



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E
INDUSTRIAS EXTRACTIVAS

*DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA EN METALURGIA Y
MATERIALES*

SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

*“ANÁLISIS DE LA CINÉTICA DE COALESCENCIA DE
GRIETAS INDIVIDUALES GENERADAS POR AGRIETAMIENTO
INDUCIDO POR HIDRÓGENO EN ACEROS API 5L”*

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA METALÚRGICA

PRESENTA:

ING. CARLOS EDUARDO ADAME JARAMILLO

DIRECTORES DE TESIS:

DR. JORGE LUIS GONZÁLEZ VELÁZQUEZ

DR. DIEGO ISRAEL RIVAS LÓPEZ



CIUDAD DE MÉXICO., 23 DE JUNIO DE 2021



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de México siendo las 10:30 horas del día 21 del mes de Junio del 2021 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Posgrado de: E.S.I.Q.I.E. para examinar la tesis titulada:

"Análisis de la Cinética de Coalescencia de Grietas Individuales Generadas por Agrietamiento Inducido por Hidrógeno en Aceros API 5L"

del (la) alumno (a):

Apellido Paterno:	ADAME	Apellido Materno:	JARAMILLO	Nombre (s):	CARLOS EDUARDO
-------------------	-------	-------------------	-----------	-------------	----------------

Número de registro: A 1 9 0 3 7 0

Aspirante del Programa Académico de Posgrado: Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica

Una vez que se realizó un análisis de similitud de texto, utilizando el software antiplagio, se encontró que el trabajo de tesis tiene 3 % de similitud. **Se adjunta reporte de software utilizado.**

Después que esta Comisión revisó exhaustivamente el contenido, estructura, intención y ubicación de los textos de la tesis identificados como coincidentes con otros documentos, concluyó que en el presente trabajo **SI** **NO** **SE CONSTITUYE UN POSIBLE PLAGIO.**

JUSTIFICACIÓN DE LA CONCLUSIÓN: *(Por ejemplo, el % de similitud se localiza en metodologías adecuadamente referidas a fuente original)*
El % de similitud se localiza únicamente en las referencias bibliográficas del trabajo.

****Es responsabilidad del alumno como autor de la tesis la verificación antiplagio, y del Director o Directores de tesis el análisis del % de similitud para establecer el riesgo o la existencia de un posible plagio.**

Finalmente y posterior a la lectura, revisión individual, así como el análisis e intercambio de opiniones, los miembros de la Comisión manifestaron **APROBAR** **SUSPENDER** **NO APROBAR** la tesis por **UNANIMIDAD** o **MAYORÍA** en virtud de los motivos siguientes:
Se trata de un trabajo de tesis original.

DR. JORGE LUIS GONZÁLEZ VELÁZQUEZ
DIRECTOR DE TESIS
12163-EJ-16
COLEGIADO TITULAR

DR. JORGE ISRAEL RIVAS LÓPEZ
2º DIRECTOR DE TESIS
(EXTERNO-ESIQIE)
14625-EA-15 ASIGNATURA

DRA. ELSA MIRIAM ARCE ESTRADA
12226-EJ-16
COLEGIADO TITULAR

DR. HÉCTOR JAVIER DORANTES ROSALES
14639-EJ-196
COLEGIADO TITULAR

DR. VÍCTOR MANUEL LÓPEZ HIRATA
12023-EJ-16
COLEGIADO TITULAR

DRA. GUADALUPE SILVA OCHOA
PRESIDENTA DEL COLEGIO DE PROFESORES

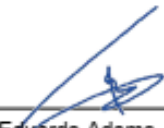


INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESION DE DERECHOS

En la Ciudad de México el día 21 del mes junio del año 2021, el que suscribe C. Carlos Eduardo Adame Jaramillo alumno del Programa de Maestría en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica con número de registro A190370, adscrito a la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, manifiesta que es autor intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del Dr. Jorge Luis González Velázquez y el Dr. Diego Israel Rivas López; y cede los derechos del trabajo intitulado "Análisis de la Cinética de Coalescencia de Grietas Individuales Generadas por Agrietamiento Inducido por Hidrógeno en Aceros API 5L", al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección Unidad Profesional Adolfo López Mateos, s/n ESIQIE, Edif. 8 3er. Piso SEPI, Col. San Pedro Zacatenco, Alcaldía Gustavo A. Madero C.P. 07738, Tel. (55)57 29 60 00, Ext. 55113/55124 y al Correo Electrónico: carloseudamej@gmail.com. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente de este.



Carlos Eduardo Adame Jaramillo
Nombre y firma

Contenido

RESUMEN	6
ABSTRACT	7
ÍNDICE DE FIGURAS	8
ÍNDICE DE TABLAS	10
INTRODUCCIÓN	11
CAPÍTULO I: CONSIDERACIONES TEÓRICAS	12
1.1 Daño Inducido por Hidrógeno (HID)	12
1.1.1 Adsorción, Disolución y Atrapamiento	12
1.1.2 Difusión de Hidrógeno	15
1.1.3 Producción de Hidrógeno Atómico a Partir de un Proceso Catódico	16
1.2 Agrietamiento Inducido por Hidrógeno (AIH)	17
1.2.1 Nucleación de Grietas por AIH	19
1.2.2 Crecimiento e Interconexión de Grietas por AIH	20
1.2.3 Prevención del AIH	22
1.3 Evaluación a la Susceptibilidad del AIH	22
1.3.1 El Estándar Internacional NACE TM 0284	22
1.3.2 El Estándar Internacional ISO/FDIS 17081	24
CAPÍTULO II: ESTADO DEL ARTE	27
CAPÍTULO III: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	32
3.1 Matriz Experimental	32
3.2 Materiales	32
3.3 Caracterización de los Aceros a Evaluar	34
3.3.1 Análisis Químico	34
3.3.2 Análisis Metalográfico	34
3.3.3 Prueba de Tensión Uniaxial	35
3.3.4 Prueba de Impacto Charpy	35
3.3.5 Prueba de Dureza	36
3.4 Metodología para Cargado Catódico	36
3.4.1 Solución Electrolítica	36
3.4.2 Solución Veneno	37
3.4.3 Montaje de Celda	37

3.4.4 Electrodo de Grafito	39
3.4.5 Diagrama Eléctrico y Reacciones en la Celda	39
3.5 Metodología para Inspección Ultrasónica	41
3.5.1 Barrido Tipo “A” con equipo “Raptor Imaging Flaw Detector”	41
CAPÍTULO IV: RESULTADOS	43
4.1 Caracterización Metalúrgica de los Aceros	43
4.1.1 Análisis Químico	43
4.1.2 Análisis Metalográfico	44
4.2 Cargado Catódico para Agrietamiento Inducido por Hidrógeno	50
4.2.1 Inspección con equipo Raptor Imaging Flaw Detector	50
4.4 Porcentaje de Área Agrietada vs Tiempo	68
CAPÍTULO V: ANÁLISIS DE RESULTADOS	71
5.1 Caracterización Metalúrgica	71
5.1.1 Análisis Químico de los Aceros	71
5.1.2 Caracterización Metalográfica	71
5.1.3 Ensayo de Tensión Uniaxial	71
5.1 Interconexión de Grietas	72
5.1.1 Análisis de Tiempo de Inicio de Interconexión de Grietas	72
5.1.2 Subetapas de Interconexión de Grietas.	80
5.2 Correlación de las Propiedades Metalúrgicas con la Interconexión de Grietas	92
CONCLUSIONES	93
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	94

RESUMEN

Se analizó el comportamiento cinético de la coalescencia de grietas generadas por Agrietamiento Inducido por Hidrógeno por medio de la técnica de cargado catódico en una solución de H_2SO_4 , a un pH de 1.3, durante 468 horas a una densidad de corriente de 10 mA/cm^2 . Las pruebas fueron realizadas por triplicado en tres distintos aceros bajo carbono especificación API-5L; el monitoreo de la coalescencia de grietas se realizó mediante inspecciones por ultrasonido de haz recto cada 12 horas.

Los mapeos ultrasónicos permitieron distinguir tres distintos comportamientos en la etapa de coalescencia: la interconexión secuencial, el crecimiento acelerado y la estabilización, las cuáles revelan tres cinéticas distintas.

La correlación de la cinética con las características metalúrgicas de los aceros indica que el tamaño de grano influye sobre los planos en los que aparecen las grietas. A mayor tamaño de grano ASTM se presenta predominantemente la coalescencia de grietas no coplanares, que generan una velocidad de agrietamiento promedio mayor con una dispersión en los resultados del 72%, comparadas con las muestras con menor tamaño de grano ASTM, las cuales presentan coalescencia de grietas coplanares. Asimismo, en la segunda etapa, la velocidad promedio de agrietamiento disminuye, y se tiene una dispersión de datos del 80%. Finalmente, para la tercera etapa el comportamiento es constante en cada caso.

Adicionalmente, se obtuvo evidencia de que la cinética de coalescencia de grietas por AIH no se ve afectada por el tiempo de nucleación, por lo que, aunque las subetapas de interconexión ocurran a tiempos distintos, su comportamiento es similar.

ABSTRACT

Hydrogen-Induced Cracking (HIC) phenomenon was promoted to analyze its coalescence kinetics behavior by a cathodic charging test for 468 hours in nine samples obtained from three different API 5L low carbon steels, the supplied current density was 10 mA/cm^2 using H_2SO_4 as electrolytic solution with an average pH value of 1.3. For the cracks tracking, inspections were performed by an ultrasonic imaging flaw detector every 12 hours.

The study of the kinetics behavior led us to confirm that the HIC phenomenon occurs in two general stages, 1) Nucleation and Growth and 2) Cracks Coalescence; by comparing this behavior with the images obtained by ultrasound, it is possible to conclude that cracks coalescence is divided in three different substages, which were identified as: Sequential Interconnection, Accelerated Growth and Stabilization.

The correlation between the metallurgical properties and the kinetics substages shows that grain size has an influence on cracks occurring in different planes, which generates the coalescence of non-coplanar cracks that accelerate the cracking rate, this causes the cracks coalescence to have an unstable behavior with a variation of 72% at the sequential interconnection substage and 80% at the growth substage. Even with these variations, the general behavior with three substages proposed on this work is still visible.

Furthermore, obtained evidence shows that HIC phenomenon develops from the origination of the first nucleus, and not from the first moment of hydrogen supply. Although, the interconnection substages in each sample take place at different times, their behavior will be similar.

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1. CLASIFICACIÓN DE LOS MECANISMOS DE DAÑO INDUCIDO POR HIDRÓGENO.	13
FIGURA 2. REPRESENTACIÓN DE LA INTERACCIÓN DEL HIDRÓGENO ATÓMICO CON LA RED DEL METAL.....	13
FIGURA 3. MICROGRAFÍA A ALTAS MAGNIFICACIONES EN MEB DE UNA INCLUSIÓN DE MNS PARCIALMENTE DISUELTA DENTRO DE UNA GRIETA INTERGRANULAR.	14
FIGURA 4. A) LAMINACIÓN POR AIH CONTENIDA A MITAD DEL ESPESOR [16] B) AMPOLLAMIENTO POR AIH EN LA SUPERFICIE DEL MATERIAL [17].....	18
FIGURA 5. MECANISMO DE CORROSIÓN PARA LA FORMACIÓN DE HIDRÓGENO [18].....	19
FIGURA 6. MECANISMO DE NUCLEACIÓN DE GRIETAS POR AIH.	20
FIGURA 7. REPRESENTACIÓN DE INTERCONEXIÓN DE GRIETAS DE TIPO COPLANAR.	21
FIGURA 8. REPRESENTACIÓN DE INTERCONEXIÓN DE GRIETAS DE TIPO NO COPLANAR.	21
FIGURA 9. ARREGLO EXPERIMENTAL PARA LLEVAR A CABO LA PRUEBA NACE TM 0284.	23
FIGURA 10. METODOLOGÍA PARA DIMENSIONAR LAS GRIETAS SEGÚN LO DESCRITO EN EL ESTÁNDAR.	24
FIGURA 11. CELDA PARA LA MEDICIÓN DE PERMEACIÓN DE HIDRÓGENO DE ACUERDO CON LA NORMA ISO/FDIS 17081.....	25
FIGURA 12. ISOMÉTRICO DE LA SECCIÓN DE TUBERÍA CON RESPECTO A LAS MUESTRAS UTILIZADAS PARA EL CARGADO CATÓDICO.....	33
FIGURA 13. ISOMÉTRICO DE LA CELDA PARA CARGADO CATÓDICO.	38
FIGURA 14. DIMENSIONES DE LA CELDA PARA CARGADO CATÓDICO.....	39
FIGURA 15. DIAGRAMA ELÉCTRICO PARA CELDA DE CAGADO CATÓDICO.	40
FIGURA 16. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LIMITANTES DE DETECCIÓN PARA ULTRASONIDO TIPO “A”.	42
FIGURA 17. MICROGRAFÍAS DEL ACERO AIC1: A) INCLUSIONES B) MICROESTRUCTURA.	44
FIGURA 18. MICROGRAFÍAS DEL ACERO AIC2: A) INCLUSIONES B) MICROESTRUCTURA.	45
FIGURA 19. MICROGRAFÍAS DEL ACERO AIC3: A) INCLUSIONES B) MICROESTRUCTURA.	46
FIGURA 20. RESULTADOS DEL MAPEO DE LA PRIMERA PRUEBA DE CARGADO CATÓDICO EN EL ACERO AIC1.	51
FIGURA 21. RESULTADOS DEL MAPEO DE LA SEGUNDA PRUEBA DE CARGADO CATÓDICO EN EL ACERO AIC1.	53
FIGURA 22. RESULTADOS DEL MAPEO DE LA TERCERA PRUEBA DE CARGADO CATÓDICO EN EL ACERO AIC1.	55
FIGURA 23. RESULTADOS DEL MAPEO DE LA PRIMERA PRUEBA DE CARGADO CATÓDICO EN EL ACERO AIC2.	57
FIGURA 24. RESULTADOS DEL MAPEO DE LA SEGUNDA PRUEBA DE CARGADO CATÓDICO EN EL ACERO AIC2.	59
FIGURA 25. RESULTADOS DEL MAPEO DE LA TERCERA PRUEBA DE CARGADO CATÓDICO EN EL ACERO AIC2.	61
FIGURA 26. RESULTADOS DEL MAPEO DE LA PRIMERA PRUEBA DE CARGADO CATÓDICO EN EL ACERO AIC3.	63
FIGURA 27. RESULTADOS DEL MAPEO DE LA SEGUNDA PRUEBA DE CARGADO CATÓDICO EN EL ACERO AIC3.	65

FIGURA 28. RESULTADOS DEL MAPEO DE LA TERCERA PRUEBA DE CARGADO CATÓDICO EN EL ACERO AIC3. 67

FIGURA 29. GRÁFICO DE PORCENTAJE DE ÁREA AGRIETADA EN CADA UNA DE LAS PRUEBAS EN EL ACERO AIC1. ... 68

FIGURA 30. GRÁFICO DE PORCENTAJE DE ÁREA AGRIETADA EN CADA UNA DE LAS PRUEBAS EN EL ACERO AIC2. ... 69

FIGURA 31. GRÁFICO DE PORCENTAJE DE ÁREA AGRIETADA EN CADA UNA DE LAS PRUEBAS EN EL ACERO AIC3. ... 70

FIGURA 32. MAPEO DE INSPECCIÓN ULTRASÓNICA AL TIEMPO DE APARICIÓN DE LA PRIMERA INTERCONEXIÓN DE GRIETAS EN CADA UNO DE LOS ACEROS EVALUADOS. 73

FIGURA 33. MAPEO DE INSPECCIÓN ULTRASÓNICA EN EL PUNTO DE INTERCONEXIÓN GENERAL..... 75

FIGURA 34. PUNTO DE INTERCONEXIÓN INICIAL Y EL PUNTO DE INTERCONEXIÓN GENERAL EN LOS GRÁFICOS DE PORCENTAJE DE ÁREA EN ACERO AIC1. 77

FIGURA 35. PUNTO DE INTERCONEXIÓN INICIAL Y EL PUNTO DE INTERCONEXIÓN GENERAL EN LOS GRÁFICOS DE PORCENTAJE DE ÁREA EN ACERO AIC2. 78

FIGURA 36. PUNTO DE INTERCONEXIÓN INICIAL Y EL PUNTO DE INTERCONEXIÓN GENERAL EN LOS GRÁFICOS DE PORCENTAJE DE ÁREA EN ACERO AIC3. 79

FIGURA 37. ETAPA DE INTERCONEXIÓN SECUENCIAL EN ACERO AIC1. 81

FIGURA 38. ETAPA DE INTERCONEXIÓN SECUENCIAL EN ACERO AIC2. 81

FIGURA 39. ETAPA DE INTERCONEXIÓN SECUENCIAL EN ACERO AIC3. 82

FIGURA 40. VARIACIÓN DE VELOCIDAD DE AGRIETAMIENTO EN INTERCONEXIÓN SECUENCIAL... 83

FIGURA 41. SUBETAPA DE CRECIMIENTO ACELERADO EN GRAFICO DE PORCENTAJE DE ÁREA EN ACERO AIC1..... 85

FIGURA 42. SUBETAPA DE CRECIMIENTO ACELERADO EN GRAFICO DE PORCENTAJE DE ÁREA EN ACERO AIC2..... 86

FIGURA 43. SUBETAPA DE CRECIMIENTO ACELERADO EN GRAFICO DE PORCENTAJE DE ÁREA EN ACERO AIC3..... 87

FIGURA 44. SUBETAPA DE CRECIMIENTO ACELERADO EN ACERO AIC1. 89

FIGURA 45. SUBETAPA DE CRECIMIENTO ACELERADO EN ACERO AIC2. 89

FIGURA 46. SUBETAPA DE CRECIMIENTO ACELERADO EN ACERO AIC3. 90

FIGURA 47. VARIACIÓN DE VELOCIDAD DE AGRIETAMIENTO EN LA SUBETAPA DE CRECIMIENTO DE INTERCONEXIÓN. 90

FIGURA 48. GRÁFICO GENERAL DE LAS SUBETAPAS DE INTERCONEXIÓN..... 91

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1. PROPIEDADES DE TRAMPAS DE HIDRÓGENO REVERSIBLES QUE EXISTEN EN EL HIERRO Y EL ACERO.	15
TABLA 2. COEFICIENTES DE DIFUSIÓN DE HIDRÓGENO EN DIFERENTES MATERIALES A TEMPERATURA AMBIENTE.	16
TABLA 3. PORCENTAJE DE HIDRÓGENO QUE ENTRA EN EL ACERO EN PRESENCIA DE DIFERENTES CONTENIDOS DE SULFURO EN LA SOLUCIÓN.	17
TABLA 4. MATRIZ EXPERIMENTAL PARA CARGADO CATÓDICO.	32
TABLA 5. CONSIDERACIONES PARA CORRIENTE DE CELDAS DE CARGADO CATÓDICO.	41
TABLA 6. ANÁLISIS QUÍMICO DEL ACERO IDENTIFICADO COMO AIC1.	43
TABLA 7. ANÁLISIS QUÍMICO DEL ACERO IDENTIFICADO COMO AIC2.	43
TABLA 8. ANÁLISIS QUÍMICO DEL ACERO IDENTIFICADO COMO AIC3.	43
TABLA 9. RESULTADOS DEL ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL PARA EL ACERO AIC1.	47
TABLA 10. RESULTADOS DEL ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL PARA EL ACERO AIC2.	47
TABLA 11. RESULTADOS DEL ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL PARA EL ACERO AIC3.	47
TABLA 12. RESULTADOS DE LA PRUEBA DE TENSIÓN UNIAXIAL DE LOS ACEROS.	48
TABLA 13. RESULTADOS DE LA PRUEBA DE IMPACTO CHARPY PARA LOS ACEROS.	48
TABLA 14. RESULTADOS DE LA PRUEBA DE DUREZA PARA LOS ACEROS AIC1, AIC2 Y AIC3.	49
TABLA 15. COMPARACIÓN DE INICIO DE TIEMPO DE INTERCONEXIÓN DE GRIETAS EN CADA UNO DE LOS ACEROS EVALUADOS.	72
TABLA 16. COMPARACIÓN DE INICIO DE TIEMPO DE INTERCONEXIÓN DE GRIETAS EN CADA UNO DE LOS ACEROS EVALUADOS.	76
TABLA 17. DATOS DE PORCENTAJE DE ÁREA AGRIETADA Y TIEMPO, AL INICIO DE LA PRIMERA INTERCONEXIÓN Y AL TIEMPO DE INTERCONEXIÓN EN TODAS LAS GRIETAS.	80
TABLA 18. DATOS DE SUBETAPA DE INTERCONEXIÓN SECUENCIAL.	82
TABLA 19. DATOS DE SUBETAPA DE CRECIMIENTO.	88

INTRODUCCIÓN

El *Agrietamiento Inducido por Hidrógeno* es un mecanismo de daño por corrosión que se presenta en metales expuestos a un medio amargo, el cual consiste en la nucleación, propagación e interconexión de grietas, las cuales disminuyen la integridad mecánica del componente [1]. La mayor parte de las investigaciones con respecto al AIH, se han enfocado al desarrollo de materiales resistentes a este tipo de daño; sin embargo, la cinética aún no ha sido estudiada y comprendida completamente, al grado que los estándares de evaluación del AIH la consideran impredecible [1–3].

Se han desarrollado modelos cinéticos a partir de criterios como las propiedades mecánicas, difusión de hidrógeno y parámetros microestructurales apoyándose en herramientas como el elemento finito o ajustes empíricos [3–7]. Sin embargo, aún no se cuenta con un modelo cinético extendido de AIH. Investigaciones anteriores han permitido identificar que el fenómeno de AIH presenta dos etapas; la nucleación y crecimiento de grietas individuales y posteriormente la coalescencia de grietas, donde los fenómenos físicos ocurren en cada una de estas son distintos [5, 8, 9].

Este trabajo investiga la coalescencia de grietas, la cual consiste en la interconexión de grietas cercanas entre sí, ubicadas en el mismo o distintos planos de propagación, lo que da lugar a las áreas extendidas de agrietamiento identificadas como delaminaciones o ampollas [10]. Los resultados buscan mejorar la modelación cinética del AIH a través de la recolección relativa a esta etapa. Finalmente, se analiza la relación de las características microestructurales y mecánicas de aceros bajo carbono con respecto a dicho fenómeno [5, 8–11].

CAPÍTULO I: CONSIDERACIONES TEÓRICAS

1.1 Daño Inducido por Hidrógeno (HID)

Las interacciones Hidrógeno-Metal pueden ocurrir a altas temperaturas, indicado como HT-HID (*High Temperature Hydrogen-Induced Damage*) y a bajas temperaturas LT-HID (*Low Temperature Hydrogen-Induced Damage*), cuando la temperatura está por debajo de los 200°C.

En aceros al carbono, la interacción a bajas temperaturas del hidrógeno con el metal ocurre de diferentes maneras, se produce hidrógeno atómico por medio de reacciones químicas o electroquímicas por procesos catódicos en fluidos altamente corrosivos, también llamados venenos catódicos (*Cathodic poisons* en Inglés), como el H₂S, los cuales inhiben la formación de Hidrógeno molecular y promueven la difusión de Hidrógeno en el metal. Una vez que el Hidrógeno atómico entra en el metal, interactúa con la estructura produciendo daño que llevan a la fractura; el agrietamiento inducido por hidrógeno (*AIH*), el ampollamiento y la fragilización por hidrógeno son ejemplos de ellos. Para altas temperaturas ($T > 200^{\circ}\text{C}$) el hidrógeno reacciona con el carbono del acero generando metano. Este fenómeno ocurre principalmente cerca de la superficie del metal, lo cual genera descarburación; si ocurre de manera interna, el metano queda atrapado como en AIH, generando grietas internas y ampollamiento, reduciendo su tenacidad a la fractura, fatiga y termofluencia. La **Figura 1** muestra una clasificación general de los mecanismos de HID reportados en la literatura [12].

1.1.1 Adsorción, Disolución y Atrapamiento

El hidrógeno es el elemento con el radio atómico más pequeño, debido a que se compone solamente por un protón y un electrón. Su tamaño es tan pequeño que le es posible disolverse y difundirse en los metales, ambos fenómenos dependen de la red de la estructura cristalina del metal y el tamaño de su celda unitaria.

El hidrógeno atómico interactúa con el metal como se muestra en la **Figura 2**. Primero, el hidrógeno se adsorbe en la superficie del metal alcanzando altos valores de concentración.

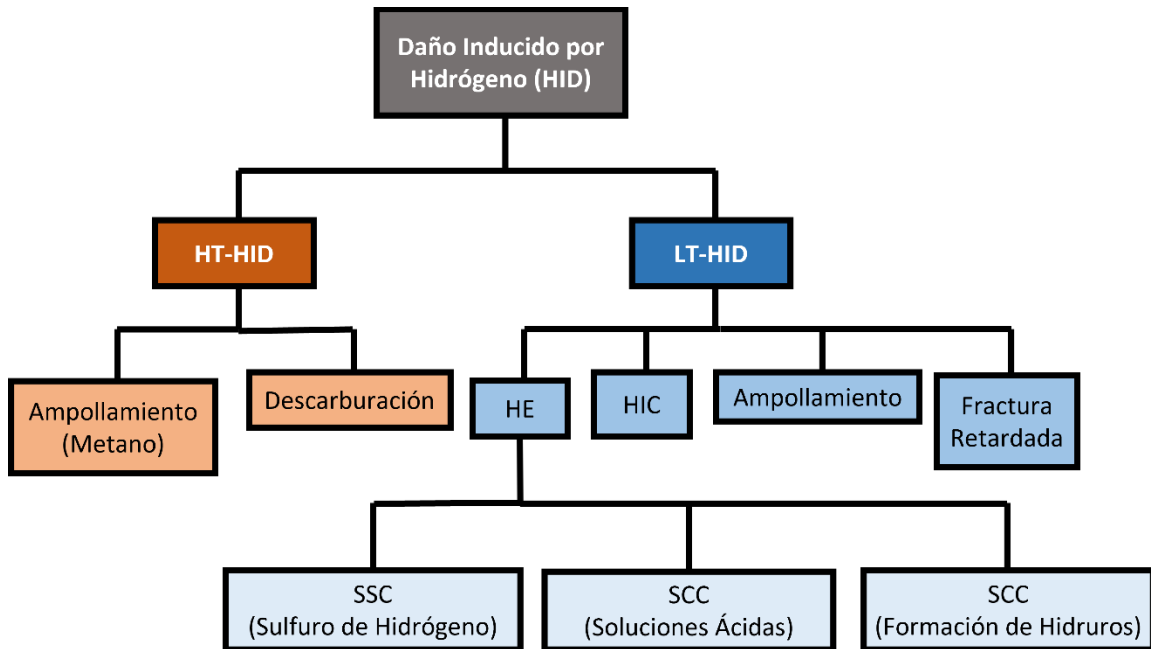


Figura 1. Clasificación de los mecanismos de daño inducido por hidrógeno.

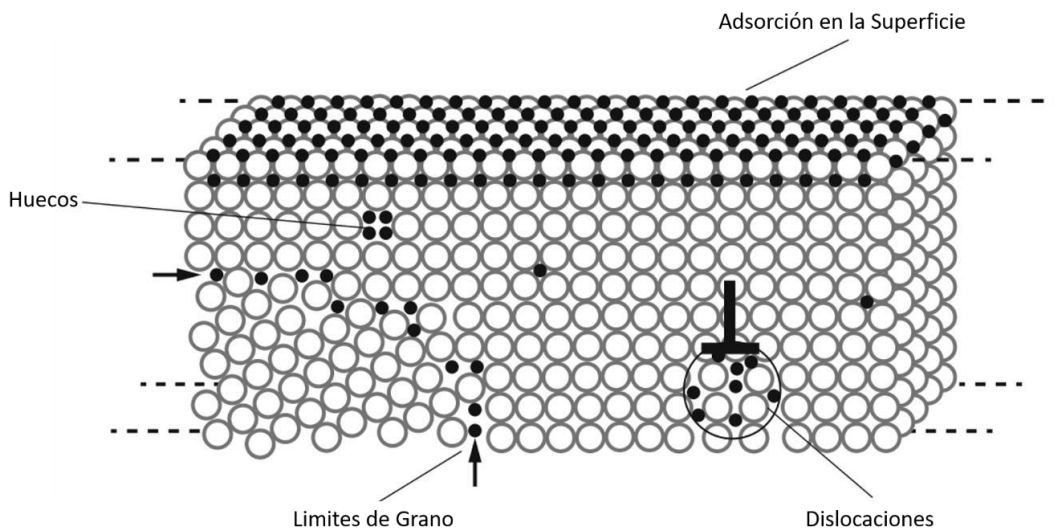


Figura 2. Representación de la interacción del hidrógeno atómico con la red del metal.

En aceros al carbono y en otros materiales con estructura BCC, las trampas de hidrógeno, que son los sitios en los que el hidrógeno se almacena dentro de la estructura, pueden dividirse en dos tipos diferentes: *trampas reversibles*

y trampas irreversibles. En la **Figura 2** se pueden observar las trampas de tipo reversible más comunes: dislocaciones, límites de grano y vacancias. Este tipo de trampas son llamadas reversibles debido a que el hidrógeno que entra en ellas puede salir fácilmente al detener la producción de hidrógeno o al calentar el acero.

Las trampas irreversibles son producto de la coalescencia de microhuecos, generadas mayormente por las interfases de metal-inclusión, siendo las más comunes de sulfuro de manganeso (MnS), como se muestra en la **Figura 3**. Para eliminar el hidrógeno de este tipo de trampas es necesario calentar el acero a más de 400°C; sin embargo, si el tamaño de la trampa es lo suficientemente grande, el hidrógeno atómico formara hidrógeno molecular haciendo imposible su salida, causando AIH o ampollamiento.

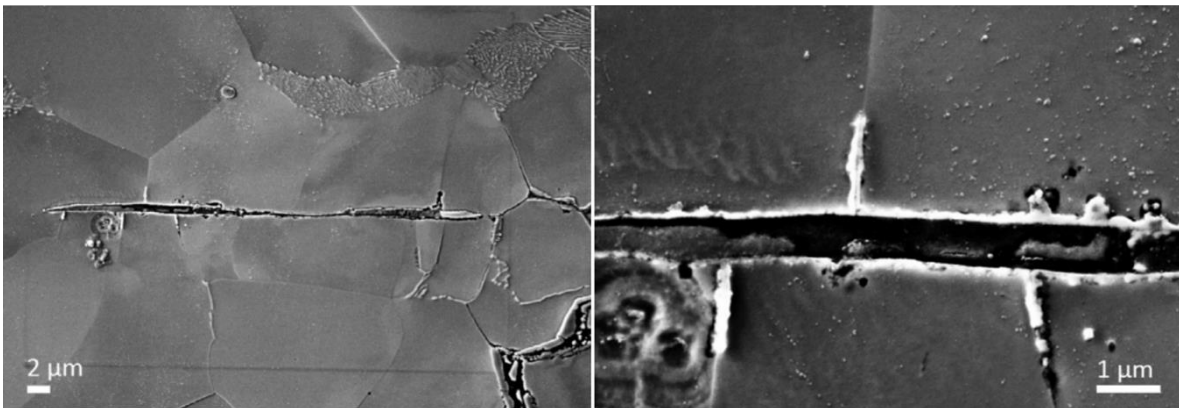


Figura 3. Micrografía a altas magnificaciones en MEB de una inclusión de MnS parcialmente disuelta dentro de una grieta intergranular.

Para hierros y aceros, la **Tabla 1** reporta los tipos de trampas de hidrógeno y su energía de unión asociada en conjunto con la temperatura requerida para su desgasificación, podemos observar que a mayor energía de unión del sitio de atrapamiento se requiere una temperatura de calentamiento mayor para expulsar el Hidrógeno de ella [12].

Tabla 1. *Propiedades de trampas de hidrógeno reversibles que existen en el hierro y el acero.*

Metal	Tipo de Trampa	Energía de Unión (kJ/mol)	Temperatura de Desgasificación (°C)
Fe	Matriz	7	25
	Límite de Grano	17	110
	Dislocación	20 – 26	200 – 215
	Micro-huecos	35 – 48	305
	Interfases de Carburos	97	725
Acero al Carbono (0.47% C)	Micro-huecos	35 – 48	480
AISI 4340	Dislocaciones	20 – 26	270
	Micro-huecos	35 – 48	340
	Inclusiones de MnS	72	495

1.1.2 Difusión de Hidrógeno

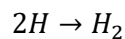
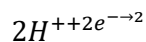
El hidrógeno atómico tiene diferente solubilidad en el acero, la cual depende de la estructura cristalina. Una vez que se disuelve en la capa superficial del material, el hidrógeno puede difundirse dentro del volumen interno del material fluyendo desde las zonas con alta concentración hacia las zonas de baja concentración. Asimismo, la difusividad en la red depende de la estructura cristalina. La difusión es el mecanismo prevaleciente que lleva a la interacción y el metal que explica la aparición de HID. La **Tabla 2** nos muestra los coeficientes de difusión reportados en la literatura de metales comúnmente utilizados en la industria [12].

Tabla 2. Coeficientes de difusión de hidrógeno en diferentes materiales a temperatura ambiente.

Material	D (m ² /s)
Acero al Carbono	2.5x10 ⁻¹⁰
Acero Inoxidable Ferrítico	10 ⁻¹¹
Acero Inoxidable Austenítico	2.15x10 ⁻¹⁶
Acero Inoxidable Martensítico	2x10 ⁻¹³
Acero Inoxidable Dúplex	10 ⁻¹³ a 10 ⁻¹⁴

1.1.3 Producción de Hidrógeno Atómico a Partir de un Proceso Catódico

Durante los procesos que involucran reacciones químicas, electroquímicas, protección catódica o corrosión en soluciones acidas, se puede llevar a cabo la reducción del hidrógeno sobre la superficie del metal, el mecanismo se sigue dos etapas, siendo la intermedia la formación de hidrógeno:



Cada una de estas etapas ocurre a su propia velocidad, generalmente muy una de la otra, y puede darse la situación en el que la segunda reacción sea más rápida o lenta que la primera, los dos casos son posibles:

- **Segunda reacción más rápida que la primera.** Tan pronto como el hidrógeno atómico se produce, se forma hidrógeno molecular y evoluciona en la solución, por lo tanto, el hidrógeno atómico no tiene tiempo de entrar al metal, para darse una idea, el 99% del hidrógeno atómico producido se combina y forma hidrógeno molecular y menos del 1% está disponible para entrar al metal.
- **Segunda reacción más lenta que la primera.** Esto ocurre cuando algunas especies químicas, llamadas venenos catódicos, que inhiben la formación de hidrógeno molecular, están presentes. Los venenos

catódicos pueden ser: azufre, arsénico, antimonio en fase metálica, y cianuros, sulfuros y sustancias orgánicas que contienen azufre en el electrolito. Solo una pequeña parte del hidrógeno atómico se recombina y forma hidrógeno molecular, mientras que el resto se concentra en la superficie del metal. En este caso, alrededor del 10% de hidrógeno atómico se combina en la solución mientras que el resto entra en el metal. La **Tabla 3** muestra el porcentaje de hidrógeno que entra en el acero en presencia de diferentes concentraciones de azufre en la solución [12].

Tabla 3. Porcentaje de hidrógeno que entra en el acero en presencia de diferentes contenidos de sulfuro en la solución.

[S ²⁻] en solución (ppm)	PH ₂ S en el gas en equilibrio con la solución (bar)	% de hidrógeno atómico que penetra en el acero
0.035		16
0.35	0.0001 (=0.0014 psi)	33
1	0.0003 (=0.004 psi)	40
13	0.0036 (0.05 psi)	60
100	0.028 (=0.39 psi)	75
1000	0.28 (=3.9 psi)	90
10,000	2.8 (=39 psi)	100
Ecuación extrapolada: Hab % $\cong 40 + 16 \cdot \log (\text{H}_2\text{S}, \text{ppm})$ [15]		

1.2 Agrietamiento Inducido por Hidrógeno (AIH)

Cuando el hidrógeno atómico, que se difunde a través de la red del acero, se encuentra con un micro-hueco, queda atrapado; en el momento en el que otro átomo de hidrógeno llega al mismo lugar, los dos se combinan para formar hidrógeno molecular que genera un extraordinario incremento en la presión interna de la cavidad. La presión se incrementa tanto que el acero no puede soportarlo, así que se agrieta o se deforma. Se estima que el hidrógeno molecular en forma de amollas puede alcanzar presiones tan altas como 10^4

bar, por esta razón, si una burbuja de hidrógeno se forma alrededor de una inclusión alargada de MnS el incremento de presión genera en la punta de la inclusión un incremento del campo de esfuerzos, que supera fácilmente los valores de tenacidad a la fractura en esa zona, causando la falla del material.

Cuando ocurre agrietamiento por el mecanismo anterior, el fenómeno recibe el nombre de Agrietamiento Inducido por Hidrógeno (AIH), cuando aparece cerca de la superficie se llama ampollamiento por AIH, este tipo de daño se muestra en la **Figura 4** [12].

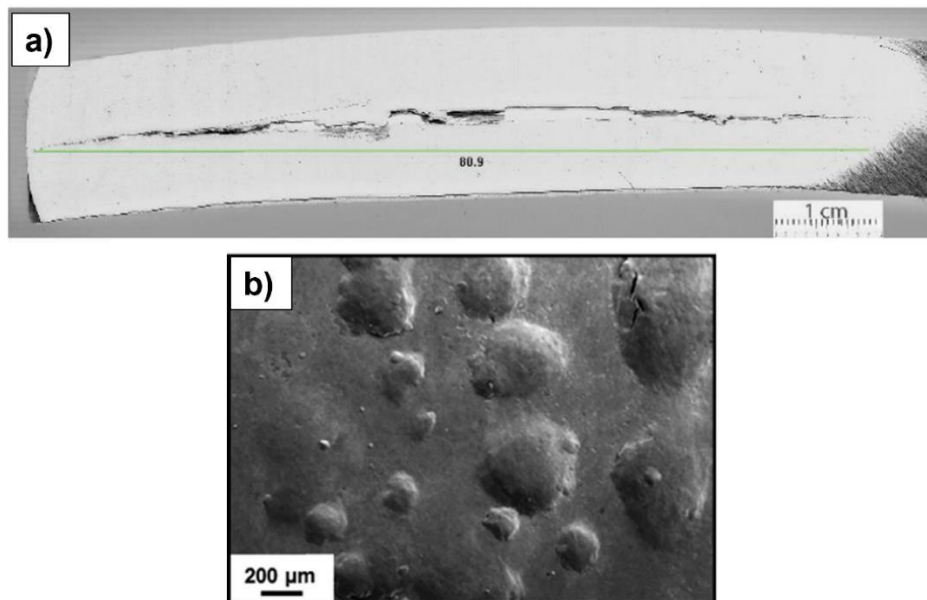


Figura 4. a) Laminación por AIH contenida a mitad del espesor [16] b) Ampollamiento por AIH en la superficie del material [17]

1.2.1 Nucleación de Grietas por AIH

Como se ha mencionado, los fenómenos corrosivos en la superficie de los aceros producen hidrogeno atómico, el cual se puede combinar para formar hidrógeno gaseoso o puede entrar en la red del acero. La representación del mecanismo de corrosión se muestra en la **Figura 5**, el cual ocurre mediante las siguientes reacciones:

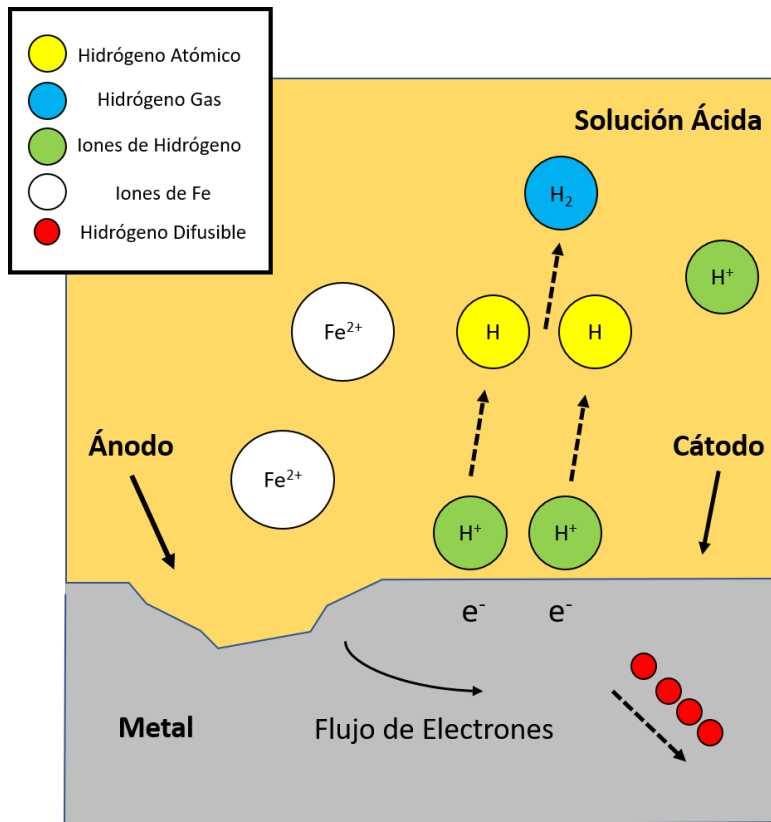
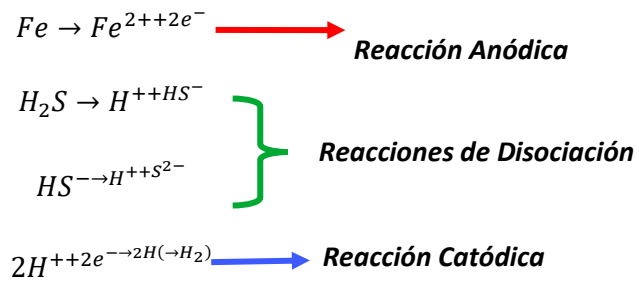


Figura 5. Mecanismo de corrosión para la formación de hidrógeno [18].

El pequeño tamaño de los átomos de hidrógeno le permite difundirse a través de los sitios intersticiales y en algunos defectos microestructurales, como las inclusiones no metálicas o precipitados alargados, este hidrogeno atómico queda atrapado, se recombina para formar hidrógeno molecular el cual incrementa la presión en el volumen entre la discontinuidad y el metal produciendo la nucleación de microgrietas, lo que da origen al AIH, **Figura 6** [18].

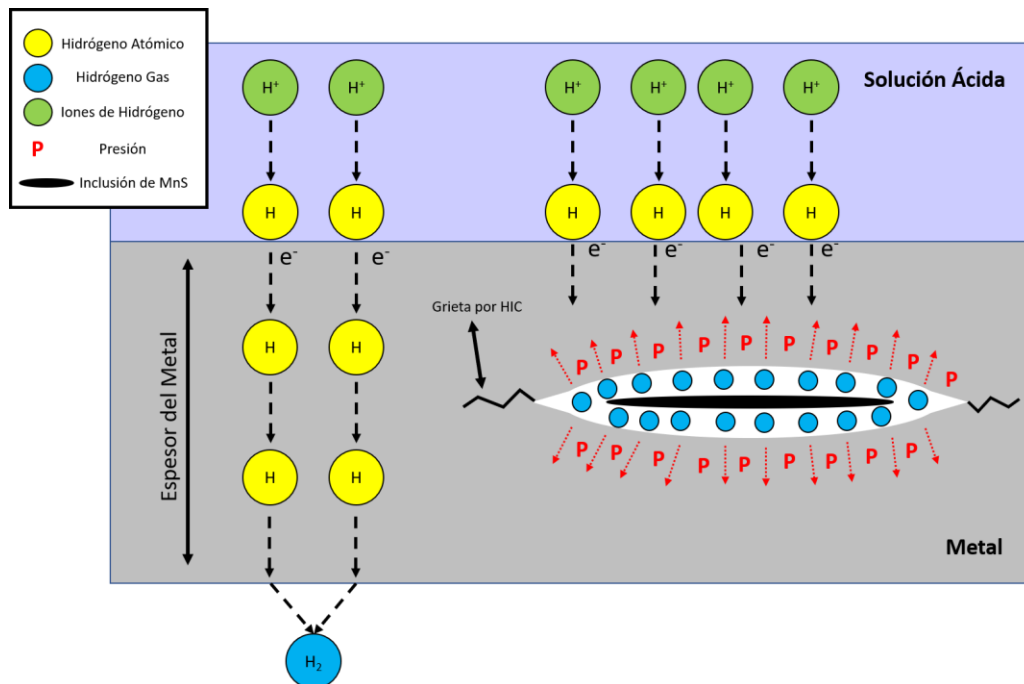


Figura 6. Mecanismo de nucleación de grietas por AIH.

1.2.2 Crecimiento e Interconexión de Grietas por AIH

Una vez que una grieta por AIH nuclea en un sitio de atrapamiento, si el flujo de hidrógeno se mantiene constante, la grieta crece, cuando dos o más grietas crecen lo suficiente para unirse y crear una grieta de mayor tamaño se dice que el fenómeno ha alcanzado la etapa de coalescencia de grietas. La coalescencia de grietas es una forma avanzada de AIH que en algún punto lleva a la falla del componente, esta puede darse de dos maneras distintas: a) Interconexión coplanar (**Figura 7**), que se origina cuando dos grietas en un

mismo plano se interconectan generando una grieta de mayor tamaño; b) Interconexión No Coplanar (*Stepwise Cracking*), ocurre cuando dos grietas en diferentes planos se interconectan formando un escalón. De acuerdo con algunas investigaciones la interconexión de grietas no coplanares tiene un mayor impacto en la pérdida de la resistencia mecánica del material debido a los altos valores del campo de esfuerzos producto de la interacción de las grietas, **Figura 8** [10].

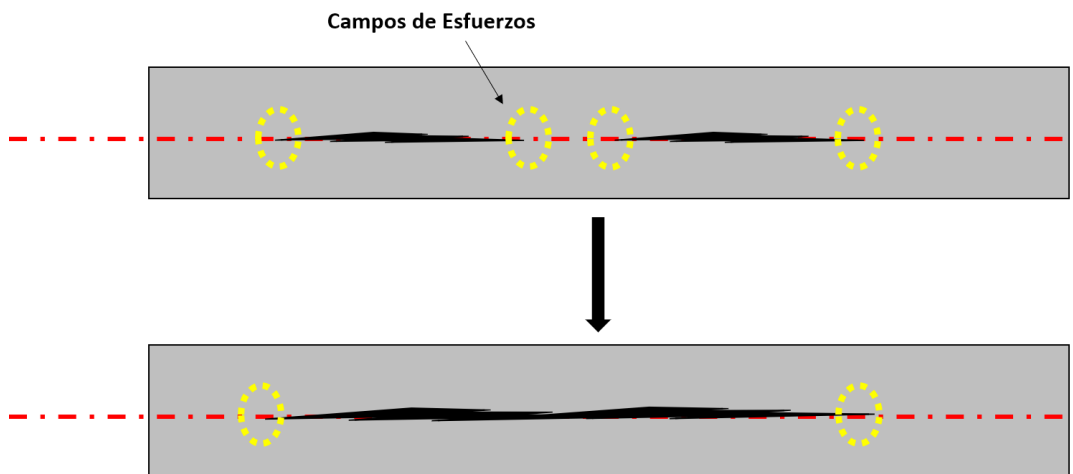


Figura 7. Representación de Interconexión de grietas de tipo coplanar.

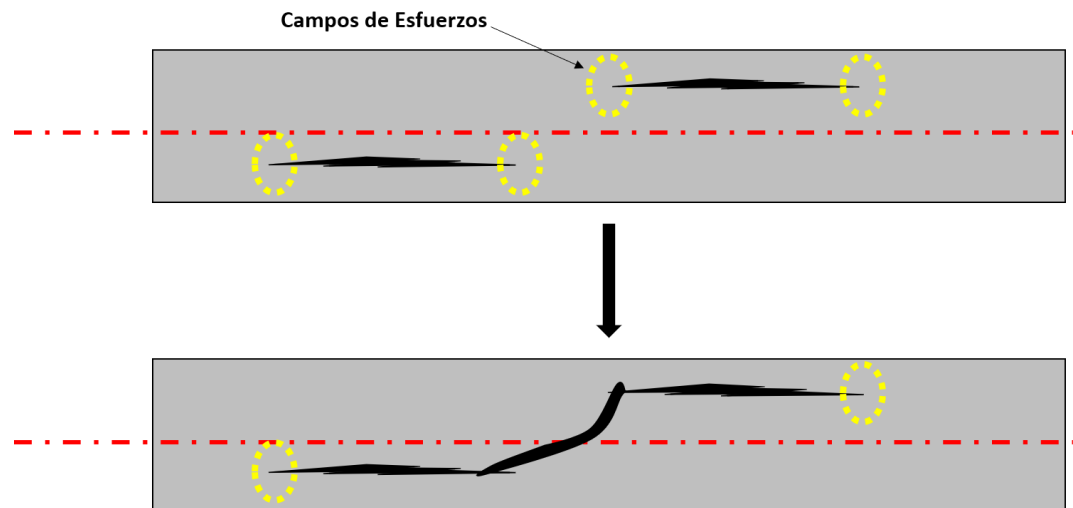


Figura 8. Representación de Interconexión de grietas de tipo no coplanar.

1.2.3 Prevención del AIH

La prevención de AIH en aceros se concentra en las siguientes dos estrategias:

- Reducción de la velocidad de producción de hidrógeno mediante el uso de inhibidores de la corrosión (En la práctica, el tiempo incrementa proporcionalmente con la eficiencia del inhibidor, por lo tanto, una eficiencia del 90% incrementa el tiempo necesario para la falla en diez veces).
- Utilizar aceros resistentes al AIH, también llamados aceros para servicio amargo, los cuales se manufactura considerando la reducción o prevención de la formación de sulfuro de manganeso por medio de la adición de elementos más reactivos con el azufre que con el manganeso, como calcio o cesio los cuales forman sulfuros duros, los cuales no se deforman durante el proceso de deformación en caliente, o disminuyendo el contenido de azufre en el acero por debajo de las 20 ppm [1, 12].

1.3 Evaluación a la Susceptibilidad del AIH

1.3.1 El Estándar Internacional NACE TM 0284

Propuesto por la *National Association of Corrosion Engineers* (NACE), el estándar internacional NACE TM 0284 proporciona una metodología para la evaluación de la resistencia al agrietamiento inducido por hidrógeno en aceros para tuberías y recipientes a presión, consiste en sumergir las muestras de acero, en ausencia d carga, en una de las soluciones estándar:

- **Solución A)** Solución de Cloruro de Sodio (NaCl) y Ácido Acético (CH₃COOH en una atmosfera saturada con Ácido Sulfhídrico (H₂S) a temperatura ambiente y presión atmosférica.
- **Solución B)** Solución sintética de agua de mar saturada con Ácido Sulfhídrico (H₂S) a temperatura ambiente y presión atmosférica.

El tiempo de exposición de las muestras es durante 96 horas, después de este tiempo son removidas para continuar con la evaluación. El estándar no pretende simular las condiciones de una muestra en servicio que sufre AIH, sino promover el mecanismo de manera reproducible para evaluar la susceptibilidad de AIH en diferentes muestras de acero en tiempos cortos. La **Figura 9** muestra el esquema del arreglo experimental que se utiliza para realizar la prueba.

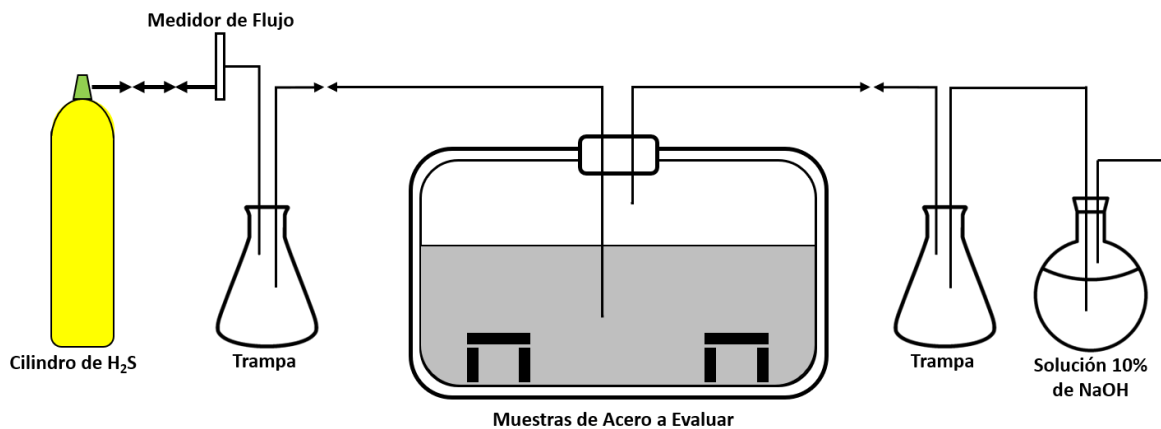


Figura 9. Arreglo Experimental para llevar a cabo la prueba NACE TM 0284.

El estándar especifica las características que debe tener la muestra en función de la configuración y dimensiones de esta, las superficies de la muestra deben tener un acabado en lija 329 y estar previamente desengrasadas y enjuagadas. Al terminar el tiempo de exposición, la muestra debe limpiarse para remover cualquier depósito sobre su superficie, realizar pulido en acabado espejo y finalmente atacadas para distinguir claramente las grietas generadas y realizar su medición, la **Figura 10** muestra el procedimiento para realizar la medición de las grietas, así como sus consideraciones [19].

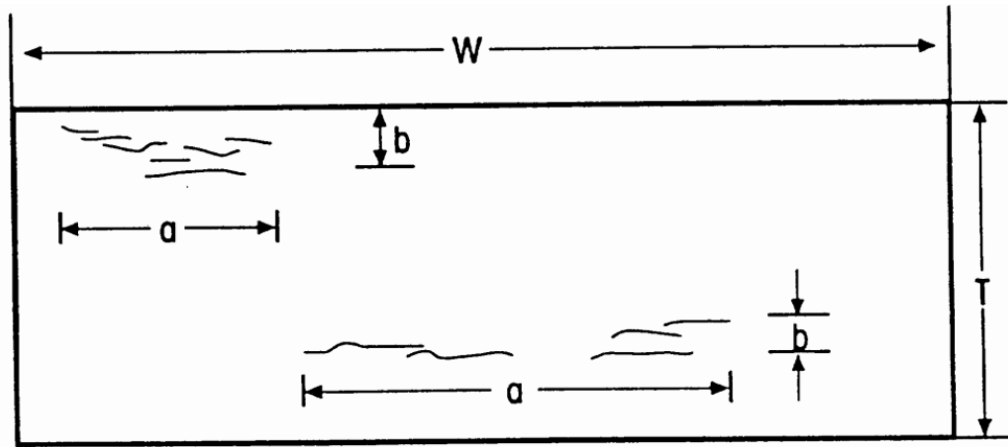


Figura 10. Metodología para dimensionar las grietas según lo descrito en el estándar.

Donde a = Longitud de la grieta, b = Espesor de la grieta, W = Ancho de la muestra y T = Espesor de la muestra

Una vez dimensionadas las grietas se procede a realizar el cálculo de los parámetros: *Crack Sensivity Ratio* (CSR), *Crack Length Ratio* (CLR) y *Crack Thickness Ratio* (CTR), utilizando las fórmulas dadas en la norma.

1.3.2 El Estándar Internacional ISO/FDIS 17081

Mediante este estándar es posible medir la permeación de hidrógeno y evaluar la difusividad efectiva de los átomos de hidrógeno, este estándar es de gran utilidad para determinar los sitios de atrapamiento reversibles e irreversibles en un material, la técnica hace uso de una técnica electroquímica en la cual se coloca una muestra metálica de un espesor delgado entre la celda de cargado, que contiene un medio ambiente en el que se genera la formación de átomos de hidrógeno por medio de reacciones electroquímicas, y una celda de oxidación, en la que se expulsan estos átomos de hidrógeno que hayan permeado la lámina del metal, la configuración de este sistema se muestra en la **Figura 11**.

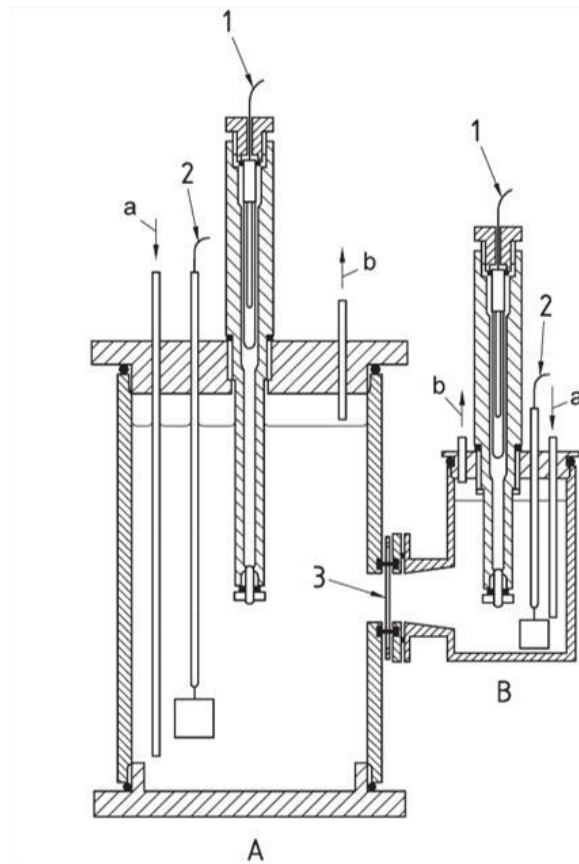


Figura 11. Celda para la medición de permeación de hidrógeno de acuerdo con la norma ISO/FDIS 17081.

Donde A = Celda de carga, B = Celda de Oxidación, 1 = Electrodo de Referencia, 2 = Contraelectrodo, 3 = Muestra a evaluar, a = Entrada de Gas y b = Salida de Gas.

Para la evaluación de muestras de acero al carbono, la norma recomienda en el apéndice A el uso de una solución de NaOH con concentración de 0.1 a 1 mol/L para la celda de oxidación, un potencial de +300 mV, un electrodo de referencia de calomel saturado. Como se ha mencionado, los defectos microestructurales actúan como sitios de atrapamiento de hidrógeno, lo cual retarda la difusión de hidrógeno a través del material. Al realizar una prueba de permeación de hidrógeno, la cantidad

de hidrógeno que no es expulsada del material puede ser usada para evaluar sitios de atrapamiento irreversibles [20].

CAPÍTULO II: ESTADO DEL ARTE

En 1997, González et al. Propusieron una ecuación para el cálculo de la velocidad de crecimiento de grietas por AIH basándose en criterios de mecánica de fractura lineal elástica considerando que las grietas generadas por AIH tienen forma de un disco paralelo a la pared localizada de la placa, un flujo de hidrógeno constante y un material sólido lineal-elástico e isotrópico, sin embargo no considera una gran variedad de factores como la forma de la grieta, la microestructura, la difusión de hidrógeno de la cavidad a la red, etc., aun así la concordancia del modelo y los resultados experimentales son aceptables [11].

A. Morales et al. Analizaron grietas de tipo planar formadas a diferentes profundidades del espesor del tubo, como las ocasionadas por AIH. Utilizando el método de elemento finito, modelaron la interacción de grietas presurizadas en la pared del tubo antes de su coalescencia, consideraron condiciones no lineales del material bajo la ley de endurecimiento isotrópico con las propiedades mecánicas de un acero grado API 5L-X52. Encontraron que existe una presión crítica de tipo potencial que produce la interacción que plastifica la región entre las grietas, lo que ocasiona la interconexión escalonada [21].

En 2004, Serebrinsky et al. Presentaron un modelo de fragilización por hidrógeno basándose en una ley cohesiva dependiente, una ecuación de difusión asistida por esfuerzos y un análisis estacionario continuo de crecimiento de grietas incluyendo plasticidad. Consideraron un factor de agrietamiento intermitente el cual atribuyeron al tiempo de la difusión de hidrógeno a través de la zona cohesiva. Las predicciones del modelo tienen un buen ajuste con las mediciones realizadas [22].

González y Morales estudiaron los campos de interacción de laminaciones presurizadas no coplanares en la pared de una tubería bajo presión utilizando método de elemento finito con condiciones no lineales, considerando una ley de endurecimiento isotrópico y propiedades mecánicas

de tensión reales de un acero API 5L-X52. Sus resultados muestran que, para dos laminaciones no coplanares, la presión crítica sigue la tendencia de una ley de tipo hiperbólica, este esfuerzo crítico causa plastificación en la zona interlaminar, lo que genera un escalón que interconecta las dos grietas [23, 24].

Ahn et al. Por su parte, usando método de elemento finito estudiaron el efecto del hidrógeno en la propagación dúctil en aleaciones metálicas ligando efectos de nivel microestructural como lo es el crecimiento de huecos y su coalescencia con efectos a nivel macroscópico con el propósito de generar una metodología para simular las condiciones bajo las cuales la plasticidad generada por la presencia de hidrógeno lleva a una fractura que macroscópicamente parece frágil. Los resultados numéricos muestran que, en un acero A533B, la aceleración de la nucleación y coalescencia de huecos promueve la propagación de grietas al ligarse múltiples huecos en la punta de la grieta [6].

Olden et al. Generaron una recopilación de literatura publicada sobre difusión de hidrogeno y agrietamiento asistido por hidrógeno en aceros inoxidable. La mayoría de la literatura consultada se relaciona con microestructuras super martensíticas, dúplex y super dúplex, los modelos para la difusión de hidrogeno y para el agrietamiento asistido por hidrógeno fueron presentados y revisados como un posible método para construir un puente entre la modelación de micro mecanismos de fractura en la zona de proceso y para la respuesta global de la fractura [7].

Mohtadi-Bonab et al. Realizaron un estudio comparativo del comportamiento de aceros API 5L X60 y X70 que sufren HIC usando análisis de permeación de hidrogeno, técnicas de microimpresión para medir la descarga de hidrógeno, pruebas estándar de AIH y su correlación con la microestructura, tipo y morfología de inclusiones. Establecieron que en este tipo de aceros las inclusiones no tienen una influencia notoria en la generación de AIH como lo tienen los límites de grano donde encontraron

altas concentraciones de hidrógeno. Encontraron una importante relación entre la velocidad de agrietamiento y la susceptibilidad al AIH con la reversibilidad de los sitios de atrapamiento de hidrógeno [25].

En 2014, Perla Vázquez en su tesis de maestría del Instituto Politécnico Nacional promovió el fenómeno de AIH en tres diferentes muestras de acero grado API 5L por medio de cargado catódico, sus resultados experimentales mostraron que, durante las primeras horas de exposición, la cinética propagación del agrietamiento es rápida y con un crecimiento lineal, y después de un tiempo determinado comienza una disminución en la velocidad de agrietamiento [9].

Dadfarnia y colaboradores, en 2014 proponen un modelo de propagación de grietas por AIH en el que consideran que el hidrógeno reduce la tenacidad a la fractura del material y que la propagación toma lugar cuando el esfuerzo en la punta de la grieta sobrepasa el valor local de tenacidad a la fractura. El modelo utiliza una simulación por método de elemento finito de propagación de grietas en simultaneo con una modelación de difusión de hidrógeno en el material, los resultados muestran la existencia de dos etapas con diferente velocidad de propagación, sin embargo, no se realiza una comparación del modelo con resultados experimentales [4].

En 2015, se desarrolló un modelo matemático que describe el área total agrietada en una placa de acero en función del tiempo de exposición a tres diferentes densidades de corriente aplicadas en un cargado catódico, el modelo muestra un buen ajuste con respecto a los datos experimentales y se realizó una relación entre las constantes de ajuste obtenidas mediante la parametrización del modelo con respecto a sus características metalúrgicas [5].

Nardo et al. Presentaron el diseño y desarrollo de una técnica optimizada de ultrasonido de arreglo de fases para la detección y medición de fallas generadas por AIH, los materiales evaluados contenían defectos de

operación y fueron inspeccionados en condiciones de servicio. Sus resultados muestran una mejora significativa usando su metodología en comparación a las técnicas tradicionales de inspección en términos de sensibilidad y resolución para este tipo de daño en específico. Señalan que la posibilidad de reconstruir la geometría del componente a partir de los escaneos, incluyendo defectos presentes en su volumen, representan la solución ideal para un proceso viable de transferencia de datos para una subsecuente evaluación de aptitud para el servicio [16].

En 2017, se introdujo una nueva ecuación para modelar la presión de equilibrio en cavidades de presión interna generadas por hidrogeno a alta presión. La ecuación propuesta muestra que, para una fugacidad dada, impuesta por una ley de Sievert, la presión correspondiente es significativamente mayor. Las presiones calculadas por medio de este modelo dependen de la solubilidad del hidrogeno, el cual difiere entre la matriz y las bandas de segregación y tienden a valores de equilibrio obtenidos de una aproximación de balance de masa [26].

Otro estudio importante para la detección del AIH por medio de ultrasonido fue desarrollado por Baik et al. En 2018, utilizaron una unidad controlada de tres ejes la cual fue diseñada para el estudio de una muestra de acero API 5L-X80 a la cual se le generaron grietas por AIH al sumergirlo en una solución estándar durante 24 horas, los resultados de la inspección indican que la iniciación de AIH se relaciona a las inclusiones de óxido de silicio y aluminio [27].

A. Tradia et al., uno de los investigadores que más se ha dedicado al estudio de AIH publicó una recopilación de algunos modelos de agrietamiento asistido por hidrógeno para la aplicación en predicción de la vida remanente, así como los desafíos en la industria del petróleo y gas natural para su implementación. Comparó los modelos en términos de su habilidad para prevenir el límite del factor de intensidad de esfuerzos y la cinética de agrietamiento, la fragilización por hidrogeno y la subsecuente fractura [3].

Una de las últimas investigaciones realizadas para la evaluación de AIH fue publicada por Shiraiwa et al. En 2020, analizaron el comportamiento de AIH un acero compuesto principalmente por una microestructura martensítica. Usando la técnica de emisión acústica detectaron la iniciación de AIH y por medio de método de elemento finito simularon el tiempo de evolución y la difusión de hidrogeno. Los resultados mostraron que el criterio de agrietamiento generado por emisión acústica y método de elemento finito es útil para predecir el comportamiento de agrietamiento y para determinar una temperatura de precalentamiento para así prevenir la formación de AIH [28].

CAPÍTULO III: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.1 Matriz Experimental

Para el desarrollo experimental de este trabajo se analizaron tres aceros con diferente especificación API 5L, se obtuvieron tres placas de cada uno con el propósito de estudiar la cinética de crecimiento e interconexión de grietas generadas por el fenómeno de Agrietamiento Inducido por Hidrógeno. La **Tabla 4** muestra la matriz experimental de las variables para el cargado catódico.

Tabla 4. Matriz experimental para cargado catódico.

Identificación	A _{IC1}	A _{IC2}	A _{IC3}
Acero API 5L	X46	X56	X52
Espesor	0.9 in	0.75 in	0.94 in
Diámetro del Tubo	18 in	24 in	18 in
Densidad de Corriente para Cargado	10 mA/cm²		
Intervalos de Inspección Ultrasónica	12 horas		
Tiempo de Exposición	468 horas		
Número de Muestras	3		

3.2 Materiales

Los materiales utilizados en esta experimentación son secciones de tubería retirada de servicio y fueron identificados como A_{IC1}, A_{IC2} y A_{IC3}, estas secciones de tubería satisfacen la especificación API 5L y corresponden a los grados: X46, X56 y X52 respectivamente y se obtuvieron tres muestras para cargado catódico de cada uno.

Para obtener las muestras se realizó un primer corte por medio de oxiacetileno, posteriormente se llevó a cabo un corte mecánico de una pulgada de cada lado de la placa para remover la zona afectada por el calor (HAZ), las dimensiones finales de las placas para cargado catódico fueron de 12 cm en la dirección longitudinal y 18 cm en la dirección radial (**Figura 12**)

y recibieron una preparación metalográfica a grado 600 para asegurar una superficie uniforme.

Con el fin de representar los resultados de las muestras se dibujó una cuadrícula en la superficie externa de las muestras de 17 X 8 con un espaciamiento entre cuadros de 1 cm. Para descartar la presencia de discontinuidades que pudieran afectar los resultados de la prueba, cada una de las muestras recibió una inspección inicial utilizando un equipo de ultrasonido de haz recto.

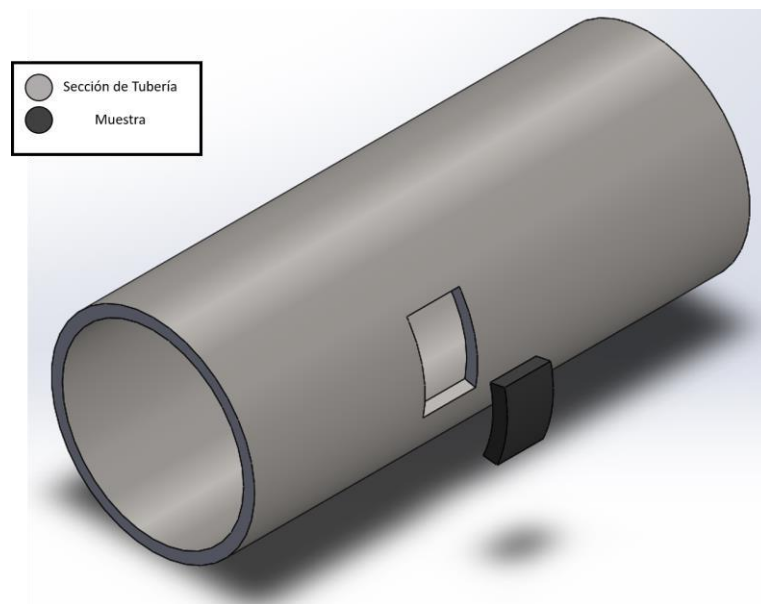


Figura 12. Isométrico de la sección de tubería con respecto a las muestras utilizadas para el cargado catódico.

3.3 Caracterización de los Aceros a Evaluar

3.3.1 Análisis Químico

Para la determinación de los elementos presentes en cada una de las muestras se utilizó un equipo de espectrometría de emisión por chispa de argón, el equipo genera un arco eléctrico o chispa cuando se pone en contacto con la muestra, lo que la calienta hasta 10,000 K para excitar los átomos, los cuales emiten luz en diferentes longitudes de onda que son analizadas por el equipo.

La preparación de la muestra para esta prueba se realizó utilizando secciones de 5 cm x 5 cm del material, la superficie fue rectificada y desbastada en seco utilizando lija de óxido de aluminio hasta grado 600.

El equipo fue calibrado utilizando patrones estándar de acuerdo con el manual de operación y es capaz de identificar los siguientes elementos: Carbono, Silicio. Manganeso, Fosforo, Azufre, Cobre, Aluminio, Cromo, Molibdeno, Níquel, Vanadio, Cobalto, Tungsteno. Boro y Hierro.

3.3.2 Análisis Metalográfico

Se evaluaron las superficies longitudinal, transversal, superficial interna y superficial externa de cada uno de los aceros utilizados con la finalidad de caracterizarlos e identificar sus variables microestructurales. La preparación de muestras se llevó a cabo de acuerdo con lo establecido en el estándar internacional ASTM E3, en la que se proporciona la metodología adecuada para la selección, limpieza, corte, montaje, desbaste y pulido de la muestra [29].

La determinación del porcentaje de inclusiones no metálicas y cuantificación del contenido de segundas fases se realizó de acuerdo con lo descrito en la norma ASTM E1245, mientras que la determinación del tamaño de grano se realizó tomando en cuenta las consideraciones del estándar ASTM E1382. Para revelar la microestructura de las superficies pulida, una vez realizada la preparación metalográfica, se sumergieron 15 segundos en reactivo Nital 3%, el cual está constituido por 3 ml de ácido nítrico disuelto en 97 ml de alcohol etílico. El reactivo Nital 3 es uno de los más comunes

para llevar a cabo el ataque químico de aceros al carbono y de baja aleación, este reactivo se designa con el número 74 en el estándar internacional ASTM E 407 [30–32].

El análisis metalográfico se llevó a cabo con la ayuda de un microscopio óptico el cual se apoya en el software de análisis de imágenes.

3.3.3 Prueba de Tensión Uniaxial

Para la obtención de las propiedades mecánicas en tensión uniaxial se utilizaron probetas planas reducidas de las direcciones longitudinal y transversal de los aceros a evaluar, tomando en consideración las dimensiones establecidas en el estándar ASTM E8/E8M, la prueba fue realizada por triplicado en cada uno de los aceros para desprejar cualquier error y se llevó a cabo a temperatura ambiente [33].

Se empleó una maquina universal modelo “*Shimadzu AGS-X*” con capacidad de carga de 300 kN, la cual ejerce una carga uniaxial sobre la muestra y registra los valores mediante un software, el cual proporciona un gráfico de esfuerzo vs porcentaje de deformación, estos resultados permiten obtener los valores de esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo a la tensión, con estos valores fue posible obtener la denominación del grado API 5L de los aceros ya que al momento de la selección de los materiales no se contaba con la hoja de especificaciones del fabricante.

3.3.4 Prueba de Impacto Charpy

Se obtuvieron los valores de energía de impacto absorbida de los tres aceros mediante la metodología descrita en el estándar internacional ASTM E23, en esta norma se describen los requerimientos para las muestras y el procedimiento general de la prueba, la configuración de las muestras fue de 10 mm x 10 mm con una entalla tipo A con radio de 0.25 mm con abertura de 45°, la prueba se realizó a 0°C y el equipo utilizado consta de un péndulo Charpy conectado a un equipo de cómputo con un software para la medición

de resultados, el cual se encuentra en el Laboratorio de Pruebas Físicas del Departamento de Ingeniería en Metalurgia y Materiales [34].

3.3.5 Prueba de Dureza

Para obtener una caracterización mecánica completa se realizó una prueba de dureza a los tres aceros mediante lo establecido en la norma ASTM E18, se obtuvieron muestras de 5 cm x 5 cm de cada uno de los aceros y se desbastaron en seco con lija de óxido de aluminio hasta grado 600 [35].

El equipo utilizado fue un durómetro análogo marca Wilson, con una carga de 100 kgf y un indentador esférico de acero de 1/16” para dureza Rockwell B, el equipo contaba con la calibración vigente al momento de las pruebas y se encuentra dentro del Laboratorio de Pruebas Mecánicas del Grupo de Análisis de Integridad de Ductos.

3.4 Metodología para Cargado Catódico

3.4.1 Solución Electrolítica

Como se mencionó en las consideraciones teóricas, el Agrietamiento Inducido por Hidrógeno se produce cuando el acero está expuesto a ambientes amargos, es decir, con presencia de ácido sulfhídrico (H_2S) y humedad; sin embargo, la manipulación de este tipo de ácidos requiere una manipulación compleja debido a sus altos niveles de toxicidad, como alternativa para este experimento se consideró una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) disuelto en agua con un pH de 1.3, para el control del pH se utilizó un pH-metro marca OATON modelo pH700.

El uso de H_2SO_4 ha sido reportado en numerosos trabajos como una alternativa viable para reproducir el fenómeno de Agrietamiento Inducido por Hidrógeno, por lo que a pesar de que a condiciones de operación el fenómeno se lleva a cabo en medios con H_2S , el objetivo de este trabajo no es simular condiciones de uso industrial, sino generar la cantidad de hidrógeno necesaria para que el fenómeno se desarrolle en el material a evaluar.

Se llevó a cabo un monitoreo de pH de la solución cada 12 horas y debido a que la matriz experimental plantea la exposición durante 468 horas, la solución fue renovada cada 120 horas, esto con el objetivo de evitar cambios drásticos en las condiciones experimentales.

3.4.2 Solución Veneno

Para que se desarrolle el fenómeno de AIH en un material, es necesario que exista hidrógeno atómico disponible en la solución para que se adsorba y difunda en el material; sin embargo, como se mencionó en el apartado 1.1.3 para evitar que la reacción recombinación de hidrógeno atómico a hidrógeno molecular sea instantánea se necesita la presencia de un veneno catódico, al no utilizar una solución de H₂S para el desarrollo de este experimento, no había una producción de iones sulfuro que fungieran como el veneno catódico, por lo que para solucionar esta situación se planteó el uso de una “*Solución Veneno*”.

La solución veneno consiste en 2g de fósforo rojo (P) diluidos en 40 ml de bisulfuro de carbono (CS₂), de la cual se aplicaron 20 gotas cada 12 horas durante todo el proceso de cargado catódico, el uso de estos compuestos como solución veneno se debe a su producción de iones sulfuro y fósforo, los cuales han sido reportados por diversos autores como venenos catódicos.

3.4.3 Montaje de Celda

Para la construcción de la celda para cargado catódico se utilizó un recipiente con paredes de acrílico y una pared compuesta por una placa de acero API 5L con la preparación descrita en la sección 3.2 para contener la solución electrolítica (**Figura 13**). Para realizar la unión de la placa de acero con el acrílico se utilizó un sellador elástico de poliuretano, el correcto desempeño de este sellador para contener la solución fue probado durante 168 horas para asegurar que la celda no presentara fugas durante el cargado catódico.

La **Figura 14** muestra una vista superior y lateral del diseño propuesto para llevar a cabo la prueba de cargado catódico para las muestras de los tres aceros.

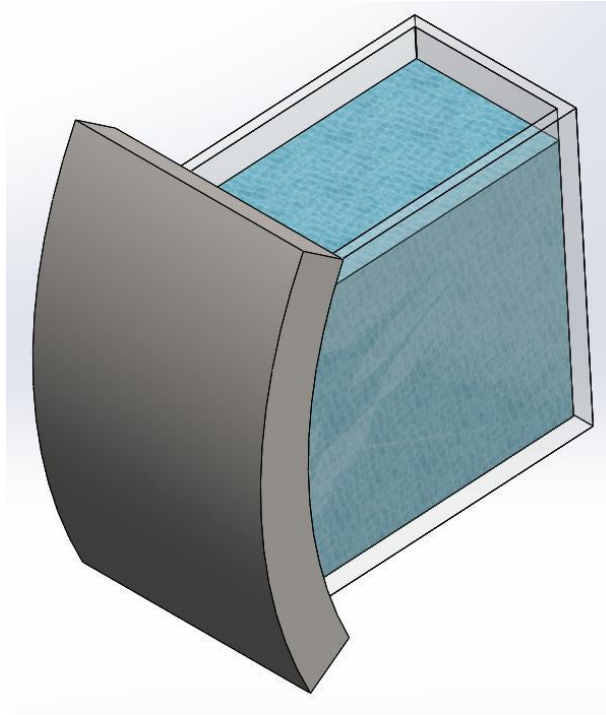


Figura 13. Isométrico de la Celda para Cargado Catódico.

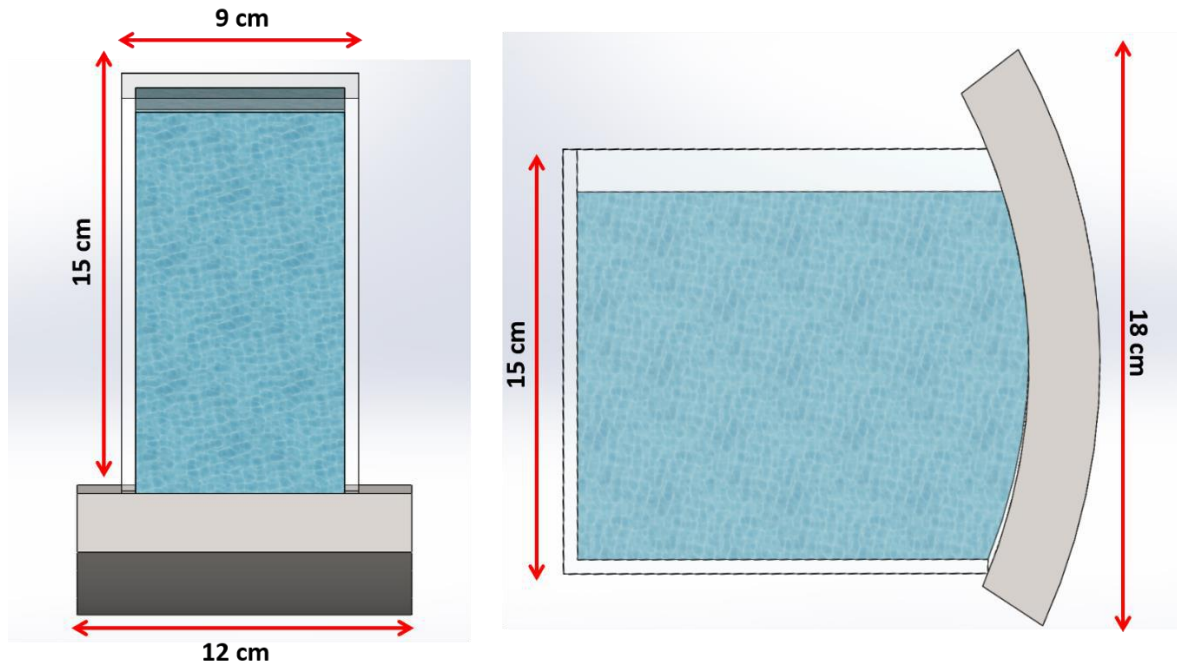


Figura 14. Dimensiones de la Celda para Cargado Catódico.

3.4.4 Electrodo de Grafito

Para cerrar el circuito de la celda de cargado se seleccionó el uso de grafito como contraelectrodo, el cual realizará la función de ánodo en la celda, el uso de este material se debe a que el grafito es inerte dentro del sistema.

La construcción de este electrodo consta de 3 placas de grafito con dimensiones de 15 cm de alto, 5 cm de ancho y 1.5 cm de espesor, las cuales fueron perforadas con la ayuda de un tornillo de banco con un espaciamiento de 1 cm entre cada perforación con la intención de incrementar la relación ánodo/cátodo e incrementar la eficiencia de la producción de hidrógeno atómico, las tres placas se conectaron entre si con la ayuda de un cable de cobre de calibre 10 y la conexión fue aislada usando tubo termo contráctil.

3.4.5 Diagrama Eléctrico y Reacciones en la Celda

La **Figura 15** muestra el diagrama eléctrico que se siguió para llevar a cabo el cargado catódico, se suministró corriente directa por medio de una fuente de poder la cual cuenta con modo de corriente constante, la placa de acero

fue conectada al polo negativo de la fuente para que actuara como cátodo a su vez se realizó una conexión en serie de un amperímetro para monitorear la corriente de salida de cada celda para monitorear posibles fallas en el sistema y los electrodos de grafito fueron conectados al polo positivo tomando el rol de ánodo en el sistema, debido a que el área de exposición era diferente para cada celda se realizó el cálculo correspondiente para cada una con la intención de que todas estuvieran expuestas a una densidad de corriente de 10 mA/cm^2 esta información se muestra en la **Tabla 5**.

Debido a que la placa de acero realiza la acción de cátodo dentro del sistema, el material se encuentra sometido a una protección catódica por lo que su reacción de oxidación no puede llevarse a cabo, los electrodos de grafito, al ser de un material inerte en el sistema tampoco tienen participación en el mismo, por lo tanto, la única reacción producto del cargado catódico es la reacción de disociación del H_2SO_4 , la cual es la siguiente:

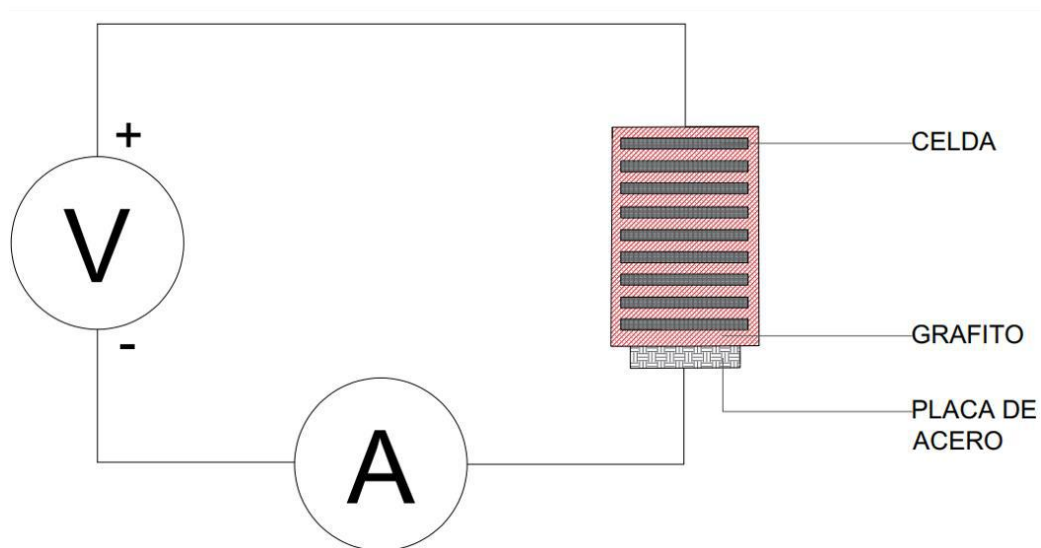
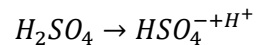


Figura 15. Diagrama Eléctrico para Celda de Cagado Catódico.

Tabla 5. Consideraciones para Corriente de Celdas de Cargado Catódico.

<i>Prueba</i>	A_{IC1}			A_{IC2}			A_{IC3}		
	1.1	1.2	1.3	2.1	2.2	2.3	3.1	3.2	3.3
<i>Área de Exposición (cm²)</i>	80.5	68.25	66	79.3	63	65	75	71.5	60
<i>Corriente Aplicada (mA)</i>	800	680	660	800	630	650	750	710	600
<i>Densidad de Corriente</i>	10 mA/cm²								

3.5 Metodología para Inspección Ultrasónica

3.5.1 Barrido Tipo “A” con equipo “Raptor Imaging Flaw Detector”

Se realizó una inspección de todas las placas usadas para cargado catódico en periodos de 12 horas durante todo el experimento para la detección y seguimiento del crecimiento de las grietas generadas por AIH con el equipo “Raptor Imaging Flaw Detector” de la marca NDT Systems, se seleccionó esta técnica basándose en las recomendaciones de Inspección de AIH del estándar NACE S0296-2010.

Para llevar a cabo la inspección se colocó un transductor de 5 MHz y diámetro de 0.5 pulgadas sobre la superficie externa de la placa de acero a la cual se le aplicó una película de acoplante de goma de celulosa en cada una de las mediciones y se desplazó sin perder contacto a lo largo de la cuadrícula dibujada sobre la muestra. La respuesta proporcionada por el equipo de ultrasonido al encontrar una discontinuidad consiste en la presentación de un eco que interrumpe el trayecto del haz, al contar con la función de detección de falla lineal el equipo marcaba con un punto el eco correspondiente a la falla y su porcentaje de amplitud, mediante estas funciones es posible determinar la profundidad a la que se encontraban las grietas, así como su magnitud.

El equipo fue calibrado antes de cada una de las inspecciones utilizando patrones estándar y la metodología propuesta por el fabricante. Es importante señalar que el uso de esta técnica de inspección por contacto tiene la limitante de que al existir una grieta en un plano superior a otra el equipo no será capaz de identificar de manera adecuada el eco producido por la grieta en el plano inferior o mostrará ruido, lo cual dificulta su interpretación, esto genera posibles resultados no uniformes (**Figura 16**).

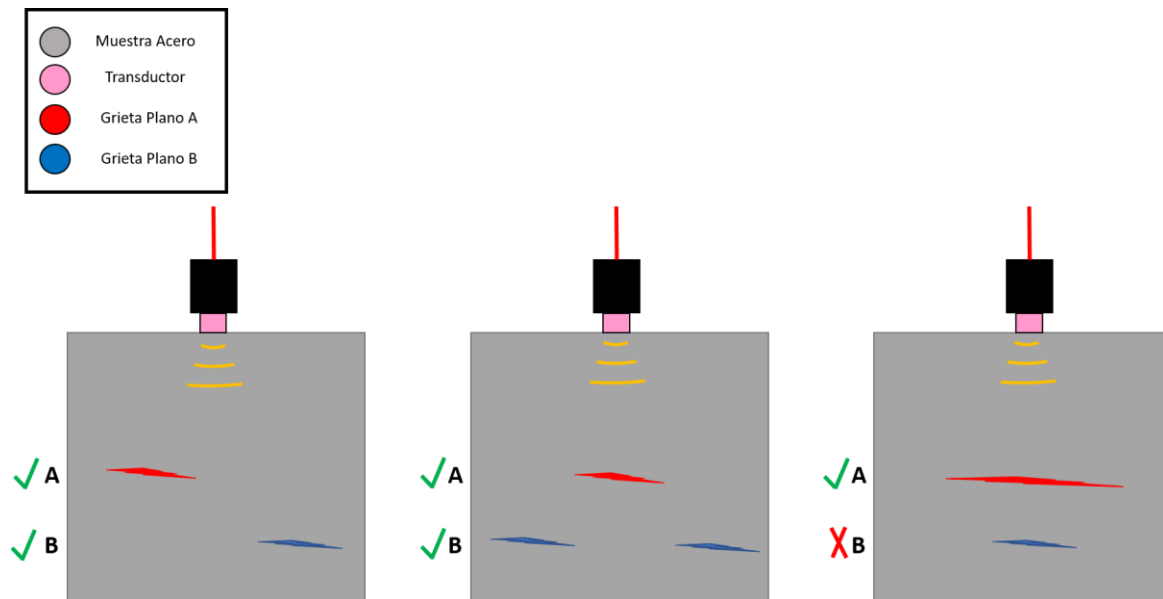


Figura 16. Representación Gráfica de Limitantes de Detección para Ultrasonido Tipo “A”.

CAPÍTULO IV: RESULTADOS

4.1 Caracterización Metalúrgica de los Aceros

4.1.1 Análisis Químico

Las **Tablas 6 – 8** corresponden a los resultados del análisis químico realizado a los aceros A1C1, A1C2 y A1C3, respectivamente y fueron comparados con los requerimientos en composición química establecidos en el estándar API 5L.

Tabla 6. Análisis Químico del Acero Identificado Como A1C1.

<i>Contenido de Elementos de Aleación (% Peso)</i>								
C	SI	Mn	P	S	Cu	Al	Cr	Mo
0.209	0.341	1.04	0.01	0.023	0.082	0	0.142	0.063
Ni	V	Ti	Nb	Co	W	B	Fe	
0.029	0.029	0.002	0.01	0.009	0.006	0	98	

Tabla 7. Análisis Químico del Acero Identificado Como A1C2.

<i>Contenido de Elementos de Aleación (% Peso)</i>								
C	SI	Mn	P	S	Cu	Al	Cr	Mo
0.1577	0.279	0.863	0.017	0.02	0.246	0	0.024	0.008
Ni	V	Ti	Nb	Co	W	B	Fe	
0.005	0	0.003	0.034	0.008	0.008	0	98.3	

Tabla 8. Análisis Químico del Acero Identificado Como A1C3.

<i>Contenido de Elementos de Aleación (% Peso)</i>								
C	SI	Mn	P	S	Cu	Al	Cr	Mo
0.258	0.381	1.066	0.011	0.023	0.093	0	0.112	0.059
Ni	V	Ti	Nb	Co	W	B	Fe	
0.044	0.027	0.003	0.01	0.01	0.01	0	97.9	

4.1.2 Análisis Metalográfico

Las **Figuras 17 – 19** muestran las micrografías obtenidas en el análisis metalográfico de inclusiones y microestructura de los aceros A_{IC1}, A_{IC2} Y A_{IC3}.

a)



b)

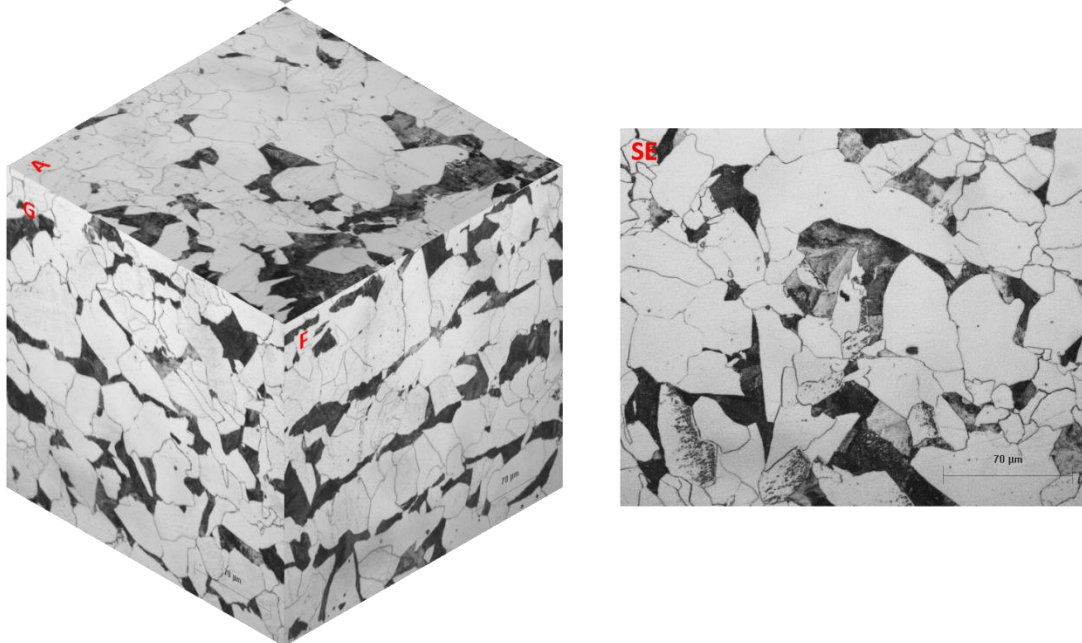
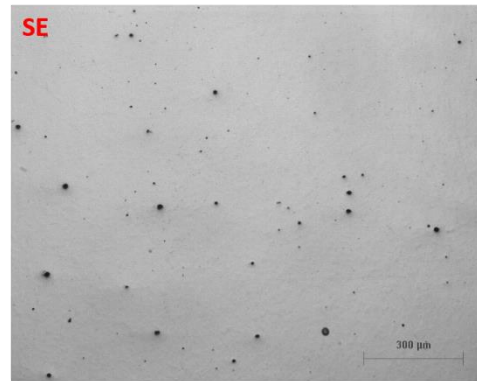
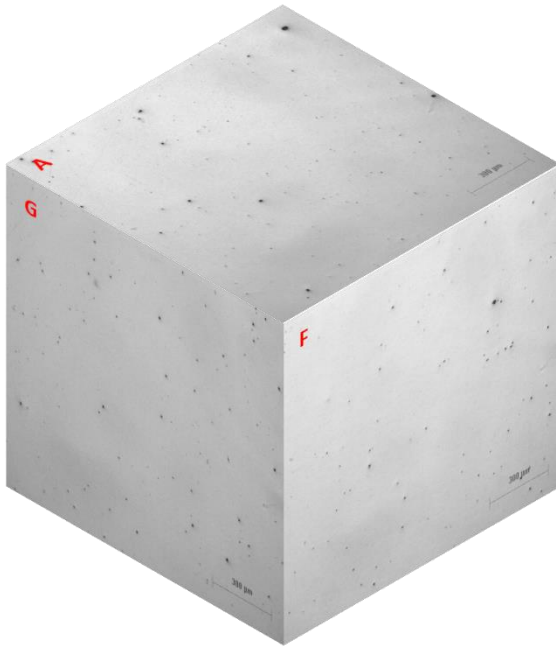


Figura 17. Micrografías del Acero AIC1: a) Inclusiones b) Microestructura.

Donde *G* = Longitudinal, *F* = Transversal, *A* = Superficial Interna y *SE* = Superficial Externa

a)



b)

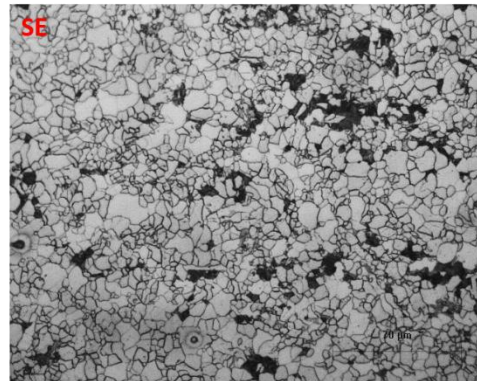
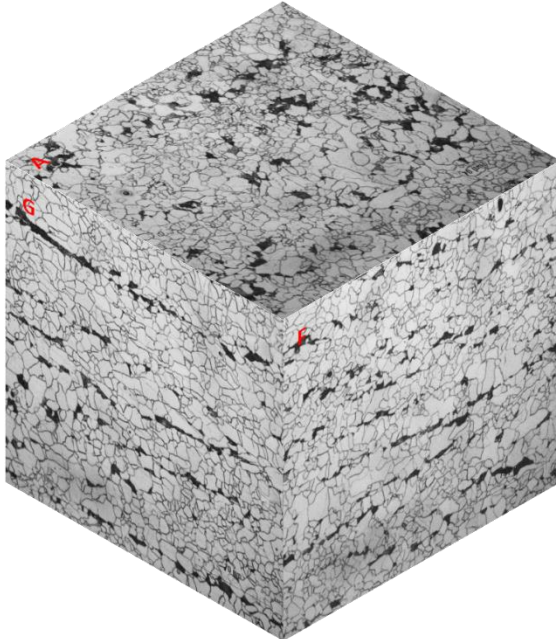
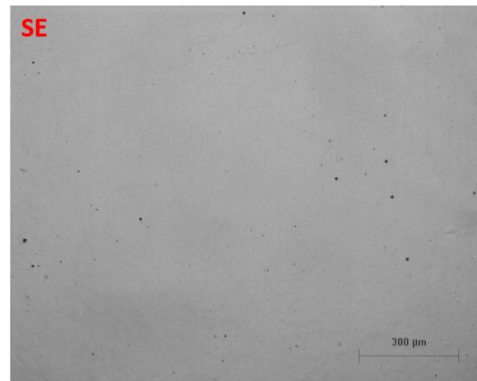
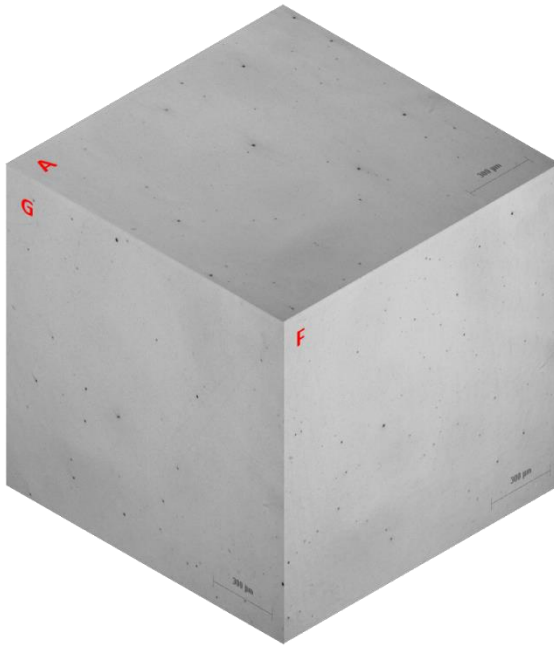


Figura 18. Micrografías del Acero AIC2: a) Inclusiones b) Microestructura.

Donde *G* = Longitudinal, *F* = Transversal, *A* = Superficial Interna y *SE* = Superficial Externa

a)



b)

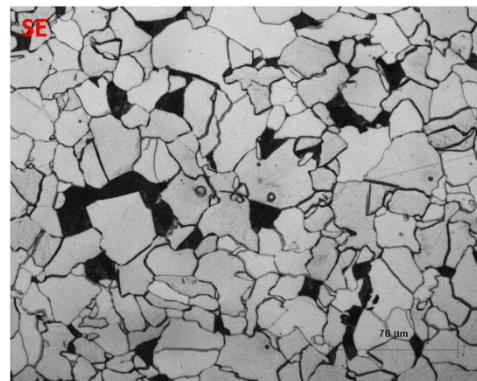
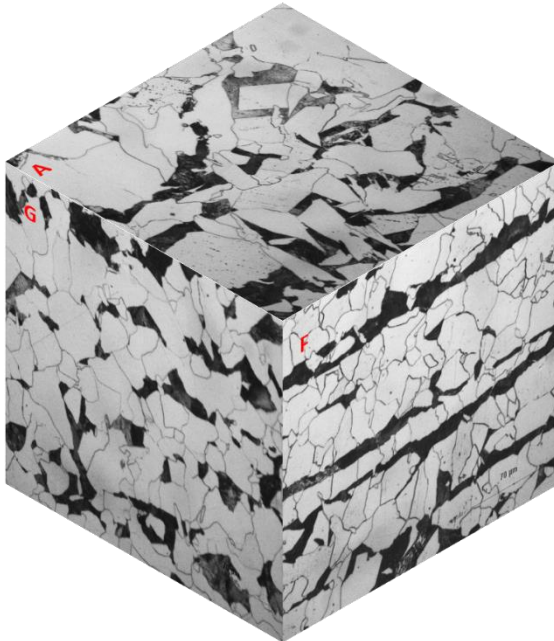


Figura 19. Micrografías del Acero AIC3: a) Inclusiones b) Microestructura.

Donde **G** = Longitudinal, **F** = Transversal, **A** = Superficial Interna y **SE** = Superficial Externa

4.1.2.1 Conteo de Inclusiones

Las **Tablas 9 – 11** muestran los resultados del conteo de inclusiones, análisis de porcentaje de fases y tamaño de grano ASTM de los aceros A_{IC1}, A_{IC2} y A_{IC3}.

Tabla 9. Resultados del análisis microestructural para el Acero AIC1.

<i>Donde F = Longitudinal, T = Transversal, A = Superficial Interna y SE = Superficial Externa</i>					
Direccion	Análisis de Inclusiones		Análisis Microestructural		
	Inclusiones (%)	Matriz (%)	Perlita (%)	Ferrita (%)	Tamaño de Grano ASTM
A	0.2524	99.7475	16.4570	83.5429	8.25
F	0.0857	99.9142	17.8568	82.1431	8.3
G	0.1262	99.8737	19.3766	80.6233	8.2667
SE	0.0805	99.9194	20.2820	79.7129	7.85

Tabla 10. Resultados del análisis microestructural para el Acero AIC2.

<i>Donde F = Longitudinal, T = Transversal, A = Superficial Interna y SE = Superficial Externa</i>					
Direccion	Análisis de Inclusiones		Análisis Microestructural		
	Inclusiones (%)	Matriz (%)	Perlita (%)	Ferrita (%)	Tamaño de Grano ASTM
A	0.1413	99.857	10.7666	83.2307	11.7
F	0.1853	99.8147	8.3413	91.6587	11.5
G	0.1380	99.8620	10.8509	89.1491	11.7
SE	0.3677	99.6323	13.1317	86.8483	12.1

Tabla 11. Resultados del análisis microestructural para el Acero AIC3.

<i>Donde F = Longitudinal, T = Transversal, A = Superficial Interna y SE = Superficial Externa</i>					
Direccion	Análisis de Inclusiones		Análisis Microestructural		
	Inclusiones (%)	Matriz (%)	Perlita (%)	Ferrita (%)	Tamaño de Grano ASTM
A	0.15	99.85			
F	0.0968	99.9032			
G	0.0983	99.8917			
SE	0.0936	99.9064			

4.1.3 Pruebas Mecánicas

4.1.3.1 Prueba de Tensión Uniaxial

Para las direcciones longitudinal y transversal se muestran los valores de esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo obtenidos mediante la prueba de tensión uniaxial, **Tabla 12**.

Tabla 12. Resultados de la Prueba de Tensión Uniaxial de los Aceros.

ACERO	DIRECCIÓN LONGITUDINAL				DIRECCIÓN TRANSVERSAL			
	CEDENCIA		UTS		CEDENCIA		UTS	
	[kN]	[Mpa]	[kN]	[Mpa]	[kN]	[Mpa]	[kN]	[Mpa]
AIC1	20.13	328.45	30.88	503.72	21.05	345.19	31.33	513.67
AIC2	27.34	450.34	30.45	501.45	27.19	447.57	30.01	493.92
AIC3	21.57	356.26	30.94	510.99	21.62	354.60	31.73	520.27

4.1.3.2 Prueba de Impacto Charpy

La **Tabla 13** muestra los resultados para la prueba de impacto Charpy de los tres aceros, realizada a 0°C en las direcciones longitudinal (L), transversal (T) y circunferencial radial (CR).

Tabla 13. Resultados de la Prueba de Impacto Charpy para los Aceros.

ACERO	DIRECCIÓN	ENERGÍA MEDIDA (JOULES)
AIC1	L	263
	T	265.5
	CR	259.5
AIC2	L	223.7
	T	221.2
	CR	249.8
AIC 3	L	218.8
	T	224.6
	CR	245.7

4.1.3.3 Prueba de Dureza

La **Tabla 14** muestra los resultados de la prueba de dureza mediante la escala Rockwell B.

Tabla 14. Resultados de la Prueba de Dureza para los Aceros AIC1, AIC2 y AIC3.

ACERO	Dureza HRB
<i>A_{IC1}</i>	79.2
<i>A_{IC2}</i>	81.1
<i>A_{IC3}</i>	78.6

4.2 Cargado Catódico para Agrietamiento Inducido por Hidrógeno

4.2.1 Inspección con equipo Raptor Imaging Flaw Detector

4.2.1.1 Evaluación de AIH en Acero A1C1

Los resultados del mapeo de las tres pruebas de cargado catódico para el acero A1C1, se muestran en las **Figuras 20 – 22** donde las indicaciones en color azul representan grietas cerca del final del espesor y las indicaciones en amarillo grietas contenidas a mitad del espesor.



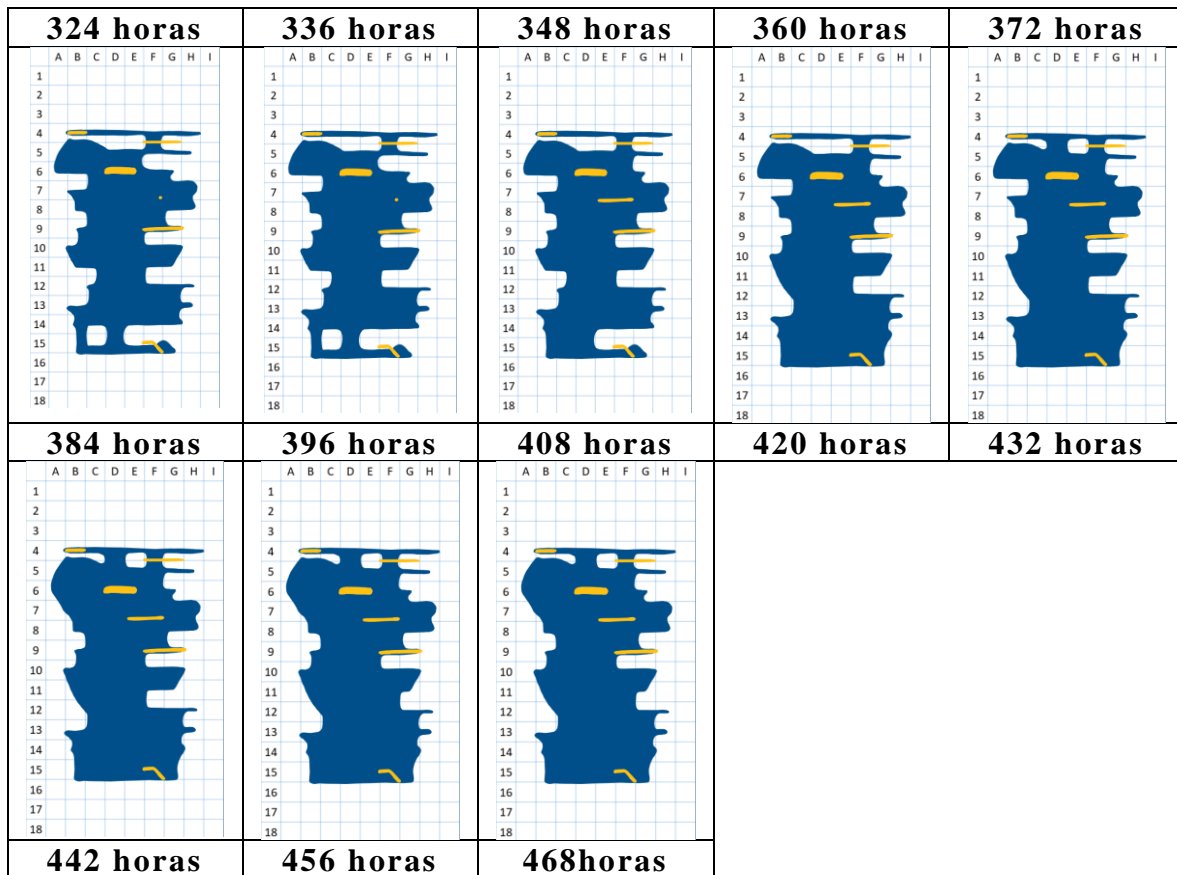


Figura 20. Resultados del mapeo de la primera prueba de cargado catódico en el acero AIC1.

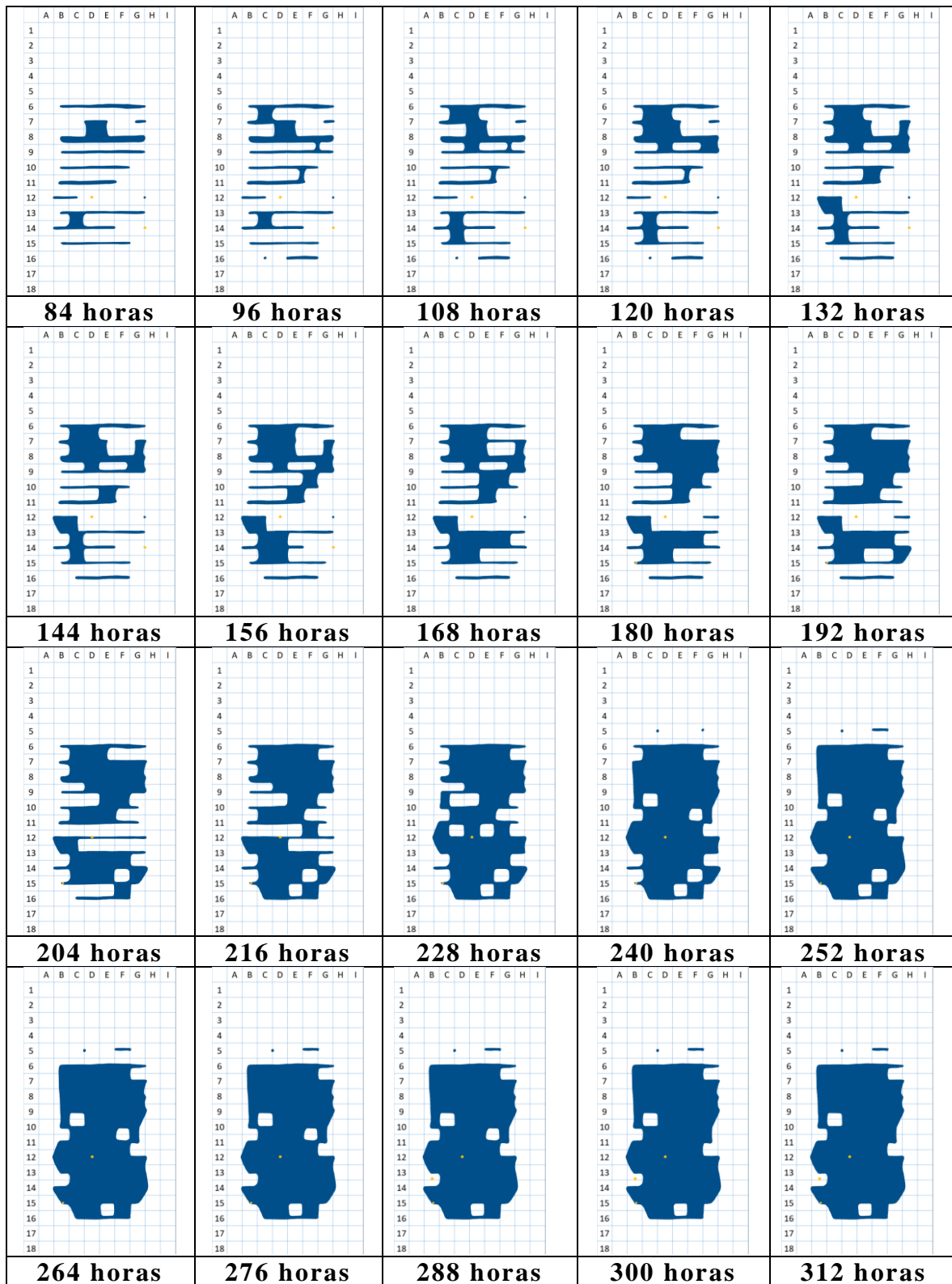




Figura 21. Resultados del mapeo de la segunda prueba de cargado catódico en el acero AIC1.

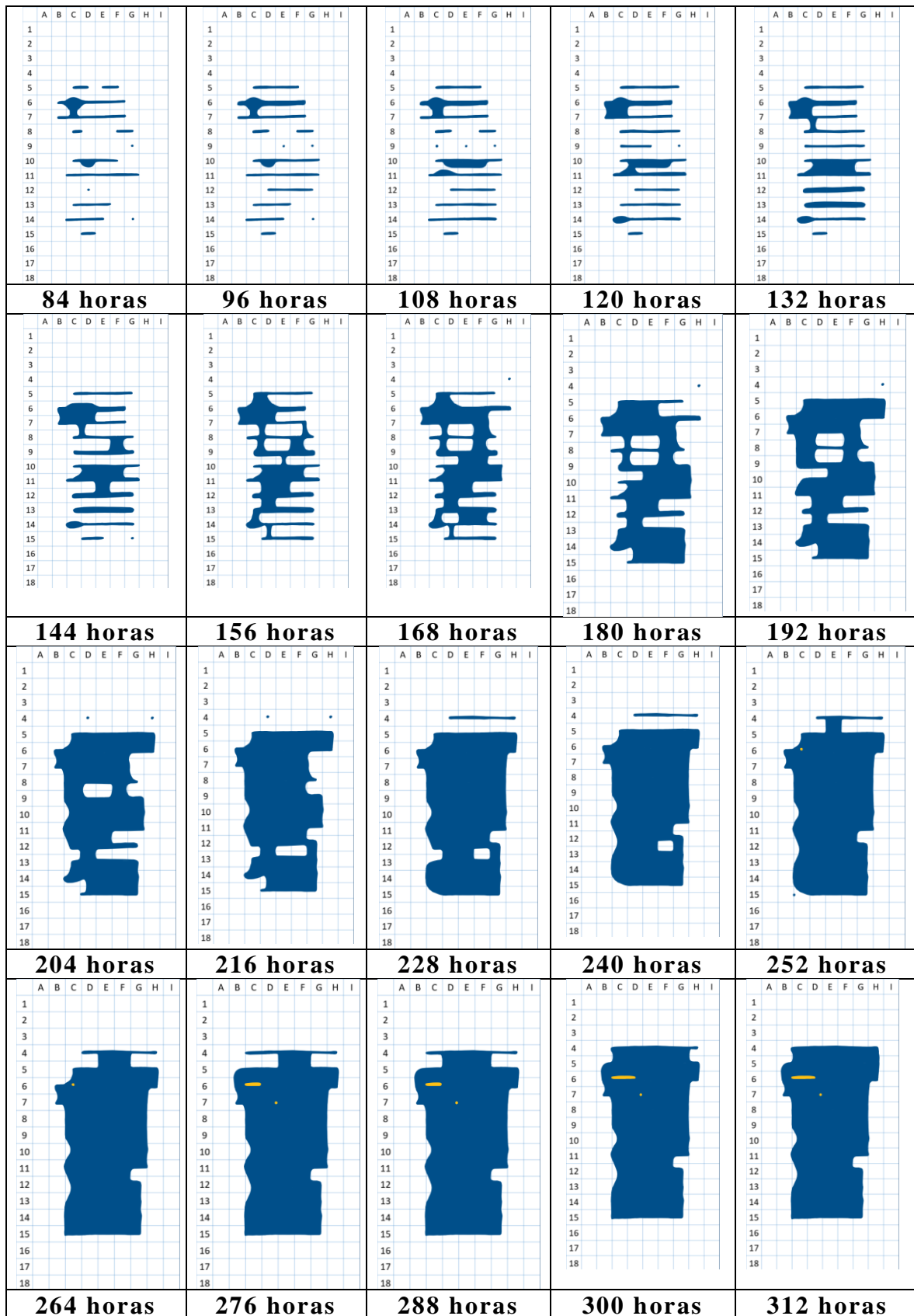
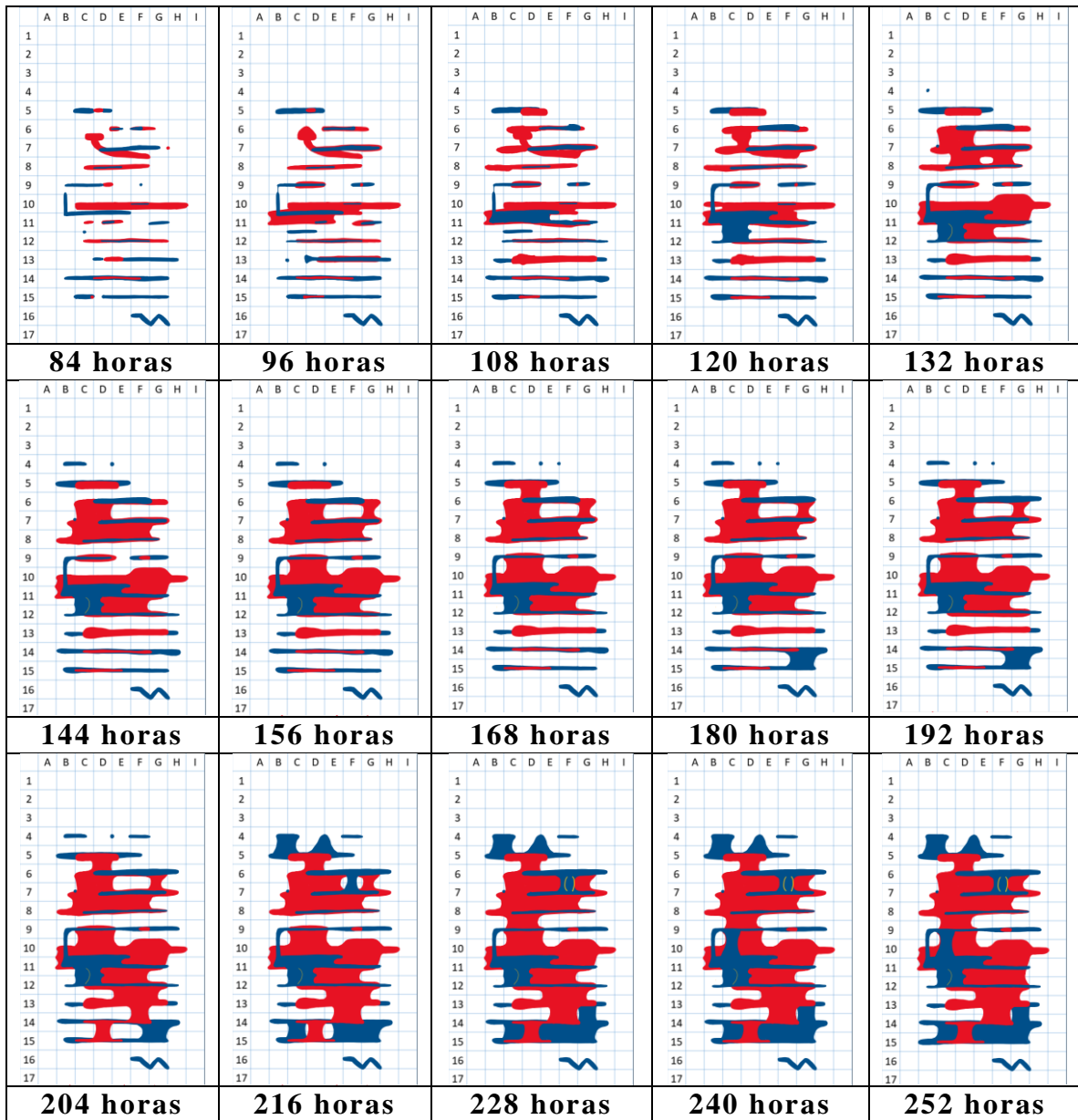




Figura 22. Resultados del mapeo de la tercera prueba de cargado catódico en el acero AIC1.

4.2.1.2 Evaluación de AIH en Acero A1C2

Los resultados del mapeo de las tres pruebas de cargado catódico para el acero AIC1, se muestran en las **Figuras 23 – 25**, donde las indicaciones en color rojo representan grietas contenidas a mitad del espesor, las indicaciones en amarillo se encuentran a $\frac{3}{4}$ del espesor y las indicaciones en azul grietas cerca del final del espesor.



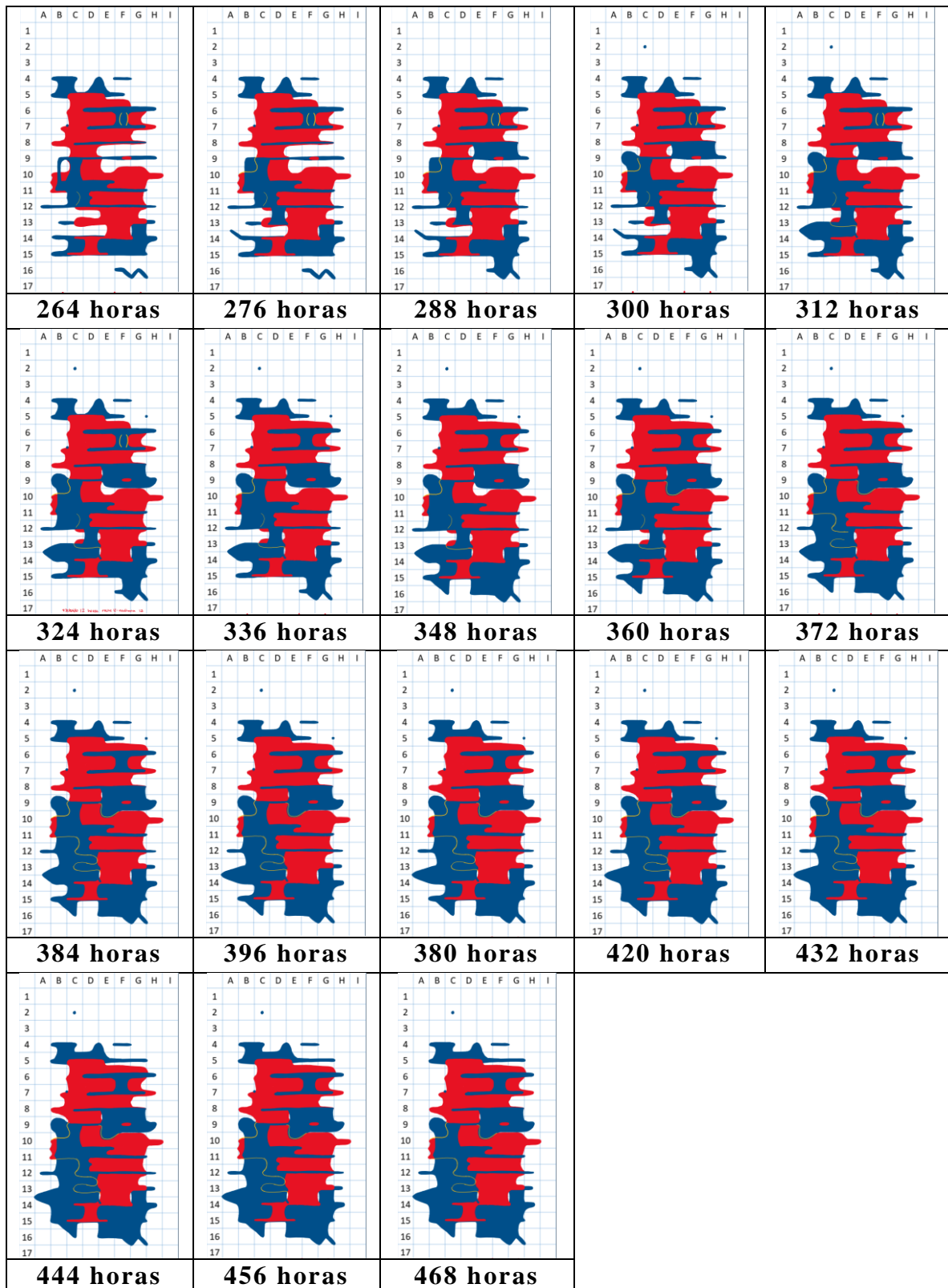


Figura 23. Resultados del mapeo de la primera prueba de cargado catódico en el acero AIC2.

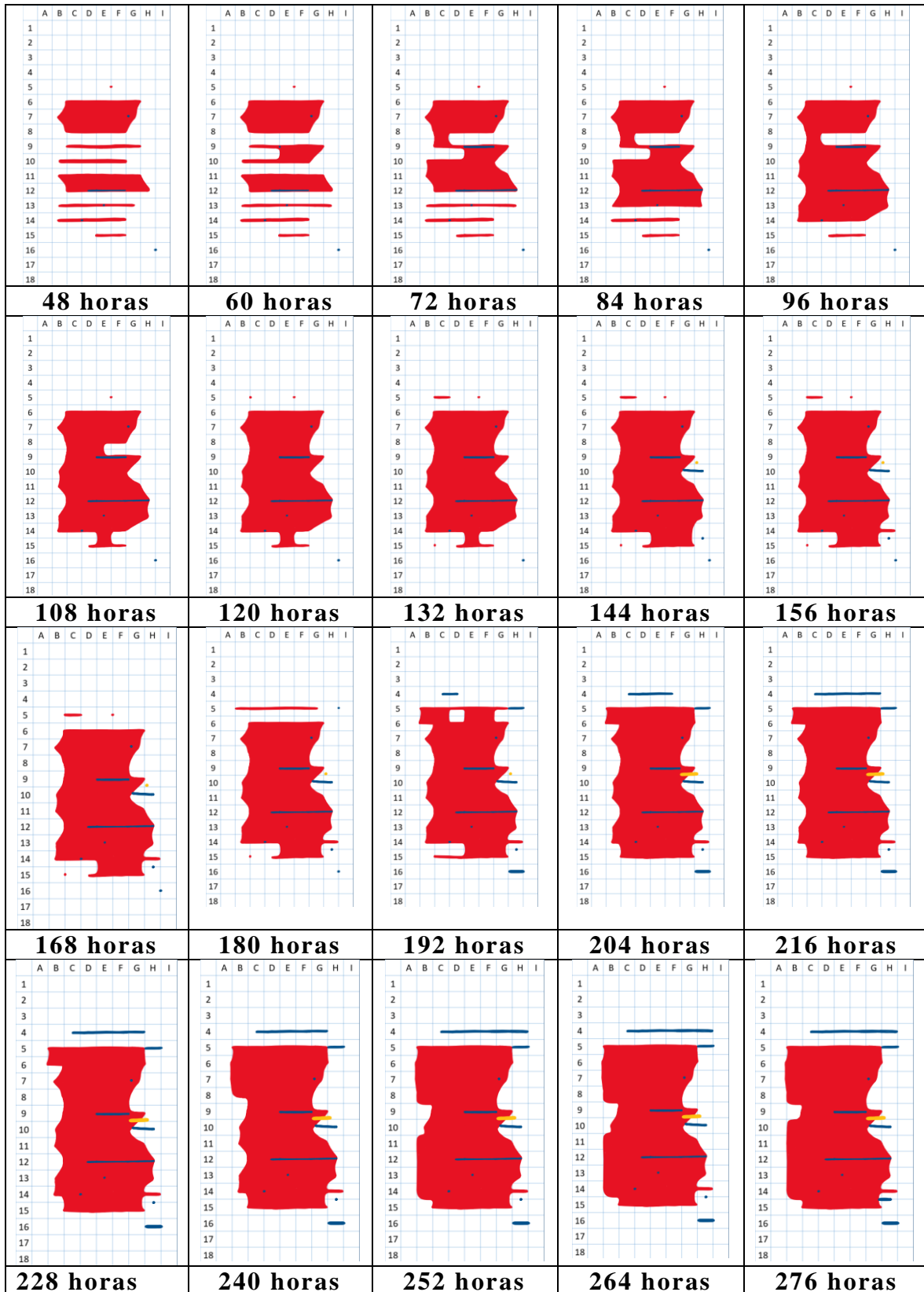




Figura 24. Resultados del mapeo de la segunda prueba de cargado catódico en el acero AIC2.

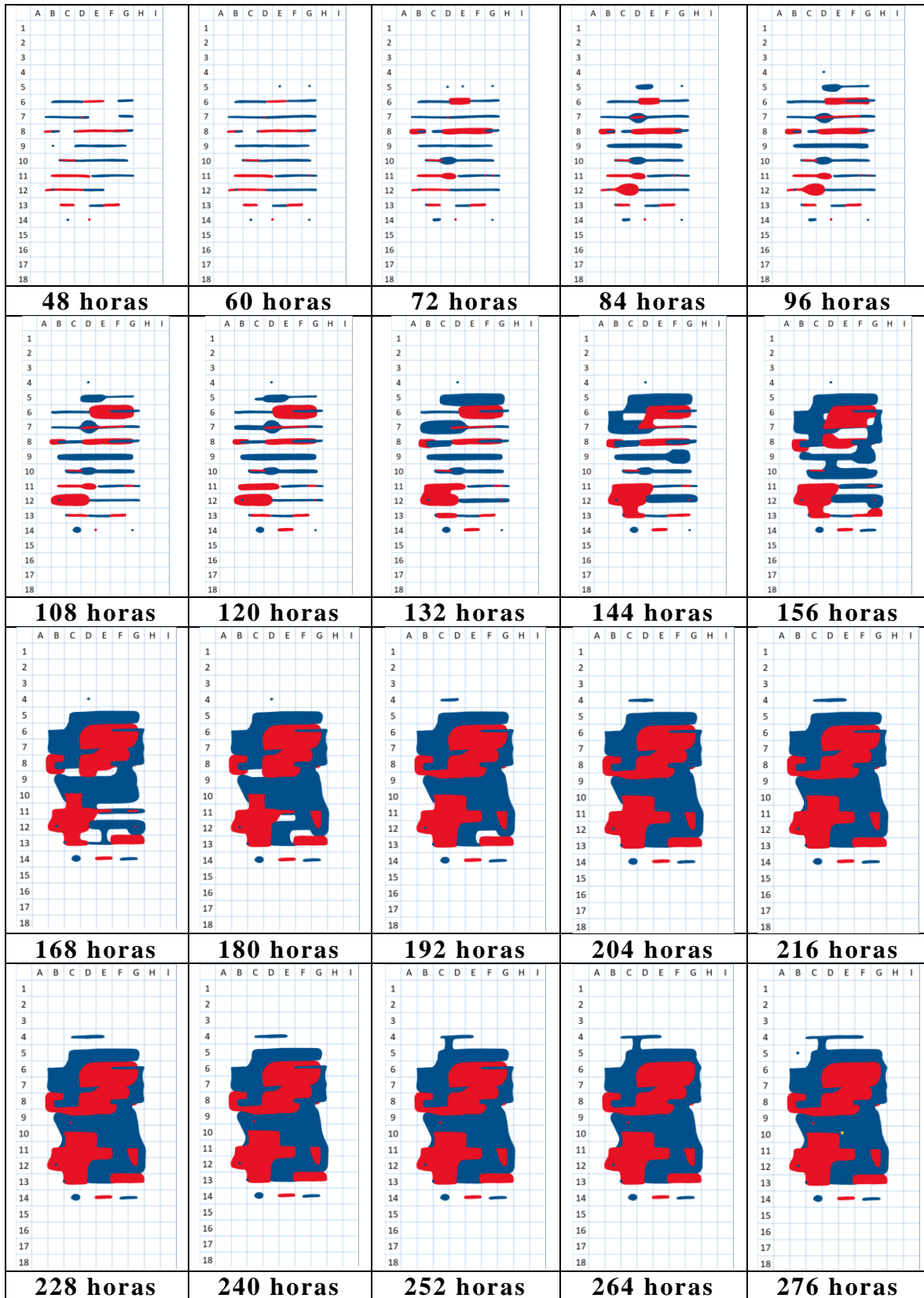
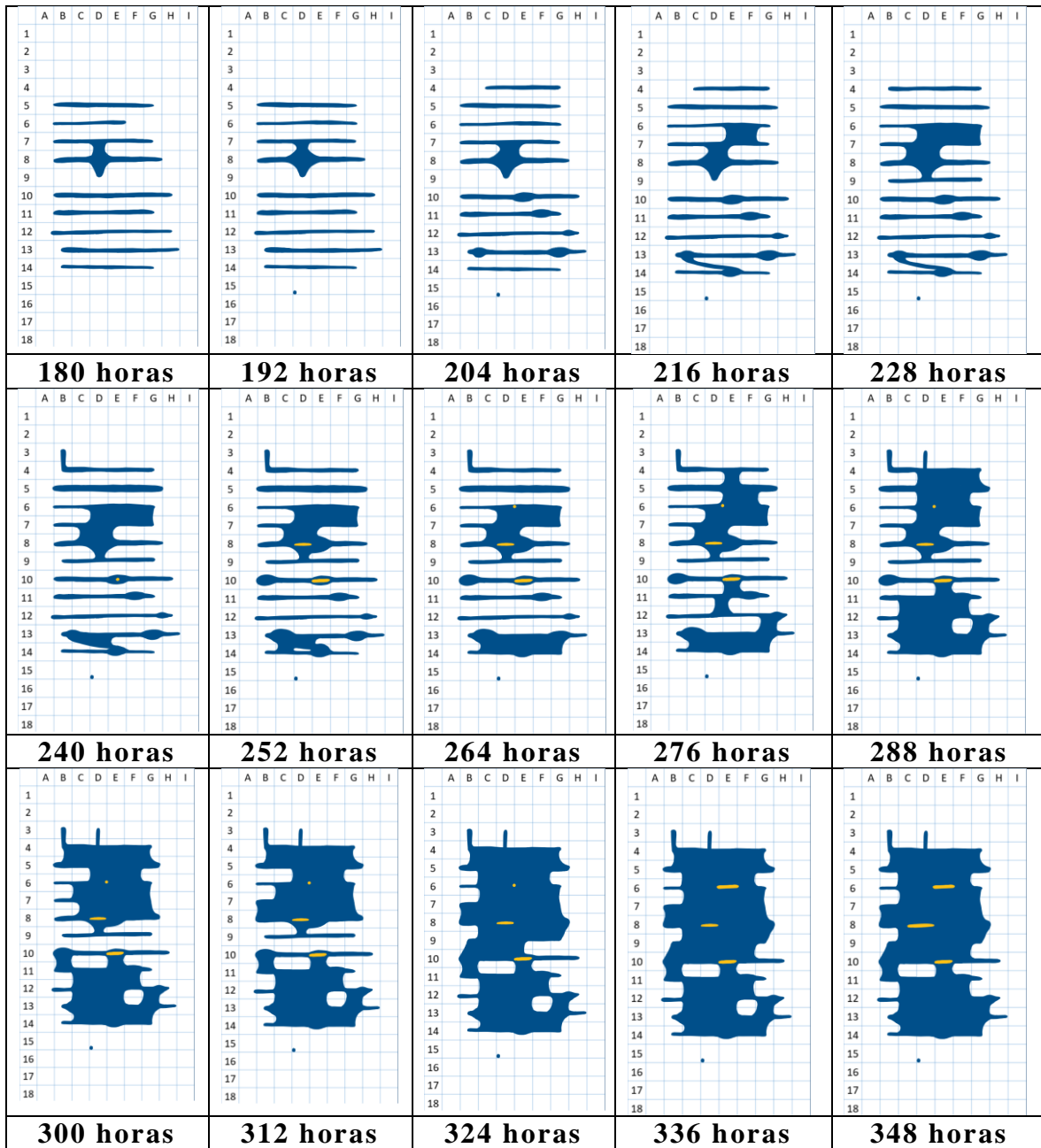




Figura 25. Resultados del mapeo de la tercera prueba de cargado catódico en el acero AIC2.

4.2.1.2 Evaluación de AIH en Acero A1C3

Los resultados del mapeo de las tres pruebas de cargado catódico para el acero AIC1, se muestran en las **Figuras 26 – 28**, donde las indicaciones en color azul representan grietas cerca del final del espesor y las indicaciones en amarillo grietas contenidas a mitad del espesor.



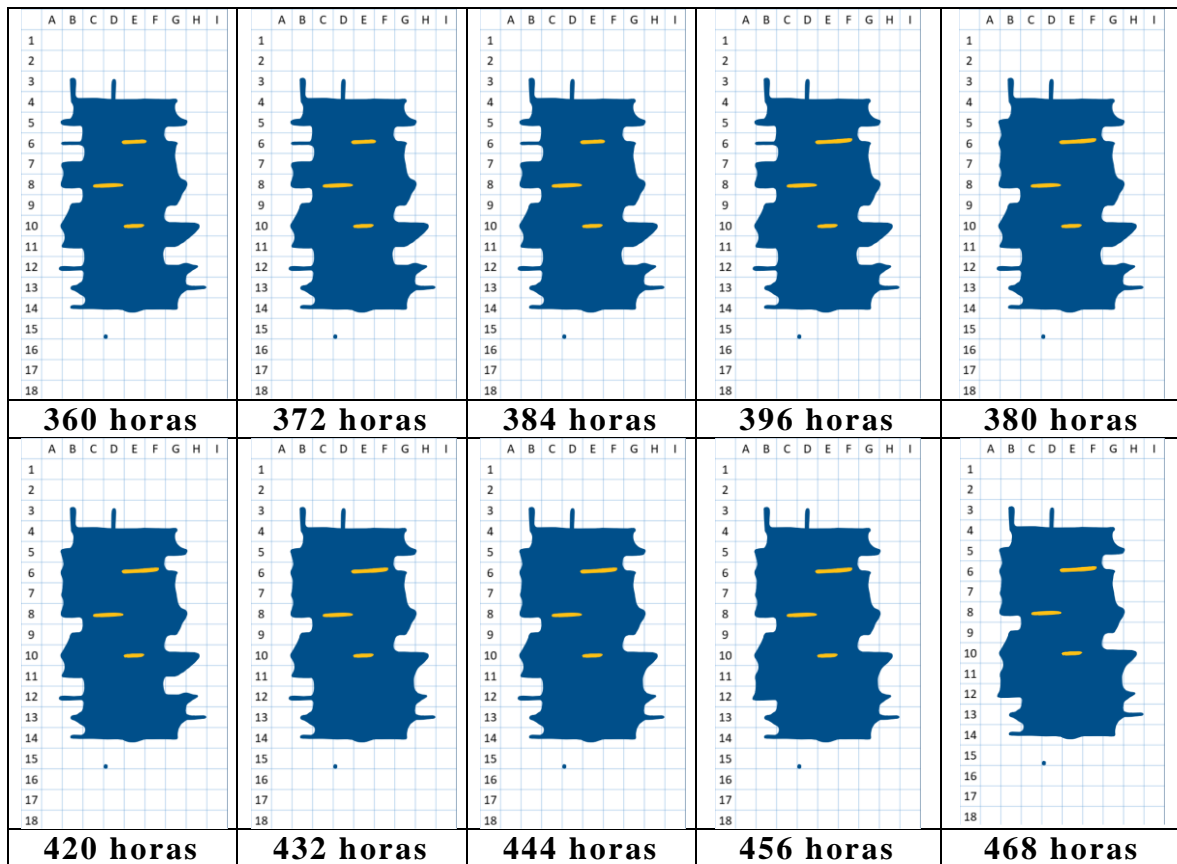
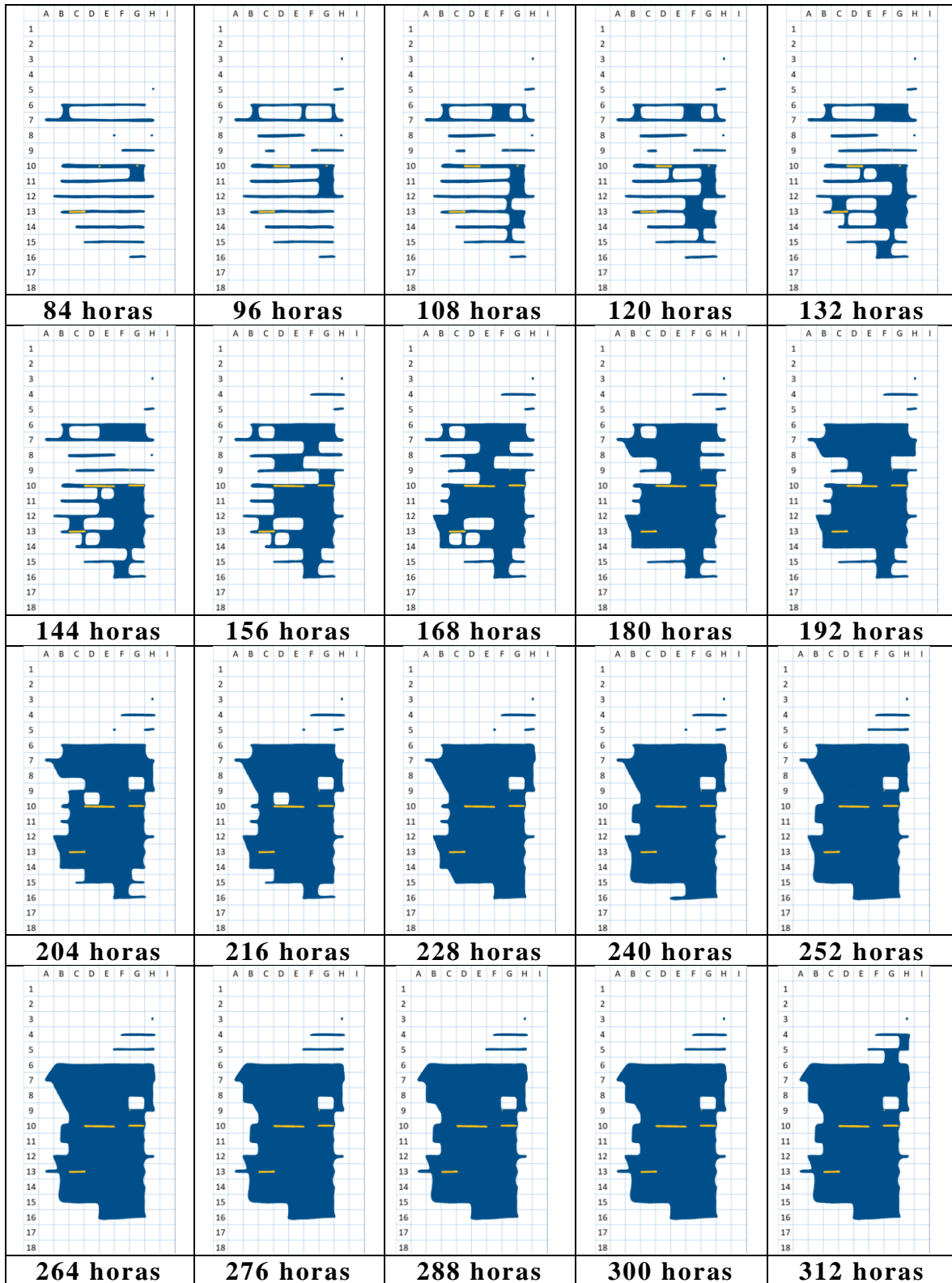


Figura 26. Resultados del mapeo de la primera prueba de cargado catódico en el acero AIC3.



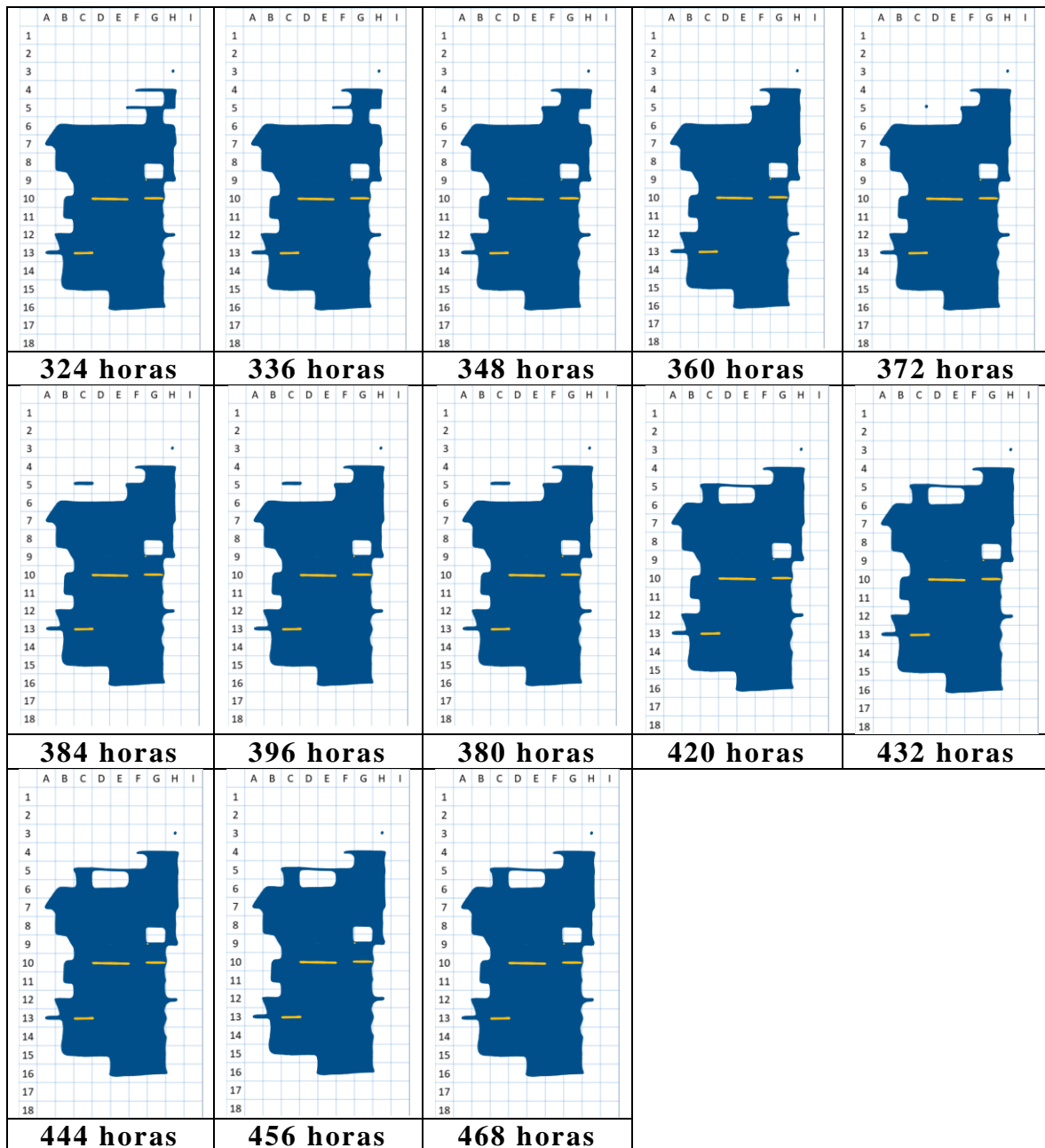


Figura 27. Resultados del mapeo de la segunda prueba de cargado catódico en el acero AIC3.



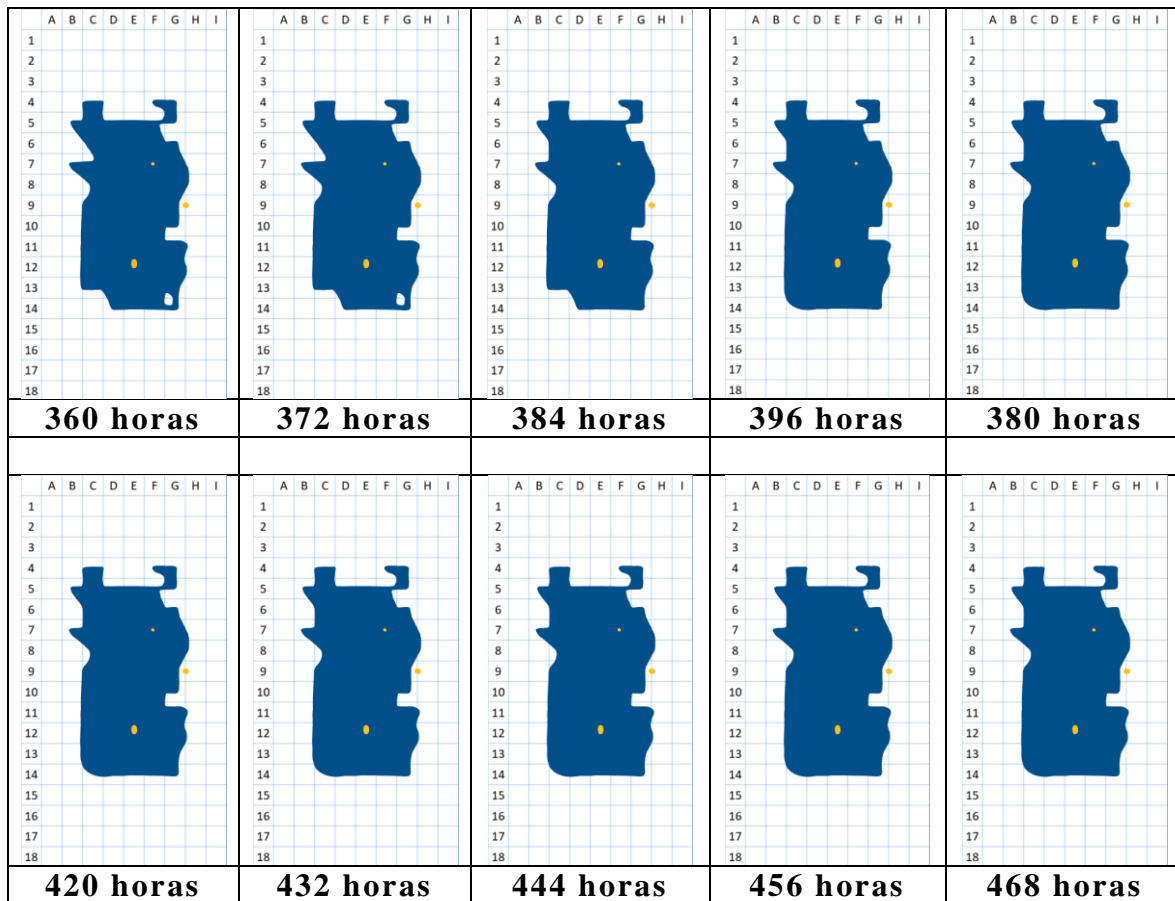


Figura 28. Resultados del mapeo de la tercera prueba de cargado catódico en el acero AIC3.

4.4 Porcentaje de Área Agrietada vs Tiempo

Las **Figuras 29 – 31** muestran los gráficos de los datos obtenidos de área de agrietamiento con respecto al tiempo en cada una de las pruebas de cargado catódico.

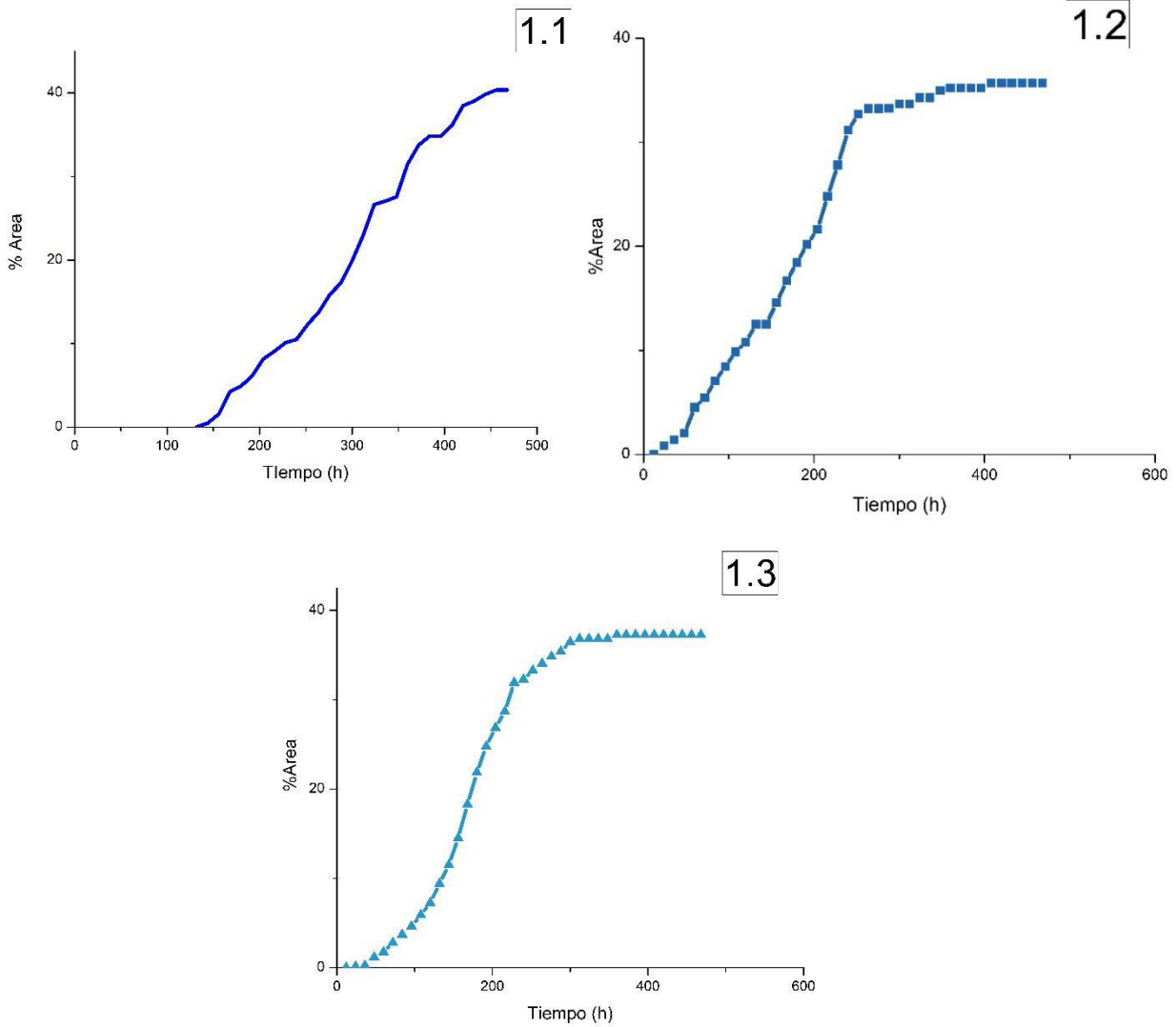


Figura 29. Gráfico de Porcentaje de Área Agrietada en cada una de las pruebas en el Acero AIC1.

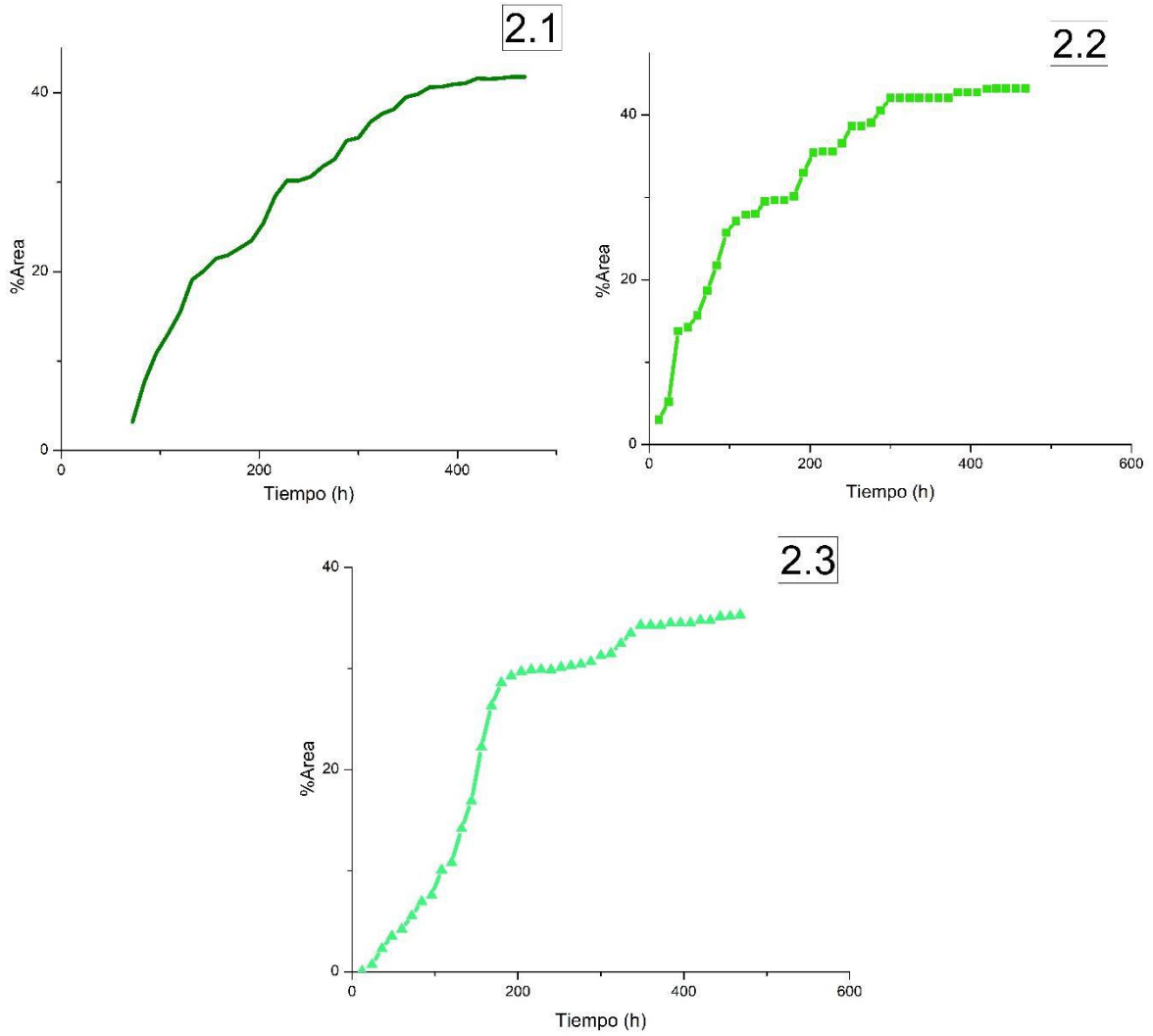


Figura 30. Gráfico de Porcentaje de Área Agrietada en cada una de las pruebas en el Acero AIC2.

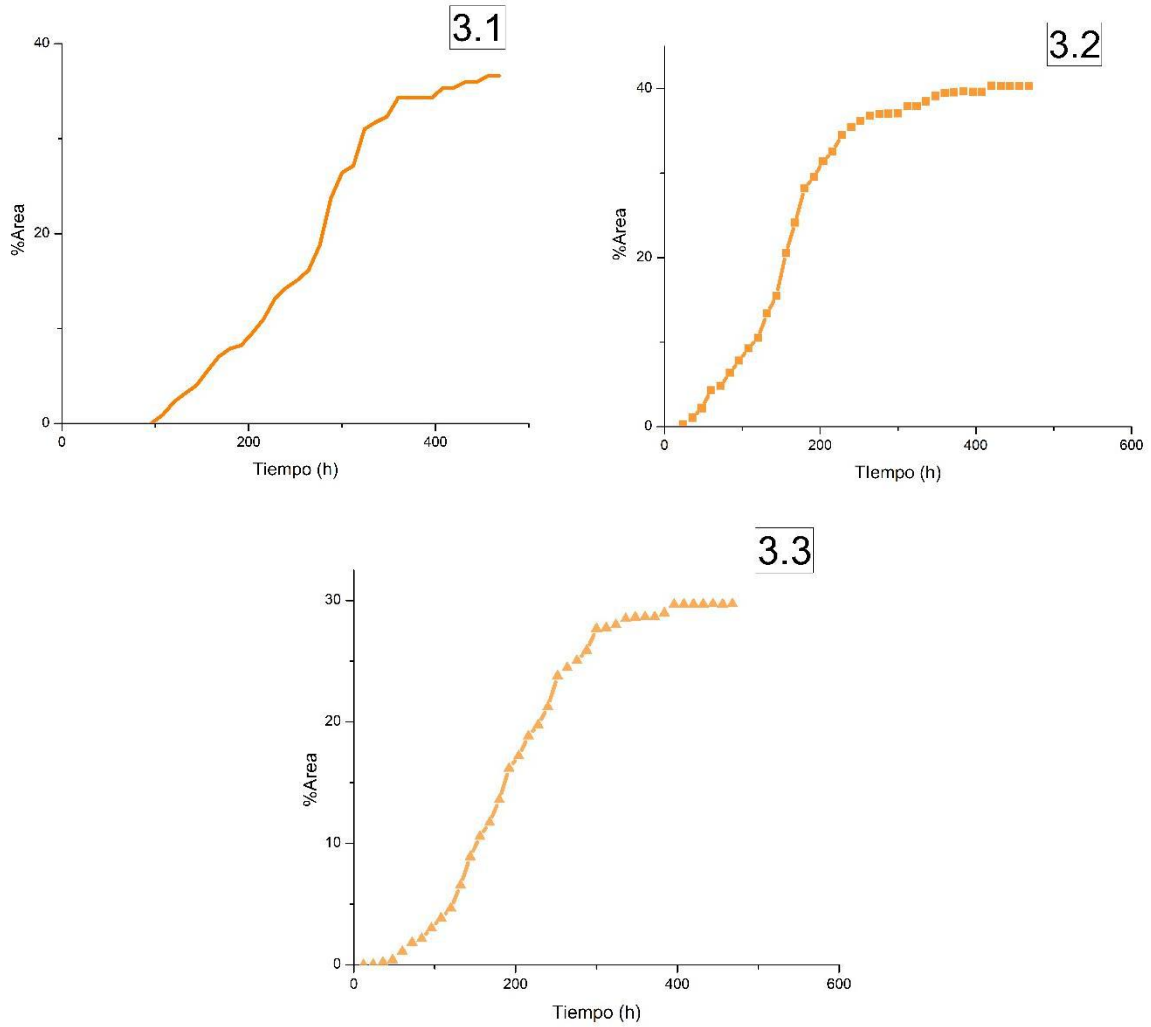


Figura 31. Gráfico de Porcentaje de Área Agrietada en cada una de las pruebas en el Acero AIC3.

CAPÍTULO V: ANÁLISIS DE RESULTADOS

5.1 Caracterización Metalúrgica

5.1.1 *Análisis Químico de los Aceros*

Los resultados del análisis químico realizado a cada uno de los aceros utilizados: AIC1, AIC2 y AIC3 fue comparado de acuerdo con los lineamientos establecidos en el estándar internacional API 5L y se encontró que cumplen satisfactoriamente con los rangos en porcentaje elementos de elementos de aleación requeridos.

5.1.2 *Caracterización Metalográfica*

La microestructura en cada uno de los aceros está conformada por granos equiaxiales con una matriz de ferrita-perlita en cada uno de los tres aceros, con variaciones en cuanto al tamaño de grano ASTM entre cada uno de ellos. El acero AIC1 el que presenta el menor tamaño de grano con tamaño de grano ASTM promedio de 8, seguido por el acero AIC3 con 9 y finalmente el acero con el mayor tamaño de grano es el acero AIC2 con un tamaño de grano ASTM promedio de 11.

En cuanto al porcentaje de inclusiones el acero AIC2 presenta la mayor cantidad con un 0.208%, seguido del acero AIC1 con un 0.1362% y el menor porcentaje de inclusiones se observó en el acero AIC3 con un 0.1096%.

5.1.3 *Ensayo de Tensión Uniaxial*

Para definir el grado de acero de acuerdo con la especificación API 5L se tomaron como referencia los valores de resistencia a la cedencia y esfuerzo máximo a la tensión obtenidos de las pruebas de tensión uniaxial de los aceros AIC, AIC2 y AIC3, los cuales corresponden a un grado X46, X56 y X52, respectivamente.

5.1 Interconexión de Grietas

5.1.1 Análisis de Tiempo de Inicio de Interconexión de Grietas

La **Tabla 15** muestra los datos del tiempo de aparición de la primera interconexión de grietas.

Tabla 15. Comparación de Inicio de Tiempo de Interconexión de Grietas en Cada uno de los Aceros Evaluados.

<i>Acero</i>	A_{IC1}			A_{IC2}			A_{IC3}		
<i>Muestra</i>	1.1	1.2	1.3	2.1	2.2	2.3	3.1	3.2	3.3
Primera Interconexión de Grietas por AIH	204h	84h	84h	84h	36h	48h	180h	84h	120h

González et al. Establecieron que la interconexión de grietas no coplanares tiene un mayor impacto en la pérdida de la resistencia mecánica del material debido a los altos valores del campo de esfuerzos producto de la interacción de las grietas, la **Figura 32** muestra los mapeos de la inspección ultrasónica en el tiempo de aparición de la interconexión de grietas en cada uno de los aceros, en las cuales es posible observar que solamente en las pruebas realizadas en el acero A_{IC2} existe interconexión de grietas no coplanares, lo que explica que el tiempo de inicio de interconexión después de la aparición del primer núcleo de AIH sea menor [21].

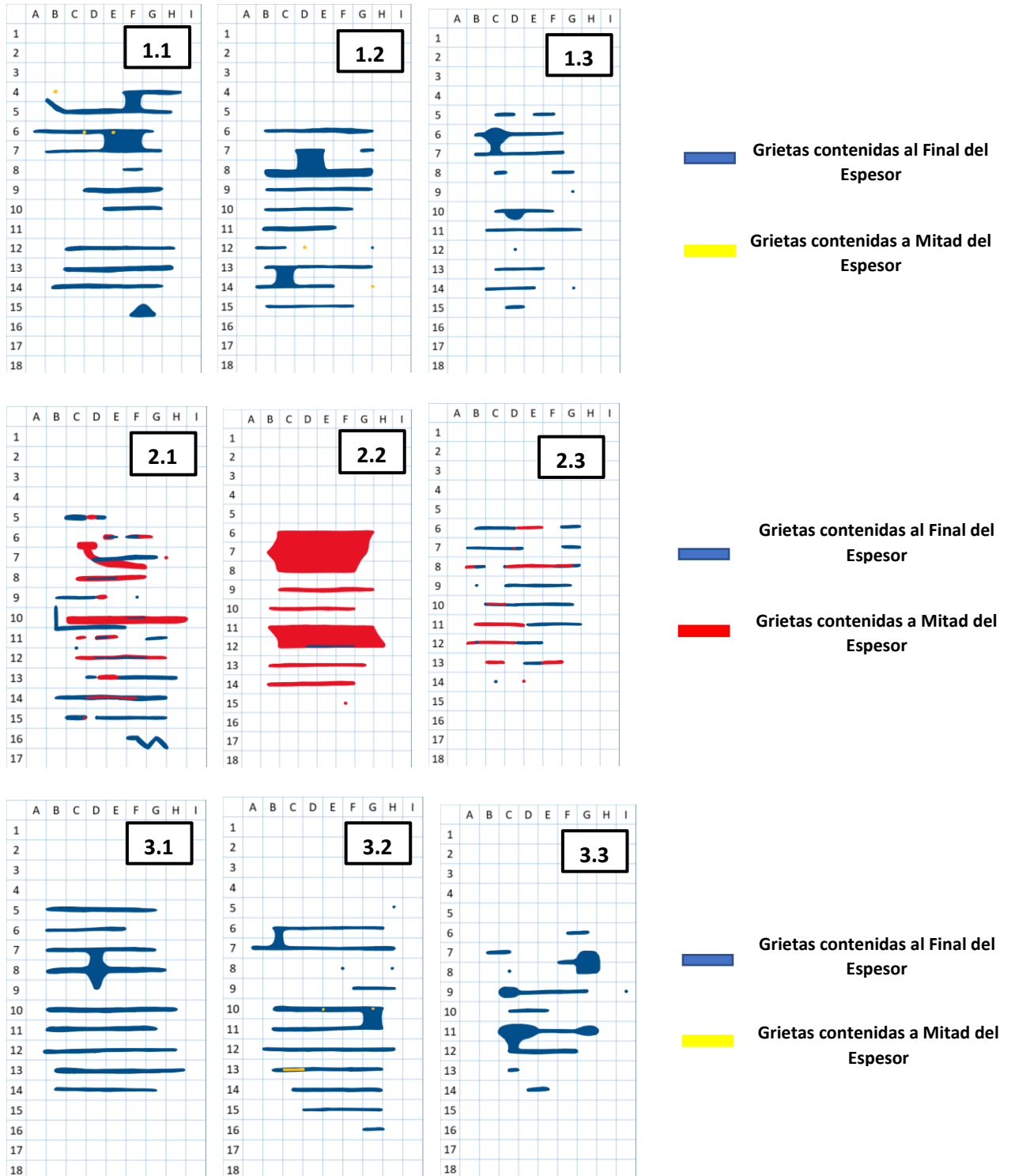


Figura 32. Mapeo de inspección ultrasónica al tiempo de aparición de la primera interconexión de grietas en cada uno de los aceros evaluados.

Como se mencionó en el Capítulo I, el fenómeno de AIH consta de dos etapas cinéticas, la primera etapa correspondiente a nucleación y crecimiento de grietas y una segunda etapa de interconexión de grietas, sin embargo, los mapeos del cargado catódico en la **Figura 32** muestran grietas en etapa de interconexión aun cuando existen otras que aún no se han interconectado, para futuras referencias se mencionara a este punto como ***Punto de Interconexión Inicial (PII)***, al analizar los resultados a tiempos posteriores del experimento se observó que cada una de las grietas comienzan a interconectarse unas con otras hasta formar una sola grieta, la **Figura 33** muestra los mapeos al tiempo en el que todas las grietas de la etapa inicial se han interconectado, al cual se le dará el nombre de ***Punto de Interconexión General (PIG)***.

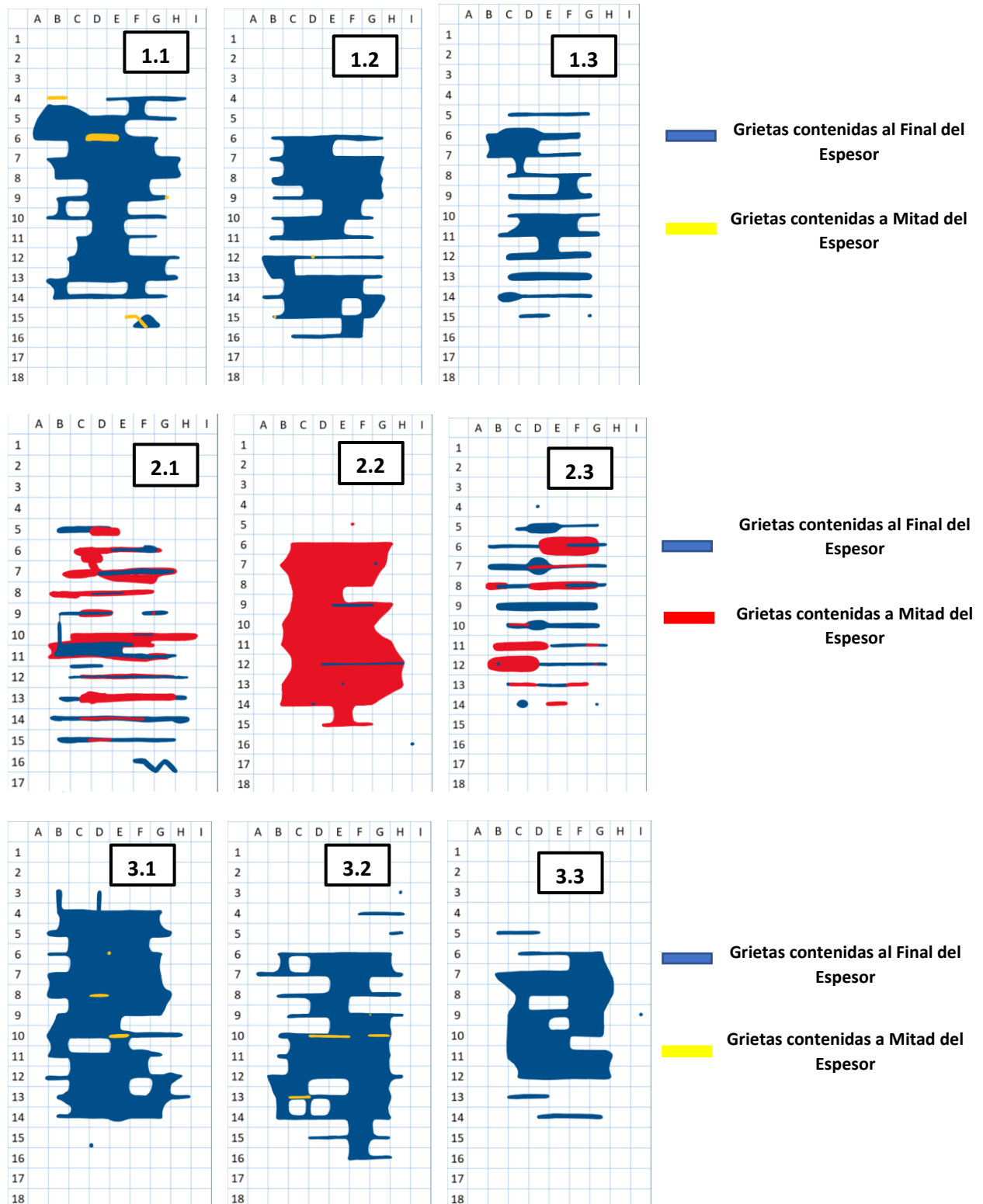


Figura 33. Mapeo de inspección ultrasónica en el Punto de Interconexión General.

La **Tabla 16** muestra la comparación del tiempo de la aparición del primer núcleo de grietas por AIH con respecto al Punto de Interconexión General, al igual que los datos de la **Tabla 15**, se observa que el efecto de la velocidad de interconexión influenciada por el campo de esfuerzos de grietas no coplanares se mantiene dado que el tiempo de interconexión en el acero A_{IC2} es menor en comparación a los otros dos aceros.

Tabla 16. Comparación de Inicio de Tiempo de Interconexión de Grietas en Cada uno de los Aceros Evaluados.

<i>Acero</i>	A_{IC1}			A_{IC2}			A_{IC3}		
<i>Muestra</i>	1.1	1.2	1.3	2.1	2.2	2.3	3.1	3.2	3.3
<i>Punto de Interconexión General</i>	324h	204h	144h	108h	108h	120h	324h	168h	204h

Al ubicar el Punto de interconexión Inicial y el Punto de Interconexión General en los gráficos de porcentaje de área agrietada de los experimentos de cargado catódico (**Figuras 41 – 43**) se muestra una primera evidencia que la interconexión de grietas no ocurre en un solo paso, si no que está conformada de varias subetapas, donde la primera ocurre desde el Punto de interconexión Inicial al Punto de Interconexión General, a esta subetapa se le dará en nombre de *Interconexión Secuencial*.

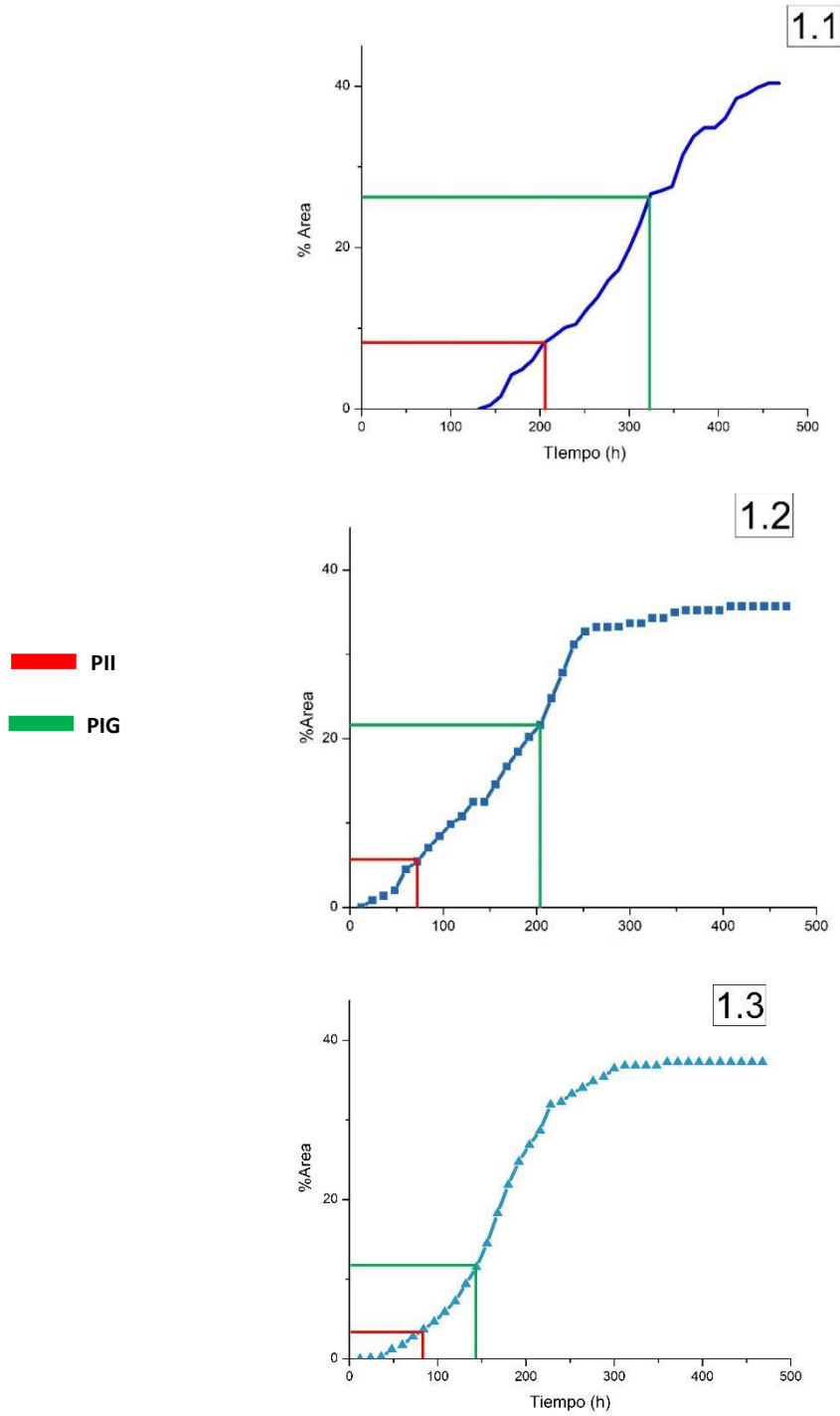


Figura 34. Punto de interconexión Inicial y el Punto de Interconexión General en los gráficos de porcentaje de área en acero AIC1.

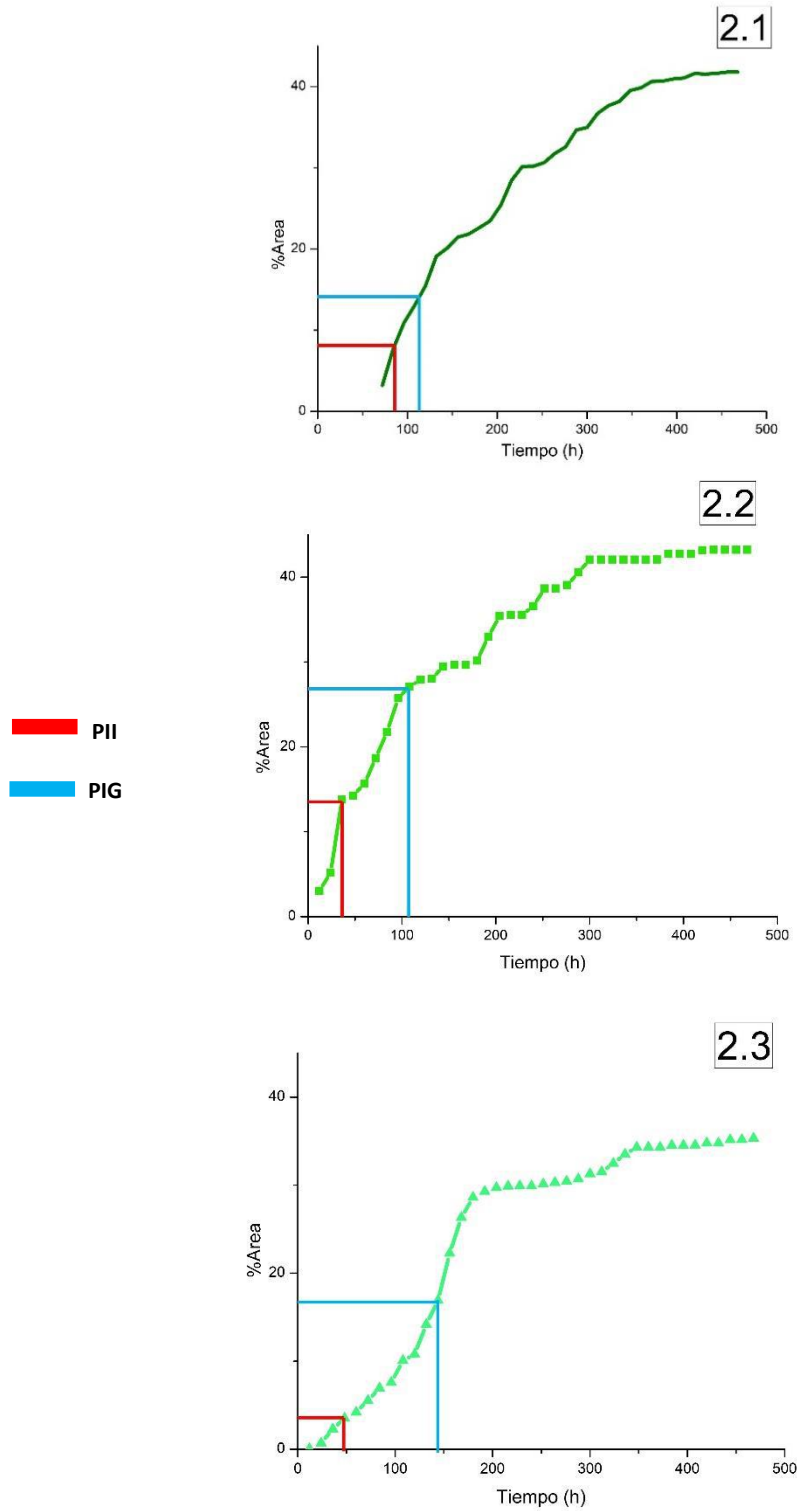


Figura 35. Punto de interconexión Inicial y el Punto de Interconexión General en los gráficos de porcentaje de área en acero AIC2.

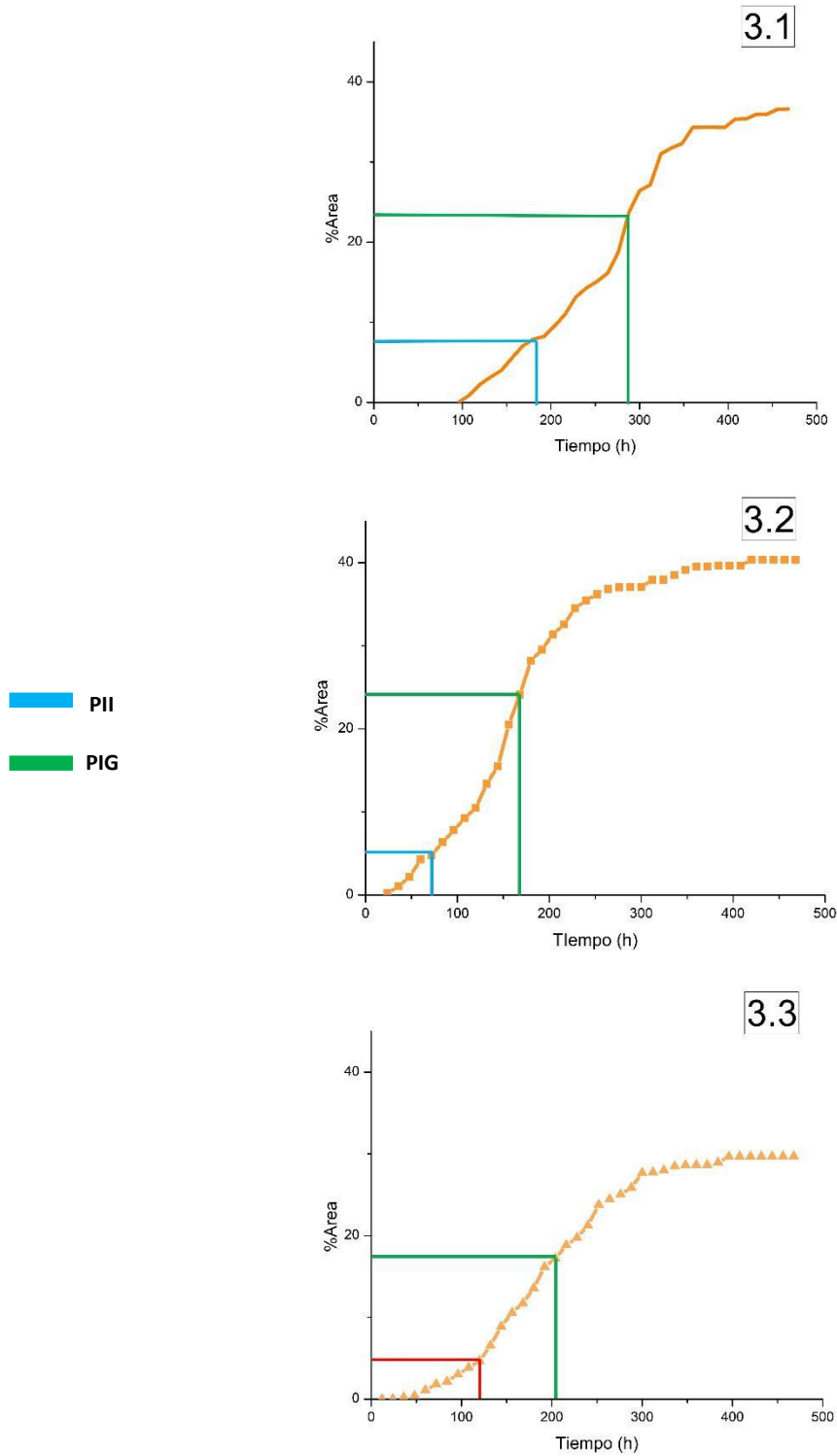


Figura 36. Punto de interconexión Inicial y el Punto de Interconexión General en los gráficos de porcentaje de área en acero AIC3.

5.1.2 Subetapas de Interconexión de Grietas.**5.1.2.1 Primera Subetapa, La Interconexión Secuencial**

Los datos de comparación del tiempo de inicio del Punto de Interconexión Inicial con el Punto de Interconexión General y su respectivo porcentaje de área agrietada se muestran en la **Tabla 17**, la representación en la gráfica de los valores de área agrietada durante el intervalo entre estos puntos se observa en las **Figuras 37 – 39**.

Tabla 17. Datos de porcentaje de área agrietada y tiempo, al inicio de la primera interconexión y al tiempo de interconexión en todas las grietas.

<i>Acero</i>	<i>Muestra</i>	<i>PII</i>	<i>% Área Agrietada</i>	<i>PIG</i>	<i>% Área Agrietada</i>
AIC1	1.1	204h	8.15%	324h	26.64%
	1.2	84h	7.06%	204h	21.61%
	1.3	84h	3.70%	156h	14.52%
AIC2	2.1	84h	7.68%	108h	13.06%
	2.2	36h	13.78%	108h	27.11%
	2.3	48h	3.52%	144h	26.32%
AIC3	3.1	180h	7.89%	288h	23.73%
	3.2	84h	6.37%	168h	24.12%
	3.3	120h	4.66%	204h	17.19%

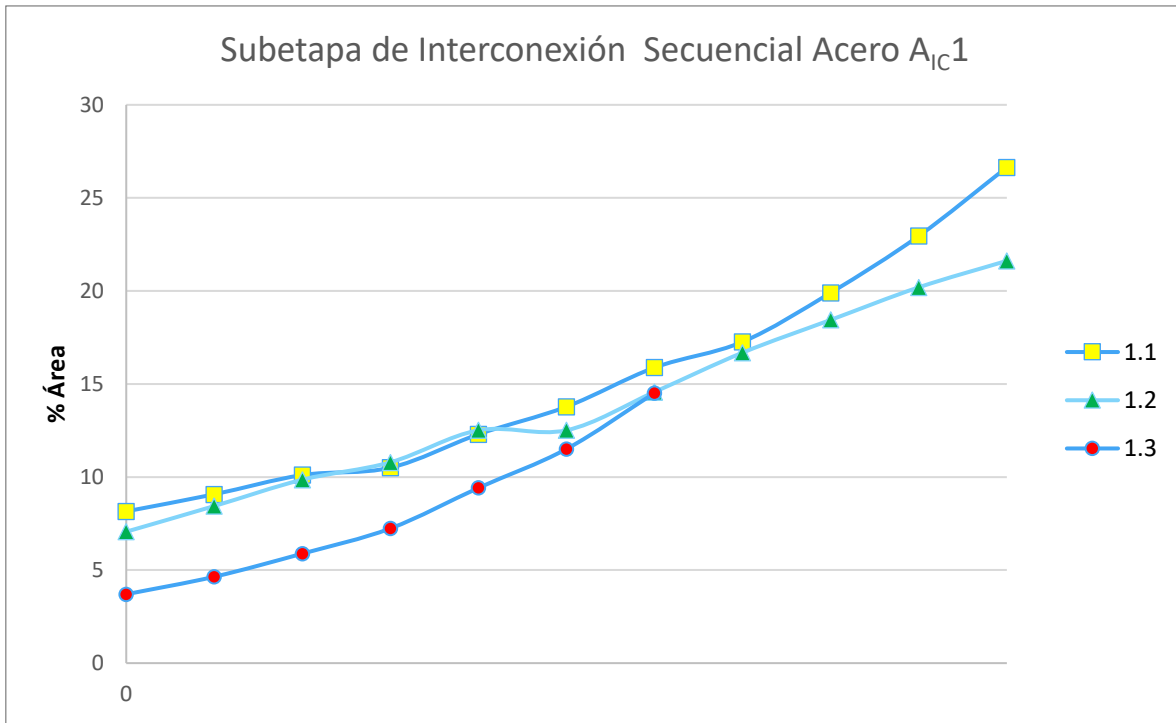


Figura 37. Etapa de Interconexión Secuencial en Acero A1C1.

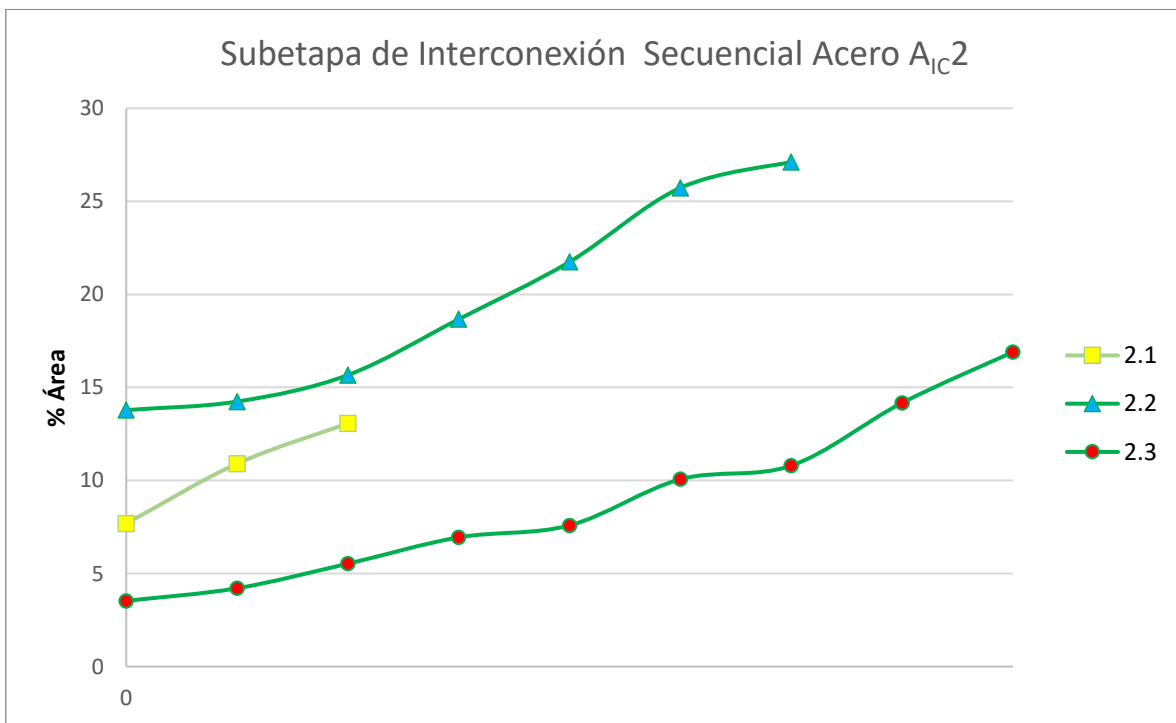


Figura 38. Etapa de Interconexión Secuencial en Acero A1C2.

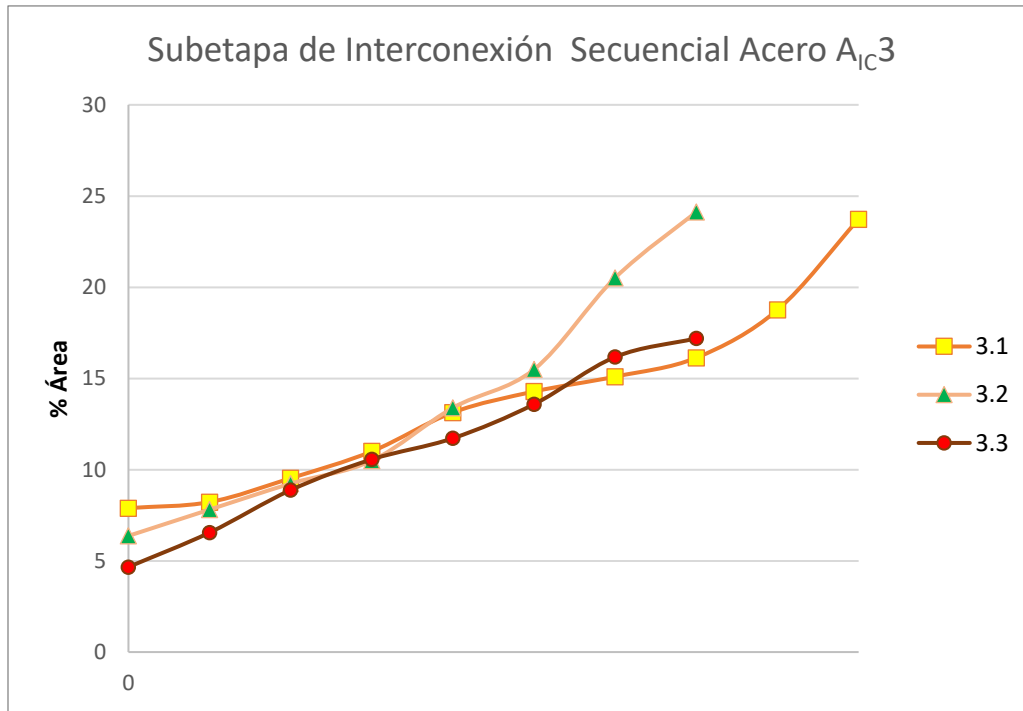


Figura 39. Etapa de Interconexión Secuencial en Acero A_{1C3}.

Tabla 18. Datos de subetapa de interconexión Secuencial.

Acero	Muestra	Pendiente	R ²	Duración de Etapa de Interconexión Inicial
AIC1	1.1	0.1473	0.9458	120 h
	1.2	0.1208	0.985	120 h
	1.3	0.148	0.9647	72 h
AIC2	2.1	0.224	0.9872	24 h
	2.2	0.2055	0.9593	72 h
	2.3	0.1348	0.9538	96 h
AIC3	3.1	0.1327	0.9378	108 h
	3.2	0.2079	0.9448	84 h
	3.3	0.15	0.9938	84 h

La **Tabla 18** muestra los valores de la pendiente en la subetapa de interconexión secuencial, los resultados indican un comportamiento coincidente en cuanto a porcentaje de área y el tiempo de duración de la subetapa de interconexión inicial en cada una de las muestras en los aceros A_{IC1} y A_{IC3}, sin embargo, para el acero A_{IC2} aunque en dos de ellos la velocidad de agrietamiento tiene un comportamiento similar, pero el porcentaje de área agrietada y la duración de la subetapa es totalmente distinta, esta inestabilidad de la subetapa de interconexión temprana de igual manera puede atribuirse a la presencia de grietas en diferentes planos debido a que la interconexión no coplanar estuvo solo presente en este acero, la comparación de la variación de la velocidad de agrietamiento se muestra en la **Figura 40**. La influencia de la presencia de grietas no coplanares en el acero A_{IC2} genera una variación promedio del 72% con respecto a los datos de los aceros A_{IC1} y A_{IC3}

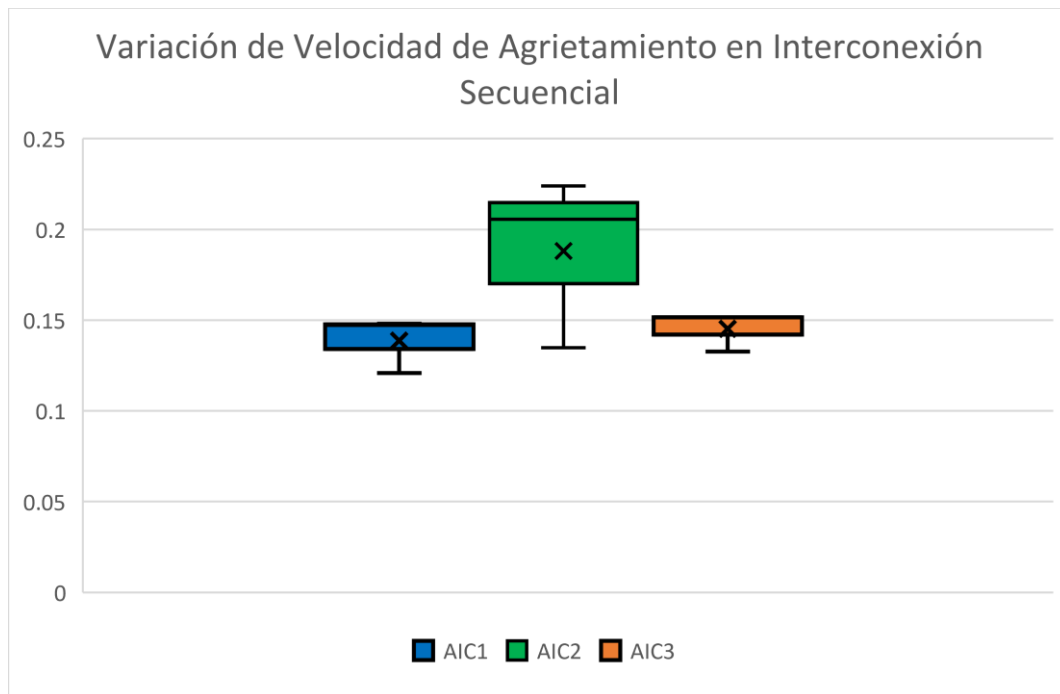


Figura 40. Variación de Velocidad de Agrietamiento en Interconexión Secuencial.

5.1.1.2 Segunda Subetapa, Crecimiento de Grietas Interconectadas

Al analizar los gráficos de porcentaje de área de cada una de las muestras de los tres aceros, es posible apreciar que, al terminar la etapa de interconexión inicial, el comportamiento cinético continúa de forma lineal hasta alcanzar un ***Punto de Interconexión Crítico (PIC)***, este punto se obtiene trazando una línea recta a partir de los valores posteriores al Punto de Interconexión General, durante este intervalo las grietas ya interconectadas comienzan a crecer en las zonas intermedias del punto de su interconexión, La representación en el gráfico de porcentaje de área agrietada en la zona de esta subetapa se muestra en las **Figuras 41 – 43**.

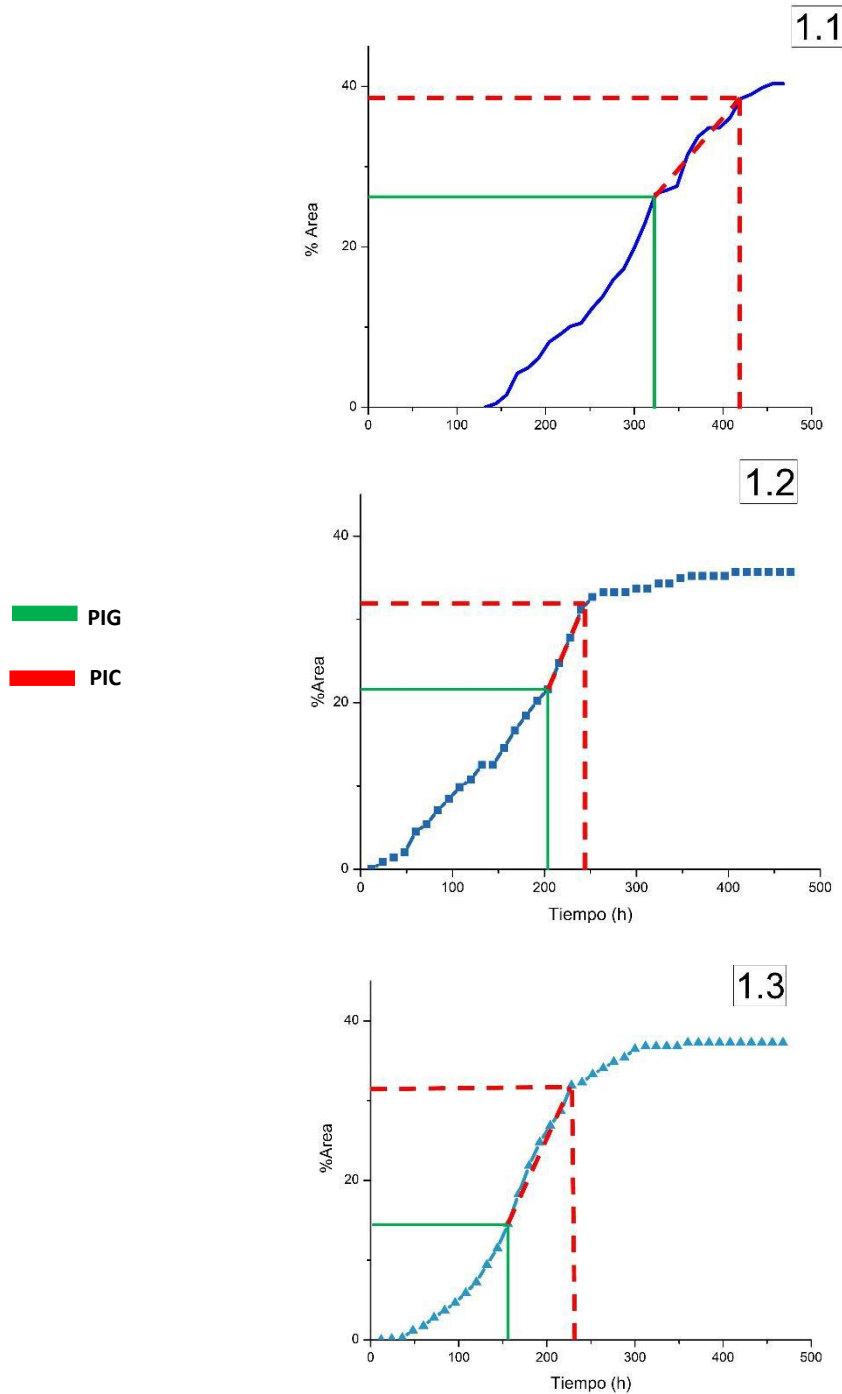


Figura 41. Subetapa de Crecimiento Acelerado en grafico de porcentaje de área en acero AIC1.

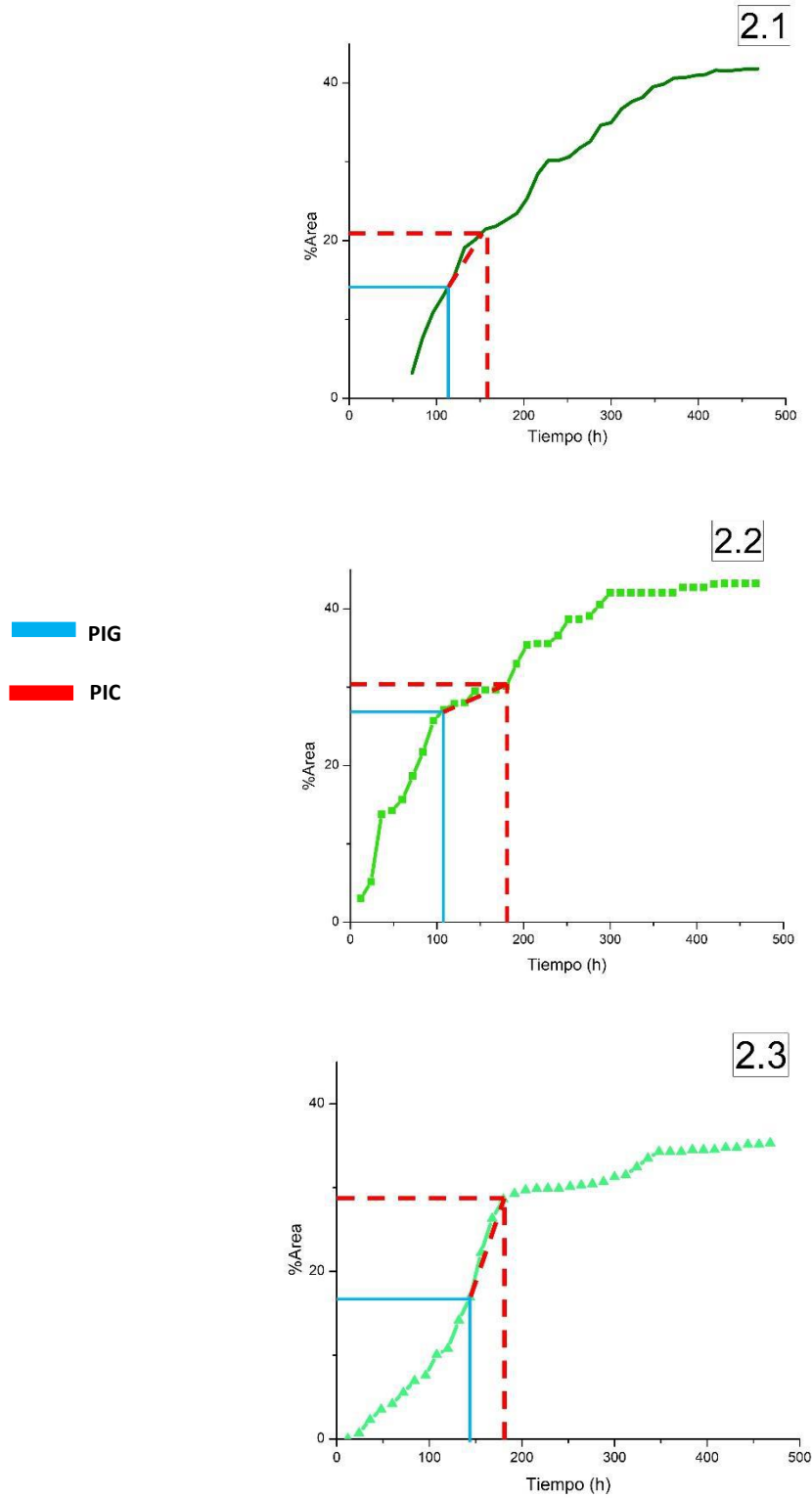


Figura 42. Subetapa de Crecimiento Acelerado en grafico de porcentaje de área en acero AIC2.

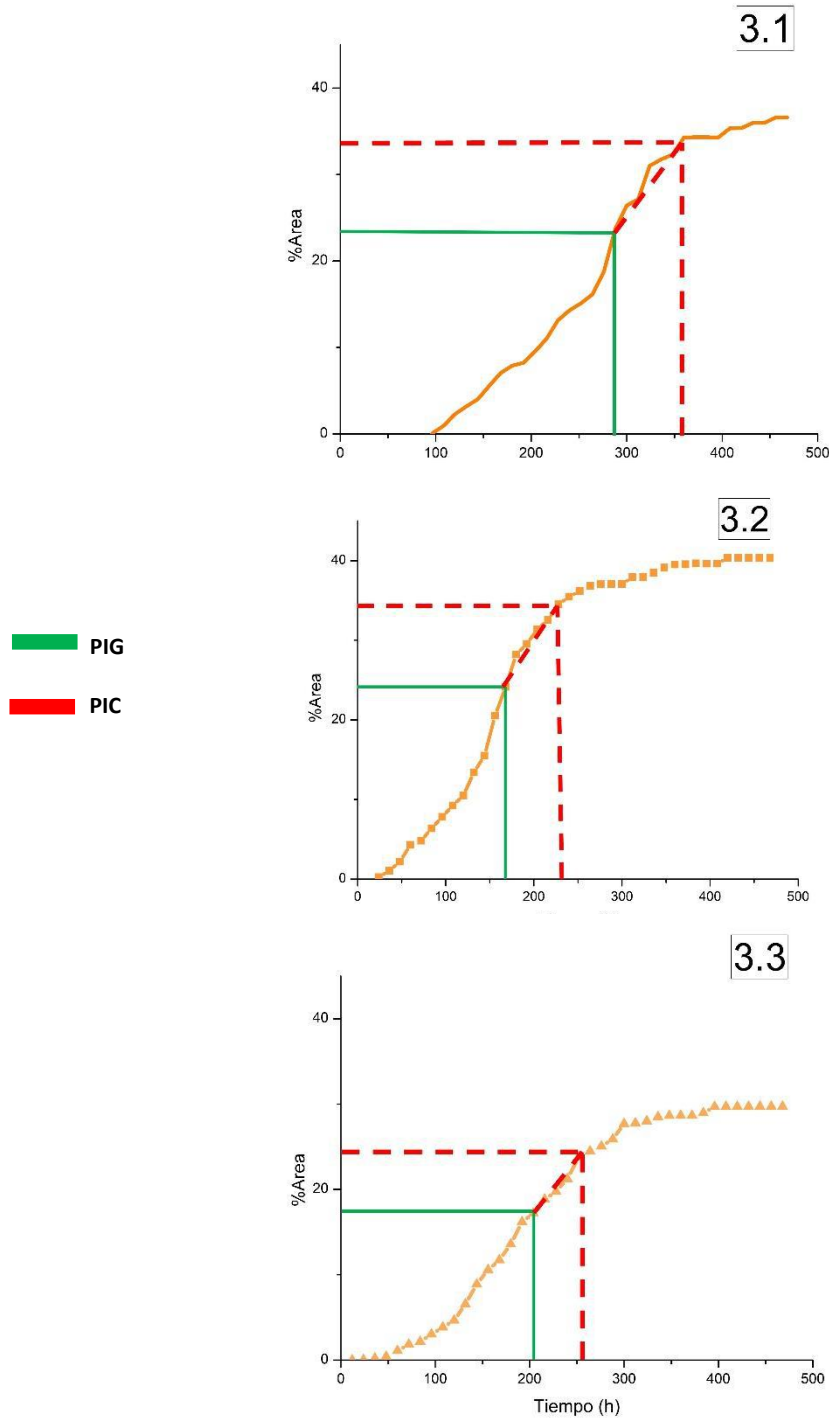


Figura 43. Subetapa de Crecimiento Acelerado en grafico de porcentaje de área en acero AIC3.

Los datos de la pendiente y su ajuste durante la subetapa de crecimiento se muestran en la **Tabla 19**, donde es posible observar que en este caso la duración del tiempo en esta subetapa es similar en cada uno de los aceros (**Figuras 44 – 46**) sin embargo, la variación en los valores de la pendiente incrementa aún más en el acero AIC2 en comparación con la etapa de interconexión secuencial, esta variación incrementa en un 8% con respecto a la etapa de interconexión secuencial y se representa gráficamente en la **Figura 47**.

Tabla 19. Datos de subetapa de crecimiento.

<i>Acero</i>	<i>Muestra</i>	<i>Pendiente</i>	<i>R²</i>	<i>Duración de Etapa de Interconexión Inicial</i>
AIC1	1.1	0.1548	0.9246	60 h
	1.2	0.2375	0.9881	48 h
	1.3	0.2132	0.9739	84 h
AIC2	2.1	0.1497	0.9167	60 h
	2.2	0.0424	0.9074	72 h
	2.3	0.3265	0.9701	36 h
AIC3	3.1	0.143	0.9538	72 h
	3.2	0.1591	0.9561	60 h
	3.3	0.1297	0.9707	48 h

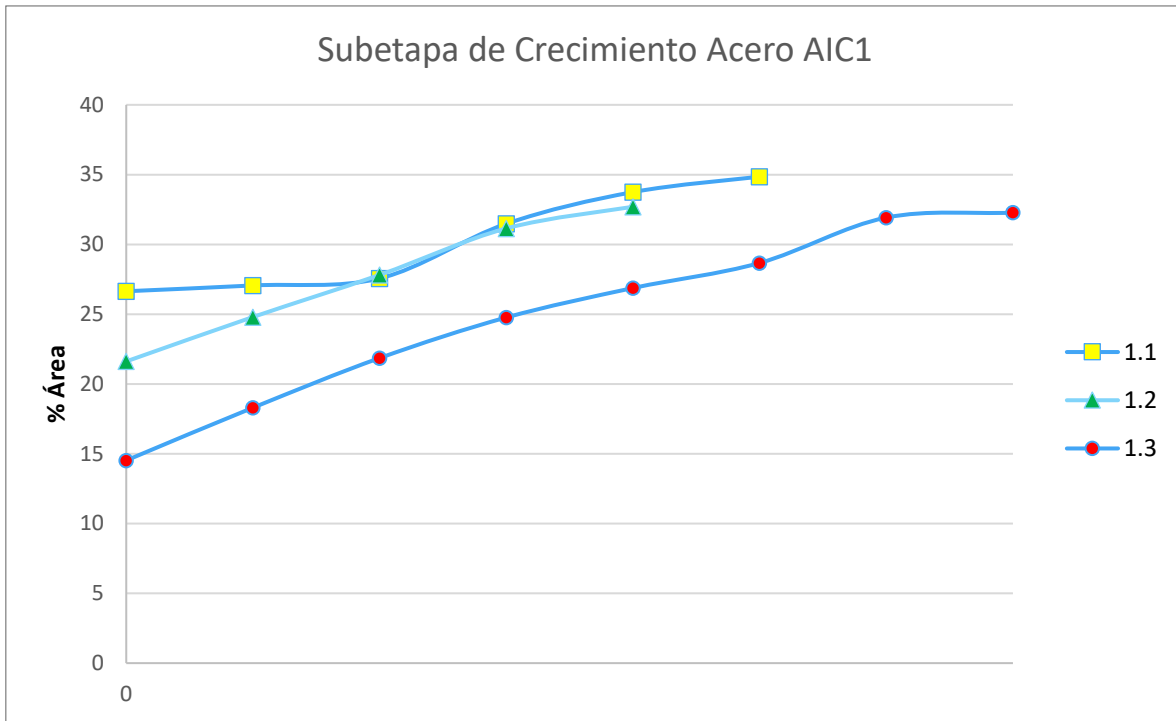


Figura 44. Subetapa de Crecimiento Acelerado en Acero AIC1.

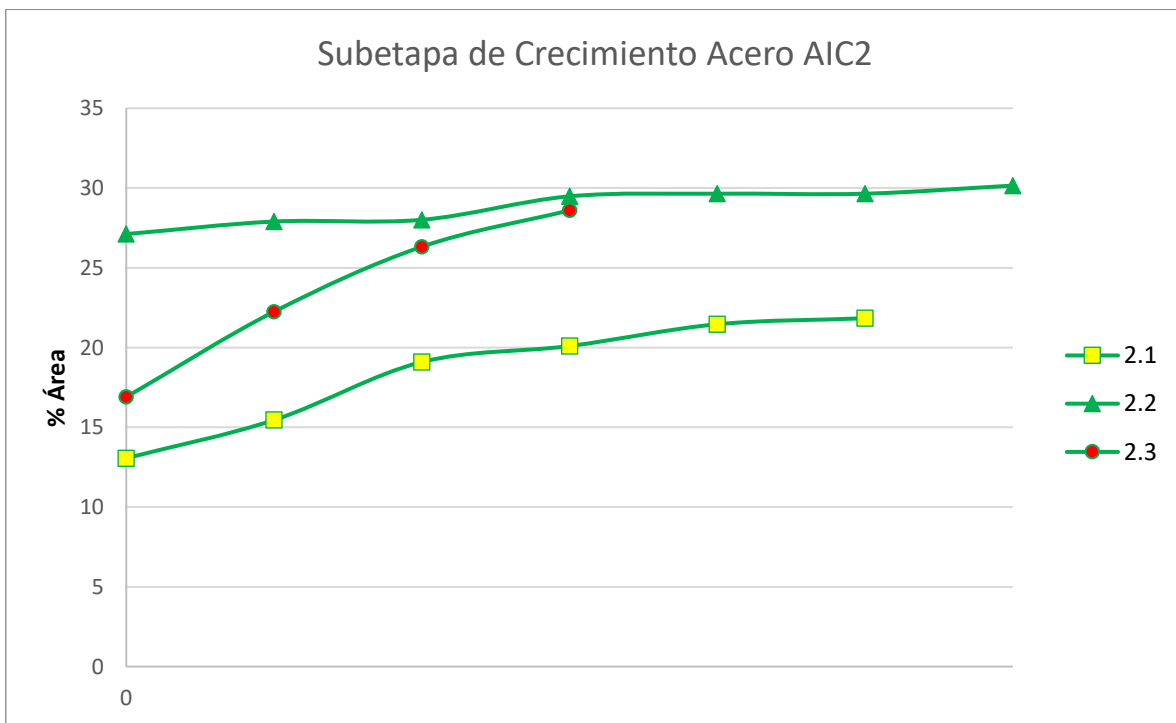


Figura 45. Subetapa de Crecimiento Acelerado en Acero AIC2.

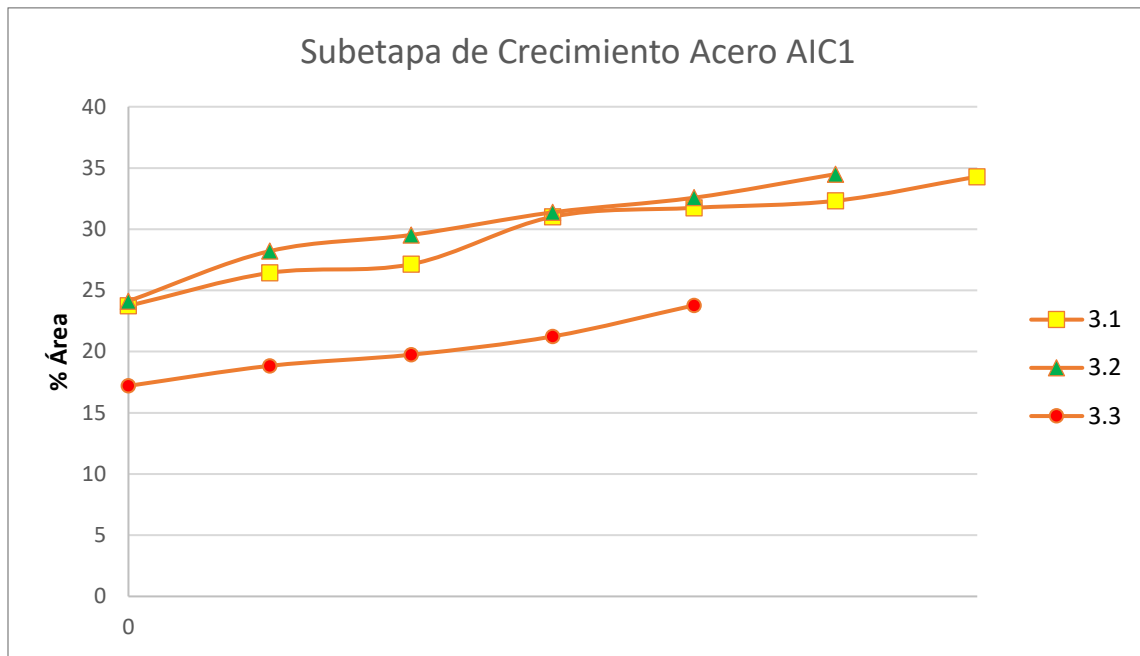


Figura 46. Subetapa de Crecimiento Acelerado en Acero AIC3.

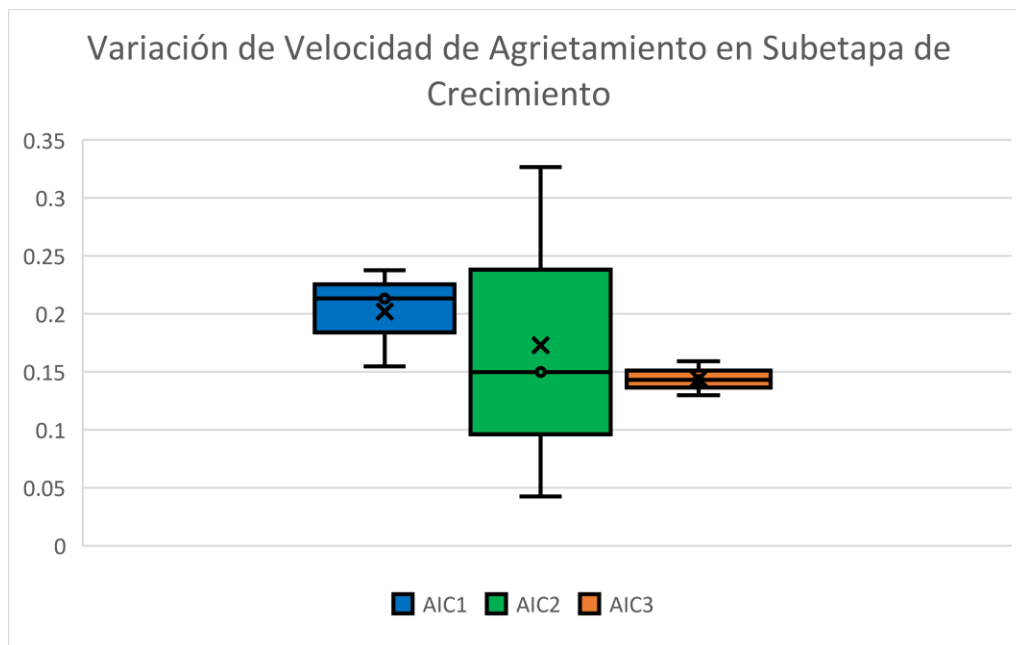


Figura 47. Variación de Velocidad de Agrietamiento en la subetapa de Crecimiento de Interconexión.

5.1.2.2 Tercera Subetapa, Estabilización de la Interconexión

Una vez que se llega al Punto de Interconexión Crítico, el comportamiento cinético de AIH comienza a desacelerar, tomando un comportamiento exponencial en lugar de lineal hasta alcanzar un punto de estabilidad en el que el área agrietada ya no aumenta. Al realizar una comparación de los datos de aparición del inicio del fenómeno de AIH con respecto al comienzo de la etapa de estabilización (Al alcanzar el Punto de Interconexión Crítico) en los gráficos generales de área agrietada, es posible observar que, en el caso de La muestra 1.1 del acero A₁C₁ las 468 horas de experimentación no fueron suficientes para mostrar completamente la estabilización de la muestra, mientras que en el resto de las muestras esta cantidad de tiempo si fue suficiente para mostrarlo, esto da a entender que el comportamiento cinético no es dependiente del momento en el que se comienza a difundir el hidrogeno en la muestra, si no que comienza a partir de la aparición del primer núcleo de AIH, el cual debe tomarse como el tiempo 0, de acuerdo con los resultados obtenidos en este trabajo, el comportamiento cinético ideal en la etapa de interconexión de grietas se muestra en la **Figura 48**.

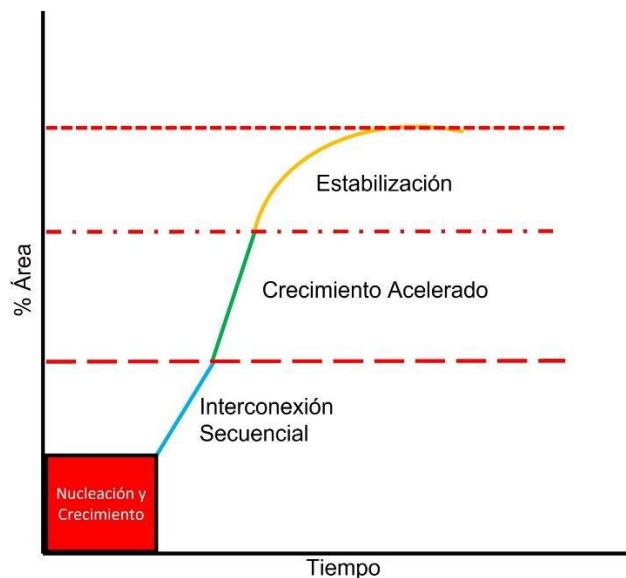


Figura 48. Gráfico General de las Subetapas de Interconexión.

5.2 Correlación de las Propiedades Metalúrgicas con la Interconexión de Grietas

En el apartado anterior, se observó que la presencia de grietas no coplanares disminuye el tiempo de duración de las subetapas ya que el agrietamiento se ve acelerado.

Al comparar las propiedades metalúrgicas de los aceros, el acero AIC2 cuenta con las mejores propiedades mecánicas de los tres aceros en cuanto a resistencia a la tensión por lo que se esperaba que este acero se desempeñara de una mejor manera en cuanto a resistencia al AIH, sin embargo, su desempeño fue el menor de los tres aceros evaluados, esto se debe a que de los tres aceros es el que cuenta con un menor tamaño de grano lo que incrementa la cantidad de sitios disponibles para el atrapamiento de hidrogeno lo que ocasiono que este acero presentara agrietamiento en planos distintos. Por otro lado, el acero AIC1 al tener un tamaño de grano mayor, mostró un mejor desempeño durante la primera subetapa de interconexión secuencial, pero al pasar a la etapa de crecimiento la velocidad de agrietamiento incremento considerablemente, siendo el acero AIC3 el que obtuvo un mejor desempeño en esta etapa. Tanto el acero AIC1 como AIC3 presentaron solamente grietas cerca de la superficie, por lo que sus subetapas de interconexión pudieron apreciarse mejor.

CONCLUSIONES

Los resultados y análisis de los experimentos de comportamiento cinético de la interconexión de grietas por AIH en aceros API 5L, permite establecer las siguientes conclusiones:

1. Los mapeos ultrasónicos revelan tres cinéticas distintas en la etapa de coalescencia: la interconexión secuencial, el crecimiento acelerado y la estabilización.
2. La correlación de la cinética con las características metalúrgicas de los aceros indica que el tamaño de grano influye sobre la cinética a través de la alteración de los planos en los que aparecen las grietas. A mayor tamaño de grano ASTM se presenta predominantemente la coalescencia de grietas no coplanares, que generan una velocidad de agrietamiento promedio mayor con una dispersión en los resultados del 72%, comparadas con las muestras con menor tamaño de grano ASTM, las cuales presentan coalescencia de grietas coplanares. Asimismo, en la segunda etapa, la velocidad promedio de agrietamiento disminuye, y se tiene una dispersión de datos del 80%.
3. La cinética de coalescencia de grietas por AIH no se ve afectada por el tiempo de nucleación, por lo que, aunque las subetapas de interconexión ocurran a tiempos distintos, su comportamiento es similar.
4. A pesar de las variaciones en las subetapas de interconexión, el fenómeno de AIH siempre tendrá una zona de comportamiento lineal que incluye la etapa de nucleación y crecimiento y las subetapas de interconexión temprana y crecimiento de acelerado, hasta alcanzar un punto crítico en el que comienza a desacelerar y finalmente se estabiliza.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. González Velázquez, J. L. (2017). Agrietamiento Inducido por Hidrógeno. En *Fractografía y Análisis de Falla* (pp. 155-163). Edición del Autor.
2. González Velázquez, J. L. (2004). *Mecánica de fractura/ Fracture Mechanics*. Editorial Limusa S.A. De C.V.
3. Traidia, A., Chatzidouros, E., & Jouiad, M. (2018). Review of hydrogen-assisted cracking models for application to service lifetime prediction and challenges in the oil and gas industry. *Corrosion Reviews*, 36. <https://doi.org/10.1515/corrrev-2017-0079>
4. Dadfarnia, M., Somerday, B. p., Schembri, P. E., Sofronis, P., Foulk, J. W., Nibur, K. A., & Balch, D. K. (2014). On Modeling Hydrogen-Induced Crack Propagation Under Sustained Load. *JOM*, 66(8), 1390-1398. <https://doi.org/10.1007/s11837-014-1050-8>
5. González Velázquez & Rivas López. (2015). Modeling of the Nucleation and Evolution of Hydrogen Induced Cracking in Pipeline Steel. Presentado en Rio Pipeline Conference, Rio de Janeiro, Brazil.
6. Ahn, D. C., Sofronis, P., & Dodds, R. (2007). Modeling of hydrogen-assisted ductile crack propagation in metals and alloys. *International Journal of Fracture*, 145(2), 135-157. <https://doi.org/10.1007/s10704-007-9112-3>
7. Olden, V., Thaulow, C., & Johnsen, R. (2008). Modelling of hydrogen diffusion and hydrogen induced cracking in supermartensitic and duplex stainless steels. *Materials & Design*, 29(10), 1934-1948. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2008.04.026>
8. API 579-1/ASME FFS-1 2016 Fitness-For-Service. (2016). API/ ASME.
9. Perla Karina Vázquez Perales. (2014). Estudio de la cinética de nucleación y crecimiento del agrietamiento inducido por hidrógeno en aceros con especificación API 5L. Tesis de Maestría del Instituto Politécnico Nacional.

10. González, J. L., & Morales, A. (2006). Analysis of Non-Coplanar the Pressurized Laminations in X52 Steel Pipes by Non-Linear by Finite Element. En *IPC2006* (pp. 791-798). Volume 2: Integrity Management; Poster Session; Student Paper Competition. <https://doi.org/10.1115/IPC2006-10514>
11. González, J. L., Ramirez, R., Hallen, J. M., & Guzman, R. A. (1997). Hydrogen-Induced Crack Growth Rate in Steel Plates Exposed to Sour Environments. *NACE-97120935*, 53(12), 9.
12. Pedefferri (Deceased), P. (2018). Hydrogen-Induced Damage. En P. Pedefferri (Ed.), *Corrosion Science and Engineering* (pp. 275-295). Cham: Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-97625-9_14
13. Pundt, A., & Kirchheim, R. (2006). Hydrogen in metals: Microstructural aspects. *Annual Review of Materials Research*, 36, 555-608.
<https://doi.org/10.1146/annurev.matsci.36.090804.094451>
14. Torkkeli, J., Saukkonen, T., & Hänninen, H. (2015). Effect of MnS inclusion dissolution on carbon steel stress corrosion cracking in fuel-grade ethanol. *Corrosion Science*, 96, 14-22. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2015.03.002>
15. HUDSON, P. E., SNAVELY, E. S., PAYNE, J. S., FIEL, L. D., & HACKERMAN, N. (1968). Absorption of Hydrogen by Cathodically Protected Steel. *CORROSION*, 24(7), 189-196. <https://doi.org/10.5006/0010-9312-24.7.189>
16. Nardo, R. M., Cerniglia, D., Lombardo, P., Pecoraro, S., & Infantino, A. (2016). Detection, characterization and sizing of hydrogen induced cracking in pressure vessels using phased array ultrasonic data processing. *21st European Conference on*

- Fracture, ECF21, 20-24 June 2016, Catania, Italy*, 2, 581-588.
<https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.075>
17. Ayadi, S., Charles, Y., Gaspérini, M., Caron Lemaire, I., & Da Silva Botelho, T. (2017). Effect of loading mode on blistering in iron submitted to plastic prestrain before hydrogen cathodic charging. *International Journal of Hydrogen Energy*, 42(15), 10555-10567. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.02.048>
 18. Traidia, A., Alfano, M., Lubineau, G., Duval, S., & Sherik, A. (2012). An effective finite element model for the prediction of hydrogen induced cracking in steel pipelines. *Advances in Hydrogen Production (Selected papers from ICH2P-2011)*, 37(21), 16214-16230. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2012.08.046>
 19. ANSI/NACE Standard TM0284-2003. (2003). Evaluation of Pipeline and Pressure Vessel Steels for Resistance to Hydrogen-Induced Cracking. NACE International.
 20. ISO/FDIS 17081. (2013). Method of measurement of hydrogen permeation and determination of hydrogen uptake and transport in metals by an electrochemical technique. International Organization for Standardization.
 21. Morales, A., González Velázquez, J. L., & Hallen, J. M. (2004). Comportamiento Mecánico de Grietas No Coplanares en Tubos Aplicando el Método de los Elementos Finitos/Mechanical Behavior of Non-Coplanar Cracks in Pipes Applying the Finite Elements Method. *Información tecnológica*, 15, 29-34.
 22. Serebrinsky, S., Carter, E. A., & Ortiz, M. (2004). A quantum-mechanically informed continuum model of hydrogen embrittlement. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 52(10), 2403-2430. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2004.02.010>

23. González, J. L., & Morales, A. (2007). Analysis of non coplanar the pressurized laminations in X52 steel pipes by non-linear by finite element (pp. 791-798).
<https://doi.org/10.1115/IPC2006-10514>
24. Servin, A., González, J. L., & Morales, A. (2009). Behavior of coplanar and non-coplanar laminations in API5L X52 steel simulated by finite elements. *Informacion Tecnologica*, 97-106. <https://doi.org/10.1612/inf.tecnol.4113it.08>
25. Mohtadi-Bonab, M. A., Szpunar, J. A., & Razavi-Tousi, S. S. (2013). A comparative study of hydrogen induced cracking behavior in API 5L X60 and X70 pipeline steels. *Engineering Failure Analysis*, 33, 163-175.
<https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2013.04.028>
26. Sezgin, J.-G., Bosch, C., Montouchet, A., Perrin, G., & Wolski, K. (2017). Modelling of hydrogen induced pressurization of internal cavities. *International Journal of Hydrogen Energy*, 42(22), 15403-15414.
<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.04.106>
27. Baik, Y., Choi, Y., & Jung, H. G. (2018). Study on the hydrogen induced cracking of API-X80 steels by using 3-axis controlled ultrasonic inspection unit. *The 11th International Conference on Neutron Scattering (ICNS 2017)*, 551, 79-82.
<https://doi.org/10.1016/j.physb.2017.11.054>
28. Shiraiwa, T., Kawate, M., Briffod, F., Kasuya, T., & Enoki, M. (2020). Evaluation of hydrogen-induced cracking in high-strength steel welded joints by acoustic emission technique. *Materials & Design*, 190, 108573.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108573>

29. ASTM E3-11. (2017). Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. ASTM International. Recuperado a partir de [http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E3-11\(2017\)](http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E3-11(2017))
30. ASTM E1245-03(2016). (2016). Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis. ASTM International.
31. ASTM E1382 - 97(2015). (2015). Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis. ASTM International.
32. ASTM E407 - 07(2015). (2015). Standard Practice for Microetching Metals and Alloys. ASTM International.
33. ASTM E8 / E8M. (2016). Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. ASTM International.
34. ASTM E23 - 18. (2018). Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials. ASTM International.
35. ASTM E18 - 20. (2020). Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials. ASTM International.