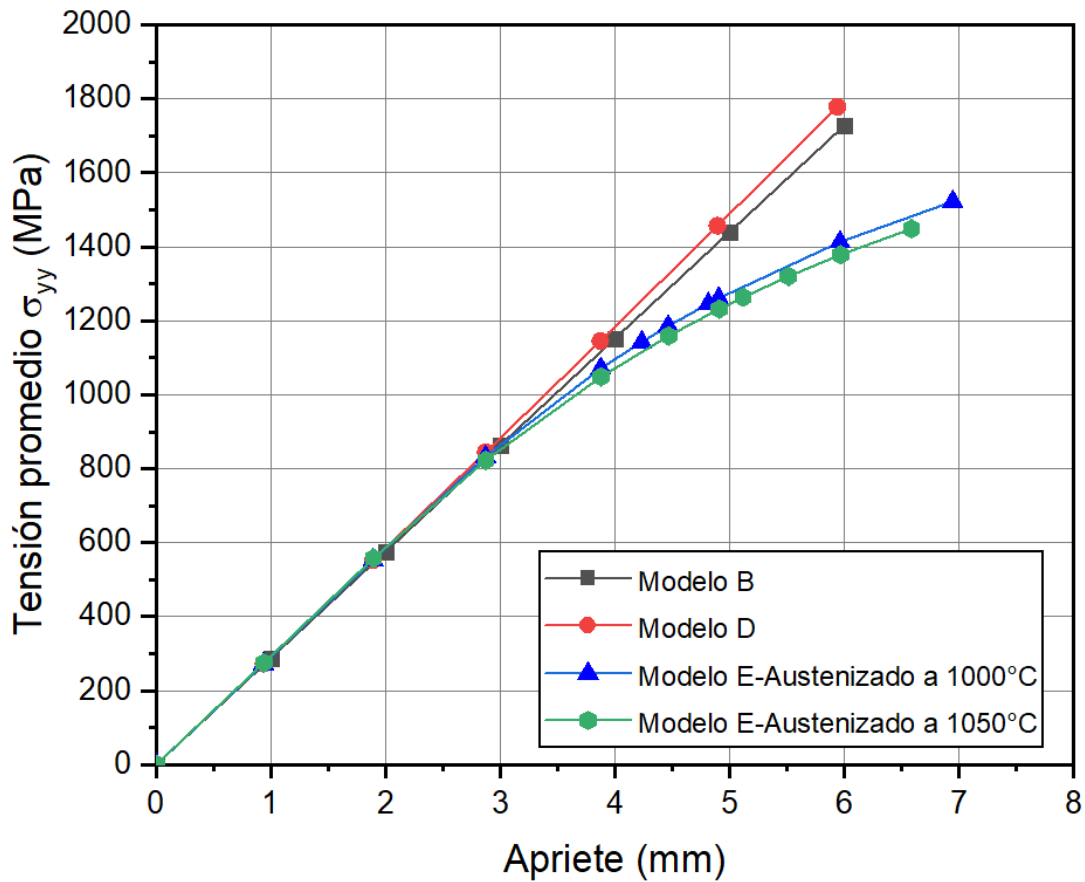


Figura 38: Curvas de tensión σ_{yy} en función del apriete aplicado para los diferentes Modelos de Abaqus creados.

El modelo B fue utilizado para el cálculo de las deformaciones a realizar sobre el primer lote de 4 probetas.

El modelo D es de transición y no fue utilizado para toma de decisiones. En el mismo, se incluyeron a las arandelas como cuerpos independientes en la simulación.

El modelo E es una modificación del modelo D, agregando datos sobre la deformación plástica de las muestras de “A-1000” y de “A-1050” a partir de sus curvas de tracción. El modelo E es el más

cercano a la realidad y fue utilizado para calcular las deformaciones a aplicar a partir del segundo lote de probetas de fatiga estática.

3.9 Ensayos de fatiga estática

3.9.1 Primer lote

Como se mencionó anteriormente, la primera cohorte se realizó con fines exploratorios, con el objetivo de evaluar la factibilidad del método de ensayo, más que para evaluar el comportamiento del material. Por este motivo, los parámetros de ensayo se fijaron de manera aproximada. La elección de la temperatura de austenizado de 1050 °C para estas probetas se basó en la idea de asegurar una total disolución de los carburos en la austenita, de manera de alcanzar la mayor dureza posible. De esta manera, se infirió que dicho material también tendría el máximo valor de resistencia a la tracción y el máximo valor de tensión de fluencia. Debido a estos factores, el estado “A-1050” sería el más susceptible a la fisuración diferida en lo que respecta a la microestructura. Este primer ensayo se realizó antes de contar con ensayos de tracción del material y se esperaba que el mismo se comportase de manera frágil con poca o nula ductilidad haciendo que no existiese un valor de tensión de fluencia claro. Existía la expectativa de que el material pudiera fallar de manera catastrófica (con propagación inestable de la fisura), por lo que se asumió inicialmente que la falla iba a poder determinarse mediante inspección visual. Posterior al ensayo, se determinaron las tensiones realmente generadas sobre las probetas mediante el uso del Modelo E. Las tensiones difieren de las originalmente planteadas.

Posterior al ensayo, se determinaron las tensiones generadas sobre las probetas mediante el uso del Modelo E. Dichas tensiones se presentan más adelante en la tabla y oscilan entre el 105% y el 113% de la tensión de fluencia del estado “A-1050”. Sabiendo esto y conociendo la R de dicho estado, todas las probetas del primer lote experimentaron una tensión de alrededor del 80% de la R.

El ensayo del primer lote de probetas comenzó el día 26/02/2024 y se dio por finalizado 2 semanas después el día 11/03/2024. Diferentes fuentes indican que un tiempo razonable de ensayo son las 100 horas (Venezuela *et al.*, 2016), (Matsumoto & Takai, 2016), se decidió permitir que el experimento se desarrollara por un total de 336 horas con el objetivo de minimizar la posible pérdida de información.

Las inspecciones visuales diarias no revelaron presencia de fisuras u otras indicaciones visibles. Terminado el periodo del ensayo, se realizó una inspección de partículas magnéticas sobre las probetas. Solo la probeta número 1 presentó fisuras detectadas con partículas magnéticas. No fue posible determinar el tiempo a fisuración de la probeta 1. Dicho tiempo se encuentra dentro de las dos semanas que duró el ensayo.

La fisura se extiende por el plano longitudinal-radial de la probeta. Está posicionado a 90° de uno de los agujeros pasantes donde se aplicó carga con los tornillos, a lo largo de la generatriz principal marcada en la Figura 15. Según las simulaciones de Abaqus, dicha posición experimenta la máxima tensión circunferencial σ_{yy} .



Figura 39: Detalle de indicaciones detectadas con partículas magnéticas.

Se preparó una muestra metalográfica de estas fisuras y se observaron mediante microscopio óptico y electrónico. La fisura de mayor tamaño alcanza 1,76 mm en profundidad, es decir el 32% del espesor de la probeta.

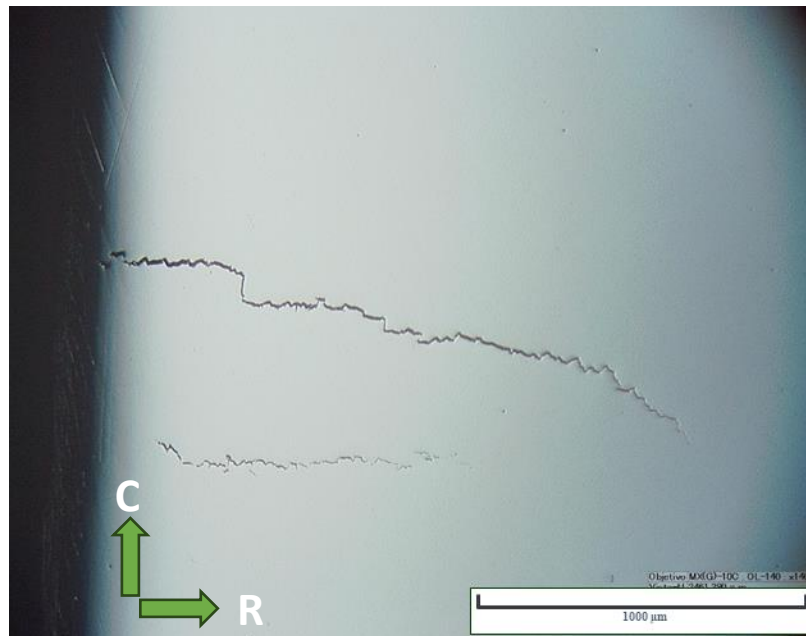


Figura 40: Metalografía de las fisuras obtenida con microscopio óptico.

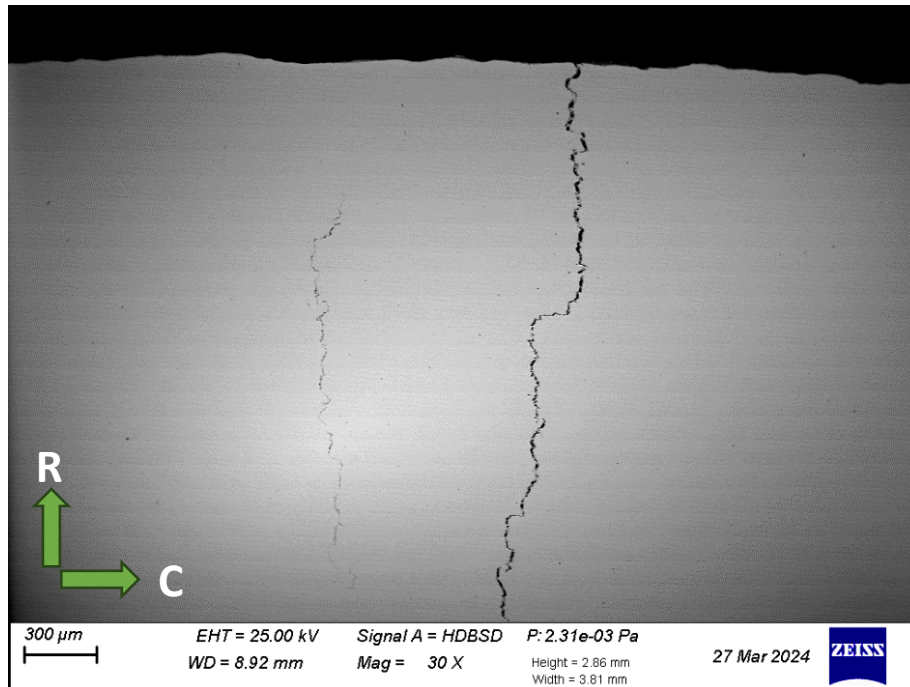


Figura 41: Metalografía de las fisuras obtenida con MEB.

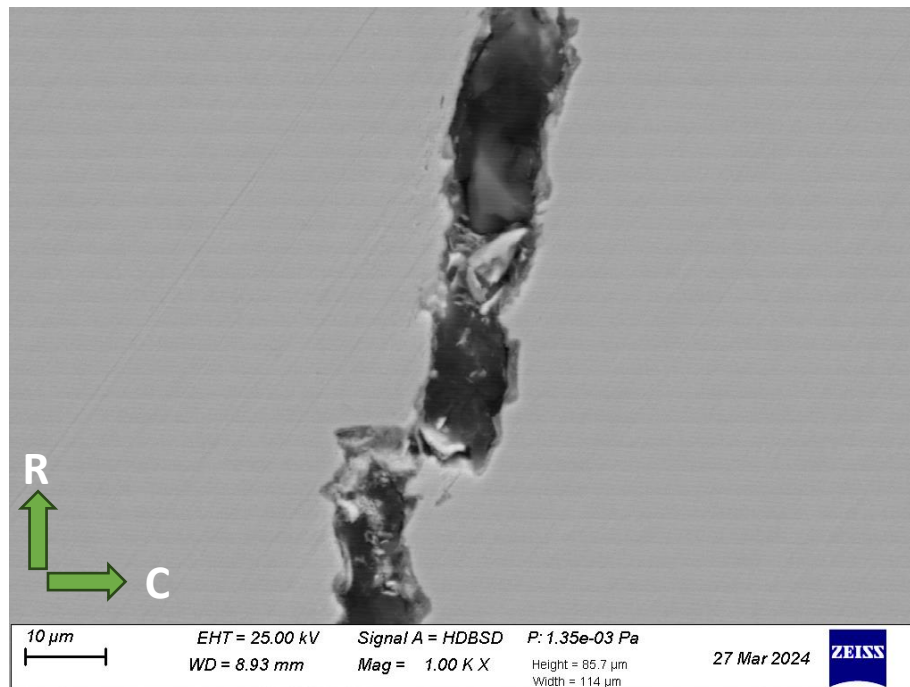


Figura 42: Detalle de la fisura obtenido con MEB usando electrones retrodispersados. El borde de la fisura no presenta un borde de óxido.

En las fotos obtenidas mediante microscopio electrónico de barrido (MEB) es posible observar la ausencia de óxido en la superficie de la fisura. Esto indicaría que la fisuración ocurrió posteriormente al tratamiento de austenizado a 1050 °C y temple, posiblemente debido a la FPH. También

existe la posibilidad de que se haya formado por el propio temple de la probeta. A partir de este resultado, se definió que sería necesario inspeccionar por partículas magnéticas los próximos lotes a realizar inmediatamente después del austenizado y temple, y luego diariamente mientras dure el ensayo.

Se intentó fracturar la muestra con fisuras enfriándola con nitrógeno líquido y luego golpeándola con un martillo. Si bien se logró fracturar la muestra, la misma no lo hizo partiendo de las fisuras preexistentes. Debido a esto, no fue posible observar la superficie de fractura a lo largo de las fisuras encontradas.

Posteriormente, se relocizaron las fisuras encontradas en la muestra y se atacaron electrolíticamente con una solución de NaOH al 10% tal como se indica en la Figura 42. El objetivo fue revelar los bordes de grano de la austenita previa e intentar dilucidar por qué parte de la microestructura propagaron las fisuras.

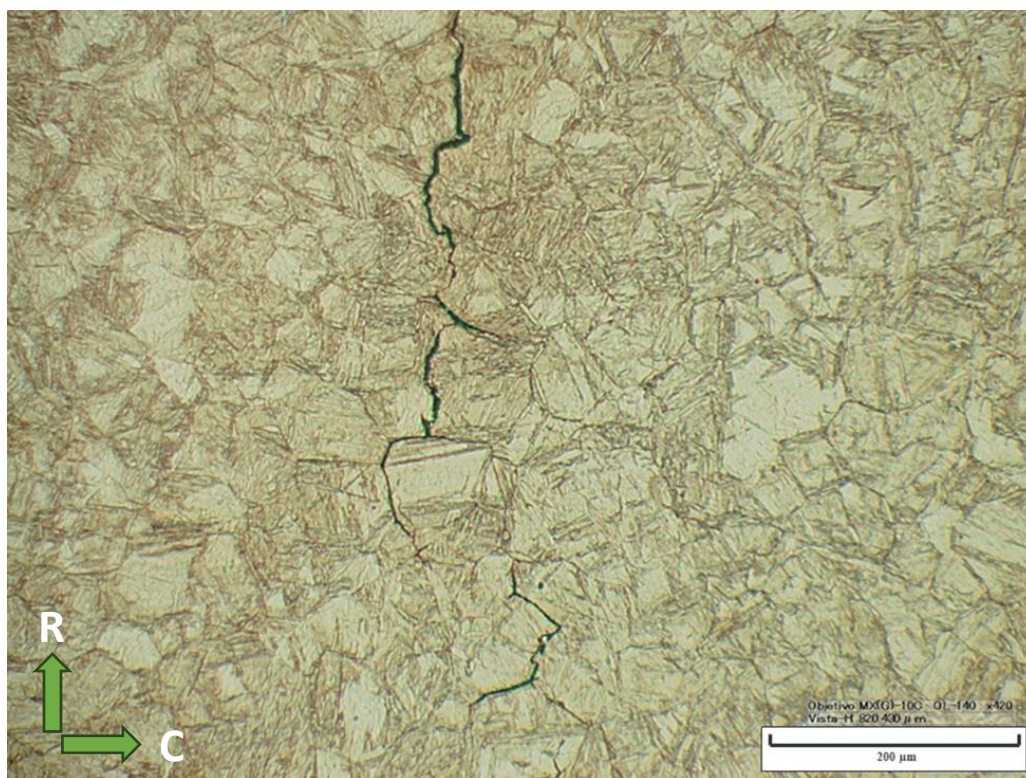


Figura 43: Detalle de una de las fisuras encontradas en la probeta 1. La muestra fue atacada electroquímicamente con solución NaOH al 10% durante 4 minutos.

Tras realizar un ataque electroquímico, se observa en la Figura 43 el detalle de la fisura a lo largo de los bordes de grano de la austenita previa al temple. Esto indicaría la presencia de una superficie de fractura intergranular.

Respecto a la fisura encontrada en la probeta número 1, la misma presenta una superficie de fractura intergranular evidenciada en la Figura 43. Ovejero remarca el hecho de que no existe una superficie de fractura típica debido a la FPH y que la misma varía dependiendo del tipo de acero

(Ovejero García, 2016). En el caso de martensita de aceros de bajo carbono, la fisuración por hidrógeno puede ocasionar fisuración intergranular, siguiendo los bordes de grano austeníticos previos o fisuración del tipo cuasi-clivaje entre los paquetes de martensita (Ovejero & Luppo, 1991) (Nagao & et al, 2012). Se han reportado fracturas intergranulares en aceros de similar contenido de cromo durante ensayos de tracción lenta con carga de hidrógeno (Marchetti, Herms, Laghoutaris, & Chene, 2011). También se observó un aumento del área de fractura intergranular para aceros 13Cr cuando existe un incremento en el contenido de hidrógeno (Sunil et al , 2019)

Existe la posibilidad que esta fisura haya sido causada durante el temple, en un proceso conocido como fisuración por temple. Esta fisuración es causada por las tensiones térmicas que se generan en una pieza que experimenta una transformación martensítica debido al temple. La superficie de una pieza templada es la primera en transformarse en martensita al enfriarse más rápidamente por su contacto directo con el medio. Al transformarse la austenita de alta temperatura en martensita, esta genera una expansión debido a su menor densidad y generara tensiones en el núcleo de la pieza. Al ser el núcleo todavía austenita y al encontrarse a mayor temperatura, las tensiones se relajarán mediante la deformación del núcleo. Cuando el núcleo de la pieza se enfríe y se convierta en martensita, ejercerá tensiones de tracción sobre la superficie. Al ser la superficie martensita frágil, no podrá deformarse para relajar las tensiones y podrá ocurrir la fisuración en la superficie. El gradiente de temperaturas que desencadena esta fisuración aumenta con la severidad del temple.

El tipo de superficie de fractura generada durante la fisuración por temple en un acero es idéntico a la superficie de fractura generada por la fisuración diferida a causa de FPH (XinYu & C.J, 2008) .Considerando esto, existe la posibilidad de que la fisura presentada en la Figura 43 haya sido causada durante el temple. Los argumentos en contra de que haya ocurrido fisuración por temple son que, debido a la geometría de las probetas utilizadas, el porcentaje de carbono es menor a un 0,3% (XinYu & C.J, 2008) y la baja severidad del medio de temple (aire), es poco probable que se generen tensiones térmicas que puedan desencadenar fisuras. Además, las fisuras aparecieron a lo largo de la generatriz donde según los modelos de Abaqus y la propia estructura del sistema de ensayos, se generaron las tensiones máximas de la probeta ensayada. Debido a esto, es más probable que las fisuras encontradas hayan sido causadas por fisuración diferida debido a FPH.

3.9.2 Segundo y tercer lotes

El ensayo del segundo lote de 5 probetas comenzó el día 06/05/2024 y se dio por finalizado 2 semanas después el día 20/05/2024.

La elección de la temperatura 1000 °C de austenizado de estas probetas se basó en los resultados de las curvas de tracción, que mostraron que las muestras con un austenizado a esta temperatura presentan la máxima dureza y tensión de fluencia.

Utilizando la curva del Modelo E-Austenizado 1000 °C, se ajustó la zona no lineal de la curva mediante una función cuadrática como se presenta a continuación. La elección de los datos sobre los que ajustar la curva se realizó teniendo en cuenta que se buscaba generar una tensión promedio dentro del rango plástico y maximizar el coeficiente de determinación R^2 de la curva ajustada.

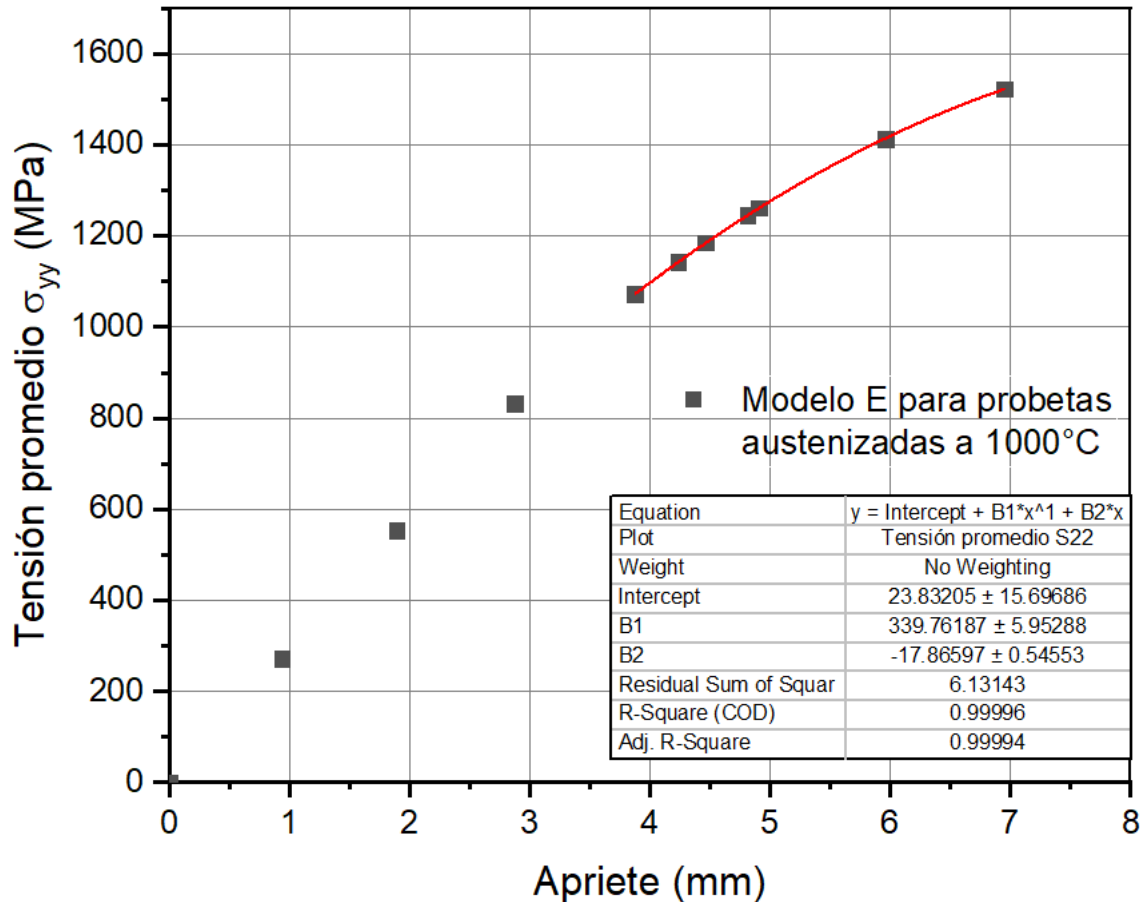


Figura 44: Ajuste realizado al Modelo E-Austenizado 1000 °C para calcular el apriete a aplicar a las probetas del segundo y tercer lote.

Se aplicaron deformaciones sobre cada tubo buscando generar tensiones iguales a la tensión de fluencia del material promedio de 1186 MPa. A partir de esto, se inspeccionaron diariamente con partículas magnéticas. No se encontraron fisuras en ninguna de las probetas.

El ensayo del tercer lote de 5 probetas comenzó el día 13/05/2024 y se dio por finalizado 2 semanas después el día 27/05/2024.

Nuevamente se utilizó la curva de ajuste obtenida a partir del modelo E-Austenizado 1000 °C. Para este lote se buscó generar tensiones de 1304 MPa (1,1 veces la tensión de fluencia promedio). Una vez aplicadas las deformaciones, se inspeccionaron las probetas diariamente con partículas magnéticas. No se encontraron fisuras en ninguna de las probetas.

3.9.3 Cuarto y quinto lotes

El ensayo del cuarto lote de 5 probetas comenzó el día 27/05/2024 y se dio por finalizado 2 semanas después el día 10/06/2024. Se decidió austenizar este lote a 1050 °C durante 20 minutos y luego templar las probetas al aire. Se volvió a utilizar la temperatura de austenizado utilizada en el primer lote debido a que fue el único lote donde se encontraron fisuras.

Utilizando la curva del Modelo E-Austenizado 1050 °C, se ajustó la zona no lineal de la curva mediante una función cuadrática como se presenta a continuación. Se siguió el mismo criterio que en los lotes anteriores.

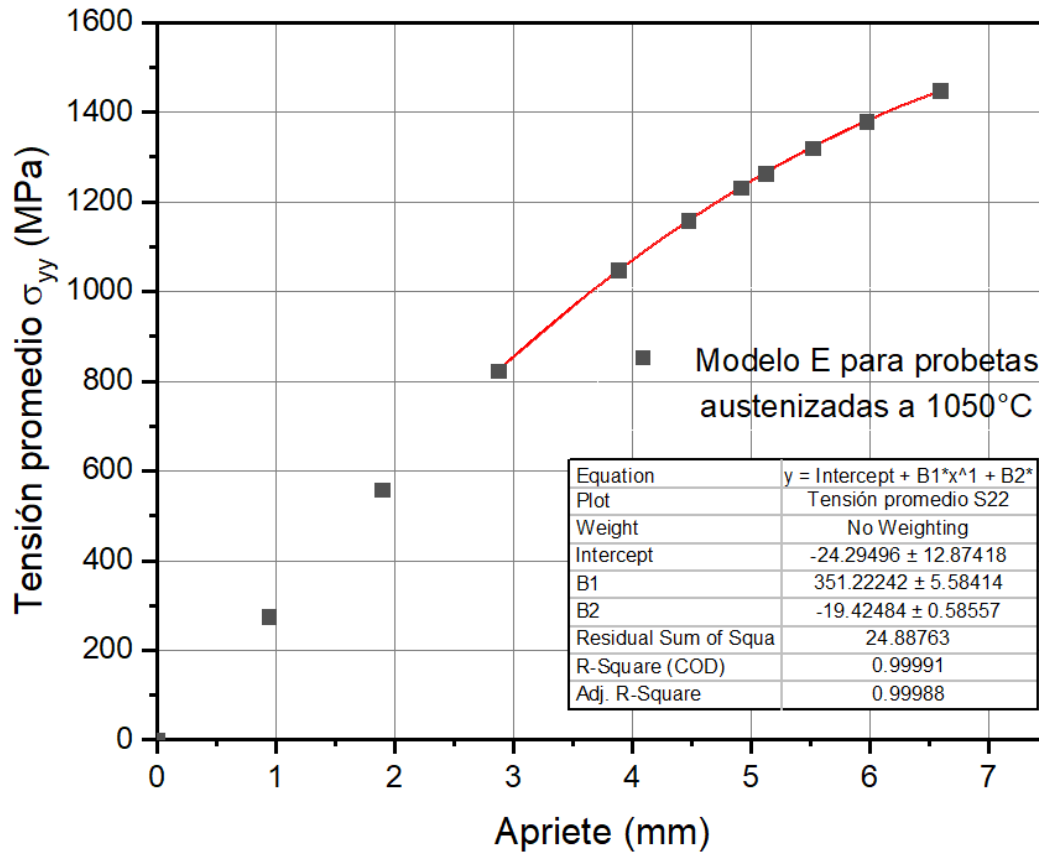


Figura 45: Ajuste realizado al Modelo E-Austenizado 1050°C para calcular el apriete a aplicar a las probetas del cuarto y quinto lote.

Se aplicaron deformaciones sobre cada tubo buscando generar tensiones iguales a la tensión de fluencia promedio del material de 1148 MPa. A partir de esto, se inspeccionaron diariamente con partículas magnéticas. No se encontraron fisuras en ninguna de las probetas.

El ensayo del quinto lote de 5 probetas comenzó el día 03/06/2024 y se dio por finalizado 2 semanas después el día 19/06/2024. Nuevamente se utilizó la curva de ajuste obtenida a partir del modelo E-Austenizado 1050 °C. Para este lote se buscó generar tensiones de 1263 MPa (1,1 veces la tensión de fluencia promedio). Una vez aplicadas las deformaciones, se inspeccionaron las probetas diariamente con partículas magnéticas. No se encontraron fisuras en ninguna de las probetas.

3.10 Análisis de los resultados de fatiga estática realizados.

Los resultados de deflexiones y tensiones generadas sobre las probetas de cada lote se presentan a continuación. Teniendo en cuenta tanto los modelos realizados como las correcciones realizadas a partir de considerar las variaciones entre las dimensiones reales y nominales de las probetas, se llega a las tensiones corregidas en la anteúltima columna de la tabla. En la última columna, se

presentan los valores de tensiones generadas en cada probeta en función del porcentaje de la tensión de fluencia de cada estado.

Lote	Probeta	Apriete aplicado (mm)	Tensión objetivo (MPa)	Desviación ΔS (MPa)	Tensión corregida (MPa)	Tensión corregida como porcentaje de la R _{P0.2} (%)
1	1	5,18	1274	10	1284	112
	2	5,22	1280	13	1293	113
	3	4,71	1199	65	1264	110
	4	4,69	1196	88	1284	112
2	5	4,29	1199	-10	1189	100
	6	4,12	1199	-73	1126	95
	7	4,22	1199	-33	1166	98
	8	4,06	1199	-40	1159	98
	9	4,33	1199	-23	1176	99
3	10	5,08	1305	-12	1292	109
	11	5,02	1305	-20	1285	108
	12	5,06	1305	11	1316	111
	13	5,01	1305	-7	1298	109
	14	5,07	1305	0	1305	110
4	15	4,27	1148	-10	1138	99
	16	4,27	1148	6	1155	101
	17	4,33	1148	13	1161	101
	18	4,32	1148	3	1152	100
	19	4,32	1148	2	1151	100
5	20	5,12	1263	20	1284	112
	21	5,05	1263	19	1282	112
	22	5,03	1263	16	1279	111
	23	5,09	1263	14	1278	111
	24	4,92	1263	9	1273	111

Tabla 7: Resultados de las tensiones y deformaciones generadas sobre las probetas de fatiga estática.

Para conocer con mayor exactitud los valores de tensión generados en cada probeta debido al correspondiente apriete aplicado, debería ensayarse estas probetas en una máquina universal de carga que cuente con la morsetería adecuada. Además, podría adherirse strain-gauges a la probeta para conocer la deformación asociada a cada deflexión o apriete aplicado. Con este método, se contaría tanto con las cargas aplicadas sobre la probeta y la deformación ocasionada por estas. Este tipo de ensayos escapó a las posibilidades de este trabajo y podrá llevarse a cabo en futuros estudios sobre el tema.

Se puede concluir que no fue posible determinar los pares de datos necesarios para graficar una curva de fatiga estática y, por ende, no se pudo establecer un nuevo tiempo de espera máximo que pueda ser utilizado en planta para la toma de decisiones. Para la única probeta que presentó fisuras (probeta número 1), no fue posible determinar el tiempo a fisuración correspondiente al no detectarse las fisuras mediante inspección visual.

Tampoco fue posible registrar de forma inequívoca un evento de fisuración diferida a causa de FPH en los estados “A-1000” y “A-1050” sometidos a tensiones dentro del rango plástico y bajos valores de hidrógeno. Para el caso de la probeta 1, si bien es factible que haya presentado fisuración diferida a causa de la FPH, no se puede descartar la posibilidad de que las fisuras encontradas hayan sido producto de fisuración por temple, por más que la mayoría de los argumentos presentados anteriormente indiquen lo contrario.

3.11 Susceptibilidad de los estados metalúrgicos a la FPH

Es preciso evaluar brevemente la susceptibilidad a la FPH de los diferentes estados metalúrgicos estudiados por medio de la información obtenida a partir de los ensayos de caracterización realizados y los ensayos de fatiga estática.

Respecto a la microestructura, los estados estudiados “A-900”, “A-950”, “A-1000” y “A-1050” están conformados mayoritariamente por martensita fresca sin revenir al igual que el estado “Laminado”. Dicha microestructura resulta muy susceptible a la FPH (Ovejero García, 2016). Además, la presencia de carburos en borde de grano en los estados “A-900” y “A-950” al igual que en el estado “Laminado” pareciera aumentar su susceptibilidad a la FPH según trabajos de la literatura (Michler & Balogh, 2010).

Con respecto a la dureza, los estados “A-1000” y “A-1050” presentan valores de dureza muy cercanos al del estado “Laminado”. Los estados “A-900” y “A-950” presentan durezas levemente menores. Sin embargo, siguiendo los criterios presentados por Ovejero (Ovejero García, 2016) y Lynch (Lynch, 2012), todos los estados austenizados y templados estudiados presentarían susceptibilidad a la FPH si contuvieran los niveles de hidrógeno crítico necesarios. Similares conclusiones se obtienen a partir de los valores de tensión de fluencia y resistencia a la tracción.

A partir del previo análisis de factores, se concluye que los estados metalúrgicos austenizados y templados presentan alta susceptibilidad a la FPH si se considera su microestructura y propiedades mecánicas. La ausencia de una manifestación clara de la FPH en los ensayos de fatiga estática puede atribuirse a que la concentración crítica de hidrógeno (C_H) no estuvo presente en las probetas ensayadas. Esto resulta factible al considerar que las mediciones de hidrógeno realizadas no son confiables y que el resto de los factores necesarios para que ocurra la FPH y posterior fisuración diferida (tensiones aplicadas y microestructura susceptible) estuvieron presentes en los ensayos de deformación constante realizados.

4 Conclusiones

En este trabajo, se buscó analizar la incidencia de la fragilización por hidrógeno en tubos OCGT de acero martensítico laminado L80 13Cr sin revenir por medio de técnicas de caracterización y

la implementación de un ensayo de fatiga estática a deformación constante de diseño propio. A partir de los resultados e información obtenida, se llegó a las siguientes conclusiones:

- Fue posible implementar un método de ensayo de fatiga estática para tubos OCTG que permitió aplicar deformaciones constantes en el tiempo sobre muestras de material templado, generando tensiones superiores a la tensión de fluencia sin la necesidad de utilizar máquinas de ensayo. Este método podrá volver a utilizarse para futuros ensayos.
- A partir de los ensayos de fatiga estática, se verificó que las muestras de tubo de grado API 5CT L80 13Cr, que fueron reaustenizadas a 1000 °C y templadas al aire, no desarrollaron FPH con tensiones aplicadas de hasta 110% de la tensión de fluencia durante 14 días. Para el caso de las probetas reaustenizadas a 1050 °C y templadas al aire, se detectó un posible caso de fisuración diferida para tensiones aplicadas equivalentes al 112% de la tensión de fluencia. También existe la posibilidad de que se trate de un caso de fisuración por temple, aunque la mayoría de los argumentos presentados indiquen lo contrario.
- Se realizó una caracterización de diferentes estados metalúrgicos del acero grado API 5CT L80 13Cr, incluyendo micrografías (con microscopio óptico y de barrido), medición de tamaño de grano, difracción de rayos X, medición de hidrógeno total, mediciones de dureza, ensayos de tracción y ensayos de flexión por impacto. Esta información resultará clave para posteriores estudios tanto del L80 13Cr como de su susceptibilidad a la FPH.
- Se verificó un aumento de la dureza del acero templado al aire a medida que aumenta la temperatura de austenizado hasta los 1000°C, debido a un aumento del carbono en solución en la austenita por disolución de carburos (presumiblemente del tipo $M_{23}C_6$). Sin embargo, la muestra de laminación mostró niveles de dureza y tensión de fluencia aún superiores a toda la serie de muestras austenizadas y templadas al aire.
- También se observó un aumento de la tenacidad al impacto a temperatura ambiente (20°C) para las muestras austenizadas a 1000°C y 1050°C y templadas al aire, en comparación con el material análogo austenizado a 900°C y 950°C, y a la muestra de laminación. Esto podría estar relacionado con la disolución de los carburos en los 2 primeros estados.
- Por sus características metalúrgicas y mecánicas, se concluye que el material en las condiciones ensayadas es susceptible a la FPH. La no manifestación del fenómeno de fisuración diferida durante los ensayos realizados puede atribuirse a la ausencia de una concentración crítica de hidrógeno (C_H), factor indispensable en este modo de degradación. Por este motivo no fue posible trazar una curva de fatiga estática ni determinar tiempos de espera máximos que puedan ser utilizados en la industria.

En trabajos futuros, se estudiará a profundidad los rangos de hidrógeno permitidos en las coladas del acero L80 13Cr y se realizarán nuevas mediciones tanto sobre el estado “Laminado” como en los demás estados utilizados para la realización de ensayos. Dichas mediciones podrían realizarse por medio de TDAs u otros métodos ya presentados. Además, se buscará cargar las probetas de fatiga estática con hidrógeno por medio electroquímicos y medir los niveles de hidrógeno cargado en las probetas para asegurar que se encuentre dentro del rango de hidrógeno esperable durante el

proceso de fabricación. Realizada la carga y control de hidrógeno, se podrán iniciar los ensayos de fatiga estática. De esta forma se garantizará la presencia de valores de hidrógeno en las probetas similares a los encontrados durante el proceso de fabricación. Con esto, se espera poder recrear más fielmente el fenómeno de FPH encontrado previamente en la industria y confeccionar las curvas de fatiga estática buscadas.

5 Referencias

- ASTM. (2016). *F2078: Standard Terminology Relating to Hydrogen Embrittlement Testing*. ASTM - ASTM International.
- API. (2023). *Casing and tubing*. API Publishing services.
- ASTM. (2013). *E1928: Standard Practice for Estimating the Approximate Residual Circumferential Stress in Straight Thin-walled Tubing*. ASTM-ASTM International.
- ASTM. (2017). *F1459: Standard test method for determination of the susceptibility of metallic materials to hydrogen gas embrittlement (HGE)*. ASTM-ASTM International.
- ASTM. (2017). *F1113: Standard test method for electrochemical measurement of diffusible hydrogen in steels (barnacle electrode)*. ASTM-ASTM International.
- ASTM. (2019). *E140: Standard hardness conversion tables for metals relationship among Brinell hardness, Vickers hardness, Rockwell hardness, superficial hardness, Knoop hardness, Scleroscope hardness and Leeb hardness*. ASTM-ASTM International.
- ASTM. (2021). *E112-13: Standard test methods for determining average grain size*. ASTM-ASTM International.
- ASTM. (2024). *E1681: Standard Test Method for Determining Threshold Stress Intensity Factor for Environment-Assisted Cracking of Metallic Materials*.
- ASTM. (2024). *E23-24: Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials*. ASTM-ASTM International.
- ASTM. (2024). *E8/E8M-24 Standard test method for tension testing of metallic materials*. ASTM-ASTM International.
- Banerji, S., MacMahon, C., & Feng, H. (1978). Intergranular fracture in 4330-type steels: Effects of impurities and hydrogen. *Metallurgical Transactionsn, Volume 9A*, 237-247.
- Barnett, W., & Troiano, A. (2017). Crack propagation in the hydrogen-induced brittle fracture of steel. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, 486-494.
- Bechtle, S., Kumar, M., Somerday, B., & Launey, M. R. (2009). Grain-boundary engineering markedly reduces susceptibility to intergranular hydrogen embrittlement in metallic materials. *Acta Materialia*, Volume 57, Issue 14, 4148-4157.

- Beltrán-Fernández, J. e. (2019). Design and manufacturing of a temporomandibular joint (TMJ) prosthesis for mandibular bone necrosis using the finite element method. *Engineering design applications. Advanced structured materials*, vol 92, 393-439.
- Duissenov, D. (2013). Production and processing of sour crude and natural gas - challenges due to increasing stringent regulations. *Norwegian University of Science and Technology (NTNU)*, Pag 9.
- Frohberg, R., W.J. B., & A.R. T. (1954). *Delayed failure and hydrogen embrittlement in steel*. Ohio: Armed services technical information agency.
- Johnson, H., J.G. M., & Troiano, A. (1958). Hydrogen, crack initiation, and delayed failure in steel. *Transactions of the mettallurgical society of AIME*, 528-536.
- Kovalev, A., Waintein, D., Mishina, V., & Zabitsky, V. (2002). Effect of residual stress on hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking. En G. Totten, M. Howes, & T. Inoue, *Handbook of residual stress and deformation* (págs. 70-89). ASM International.
- Latanision, R., & Opperhauser, H. (1974). The intergranular embrittlement of nickel by hydrogen: The effect of grain boundary segregation. *Metallurgical transacions*, Volume 5, 482-492.
- Louthan, M. (2008). Hydrogen embrittlement of metals: A primer for the failure analyst. *Journal of failure analysis and prevention*, 289-307.
- Lovejoy, P. (1977). Chapter 6: Structure and constitution of wrought martensitic stainless steels. En D. Peckner, & I. Bernstein, *Handbook of stainless steels* (págs. 6-1). McGraw-Hill, Inc.
- Lynch, S. (2012). Hydrogen embrittlement (HE) phenomena and mechanisms. *Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering*,.
- Marchetti, L., Herms, E., Laghoutaris, P., & Chene, J. (2011). Hydrogen embrittlement suceptibility of tempered 9%Cr-1%Mo steel. *Internal journal of hydrogen energy* 36, 15880-15887.
- Matsumoto, Y., & Takai, K. (2016). Method of Evaluating Delayed Fracture Susceptibility of Tempered Martensitic Steel Showing Quasi-Cleavage Fracture. *Metallurgical and Materials Transactions, A48*, 666-677.
- Michler, T., & Balogh, M. (2010). Hydrogen environment embrittlement of and ODS RAF steel- Role of irreversible hydrogen trap sites. *International journal of hydrogen energy* 35, 9746-9754.
- NACE. (2003). *NACE MR0175/ISO 15156-3, Petroleum and natural gas industries-Materials for use in H2S-containing environments in oil and gas production-Part 3: Cracking-resistant CRAs (corrosion-resistant alloys) and other alloys*.

- NACE. (2016). *ANSI NACE TM0177: Standard Test Method Laboratory Testing of Metals for Resistance to Sulfide Stress Cracking and Stress Corrosion Cracking in H₂S Environments*.
- Nagao, A., & et al. (2012). The role of hydrogen in hydrogen embrittlement fracture of lath martensitic steel. *Acta Materialia, Volume 60, Issues 13/14*, 5181-5189.
- Nagumo, M. (2023). *Fundamentals of Hydrogen Embrittlement*. Singapur: Springer Singapore.
- Ohtsubo, T., Goto, S., & Amano, M. (1985). Development of apparatus for determination of diffusible hydrogen in steel. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*.
- Ortiz Prado, A., Ruiz Cervantes, O., & Ortiz Valera, J. (2013). *Procesos de Manufactura*. Ciudad de México: Universidad Nacional Autónoma de México UNAM.
- Ovejero García, J. (2016). *Degradación de los aceros por efecto del hidrogeno*. Buenos Aires, Argentina: Comisión Nacional de Energía Atómica.
- Ovejero, J., & Luppo, M. (1991). The influence of microstructure on the trapping and diffusion of hydrogen in a low carbon steel. *Corrosion Science, Volume 32, Issue 10*, Pages 1125-1136.
- Ronevich, J. (2009). Hydrogen embrittlement in advanced high strength steels. *2000-2009-Mines Theses & Dissertations*.
- Rosenberg, G., & Sinaiova, I. (2017). Evaluation of hydrogen induced damage of steels by different test methods. *Materials Science and Engineering: A, Volume 682*, 410-422.
- Smallman et Bishop. (1999). *Modern Physical Metallurgy and Materials, 6th edition*. Woburn, USA: Elsevier Science Ltd.
- Sunil, K., Vishwanadh, B., Sharma, T., Naveen, K., & Vivekanand, K. (2017). Influence of hydrogen on mechanical properties and fracture of tempered 13wt% Cr martensitic stainless steels. *Materials science & engineering*.
- Sunil, K., Vishwanadh, B., Sharma, T., Naveen, K., & Vivekanand, K. (2019). Influence of tempering treatments on mechanical properties and hydrogen embrittlement of 13 wt% Cr martensitic stainless steel. *International journal of pressure vessels and piping* 176.
- Takasawa, K., Wada, Y., Ishigaki, R., & Kayano, R. (2010). Effects of grain size on hydrogen environment embrittlement of high strength low alloy steel in 45 MPa gaseous hydrogen. *Materials Transactions Vol 51*, 347-353.
- Troiano, A. (1960). The role of hydrogen and other interstitials in the mechanical behavior of metals (1959 Edward De Mille Campbell Memorial Lecture). *Transactions of the ASM*, 4.
- Venezuela, J., Liu, Q., Zhang, M., Zhou, Q., & Atrens, A. (2016). A review of hydrogen embrittlement of martensitic advanced high-strength steels. *Corrosion Reviews*.

- Wang, G., Yan, Y., Li, J., Huang, J., Qiao, L., & Volinsky, A. (2013). Microstructure effect on hydrogen-induced cracking in TM210 maraging steel. *Materials Science and Engineering: A, Volume 586*, 142-148.
- Wang, T., Zhang, H., & Liang, W. (2021). Hydrogen embrittlement fracture mechanism of 430 ferritic stainless steel: The significant role of carbides and dislocations. *Materials Science & Engineering A*.
- XinYu, L., & C.J, M. (2008). Quench cracking in steel as a case of hydrogen embrittlement. *Materials science and engineering A*, 540-541.