

00574  
1  
25

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE  
MÉXICO



FACULTAD DE QUÍMICA

EFFECTO DEL ESFUERZO APLICADO SOBRE  
LA SUSCEPTIBILIDAD AL AGRIETAMIENTO  
ASISTIDO POR EL MEDIO DE UN ACERO  
MICROALEADO

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE

MAESTRIA EN CIENCIAS  
(MAESTRIA EN METALURGIA)

P R E S E N T A :

ANDRES AGUILAR NEGRETE

MEXICO D.F.

1999

274632





Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## **JURADO ASIGNADO**

Presidente:	Dr. Lorenzo Martínez Gómez	(CCF)
Primer Vocal:	M. en I. Bernardo Campillo Illanes	(CCF)
Secretario:	Dr. Carlos González Rivera	(FQ-UNAM)
Primer Suplente:	M. en C. Osvaldo Flores Cedillo	(CCF)
Segundo Suplente:	Dr. José Gonzalo González Rodríguez	(UAEM)

### **SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:**

Centro de Ciencias Físicas, UNAM, ( Lab. De Cuernavaca Morelos).



Ing. M. Andrés Aguilar Negrete  
**Candidato al Grado de Maestro en Ciencias**



Dr. José Luis Albarrán Gómez  
**Asesor de Tesis**

## DEDICATORIAS

*Dedico este esfuerzo a los seres que me han enseñado a encontrar el sentido de la vida y a quienes debo la dicha de saber disfrutar y valorar este trabajo. Dedico a ellos de los cuales he aprendido lo importante que es luchar por conseguir lo que realmente deseamos a pesar de lo difícil que pueda ser el camino.*

*A mis padres:*

*Adrián aguilar Guadarrama*

*Arturo aguilar Guadarrama*

*Josefina Figueroa Alemán*

*Gabina Negrete Domínguez (qepd)*

*A mis Hermanos:*

*Leoncio*

*Juan Antonio*

*María*

*Adolfo*

*Gabriela*

*Alvaro*

*Como muestra de mi cariño, gracias por ser tan buenos hermanos y por que siempre me han ayudado en las buenas y en las malas.*

*A Dios nuestro señor por permitirme llegar al final de esta etapa de estudio y por ser parte de mi vida.*

# AGRADECIMIENTOS

## **A los miembros de Jurado:**

Dr. Lorenzo Martínez Gómez.  
M. en I. Bernardo Campillo Illanes.  
Dr. Carlos González Rivera.  
M. en C. Osvaldo Flores Cedillo.  
Dr. José Gonzalo González Rodríguez.

Por sus valiosos comentarios y sugerencias para mejorar este trabajo.

## **A mi asesor de Tesis al Dr. José Luis Albarrán Gómez.**

Por brindarme la oportunidad de nueva cuenta contar con su apoyo para realizar mi trabajo de maestría, el cual significa un paso importante hacia nuevos logros. Además, de contar con su apoyo incondicional como persona y amigo.

Como muestra de agradecimiento al **Técnico Académico Anselmo González Trujillo**, gracias por todo tu apoyo técnico en la realización de esta tesis, y sobre todo gracias por tus consejos y amistad, como persona y amigo.

Mi agradecimiento sincero al grupo de materiales del centro de ciencias físicas formado por M en C. Osvaldo Flores Cedillo, M en I. Bernardo Campillo Illanes, Dr. Ramiro Pérez Campos y el Técnico Académico Rene Guardián Tapia por sus valiosas aportaciones, asesorías y comentarios que en algún momento me ayudaron para enriquecer este trabajo.

A mis amigos y amigas, Martha A. De la Cruz, Ivonne Espinosa, Josefina B, Erica Y. J, G. Yadira. L, Ana B. Jiménez, Oralia Macias, María E. S, Juan M. Zagal, Jesús Colín, Arturo Molina, Sergio A. Serna, Ricardo Clavijo, Manuel G. Amaya, Isai Rosales, Carlos. L, Gerardo. G, los cuales tiene un lugar muy especial para mí, por su apoyo y constantes llamadas de atención para que finalizara este trabajo, gracias amigos.

A la DGPA-UNAM por el apoyo económico otorgado al Proyecto IN105997.

Al Consejo Nacional de Tecnología (CONACYT) por la beca otorgada durante este la realización de este trabajo.

# INDICE

	Pag.
<b>INDICE</b>	i
<b>RESUMEN</b>	v
<b>OBJETIVO</b>	vii
<b>JUSTIFICACION</b>	vii
Lista de Figuras.	ix
Lista de Tablas.	xii

## CAPITULO 1

### 1- INTRODUCCION

1.1 Mecánica de la Fractura.	1
1.2 Aceros para Tubería de Hidrocarburos.	12
1.3 Agrietamiento Asistido por el Medio Ambiente.	20
BIBLIOGRAFIA.	24
FIGURAS.	29

## CAPITULO 2

### 2- REVISION BIBLIOGRAFICA

2.1 Agrietamiento por Corrosión Bajo Tensión.	33
2.2 Mecanismos de Corrosión Bajo Tensión.	34
2.2.1 Mecanismos de Fragilización.	35
2.2.2 Mecanismos de Disolución.	37
2.3 Influencia del Medio Ambiente.	40
2.3.1 Disolución Anódica.	44
2.3.2 Rompimiento de Película.	44
2.3.3 Esfuerzo-Adsorción.	45

2.3.4 Películas Delgadas.	46
2.4 Efectos Mecánicos.	47
2.4.1 Modos de Carga y Agrietamiento Ambiental.	47
2.4.2 El Efecto de la Intensidad de Esfuerzos.	49
2.4.3 Ramificación de Grietas por Corrosión Bajo Esfuerzo.	50
2.5 Variables Metalúrgicas.	51
2.5.1 Efecto de la Microestructura y la Composición.	51
2.5.2 Efecto de la Resistencia.	53
2.5.3 Efecto del Trabajado en Frío.	53
BIBLIOGRAFIA.	55
FIGURAS.	60

## CAPITULO 3

### 3- PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1 Material Utilizado.	65
3.2 Maquinado de Muestras WOL Modificadas.	65
3.3 Descripción del Equipo para Evaluación.	65
3.4 Estudio de la Velocidad de Crecimiento de Fractura.	66
3.5 Procedimiento de Prueba.	66
3.5.1 Procedimiento de Carga de las Muestras.	67
3.5.2 Condiciones de Prueba.	69
3.6 Examinación de Muestras después de cada Prueba.	70
3.6.1 Preparación Metalográfica.	70
3.6.2 Análisis de los Productos de Corrosión.	70
3.6.3 Análisis de Fractura.	71
BIBLIOGRAFIA.	72
TABLAS Y FIGURAS.	73

## CAPITULO 4

### 4- RESULTADOS Y DISCUSION

4.1 Crecimiento de Grieta en Agua de Mar Sintética (ASTM).	79
4.2 Crecimiento de Grieta en Solución NACE.	80
4.3 Crecimiento de Grieta en la Solución NACE (Sin NaCl).	83
4.4 Razones de Crecimiento de Grieta.	84
4.5 Microanálisis.	87
4.6 Fractografía.	90
4.7 Discusión General.	92
BIBLIOGRAFIA.	95
TABLAS Y FIGURAS.	96

## CAPITULO 5

5- CONCLUSIONES	123
5.1 Recomendaciones para Trabajos Posteriores	125

## RESUMEN

El crecimiento subcrítico de grieta inducido por el medio ambiente ocurre preferencialmente en materiales metálicos debido a las propiedades intrínsecas del material, medio ambiente y condiciones de esfuerzo. Se evaluó la resistencia al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo de un acero para tubería grado API X-80. Se realizaron pruebas de laboratorio sobre muestras de cuña de carga abierta (WOL) modificadas, expuestas en diferentes medios. Los medios utilizados son: 1) Agua de mar sintética (Norma ASTM D1141), 2) Agua de mar sintética saturada con 1atm de H<sub>2</sub>S (NACE TM 0177-90) y 3) Una solución de agua de mar sintética sin NaCl, saturada con 1 atm de H<sub>2</sub>S; a temperatura y presión ambiente. Las pruebas se realizaron con intensidades de esfuerzo iniciales de 50, 45, 40 y 35 MPa\*m<sup>1/2</sup>, en dirección paralela y transversal al sentido de laminación. Las muestras expuestas en agua de mar sintética muestran la formación de pequeñas cavidades en los especímenes cargados a intensidades de esfuerzos mayores. Sin embargo, presentan solo la disolución del metal en la punta sin crecimiento de grieta. En contraste, las muestras expuestas a la solución NACE y agua de mar sintética sin NaCl saturadas con H<sub>2</sub>S fueron susceptibles al agrietamiento bajo las condiciones experimentales impuestas. El esfuerzo aplicado en la dirección paralela presenta velocidades de propagación mucho más grandes en comparación con las transversales en cualquiera de las dos soluciones NACE y NACE (sin NaCl).

## OBJETIVO

El objetivo de este trabajo es evaluar la resistencia del acero microaleado para tubería X-80, a temperatura y presión ambiente a diferentes intensidades de esfuerzos iniciales de carga, dentro de los diferentes medios de prueba. Así como determinar el efecto del esfuerzo aplicado sobre la velocidad de propagación.

## JUSTIFICACION

El problema del agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo es incuestionablemente el más costoso de los fenómenos de agrietamiento asistido por el medio, con pérdidas en una amplia variedad de ambientes de servicio. La lista de situaciones en las cuales ocurren agrietamientos asistidos por el medio ambiente es larga y esta probablemente crecerá en la medida que aumenta el número de materiales y la severidad de las condiciones de servicio. Los aceros usados en ambientes que contienen sulfuro de hidrógeno algunas veces sufren de agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo (ACBE). Generalmente, el ACBE puede ser relacionado a (1) un alto nivel de esfuerzos, (2) propiedades metalúrgicas del material, y (3) la presencia de sulfuro de hidrógeno y humedad. Una gran cantidad de investigaciones han sido realizadas con el objetivo de desarrollar aceros de alta resistencia con una menor sensibilidad al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo (ACBE).

El grueso de las investigaciones realizadas parte del desarrollo de un acero microaleado de alta resistencia API X-80, diseñado para trabajar en atmósferas de gas amargo; en principio, estudios recientes han mostrado que el acero X-80, en la condición de llegada, así como muestras tratadas térmicamente evaluadas a alta temperatura en una solución de agua de mar sintética saturada con  $H_2S$ , no presentan crecimiento de grieta alguno. Lo anterior justifica estudios detallados sobre la resistencia del acero API X-80, a temperatura y presión ambiente, con el fin de entender los efectos del esfuerzo aplicado dentro de los diferentes medios de prueba.

## OBJETIVO

El objetivo de este trabajo es evaluar la resistencia del acero microaleado para tubería X-80, a temperatura y presión ambiente a diferentes intensidades de esfuerzos iniciales de carga, dentro de los diferentes medios de prueba. Así como determinar el efecto del esfuerzo aplicado sobre la velocidad de propagación.

## JUSTIFICACION

El problema del agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo es incuestionablemente el más costoso de los fenómenos de agrietamiento asistido por el medio, con pérdidas en una amplia variedad de ambientes de servicio. La lista de situaciones en las cuales ocurren agrietamientos asistidos por el medio ambiente es larga y esta probablemente crecerá en la medida que aumenta el número de materiales y la severidad de las condiciones de servicio. Los aceros usados en ambientes que contienen sulfuro de hidrógeno algunas veces sufren de agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo (ACBE). Generalmente, el ACBE puede ser relacionado a (1) un alto nivel de esfuerzos, (2) propiedades metalúrgicas del material, y (3) la presencia de sulfuro de hidrógeno y humedad. Una gran cantidad de investigaciones han sido realizadas con el objetivo de desarrollar aceros de alta resistencia con una menor sensibilidad al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo (ACBE).

El grueso de las investigaciones realizadas parte del desarrollo de un acero microaleado de alta resistencia API X-80, diseñado para trabajar en atmósferas de gas amargo; en principio, estudios recientes han mostrado que el acero X-80, en la condición de llegada, así como muestras tratadas térmicamente evaluadas a alta temperatura en una solución de agua de mar sintética saturada con  $H_2S$ , no presentan crecimiento de grieta alguno. Lo anterior justifica estudios detallados sobre la resistencia del acero API X-80, a temperatura y presión ambiente, con el fin de entender los efectos del esfuerzo aplicado dentro de los diferentes medios de prueba.

## LISTA DE FIGURAS

Figura	Descripción	Pag.
Figura 1.1	Enlace de la mecánica de la fractura.	29
Figura 1.2	Enlace de mecanismos de fractura.	29
Figura 1.3	Conexión estructural.	29
Figura 1.4	Campo elástico lineal en el frente de una grieta.	30
Figura 1.5	Determinación del campo de deformación plástica por medio de J.	30
Figura 1.6	Diagrama secuencial del proceso de fractura dúctil.	31
Figura 1.7	Inter-relación entre la curva R y el procedimiento de predicción de la inestabilidad.	31
Figura 1.8	Velocidad de crecimiento de grieta por corrosión por esfuerzo como una función de $K_I$ .	32
Figura 1.9	Gráfica que muestra la relación entre el contenido de niobio y la temperatura de recristalización en el acero.	32
Figura 1.10	Gráfica que relaciona el contenido de niobio y la temperatura de transición.	32
Figura 2.1	Relación típica de la intensidad de esfuerzo-velocidad de crecimiento de la grieta de sistemas inducidos por el medio ambiente.	60
Figura 2.2	Relación típica de la velocidad de deformación contra ductilidad, para materiales deformados en un medio que produce agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo por disolución anódica.	60
Figura 2.3	Modelo de rompimiento de película para el crecimiento de grieta por ACBE.	61
Figura 2.4	Modelo de esfuerzo-adsorción para el crecimiento de grietas. (a) adsorción de átomos, que facilita la nucleación de dislocaciones. (b) entrada de dislocaciones sobre los planos $D_1$ y $D_2$ , producidos por el avance de la grieta $\Delta a$ . (c) actividad de las dislocaciones, al frente de microcavidades producidas en la punta de la grieta que eventualmente se unen con la grieta principal, por deslizamientos alternos.	61
Figura 2.5	Métodos de prueba de formas de ciclos de carga y resultados. Agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo (ACBE) y corrosión por fatiga.	62
Figura 2.6	(a) Parámetro de intensidad de esfuerzo, K. (b) Procedimiento de prueba de mecánica de la fractura para corrosión bajo esfuerzo.	63
Figura 2.7	Macro-ramificaciones y micro-ramificaciones de una grieta por corrosión bajo esfuerzo.	63
Figura 3.1	Orientación de las muestras WOL maquinadas.	75
Figura 3.2	Representación esquemática de la muestra WOL modificada.	75
Figura 3.3	Sistema usado para exponer las probetas.	76
Figura 3.4	Dimensiones de las partes de ensamble para el cargado de muestras WOL modificadas.	76
Figura 3.5	Arreglo de galga de deformación.	77

Figura 3.6	Procedimiento para el cargado de las muestras WOL modificadas.	77
Figura 4.1	Vista general de la base muescada, muestra (T-L) expuesta en agua de mar sintética, cargada a $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ .	96
Figura 4.2	Patrón por energía dispersiva de rayos X (EDX), obtenido en la muestra (T-L) cargada a $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , expuesta en agua de mar sintética.	96
Figura 4.3	Vista general de la base muescada, muestra (T-L) cargada a $45 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , expuesta en agua de mar sintética.	97
Figura 4.4	Patrón por energía dispersiva de rayos X (EDX), obtenido en la muestra (T-L) cargada a $45 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , expuesta en agua de mar sintética.	97
Figura 4.5	Vista general de la base muescada, muestra (T-L) cargada a $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , expuesta en agua de mar sintética.	97
Figura 4.6	Patrón por energía dispersiva de rayos X (EDX), obtenido en la muestra (T-L) cargada a $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , expuesta en agua de mar sintética.	97
Figura 4.7	Crecimiento total de las muestras (T-L) paralelas a la laminación. a) $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , b) $45 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , c) $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , d) $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.	98
Figura 4.8	Detalles de la punta de las grietas de las muestras (T-L) paralelas a la laminación, a) $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , b) $45 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , c) $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , d) $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.	99
Figura 4.9	Crecimiento total de las muestras (L-T) transversales a la laminación. a) $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , b) $45 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , c) $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , d) $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.	100
Figura 4.10	Detalles de la punta de la grieta de las muestras (L-T), a) $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , b) $45 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , c) $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , d) $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.	101
Figura 4.11	Grietas generadas en las muestras expuestas en la solución NACE (sin NaCl) con diferentes esfuerzos iniciales. a) $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ (T-L), b) $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ (T-L), c) $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ (L-T), d) $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ (L-T), no se observo agrietamiento.	102
Figura 4.12	Muestra las puntas de las grietas expuestas en la solución NACE (sin NaCl). a) $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ (T-L), b) $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ (T-L), c) Detalle de la punta. $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ (T-L), d) $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ (L-T).	103
Figura 4.13	Muestra la variación de $(a/W)$ como una función del tiempo. a) Muestras (T-L), solución NACE. b) Muestras (L-T), solución NACE. c) Muestras (T-L y L-T), solución NACE (sin NaCl).	104
Figura 4.14	Razón de crecimiento de la velocidad de propagación como una función del esfuerzo aplicado. a) Solución NACE. b) Solución NACE (sin NaCl).	105
Figura 4.15	Dependencia del tiempo de incubación de las grietas con el esfuerzo aplicado inicialmente en las diferentes soluciones de prueba.	106
Figura 4.16	Relación entre el esfuerzo aplicado y el esfuerzo umbral. a) Solución NACE. b) Solución NACE (sin NaCl).	107

Figura 4.17	Patrones por energía de rayos X (EDX) de la muestra (T-L) cargada a $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , expuesta en la solución NACE en los diferentes puntos marcados.	108
Figura 4.18	Patrones de EDX de la muestra (T-L) a $45 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ expuesta en la solución NACE, en los diferentes puntos de la grieta total.	108
Figura 4.19	Patrones de EDX de la muestra (T-L) a $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ expuesta en la solución NACE, en los diferentes puntos marcados en la grieta total.	109
Figura 4.20	Patrones de EDX de la muestra (T-L) a $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ emergida en la solución NACE, en los diferentes puntos de la grieta total.	109
Figura 4.21	a) Patrones de EDX. b) Mapa de EDX de los productos de corrosión en la punta de la grieta, muestra (L-T) a $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ expuesta en la solución NACE.	110
Figura 4.22	Análisis puntuales (EDX) en los diferentes puntos marcados de la longitud total de la grieta, muestra (L-T) cargada a $45 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ expuesta en la solución NACE.	111
Figura 4.23	a) Análisis puntuales (EDX) en los diferentes puntos marcados de la longitud total de la grieta, muestra (L-T) cargada a $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , solución NACE. b) Mapa de (EDX) de los productos de corrosión en la punta de la grieta, muestra (L-T) cargada a $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ expuesta en la solución NACE.	111
Figura 4.24	Patrones de EDX en los diferentes puntos marcados de la longitud total de la grieta, muestra (L-T) cargada a $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ expuesta en la solución NACE.	112
Figura 4.25	Patrones de EDX de la muestra (T-L) cargada a $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ expuesta en la solución NACE (sin NaCl) en los diferentes puntos marcados.	113
Figura 4.26	Análisis puntuales (EDX) en los diferentes puntos marcados de la longitud total de la grieta, muestra (T-L) cargada a $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ solución NACE (sin NaCl).	113
Figura 4.27	a) Análisis puntuales (EDX) en los diferentes puntos marcados. b) Mapa de EDX de los productos de corrosión en la punta de la grieta, muestra (L-T) a $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ expuesta en la solución NACE (sin NaCl).	114
Figura 4.28	Análisis puntual en la base muescada de la muestra (L-T) cargada a $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ emergida en la solución NACE (sin NaCl).	115
Figura 4.29	Superficies de fractura. a) Inicio. b) Interfase. c) Zona unida. Muestra (T-L) paralela cargada a $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.	116
Figura 4.30	Superficies de fractura. a) Inicio. b) Interfase. c) Zona unida. Muestra (T-L) paralela cargada a $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.	117
Figura 4.31	Superficies de fractura. a) Inicio. b) Interfase. c) Zona unida. Muestra (L-T) transversal cargada a $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.	118
Figura 4.32	Superficies de fractura. a) Inicio. b) Interfase. c) Zona unida. Muestra (L-T) transversal cargada a $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.	119

Figura 4.33	Superficies de fractura. a) Inicio. b) Interfase. c) Zona unida. Muestra (T-L) paralela cargada a $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Solución NACE(sin NaCl).	120
Figura 4.34	Superficies de fractura. a) Inicio. b) Interfase. c) Zona unida. Muestra (L-T) transversal cargada a $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Solución NACE (sin NaCl).	121

## LISTA DE TABLAS

Tabla	Descripción	Pag.
Tabla 3.1	Composición química del acero API X-80 (% en peso).	73
Tabla 3.2	Propiedades mecánicas del acero API X-80, en las direcciones paralela y transversal a la laminación.	73
Tabla 3.3	Condiciones experimentales iniciales.	74
Tabla 4.1	Resultados obtenidos en pruebas experimentales.	96

# CAPITULO 1

## 1. INTRODUCCION

### 1.1 MECANICA DE LA FRACTURA.

Los experimentos desarrollados por Leonardo da Vinci hace algunos siglos, proporcionaron algunos indicios de las causas de la fractura. El midió la resistencia mecánica de alambres de hierro y encontró que la resistencia variaba inversamente con la longitud del alambre. Estos resultados indicaban que los defectos en el material controlaban la resistencia mecánica; esto es, un alambre largo corresponde a un volumen de muestra mayor y la probabilidad de muestrear una región con defectos es mayor. Estos resultados solo fueron cualitativos. Sin embargo, una conexión cuantitativa entre esfuerzos de fractura y tamaños del defecto la proporciona el trabajo de Griffith, el cual fue publicado en 1920 [1]. El realiza un análisis de esfuerzos de un holló elíptico (trabajo desarrollado extensamente por Inglis siete años después) a la propagación inestable de una grieta. Griffith utilizó la primera ley de la termodinámica para formular su teoría de fractura basándose en un simple balance de energía. De acuerdo con esta teoría, un defecto se convierte en inestable y entonces ocurre la fractura. Esto es, cuando la energía de deformación cambia como resultado de un incremento suficiente en la razón de crecimiento de la grieta para superar la energía superficial del material. El modelo de Griffith predice correctamente las relaciones entre resistencia y tamaño de un defecto en muestras de vidrio. Sin embargo, los esfuerzos para aplicar el modelo de Griffith a los metales no han tenido éxito; debido a que este modelo asume que el trabajo de fractura viene exclusivamente de la energía superficial del material, la aproximación de Griffith solamente se aplica a sólidos idealmente frágiles. La modificación del modelo de Griffith que lo hizo aplicable a los metales se propuso hasta 1948.

La mecánica de la fractura de ser una curiosidad científica se convirtió en una disciplina ingenieril, primero por la falla de los buques Liberty durante la segunda guerra mundial [2]. En los primeros días de la guerra, los Estados Unidos suministraban barcos y aviones a la Gran Bretaña bajo el acto de prestamo-arrendamiento. La gran necesidad Británica eran

los barcos de carga para transportar suministros. La marina Alemana hundía barcos de carga tres veces más rápido de los ingleses podían reponerlos con los procedimientos de construcción existentes hasta ese entonces.

Los Estados Unidos desarrollaron un revolucionario procedimiento para construir barcos más rápidamente. Estos nuevos barcos, los cuales fueron conocidos como los barcos Liberty, tenían un casco soldado, a diferencia del tradicional diseño riveteado. El programa barcos libertad fue un suceso muy sonado, hasta que un día en 1943, uno de los tanques se rompió completamente en dos mientras navegaba entre Siberia y Alaska. Fracturas subsecuentes ocurrieron en otros barcos Liberty. De los aproximadamente 2700 barcos construidos durante la segunda guerra mundial, casi 400 presentaron fracturas, de los cuales 90 fueron considerados con serios daños. En 20 barcos la falla fue esencialmente total, y cerca de la mitad de estos se partieron completamente en dos.

Las causas que provocaron las fallas de estos barcos fueron tres principalmente. 1) Las soldaduras, que fueron producidas por una mano de obra poco calificada, contenían una gran cantidad de defectos y grietas. 2) Muchas de las fracturas iniciaron sobre la cubierta en esquinas de escotillas cuadradas, donde había una concentración de esfuerzos localizada. 3) El acero utilizado en la construcción de los barcos tenía una tenacidad muy baja. El acero en cuestión había sido diseñado para construir los barcos riveteados porque la fractura no podía propagarse a través de juntas riveteadas. Una estructura soldada, sin embargo, es considerada como una estructura de metal continua; las grietas propagándose en los barcos no encontraban barreras capaces de detenerlas, y algunas veces lograban atravesar el casco entero.

El grupo de investigación en mecánica de la fractura encabezado por G.R. Irwin, después de estudiar detenidamente los trabajos de Inglis y Griffith, concluyó que las herramientas básicas necesarias para analizar la mecánica de la fractura estaban disponibles. La primera contribución mayor de Irwin fue el aplicar las aproximaciones de Griffith a metales incluyendo la energía disipada por el flujo plástico [3]. Orowan de manera independiente propuso una modificación similar a la teoría de Griffith [4]. Durante este mismo período, Mott [5] extendió la teoría de Griffith a una grieta propagándose rápidamente. En 1956, Irwin [6] desarrollo el concepto de velocidad de disipación de energía, el cual esta relacionado a la teoría de Griffith pero de una forma que es más útil en la solución de

problemas ingenieriles. Westergaard [7] en 1938 publicó una nueva técnica semi-inversa desarrollada por él para analizar los esfuerzos y desplazamientos en el frente de una grieta afilada. Irwin [8] utilizó la aproximación de Westergaard para demostrar que los esfuerzos y desplazamientos en el frente de la grieta pueden ser descritos por una simple constante que fue relacionada a la velocidad de relación de la energía. Este parámetro característico de la punta de la grieta después fue conocido como el factor de intensificación de esfuerzos. En esta misma época Williams [9] aplicó una técnica diferente para derivar las soluciones de la punta de la grieta, obteniendo un resultado esencialmente idéntico al de Irwin.

Un gran número de aplicaciones exitosas de mecánica de la fractura soportó el nacimiento de este nuevo campo en la comunidad ingenieril. En 1956 Well [10] usó la mecánica de la fractura para demostrar que las fallas encontradas en algunos aviones Comet resultaban de grietas de fatiga que alcanzaban un tamaño crítico. Estas grietas se iniciaban en las ventanas y eran causadas por un insuficiente refuerzo local, combinado con las esquinas que producían una severa concentración de esfuerzos. Una segunda aplicación de la mecánica de la fractura se dio en 1957 en la General Electric, Winne y Wundt [11] aplicaron la aproximación de Irwin a la falla de los grandes rotores de las turbinas de vapor. Ellos fueron capaces de predecir la conducta de estallamiento de grandes discos extraídos del rotor forjado y aplicaron este conocimiento a la prevención de fracturas en los rotores actuales. Parece que todas las grandes ideas encontraron una dura oposición inicialmente y la mecánica de la fractura no fue la excepción. Sin embargo, la armada de los Estados Unidos y la industria de la generación de energía eléctrica fueron el soporte de los primeros trabajos en este campo.

En 1960 Paris y sus colaboradores [12] no pudieron encontrar una audiencia receptiva para sus ideas sobre aplicar los principios de la mecánica de la fractura al crecimiento de grietas por fatiga. Sin embargo, Paris y sus colaboradores proporcionaron argumentos teóricos y experimentales convincentes para demostrar sus resultados, pareciera que los ingenieros de diseño aún no estaban listos para abandonar sus convencionalismos en favor de una aproximación más racional al diseño por fatiga. La resistencia a este trabajo fue tan grande que Paris fue incapaz de encontrar una revista que publicara su trabajo.

La segunda guerra mundial obviamente separa dos distintas eras en la historia de la mecánica de la fractura. Sin embargo, existe desacuerdo en como dividir el período entre el fin de la guerra y el presente. Una posible frontera histórica ocurre alrededor de 1960, cuando los fundamentos de la mecánica de la fractura elástico-lineal (MFEL) fueron bien establecidos y los investigadores voltearon su atención a la plasticidad en la punta de la grieta.

La mecánica de la fractura elástico lineal deja de ser válida cuando una significativa deformación plástica antecede a la falla. Durante un periodo corto de tiempo algunos investigadores (1960-1961) desarrollaron análisis para corregir la fluencia producida en la punta de la grieta. La corrección de zona plástica al frente de la grieta de Irwin [13] fue relativamente una simple extensión de la MFEL, mientras que Dugdale [14] y Barenblatt [15] cada uno desarrollaron, quizás, modelos más elaborados basados sobre bandas estrechas de material deformado de la punta de la grieta.

Wells [16] propuso el desplazamiento de las caras de las grietas como un criterio de fractura alternativo cuando antecede a la falla una significativa deformación plástica. Anteriormente, Wells había trabajado con Irwin mientras realizaba su sabático en el laboratorio de investigación naval. Cuando Wells regreso a su puesto en la asociación de investigación de soldadura Británica, el intento aplicar la mecánica de fractura elástico lineal sobre aceros para estructura de media y baja resistencia. Estos materiales fueron demasiado dúctiles para aplicarse a la MFEL, pero Wells observó que las caras de la grieta se mueven por separado debido a la deformación plástica. Esta observación condujo al desarrollo del parámetro conocido ahora como el desplazamiento de abertura de la punta de la grieta (DAPG).

En 1968, Rice [17] desarrolla otro parámetro para caracterizar el comportamiento de materiales no lineales al frente de una grieta. Idealizando la deformación plástica como elástico no lineal, Rice fue capaz de generalizar la velocidad de energía liberada de materiales no lineales. El mostró que esta velocidad de energía liberada no lineal puede ser expresada como una integral lineal, la cual llamo integral J, que es evaluada sobre un perfil arbitrario alrededor de una grieta. Sin embargo, mientras su trabajo era publicado, Rice descubrió que Eshelby [18] había realizado diversas publicaciones previamente,

también llamadas integrales de conservación unas de las cuales era equivalente a la integral J. Eshelby, sin embargo, no había aplicado sus integrales a problemas de grietas. En ése mismo año, Hutchinson [19], Rice y Rosengrer [20] relacionaron la integral J a campos de esfuerzos en la punta de la grieta en materiales no lineales. Estos análisis mostraron que la J puede ser vista como un parámetro de intensidad de esfuerzo no lineal también como una razón de liberación de energía. El trabajo de Rice pudo haber permanecido en la oscuridad, a no ser por el esfuerzo de investigación desplegado por el sector de la energía nuclear en los Estados Unidos al principio de los años 70's. La industria nuclear intentó aplicar el estado del arte de la tecnología, incluyendo la mecánica de la fractura al diseño y construcción de plantas nucleares.

Sin embargo, la dificultad de aplicar la mecánica de la fractura en esta ocasión fue que muchos de los contenedores nucleares de acero eran muy tenaces para ser caracterizados con MFEL sin recurrir a enormes muestras de laboratorio. En 1971, Begley y Landes [21] quienes fueron ingenieros de investigación en Westinghouse, a través del estudio de los trabajos de Rice, decidieron expresar escepticismo desde sus trabajos, para caracterizar la tenacidad de fractura de estos materiales con la integral J. Sus experimentos fueron muy buenos que permitieron la publicación diez años después de un procedimiento estándar para la evaluación de J en los metales [22]. La evaluación de la tenacidad de un material es solamente un aspecto de la mecánica de la fractura. Para la aplicación de los conceptos de la mecánica de la fractura al diseño, uno debe tener las relaciones matemáticas entre tenacidad, esfuerzo y el tamaño del defecto. No obstante, estas relaciones estaban bien establecidas para problemas elástico-lineales, un diseño por análisis de fractura basado en la integral J no fue útil hasta que Shin y Hutchinson aportaron un adelanto teórico de tal aproximación en 1976. Pocos años más tarde, el instituto de investigación de energía eléctrica (IIEE) publica un manual de fractura basado sobre la metodología de Shin y Hutchinson.

En Inglaterra, el parámetro de desplazamiento de abertura en la punta de la grieta (DAPG) de Well fue aplicado ampliamente al análisis de fractura de estructuras soldadas, iniciando al final de los años 60's. Mientras la investigación de fractura en los estados Unidos estaba dedicada a la industria de energía nuclear durante 1970, la investigación de fractura en Inglaterra fue grandemente motivada por los recursos petroleros del Mar del Norte. En

1971 aplicando algunas de las ideas propuestas por Wel, Burdekin y Dawes [23] desarrollaron la curva de diseño del desplazamiento de abertura de la punta de grieta, usando una metodología de mecánica de fractura semi-empírica para estructuras soldadas de acero.

Shih demostró una relación entre la integral J y DAPG, implicando que ambos parámetros son igualmente válidos para caracterizar la fractura. Las pruebas de un material basado en la integral J y aproximaciones designadas en estructuras desarrolladas en los U.S.A y la metodología de DAPG en Inglaterra ha empezado a emerger en los años recientes, con aspectos positivos de cada aproximación combinada de análisis de cedencia. Ambos parámetros son comúnmente aplicados por todo el mundo en materiales.

Muchos de los fundamentos teóricos de mecánica de la fractura fueron desarrollados en el periodo entre 1960 y 1980. Es difícil discutir las investigaciones realizadas de la mecánica de la fractura desde 1980 dentro de un contexto en la historia. Sin embargo, se espera un mayor avance al paso del tiempo; lo que parece ser importante hoy puede ser obsoleto más tarde. Sin embargo, es posible identificar pocas tendencias en trabajos recientes.

El campo de la mecánica de la fractura ha aumentado en los años recientes. Las contribuciones de corrientes de investigación resultan en un aumento a medida que se tienen modelos más sofisticados para el desarrollo de materiales, que se empezaron a incorporar dentro del análisis de la mecánica de la fractura. Mientras que la plasticidad fue interés en 1960, trabajos más recientes se han empezado a incorporar al comportamiento no lineal de materiales dependientes del tiempo tal como viscoplasticidad y viscoelasticidad. Esto se debe a la necesidad por tener materiales de mayor tenacidad y alta resistencia a alta temperatura.

La mecánica de la fractura ha sido desarrollada como una herramienta de ingeniería, la cual puede ser usada para evaluar la confiabilidad y la vida útil de estructuras. Provee un método cuantitativo el cual puede ser usado para explicar los efectos de los defectos de grieta, en la capacidad de soportar carga de un componente estructural. Aunque la mecánica de la fractura ha sido usada primordialmente para evaluar la fractura de componentes estructurales, esta puede ser usada en la evaluación de los mecanismos. La evaluación de los mecanismos de fractura puede ser importante por dar guías para

mejorar la estructura del material, la cual controla las propiedades necesarias para encontrar la integridad estructural requerida.

La mecánica de la fractura a sido importante en proporcionar una relación para el estudio de mecanismos de fractura, además identifica que tipo de comportamiento es importante y da los parámetros necesarios para realizar un estudio minucioso de los mecanismos.

Un primer paso en investigar la relación entre mecánica de la fractura y mecanismo de fractura es encontrar la respuesta a algunas preguntas básicas. Entender él por que la mecánica de la fractura es útil en el estudio de mecanismos de fractura, primero nosotros podríamos preguntarnos:

1. ¿ Por que estudiar mecánica de la fractura?
2. ¿ Por que estudiar los mecanismos de fractura?

La respuesta a la primera pregunta consiste en considerar el efecto de los defectos sobre componentes estructurales. Grandes componentes estructurales pueden contener defectos que se desarrollan durante la fabricación o que inician durante la vida en servicio. Estos defectos pueden causar fallas prematuras de los componentes. La mecánica de la fractura proporciona una herramienta cuantitativa para predecir el comportamiento de estructuras que contienen defectos y como tal proporcionar un enlace entre el comportamiento del material y el comportamiento del componente estructural como se presenta en la Figura 1.1.

Las respuestas a la segunda pregunta variaron desde "esta proporciona una herramienta para decirnos como falla un material" y "una forma racional de interpolar y extrapolar datos " hasta "este estudio proporciona un método para obtener fundamentos". Mientras que la mecánica de fractura trata con el cuándo y el qué de la fractura, los mecanismos de fractura tratan con el cómo y él por qué de la fractura. Un esquema similar al de la Figura 1.1 puede ser desarrollado para mostrar como el estudio de los mecanismos de fractura relacionan la estructura del material a las propiedades del material, Figura 1.2.

La afinidad en las Figuras 1.1 y 1.2 puede ser combinada para mostrar el enlace entre la mecánica de la fractura y mecanismos de fractura, Figura 1.3. Esta relación es conocida como " la conexión estructural" porque el componente estructural esta unido a la estructura del material. Esta relación muestra, como la mecánica de la fractura es necesaria para dar significado a un estudio de los mecanismos de fractura. Si un estudio

de los mecanismos es para mejorar las propiedades del material, las propiedades que tienen que mejorarse deben ser identificadas, estas pueden ser identificadas solamente en términos de como se relacionan estas con el mejoramiento de la conducta del componente estructural. La mecánica de la fractura identifica cual propiedad puede ser mejorada y los parámetros que son importantes, también ayuda a enfocar la atención de los estudios mecanísticos a los lugares más importantes para estudiar el comportamiento; como lo es "la punta de la grieta".

Los conceptos de mecánica de la fractura son ideas básicas para el desarrollo de métodos de predicción sobre la capacidad de soportar cargas en estructuras y componentes que contienen grietas [24].

La mecánica de la fractura proporciona una herramienta ingenieril la cual puede ser usada para determinar cuantitativamente el "efecto de un defecto" en una estructura sobre la capacidad de soportar cargas. La primera aplicación usando el principio de un campo elástico lineal único en la punta de una grieta [25], como se muestra en la Figura 1.4. Este campo, el cual tiene una distribución única de esfuerzos y deformación, es caracterizado por un parámetro simple,  $K$ , el factor de intensidad de esfuerzos en la punta de la grieta el cual determina la magnitud del campo. Este parámetro proporciona un método para medir propiedades de fractura mediante el comportamiento de una grieta del componente estructural.

Tres áreas se combinan para realizar la evaluación de una fractura: análisis de esfuerzos, caracterización del defecto y datos de las propiedades del material. Estas son relacionadas a través del parámetro  $K$ . El comportamiento del material que más importa es la resistencia a la fractura, medida como  $K_{IC}$  (tenacidad de fractura) y crecimiento subcrítico de grietas debido a cargas cíclicas  $da/dN$  vs  $\Delta K$  solo para el caso de fatiga, debidas a la influencia del medio ambiente y a la combinación de ambos (ambiente-fractura). Por principios de la mecánica de la fractura estas propiedades pueden ser medidas sobre una muestra de laboratorio y aplicar los resultados directamente al componente estructural. La consideración más importante en la aplicación de los análisis de  $K$  es que ambos, el componente estructural y la muestra de prueba son esencialmente elástico-lineales. Si se presentan esfuerzos y deformaciones plásticas en gran escala, el parámetro  $K$  no es una buena representación del campo

elástico en la punta de la grieta. Esta limitación restringe el uso de la mecánica de la fractura elástico lineal, para caracterizar la tenacidad de fractura de materiales de alta resistencia y baja tenacidad. Sin embargo, aún cuando estos materiales tienen algunas aplicaciones, un gran número de estructuras utiliza materiales de menor resistencia y mayor tenacidad. Para estos materiales, es limitada la mecánica de la fractura elástico-lineal, haciendo necesario un método que explique los principios elástico-lineales para incluir la plasticidad en gran escala. La extensión vino de los trabajos de Hutchinson [26] y Rice [27], quienes desarrollaron un análisis del campo de esfuerzo-deformación plástica en el frente de una grieta. Mediante este análisis se obtiene una distribución única del esfuerzo y la deformación con un parámetro simple de caracterización "J", que describe la magnitud de esfuerzos y deformaciones. En la Figura 1.5 [28] se presentan esquemáticamente las consideraciones para establecer el campo de deformación plástica en la punta de la grieta. El parámetro "J" viene del patrón independiente "integral J" desarrollado por Rice [29], este puede ser usado para caracterizar la tenacidad de fractura y crecimiento subcrítico de grieta para casos donde se presenta plasticidad en gran escala, de una forma análoga al uso de K para casos elástico-lineales.

El desarrollo de las ecuaciones para el campo de deformación plástica en la punta de la grieta en gran escala, aumentaron la capacidad de la mecánica de la fractura del régimen elástico-lineal hasta el régimen elásto-plástico. Donde J sustituye a K como el parámetro que caracteriza el tipo de conducta de la fractura. Esto hizo a la mecánica de la fractura aplicable a materiales comúnmente usados en estructuras ingenieriles. La primera aplicación uso de estos nuevos principios fue para describir la conducta de tenacidad de fractura de materiales dúctiles. En una analogía a la tenacidad elástico-lineal  $K_{IC}$ , la tenacidad de fractura elasto-plástica fue etiquetada como  $J_{IC}$  [30, 31]. Esta asume que la tenacidad se puede especificar que ocurre en un solo punto. Una descripción más completa del proceso de fractura dúctil es ilustrada en la Figura 1.6; uno de estos pasos, el desgarramiento inicial en la grieta en la punta desafilada, se toma como el punto para especificar  $J_{IC}$  [32]. El proceso completo del agrietamiento dúctil es descrito por la curva R de resistencia al agrietamiento, donde una fuerza motriz es graficada como una función de la extensión de la grieta.

Para el caso de la fractura dúctil  $J$  puede ser graficada contra la extensión real de la grieta, entonces la curva  $R$  para describir la iniciación del agrietamiento dúctil,  $J_{IC}$ , y el proceso de avance estable de la grieta. La parte de la curva  $R$  que presenta el crecimiento estable de la grieta, describe usualmente una parte importante de la vida de la fractura. La pregunta más importante es como usarla para evaluar la estabilidad. Paris, et al [33] desarrollaron el concepto de desgarramiento estable para responder esta pregunta. Ellos introdujeron un parámetro a dimensional llamado modulo de desgarramiento,  $T$ , donde:

$$T = \left[ \frac{dJ}{da} \right] \left[ \frac{E}{\sigma_0^2} \right],$$

$E$  es el módulo de elasticidad y  $\sigma_0$  es el esfuerzo de flujo. El módulo de desgarramiento para el comportamiento tenaz es llamado  $T_{mat}$  y la razón de cambio de  $T$  dada una extensión virtual de una grieta es  $T_{apl}$ ;

cuando  $T_{appl} > T_{mat}$ ,

dan la condición para el crecimiento inestable de una grieta.

Sin embargo, se ha encontrado que la ecuación anterior no es suficiente para especificar la inestabilidad, porque  $T$  no es constante sobre la curva  $R$ , por lo que deben cumplirse condiciones adicionales sobre  $J$ . Para describir mejor la condición de inestabilidad se gráfica  $J$ - $T$  (como se observa en la Figura 1.7) para predecir la inestabilidad. Donde la inestabilidad puede ser determinada por la intersección de una línea material y una línea aplicada [34].

La metodología elásto-plástica aumentó la capacidad de la mecánica de la fractura más allá del régimen elástico lineal, pero también presenta limitaciones a considerar. El concepto de esfuerzo único y campo de deformación en la zona plástica requiere que el campo no sea perturbado por las fronteras estructurales o de la muestra. Es necesario que las dimensiones de la muestra sean mayores a  $MJ/\sigma_0$ , donde  $\sigma_0$  es el esfuerzo de flujo y  $M$  es una constante, la cual fue desarrollada para satisfacer estas necesidades [35,36].

El concepto del campo J fue originalmente desarrollado para deformación plástica y como tal esta sujeto a muchas limitaciones. En particular el análisis fue limitado al caso del agrietamiento estacionario. Una grieta creciendo necesita una curva R entonces estas condiciones se convierten en restrictivas. Hutchinson y Paris [37] demostraron que el concepto de campo J es valido para una grieta creciendo si ciertas condiciones se pueden mantener, las cuales fueron cuantificadas por Shih [38] y definió las condiciones para J que controlan el crecimiento de la grieta. Estas incluyen  $M = 25$  y,

$$w = \left( \frac{b}{J} \right) \left( \frac{dJ}{da} \right) < 5 ,$$

$$\left( \Delta \frac{a}{b} \right) < 0.1 ;$$

donde b es la longitud de la muestra sin agrietar.

El desarrollo de una curva R para análisis de estabilidad frecuentemente se ha encontrado que es necesaria una gran cantidad de pruebas de crecimiento de grietas para establecer un punto de inestabilidad. La restricción de la última ecuación limita la longitud de la grieta tanto que muchas veces la intersección de los módulos de desgarramiento no puede ser alcanzada. El tamaño de las muestras frecuentemente es limitado por la cantidad de material disponible y entonces es necesario exceder estos límites. Sin embargo, la curva R tiende a ser dependiente de la geometría cuando son excedidos estos límites. Un avance significativo en el desarrollo de curvas R independientemente de la geometría, para grandes crecimientos de grietas fue el realizado por Ernst [39]. El cual sugiere un parámetro modificador de J, llamado  $J_m$ , que puede usarse para caracterizar la conducta de la curva R. Como resultado de estos nuevos desarrollos, existe una cantidad importante de parámetros para caracterizar la tenacidad de fractura. Consecuentemente el papel de la mecánica de la fractura ha sido mejorado sustancialmente.

Sin embargo, ha pasado mucho tiempo desde que Anderson sugirió usar el factor de intensidad de esfuerzo para describir la propagación de grieta por corrosión bajo esfuerzo. Durante este tiempo el uso de muestras preagrietadas a incrementado en

pruebas de corrosión por esfuerzo y la interpretación de datos en términos de mecánica de la fractura elástico-lineal. En el caso de aceros de alta resistencia, el énfasis se ha dado sobre la determinación del umbral de intensidad de esfuerzos en deformación plana  $K_{ISCC}$  debajo del cual el agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo no puede ocurrir[40]. Se ha encontrado que los datos del agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo pueden ser correlacionados por la aproximación a la intensidad de esfuerzo. De manera generalizada la velocidad de crecimiento de una grieta por corrosión bajo esfuerzo ( $da/dt$ ), en función de  $K_I$  (Figura 1.8), consiste de tres regiones. En las regiones I y III la velocidad de la grieta dependen fuertemente de la  $K_I$ , pero en la región II la velocidad es independiente de  $K_I$ . Las regiones I y II son las más observadas. La región III muchas veces no es observada debido a una transición de la región II a una rápida fractura inestable. Dentro de la región I se encuentra la llamada intensidad de esfuerzo umbral, designada como  $K_{ISCC}$ , debajo de la cual, las grietas no pueden propagarse a carga constante en una combinación dada de material y medio ambiente. Esta intensidad de esfuerzo umbral es un parámetro importante que puede ser determinado por ensayos de tiempo de falla, en el cual, las muestras preagrietadas son cargadas a varias intensidades de esfuerzos [41].

En la presente investigación el uso de muestras compactas de tensión del tipo cuña de carga abierta (WOL) modificadas [42], involucra la utilización de un método de medición propuesto por la Norma NACE TM 0177-90. El cual esta basado sobre el monitoreo continuo de la respuesta del material con el tiempo en un medio ambiente, y el uso de la técnica de la cara opuesta permite medir la deformación de la muestra a través de galgas de deformación [43]. La muestra compacta de tensión WOL fue originalmente desarrollada por Manjoine [44]. La ventaja de es tipo de muestra WOL modificada es que no requiere de un sistema tan grande y pueden ser esforzada en un tornillo de banco o maquina de tensión [45].

## 1.2. ACEROS PARA TUBERIAS DE HIDROCARBUROS.

Las tuberías de acero que transportan gas e hidrocarburos de producción primaria, están sujetas a tensiones debido a la presión del fluido y a un ambiente corrosivo. En el interior

del tubo el gas de hidrocarburo más pequeñas cantidades de vapor de agua, bióxido de carbono y ácido sulfhídrico (este gas es técnicamente conocido como gas amargo). Y por el exterior el suelo, aire y líquido circundante. Para la protección de la tubería se emplean básicamente tres sistemas: El uso de inhibidores en la corriente de gas, la protección mecánica con recubrimientos anticorrosivos y la protección catódica. En la actualidad, se sabe que en ductos de acero expuestos a condiciones de servicio, se presentan varias formas de daño, siendo las principales: Corrosión Uniforme y Localizada, Corrosión Bajo Esfuerzo y Agrietamiento inducido por Hidrógeno. Estas formas de daño generan la pérdida de espesores y el agrietamiento en la pared del tubo, siendo estos defectos los que constituyen las causas principales de reparación y fin de la vida útil de una línea de conducción de hidrocarburos, [46].

Muchos tipos de aceros para tuberías han sido desarrollados y aplicados a la industria del petróleo y gas para sobreponer los problemas de corrosión. Entre los materiales aceptables encontrados para el transporte de gas y e hidrocarburos se encuentran los aceros al carbón y baja aleación, aceros microaleados, aceros inoxidables, aleaciones de cobre y aluminio, aleaciones de níquel.

#### **□ ACEROS AL CARBON Y BAJA ALEACION.**

Tradicionalmente, los aceros al carbón y baja aleación fueron virtualmente los únicos metales usados en la producción de aceite y gas. El acero al carbón es probablemente usado por al menos un 80 % de todos los componentes en refinerías y plantas petroquímicas debido a que son menos costosos, disponibles y fáciles de fabricar.

Los aceros de baja aleación para servicio en refinería son los aceros cromo-molibdeno que al menos contiene un 10 % de Cr. Estos aceros tienen una excelente resistencia a la corrosión por sulfuros a alta temperatura, como también al ataque por hidrógeno a alta temperatura. Para mejorar la resistencia al agrietamiento por corrosión por hidrógeno, los aceros de baja aleación normalmente requieren de un tratamiento térmico previo [47].

## □ ACEROS INOXIDABLES.

Los aceros inoxidable o aceros resistentes a la corrosión representan un grupo separado de aceros que son usados para muchas aplicaciones en transportación, plantas de energía, refinerías, plantas químicas, marinas, tratamientos térmicos y equipamientos quirúrgicos por su resistencia a la corrosión y oxidación a alta temperatura. Su resistencia a la corrosión es fundamentalmente atribuida a su alto contenido de cromo (10 a 30 %). También, muchos de estos aceros tienen una buena resistencia a la deformación por termofluencia a temperaturas elevadas. Además, estos aceros inoxidable con cantidades suficientes de níquel desarrollan microestructuras de austenita estable (cúbico centrado en caras) conservando excelente ductilidad y resistencia a temperaturas cerca de cero absoluto. La composición estándar de los aceros inoxidable puede ser dividida en tres grupos dependiendo de la microestructura final de estos aceros a temperatura ambiente, estos grupos son: austeníticos, martensíticos y ferríticos.

Tuberías usadas en plantas de energía e industrias petroquímicas están sujetas a altas temperaturas, altos esfuerzos en servicio de alta presión, corrosión a causa de varios líquidos, y oxidación a causa de la exposición al aire. En plantas nucleares, la tubería puede también es expuesta a fluencias rápidas. Algunos aceros inoxidable austeníticos se han usado ampliamente en estos sistemas.

Rotores en turbinas de vapor y alabes expuestos a temperaturas altas de vapor, velocidades altas de fuerzas rotacionales, y a esfuerzos cíclicos que conducen a la propagación de grietas por fatiga. Los aceros inoxidable martensíticos se han usado para alabes y, bajo ciertas condiciones, para rotores en turbinas de vapor [48].

## □ ALEACIONES DE COBRE Y ALUMINIO.

Las aleaciones de aluminio y de cobre usualmente son restringidas para aplicaciones de temperatura menores de 260°C (500°F) a causa de limitaciones de resistencia. Admirablemente la aleación para tubería (C44300) ha dado un resultado en condensadores de agua fría y colectores en refinerías, y además en localidades donde se tiene una alta concentración de sulfuro de hidrógeno y condensados acuosos. Los tipos de

falla usuales son por picaduras, corrosión bajo esfuerzo y dezincificación. Las aleaciones de aluminio, en un tiempo, fueron propuestas para el uso en refinerías como un sustituto del acero al carbón. La tubería de aluminio presenta una mayor resistencia a la corrosión por sulfuros en medios acuosos en los condensadores superiores [49].

#### □ ALEACIONES DE NIQUEL.

Las aleaciones de níquel son especialmente resistentes al ácido sulfhídrico, ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y soluciones cáusticas, de los cuales todos pueden causar problemas de corrosión en ciertas secciones de las refinerías y operaciones petroquímicas. Un incremento en el contenido de níquel por arriba de un 30%, en aleaciones austeníticas, es una propuesta práctica para disminuir la corrosión bajo esfuerzo por cloruros. El níquel también forma las bases para muchas aleaciones de alta temperatura, pero las aleaciones de níquel pueden ser atacadas y fragilizadas por gases de sulfuro a temperaturas elevadas [49].

#### □ ACEROS MICROALEADOS.

Uno de los avances más importantes de la metalurgia en los últimos años, ha sido el diseño de los aceros microaleados (también conocidos como aceros de alta resistencia y baja aleación en sus siglas HSLA), el desarrollo y evolución ha sido propiciado por una mayor demanda de aceros con mejores propiedades mecánicas dentro de las industrias de la construcción, la generación de energía y la automotriz. La necesidad de tener mayores aplicaciones, aceros de menor costo, condujo a procedimientos de refinamiento de grano y control de inclusiones por medio de laminación controlada y prácticas de microaleantes [50]. Entre los recientes desarrollos de los aceros HSLA, se incluyen los aceros de dos fases los cuales están compuestos de ferrita-martensita o mezclas de bainita - ferrita, o varias combinaciones de estas tres fases [48].

El desarrollo dentro de los aceros microaleados usados para puentes y construcciones, barcos, vasos de presión, tubos y líneas de tuberías, e ingeniería de transporte y vehículos han sido propiciado por una gran demanda de [50]:

- Mayor resistencia a la fluencia, capacidad de carga más grande para secciones más pequeñas y elevado límite de fluencia.
- Un alto grado de soldabilidad.
- Alta resistencia a la fractura por fragilidad, clivaje y dúctil a baja energía, así como a bajas temperaturas de transición.
- Buen comportamiento en el trabajado en frío, así como una buena ductilidad y resistencia a la fractura en secciones pequeñas.
- Bajo costo en la producción de laminados en caliente mejor que en secciones tratadas térmicamente.

La tecnología de los aceros para tubería a sido desarrollada desde 1959, cuando los aceros microaleados (HSLA) son introducidos en el área de líneas de tubería. La velocidad del desarrollo de los aceros microaleados a sido estimulada al final por la demanda de mayor resistencia, pero mucho más importante, por la necesidad de mejorar simultáneamente otras propiedades que afectan la integridad de las líneas de tubería. El primer acero microaleado usado en líneas de tubería tuvo una resistencia a la cedencia de 52 Ksi (363 MPa, X-52). En la actualidad los niveles de resistencia predominante usados en líneas de tubería son de 60 a 70 Ksi (420 a 489 MPa) (X-60 a X-70) con una tendencia al X-80. Sin embargo, la tecnología existente, podría probablemente demandar la entrada del X-100 en líneas de tubería si el beneficio de ingeniería y el costo pueden ser mejorados, además de disminuir la susceptibilidad al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo [51].

## □ ELEMENTOS MICROALEANTES

Para mejorar las propiedades mecánicas de los aceros microaleados, se ha disminuido el contenido de carbono con el fin de incrementar la tenacidad a baja temperatura, y la resistencia se ha compensado con la adición de elementos microaleantes.

En general los elementos microaleantes en los aceros tienen la finalidad de [52, 53]:

1. Incrementar la resistencia mediante solución sólida o por endurecimiento por precipitación.

2. Controlar la microestructura mediante la modificación de la cinética de nucleación y crecimiento de la ferrita proeutectoide.

Los elementos microaleantes comúnmente utilizados son el niobio, vanadio y titanio. Estos elementos tienen una fuerte tendencia a formar carburos, nitruros o carbonitruros finos, que se precipitan en la matriz del acero durante el proceso termomecánico, contribuyendo de esta forma al mejoramiento de las propiedades mecánicas, ya que la recrystalización es inhibida, obteniendo un producto de grano fino con mejor resistencia y tenacidad. Las funciones que tienen estos tres microaleantes principales en el acero son:

**1. NIOBIO.** Dentro de la manufactura de los aceros microaleados, el niobio es de gran importancia. El niobio actúa como un efectivo refinador de grano de la austenita y durante la laminación tiene un fuerte efecto de retardar y elevar la temperatura de recrystalización de la austenita (Figura 1.9), que es la base de los procesos termomecánicos; además la temperatura de transición frágil-dúctil se incrementa por la precipitación de carburos y/o nitruros de niobio (Figura 1.10). Aproximadamente el 50% del niobio es utilizado en la fabricación de aceros microaleados (1980).

La precipitación de niobio en la austenita proviene de la recrystalización durante el trabajado en caliente, ayudando a la formación de ferrita de grano muy fino. Sin embargo, parte del niobio permanece en solución sólida incrementando la templabilidad y de esta manera ayuda a la formación de ferrita de grano fino. [54] Estos dos mecanismos de refinamiento de grano junto con la precipitación de Nb(C, N) en la ferrita, totalizan los efectos de endurecimiento del niobio.

La efectividad del endurecimiento por precipitación por la adición de niobio, depende de la solubilidad en la austenita de la fase precipitada y de la dependencia de la solubilidad con la temperatura. Las partículas no disueltas en la austenita no proporcionan endurecimiento por solución sólida, en cambio, si producen un refinamiento de grano. El refinamiento de grano es uno de los métodos empleados para alcanzar la resistencia de los aceros microaleados.

El niobio tiene además una fuerte afinidad por el nitrógeno y el carbono en el acero. En los aceros microaleados el niobio precipita en forma de carburos, nitruros o carbonitruros Nb(C<sub>x</sub>, N<sub>x</sub>) denominado normalmente como Nb(C, N). La mayoría de estos compuestos

tienen la estructura cúbica del NaCl. El Nb(C, N) muestra una relación clara entre la composición del acero y la composición de los carbonitruros, estos últimos se forman debido a la gran similitud de los carburos y los nitruros, ambos forman solución sólida.

La solubilidad de los carburos y carbonitruros de niobio en austenita está determinada por el efecto de los elementos de aleación presentes en el acero.

La aplicación más importante de los aceros microaleados con niobio, es la fabricación de ductos para petróleo y gas, los cuales operan generalmente a temperaturas debajo de  $-25^{\circ}\text{C}$ .

**2. VANADIO.** El vanadio no es tan efectivo como el niobio en cuanto a retardar la recristalización de la austenita debido a su solubilidad en ella, sin embargo, en rangos de 0.03 a 0.1% se utiliza para lograr endurecimiento por precipitación, que es la principal contribución de este microaleante al acero y cuando va asociado con un contenido óptimo de nitrógeno, retarda la recristalización de la austenita. Cuando el porcentaje de vanadio en el acero esta por arriba de 0.15%, existe una relación de incremento lineal entre el contenido de vanadio y el esfuerzo a la tensión.

A medida que se va agregando vanadio, la temperatura de transición dúctil-frágil también se incrementa. El niobio y el vanadio algunas veces se usan combinados en los aceros microaleados para obtener una buena combinación de propiedades.

**3. TITANIO.** Puede comportarse como un refinador de grano o para lograr endurecimiento por precipitación, dependiendo de su contenido. A composiciones mayores de 0.05%, los carburos de titanio comienzan a presentar un efecto endurecedor. Sin embargo, actualmente, el titanio es usado comercialmente para retardar el crecimiento de grano en la austenita y para aumentar la tenacidad. Comúnmente, el rango de concentración de titanio en los aceros microaleados va desde 0.01 a 0.02%.

Los efectos de los elementos aleantes y microaleantes en los aceros se pueden resumir como [55]:

**CARBONO:** Cuando se aumenta el contenido de carbono en un acero, el límite elástico y la resistencia a la tracción se incrementan, disminuyendo el porcentaje de carbono a niveles de 0.09%, la ductilidad y la soldabilidad son afectadas por él.

**MOLIBDENO:** El contenido del molibdeno en los aceros microaleados es moderado por su fuerte efecto en la templabilidad, pero puede producir un producto de reacción que sea nocivo para la tenacidad. Este microaleante es usado generalmente en los aceros microaleados de la segunda generación.

**MANGANESO Y BORO:** Son elementos aleantes que imparten la templabilidad requerida para producir una estructura acicular. Al aumentar el contenido de manganeso, el límite elástico y la resistencia a la tracción aumentan, reduciéndose la ductilidad y la soldabilidad, un efecto similar se logra con adiciones de silicio.

**FOSFORO Y NIQUEL:** El fósforo es un elemento indeseable por su capacidad de formar Fe(P), en las fronteras de grano promoviendo agrietamientos intergranulares. Las adiciones de fósforo mejoran la resistencia, pero este aumento es acompañado por un incremento en la ductilidad. La adición de níquel aumenta la resistencia a la corrosión atmosférica y mejora moderadamente la resistencia a la tracción.

Elementos como el cromo, cobre, níquel y molibdeno pueden estar presentes a niveles residuales, como resultado de adiciones deliberadas con el fin de ejercer un control sobre la descomposición de la austenita y de la cinética de recristalización.

La optimización de la tenacidad y de la ductilidad en los aceros microaleados es una consideración importante. Los factores que se deben tomar en cuenta para lograr este objetivo son el uso de bajos contenidos de carbono, alta limpieza en los procesos de fabricación del acero (desgasificación en la olla, atmósfera protectora durante las coladas,

etc), el uso de bajos contenidos de azufre y el control de la forma de las inclusiones para minimizar la anisotropía de las propiedades.

### 1.3 AGRIETAMIENTO ASISTIDO POR EL MEDIO AMBIENTE.

El agrietamiento asistido por el medio ambiente, es un problema importante en sistemas de energía y sistemas acuosos, con pérdidas económicas asociadas ambas con paros y reparaciones o emplazamientos. Las fallas relacionadas con agrietamientos asistidos por el medio, se extienden en diversas industrias y componentes, incluyendo tuberías de reactores nucleares y generadores de vapor, vasos de presión, discos de turbina, rotores, alternadores, condensadores, componentes estructurales y líneas de tuberías de hidrocarburos. Las fallas dentro de componentes estructurales son comúnmente atribuidas a: tamaños grandes, inspecciones complejas, a exposiciones continuas de carga, a frecuentes cambios de temperatura y medio ambiente [56].

Los eventos de fractura son típicamente los más inesperados, repentinos, y desafortunados. Cuando un evento ocurre, es natural centrar su atención en minimizar las consecuencias indeseadas. Un entendimiento cuidadoso de los imprevistos y comportamientos de fractura más bien complejas, en términos de mecanismos separacionales pueden parece ser relativamente sin importancia. Sin embargo, estos detalles necesitan ser entendidos para razones prácticas. Con el avance tecnológico, ha empezado a incrementar la confiabilidad de estructuras. La confianza de la fiabilidad de estructuras depende mucho, de un entendimiento de cómo y por qué ocurren fracturas, y sobre uso propio de esta información en diseño, fabricación y control de calidad. Sobre consideración, puede ser entendido que componentes estructurales pueden tener un amplio rango de debilidad local. Por simplicidad, esto podría terminar en defectos. Algunas veces las grietas son introducidas por forjado, soldadura, o tratamiento térmico. En forma microscópica pueden estar en inclusiones débilmente pegadas o en fronteras de grano débiles por impurezas. El control de calidad puede reducir, pero no eliminar defectos. Además, los esfuerzos locales pueden diferir considerablemente del esfuerzo promedio a través de una sección del componente. Una fractura estructural naturalmente empieza en una posición donde la combinación de debilidad local y esfuerzo local es más severo.

Dado que una grieta se forme a través de una región tal o dado a una grieta inicial por fabricación, la estructura puede ser segura o relativamente insegura por la separación rápida y el comportamiento de extensión de grieta progresiva [57].

La fractura es un problema que la sociedad ha encarado por largo tiempo, desde que el hombre empezó a construir estructuras. El problema actualmente puede ser peor, que en siglos pasados, porque tiene una mayor complejidad nuestra sociedad tecnológica. Los grandes aviones de aerolínea, no serían posibles sin la moderna tecnología aeroespacial. Afortunadamente, los avances en el campo de la mecánica de fractura han ayudado a contrarrestar algo del peligro potencial debido al incremento en la complejidad tecnológica. El conocimiento de como los materiales fallan y la habilidad para prevenir tales fallas se ha incrementado considerablemente desde la segunda guerra mundial. Queda mucho por aprender, desde el punto de vista de la mecánica de la fractura, aún cuando este conocimiento no siempre es aplicado adecuadamente.

Las fallas catastróficas son eventos que lesionan fuertemente la economía. Un estudio estimado del costo de fractura en los Estados Unidos en 1978, fue de 119 mil millones de dólares, cerca del 4% del producto nacional bruto [58]. Más aún, este estudio estimó que el costo anual sería reducido en 35 mil millones de dólares si la tecnología actual fuera aplicada, y que la mayoría de las fallas generalmente se deben a:

1. Negligencia en el diseño, operación o construcción de la estructura.
2. Uso de un diseño o material nuevo el cual produce un resultado inesperado e indeseable.

En el primer caso, existen procedimientos suficientes para evitar la falla, pero no son seguidos por una o más de las partes involucradas, debido a error humano, ignorancia o deliberada falta de profesionalismo. Pobre mano de obra, materiales inapropiados o fuera de los estándares establecidos, errores en los análisis de esfuerzos y fallas en la operación son algunos de los ejemplos de cuando la experiencia y la tecnología están disponibles pero son aplicadas correctamente.

El segundo tipo de falla es mucho más difícil de prevenir. Cuando un diseño mejorado es introducido, existen invariablemente factores que el diseñador no puede anticipar. Nuevos

materiales pueden ofrecer tremendas ventajas, pero también potenciales problemas. en consecuencia, un nuevo diseño o material deberá colocarse en servicio hasta después de una exhaustiva caracterización y análisis de pruebas. Esta aproximación deberá reducir la frecuencia de falla, pero no logrará eliminarlas totalmente; hay importantes factores que deben considerarse durante cada prueba y análisis.

Uno de las más famosas fallas del tipo 2 fue la fractura frágil de los barcos Liberty en la segunda guerra mundial. Estos barcos los cuales fueron los primeros en tener un casco totalmente soldado, debieron ser fabricados mucho más rápidos y baratos que los anteriores diseños riveteados, pero un gran número de estos contenedores fallaron como resultado del cambio de diseño. Hoy en día, virtualmente todos los barcos de acero son soldados, pero se ha ganado suficiente conocimiento desde la falla de los Liberty para evitar problemas en las estructuras actuales. En 1979, el buque petrolero Kurdistan se rompió totalmente en dos partes mientras navegaba en el Atlántico norte. La combinación de petróleo caliente en el interior del tanque con el agua fría en contacto con la pared exterior del casco produjeron sustanciales esfuerzos térmicos. La fractura se inicio en una viga de la quilla que fue mal soldada. La soldadura falló al penetrar la estructura, resultando en una severa concentración de esfuerzos. Sin embargo el acero del casco tenía la tenacidad adecuada para prevenir la iniciación de una fractura, pero falló en detener la propagación de una grieta.

Algunas catástrofes incluyen elementos de ambos tipos de falla 1 y 2. El 28 de enero de 1986, el transbordador espacial Challegger explotó a causa de un sello del propulsor principal, el cual no trabajó adecuadamente en el clima frío. El transbordador espacial presenta a la nueva tecnología, donde la experiencia en servicio es limitada (tipo 2), pero los ingenieros fabricantes del sello sospechaban un riesgo potencial con él y recomendaron el aplazamiento del lanzamiento (tipo 1). Desafortunadamente, estos ingenieros tenían pocos datos para apoyar la supuesta falla y fueron incapaces de convencer a los oficiales de la NASA. Los trágicos resultados de la decisión son todos bien conocidos.

En México este tipo de fallas también se ha representado, tal es el caso de la explosión registrada en la planta de rebombeo de gas natural en Cactus, Tabasco. En donde la falla se registro en la ruptura de una válvula, esta falla se puede clasificar como del tipo 1. El

uso de la formulación de mecánica de la fractura ha alcanzado recientemente su mayor aplicación, tanto en el diseño de nuevos materiales como en la simulación de condiciones de operación.

**BIBLIOGRAFIA**

1. A. A. Griffith, "The phenomenon of rupture and flow in solids". Philosophical Transactions, Series A, Vol. 221, 1920, 163-198.
2. D. B. Bannerman and R. T. Young, "Some improvements resulting from studies of welded ship failure", Welding Journal, Vol. 25 1946.
3. G. R. Irwin, "Fracture Dynamics", Fracturing of Metals, American Society for Metals, Cleveland, 1949, pp. 147-166.
4. E. Orowan, "Fracture and Strength of Solids". Reports on Progress in Physics, Vol. XII, 1948, p. 185.
5. N. F. Mott, "Fracture of Metals: Theoretical Considerations". Engineering, Vol. 165, 1948, pp. 18-18.
6. G. R. Irwin, "Onset of Fast Crack Propagation in High Steel and Aluminum Alloys". Sagamore Conference Proceeding, Vol. 2, 1956, pp. 289-305.
7. H. M. Westergaard, "Bearing Pressure and Cracks". Journal of Applied Mechanics, Vol. 6, 1939, pp. 49-53.
8. G. R. Irwin, "Analysis of Stresses and Strains Near the end of a Crack Traversing a Plate". Journal of Applied Mechanics, Trans. AIME, Vol. 24, 1957, p. 361.
9. M. L. Williams, "On the Stress Distribution at the Base of a Stationary Crack". Journal of Applied Mechanics, Vol. 24, 1957, pp. 109-114.
10. A. A. Wells, "The Condition of Fast Fracture in Aluminium Alloys with Particular Reference to Comet Failure" British Welding Research Association Report, April 1955.
11. D. H. Winne and B. M. Wundt, "Application of the Griffith-Irwin Theory of Crack Propagation to the Bursting Behavior of Disks, Including Analytical and Experimental Studies". Transactions of the American Society of Mechanical Engineers, Vol. 8, 1958, pp. 1643-1655.
12. P. C. Paris, M. P. Gomez and W. P. Aderson, "A Rational Analytic Theory of Fatigue". The Trend in Engineering, Vol. 13, 1961, pp. 9-14.
13. G. R. Irwin, "Plastic Zone Near a Crack and Fracture Toughness". Sagamore Research Conference Proceedings, Vol. 4, 1961.

14. D. S. Dugdale, "Yielding in Steel Sheets Containig Slits", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 8, 1961, pp. 100-104.
15. G. I. Barenblatt, "The Mathematical Theory of Equilibrium Cracks in Brittle Fracture". *Advance in Applied Mechanics*, Vol. VII, Academic Press, 1962, pp. 55-129.
16. A. A. Wells, "Unstable Crack Propagation in Metals: Cleavage and Fast Fracture", *Proceedings of the Crack Propagation Symposium*, Vol. 1, Paper 84, Cranfield, U. K. 1961.
17. J. R. Rice, "A Path Independent Integral and Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks". *Journal of Applied Mechanics*, Vol. 35, 1968, pp. 379-386.
18. J. D. Eshelby, "The Continuum Theory of Lattice Defects". *Solid State Physics*, Vol. 3, 1956.
19. J. W. Hutchinson, "Singular Behavior at the End of a Tensile Crack Tip in a Hardening Material". *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 16, 1968, pp. 13-31.
20. J. R. Rice and G. F. Rosengren, "Plane Strain Deformation near a Crack Tip in a Power-Law Hardening Material. " *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 16, 1968, pp. 1-12.
21. J. A. Begles and J. D. Landes, "The J-Integral as a Fracture Criterion". ASTM STP 514, American Society for Testing Materials, Philadelphia, 1972, pp. 1-20.
22. E 813-81, "Standard Test Method for JIC, a Measure of Toughness". ASTM, Philadelphia, 1981.
23. F. M. Burdekin and M. G. Dawes, "Practical use of linear and Yielding Fracture Mechanics with Particular Reference to Pressure Vessels". *Proceeding of the Institute of Mechanical Engineers Conference*, London, May 1971, pp. 28-37.
24. Application of fracture mechanics for selection of matallic structural materials. CAMPBELL. J. UMI Books on Demand. p. 5.
25. G.R. Irwin, "Analying of stresses and strains near the end of a crack". *Journal of Aplied Mechanics*, Vol. 24, 1957, pp. 109-114.
26. J.W. Hutchinson, "Singular Behavior at the End of a Tesile Crack Tip in a Hardening Material". *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 16, 1968, pp. 13-31.

27. J. R. Rice and G. F. Rosengren, "Plane Strain Deformation near a Crack Tip in a Power-Law Hardening Material." *Journal of the mechanics and physics of Solids*, Vol. 16, 1968, pp. 1-12.
28. F. A. McClintock, "Plasticity Aspects of Fracture", *Fracture*, H. Liebowitz, Ed., Vol. 3, Academic Press, New York, 1971, pp. 47-225.
29. J. R. Rice, "A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks". *Journal of Applied Mechanics*, Vol. 35, 1968, pp. 379-386.
30. J. A. Begley and J. D. Landes, "The J-Integral as a Fracture Criterion". ASTM STP 514, American Society for Testing Materials, Philadelphia, 1972, pp. 1-20.
31. J. D. Landes and J. A. Begley, "The Effect of Specimen Geometry on  $J_{IC}$ ", *Proceedings of the 1971 National Symposium on Fracture Mechanics, Part II*, ASTM STM 514, 1972, pp. 24-39.
32. J. D. Landes and J. A. Begley, "Test Results from J-Integral Studies: An Attempt to Establish a  $J_{IC}$  Testing Procedure", *Fracture Analysis*, ASTM STP 560, 1974, pp. 170-186.
33. J. D. Landes and J. A. Begley, "Recent Developments in JIC Testing", *Developments in Fracture Mechanics Test Methods Standardization*, ASTM STP 632, W. F. Brown, Jr. and J. G. Kaufman, Eds., American Society for Testing and Materials, 1977, pp. 57-81.
34. P. C. Paris and R. E. Johnson, "A Method of Application of Elastic-Plastic Mechanics to Nuclear Vessel Analysis", *Elastic-Plastic Fracture: Second Symposium, Volume II- Fracture Resistance Curve and Engineering Applications*, ASTM STP 803, C. F. Shih and J. P. Gudas, Eds., American Society for Testing and Materials, 1983, pp. 115-1140.
35. G. A. Clarke, et al., "A Procedure for the Determination of Ductile Fracture Toughness Values Using J Integral Techniques", *Journal of Testing and Evaluation*, JTEVA, Vol. 7, No. 1, January 1979, pp. 49-56.
36. P. C. Paris, ASTM STP 514, American Society for Testing and Materials, 1972, pp. 21,22.

37. J. W. Hutchinson and P. C. Paris, "Stability Analysis of J-Controlled Crack Growth", Elastic-Plastic Fracture, ASTM STP 688, J. D. Landes, J. A. Begley, and G. A. Clarke, Eds., pp. 37-66.
38. C. F. Shih, M. D. German and V. Kumar, "An Engineering Approach for Examining Crack Growth and Stability in Flawed Structure", General Electric Technical Information Series, Report No. 80CRD205, Septiembre 1980.
39. H. A. Ernst, "Material Resistance and Instability Beyond J-Controlled Crack Growth", Elastic-Plastic Fracture: Second Symposium, Volume I - Inelastic Crack Analysis, ASTM STP 803, C. F. Shih and J. P. Gudas, Eds., American Society for Testing and Materials, 1983, pp. 191, 213.
40. C. S. Carter. "Observation on the Stress Corrosion Crack Propagation Characteristics of High Strength Steels. Vol. 27, No.11, November, 1971, pp. 471, 472.
41. C. S. Carter. "Observations on the Stress Corrosion Crack Propagation Characteristics of High Strength Steels". Corrosion Nace. Vol. 27, No. 11, November, 1971, pp. 471-475.
42. S. R. Novak and S. T. Rolfe, Modified WOL Specimen for  $K_{ISCC}$  Environmental Testing, pp. 701-725.
43. W. F. Deans and C. E. Richards. A Simple and Sensitive Method of Monitoring Crack and Load in Compact Fracture Mechanics Specimens Using Strain Gages, pp. 147-154.
44. Manjoine, M. J., "Biaxial Brittle Fracture Tests, "Journal of Basic Engineering, Transactions, American Society of Mechanical Engineers, June 1965, pp. 293-298.
45. A. John Sedriks. B. C. Syrett, Series Editor. Stress Corrosion Cracking Test Methods. NACE. "Making and Using Precracked Wedge Opening-Loaded Specimens". Corrosion Testing Made Easy. Chapter 7, p. 47.
46. Memoria de Conferencias del III Seminario México - Japon '94, Materiales de Acero para Tuberías para la Industria Petrolera. "Predicción de la vida Residual de líneas de conducción de Gas Amargo". Jorge Luis González V.
47. Corrosion in Petroleum Refining and Petrochemical Operations, Metals Handbook. Volumen 13. Corrosion. Ninth Edition. J. Gutzeit, Amoco Corporation. R. D. Merrick,

- Exxon Research and Engineering Company. L. R. Scharfstein, Mobil Research and Development Company, pp. 1262, 1263.
48. Application of Fracture Mechanics for Selection of Metallic Structural Materials, J. E. Campbell, UMI Books on Demand<sup>tm</sup>, "Fracture Properties of Wrought Stainless Steels", American Society for Metals, Charter 5, 1994, pp.105,106
  49. Metals Handbook. Ninth Edition. Volumen 13. Corrosión. "Corrosion in Petroleum Production Operations" James E. Donham, p.1235.
  50. F. B. Pickering. High-Strength, Low-Alloy Steel-A Decade of Progress., Micro Alloying 75. Sheffield, England, pp. 9,10.
  51. Alloy Design Options and Compositional Trends for Hlsa Line Pipe. J. Malcolm Gray. Microalloying International, Inc, Houston, Texas, USA, pp. 61-66.
  52. Microestructural Development in Mild and Low-Alloy Steel. Weld Metals. O. Grong and D. K. Matlock. *International Metal Reviews* 1989, Vol. 29, pp 25, 41.
  53. Structure-Property Relationn Ships in High-Strength. Microalloyed Steels. T. Gladman. D. Duliev and I. D. MC. Ivor Microlloying 75. Union Carbide Corp. New York.
  54. The Evolution of HSLA Steels. L. F. Porter and P. E. Repas . *Journal of Metals*, April 1982, pp. 14, 21.
  55. The Making, Shaping and Treating of Steel. A. I. S. E. Herbick and Held, U. S. A. pp. 1148, 1156, 1285.
  56. Life Prediction by Mechanistic Modeling and System Monitoring of Environmental Cracking of Iron and Nickel Alloys in Aqueous Systems. Peter I. Andressen and F. Peter Ford, August 1987.
  57. The Historial Development of Our Understanding of Fractura. George R. Irwin. *JOM*. JULY 1997, pp. 38-40.
  58. Duga, J. J., Fisher, W. H., Buxbaum, R. W., Rosenfield, A. R., Burh, A. R., Honton, E. J. And Mc Millan, S. C. "The economic effects of Fracture in the United States". NBS Special Publication 647-2, United States Department of Commerce, Washinton, DC, March 1983.

## FIGURAS



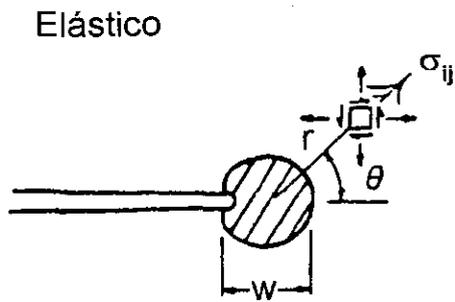
Figura 1.1 Enlace de la mecánica de la fractura.



Figura 1.2 Enlace de mecanismos de fractura.



Figura 1.3 Conexión estructural.



Elástico

$$\sigma_{ij} = \frac{K}{r} \Sigma_{ij} (\theta)$$

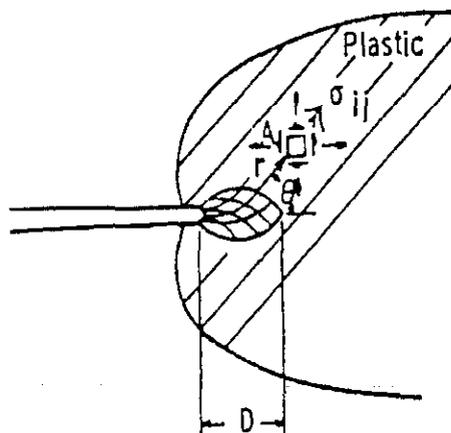
$$\varepsilon_{ij} = \frac{K}{r} K_{ij} (\theta)$$

si  $w < r \ll$  dimensiones

$$w = \frac{1}{6\pi} \frac{K^2}{\sigma^2}$$

entonces: K es la intensidad del campo elástico alrededor de la punta de la fractura

Figura 1.4 Campo elástico lineal en el frente de una grieta.



$$\sigma_{ij} = \sigma_0 \left( \frac{J}{r \sigma_0 \varepsilon_0} \right)^{\frac{N}{1+N}} \bar{\Sigma}_{ij} (r, \theta, N)$$

$$\varepsilon_{ij} = \varepsilon_0 \left( \frac{J}{r \sigma_0 \varepsilon_0} \right)^{\frac{1}{1+N}} \bar{E}_{ij} (r, \theta, N)$$

si  $D < r \ll$  Dimensiones planares

entonces: J es la intensidad del campo plástico en los alrededores de la punta de la grieta.

Para

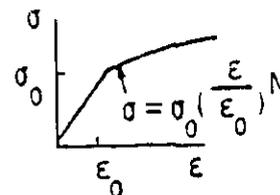


Figura 1.5 Determinación del campo de deformación plástica por medio de J.

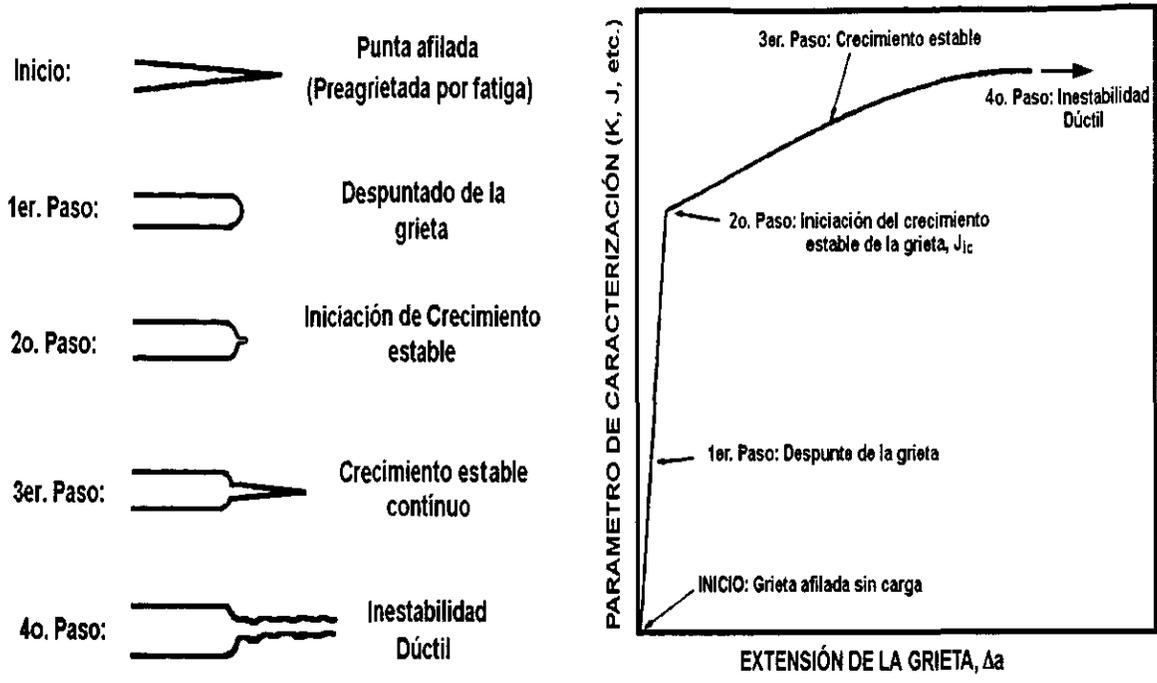


Figura 1.6 Diagrama secuencial del proceso de fractura dúctil.

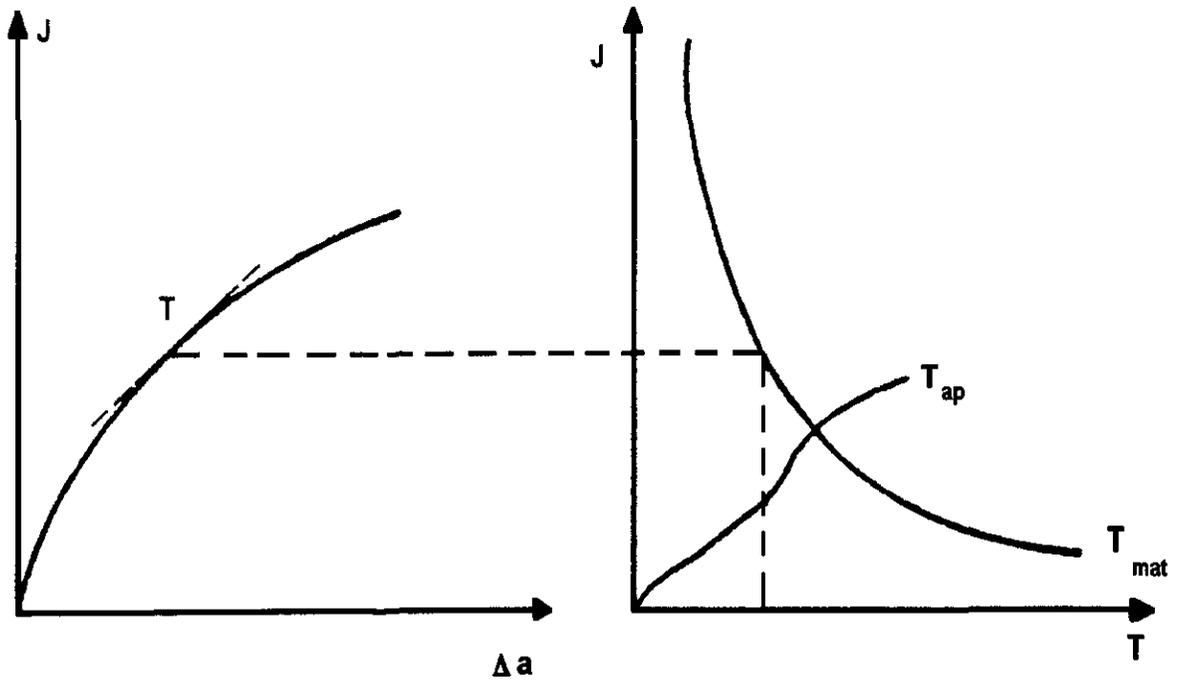


Figura 1.7 Inter-relación entre la Curva R y el procedimiento de predicción de la inestabilidad.

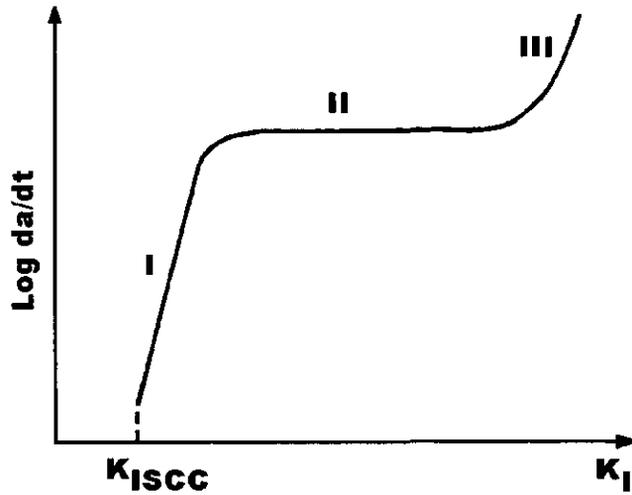


Figura 1.8 Velocidad de crecimiento de grieta por corrosión por esfuerzo como una función de  $K_I$ .

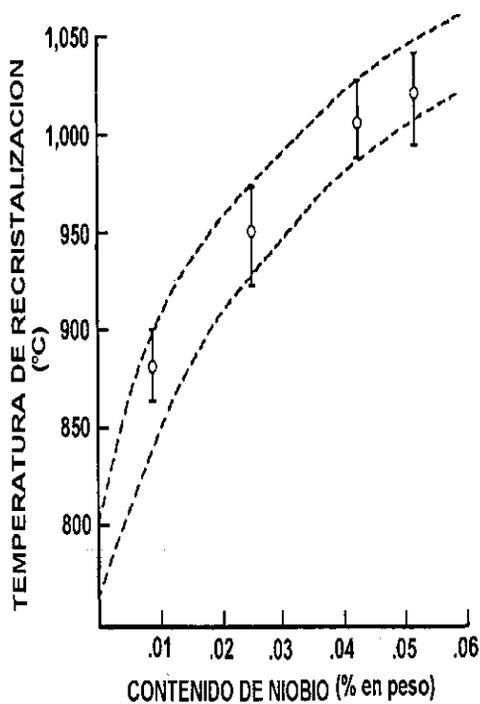


Figura 1.9 Gráfica que muestra la relación entre el contenido de niobio y la temperatura de recristalización en el acero.

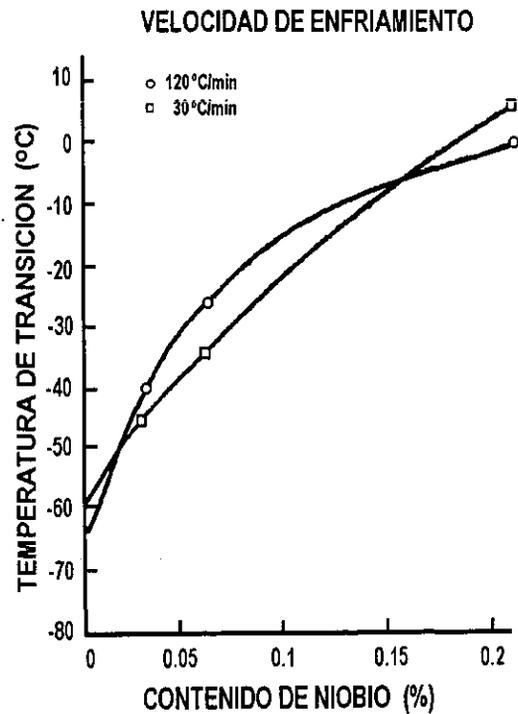


Figura 1.10 Gráfica que relaciona el contenido niobio y la temperatura de transición.

## CAPITULO 2

### 2. REVISION BIBLIOGRAFICA

#### 2.1 AGRIETAMIENTO POR CORROSION BAJO TENSION.

El agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo (ACBE) es una forma de agrietamiento retardado que ocurre por la interacción de esfuerzos, corrosión y un material susceptible. Por lo general ocurre en tres etapas: I.- Iniciación de grietas; II.- Propagación de grietas y III.- Fractura final. La corrosión bajo esfuerzo es un fenómeno complejo que está controlado por la interacción de factores ambientales, mecánicos y microestructurales [1]. Su mecanismo general es de la siguiente manera [1]: La grieta es nucleada en la superficie del metal, ya sea por picaduras de corrosión o en defectos preexistentes como grietas o concentradores de esfuerzos. El núcleo de la grieta genera una concentración de esfuerzos que provoca la formación de una zona plástica y al mismo tiempo permite el acceso del medio corrosivo hasta la punta de la grieta. Dependiendo de las condiciones de transporte, composición, etc, se puede formar un ambiente sumamente corrosivo en la cavidad de la grieta llevándose a cabo la disolución acelerada del metal en la punta de la grieta. Otra posibilidad es que la reacción de corrosión libere hidrógeno, el cual es absorbido por el metal, difundándose a lo largo de los límites de grano y bajo la acción de los esfuerzos, provocando la fragilización y fractura intergranular.

Los requerimientos para que ocurra corrosión bajo esfuerzo son usualmente la presencia de un esfuerzo de tensión (ya sea residual, aplicado o una combinación de ambos) y la presencia de un agente corrosivo; en el cual la pieza de prueba es sumergida en un medio corrosivo durante un periodo de tiempo. La propuesta de este tipo de pruebas es determinar si el agrietamiento puede ocurrir en la pieza de prueba esforzada dentro del medio corrosivo específico, durante un periodo de prueba máximo especificado. Las muestras para este tipo de prueba pueden dividirse en dos categorías: (1) planas y (2) ranuradas o preagrietadas. Las pruebas de ACBE con muestras planas usualmente involucran la exposición de muestras distintas por alguna condición de esfuerzo dado. Estas muestras son inspeccionadas a intervalos de tiempo sobre la superficie de la grieta.

Alternativamente, las muestras pueden ser retiradas a intervalos y inspeccionadas destructivamente. El análisis de falla del agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo (ACBE) de este tipo de muestras pretende determinar, si el agrietamiento es intergranular o transgranular. En muestras ranuradas, la ranura sirve para concentrar el esfuerzo aplicado y para introducir un sistema de esfuerzos triaxiales. Las muestras preagrietadas tienen una pequeña grieta introducida por fatiga antes de iniciar la prueba por corrosión bajo esfuerzo. Las muestras preagrietadas son usadas en el estudio de aleaciones de alta resistencia, aceros de alta resistencia, aceros inoxidable y aleaciones de titanio y aluminio [2].

Las pruebas de corrosión bajo esfuerzo (ACBE), en ambiente de laboratorio generalmente caen dentro de tres categorías [3]:

- Pruebas a temperatura ambiente y presión ambiente.
- Pruebas a temperaturas elevadas y presión ambiente.
- Pruebas a temperaturas elevadas y presiones elevadas.

Las pruebas a temperaturas y presión ambiente son simples de realizar y no requieren de un control de temperatura y presión. Las pruebas a temperaturas elevadas y presión ambiente requieren de un control de temperatura en el rango entre la temperatura ambiente y el punto de ebullición de la solución de prueba. Las pruebas a temperaturas elevadas y presión elevada requieren de un control de temperatura y presión y son realizadas en autoclaves.

## **2.2 MECANISMOS DE CORROSION BAJO TENSION.**

El porqué las aleaciones dúctiles normalmente fallan de una manera frágil cuando son expuestas a ciertos medios, ha intrigado por muchos un siglo o más. La respuesta ciertamente no es tan simple, de otro modo habría sido reconocida antes que ahora. La complejidad de los sinergismos entre los parámetros físico-metalúrgicos, electroquímicos y mecánicos de la gran variedad de materiales y medios ambientes que muestran tal agrietamiento, sugieren que es improbable que exista algún mecanismo que reúna todas las formas posibles de fractura sensibles al medio. Las opciones mecanísticas disponibles

al parecer pueden ser dos. Así, que con cualquiera de las dos, el metal empieza a ser fragilizado como una consecuencia de la presencia del medio ambiente o la propagación de grietas por un proceso de disolución altamente localizado. De ningún modo se ha entendido como la combinación del metal - medio, empieza verdaderamente a cambiar la estructura de la aleación o composición o un cambio en la composición de la solución o potencial, que puede cambiar el mecanismo. Además, hay probablemente algunos sistemas donde ambos mecanismos, disolución y fragilización del metal contribuyen al crecimiento de grieta [4].

### **2.2.1 MECANISMOS DE FRAGILIZACION.**

La fragilización por hidrógeno es el mecanismo responsable por el agrietamiento asistido por el medio de varios materiales, como aceros de media y alta resistencia bajo cargas cíclicas y estáticas [5].

Este mecanismo ha sido frecuentemente asociado con el ingreso del hidrógeno en materiales. Birnbaum [6] ha revisado las formas en el cual el hidrógeno y el metal pueden interactuar para promover fracturas a esfuerzos por debajo de aquellos que provocan falla en la ausencia de hidrógeno. Algunos metales, principalmente Ti, Zr, V, Nb y Ta, forman hidruros estables que son inherentemente frágiles, la exposición de tales materiales a una fuente de hidrógeno puede resultar en la formación de fases de hidruros en el campo de esfuerzos en la punta de la grieta, donde la compatibilidad del campo de deformación y el cambio de volumen asociado con la formación de hidruros facilitan el crecimiento de la grieta. La baja tenacidad de fractura de los hidruros facilita el crecimiento de grietas por clivaje, con arresto a la frontera del hidruro, donde la matriz encontrada es relativamente fuerte. Entonces, otra partícula de hidruro se forma en la región de la punta de la grieta y los procesos de clivaje y el repetido arresto, resulta en un crecimiento de grieta discontinuo. Este mecanismo de cambios de fases asociados al hidrógeno se ha presentado como una causa de la falla en aceros inoxidable, con la posibilidad a concentraciones altas de hidrógeno que ocurra la formación de "pseudo-hidruros" o la transformación de la fase austenita a martensita [7], pero tales argumentos están lejos de los mecanismos aceptados universalmente de falla en aceros inoxidables.

Mientras que la fractura relacionada por hidrógeno es asociada a poca deformación microscópica, esto no quiere decir que una deformación localizada en la región agrietada no pueda ocurrir y la plasticidad aumente localmente debido a la presencia de hidrógeno. Las propuestas por Beachem [8] fueron basadas en la examinación cuidadosa de las superficies de fractura y la observación de cavidades muy pequeñas del tipo normalmente asociado con la coalescencia de micro-cavidades, la última sobre una escala mucho mayor, en la fractura microscópicamente dúctil de metales. Tales cavidades finas han sido subsecuentemente observadas por Luynch [9], especialmente en aleaciones de aluminio, pero es hasta los estudios de microscopia electrónica de transmisión realizados por Birnbaum y sus colaboradores que obtuvieron las más convincentes evidencias del incremento de plasticidad localizada, debida a la presencia del hidrógeno. Las características esenciales del mecanismo son que la concentración de hidrógeno se incrementa localmente en el campo de esfuerzos asociado con una punta de grieta y que la presencia del hidrógeno disminuye la resistencia al movimiento de dislocaciones, con la consecuencia de acumular planos de corte. En experimentos en un microscopio electrónico de transmisión, las fuentes de dislocaciones fueron activadas por la adición de hidrógeno, cuando este último es removido, resulta en la detención del movimiento de dislocaciones. La formación de cavidades a lo largo de intensas bandas de deslizamiento se ha observado a esfuerzos mucho menores que los requeridos en la ausencia de hidrógeno. Parece haber dudas con relación a la interacción, al menos en algunos materiales, los factores que favorecen el movimiento de dislocaciones en la presencia de hidrógeno aún no han sido establecidos. El trabajo reciente de Cottrell [10,11], presenta como idea principal que cuando un átomo de hidrógeno se encuentra en la red del hierro, interacciona con la densidad de electrones de sus vecinos y hace que emigre a lugares con densidades electrónicas menores, tales como vacancias, dislocaciones o fronteras de grano preferencialmente para ocupar los sitios intersticiales de alta intensidad electrónica. El otro mecanismo de fragilización relacionado con el hidrógeno que ha sido frecuentemente involucrado es usualmente descrito como el modelo de decohesión y en esencia argumenta que el hidrógeno atómicamente disuelto, disminuye la fuerza máxima de cohesión sobre la separación de los átomos de metal. Oriani [12] ha considerado el fenómeno en algunos detalles y sugiere que es extremadamente difícil de probar

experimentalmente el postulado básico del modelo de decohesión, aunque argumenta que los modelos de decohesión y deslizamiento localizado son complementarios entre ellos más que competitivos. Así, que ambos dependen de la acción de debilitamiento del enlace del hidrógeno y ambos son esencialmente modelos de decohesión, uno con un énfasis en la colinealidad y el otro al modo de separación por corte.

La generación de fragilidad localizada en la región de la punta de la grieta debida a la presencia de hidrógeno, se considera como un paso muy corto a la posibilidad de otro tipo de falla formada por fragilización, como es el rompimiento de película. El rompimiento de película, usualmente involucra una película de óxido formada por la reacción con el medio ambiente, además ha sido considerada como un mecanismo de agrietamiento. Aunque en muchos casos este ha constituido el paso para determinar la velocidad de crecimiento más que el mecanismo de crecimiento de la grieta por sí mismo. No obstante, el concepto de películas superficiales frágiles puede jugar un papel crítico en el micro-agrietamiento. Actuando repetitivamente con cierta atracción por algunos sistemas, ha recibido una considerable atención, especialmente a partir de algunas observaciones hechas por Edeleanu y Forty [13]. Quienes relacionaron al agrietamiento de bronce-alfa expuesto a una solución de amoníaco. Posteriormente, en muchos trabajos se ha observado que superficies de fractura transgranular sobre bronce-alfa expuestas a varios ambientes muestran un marcado arresto de 2-4  $\mu\text{m}$ .

### **2.2.2 MECANISMOS DE DISOLUCION.**

Mientras estos mecanismos se relacionan a algunos de los conceptos viejos utilizados para explicar el agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo, son relacionados comúnmente con el agrietamiento de tipo intergranular. No obstante el modelo de deslizamiento-disolución para agrietamiento transgranular mantiene un buen soporte. Para agrietamiento transgranular la presencia de solutos segregados en equilibrio o de fases precipitadas a fronteras de grano pueden ser asociadas con heterogeneidades electroquímicas que, en la presencia de medios apropiados, resultan en la disolución preferencial de aquellas regiones. En la ausencia de esfuerzo el ataque inicial puede no extenderse muy lejos deteniéndose debido a la formación de películas, pero en la presencia de esfuerzos de

magnitud suficiente el rompimiento de dicha películas proporcionan nuevas reacciones de disolución y provocan que la grieta siga creciendo. Con varios medios que promueven el ataque intergranular sobre aceros ferríticos, se ha demostrado que los mismos medios [14,15,16], promueven el agrietamiento intergranular en la presencia de esfuerzos. Observaciones similares se han hecho sobre otras combinaciones de aleaciones-medios. Sin embargo, la susceptibilidad a la corrosión intergranular no resulta invariablemente en agrietamiento intergranular en la presencia de esfuerzos. Así, por ejemplo Jones [17], demostró que el sulfuro segregado a las fronteras de grano en níquel promueve la corrosión intergranular y no induce al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo intergranular sobre un amplio rango de potenciales cuando son expuestos en una solución  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1N y sujetos a una deformación lenta.

La discusión de tal fenómeno es ahora de interés para la naturaleza de las presentes sustancias en fronteras de grano que inducen tal sensibilidad a la corrosión selectiva. La llegada relativamente reciente de métodos para evaluar la naturaleza y la cantidad de sustancias segregadas en fronteras de grano, ha permitido reunir una considerable cantidad de datos, pero puede haber problemas en simplemente asumir que la demostración de la presencia de una sustancia específica en las fronteras de grano es suficiente para causar el agrietamiento. Por ejemplo, Lea y Hondros [18] relacionaron el agrietamiento de aceros ferríticos en una solución de  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  a la presencia de fósforo en las fronteras de grano detectado por espectrometría de Auger. Kratschick [19] midió las respuestas del agrietamiento de una variedad de aceros que contienen cantidades variadas de fósforo y concluyó que la segregación de aquellas sustancias a las fronteras de grano no es origen de agrietamiento. El hierro relativamente puro (0.001 wt%C, 0.002 wt%P, N no detectable) no sería susceptible de fallar por corrosión por esfuerzo en una solución de carbonato-bicarbonato, pero la adición de 0.03 wt%C, 0.0226 wt%N o 0.03 wt%P da como resultado el agrietamiento intergranular. Atribuir el agrietamiento a la presencia de una sola sustancia en las fronteras de grano podría no significar o implicar que esa sustancia es la única con respecto a la susceptibilidad. No puede olvidarse que solutos ya segregados en fronteras o presentes en el metal pueden provocar agrietamiento por sus efectos sobre la formación de películas. De esta manera la medición de las propiedades del agrietamiento en un rango de 45 aceros en soluciones de nitrato,

hidróxido y carbonato-bicarbonato, mostraron [20] que los efectos de la adición de aleantes fueron explicados con facilidad sobre la base de su tendencia a la formación de películas que sobre su tendencia a la segregación en fronteras de grano, aunque la formación de carburos probablemente tenga alguna influencia. Aparte de ser sitios preferenciales para la generación de heterogeneidades electroquímicas, existen otras formas en las que las fronteras de grano pueden participar en los mecanismos de agrietamiento. La asociación del agrietamiento intergranular de aleaciones de aluminio con la existencia de zonas libres de precipitados cerca de las fronteras de grano sugiere que la facilidad relativa de deformarse plásticamente en estas zonas promueve el crecimiento de las grietas. El papel bien establecido de las fronteras de grano, aún en materiales monofásicos, de proporcionar obstáculos al movimiento de dislocaciones formando apilamientos. Estos apilamientos, también han sido relacionados con los mecanismos de agrietamiento en el contexto de deformaciones localizadas en las fronteras de grano [21]. Además, en las fronteras de grano resultan igualmente importantes las fases secundarias (precipitados e inclusiones); los cuales presentan en algunos casos cierta afinidad con el hidrógeno difundido hacia el interior del material. También debemos considerar la capacidad que tienen algunos de estos para anclar defectos y dislocaciones.

La participación en el agrietamiento de la deformación plástica en las fronteras de grano o la interacción de dislocaciones en tales fronteras, se manifiesta en el agrietamiento escalonado por deslizamiento en superficies de grano. Ha sido la asociación del agrietamiento con escalones producidos por deslizamientos en una superficie de metal observada y el resultado en disolución de escalones de deslizamiento, se ha empezado a reconocer como un mecanismo especialmente de agrietamiento transgranular en un medio sensible. El mecanismo concibe una película protectora, que es quebrada por un escalón de deslizamiento con el metal reactivo expuesto; entonces el metal empieza a ser atacado por el medio ambiente. El reformado eventual de la película en el escalón de deslizamiento causa crecimiento de grieta hasta que se detiene, más interrumpe el deslizamiento que la película y la disolución esta reiniciando. El modelo no es esencialmente diferente, excepto con relación a las razones por la localización de la dirección de la grieta, desde que se involucro con el agrietamiento intergranular, donde la formación de la película previene continuamente la disolución en regiones de frontera y la

frecuencia con la cual la película es rupturada es al escalón dominando la velocidad, con disolución como mecanismo de crecimiento de grieta [22]. El agrietamiento transgranular, ha recibido apoyo de observaciones del ataque preferencial sobre arreglos de dislocaciones planares por microscopía de transmisión. Especialmente en aleaciones cúbicas centradas en las caras, que tienen una baja energía de falla de apilamiento o que presentan ordenamientos de rango corto, donde grupos planares de dislocaciones son favorecidos y el deslizamiento cruzado es más difícil. Tales observaciones condujeron a Swann y Pickering [23] a sugerir que este ataque preferencial resulta en la formación de finos túneles de corrosión, los cuales se interconectan posteriormente por el desgarramiento de los ligamentos permanentes entre los túneles. La objeción más frecuente a tal mecanismo de disolución intergranular, es lo difícil de encontrar un buen *acoplamiento entre las superficies opuestas de fractura, dado que los planos a lo largo de los cuales ocurre el tunelaje y la fractura son diferentes.*

No obstante, Nielsen [24], ha mostrado que cuando un acero inoxidable es expuesto a una solución de  $MgCl_2$  por solamente unos pocos minutos desarrolla túneles de corrosión llenos de óxido, los cuales posteriormente se unen por túneles laterales, todos con características cristalográficas y los cuales podrían tomarse como iniciación de una grieta. Efectos similares han sido observados [25] en aleaciones de cobre expuestas en vapor de amoníaco y también sugieren que los procesos de disolución localizada contribuyen al crecimiento de grieta intergranular en algunos sistemas.

### **2.3 INFLUENCIA DEL MEDIO AMBIENTE.**

La susceptibilidad de un material al agrietamiento puede ser significativamente afectada por el medio ambiente. El agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo (ACBE), la fragilización por metal líquido (FML), fragilización por hidrógeno (FH), y fatiga por corrosión son ejemplos de efectos ambientales los cuales causan pérdida en su ductilidad y su resistencia por agrietamiento asistido por el medio (AAM). Bajo ciertas condiciones, todos los materiales comercialmente importantes son susceptibles a uno o más de los procesos de fragilización. El agrietamiento puede ocurrir de manera intergranular, transgranular o de manera mezclada, dependiendo de las condiciones. Mucho se conoce acerca de las

condiciones metalúrgicas y ambientales las cuales promueven el agrietamiento asistido por el medio ambiente, y el control prudente de estos para soportar o corregir agrietamiento. Sin embargo, a pesar de nuestro entendimiento de los factores que controlan el ACBE, FML, y FH, el mecanismo responsable no ha sido identificado [26].

Las variables principales que afectan este fenómeno son el esfuerzo, intensidad de esfuerzo, microestructura del material, velocidad de deformación, potencial electroquímico y pH [26].

Un esfuerzo de tensión conduce necesariamente a la propagación de una grieta y es común en todas las formas de agrietamiento asistido por el medio. Tales esfuerzos pueden ser estáticos, residuales o dinámicos. El agrietamiento inducido por un esfuerzo residual o estático es más común en fallas durante servicio. El agrietamiento inducido por esfuerzo cíclico se incrementa por interacciones ambientales y frecuentemente es considerado un caso especial de ACBE. Una representación útil del efecto de esfuerzo sobre un material resistente a un ambiente de fragilización es la gráfica de velocidad de crecimiento de una grieta ( $da/dt$ ) contra la intensidad de esfuerzo (modo I). Esta relación se muestra en la Figura 2.1 y es representativa en un gran número de materiales en ambientes de corrosión bajo esfuerzo e hidrógeno. Las curvas presentan tres estados: la región de estado I es caracterizada por una velocidad de grieta, la cual se incrementa rápidamente con pequeños incrementos en la intensidad de esfuerzo. En la región del estado II, la velocidad de la grieta es relativamente insensible a la intensidad de esfuerzo; y en la región de estado III, generalmente las grietas se propagan rápidamente mecánicamente por el material restante de un modo mecánico. Sin embargo, obtener información mecanística detallada de estos datos es difícil.

Los datos de corrosión bajo esfuerzo son presentados en una gráfica de esfuerzo aplicado contra tiempo de falla. Existe un esfuerzo llamado esfuerzo umbral  $K_{th}$ , Figura 2.1, debajo del cual no ocurre el agrietamiento a lo largo de una prueba. Generalmente el esfuerzo umbral es mayor al 50% del esfuerzo de cedencia y frecuentemente es de alrededor del 75% del esfuerzo de cedencia. Para materiales que forman películas pasivas, un esfuerzo mínimo es requerido para romper dicha película y la exposición del metal descubierto es corroída por el medio. El esfuerzo umbral no es una propiedad intrínseca del material; es

la sensibilidad al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo en un medio ambiente, así como la microestructura del material.

Desde un punto de vista metalúrgico, la microestructura es quizás el parámetro más importante que afecta la susceptibilidad al agrietamiento asistido por el medio. Por ejemplo, la resistencia al ACBE tiende a disminuir a medida que el tamaño de grano aumenta. Como también disminuye la resistencia al ACBE cuando la dureza de un material se incrementa ya sea por trabajado en frío o tratamiento térmico.

La composición de la aleación afecta fuertemente la susceptibilidad al agrietamiento. Por ejemplo, el cromo en aceros inoxidable promueve la estabilidad de la película pasiva, mientras el carbono puede causar sensitización por la precipitación de carburos de cromo. El fósforo, más bien conocido como segregante en fronteras de grano, en aleaciones base níquel puede causar agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo intergranular por la formación de celdas de corrosión anódica localizadas. Materiales que presentan deslizamiento planar, también tienden a ser más susceptibles al ACBE. El deslizamiento planar usualmente prevalece en materiales que tienen fallas de apilamiento de baja energía de corto o largo alcance. El escalón de deslizamientos producidos en las superficies libres promueve la ruptura de la película pasiva y la exposición del metal al medio ambiente. La propagación de la grieta puede atribuirse a la disolución anódica preferencial en este sitio. Los planos de deslizamiento por disolución de tunelaje han sido reportados en algunos casos, como, fracturas mecánicas entre el material y los túneles de disolución que ocurren durante la propagación de grieta. Jani [27] ha sugerido que el hidrógeno puede disminuir la energía de falla de apilamiento y promover deslizamiento planar en la punta de la grieta, el cual incrementa la probabilidad de que se formen barreras Sesil de Lomer-Cottrell. La configuración de Lomer-Cottrell causa microagrietamiento en el material inmediatamente enfrente de la punta de la grieta.

Con el uso extensivo de pruebas de velocidad de deformación lenta, la velocidad de deformación ha sido reconocida como una variable importante de prueba. Para el agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo, la fragilización se ha encontrado frecuentemente solo en un rango estrecho de velocidades de deformación, como se muestra esquemáticamente en la Figura 2.2. A altas velocidades de deformación, la fragilización no se refleja en las propiedades mecánicas de volumen ya que ocurre la

fractura mecánica antes de que pueda iniciarse y propagarse una grieta por corrosión bajo esfuerzo. Sin embargo, esto no significa que la reacción de fragilización no ocurra. En velocidades de deformación muy lentas, donde la ductilidad se incrementa, la película pasiva rota por deformación, se repone rápidamente por lo que el metal base es expuesto al medio ambiente por un tiempo corto. Así, que cuando se usan pruebas de velocidad de deformación lenta para medir la susceptibilidad de un material al ACBE en un medio particular, es extremadamente importante usar un rango de velocidad de deformación. También es importante notar una vez que una grieta inicia, la velocidad de deformación en el inicio de la grieta es mucho más grande que la velocidad de deformación nominal expuesta [26].

Los efectos de potencial electroquímico y pH son fundamentales en la descripción del agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo. Cuando un metal o aleación es colocado en un electrolito, un potencial electroquímico espontáneo, llamado el potencial de corrosión, se desarrolla debido a las reacciones anódicas y catódicas sobre la superficie de la muestra. Inhomogeneidades en composición tales como enriquecimiento de fronteras de grano, diferencias en densidad de dislocaciones, variaciones en concentración del electrolito, o diferencias de temperatura pueden producir grandes diferencias de potencial entre puntos sobre la superficie. Estas diferencias de potencial pueden provocar la disolución del metal en áreas anódicas. Si las condiciones lo permiten, una película pasiva puede formarse sobre la superficie del metal reduciendo la correspondiente corriente de corrosión. Como puede esperarse, la ruptura de esta película pasiva puede causar disolución anódica altamente localizada [26].

La susceptibilidad al agrietamiento es usualmente observada sobre rangos estrechos de potencial; en muchos sistemas, esta corresponde a rangos de potencial donde una película pasiva es marginalmente estable. Una vez iniciada una fractura requiere solamente un pequeño grado de polarización debajo del rango crítico para ser arrestada. Este indica que las condiciones del medio responsable de la iniciación de la grieta son también aquellas responsables de la propagación de la grieta. Como las fronteras de grano presentan una gran variedad de composiciones, estas generalmente tienen un amplio rango de potencial para fragilizarse [26].

Es difícil que todos los fenómenos inducidos por el medio ambiente ocurran por un mecanismo común. Para corrosión bajo esfuerzo los procesos para la punta de la grieta propuestos van desde la disolución anódica hasta el aumento en la nucleación de dislocaciones que impiden la formación de películas pasivas [26]

### **2.3.1 DISOLUCION ANODICA.**

La teoría para corrosión bajo esfuerzo por disolución anódica [28] considera que la propagación de la grieta ocurre por disolución selectiva en regiones electroquímicamente activas del material de volumen. El potencial anódico local puede ser debido a segregación de impurezas, deformaciones localizadas o efectos galvánicos entre los materiales más nobles.

### **2.3.2 ROMPIMIENTO DE PELICULA.**

En modelo de la ruptura de la película o deslizamiento-disolución [29,30], supone que el metal base es protegido del medio por una película pasiva la cual se rompe periódicamente por la deformación plástica localizada. La ruptura de la película es más probable que ocurra en materiales con deslizamiento planar, el cual como se ha mencionado tiende a ser más susceptible al ACBE. En el sitio de la ruptura, como se muestra en la Figura 2.3, ocurre una disolución localizada de la punta de la grieta haciendo que la grieta avance. Esta implícito en este mecanismo que la película pasiva se forma lentamente. Una formación lenta de la película, tendería a promover corrosión generalizada mientras una formación rápida de la película produce un tiempo insuficiente para la disolución. Sin embargo, el modelo ha sido difícilmente relacionado a altas velocidades de avance de la grieta y para las facetas de clivaje planas encontradas en ACBE intergranular.

### 2.3.3 ESFUERZO-ADSORCION.

Los modelos de adsorción, frecuentemente son conocidos como modelos de esfuerzo-adsorción [26]. Una representación común es la adsorción de las especies dañinas en la punta de la grieta, causando debilitamiento de los enlaces interatómicos, desprendimiento de átomos de bajo esfuerzo. Para este modelo, un potencial crítico por fragilización representa el potencial por encima del cual las especies son absorbidas y debajo del cual son desorbidas. Una intensidad de esfuerzo umbral puede ser aquella que cause un mínimo esfuerzo en el enlace atómico, necesario para producir la adsorción

Otra variación de este modelo, propuesto primero para fragilización por hidrógeno, es el deslizamiento aumentado por adsorción inducida [31]. Si la resistencia tensil de los enlaces se reduce, entonces su resistencia al corte podría ser también reducida. De esta manera, se ha sugerido que el medio fragilizante facilita la entrada de dislocaciones desde la punta de la grieta. Esto produce que enfrente de la punta de la grieta, se genere una zona de deformación plástica grande que provoca la formación de microporos, que crecen y eventualmente coalescen. El agrietamiento ocurre entonces por un proceso dúctil en extremo localizado, el cual puede parecer frágil hasta que es examinado a muy altas amplificaciones como se muestra en la Figura 2.4. Como evidencia de este mecanismo, Lynch [32-34] encontró poros extremadamente pequeños sobre superficies de fractura fragilizadas. Estas observaciones se reportaron para el ACBE de aleaciones de Al-Mg-Zn, Ti-6Al-4V.

Dentro de los estudios relacionados, Kramer [35] y Kamachi [36] han reportado evidencias que indican que un medio el cual causa ACBE, puede también afectar la subestructura de dislocaciones cerca de la superficie durante la deformación plástica antes de la iniciación de la grieta. Ellos notaron también que en las grietas iniciadas por corrosión bajo esfuerzo cuando el material se encuentra en presencia de un medio fragilizante, se produce una densidad de dislocaciones crítica de aproximadamente de  $10^{11} \text{ cm}^{-2}$ , la cual se alcanza rápidamente independientemente del medio o el potencial de corrosión. Kaufman y Fink [37] usaron microscopía electrónica de transmisión para estudiar las superficies de fractura de algunas aleaciones fragilizadas de Cu-30Zn, acero inoxidable austenítico, y Al-Mg-Zn a muy bajos esfuerzos. Basándose en la observación de altas densidades de

dislocaciones muy cerca de la superficie de fractura, concluyen que el agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo de estas aleaciones ocurre por la interacción sinérgica de disolución anódica y flujo plástico extremadamente localizado.

Películas formadas por la reacción del medio con el sustrato del metal también han sido propuestas para inducir fractura mecánicamente. El modelo de fractura por empañado [38,39], originalmente usado para describir la fractura intergranular y transgranular en corrosión bajo esfuerzo. Un empañado delgado se forma por los productos de reacción sobre la superficie del material y entonces se fractura. El material fresco expuesto se empaña y el proceso se repite. Sin embargo, la importancia de este mecanismo en materiales de ingeniería es dudosa, así como la evidencia de no formar una película de empañado en las puntas de grietas propagándose.

#### **2.3.4 PELICULAS DELGADAS.**

Las películas delgadas han sido también consideradas para inducir clivaje directamente en el sustrato dúctil. Forty [40] propuso que en una aleación fragilizada, una capa desaleada podría inducir clivaje, pero el mecanismo para comprender esto no está completamente entendido. Sieradzki y Newman [41] proponen que una capa delgada de algunas decenas de nanómetros se forma en la región deformada dinámicamente en la punta de la grieta. Una grieta que se inicia y propaga a través de esta película, cruza las interfaces película-sustrato y continúa algunas micras en el interior del sustrato dúctil hasta que ocurre el despunte y el arresto por la emisión de dislocaciones. La punta de la grieta de nuevo se desalea y la secuencia se vuelve a repetir.

Estudios de modelaje por computadora de estos procesos han mostrado que una película coherente con un parámetro de red ligeramente menor que el del sustrato puede aumentar los esfuerzos tensiles en la punta de la grieta y simultáneamente impedir la nucleación de dislocaciones; esta combinación favorece la conducta frágil. Además el modelo está basado en el agrietamiento discontinuo y estudios de emisión acústica han demostrado que los eventos de emisión acústica corresponden casi exactamente con transientes de corriente anódica [41-43].

## **2.4 EFECTOS MECANICOS.**

La degradación por el medio puede ser definida como la iniciación y el crecimiento subsecuente de grietas bajo la acción simultánea de esfuerzos y un medio agresivo. El hidrógeno ha sido encontrado como el fragilizador predominante y de esta manera, una especie degradante para varios materiales. La severidad de la degradación de un material por el medio, depende de la entrada del hidrógeno atómico generado por su interacción, con un rango amplio de condiciones por el medio. Para un gran número de materiales, por ejemplo para aceros de media y alta resistencia, la fragilización por hidrógeno ha sido reconocida como un mecanismo de agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo. Dentro de los aspectos mecánicos que influyen en el agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo se encuentran [5]: Modos de carga y agrietamiento ambiental, el efecto de la intensidad de esfuerzos y ramificación de grietas por corrosión por esfuerzo.

### **2.4.1 MODOS DE CARGA Y AGRIETAMIENTO AMBIENTAL.**

Hay dos extremos al considerar el modo de carga aplicado, el cual puede causar el agrietamiento en un medio agresivo: El agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo debido a pura deformación plástica a carga constante y la corrosión por fatiga debida a pura deformación plástica por carga cíclica. Es imposible delimitar un límite entre estos dos extremos, como se indica en la Figura 2.5. Las transiciones entre las formas de ciclos de carga, fundamentalmente del agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo y corrosión por fatiga son ilustradas. Es evidente que allí existen diferentes ciclos de carga las cuales claramente podrían causar agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo y corrosión por fatiga. Sin embargo, hay modos de carga los cuales podrían causar cualquiera de los dos agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo o corrosión por fatiga, como por ejemplo, efectos de onda y ciclos grandes de inicio-paro, los cuales son comunes y conocidos como efectos adversos al crecimiento de grietas inducidas por el medio. Algunos elementos de los modos de carga anteriores son frecuentemente encontrados sobre varios componentes en servicio. Sin embargo, muchas veces, los esfuerzos responsables por el agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo no son esfuerzos de servicio, pero

originan esfuerzos residuales desde varias superficies, por ejemplo en los procesos de producción o manufactura [5].

También en la Figura 2.5, se muestran posibles caminos de prueba y la cuantificación de la susceptibilidad de un material al agrietamiento ambiental. Empezando con cargas constantes, uno puede distinguir entre las pruebas de muestras planas y preagrietadas expuestas al medio. Para muestras planas, las curvas de tiempo de falla son medidas en un medio dado. De hecho, por usar este método de prueba, frecuentemente el tiempo de incubación consume la mayor parte del tiempo de vida de la muestra. Por lo tanto, un camino más conservativo de prueba es medir la velocidad de crecimiento de grieta por corrosión bajo esfuerzo de una muestra preagrietada como una función de la intensidad del esfuerzo aplicado. El resultado de tales pruebas son curvas de crecimiento de grieta por corrosión bajo esfuerzo ( $\Delta a / \Delta t$  contra  $K$ ) los cuales son caracterizados por un valor umbral  $K_{ISCC}$  bajo el cual no se observa crecimiento de grieta y una forma característica de la curva, frecuentemente revela una región plana donde la velocidad de crecimiento de grieta es independiente de la intensidad del esfuerzo aplicado [5].

Otro camino de investigación para determinar las propiedades de corrosión bajo esfuerzo de un material es hacer pruebas de velocidad de deformación lenta o pruebas de velocidad de crecimiento constante. Aquí, las muestras de tensión planas o ranuradas son esforzadas lentamente en un medio agresivo. Se observan dos efectos diferentes de la velocidad de deformación aplicada sobre la resistencia por corrosión bajo esfuerzo los cuales son indicados por dos curvas en el respectivo diagrama de la Figura 2.5. Dependiendo de la combinación del medio y el material, velocidades de deformación extremadamente lentas pueden causar alta susceptibilidad al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo, por ejemplo hay suficiente tiempo para que el medio pueda degradar el material para formar grietas. Sin embargo, en las mismas velocidades de deformación lenta en diferentes combinaciones de medio-material puede mostrar buena resistencia a la corrosión bajo esfuerzo porque el material continuamente sé pasiva en forma localizada, dónde el metal descubierto es producido por deformación. Sin embargo, a velocidades altas de deformación, la pasivación puede no completarse, por lo tanto la susceptibilidad al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo se incrementa. Aún a velocidades altas de deformación, no hay bastante tiempo para que el medio afecte el material, así ninguna

degradación por el medio es observada. Las pruebas de velocidad de deformación lenta son una situación típica entre el agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo verdadero y corrosión por fatiga real: la carga se incrementa lentamente. Esta también puede ser interpretada como la mitad de un ciclo por fatiga, a frecuencias extremadamente lentas [5]. La corrosión por fatiga real es medida al aplicar cargas cíclicas sobre muestras planas o ranuradas. En el caso anterior, se mide el número de ciclos a falla bajo un rango de esfuerzos. Este número es usualmente pequeño cuando a un nivel de esfuerzos dado, un medio agresivo este presente. El crecimiento de grietas por fatiga y corrosión-fatiga se ilustra en la Figura 2.5. Aquí las velocidades de crecimiento por fatiga se grafican como una función del rango de intensidad de esfuerzo cíclico aplicado. El medio típicamente incrementa la velocidad de propagación en el rango lineal del  $\log \Delta a/\Delta N$  contra  $\log \Delta K$  comparado gráficamente con un medio inerte. Este efecto es frecuentemente dependiente, debido a una razón similar como por el cargado a velocidad de deformación lenta. En resumen, la Figura 2.5 presenta un repaso sistemático de varios aspectos de carga y agrietamiento ambiental, siendo los dos extremos el agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo y la corrosión - fatiga, respectivamente [5].

#### **2.4.2 EL EFECTO DE LA INTENSIDAD DE ESFUERZOS.**

La intensidad de esfuerzos puede tener un mayor efecto sobre el crecimiento de grietas por corrosión bajo esfuerzo. Solo una curva completa de crecimiento de grieta de una combinación particular de material – medio, proporciona la suficiente información sobre este efecto. Una de las ventajas importantes de la mecánica de la fractura es que la intensidad de esfuerzos en la punta de las grietas puede ser calculada para diferentes geometrías (Figura 2.6(a)); teniendo el factor de corrección geométrico; se puede conocer también la longitud de la grieta y el esfuerzo de tensión nominal. En principio, las curvas de crecimiento de grieta por corrosión bajo esfuerzo pueden ser experimentalmente determinadas por los siguientes pasos, Figura 2.6(b). Una muestra ranurada o preagrietada por fatiga es cargada a una intensidad de esfuerzos bien definida por insertar una cuña o por montar la muestra en una estructura de carga. Entonces la muestra es expuesta al medio por un cierto periodo de tiempo. Para separar el crecimiento de la grieta

debido a corrosión bajo esfuerzo por el tiempo de prueba, la velocidad de crecimiento de grieta es calculada y graficada como una función de la intensidad de esfuerzo. Los resultados de tales pruebas son curvas de crecimiento de grieta por corrosión bajo esfuerzo, las cuales son caracterizadas por la determinación del valor umbral  $K_{ISCC}$  bajo el cual no se observa crecimiento de grieta. Eventualmente es llamada velocidad de crecimiento de grieta plana cuando la velocidad de la grieta es independiente de la intensidad de esfuerzo aplicada. Si tal planicie ocurre usualmente depende de la combinación del material – medio ambiente. Hay una relación general entre  $K_{ISCC}$  y la resistencia a la cedencia de un acero: Las intensidades de esfuerzo umbrales son usualmente bajas en aceros de alta resistencia y más altas cuando la resistencia a la cedencia es más baja [5].

### 2.4.3 RAMIFICACION DE GRIETAS POR CORROSION BAJO ESFUERZO.

Las grietas por corrosión bajo esfuerzo pueden frecuentemente desarrollar ramificación de grietas. Existen dos tipos de ramificaciones: micro-ramificaciones, en el cual el frente de la grieta se disocia en grietas localmente severas con distancias de separación del orden de un diámetro de grano, y macro-ramificaciones, en el cual la grieta se separa en dos o más componentes macroscopicos que tienden a separar o continuar el crecimiento en paralelo. Tres condiciones son necesarias, pero no siempre suficientes para que ocurra macro-ramificaciones con grietas por corrosión bajo esfuerzo, como se indica en la Figura 2.7.

1. La velocidad de crecimiento de grieta debe ser (casi) independiente de la intensidad de esfuerzo de la punta de la grieta.
2. La intensidad de esfuerzo en la punta de la grieta  $K_B$ , sobre el cual pueden ocurrir macro-ramificaciones, debe ser igual o más grande que 1.4 de tiempo la intensidad de esfuerzo  $K_P$  (donde la región plana empieza), como se muestra en la Figura 2.7.
3. El curso de la fractura debe ser relativamente isotropico [5].

Los micro-ramificaciones pueden ocurrir bajo condiciones menos restrictivas. La velocidad de la grieta no debe ser independiente del esfuerzo, pero el límite de la intensidad de esfuerzo para micro-ramificaciones son ciertamente múltiple del  $K_{ISCC}$ . A intensidades de esfuerzo extremadamente bajas, no se ha observado micro-ramificaciones.

## 2.5 VARIABLES METALURGICAS.

### 2.5.1 EFECTO DE LA MICROESTRUCTURA Y LA COMPOSICION.

Muchas de las investigaciones de corrosión bajo esfuerzo que involucran la dureza o la resistencia son ahora de interés con cambios en la susceptibilidad como un resultado de cambios microestructurales [44]. El extenso trabajo de Snape [45], Phelps [46], y Bernstein [47] sobre esta área, manifiesta que una estructura martensítica sin revenir tiene un notable efecto adverso sobre la resistencia al agrietamiento en medios de sulfuros, y que la composición del acero y el tratamiento térmico que generan estructuras uniformes es deseable. Los aceros templados y revenidos se consideran más resistentes al agrietamiento que los aceros normalizados y revenidos, los cuales a su vez son más resistentes que los aceros normalizados [48].

Snape, Schaller, y Jones [49] mejoraron la resistencia al agrietamiento de un acero AISI 4340 por un tratamiento de endurecimiento intercrítico seguido por un revenido debajo de la temperatura crítica. Hill, Kawasaki, y Kronbach [50] estudiaron el efecto del tratamiento térmico sobre la resistencia al agrietamiento de aceros con composiciones normalmente usadas para recubrimientos API grado N-80 Y P-110, variando las condiciones de tratamiento térmico, ellos encontraron una marcada variación en la resistencia al agrietamiento de aceros de composición similar y microestructura. Esto fue atribuido a la distribución de carburos, concluyendo que es preferible un acero que tenga martensita revenida uniformemente con una buena distribución de carburos [48].

Las evidencias de superioridad de las microestructuras templadas y revenidas sobre normalizadas o estructuras normalizadas y templadas han llegado a ser masivas. Una serie de estudios de agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo en sulfuros (ACBES) realizados por Fraser [51] sobre 104 aleaciones diferentes de las cuales 79 fueron productos comerciales API grado J-55, N-80, y aceros P-110, evaluados con cargas estáticas como una función de: la composición química, las propiedades mecánicas y el tratamiento térmico. Concluyeron que el templado del acero N-80 por una media hora a 590 °C presentó mejor resistencia al agrietamiento. Los aceros templados y revenidos presentaron mejores resultados en el estudio que los normalizados y revenidos o los

materiales normalizados. Sin embargo, la relación entre composición química y comportamiento en ACBE, indicaron que el alto contenido de carbono, azufre y fósforo fue benéfico, mientras que el alto contenido de manganeso, molibdeno y níquel fue perjudicial [44].

Brickel [52], encontró que la penetración del hidrógeno es más lenta en estructuras martensíticas que en estructuras normalizadas o de martensita revenida; la baja dureza de la martensita no revenida puede ser producida por usar un bajo contenido de carbono en el acero.

Cain y Troiano [53] encontraron que la estructura martensita revenida es menos susceptible a la fragilización por hidrógeno que las estructuras normalizadas, perlíticas o bainíticas.

Snape [54] enfatizó que las estructuras templada y martensita revenida son estructuras superiores en resistencia en ACBES a las estructuras normalizadas y templadas.

Algunos trabajos consideran que las estructuras representan un papel más importante en el proceso de agrietamiento que la composición. Schuetz y Robertson [55] mostraron que ambas estructuras martensita y ferrita son altamente susceptibles si la resistencia y el nivel de esfuerzos aplicados son suficientemente altos, mientras que la austenita es resistente al agrietamiento bajo condiciones idénticas. Bastien [56], encontró que una mínima susceptibilidad al agrietamiento en aceros Cr-Mo-V ocurre después del revenido a altas temperaturas debido a una estructura de carburos finos globulizados. El uso de altas temperaturas de revenido ha sido recomendado para incrementar la resistencia de los aceros N-80 y AISI 4140. La poligonización y el incremento de estructuras de grano fino también han mostrado un incremento en su resistencia al agrietamiento por sulfuro [57].

A pesar de un gran número de pruebas durante estos años, ningún material comercialmente económico se ha desarrollado para satisfacer las condiciones severas de corrosión. En general, la resistencia relativa al agrietamiento de aleaciones existentes es de un valor limitado porque cada material tiene sus propias condiciones individuales de tratamiento térmico y propiedades.

### 2.5.2 EFECTO DE LA RESISTENCIA.

El efecto dureza sobre el agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo en sulfuros fue quizás la primera variable observada en fallas en campo. Históricamente no se han encontrado fallas en servicio en aceros que tienen durezas de menos de 22 Rockwell C, y este número ha sido usado casi religiosamente en la calificación de materiales para servicio en medio amargos, aquellos que tienen una dureza menor fueron considerados satisfactoriamente y aquellos que tienen una dureza mayor son inapropiados [44].

Probablemente los resultados de Hudgins [58] resumen mejor el sentimiento histórico de que los aceros más duros están más sujetos a ACBES, para todos. El tiempo de agrietamiento de los aceros a llegado a ser más corto cuando se incrementa su resistencia a la cedencia y dureza [59]. Se ha enfatizado que 620 MPa (22 Rockwell C) de cedencia representan actualmente un mínimo en la resistencia disponible para aceros al carbono y baja aleación para servicio en sulfuros [60]. Las recomendaciones de NACE y varios estudios de laboratorio también muestran que la susceptibilidad al agrietamiento se incrementa con resistencias por arriba de 22 Rockwell C. En experimentos de laboratorio, sin embargo, el agrietamiento depende de condiciones ambientales. En ambientes más, severos por ejemplo en una solución de 0.5 % de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  saturada con sulfuro de hidrógeno, el agrietamiento ocurre a una menor dureza [61].

### 2.5.3 EFECTO DEL TRABAJADO EN FRIO.

Una de las variables metalúrgicas muy poco entendidas es el trabajado en frío. Cuando un acero es flexionado o enderezado en frío (alrededor de  $538\text{ }^\circ\text{C}$ ), la dureza puede incrementarse y los esfuerzos residuales incrementan la resistencia a la cedencia del metal. Es muy difícil predecir la magnitud y dirección de estos esfuerzos residuales, los cuales pueden ser aditivos a los esfuerzos de servicio o aplicados. Hudson [62-64], de mostró que el trabajado en frío podría incrementar la solubilidad del hidrógeno y la permeabilidad del acero. Baldy [65] demostró que un acero N-80 sujeto a 1% de trabajo en frío disminuye su capacidad de soportar cargas ambientales por ACBES desde 500 a 325 MPa. Un subsecuente revenido a  $620\text{ }^\circ\text{C}$  el material trabajado en frío incrementa su

capacidad del rango de 450-550 MPa. Treseder y Swanson [66] estudiaron los efectos del trabajado en frío hasta un 30 % de reducción en área y encontraron una marcada reducción en los valores críticos de esfuerzo en un 10 % de reducción. Los grados API J-55 y X-52 también mostraron bajo rendimiento al (ACBES) después del trabajado en frío, aún cuando la dureza fue menor de 235 Brinell (22 Rockwell) [67].

El trabajado en frío puede ser detectado por la forma de las propiedades en tensión esfuerzo-deformación de un acero. Generalmente, el trabajado en frío es una de las causas del incremento en la velocidad de corrosión [67,68]. Esto es porque, el trabajado en frío aumenta la energía interior almacenada y produce bandas de deslizamiento sobre la superficie, presentándose cambios en la distribución de energía en la superficie. Este puede alterar la absorción química de los procesos anódicos y catódicos, y el grado de *protección de superficie por el hidrógeno del acero trabajado en frío, durante la evolución del hidrógeno en una solución de H<sub>2</sub>S*. Además, el trabajado en frío produce más sitios activos de baja energía de activación para la disolución anódica que un material recocido [68].

La deformación plástica aumenta considerablemente la susceptibilidad del acero a fallas de proceso, pero esta no es una condición esencial. Esto es posible si la película protectora del producto de corrosión es rota o removida por algún factor, y la dureza del acero se encuentra por arriba del rango crítico de 24-26 Rockwell C.

## BIBLIOGRAFIA

1. Metals Handbook 9<sup>th</sup> Edition. Volumen 13, CORROSION." Environmentally Induced Cracking", pp. 145, 146.
2. Stress Corrosion Cracking Test Methods. A. John Sedriks. B. C. Syrett. Chapter 1, pp. 1-4.
3. Stress Corrosion Cracking Test Methods. A. John Sedriks. B. C. Syrett, Serie Editor (NACE). Chapter 10. Laboratory Environments for Stress Corrosion Tessting, pp. 71-72.
4. Mechanistic Aspects of Stress Corrosion Cracking. R. N. Parkins. University of Newcastle Upon Tyne, NE1 7RU, England. The Minerals, Metals & Materials Society , 1992, pp. 3-4.
5. Hydrogen Embrittlement in Steels: Mechanical Aspects. Ruth Magdowski. Institute of Metallurgy. Swiss Federal Institute of Technology, ETH. CH-8092 Zurich, Switzerland, pp. 2332 – 2338.
6. H. K. Birnbaum, "Mechanisms of Hydrogen-Related Fracture of Metals", Environment-Induced Cracking of Metals, ed. R. P. Gangloff and M. B. Ives (Houston, Tx: National Association of Corrosion Engineers, 1990), pp. 21-27.
7. C. L. Briant, "Hydrogen Assisted Cracking of Type 304 Stainless Steel", Metall. Trans. A., 10<sup>a</sup>, (1979), pp. 181-189.
8. C. D. Beachem, "A New Model for Hydrogen-Assisted Cracking (Hydrogen "Embrittlement") ", loc cit, 3, (1972), pp. 437-451.
9. S. P. Lynch,"A Fractographic Study of Hydrogen-Assisted Cracking and Liquid-Metal Embrittlement in Nickel", J. Mater. Sci., 21, (1986), pp. 692-704.
10. A. H. Cottrell, "The Strengthening of Grain Boundaries by Segregated Interstitials in Iron", Mater. Sci. Technol, 6, (1990), pp. 121-123.
11. A. H. Cottrell, "Strength of Grain Boin Boundaries in Impure Metals" loc cit. 6, (1990), pp. 325-329.
12. R. A. Oriani, "Hydrogen Effects in High-Strength Steels", Environment-Induced Cracking of Metals, ed. R. P. Gangloff and M. B. Ives (Houston, Tx: National Association of Corrosion Engineers, 1990), pp. 439-447.

13. C. Edeleanu, A. J. Forty, "Some Observations on the Stress-Corrosion Cracking of  $\alpha$ -Brass and Similar Alloys", *Phil. Mag.*, 5, (1960), pp. 1029-1040.
14. M. Henthorne, R. N. Parkins, "Some Aspects of the Influence of Structure upon Stress", *Brit. Corro. J.*, 2, (1967), pp. 186-192.
15. R. D. Tems, R. N. Parkins, "Some Aspects of the Inhibition of Stress Corrosion Cracking of Mild Steel in a Carbonate-Bicarbonate Solution", *Proc. 5<sup>th</sup> European Symposium on Corrosion Inhibitors*, Ann. Univ. Ferrara, Italy, (1980), pp. 857-871.
16. R. N. Parkins, A. Alexandridou, P. Majumdar, "Stress Corrosion Cracking of C-Mn Steels in Environments Containing Carbon Dioxide", *Mats. Perf.*, 25, (10)(1986), pp. 20-27.
17. R. H. Jones, S. M. Bruemmer, "Environment-Induced Crack Processes in Nickel-Base Alloys", *Environment-Induced Cracking of Metals*, ed. R. P. Gangloff, M. B. Ives, (Houston, TX: National Association of Corrosion Engineers, 1990), pp. 287-309.
18. C. Lea, E. D. Hondros, "Intergranular Microchemistry and Stress Corrosion Cracking", *Proc. Roy. Soc.*, 377<sup>a</sup>, (1981), pp. 477-501.
19. H. J. Kratschick, J. H. Grabke, W. Diekmann, "The Effect of Phosphorus on the Mechanism of Intergranular Stress Corrosion Cracking of Mild Steels in Nitrate Solution", *Corr. Sci.*, 28, (1988), pp. 251-258.
20. R. N. Parkins, P. W. Slattery, B. S. Poulson, "The Effects of Alloying Additions to Ferritic Steels Upon Steels upon Stress Corrosion Cracking Resistance", *Corrosion*, 37, (1981), pp. 650-664.
21. W. D. Robertson, A. S. Tetelman, *Strengthening Mechanism in Solids*, (Metals Park, OH: ASM, 1962), pp. 217.
22. R. N. Parkins, "Factors Influencing Stress Corrosion Crack Growth Kinetics", *Corrosion*, 43, (1987), pp. 130-139.
23. P. R. Swann, H. W. Pickering, "Implications of Stress Aging Yield Phenomena with Regard to Stress Corrosion Cracking", *loc cit*, 19, (1963), 369-372t.
24. N. A. Nielsen, "Nature of Initial Corrosion of Stressed Austenitic Stainless by Chloride Ions" *Second International Congress on Metallic Corrosion*, (Houston, Tx: National Association of Corrosion Engineers, 1964), pp. 116-123.

25. W. D. Robertson et al., "The Dependence of Stress Corrosion Cracking Susceptibility on Age Hardening in a Copper-Nickel-Silicon Alloy", *Physical Metallurgy of Stress-Corrosion Fracture*, ed. T. N. Rhodin (Interscience Publishers, NY: 1959), pp. 273-289.
26. *Environmental Effects on the Cracking of Engineering Materials*. David B. Kasul and Lloyd A. Heldt. *Mrs. Bulletin/August*. 1989, p. 37-43.
27. S. C. Jani, M. Marek, R. F. Hochman, and E. I. Meletis, to be published in *Environment Induced Cracking of Metals*, edited by R. P. Gangloff (NACE, Houston, TX, 1989).
28. E. H. Dix, *Transactions Institute of Metals Division of AIME*, 137 (1940), p. 11.
29. F. A. Champion, *Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys* (Institute of Metals, London, England, 1948), p. 468.
30. H. L. Logan, *Journal of Research National Bureau of Standards* 48 (1952), p. 99.
31. C. D. Beachem, *Metals Transactions*. 3 (1972), p. 347.
32. S. P. Lynch, *Journal of Materials Science*, Vol. 20 (1985), p. 3329.
33. S. P. Lynch, *Corrosion Science*, Vol. 22 (1982), p. 925.
34. S. P. Lynch, "Hydrogen Effects in Metals", Eds. I. M. Bernstein and A. W. Thompson (TMS-AIME, Warrendale, PA. 1981), p. 863.
35. I. R. Kramer, B. Wu and C. R. Feng, *Materials Science and Engineering*, Vol. 82 (1986), p.141.
36. K. Kamachi, T. Otsun and S. Obayashi, *Transactions Japanese Institute of Metals*, Vol. 35 (1971), p. 64.
37. M. J. Kaufman and J. L. Fink, *Acta metallurgica*, Vol. 36 (1988), p. 2213.
38. A. J. Forty and P. Humble, *Philosophical Magazine*, Vol. 8 (1963), p. 247
39. A. J. McEvily jr. and A. P. Bond, *Journal of Electrochemical Society*, Vol. 112, No. 2 (1965), p. 131.
40. A. J. Forty, in *Physical Metallurgy of Stress Corrosion Cracking*, edited by T. N. Rhodin (Interscience, 1959), p. 99.
41. K. Sieradzki and R. C. Newman, *Philosophical Magazine*, Vol. 51A (1985), p. 95.
42. E. N. Pugh, J. V. Craig, and W. G. Montage, *Transactions ASM*, Vol. 61 (1968), p. 468.

43. D. V. Beggs, M. T. Hahh, and E. N. Pugh, in A. R. Troiano Honorary Symposium on Hydrogen Embrittlement and Stress-Corrosion Cracking, edited by R. Gibala and R. F. Hehemann (ASM, Metals Park, OH, 1984), p. 181
44. Factors Affecting the Sulfide Stress Cracking Performance of High Strength Steels. J. B. Greer, Esso Production Research Co, Houston, Texas. March, 1975, pp. 185-187.
45. E. Snape, Corrosion, 24, 261 (1968).
46. E. H. Phelps. Proceedings of Conference – Fundamental Aspects of Stress Corrosion Cracking, p. 398, NACE, Houston (1969).
47. I. M. Bernstein. Materials Science and Engineering, 6, 1 (1970).
48. Oil Industry Experience with Hydrogen Embrittlement and Stress Corrosion Cracking. R. S. Treseder. Reprinted from Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys, NACE, pp.165. 1977.
49. E. Snape, F. W. Schaller and R. M. Forbes Jones. Corrosion, Vol. 25, 380 (1969).
50. M. Hill, E. Kawasaki and G. Kronbach. Materials Protection and Performance, 11, No. 1, 19 (1972).
51. Fraser, J. P. Treseder, R. S. ASME Transactions, Vol. 77, pp. 817-825 (1955).
52. Brickell, W. F. Greco, E. C. Sardisco, J. B. Corrosion, Vol. 21, p. 48-52 (1965).
53. W. M. Cain and A. R. Troiano. Steel Structure and Hydrogen Embrittlement. Petroleum Engineer, Vol. 37, No. 5, pp. 78-82 (1966) January.
54. Snape, E. Corrosion, Vol. 25, p. 380-388 (1969).
55. A. E. Schuetz and W. D. Robertson. Hydrogen Absorption, Embrittlement and Fracture of Steel. Corrosion, Vol. 13, p. 437 (1957).
56. P. Bastien and P. Amiot. Mechanism of the Effects of Ionized Solutions of Hydrogen Sulfide Upon Iron and Steel. Compt. Rend., Vol. 235, p. 1031 (1952).
57. Sulfide Stress Corrosion of Some Medium and Low Alloy Steels. E. Snape. June, 1967, pp. 225, 226.
58. Hudgins, C. M. McGlasson, R. L. Mehdizadeh, P. Rosborough, W. M. Corrosion, Vol. 22, pp. 238-251 (1966).
59. Taira, T., Kobayashi, Y., Matsumoto, K., and Tsukada, K., "Resistance of Line Pipe Steels to Wet Sour Gas", Corrosion, NACE, pp. 478, 1984.

60. Hudgins, Jr., C. M. "Practical Aspects of Hydrogen Damage at Atmospheric Temperature", Tuttle, R. N, and Kane, R. D., Eds., "H<sub>2</sub>S Corrosion in Oil and Gas Production – A Compilation of Classic Papers", NACE, Houston, TX, pp. 152, 1981.
61. Stress Corrosion Cracking of Low and High Strength Steels in Wet Hydrogen Sulfide Environment. Akio Ikeda and Dr. Masamichi Kowaka. Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries Ltd., Japan. Chemical Economy & Engineering Review, May/June 1978, pp. 207, 208.
62. Hudson, R. M. Riedy, K. J. Stragand, G. L. Corrosion, Vol. 16, pp. 115t-118t (1960).
63. Hudson, R. M. Stragand, G. L. Corrosion, Vol. 16, pp. 253t-257t (1960).
64. Hudson, R. M. Riedy, K. J. Stragand, G. L. Corrosion, Vol.16, pp. 334t-336t (1960).
65. Baldy, M. F. Corrosion, Vol. 17, pp. 509t-513t (1961).
66. Traseder, R. S., Swanson, T. M. Corrosion, Vol. 24, p. 31-37 (1968).
67. Huang, H, and Shaw, W. J. D., "Electrochemical Aspect of Cold Work Effect on Corrosion of Mild Steel in Sour Gas Environment", Corrosion, Vol. 48, No. 11, 1992.
68. Hoar, T. P., "Modern Aspects of Electrochemistry ", J. O. M. Bochriss, Ed., 2, (London, UK: Butterworths), pp. 334, 1959.

FIGURAS

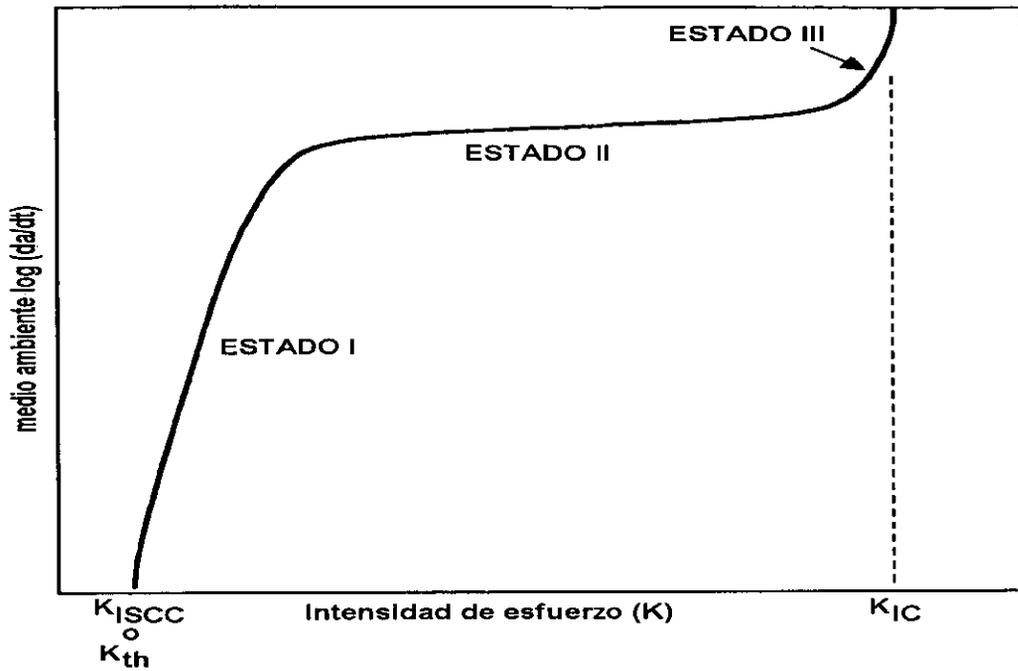


Figura 2.1. Relación típica de la intensidad de esfuerzos-velocidad de crecimiento de la grieta de sistemas inducidos por el medio ambiente [26].

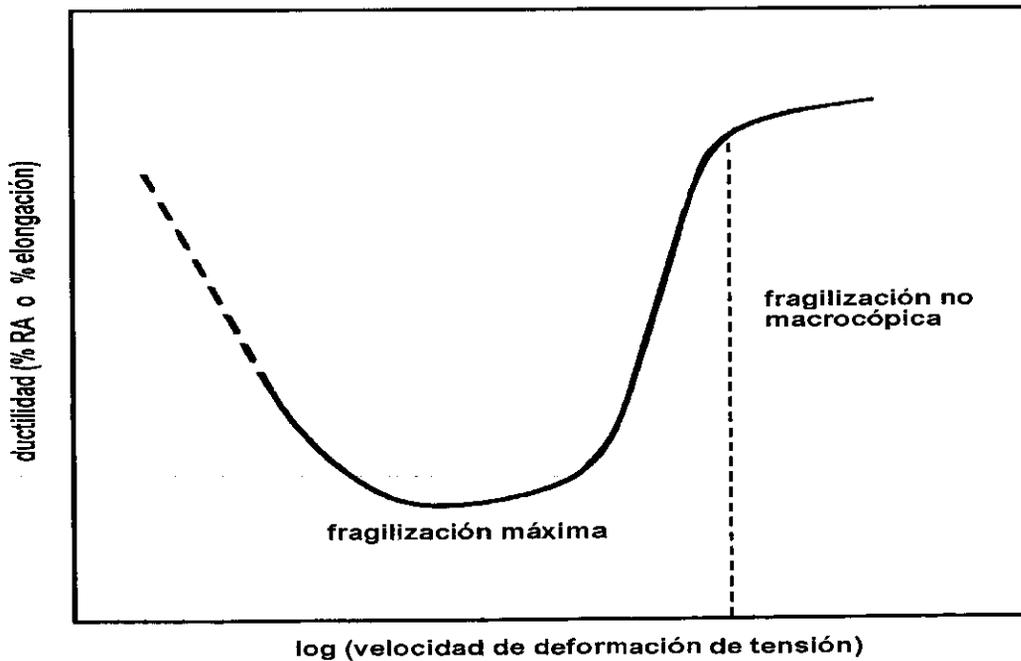


Figura 2.2 Relación típica de la velocidad de deformación contra la ductilidad, para materiales deformados en un medio que produce agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo por disolución anódica [26].

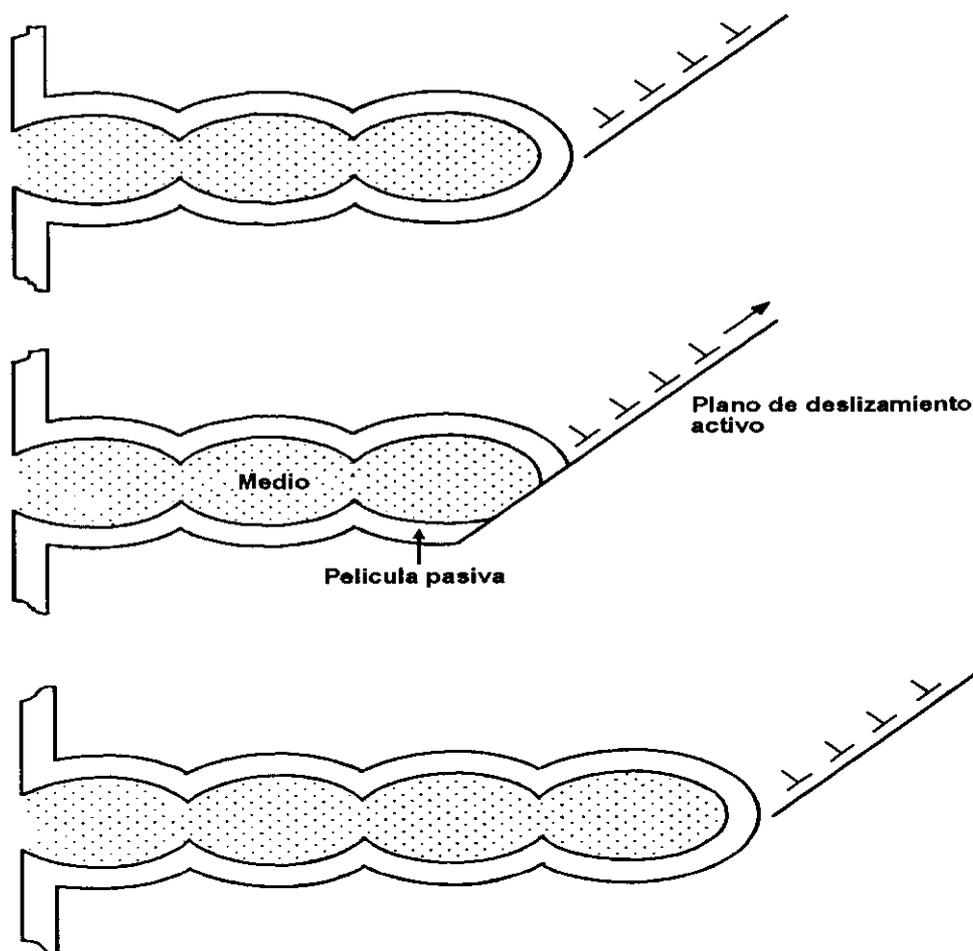


Figura 2.3. Modelo de rompimiento de película para el crecimiento de grieta por ACBE [30].

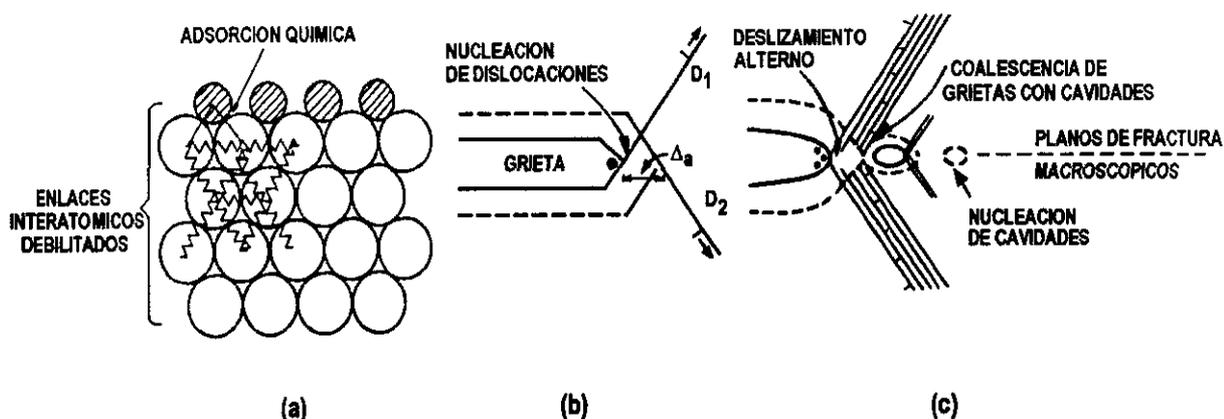


Figura 2.4. Modelo de esfuerzo-adsorción para el crecimiento de grietas. (a) adsorción de átomos, que facilita la nucleación de dislocaciones. (b) entrada de dislocaciones sobre los planos  $D_1$  y  $D_2$ , producidos por el avance de la grieta  $\Delta a$ . (c) actividad de las dislocaciones, al frente de microcavidades producidas en la punta de la grieta que eventualmente se unen con la grieta principal, por deslizamientos alternos [34].

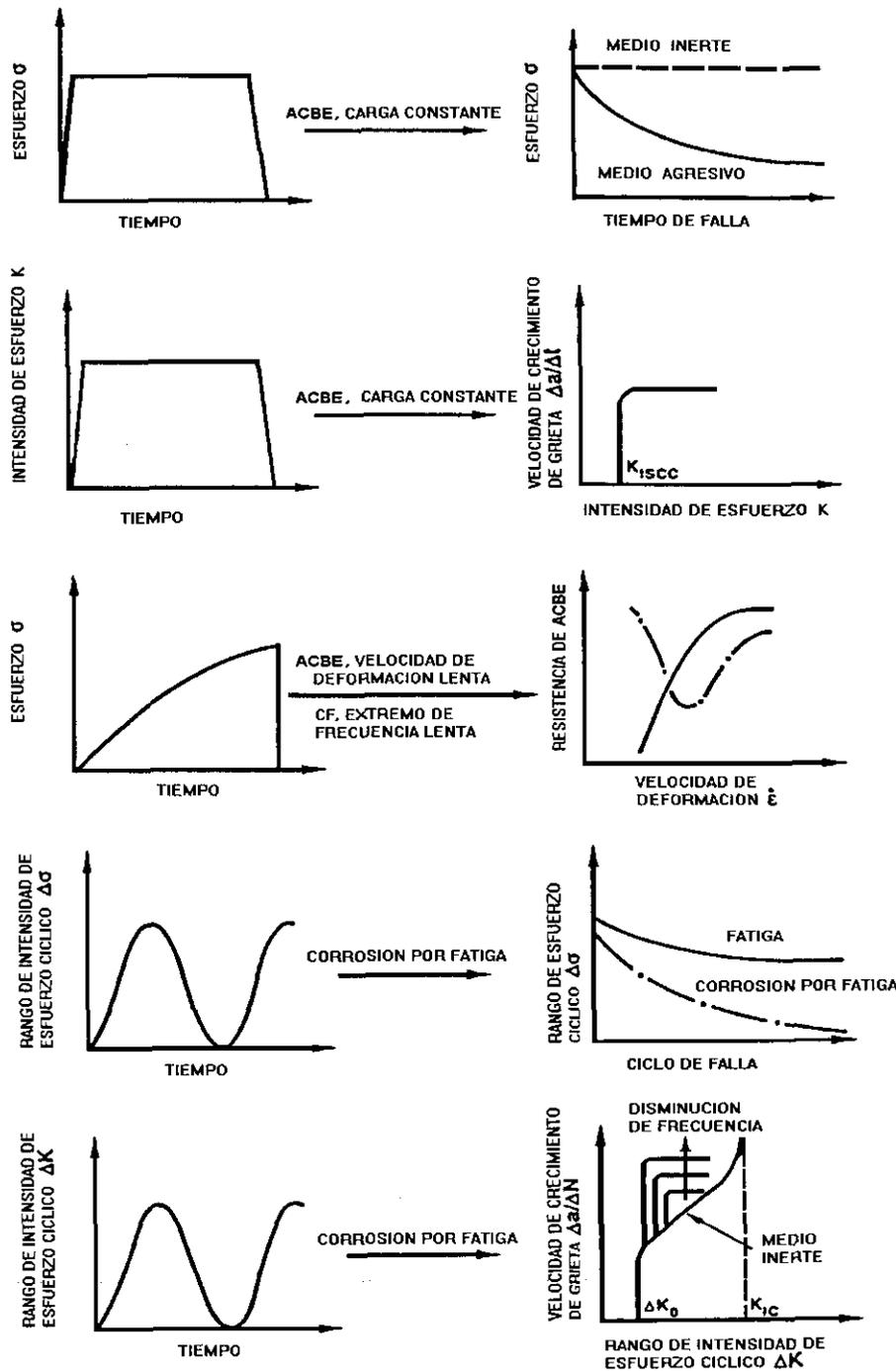


Figura 2.5. Métodos de prueba de formas de ciclos de carga y resultados. Agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo (ACBE) y corrosión por fatiga.

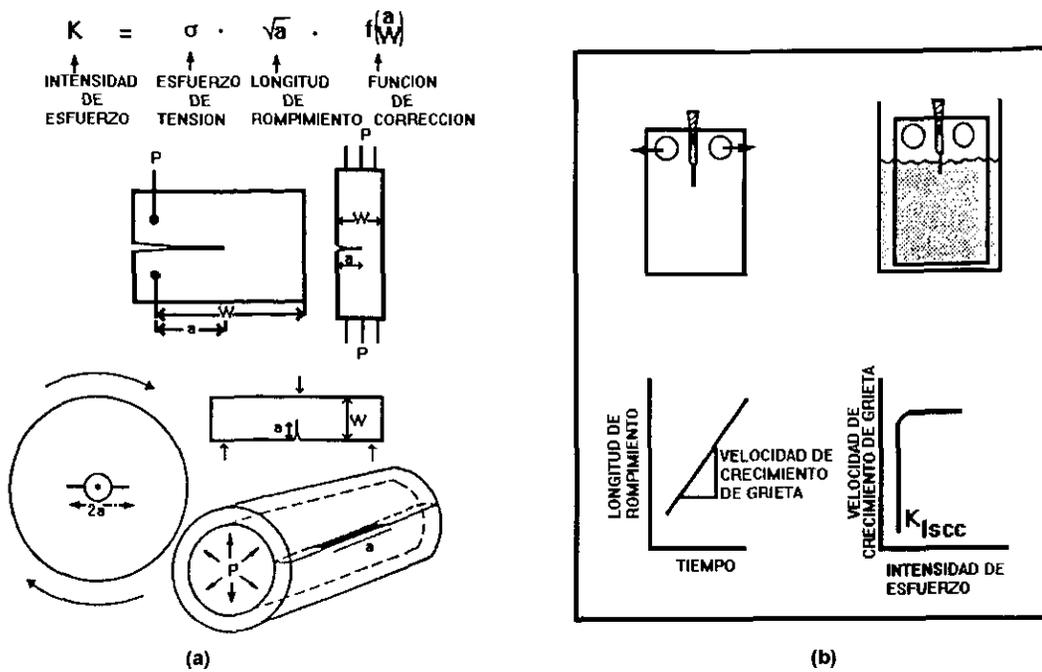


Figura 2.6. (a) Parámetro de intensidad de esfuerzo, K. (b) Procedimiento de prueba de mecánica de la fractura para corrosión bajo esfuerzo.

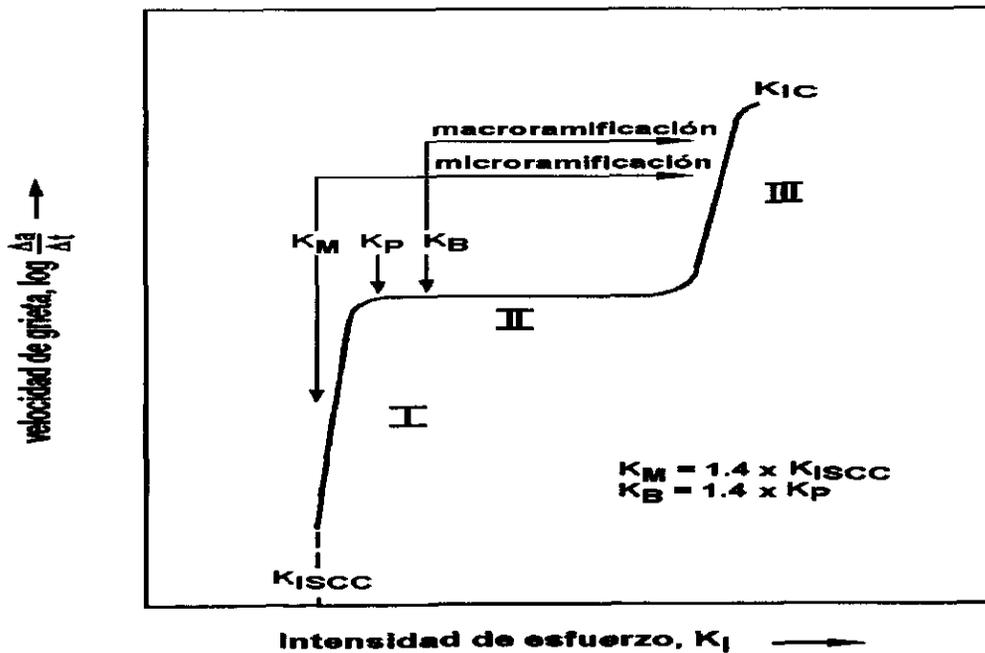


Figura 2.7. Macro-ramificaciones y micro-ramificaciones de una grieta por corrosión bajo esfuerzo.

## CAPITULO 3

### 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

#### 3.1 MATERIAL UTILIZADO.

Para el desarrollo de este estudio se usó un acero microaleado para tubería API X-80 proporcionado por la US Steel Company, obtenido por el proceso de horno de arco eléctrico, el acero fue sometido a un proceso de laminado en caliente a una razón de 7:1, las placas proporcionadas tenían las siguientes dimensiones 100 cm de largo, 50 cm de ancho y 2 cm de espesor. La composición química y propiedades mecánicas [1] son presentadas en las Tablas 3.1 y 3.2.

#### 3.2 MAQUINADO DE MUESTRAS WOL MODIFICADAS.

A partir de una placa de acero microaleado para tubería API X-80, se maquinaron un grupo de muestras de fractura de cuña de carga abierta WOL (wedge opening-loaded) modificadas, de acuerdo a la denominación establecida, T-L y L-T (la primera letra indica la dirección del esfuerzo a aplicar y la segunda indica la dirección a lo largo de la cual la grieta se habrá de propagar, donde (T) es la dirección transversal, y (L) es la dirección paralela), como se muestra en la Figura 3.1, siguiendo la metodología desarrollada por Novak y Rolfe [2] para mediciones de tenacidad en estado plano de deformación, las muestras WOL modificadas fueron escogidas debido a que estas pueden ser manualmente auto-esforzadas. La geometría y las dimensiones de la muestra son función del espesor como se muestran en la Figura 3.2.

#### 3.3 DESCRIPCION DEL EQUIPO PARA EVALUACION.

Con el fin de obtener datos cuantitativos sobre la velocidad de crecimiento de la grieta de las muestras WOL modificadas, se construyo un dispositivo de vidrio instrumentado para evaluar la propagación de la grieta en los diferentes medio corrosivos, monitoreandose a

intervalos de 1 hora una vez observado el inicio de la grieta, hasta el arresto de la misma. El sistema para saturación de las probetas a temperatura y presión ambiente por  $H_2S$  en los diferentes medios, se presenta en la Figura 3.3.

### 3.4 ESTUDIO DE LA VELOCIDAD DE CRECIMIENTO DE FRACTURA.

La aplicación de conceptos de mecánica de fractura elástico-lineal para estudiar fracturas por corrosión bajo esfuerzo ha demostrado considerables avances. Una vez que se alcanza el crecimiento de la grieta, el ataque por corrosión bajo esfuerzo se espera que ocurra en la región altamente esforzada en la punta de la grieta, esto hace lógico usar factores de intensidades de esfuerzo,  $K_I$ , para caracterizar la componente mecánica de la fuerza motriz en condiciones de corrosión bajo esfuerzo, el subíndice I, indica el modo de abertura de grieta, en el cual el desplazamiento de la superficie de la grieta es perpendicular al plano de la grieta.

Pruebas de la velocidad de crecimiento de la fractura usando aproximaciones elástico-lineal son realizadas normalmente sobre muestras prefracturadas cargadas estáticamente. Dos de los métodos más ampliamente usados son el cantilever-beam donde la muestra está bajo carga constante, y el método de cuña de carga abierta (wedge - opening - loading WOL), donde la muestra está bajo condiciones de desplazamiento constante. La orientación del plano de fractura también es una consideración importante en el diseño de una muestra para la mecánica de fractura. Las orientaciones paralelas y transversales a la laminación, serán usadas en la realización de este estudio.

### 3.5 PROCEDIMIENTO DE PRUEBA.

Las muestras fueron preagrietadas utilizando una máquina de corte de disco de diamante de 0.38 mm de espesor, hasta alcanzar una profundidad de aproximadamente 4 mm. El diseño de las partes de ensamble de carga de las muestras se presenta en la Figura 3.4. El tornillo y el cilindro de carga fueron de acero inoxidable 304. El disco de aislamiento eléctrico era de una aleación de zirconio Zr-705 para aislar eléctricamente el tornillo del cilindro de apoyo. Para obtener una buena resistencia mecánica del disco de Zr-705, se

requiere un adecuado tratamiento térmico. Partiendo de una barra de 12 mm de diámetro, esta fue tratada térmicamente en una atmósfera de Argón a 1038°C por 15 minutos en un Horno de Tubo y templada en agua. El material es entonces cortado en discos de 0.005" de espesor. Para obtener una película delgada de óxido aislante, los discos delgados son oxidados a 500°C por 24 horas en una atmósfera de aire y finalmente enfriados en el horno.

### **3.5.1 PROCEDIMIENTO DE CARGA DE LAS MUESTRAS.**

La técnica de medir la deformación en la cara opuesta de las muestras WOL modificadas proporciona un método simple, sensible y económico para medir longitud de la grieta cuando la carga es conocida o para medir la carga cuando la longitud de la grieta es conocida. Este método tiene un gran potencial para desarrollarse dentro de las técnicas de medición de longitudes de grietas. Además, tiene grandes ventajas sobre la técnica de medición relacionada con el desplazamiento de abertura de la punta de la grieta (DAPG), por extensómetros de gancho. Estos son descritos por Deans and Richards [3].

En el presente estudio se utilizó el método de medición de carga por medio de galgas de deformación sobre muestras WOL modificadas siguiendo la técnica de la cara opuesta descrita por Deans and Richards [3].

Las muestras fueron esforzadas por un tornillo de carga a través de la abertura de la muestra. El control de la carga se realizó midiendo la deformación de la cara opuesta de la muestra, usando una galga de deformación. El procedimiento de cargado es el siguiente:

1. La superficie de la muestra es preparada para el pegado de la galga de deformación mediante la utilización de sistemas adhesivos siguiendo los procedimientos y técnicas [Strain Gage Installations with Adhesive Systems. M-LINE ACCESSORIES, Micro-Measurements Division, Measurements Group], siguientes:

- Desengrasar totalmente el área de pegado con un solvente tal como alcohol isopropílico.
  - Pulir la superficie de la cara opuesta con los diferentes tipos de lijas 220, 320, y 400.
  - Limpiar la muestra en un baño de ultrasonido con acetona.
  - Aplicar sobre el área de pegado el líquido acidificado (ácido fosfórico), esparciéndolo con un cotonete.
  - Secar completamente la superficie de pegado.
  - Aplicar el líquido neutralizador (agua de amoníaco), y esparciéndolo sobre toda el área mediante un cotonete.
  - Secar completamente la superficie.
  - Cubrir la superficie de la galga en la muestra con una capa delgada de adhesivo, permitiendo al adhesivo secar por unos cuantos segundos.
  - Adherir la galga de deformación (Measurements Group, Inc. EA-06-125AC-350) al centro de la cara opuesta de la muestra preagrietada, paralela a la dirección del esfuerzo; utilizando un arreglo de galga de deformación como se muestra en la Figura 3.5, [4].
2. Se colocó el tornillo, el cilindro y el disco sobre la muestra.
  3. Se apretó la muestra en un tornillo de banco y se colocó una cuña, en la cara superior abierta de la muestra (esta es para tener una aplicación uniforme de esfuerzos) y entonces se apretó el tornillo usando una llave para tuercas, hasta la deformación compresiva deseada medida por una galga de deformación amplificador - acondicionador, Figura 3.6.
  4. Se retiró la muestra del tornillo de banco, y se removió la galga de deformación y posteriormente se desengrasó la muestra en un baño de ultrasonido con acetona. La intensidad de esfuerzos  $K_I$  puede ser calculada de la carga y la longitud de la grieta. En el presente estudio, el rango de esfuerzos iniciales de carga aplicados fueron 50, 45, 40 y 35  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , en los dos sentidos paralelo y transversal a la laminación.
  5. Secar completamente la muestra. Una vez realizado, todo este procedimiento se introduce la muestra a los diferentes medios de evaluación, hasta que la grieta se inicia. Una vez, que la grieta se inicia, las muestras son descargadas y vueltas a cargar a la misma intensidad de esfuerzo inicial de prueba y sumergidas a los diferentes

medios de prueba. De esta manera siempre se realizaba la prueba sobre grietas lo suficientemente afiladas, de acuerdo a las condiciones iniciales de prueba establecidas, Tabla 3.3.

### 3.5.2 CONDICIONES DE PRUEBA.

De acuerdo a los procedimientos de prueba establecidos en los estándares NACE (TM0177-90) y (TM0284-87) [5,6]. El procedimiento de prueba consiste en la exposición del acero a diferentes esfuerzos iniciales de carga en diferentes medios. Agua de mar sintética (50 gr. NaCl, 5 gr. CH<sub>3</sub>COOH y 945 gr. de H<sub>2</sub>O, NORMA ASTM 1141), agua de mar sintética saturada con 1 atm de H<sub>2</sub>S (NACE TM 0177-90) y una solución de agua de mar sintética sin cloruros (NaCl), saturada con 1atm de H<sub>2</sub>S, a temperatura y presión ambiente a un pH en el rango de 3 y 4. La razón de propagación de la grieta será evaluada mediante el monitoreo continuo a intervalos de 1 hr. Una vez iniciada la grieta hasta el arresto de la misma, lo que nos permitió realizar un análisis cuantitativo de la extensión de la grieta y el tiempo de prueba, y además el análisis teórico de un factor de intensidad de esfuerzo umbral aparente ( $K_{ISCC}$ ), por debajo del cual no se observa crecimiento de grieta durante las 720 horas de duración de la prueba, bajo condiciones de corrosión bajo esfuerzo. Las muestra una vez arrestadas, fueron descargadas y caracterizadas mediante diferentes de técnicas de caracterización.

La intensidad de esfuerzo umbral se determina de acuerdo a la siguiente formulación [7]:

$$K_{ISCC} = VE \sqrt{\frac{B}{a_{arrest} B_n}} \times \frac{C_3}{C_6}$$

Donde V es el desplazamiento inicial de abertura de la grieta(COD) y  $a_{arrest}$  es la longitud final de la grieta. De tal manera que V se determina mediante la siguiente ecuación:

$$V = \frac{K_i}{E} \sqrt{\frac{a_0 B_n}{B}} \times \frac{C_6}{C_3}$$

Donde  $K_i$  es la intensidad de esfuerzo inicial, E es modulo de Young,  $a_0$  es la longitud inicial de la grieta, B es el espesor de la probeta,  $B_n$  es el espesor de la probeta con ranura

y  $W$  es el ancho de la probeta. Las constantes  $C_3$  y  $C_6$  son funciones de la relación de  $(a_0/W)$ :

$$C_3 = \left[ 30.96 \left( \frac{a_0}{W} \right) - 195.8 \left( \frac{a_0}{W} \right)^2 + 730.6 \left( \frac{a_0}{W} \right)^3 - 1186.3 \left( \frac{a_0}{W} \right)^4 + 754.6 \left( \frac{a_0}{W} \right)^5 \right]$$

$$C_6 = \exp \left[ 3.453 - 8.097 \left( \frac{a_0}{W} \right) + 42.314 \left( \frac{a_0}{W} \right)^2 - 64.677 \left( \frac{a_0}{W} \right)^3 + 36.845 \left( \frac{a_0}{W} \right)^4 \right]$$

La intensidad de esfuerzo se determina por medio de la relación:

$$K_I = \frac{YP}{Ba^{1/2}}$$

Donde  $Y$  es una expansión de potencias de la longitud inicial de la grieta entre la longitud total de la muestra y  $P$  es el esfuerzo inicial aplicado.

$$Y = \left( 30.96 \left( \frac{a}{W} \right) - 195.8 \left( \frac{a}{W} \right)^2 + 730.6 \left( \frac{a}{W} \right)^3 - 1186.3 \left( \frac{a}{W} \right)^4 + 754.6 \left( \frac{a}{W} \right)^5 \right)$$

### 3.6 EXAMINACION DE MUESTRAS DESPUES DE CADA PRUEBA.

#### 3.6.1 PREPARACION METALOGRAFICA.

Las muestras fueron desbastadas hasta lija 600. Posteriormente se pulieron a espejo con alúmina de 1, 0.3 y 0.05 micras, respectivamente. Cada una de las muestras fueron estudiadas después de un ataque químico con Nital 2 (2% de ácido nítrico en 98% de alcohol etílico) en las diferentes zonas de interés, por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

#### 3.6.2 ANALISIS DE LOS PRODUCTOS DE CORROSION.

Las muestras fueron posteriormente analizadas mediante análisis puntuales (Energía dispersiva de rayos X, EDX) y mapeos en las diferentes regiones de interés. Para este estudio se utilizó un microscopio electrónico de barrido Jeol JSM-6400 (SEM).

### 3.6.3 ANALISIS DE FRACTURA.

Las muestras expuestas fueron mecánicamente fracturadas hasta la ruptura después de ser sumergidas en nitrógeno líquido. Las superficies de fractura fueron analizadas mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido, utilizando un microscopio electrónico de barrido -microsonda Jeol JSM-6400. Las superficies de fractura fueron debidamente limpiadas para remover los productos de corrosión depositados sobre la superficie de fractura, el procedimiento de limpiado consistió en la inmersión de la muestra en una solución al 10% de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  en caliente ( $95^\circ\text{C}$ ), durante 15 minutos.

**BIBLIOGRAFIA**

1. Potential Drop Measurements During Stress Corrosion of API-X80 Pipeline Microalloyed Steel. J. L. Albarrán, H. F. Lopez, G. Hernandez-Duque, and L. Martinez. CORROSION 94. Paper No. 213. p. 213/8.
2. Modified WOL Specimen for KISCC Environmental Testing. S. R. Novak and S. T. Rolfe. Journal of Material. Vol. 4, No. 3, Sept. 1969, pp. 701-728.
3. A Simple and Sensitive Method of Monitoring Crack and Load in Compact Fracture Mechanics Specimens Using Strain Gages. W. F. Deans and C. E. Richards. Journal of Testing and Evaluation, No. 3, May 1979, pp. 147-154.
4. Instruction Manual 3800, Wide Range Strain Indicator, Modelo 3800. Instruments Division Measurements Group, INC, pp. 1-17.
5. Standard Laboratory Testing of Metals for Resistance to Sulfide Stress Cracking in H<sub>2</sub>S Environments NACE TM0177-90. pp. 1-22.
6. Standard Test Method. Evaluation of Pipeline Steels for Resistance to Stepwise Cracking NACE TM0284-87. pp. 1-6.
7. Stress Corrosion Cracking Test Methods. A. John Sedriks, B. C. Syrett. Chapter 7, pp. 47-52.

## TABLAS Y FIGURAS

Tabla 3.1 Composición química del acero API X-80 (% en peso).

C	Si	Mn	P	S	Al	Ni	Cr	Mo	V	Nb	Ti	Fe
0.13	0.20	1.52	0.007	0.009	0.028	0.21	0.11	0.05	0.1	0.038	0.005	Bal.

Tabla 3.2 Propiedades mecánicas del acero API X-80, en las direcciones paralela y transversal a la laminación.

ORIENTACION	DUREZA (RC)	LIMITE DE FLUENCIA (MPa)	ULTIMA RESISTENCIA A LA TENSION (MPa)	% DE ELONGACION	MODULO DE YOUNG (MPa)
PARALELA	13	514	646.5	29	$9.47 \times 10^5$
TRANSVERSAL	17	541.5	671.06	23	$1.08 \times 10^6$

Tabla 3.3 Condiciones experimentales iniciales.

CONDICION DE LA MUESTRA	$K_I$ INICIAL (MPa $\cdot$ m <sup>1/2</sup> )	TEMPERATURA DE PRUEBA (°C)	PRESIÓN (PSI)	SOLUCIÓN UTILIZADA
T-L	50	Ambiente	Atmosférica	Agua de Mar sintética
T-L	45	Ambiente	Atmosférica	Agua de Mar sintética
T-L	40	Ambiente	Atmosférica	Agua de Mar sintética
T-L	50	Ambiente	Atmosférica	NACE
T-L	45	Ambiente	Atmosférica	NACE
T-L	40	Ambiente	Atmosférica	NACE
T-L	35	Ambiente	Atmosférica	NACE
L-T	50	Ambiente	Atmosférica	NACE
L-T	45	Ambiente	Atmosférica	NACE
L-T	40	Ambiente	Atmosférica	NACE
L-T	35	Ambiente	Atmosférica	NACE
T-L	50	Ambiente	Atmosférica	NACE sin NaCl
T-L	40	Ambiente	Atmosférica	NACE sin NaCl
L-T	50	Ambiente	Atmosférica	NACE sin NaCl
L-T	40	Ambiente	Atmosférica	NACE sin NaCl

Solución NACE: 50 gr. NaCl, 5 gr. CH<sub>3</sub>COOH, 945 gr. H<sub>2</sub>O + H<sub>2</sub>S.

Solución NACE sin NaCl: 5 gr. CH<sub>3</sub>COOH, 945 gr. H<sub>2</sub>O + H<sub>2</sub>S.

Solución Agua de Mar sintética: 50 gr. NaCl, 5 gr. CH<sub>3</sub>COOH, 945 gr. H<sub>2</sub>O.

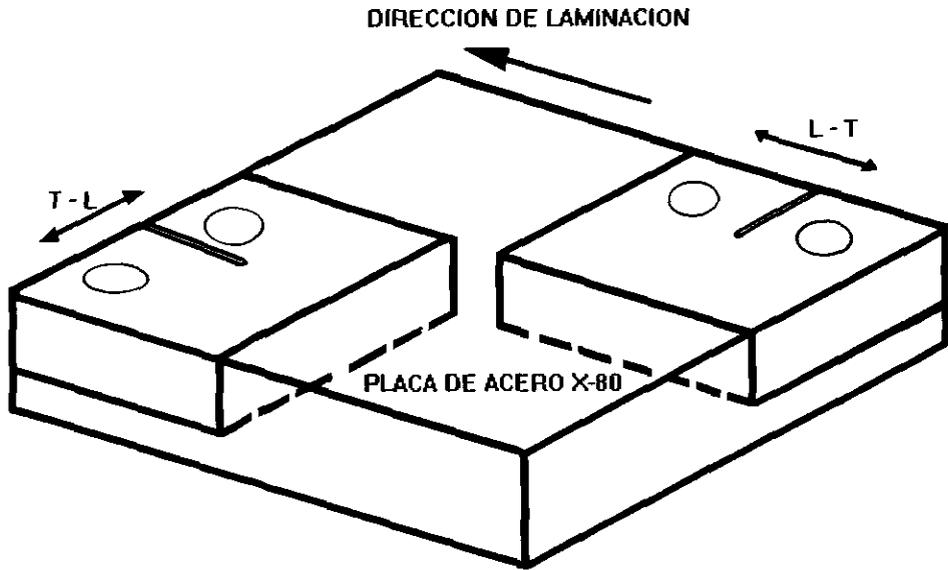


Figura 3.1 Orientación de las muestras WOL maquinadas.

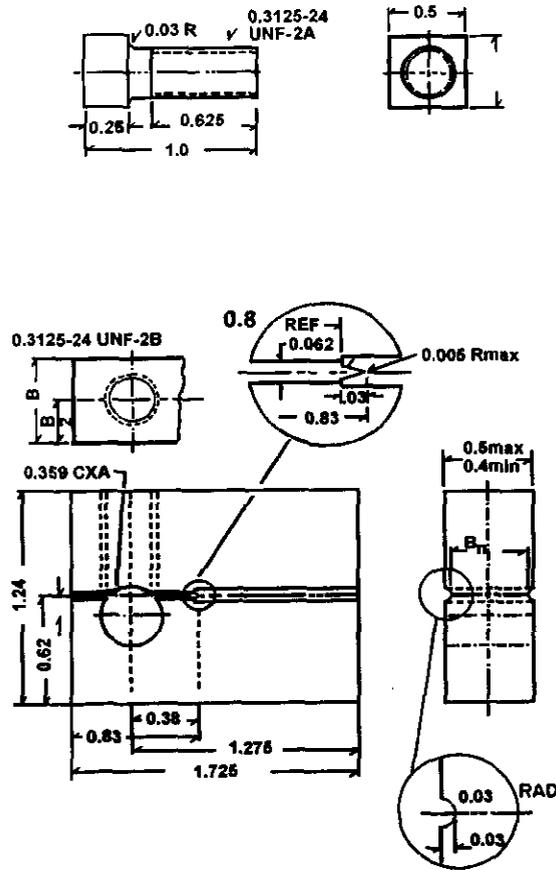


Figura 3.2 Representación esquemática de la muestra WOL modificada.

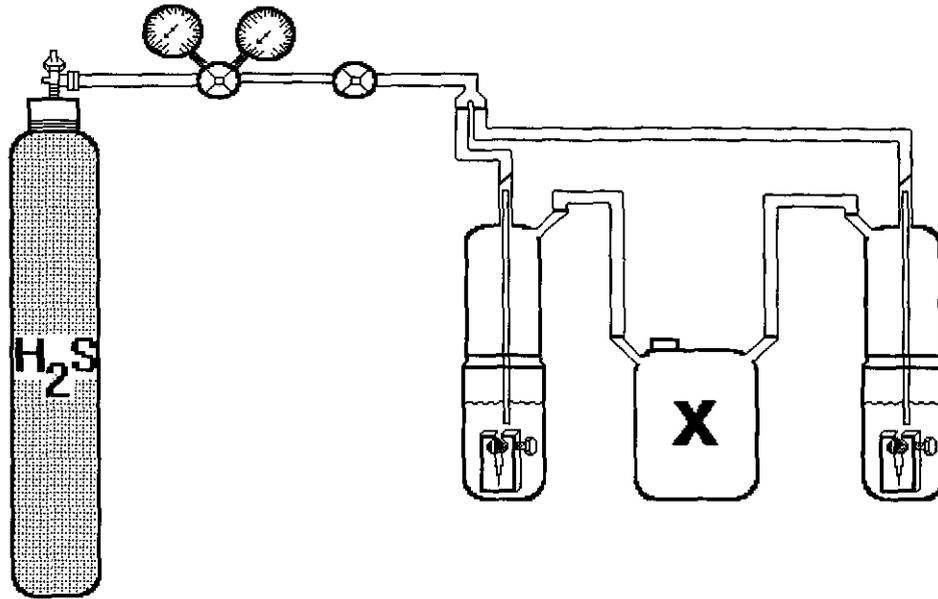


Figura 3.3 Sistema usado para exponer las probetas.

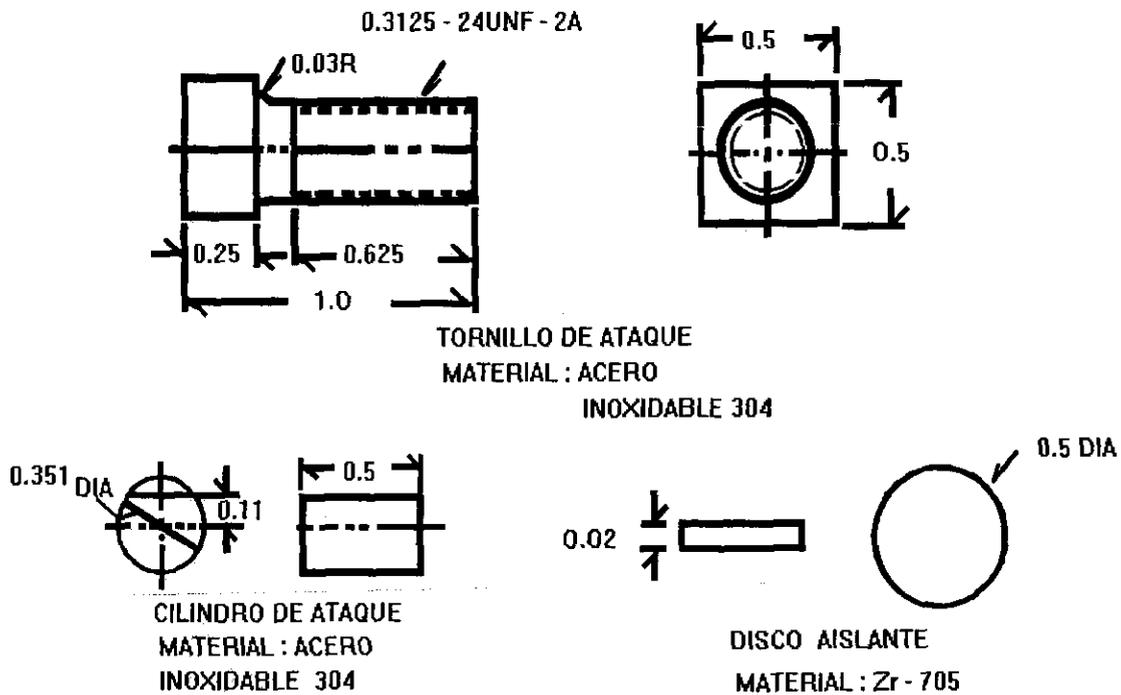


Figura 3.4 Dimensiones de las partes de ensamble para el cargado de muestras WOL modificadas.

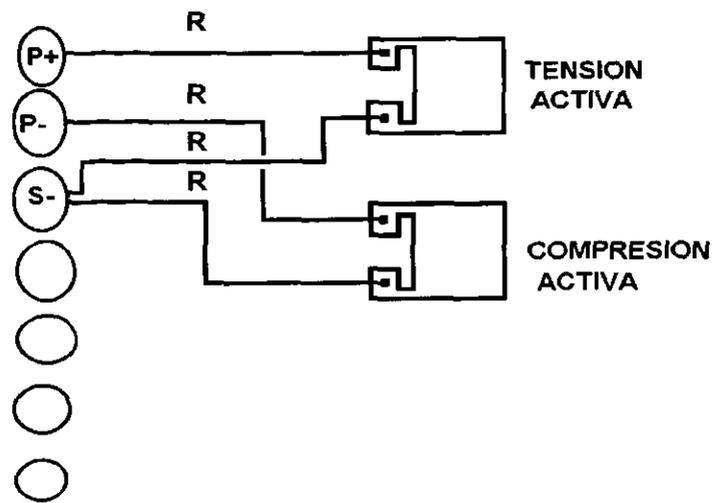


Figura 3.5 Arreglo de galga de deformación [4].

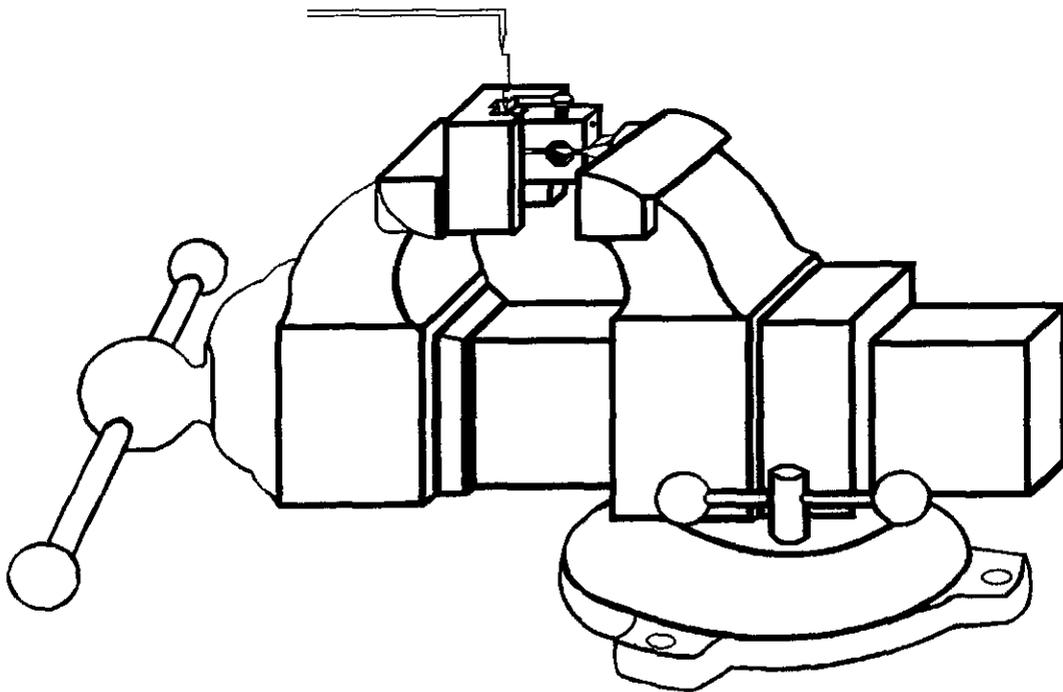


Figura 3.6 Procedimiento para el cargado de las muestras WOL modificadas.

## CAPITULO 4

### 4. RESULTADOS Y DISCUSION

La anisotropía del material con respecto a propiedades mecánicas y la susceptibilidad ambiental al agrietamiento, ha sido un parámetro importante en la determinación de los resultados de prueba por corrosión bajo esfuerzo. En la Tabla 4.1 se presentan los resultados obtenidos de las pruebas de crecimiento de grietas realizadas a temperatura y presión ambiente en las direcciones paralela y transversal a la laminación, cargadas a los diferentes esfuerzos iniciales de carga 50, 45, 40 y 35 MPa\*m<sup>1/2</sup>, expuestas a los diferentes medios de prueba. En general, es evidente que la iniciación ( $a_0$ ) de las grietas en la dirección transversal a la laminación (L-T), presentan una mayor resistencia al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo en las diferentes soluciones de prueba, correspondiendo a los mayores tiempo de prueba. Además, se observa una relación inversa entre el tiempo de incubación y el esfuerzo aplicado, con la única excepción de la muestra transversal (L-T) cargada a 45 MPa\*m<sup>1/2</sup> en solución NACE. Sin embargo, la duración total de la prueba hasta llegar al arresto de la grieta mantuvo la misma tendencia inversa, en este caso sin excepciones.

#### 4.1 CRECIMIENTO DE GRIETA EN AGUA DE MAR SINTETICA (ASTM).

Las muestras expuestas en agua de mar sintética, no presentaron crecimiento de grieta a las diferentes intensidades de esfuerzos aplicados, dentro del tiempo de exposición establecido de 720 hr, de acuerdo a la norma NACE TM 0177 90. En la Figura 4.1 se presenta la vista general de la base muescada en la muestra (T-L) cargada 50 MPa\*m<sup>1/2</sup>, expuesta en agua de mar sintética (NORMA ASTM). Se observa una disolución al frente de la muesca, como también la generación de grietas microscópicas que se van uniendo en forma intergranular. El estudio realizado por microanálisis en la punta de la muesca, demuestra que no existe ningún agente corrosivo, Figura 4.2. Por otra parte la muestra (T-L) cargada a 45 MPa\*m<sup>1/2</sup> presenta una disolución acelerada, como también se observa la presencia de deformación plástica en la punta de la

muesca, y además la generación de un encadenamiento de poros que se unen por microgrietas en forma lateral a la pared, Figura 4.3. El análisis de la punta de la muesca, nos demuestra que no existe ningún agente corrosivo en la punta de la muesca, Figura 4.4. Sin embargo, en la muestra (T-L) cargada a  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  se observa la presencia de bulbos de disolución, como también el desarrollo de picaduras debido a defectos microestructurales del material, Figura 4.5. En el análisis por energía dispersiva de rayos X (EDX) en el interior de la disolución se observa la presencia de oxígeno, Figura 4. 6. Este hecho confirma el proceso de disolución, propuesto por la formación de bulbos. En general el pequeño cambio en la longitud de la grieta en las muestras (T-L) expuestas en agua de mar sintética, se debe principalmente a la disolución.

#### 4.2 CRECIMIENTO DE GRIETA EN SOLUCION (NACE).

En la Figura 4.7 se presenta el crecimiento total de las muestras (T-L) a 50, 45, 40, y 35  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , expuestas en agua de mar sintética saturadas con  $\text{H}_2\text{S}$ , en la dirección paralela a la laminación. En las muestras paralelas el patrón de crecimiento nos muestra que a medida que aumenta el esfuerzo aplicado, la grieta se propaga de manera casi lineal (Figura 4.7(a)). Sin embargo, cuando el esfuerzo aplicado decrece, la grieta busca propagarse por regiones de mayor concentración de esfuerzos (Figura 4.7(b)). En esta dirección, las líneas de deformación generadas durante el proceso de laminación, proporcionan trayectorias preferentes para el crecimiento. De tal manera que, cuando la grieta tiene que cruzar regiones de perlita, las mayores propiedades mecánicas de esta microestructura producen un cambio en la trayectoria de propagación (Figura 4.7(c)). A bajos esfuerzos aplicados este comportamiento se hace más evidente, como se observa en la grieta producida a una carga inicial de 35  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , donde la grieta crece sobre una trayectoria escalonada (Figura 4.7(d)).

Las puntas de las grietas paralelas a la laminación de las muestras (T-L) son presentadas en la Figura 4.8. Se observa que las grietas corren preferentemente por las bandas de ferrita, de tal forma que cuando una colonia de perlita es alcanzada por la

punta de la grieta, esta es arrestada hasta acumular la energía suficiente para cambiar la dirección hacia una región de menor resistencia. El análisis en la punta de la grieta de la cargada a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  (Figura 4.8(a)); presenta ramificaciones sobre la grieta principal a través de una mezcla ferrita-perlita, como también zonas de cavidades en las fases ferrita-perlita (indicadas por flechas). Por el contrario en la muestra cargada a  $45 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , Figura 4.8(b) se observa un crecimiento discontinuo a través de la fase ferrita-perlita. Tal que, cuando la punta de la grieta topa con una zona ferrítica, provoca el arresto de la misma y además la aparición de microgrietas alternas de manera transgranular a través de la punta (indicadas por flechas). Sin embargo, la muestra cargada a  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , Figura 4.8(c) se observa que la grieta se propaga de manera preferencial a través de la fase ferrítica de manera discontinua, además de presentar la mayor longitud total de grieta obtenida en la solución NACE en los dos sentidos de la laminación. En contraste en la muestra cargada a  $35 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  se observa que la grieta crece de manera transgranular, a través de la fase ferrita-perlita, además la existencia de cavidades en las fronteras e interior de los granos a lo largo de regiones de ferrita (indicadas por flechas), Figura 4.8(d). Por lo tanto el crecimiento de las grietas en la dirección paralela a la laminación, se relaciona a la unión de cavidades con la grieta principal, estas cavidades se generan en fronteras de grano, precipitados e inclusiones presentes en la microestructura. Según F. P. Ford [1], el crecimiento de grieta por la unión de cavidades, se asocia con la fragilización por hidrógeno.

Las grietas generadas en las muestras transversales a la laminación (L-T), cargadas inicialmente a 50, 45, 40 y  $35 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  se presentan en la Figura 4.9. La grieta producida en la muestra a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , se presenta en la Figura 4.9(a). Se observa que la longitud total de la grieta es menor, esto se debe a una posibilidad de endurecimiento producido por el esfuerzo inicial tan alto. De tal forma que el tiempo total de prueba evita que difunda una gran cantidad de hidrógeno, por lo que la grieta crece con una trayectoria transgranular. Además se observa un crecimiento escalonado posiblemente generado por la microestructura bandeada, adicionalmente tenemos que considerar la deformación producida por el proceso de fabricación, de tal forma que la grieta intenta moverse hacia afuera del plano de crecimiento confinado por el diseño de

las muestras WOL modificadas siguiendo las regiones de ferrita. La muestra cargada a  $45 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , Figura 4.9(b). Presenta ampollas paralelas al esfuerzo aplicado enfrente de la punta de la grieta principal, aún cuando la grieta se ha arrestado. Este tipo de ampollas se relacionan con la difusión de hidrógeno y la interacción de este con las inclusiones del acero. En contraste con la muestra a  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , Figura 4.9(c) presenta un patrón de crecimiento continuo, aunque a medida que crece la grieta, esta busca crecer por regiones de menor resistencia, en este caso serían las regiones ferríticas, se observa que los cambios de dirección se asocian con el cruce de regiones perlíticas. La muestra cargada a  $35 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , Figura 4.9(d) presenta una grieta formada básicamente por grietas discontinuas, esta forma de crecimiento puede relacionarse a la cantidad de hidrógeno difundido hacia el interior del acero, esta muestra permaneció expuesta durante más tiempo que cualquiera de las otras. Sin embargo, las grietas se unen a lo largo del eje perpendicular a la carga, hacia la punta de cada una; a medida que se ha liberado energía, la grieta tiende a desviarse hacia la dirección de laminación. J. B. Greer [2] relaciona esta forma de agrietamiento con la generación de microgrietas en la región de deformación plástica, la cual fue analizada posteriormente por I. M. Bernstein y M. Dollar [3], quienes determinaron que el hidrógeno interactúa con los defectos puntuales, como las dislocaciones, fronteras de grano, precipitados y partículas induciendo plasticidad. La manifestación de este fenómeno es la aparición de ampollas en la dirección normal al esfuerzo aplicado. La comparación de las grietas producidas en ambas direcciones de laminación, demuestra que es más difícil, que la grieta crezca en la dirección transversal a la laminación. En la cual se obtienen longitudes de grieta menores disminuyendo las velocidades de crecimiento hasta en dos ordenes de magnitud.

En la Figura 4.10 se presentan las micrografías de las puntas de grieta en contradas en las muestras (L-T). Las grietas producidas en el sentido transversal en general, muestran la tendencia a desviarse hacia el sentido de laminación, presentado un patrón de crecimiento escalonado transgranular. La grieta cambia de dirección cuando cruza regiones ferríticas, siguiendo el sentido de las líneas de deformación producidas por la laminación. La muestra transversal a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  presenta una propagación a través

de la fase perlítica, además una zona amplia de cavidades al frente de la punta que se unen de manera mezclada inter-transgranular en dirección al sentido de la laminación (indicadas por flechas), Figura 4.10(a). A menores esfuerzos (45, 40 y 35 MPa\*m<sup>1/2</sup>), las grietas tienden a despuntarse cuando entran a las regiones ferríticas, como se observan en las Figuras 4.10(b), (c) y (d). El despunte de la grieta indica la generación de un campo de deformación plástica al frente de la punta en las zonas de mayor tenacidad, la bifurcación de la punta concuerda con las propuestas de apilamiento de dislocaciones en la dirección de la máxima tensión de corte (aproximadamente 45°). Sin embargo, solo se observa la formación de cavidades en las muestras cargadas a 45 y 50 MPa\*m<sup>1/2</sup> (indicadas por flechas), esto se debe al efecto combinado de la deformación en los alrededores de las fronteras de grano y fases secundarias junto con la acumulación de hidrógeno en las regiones de alta energía.

### 4.3 CRECIMIENTO DE GRIETA EN LA SOLUCION NACE (sin NaCl).

El agrietamiento total de las muestras (T-L) y (L-T) con cargas iniciales de 50 y 40 MPa\*m<sup>1/2</sup>, se presentan en la Figura 4.11. El comportamiento de propagación de la muestra (T-L) cargada a 50 MPa\*m<sup>1/2</sup> (Figura 4.11(a)), presenta una trayectoria de propagación preferentemente a lo largo de bandas de ferrita. Los cambios de dirección más severos están relacionados a colonias de perlita, de tal forma que la grieta sigue los caminos mecánicamente más débiles. Por el contrario en la muestra cargada a 40 MPa\*m<sup>1/2</sup> (Figura 4.11(b)), presenta una propagación discontinua. Sin embargo, la propagación en las muestras (L-T) solo se manifestó, al nivel más alto de esfuerzo (Figura 4.11(c)). No se observó propagación alguna en la muestra cargada a 40 MPa\*m<sup>1/2</sup>, durante 720 Hrs de acuerdo a la norma NACE TM 0177 90 (Figura 4.11(d)). En la muestra (L-T) transversal a la laminación cargada a 50 MPa\*m<sup>1/2</sup>, se observa que la grieta se ramifica en la dirección de la laminación (indicadas por flechas), debido a la existencia de bandas de deformación en esta dirección, las cuales favorecen el crecimiento de la grieta. Aunque la geometría de las probetas confina el crecimiento de la grieta a la dirección perpendicular a la carga, la fuerte acumulación de deformación plástica en la dirección de la laminación sumado a la estructura bandeada de ferrita-

perlita, favorecen la formación de grietas paralelas a la dirección del esfuerzo aplicado. La energía empleada en esta desviación se refleja en una menor longitud total de la grieta. El análisis de las puntas de las grietas se presenta en la Figura 4.12. En las muestras (T-L) paralelas a la laminación Figuras 4.12(a) y (b) se observa que la grieta se propaga de forma transgranular, a lo largo de la dirección de laminación preferentemente a través de la fase ferrítica. Esto demuestra que la propagación de la grieta se realiza con mayor facilidad a través de la matriz ferrítica, debido a una falla de tipo frágil. Esta muestra cargada a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  presenta la mayor longitud de grieta, además de la generación de bifurcaciones en la punta (Figura 4.12(c)). Sin embargo, en la muestra (L-T) Figura 4.12(d), se presentan bifurcaciones de forma intergranular, debido a una región de mayor tenacidad en la zona de deformación plástica. Según Ruth Magdowski [4], estas bifurcaciones en la punta de la grieta pueden ser interpretadas como aspectos mecánicos, en el cual cada bifurcación de grieta corresponde a una intensidad de esfuerzo bastante alta, aún cuando la intensidad de esfuerzo en cada punta de grieta es reducida por  $1/\sqrt{n}$ , donde  $n$  es el número de grietas bifurcadas. En general las grietas en la dirección transversal, presentan una tendencia a desviarse hacia la dirección de la laminación, presentando longitudes de propagación más cortas.

#### 4.4 RAZONES DE CRECIMIENTO DE GRIETA.

En la Figura 4.13, se presenta la variación de la longitud de la grieta ( $a/W$ ) como una función del tiempo, para cada una de las muestras (T-L y L-T), evaluadas bajo las condiciones iniciales y diferentes medios de prueba. De manera general, se observa que a medida que disminuye el esfuerzo inicial de carga el tiempo de prueba tiende a incrementar, al igual que la longitud de grieta. En la dirección paralela se presentaron las mayores longitudes totales de grieta para las diferentes soluciones de prueba. Con excepción de la muestra transversal a  $40 \text{ MP}\cdot\text{m}^{1/2}$ , en la cual no se observó propagación de grieta para la solución NACE (sin NaCl). Las muestras evaluadas en la dirección paralela en la solución NACE, Figura 4.13(a) presentan mayores longitudes de grieta. Además, se observa que la muestra a  $40 \text{ MP}\cdot\text{m}^{1/2}$  presenta señales de

arresto en el crecimiento de la grieta para después crecer a una velocidad mayor. Sin embargo, la diferencia más significativa de las muestras (T-L y L-T) en la solución NACE se presenta en el tiempo total de prueba, ya que las muestras en la dirección transversal requieren de un tiempo mayor para que se arreste la grieta debido a sus propiedades mecánicas (Figura 4.13(b)). De la misma manera, se observa el mismo comportamiento en las muestras (T-L y L-T) expuestas en la solución NACE (sin NaCl) (Figura 4.13(c)). Se observa que a medida que el esfuerzo inicial de carga aplicado disminuye, el tiempo total de prueba aumenta. Además, la influencia de las propiedades mecánicas en la dirección de la laminación, se manifiesta con tiempos de prueba mayores en la dirección transversal para el arresto de la grieta, y la muestra (L-T) cargada a  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  no presentó propagación.

En la Figura 4.14, se presenta la velocidad de avance de las grietas como una función del esfuerzo aplicado. El crecimiento de grieta en las muestras (T-L y L-T) en la solución NACE por arriba del valor de la intensidad de esfuerzos umbral ( $K_{ISCC}$ ), indica un crecimiento de grieta a una mayor razón de propagación a medida que el esfuerzo aplicado aumenta en la dirección paralela, en comparación con las muestras en la dirección transversal, Figura 4.14(a). En el sentido paralelo, las razones de crecimiento medidas en las muestras cargadas a  $45$  y  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  son iguales, lo cual establece una región donde la velocidad de crecimiento es independiente del esfuerzo aplicado. Con excepción de las muestras cargadas a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , las demás presentan una disminución en la razón de crecimiento a medida que se acercan al arresto. Esta disminución en la razón de crecimiento se ve afectada por la mezcla de ferrita-perlita, como se observa en cada punta de grieta. H. Asahi y Y. Sogo [5], encontraron que el valor de la  $K_{ISCC}$  se incrementa linealmente como una función del valor de la intensidad de esfuerzo ( $K$ ) para un acero con una mayor resistencia al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo (ACBE). Sin embargo, esta dependencia sobre el valor de  $K$  es menos pronunciada con una disminución en su resistencia al ACBE. Esto resulta evidente, el aumento del  $K_{ISCC}$  en la dirección transversal a medida que la intensidad de esfuerzo aplicado aumenta en las soluciones NACE y NACE (sin NaCl), debido a su mayor límite de fluencia en comparación con la muestra en la dirección paralela y a un efecto de

endurecimiento por deformación en la región esforzada de la punta. Por otra parte las muestras expuestas en la solución NACE (sin NaCl), Figura 4.14(b) manifiestan una mayor velocidad en la dirección paralela en comparación con la transversal, debido a una microestructura ferrítica y el sentido preferencial a la laminación, que facilita la propagación de la grieta, aún más cuando se tiene un límite de fluencia de 514 MPa menor en la dirección paralela a la laminación. La iniciación de grietas en la dirección transversal a la laminación presenta una mayor resistencia, correspondiendo con los mayores tiempos de prueba. Esta mayor resistencia corresponde con las menores velocidades de propagación en la misma dirección transversal, se esperaba este resultado a partir de la microestructura del acero. Sin embargo, Margot-Marette [6] han encontrado que las muestras tomadas de sección transversal son frecuentemente más sensibles al ACBE en pruebas de carga constante, que las tomadas en la dirección paralela. El comportamiento de las velocidades de crecimiento como función del esfuerzo aplicado se ajusta a la formulación de la mecánica de la fractura elástico lineal. La mayor intensidad de esfuerzos aplicados se encuentra cerca de la intensidad crítica ( $K_c$ ), a partir de la cual cualquier grieta crecerá de manera catastrófica hasta fractura a una velocidad de propagación muy alta. Sin embargo, la región entre la intensidad de esfuerzo de  $35 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , y la  $K_{ISCC}$ , se ubica en regiones dependientes del tiempo, por lo que las intensidades umbrales determinadas con esfuerzos aplicados menores a  $35 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , tenderán a generar valores menores en la  $K_{ISCC}$ . El comportamiento de una estructura a otra presentan diferencias de casi un orden de magnitud, demostrando que las diferencias en las propiedades mecánicas y la microestructura de las muestras transversales mejoran el comportamiento.

En la Figura 4.15 se presentan las gráficas del comportamiento del tiempo de incubación como función del esfuerzo aplicado en las soluciones NACE y NACE(sin NaCl). En esencia la forma de la curva en las microestructuras paralela (T-L) y transversal (L-T) en la solución NACE es la misma, solo que, en el caso de las muestras transversales la diferencia en sus propiedades mecánicas desplaza la curva hacia mayores tiempos de incubación, Figura 4.15(a). Se aprecia el mismo comportamiento, influenciado por las propiedades mecánicas en la dirección transversal en la solución

NACE (sin NaCl), dando como resultado tiempos de incubación mayores en comparación con la dirección paralela, aun cuando la muestra a  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  no presentó propagación alguna, Figura 4.15(b).

La relación entre el tiempo total de prueba y la disminución del esfuerzo umbral calculado, se convierte en inversamente proporcional al contenido de hidrógeno en el acero. De acuerdo con Gerberich [7], a tiempos más largos la cantidad de hidrógeno en el acero se incrementa notablemente, disminuyendo la capacidad del acero para deformarse. De esta manera se establece que la mínima intensidad de esfuerzos debajo de la cual el agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo no ocurre, es frecuentemente dependiente del tiempo total de prueba; de manera que para este medio no existe un esfuerzo lo suficientemente pequeño para evitar el agrietamiento, como se observa en la Figura 4.16(a) y (b). Esta inconsistencia fue encontrada por M.O. Speidel [8], quien inició la controversia entre la validez del método de prueba y el análisis de los datos calculados, llegando a la conclusión que el manejo de los datos es el que produce esta inconsistencia en contraposición con lo propuesto por W.W. Gerberich [7].

#### **4.5 MICROANALISIS.**

La propagación de las grietas lleva asociada la formación de una serie de productos de corrosión en el interior de la misma. El análisis de estos productos permite establecer de alguna manera la naturaleza del fenómeno de corrosión.

En las muestras evaluadas en la solución NACE en la dirección paralela (T-L), el estudio por energía de rayos X dispersados (EDX) indica que la punta de la grieta, no entra en contacto con la solución, como se observa en las Figuras 4.17, 4.18, 4.19 y 4.20. Sin embargo, a medida que el esfuerzo inicial aplicado decrece, la solución penetra una mayor distancia en la grieta. La Figura 4.17 presenta los análisis de la muestra cargada a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , donde no se detecta azufre desde las  $\frac{3}{4}$  partes de la longitud total, observándose un ligero incremento en el oxígeno hacia la mitad. En la

muestra cargada  $45 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  se observa un incremento en el oxígeno hasta la mitad de la grieta, el cual puede relacionarse a la formación de una capa protectora de óxido, la cual inhibe el efecto de disolución generado por el sulfuro, Figura 4.18. Esto se comprueba con la muestra cargada a  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , Figura 4.19. Donde en un plano lateral se grafican las intensidades relativas de oxígeno y azufre, en la que se observa que un mayor contenido de oxígeno produce una disminución de la cantidad de azufre. En la Figura 4.20 se presenta el mismo comportamiento descrito, correspondiente a la muestra cargada a  $35 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ .

Los estudios realizados por microanálisis en las muestras expuestas en la solución NACE en la dirección transversal (L-T), demuestran que la punta de la grieta se ve afectada por contacto con la solución. En todos los casos, las muestras transversales denotan la presencia de azufre en la punta principal, como se observa en las Figuras 4.21, 4.22, 4.23 y 4.24. Sin embargo, se observa que a medida que el esfuerzo inicial disminuye, la solución dentro de la grieta disminuye debido a tiempos de exposición más largos. La Figura 4.21(a) presenta los análisis de la muestra cargada a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , en donde se observa la existencia de oxígeno en la base de la grieta y además, una fuerte señal de azufre hasta  $\frac{3}{4}$  partes de la longitud total y en la punta es casi imperceptible la existencia de azufre. El mapa de rayos X dispersados realizado en la punta nos demuestra, la punta de la grieta se encuentra en contacto con la solución por la presencia de azufre, Figura 4.21(b). En la muestra cargada a  $45 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  (Figura 4.22), se observa la formación de una capa protectora de óxido a partir de  $\frac{1}{4}$  de la longitud de la grieta. Además, se detecta la presencia de una señal alta de azufre hasta  $\frac{3}{4}$  partes de la longitud total, encontrándose la formación de sulfuros de hierro en la punta. Aunque, la intensidad del pico de oxígeno en la punta es menor, existe la posibilidad de la formación de óxidos de hierro. Por el contrario en la muestra cargada a  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  Figura 4.23(a), se manifiesta que un contenido mayor de oxígeno, produce una disminución en el contenido de azufre hasta la mitad de la grieta, el cual se relaciona a la formación de una capa protectora de óxido que afecta en el contenido de azufre. Sin embargo hacia la punta se observa una pequeña señal de azufre la cual es inhibida por la presencia de oxígeno. El mapa de rayos X dispersados realizado en la

punta nos demuestra la existencia de oxígeno el cual se encuentra asociado al hierro formando un óxido de hierro, Figura 4.23(b). En la muestra cargada a  $35 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , Figura 4.24 se observa que la base de la grieta no presenta contacto con la solución. Sin embargo, a partir de una  $\frac{1}{4}$  parte de la grieta se tiene la formación de una capa protectora de óxido.

El análisis por energía de rayos X dispersados (EDX), realizado sobre las muestras expuestas a la solución NACE (sin NaCl) en la dirección paralela y transversal manifiestan la presencia de azufre en la punta de la grieta, Figuras 4.25, 4.26 y 4.27. Con excepción de la muestra cargada a  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  en la dirección transversal donde no se aprecia ninguna señal de azufre como se observa en la Figura 4.28. En la muestra paralela (T-L) cargada a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  (Figura 4.25), se observa la presencia de azufre y oxígeno en competencia con el hierro. La presencia de aluminio se atribuye al procedimiento de pulido de la muestra con alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y residuos en el interior de la grieta. La Figura 4.26 presenta los análisis de la muestra (T-L) cargada a  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , indicando que la grieta se encuentra totalmente en contacto con la solución hasta  $\frac{3}{4}$  partes de la longitud total, en la punta es casi imperceptible la presencia de azufre, mostrando la formación de una capa protectora de óxido. En la muestra transversal (L-T) cargada a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  Figura 4.27(a), se observa la ausencia de oxígeno al principio de la grieta. Sin embargo, a partir de  $\frac{1}{4}$  hasta  $\frac{3}{4}$  partes de la longitud total se observa la formación de una capa protectora de óxido de hierro, así como una fuerte señal de azufre, por el contrario en la punta no se observa señales de oxígeno. El mapa de rayos X dispersados en la punta de la grieta comprueba la existencia de azufre en la punta asociado al mecanismo de disolución, Figura 4.27(b). Por otra parte en la muestra transversal (L-T) cargada a  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  (Figura 4.28), no se encuentra señal de azufre, aunque la pequeña señal de oxígeno y aluminio puede ser debida a la preparación metalográfica de la muestra agrietada.

## 4.6 FRACTOGRAFIA.

En la Figura 4.29 se presentan las fractografías de las diferentes zonas de interés de la muestra paralela a la laminación (T-L), cargada a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . La Figura 4.29(a) corresponde a la superficie interior de la base de la grieta, en el cual se observa poco o casi nulo efecto de la solución, sobre la corrosión de las superficies interiores de la grieta. En la Figura 4.29(b), se presenta el detalle de la superficie de fractura en la interfase obtenida en la punta de la grieta y metal unido, en donde se observa la formación de microgrietas alternas alineadas con respecto a la microestructura laminada, además de una superficie de fractura cuasifrágil con un poco de clivaje (indicada por flechas). Sin embargo, la superficie de fractura observada en el metal unido, Figura 4.29(c), presenta la aparición de cavidades en las fronteras de grano, además de la presencia de una superficie de fractura cuasidúctil mostrando desgarramiento. La fractografía mostrada en la Figura 4.30 corresponde a la muestra paralela a la laminación (T-L), cargada a  $35 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . En la Figura 4.30(a) se presenta la superficie de fractura del interior de la base de la grieta, en el cual se manifiesta el efecto del tiempo en la disolución de las superficies de fractura en forma de canales, además de una mayor corrosión y decohesión en frontera de grano. Este tipo de forma de fractura fue observado por Swann y Pickering [9], quienes los llamaron canales de disolución. De acuerdo a los resultados de microanálisis corresponden estos canales de disolución a regiones donde no existe la presencia de oxígeno, pero sí la existencia de una señal de azufre. Este hecho confirma que el sistema metal-solución, nunca alcanza la pasivación, por lo que dadas las condiciones, una larga exposición del metal a la solución, debe producir una fuerte disolución. La Figura 4.30(b) presenta la superficie de fractura en la interfase obtenida en la punta de la grieta y metal unido, en donde se observa la formación de grietas perpendiculares a la dirección de la laminación (indicadas por flechas), como también una superficie de fractura cuasidúctil por disolución. En la Figura 4.30(c) se presenta el mismo comportamiento con la formación de grietas perpendiculares al sentido contrario de la laminación.

Las superficies de fractura observadas en la muestra transversal a la laminación (L-T), cargada a  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , expuesta en la solución NACE, manifiestan que la base de la grieta se encuentra totalmente afectada por el medio, además de la formación en menor cantidad de fractura por clivaje y la aparición de fractura transgranular (como se indica por las flechas), Figura 4.31(a). Sin embargo, en la interfase (punta de la grieta y metal unido), se observa la formación de cavidades en dirección a la laminación, además de un efecto de fragilización de la matriz, Figura 4.31(b). La superficie de fractura correspondiente al metal unido (Figura 4.31(c)), manifiesta en menor cantidad, la presencia de cavidades de forma intergranular y transgranular, así como la presencia de fractura por clivaje (indicadas por flechas). En la Figura 4.32 se presentan las superficies de fractura de la muestra (L-T), cargada a  $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , expuesta en la solución NACE. En la superficie interior de la base de la grieta, Figura 4.32(a) se observa un efecto de fragilización, así como también se observa fractura frágil transgranular con desgarramiento. La Figura 4.32(b) presenta el detalle de la superficie de fractura en la interfase obtenida en la punta de la grieta y metal unido, en donde se observan grietas a lo largo de fronteras de grano en dirección al sentido de la laminación; además de la presencia de una superficie de fractura cuasifrágil. Por otra parte la superficie de fractura en el metal unido, Figura 4.32(c), manifiesta grietas que se propagan de manera transgranular, como también se observa fractura del tipo cuasidúctil (indicadas por flechas).

Las superficies de fractura obtenidas en la muestra paralela a la laminación (T-L), cargada a  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , expuesta en la solución NACE (sin NaCl), son presentadas en la Figura 4.33. En la Figura 4.33(a) se presenta la superficie de fractura correspondiente al interior de la base de la grieta, en donde se observa una mayor ductilidad, así como una menor decohesión en las fronteras de grano. Además, se aprecia la propagación de grietas transgranulares, como también la manifestación de una superficie con poco clivaje. Por el contrario en la interfase punta de grieta-metal unido, Figura 4.33(b) se aprecia una superficie de fractura completamente por clivaje. Sin embargo, en la Figura 4.33(c) se presenta la superficie de fractura correspondiente al metal unido, en donde se observa una superficie de fractura dúctil con desgarramiento, además de la

formación de cavidades en el interior de la misma (indicadas por flechas). En la Figura 4.34 se presenta las superficies de fractura de la muestra transversal a la laminación (L-T) cargada a  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , expuesta en la solución NACE (sin NaCl). La superficie de fractura en la base de la grieta, Figura 4.34(a), presenta un fuerte efecto de desgarramiento y la presencia de cavidades debidas al rompimiento de la propagación de la grieta en sentido contrario de la microestructura laminada. En las Figuras 4.34(b) y (c) se manifiesta un comportamiento de desgarramiento. Sin embargo, en la interfase (punta de grieta-metal unido), Figura 4.34(b) se observa un gran número de grietas alternas en la punta (branching), además de una menor deformación plástica que en la muestra paralela (T-L), en solución NACE (sin NaCl).

#### 4.7 DISCUSION GENERAL.

Las muestras expuestas en agua de mar sintética, no presentaron crecimiento de grieta dentro del tiempo de exposición establecido por la norma NACE TM 0177 90. Según Storey [10], el ataque por sulfuro de hidrógeno solamente ocurre si agua pura y sulfuro de hidrógeno se encuentran juntos, y este no se iniciará sin la presencia de agua. En general el pequeño cambio en la longitud de la grieta en las muestras expuestas en agua de mar sintética, se debe principalmente a la disolución.

Por otra parte, las grietas generadas en la dirección paralela a la laminación en solución NACE, se relaciona a la unión de cavidades producidas por hidrógeno con la grieta principal, estas cavidades se generan en frontera de grano, precipitados e inclusiones presentes en la microestructura. Según F. P. Ford [1] el crecimiento de grieta por la unión de cavidades, se asocia con la fragilización por hidrógeno. Las grietas creciendo a través de la unión de cavidades han sido reportadas por R. N. Parkins [11], quien propone que el número de grietas individuales debe incrementarse con el tiempo y deberán emerger grietas separadas para unirse y formar grietas más largas.

Las grietas producidas en el sentido transversal en solución NACE en general, muestran la tendencia a desviarse hacia el sentido de la laminación, presentando un patrón de crecimiento escalonado transgranular. La grieta cambia de dirección cuando cruza regiones ferríticas, siguiendo el sentido de las líneas de deformación producidas por la laminación. La comparación de las grietas producidas en solución NACE y NACE (sin NaCl) en ambas direcciones de laminación (T-L y L-T), demuestra que es más difícil, que la grieta crezca en la dirección transversal a la laminación. En la cual se obtienen longitudes de grieta menores disminuyendo las velocidades de crecimiento hasta en dos ordenes de magnitud.

El comportamiento de crecimiento de grietas de las muestras (T-L) y (L-T) en las diferentes condiciones iniciales y diferentes medios de prueba, demuestra que a medida que disminuye el esfuerzo inicial de carga el tiempo de prueba tiende a incrementar, al igual que la longitud de grieta; con excepción de la muestra (L-T) cargada a  $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  en solución NACE (sin NaCl), que no presentó propagación de grieta.

La velocidad de avance de las grietas en las soluciones NACE y NACE (sin NaCl), manifiesta una mayor velocidad en la dirección paralela en comparación con la transversal, debido a una microestructura ferrítica y el sentido preferencial a la laminación, que facilita la propagación de la grieta. De tal forma, que el efecto encontrado en la solución NACE sin NaCl demuestra que no existe sinergismo entre el NaCl y  $\text{H}_2\text{S}$  para incrementar la velocidad de corrosión. Sin embargo, más que la solución la microestructura del acero impone fuertes cambios en el comportamiento de crecimiento de grieta.

En resumen, el análisis de crecimiento de grieta en las muestras T-L y L-T en las soluciones NACE y NACE (sin NaCl), manifiesta que la iniciación de grietas en la dirección transversal a la laminación presenta una mayor resistencia, correspondiendo con los mayores tiempos de prueba y tiempos de incubación. Esta mayor resistencia corresponde con las menores velocidades de propagación en la misma dirección transversal, se esperaba este resultado a partir de la microestructura del acero. Sin

embargo, Margot-Marette [6] han encontrado que las muestras tomadas de sección transversal son frecuentemente más sensibles al ACBE en pruebas de carga constante, que las tomadas en la dirección paralela.

Por otra parte, la relación entre el tiempo total de prueba y la disminución del esfuerzo umbral calculado, se convierte en inversamente proporcional al contenido de hidrógeno en el acero. De acuerdo con Gerberich [7], a tiempos más largos la cantidad de hidrógeno en el acero se incrementa notablemente, disminuyendo la capacidad del acero para deformarse. De esta manera se establece que la mínima intensidad de esfuerzos debajo de la cual el agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo no ocurre, es frecuentemente dependiente del tiempo total de prueba; de manera que para este medio no existe un esfuerzo lo suficientemente pequeño para evitar el agrietamiento. Esta inconsistencia fue encontrada por M.O. Speidel [8], quien inició la controversia entre la validez del método de prueba y el análisis de los datos calculados, llegando a la conclusión que el manejo de los datos es el que produce esta inconsistencia en contraposición con lo propuesto por W.W. Gerberich [7].

Por su parte, el análisis por energía de rayos X dispersados de los productos de corrosión, revelan que la punta de la grieta de las muestras en la dirección paralela (T-L) en solución NACE, no entra en contacto con la solución. Sin embargo, a medida que el esfuerzo inicial aplicado decrece, la solución penetra una mayor distancia en la grieta. Por el contrario, las muestra en dirección transversal en solución NACE, demuestran que la punta de la grieta se ve afectada por contacto con la solución. Sin embargo, a medida que el esfuerzo inicial disminuye, la solución dentro de la grieta disminuye debido a tiempos de exposición más largos. Asimismo, las muestras T-L y L-T en la solución NACE (sin NaCl), presentaron la presencia de la solución en la punta de la grieta. Con excepción de la muestra (L-T) cargada a  $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  donde no se apreció ninguna señal de azufre.

## BIBLIOGRAFIA

1. F. P. Ford "Models and Predictions of Environmentally Assisted Cracking", Corrosion Sous Contrainte, Phenomenologie et Mecanismes, Bombannes (33), France, (1990), Tome 1-M1.
2. J.B. Greer, Materials Performance, March, 1975, pp. 11-23.
3. M. Bernstein and M. Dollar, Proceeding of the Fourth International Conference on the "Hydrogen Effects on Materials Behavior", Eds. N.R. Moody and A. W. Thompson, TMS, Warrendale, PA. (1990), pp. 703-715.
4. Ruth Magdowski. Hydrogen Embrittlement in Steels: Mechanical Aspects, p. 2334. 12<sup>th</sup> International Corrosion Congress. Septiembre 1993. Volumen 4.
5. H. Asahi and Y. Sogo, H. Higashiyama. Effects of Test Conditions on  $K_{ISCC}$  Values Influenced by SCC Suceptibility of Materials. Corrosion 87. Marzo. 1987. Paper 290, p. 290/5.
6. H. Margot-Marettle, G. Bardou and J. C. Charbonner, Corrosion Science, Vol. 27. No. 10/11, pp. 1009-1026.
7. W.W. Gerberich and T.J. Foecke, Proceedings of the Fourth International Conference on the "Hydrogen Effects on Material Behavior". Eds. N.R. Moody and A.W. Thompson, TMS, Warrendale, PA. USA. (1990), pp. 687-702.
8. M.O. Speidel, Predictive Methods for Assessing Corrosion Damage to BWR and PWR Steam Generators, Eds. H. Okada and R.W. Staehle (Houston TX. NACE, 1982), pp. 31-44.
9. P. R. Swann and H. W. Pickering, Corrosion, Vol. 19, (1963), pp. 369-372.
10. W. D. Storey, "Hydrogen Sulphide Corrosion of Metals", Tuttle, R. N., and Kane, R. D., "H<sub>2</sub>S Corrosion in Oil and Gas Production- A Compilation of Classic Papers", NACE, Houston, TX, (1981), pp. 721.
11. R. N. Parkins, Corrosion Science, Vol. 29, (1989), p. 1019.

## TABLAS Y GRÁFICAS

Tabla 4.1. Resultados obtenidos en pruebas experimentales.

SOLUCION	$K_i$ (MPa*m <sup>1/2</sup> )	$K_{ISCC}$ (MPa*m <sup>1/2</sup> )	$a_o$ (cm)	$a_{arr}$ (cm)	$t_{inc}$ (Hrs)	$t_{arr}$ (Hrs)	$T_{tot}$ (Hrs)	COD (cm)	$d(a/W)/dt$ Hr <sup>-1</sup>
T-L (ASTM)	50	-	1.36	-	-	-	720	-	-
T-L (ASTM)	45	-	1.36	-	-	-	720	-	-
T-L (ASTM)	40	-	1.36	-	-	-	720	-	-
T-L (NACE)	50	41.36	1.41	2.06	28	15	43	5.13E-3	4.5E-3
T-L (NACE)	45	41.84	1.92	2.22	134	48	182	5.83E-3	1.5E-3
T-L (NACE)	40	28.23	1.38	2.77	144	158	302	4.03E-3	1.5E-3
T-L (NACE)	35	30.26	1.66	2.24	216	108	324	4.10E-3	7.E-4
L-T (NACE)	50	44.88	1.41	1.75	92	56	148	4.50E-3	8.E-4
L-T (NACE)	45	39.18	1.41	1.86	184	168	352	4.05E-3	5.E-4
L-T (NACE)	40	33.70	1.47	2.07	168	238	406	3.73E-3	7.E-4
L-T (NACE)	35	26.90	1.40	2.37	264	288	552	3.13E-3	8.E-4
T-L (NACE s/NaCl)	50	41.57	1.43	2.98	48	96	144	6.74E-3	3.5E-3
T-L (NACE s/NaCl)	40	30.57	1.42	1.82	120	78	198	4.13E-3	8.E-4
L-T (NACE s/NaCl)	50	48.41	1.35	1.45	120	158	278	4.35E-3	1.E-4
L-T (NACE s/NaCl)	40	-	1.36	0	0	720	720	3.50E-3	-

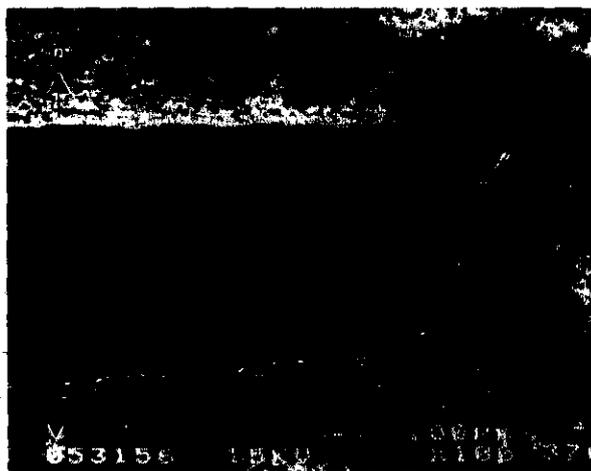


Figura 4.1. Vista general de la base muescada, muestra (T-L) expuesta en agua de mar sintética, cargada a 50 MPa\*m<sup>1/2</sup>.

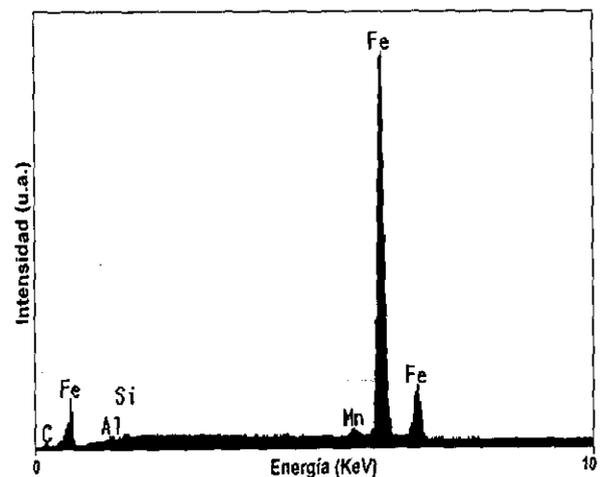


Figura 4.2. Patrón por energía dispersiva de Rayos X (EDX), obtenido en la muestra (T-L) cargada a 50 MPa\*m<sup>1/2</sup>, expuesta en agua de mar sintética.

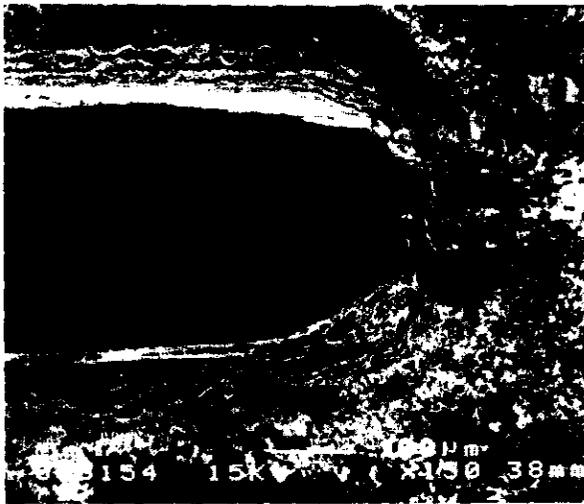


Figura 4.3. Vista general de la base mescada, muestra (T-L) cargada a 45 MPa·m<sup>1/2</sup>, expuesta en agua de mar sintética.

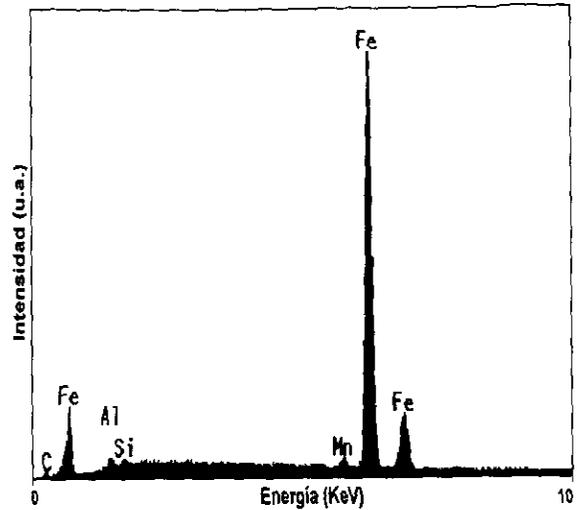


Figura 4.4. Patrón por energía dispersiva de rayos X (EDX), obtenido en la muestra (T-L) cargada a 45 MPa·m<sup>1/2</sup>, expuesta en agua de mar sintética.

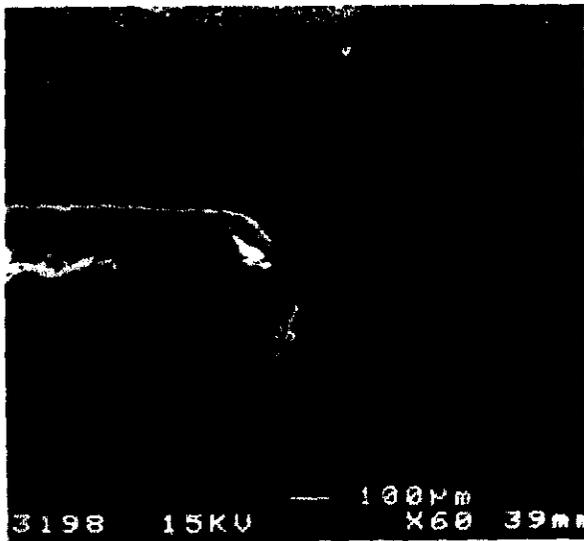


Figura 4.5. Vista general de la base mescada, muestra (T-L) cargada a 40 MPa·m<sup>1/2</sup>, expuesta en agua de mar sintética.

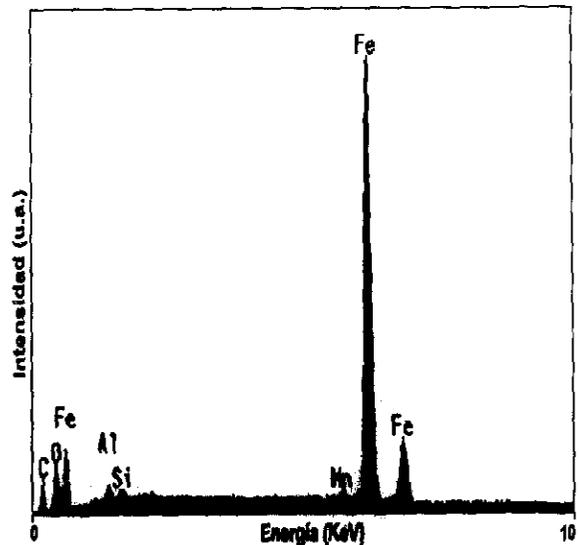


Figura 4.6. Patrón por energía dispersiva de Rayos X (EDX), obtenido en la muestra (T-L) cargada a 40 MPa·m<sup>1/2</sup>, expuesta en agua de mar sintética.

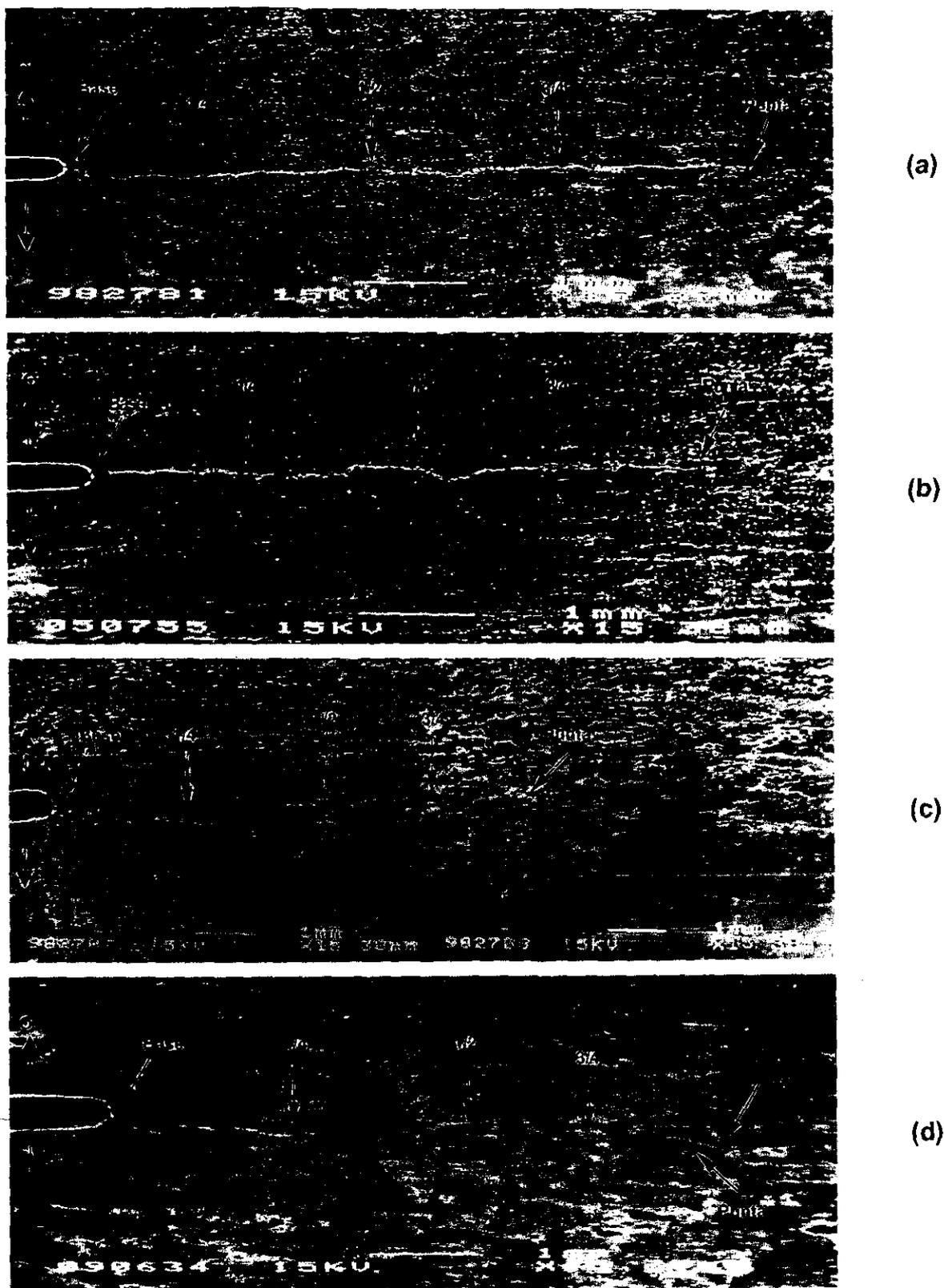
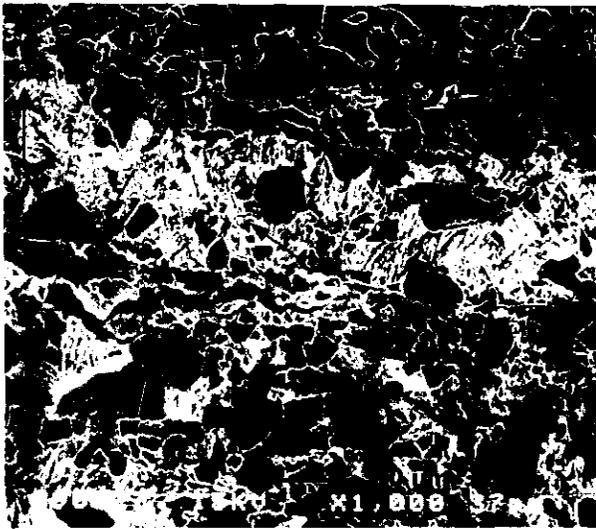
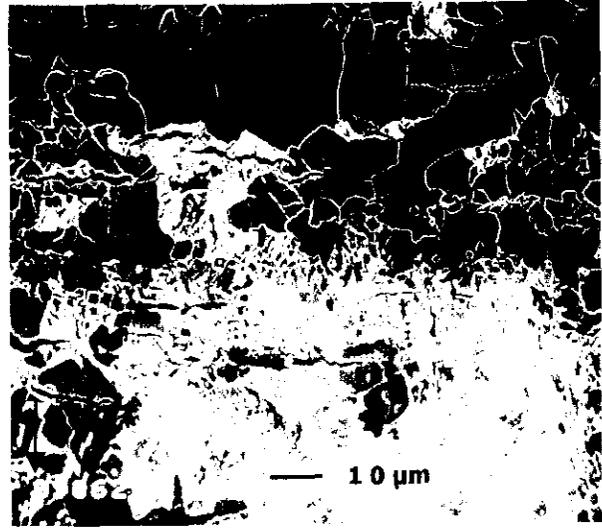


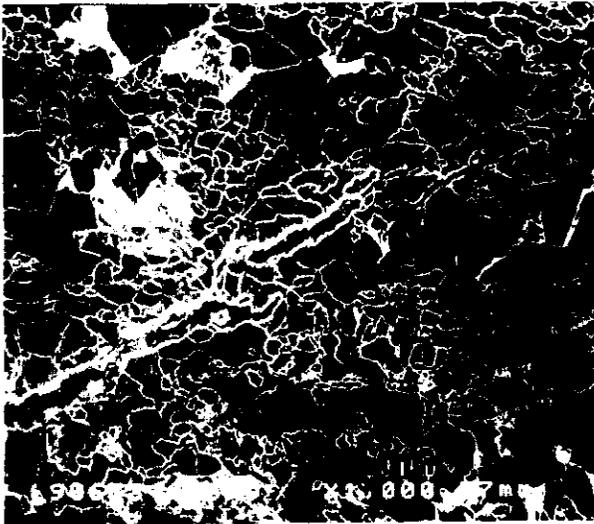
Figura 4.7 Crecimiento total de las muestras (T-L) paralelas a la laminación. a) 50  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , b) 45  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , c) 40  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , d) 35  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.



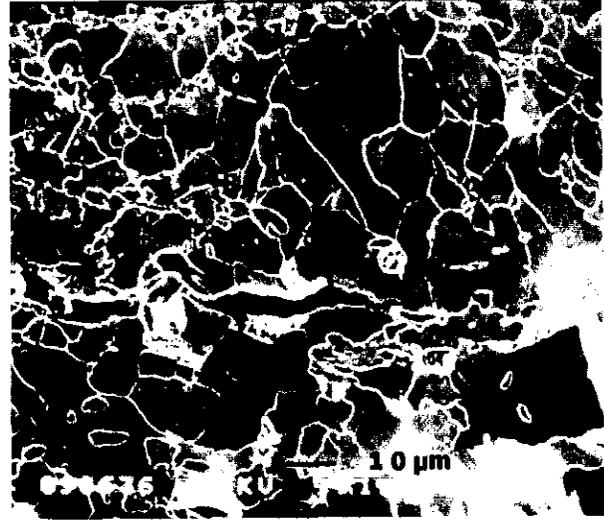
(a)



(b)

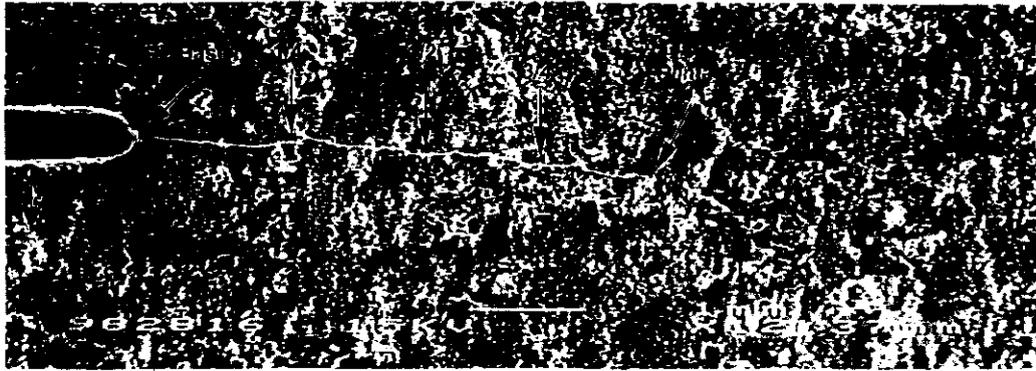


(c)



(d)

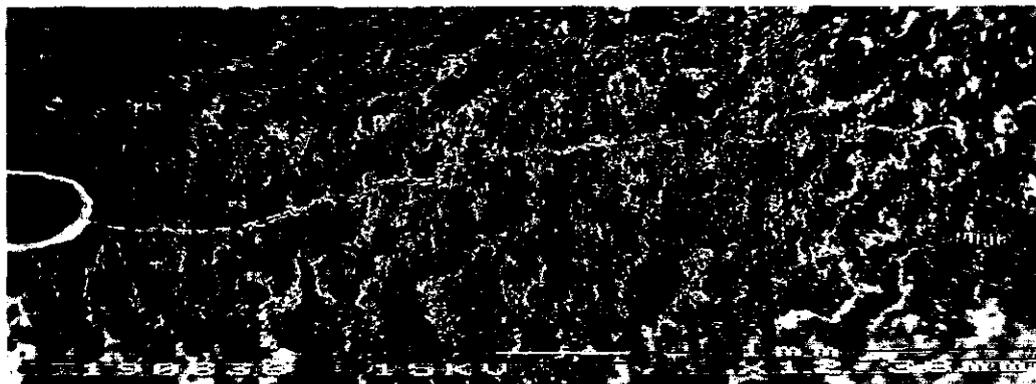
Figura 4.8 Detalles de las puntas de las grietas de las muestras (T-L) paralelas a la laminación, a)  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , b)  $45 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , c)  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , d)  $35 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.



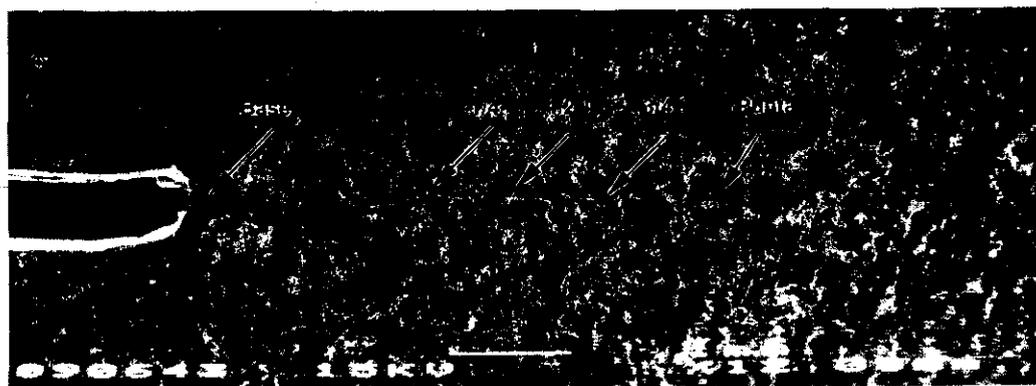
(a)



(b)



(c)



(d)

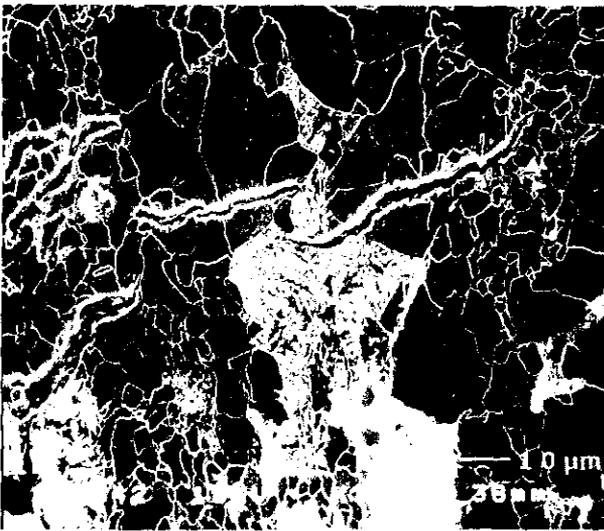
Figura 4.9 Crecimiento total de las muestras (L-T) transversales a la laminación. a) 50  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , b) 45  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , c) 40  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , d) 35  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.



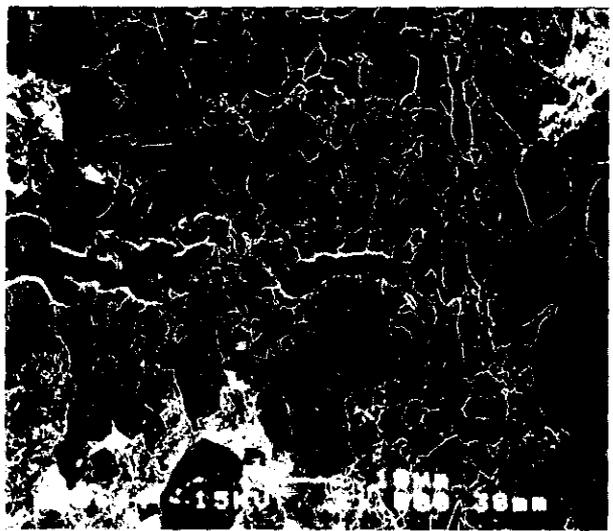
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.10 Detalles de la punta de la grieta de las muestras (L-T), a)  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , b)  $45 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , c)  $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , d)  $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.

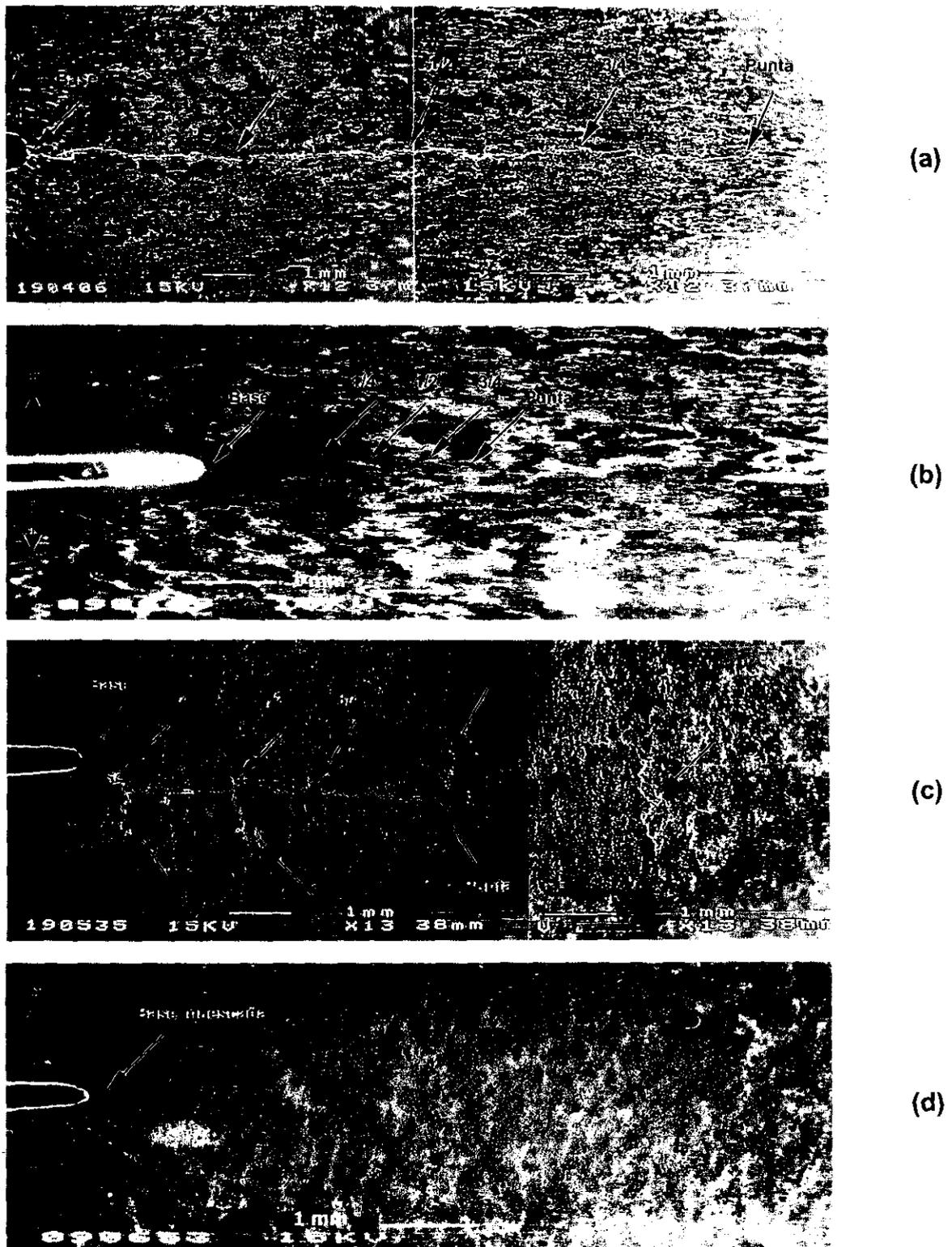
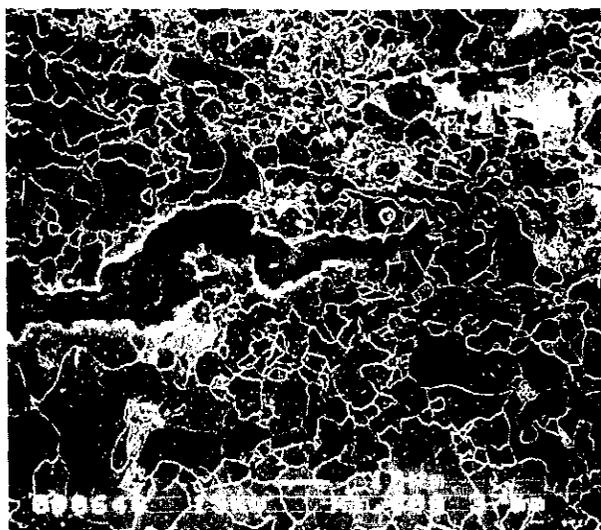
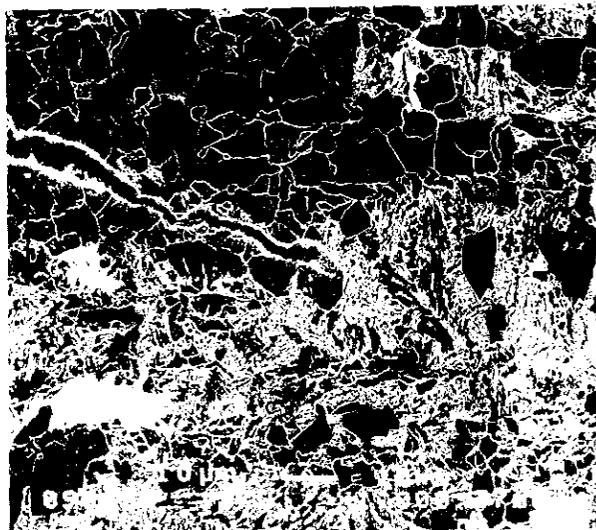


Figura 4.11 Grietas generadas en las muestras expuestas en la solución NACE (sin NaCl) con diferentes esfuerzos iniciales. a)  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  (T-L), b)  $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  (T-L), c)  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  (L-T), d)  $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  (L-T), no se observó agrietamiento.



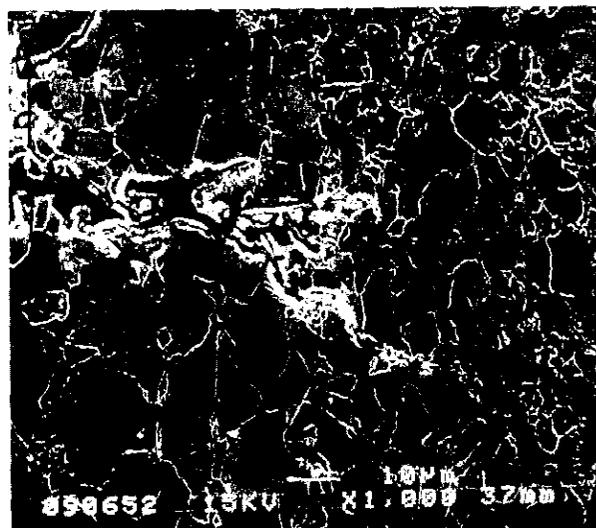
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.12 Muestra las puntas de las grietas expuestas en la solución NACE (sin NaCl). a)  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  (T-L), b)  $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  (T-L), c) Detalle de la punta.  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  (T-L), d)  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  (L-T).

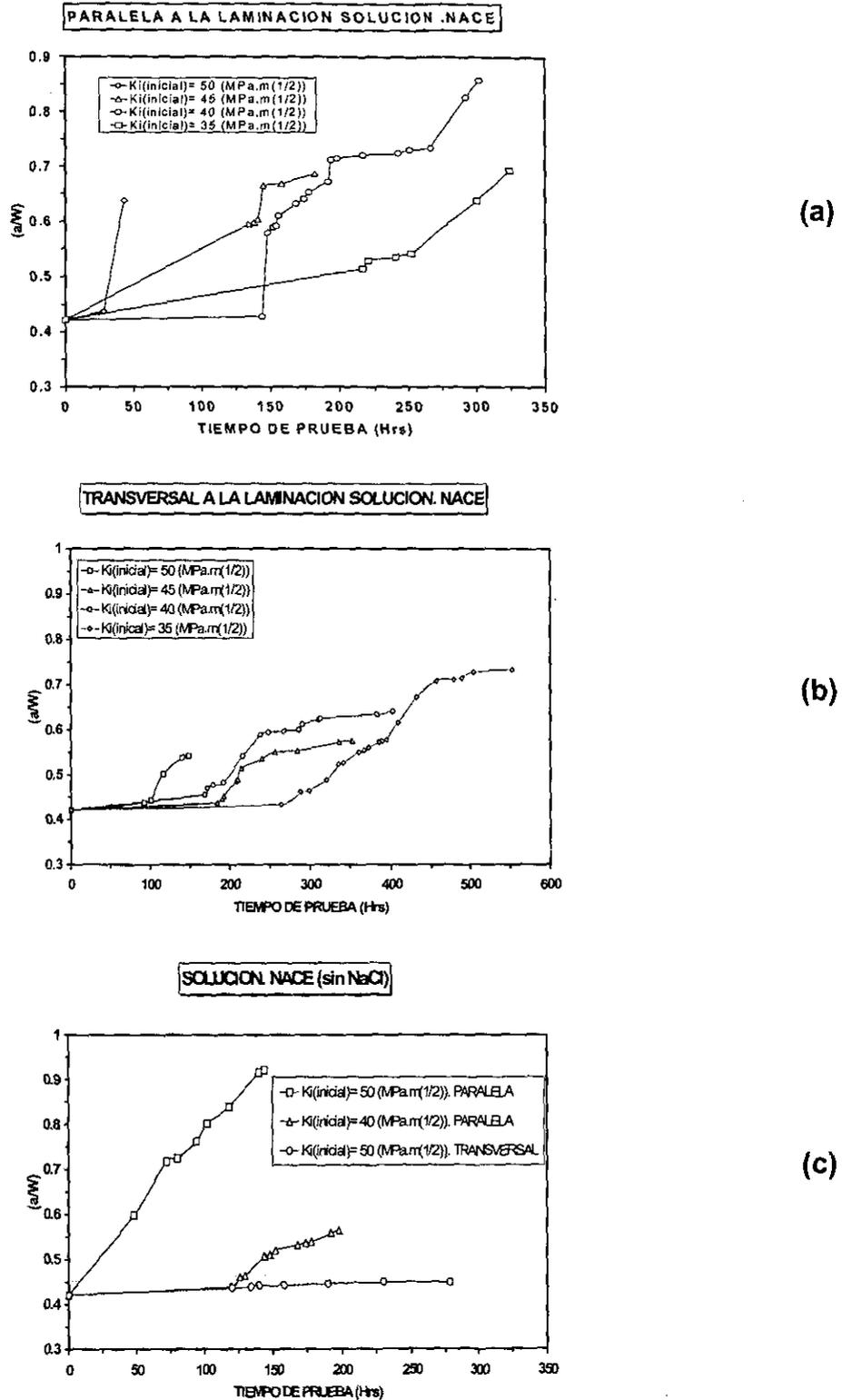
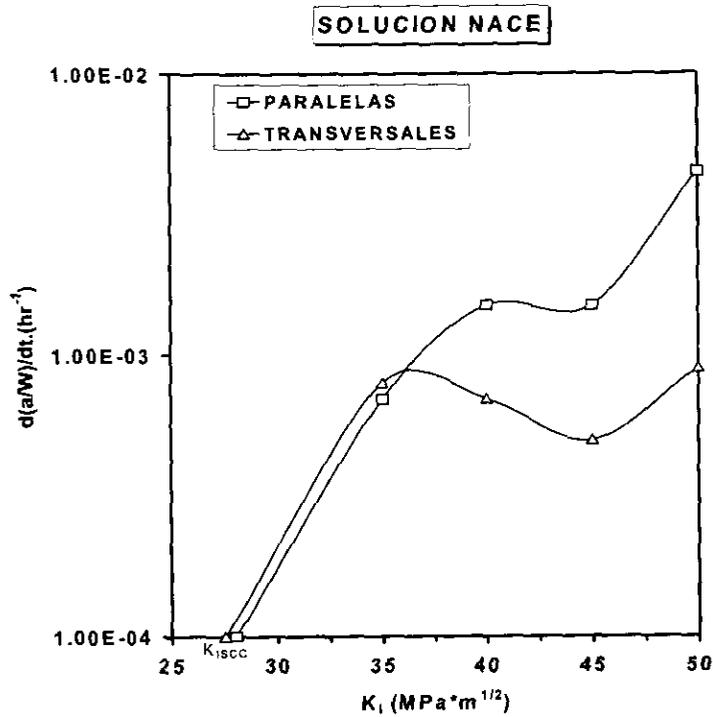
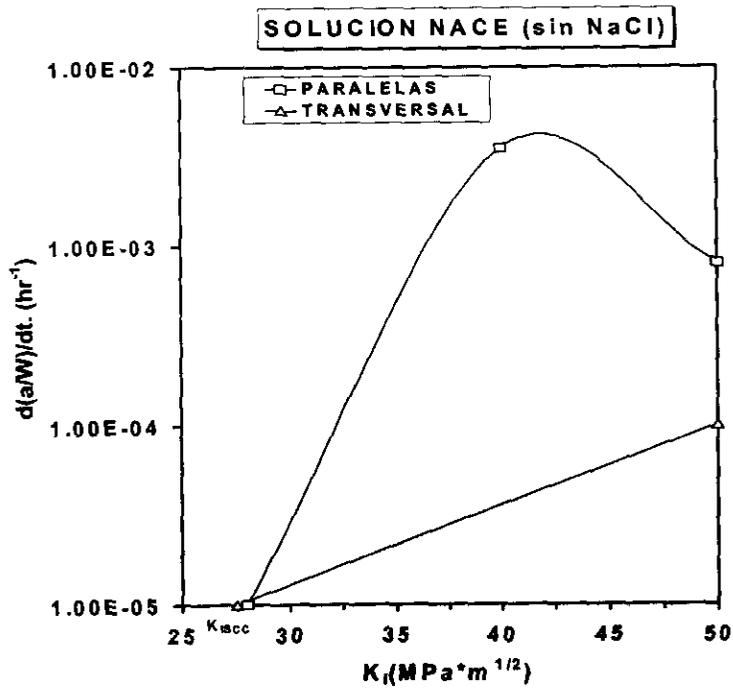


Figura 4.13. Muestra la variación de  $(a/W)$  como una función del tiempo. a) Muestras (T-L), solución NACE. b) Muestras (L-T), solución NACE. c) Muestras (T-L y L-T), solución NACE (sin NaCl).

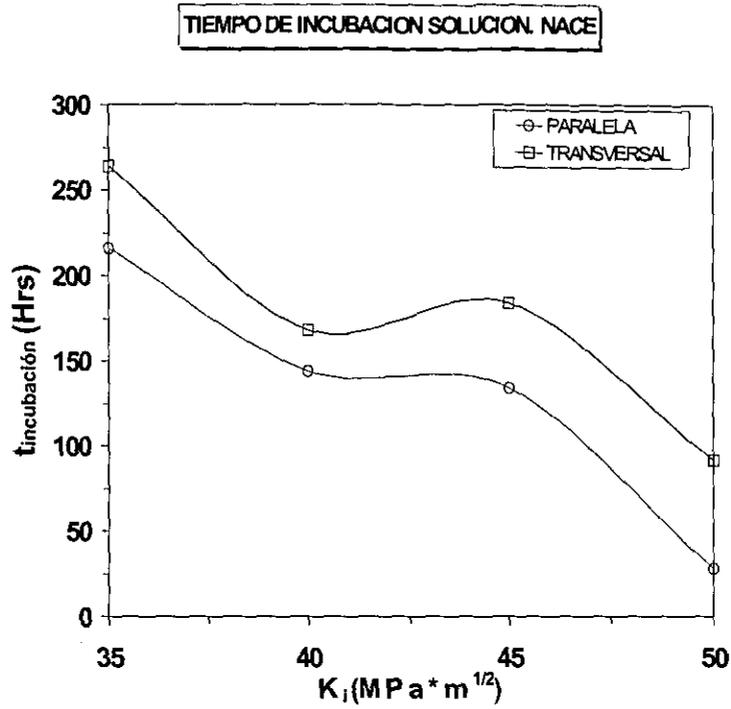


(a)

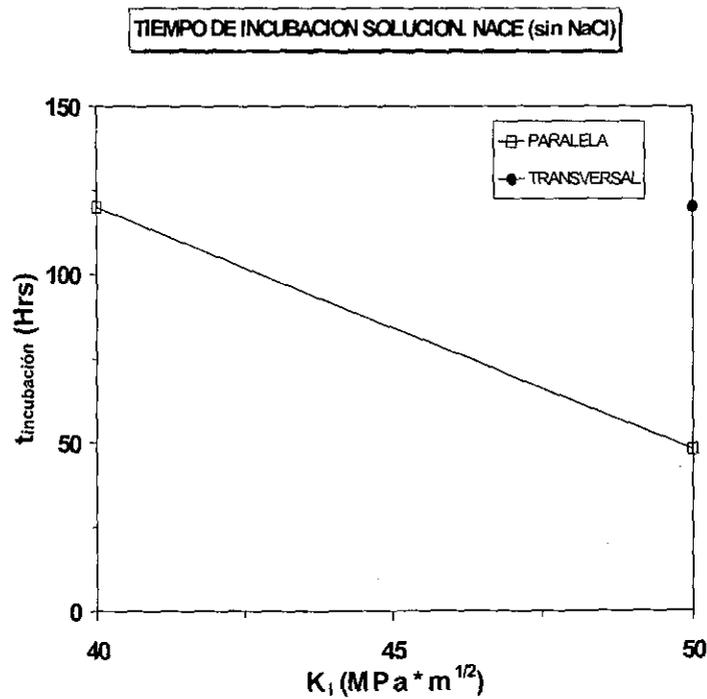


(b)

Figura 4.14 Razón de crecimiento de la velocidad de propagación como una función del esfuerzo aplicado. a) Solución NACE. b) Solución NACE(sin NaCl).



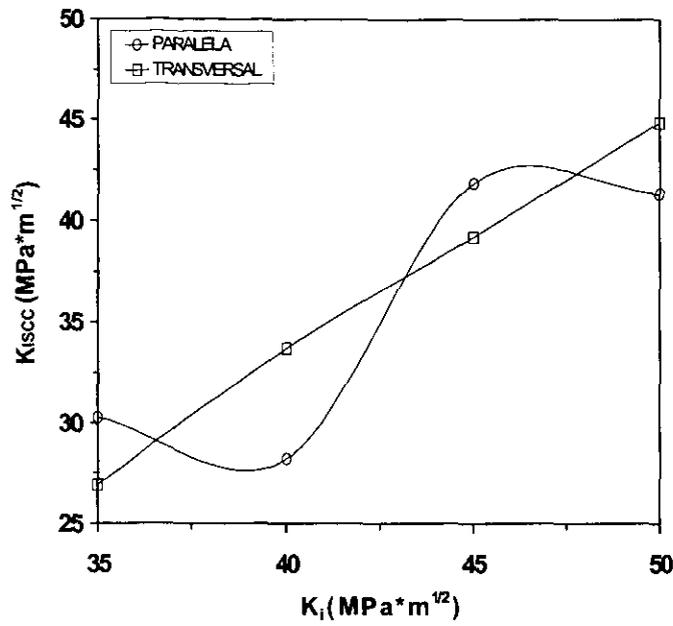
(a)



(b)

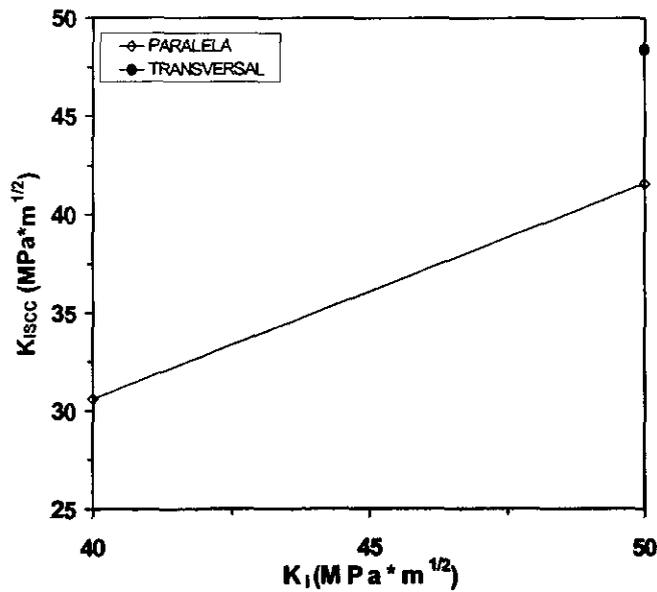
Figura 4.15 Dependencia del tiempo de incubación de las grietas con el esfuerzo aplicado inicialmente en las diferentes soluciones de prueba.

SOLUCION. NACE



(a)

SOLUCION. NACE (sin NaCl)



(b)

Figura 4.16 Relación entre el esfuerzo aplicado y el esfuerzo umbral. a) Solución NACE. b) Solución NACE sin NaCl.

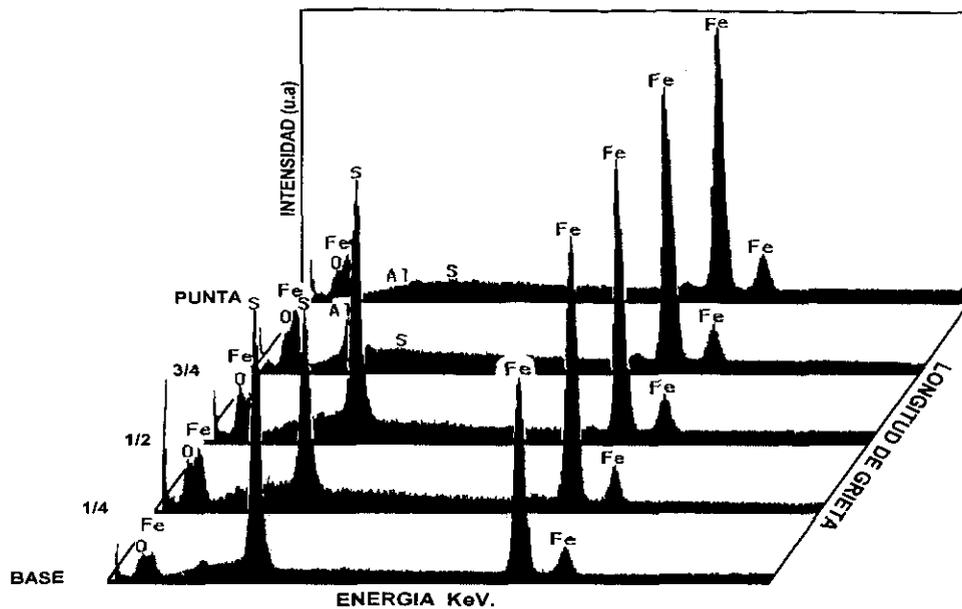


Figura 4.17 Patrones por energía de rayos X (EDX) de la muestra (T-L) cargada a 50  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , expuesta en la solución NACE en los diferentes puntos marcados.

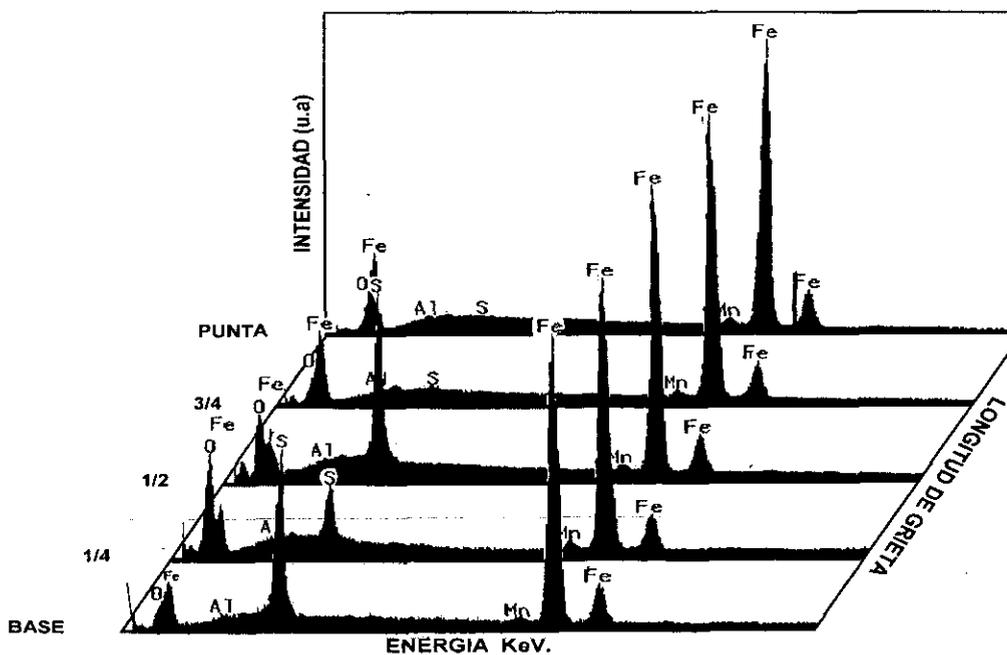


Figura 4.18 Patrones de EDX de la muestra (T-L) a 45  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  expuesta en la solución NACE, en los diferentes puntos de la grieta total.

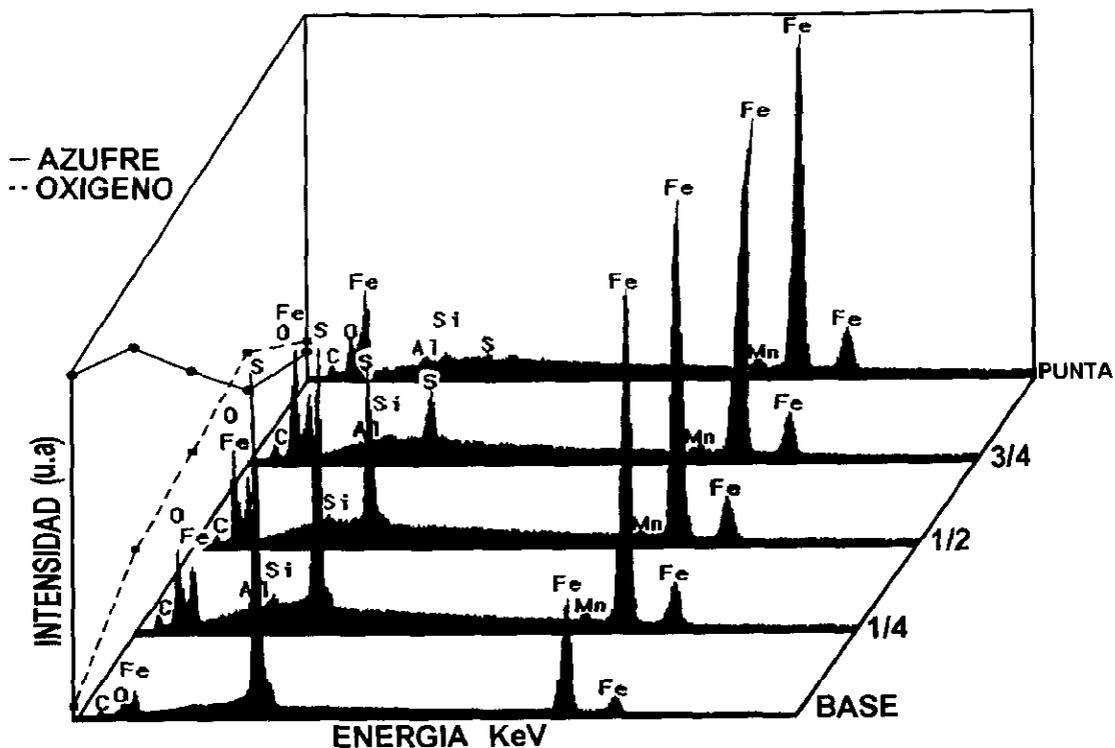


Figura 4.19 Patrones de EDX de la muestra (T-L) a  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  expuesta en la solución NACE, en los diferentes puntos marcados en la grieta total.

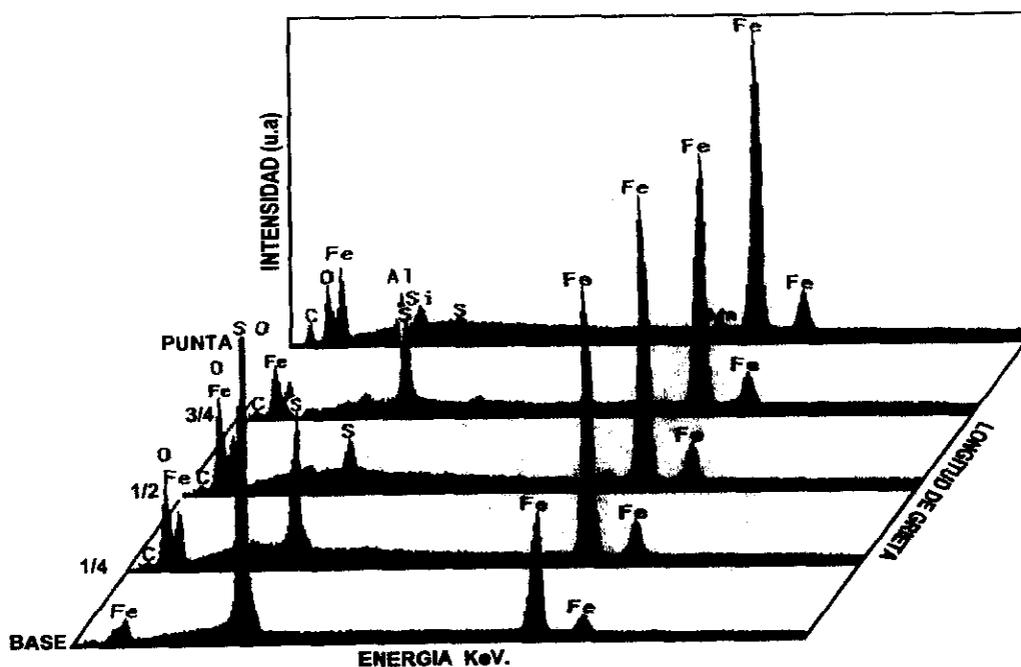
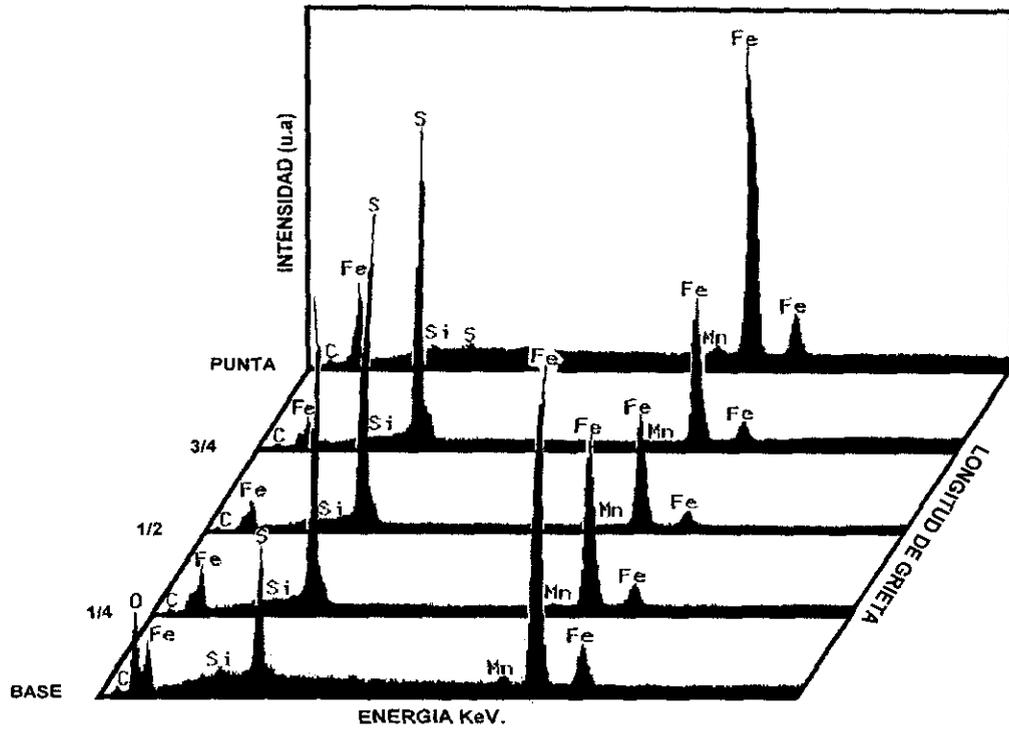
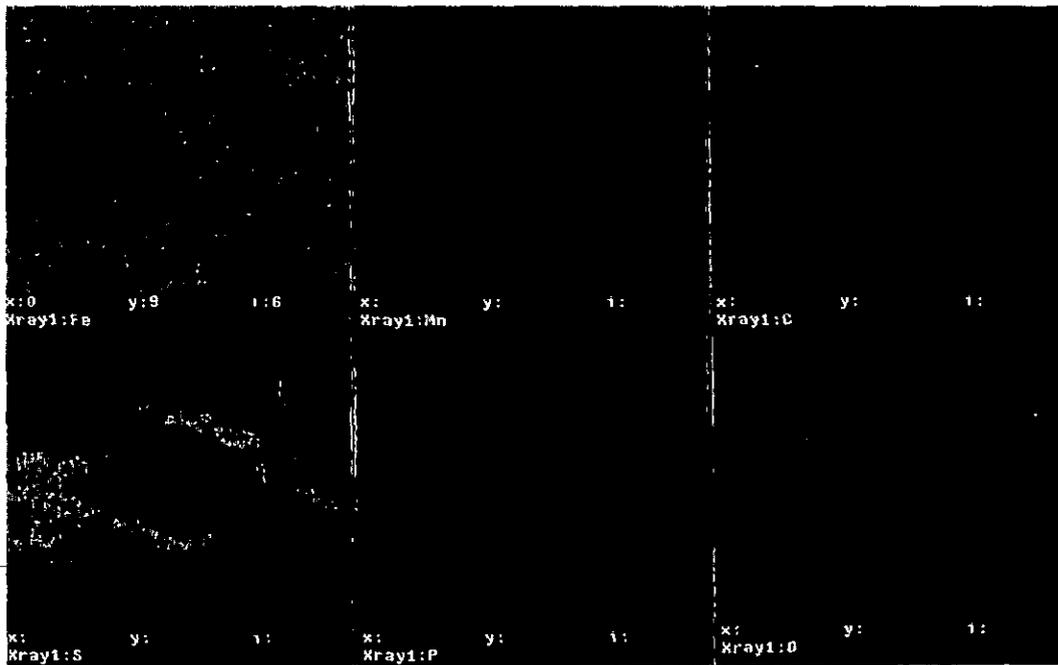


Figura 4.20 Patrones de EDX de la muestra (T-L) a  $35 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  emergida en la solución NACE, en los diferentes puntos de la grieta total.



(a)



(b)

Figura 4.21. (a) Patrones de EDX. (b) Mapa de EDX de los productos de corrosión en la punta de la grieta, muestra (L-T) a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  expuesta en la solución NACE.

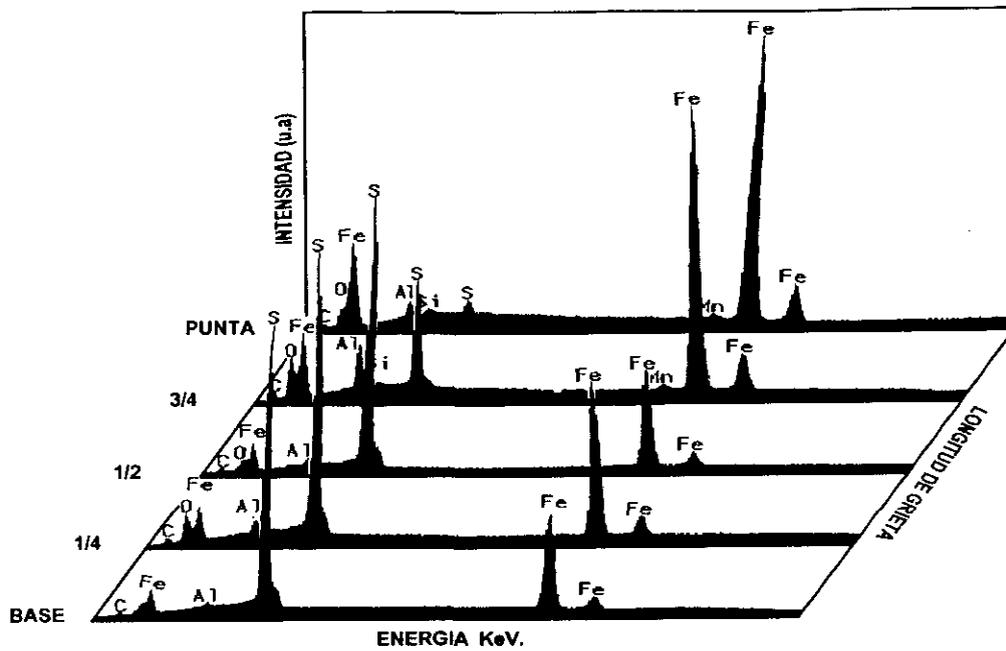


Figura 4.22 Análisis puntuales (EDX) en los diferentes puntos marcados de la longitud total de la grieta, muestra (L-T) cargada a  $45 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  expuesta en la solución NACE.

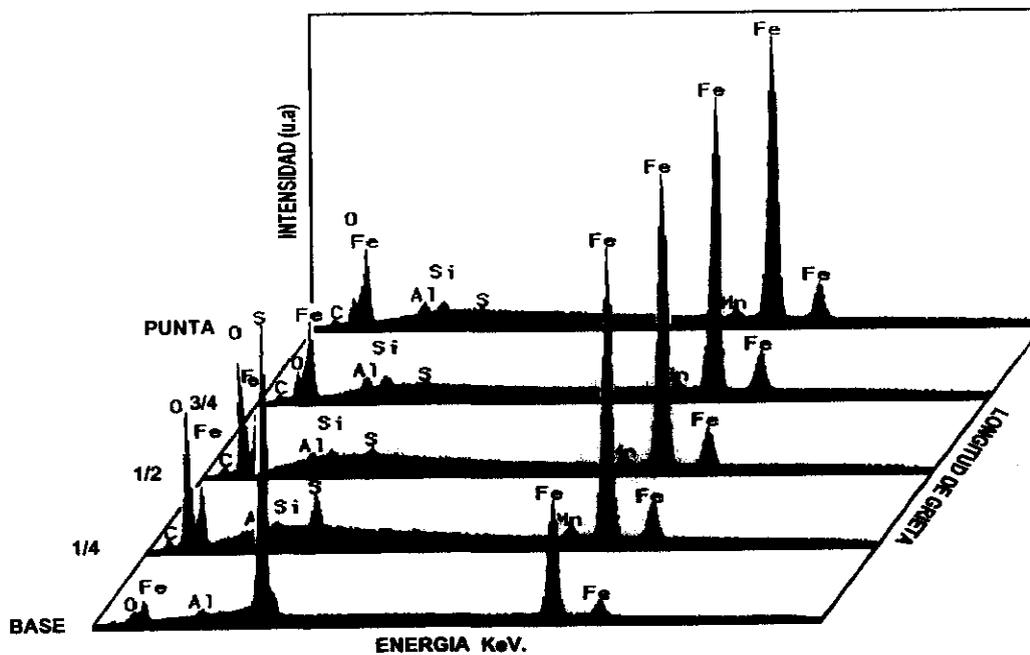


Figura 4.23(a) Análisis puntuales (EDX) en los diferentes puntos marcados de la longitud total de la grieta, muestra (L-T) cargada a  $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , solución NACE.

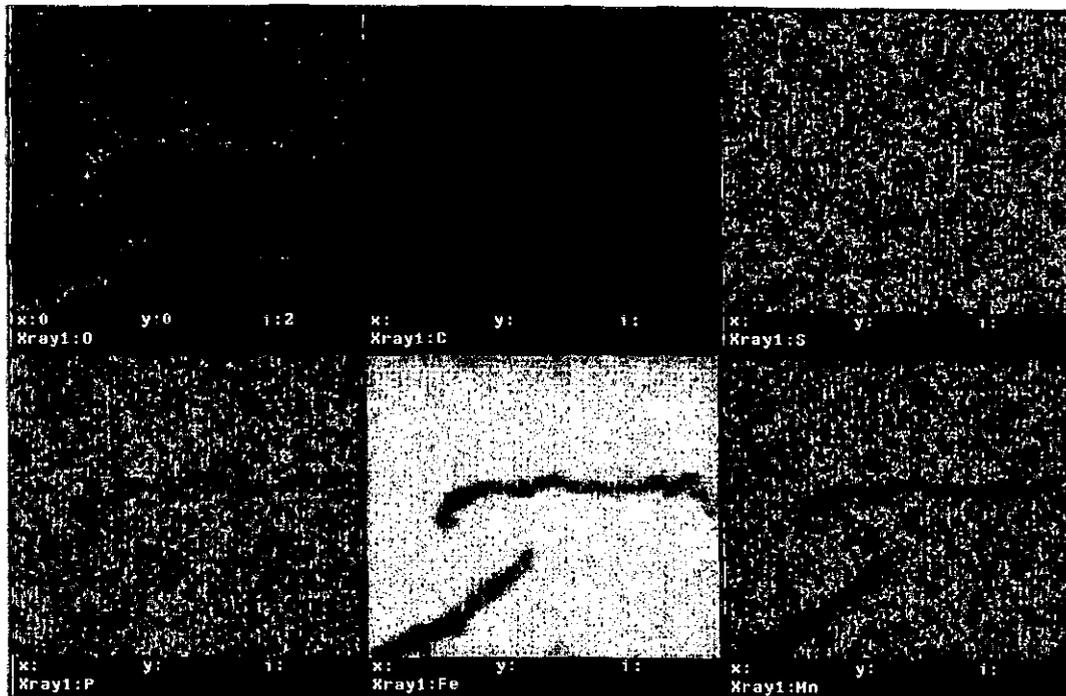


Figura 4.23(b) Mapa de (EDX) de los productos de corrosión en la punta de la grieta, muestra (L-T) cargada a  $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  expuesta en la solución NACE.

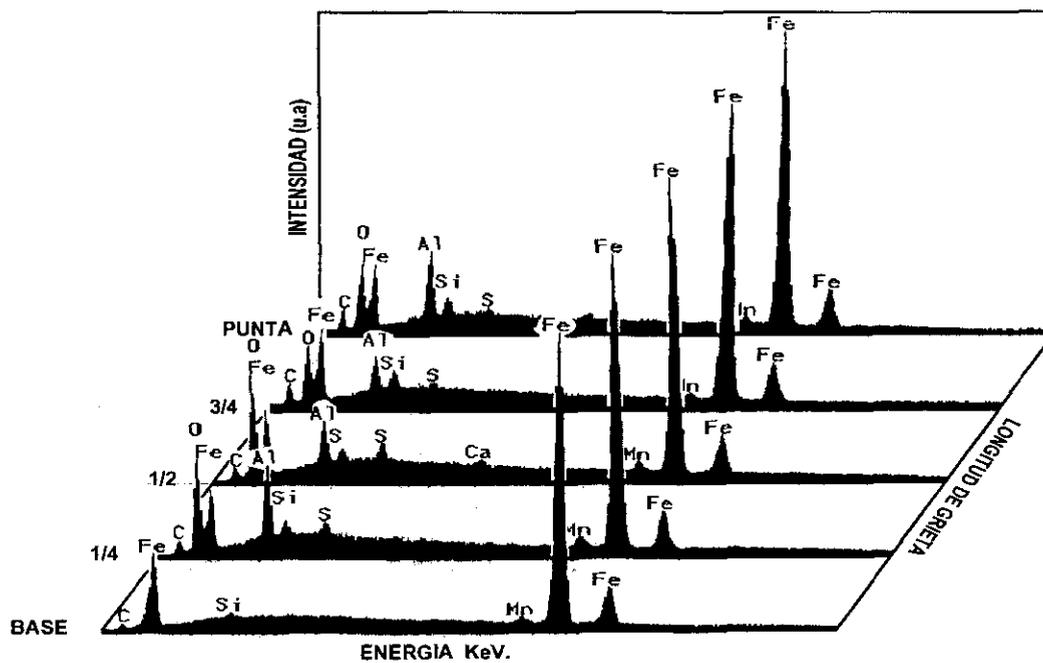


Figura 4.24 Patrones de EDX en los diferentes puntos marcados de la longitud total de la grieta, muestra (L-T) cargada a  $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  expuesta en la solución NACE.

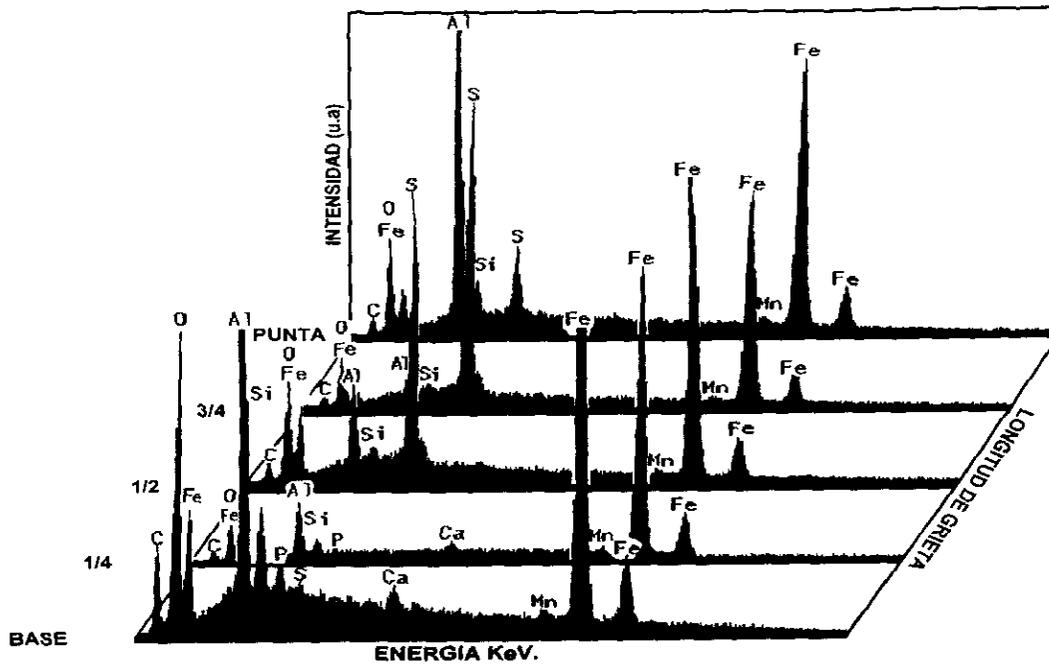


Figura 4.25 Patrones de EDX de la muestra (T-L) cargada a  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  expuesta en la solución NACE sin NaCl en los diferentes puntos marcados.

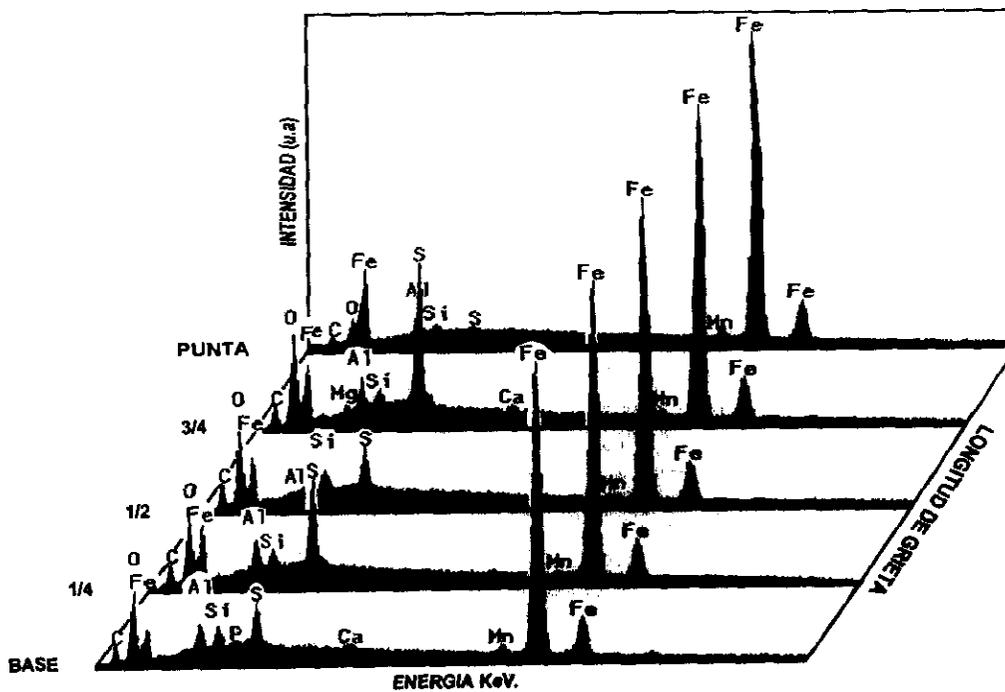


Figura 4.26 Análisis puntuales (EDX) en los diferentes puntos marcados de la longitud total de la grieta, muestra (T-L) cargada a  $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  solución NACE sin NaCl.

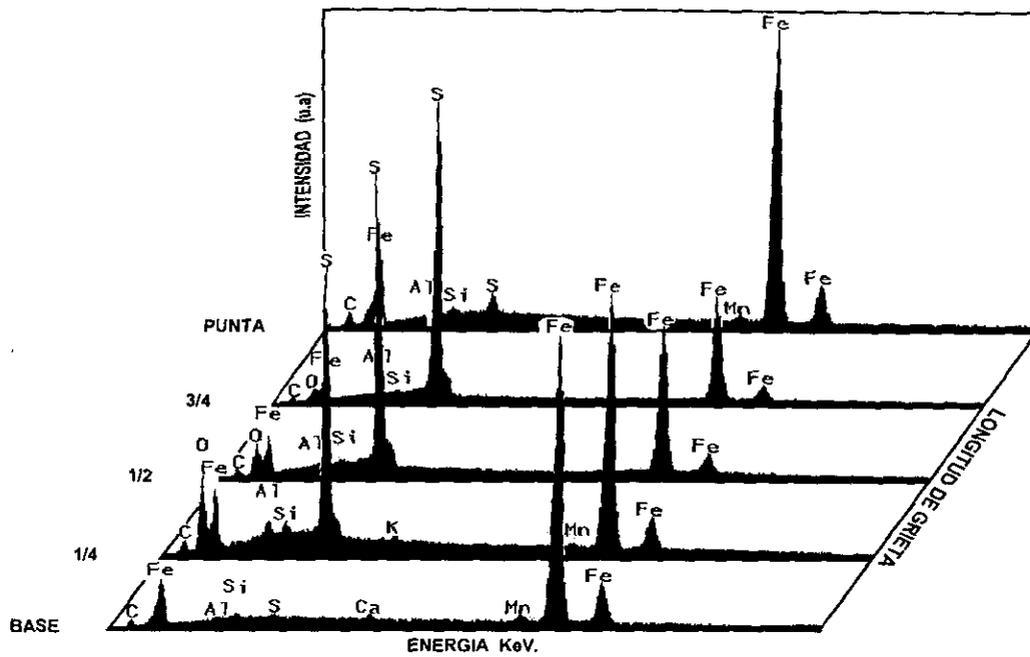


Figura 4.27(a) Análisis puntuales (EDX) de la muestra (L-T) cargada a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  expuesta en la solución NACE sin NaCl en los diferentes puntos marcados.

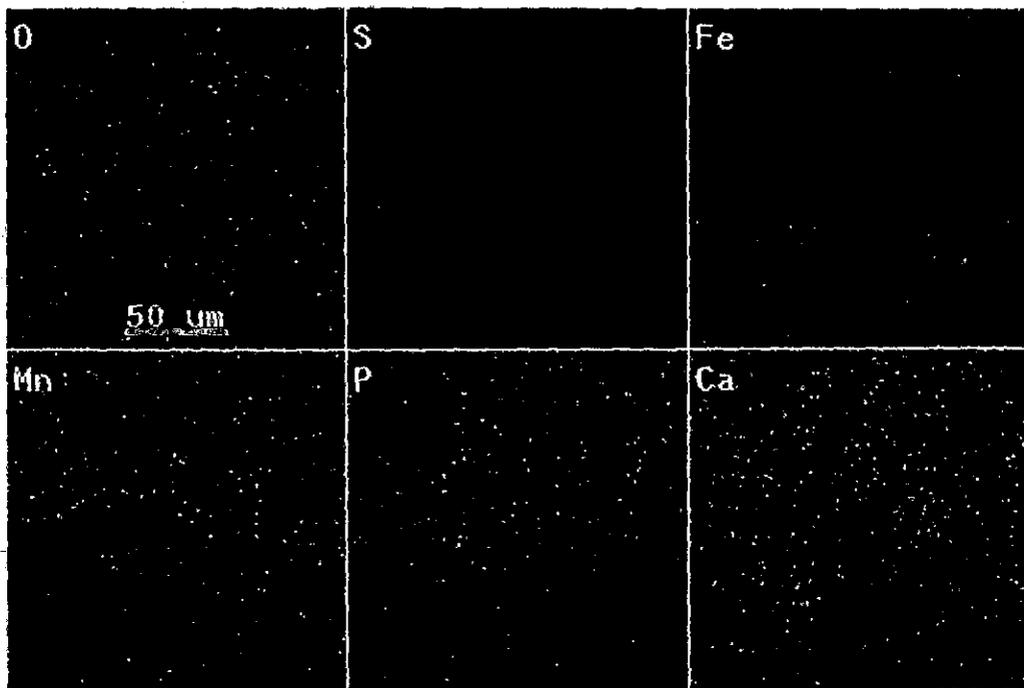


Figura 4.27(b) Mapa de EDX de los productos de corrosión en la punta de la grieta, muestra a  $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  expuesta en la solución NACE sin NaCl.

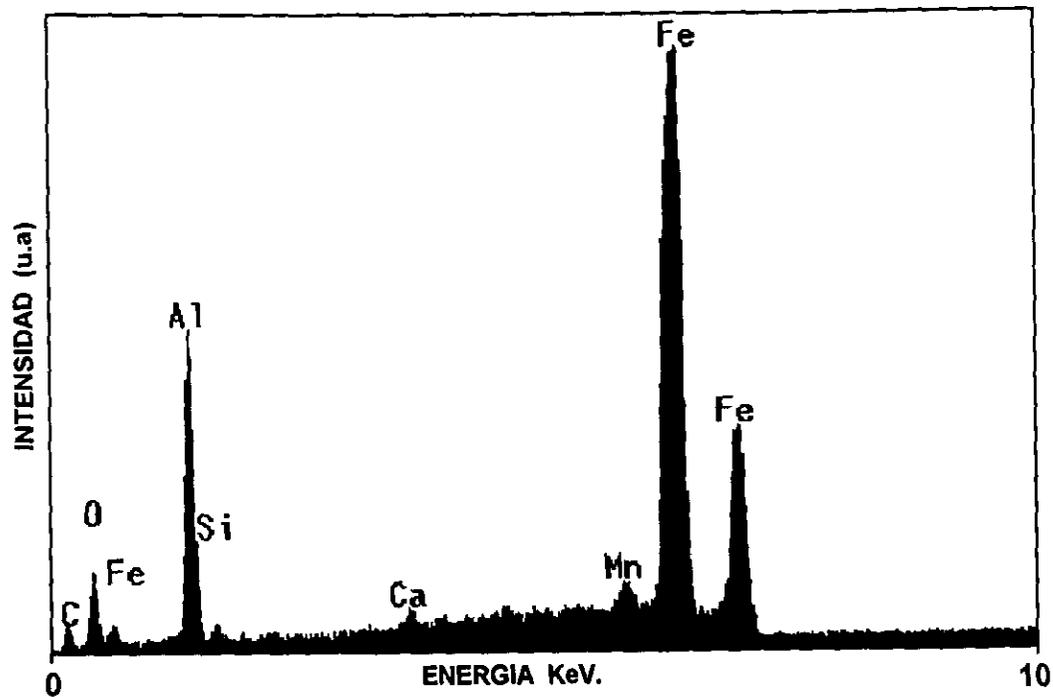
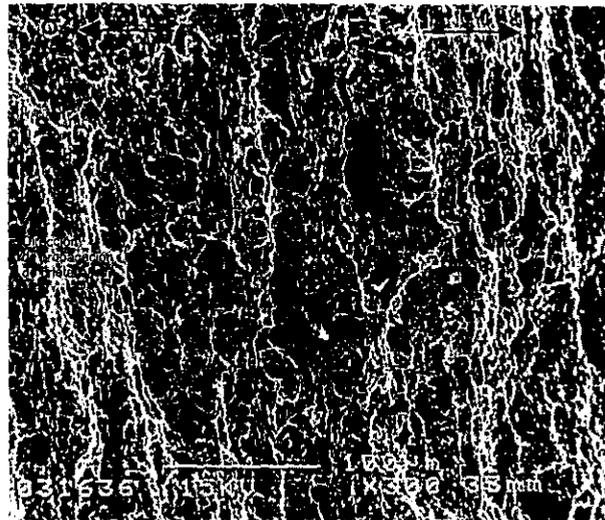
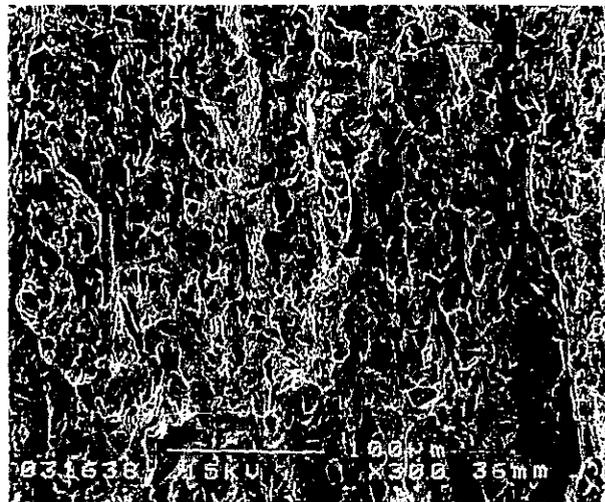


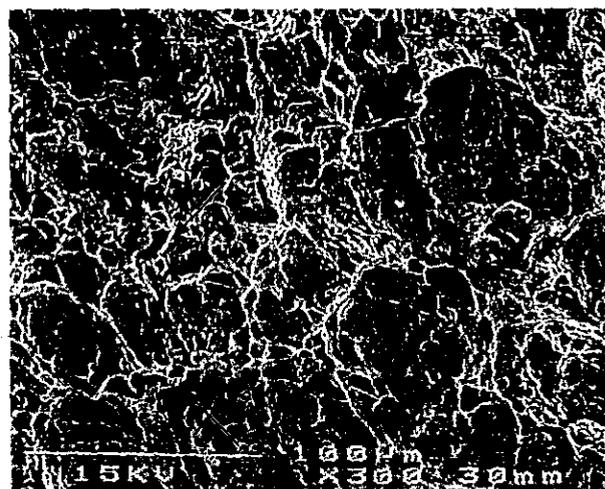
Figura 4.28 Análisis puntual en la base muescada de la muestra (L-T) cargada a 40 MPa·m<sup>1/2</sup> sumergida en la solución NACE sin NaCl.



(a)



(b)

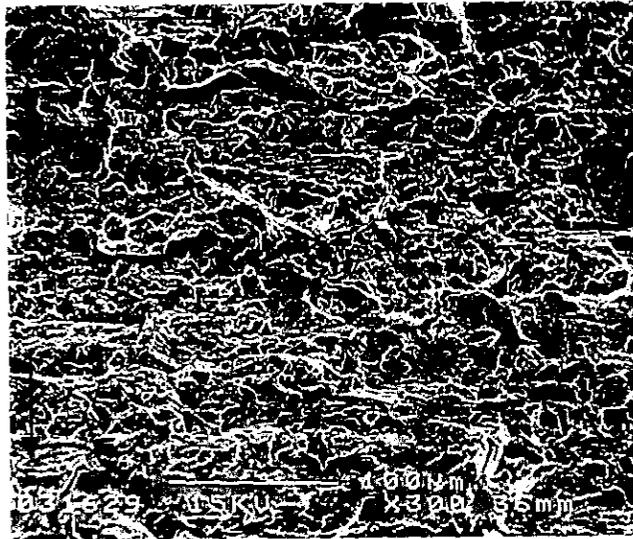


(c)

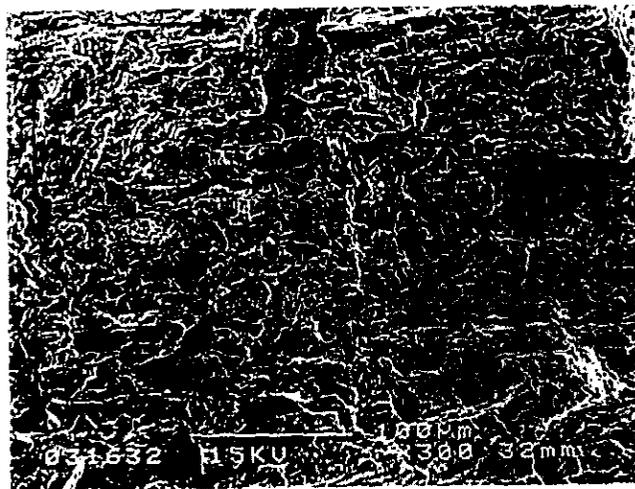
Figura 4.29 Superficies de fractura. a) inicio. b) interfase. c) zona unida. Muestra (T-L) paralela cargada a  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.



(a)

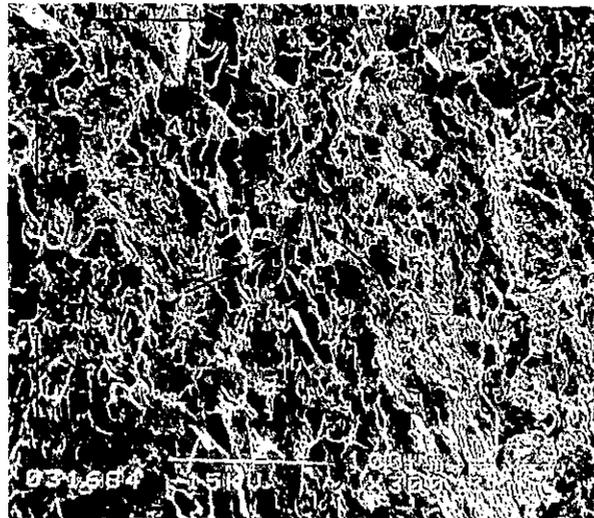


(b)

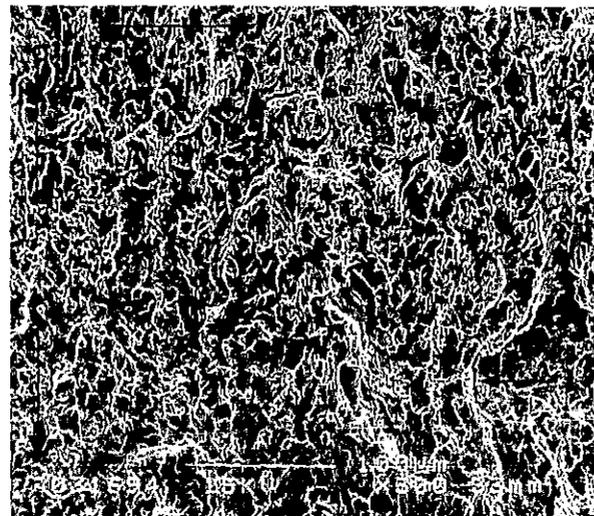


(c)

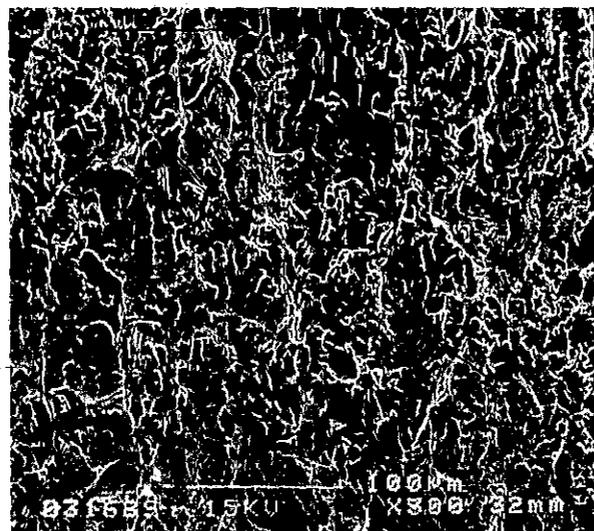
Figura 4.30 Superficies de fractura. a) inicio. b) interfase. c) zona unida. Muestra (T-L) paralela cargada a  $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.



(a)



(b)

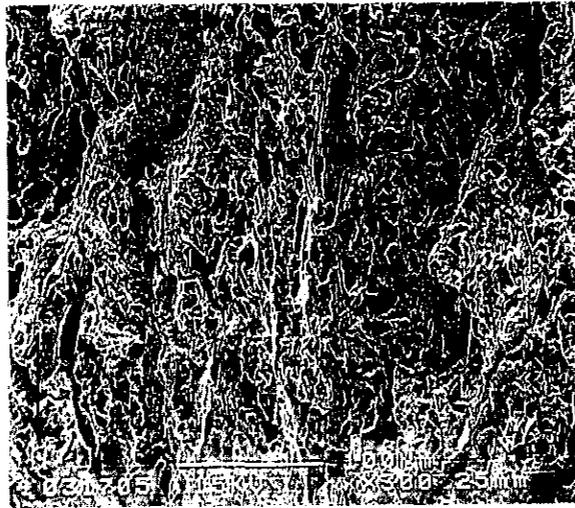


(c)

Figura 4.31 Superficies de fractura. a) inicio. b) interfase. c) zona unida. Muestra (L-T) transversal cargada a  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE.



(a)

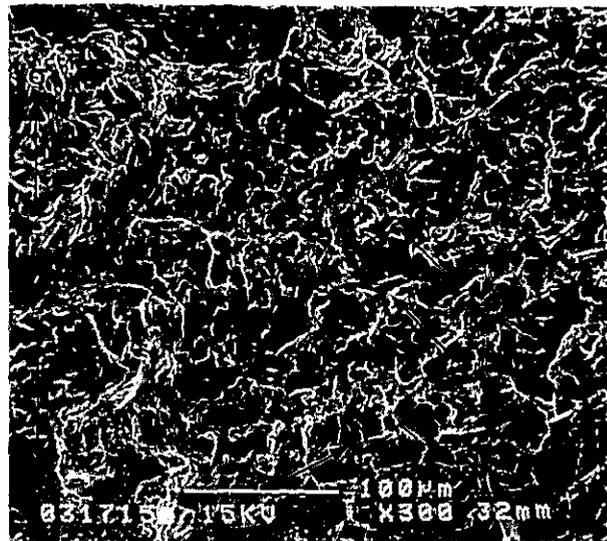


(b)



(c)

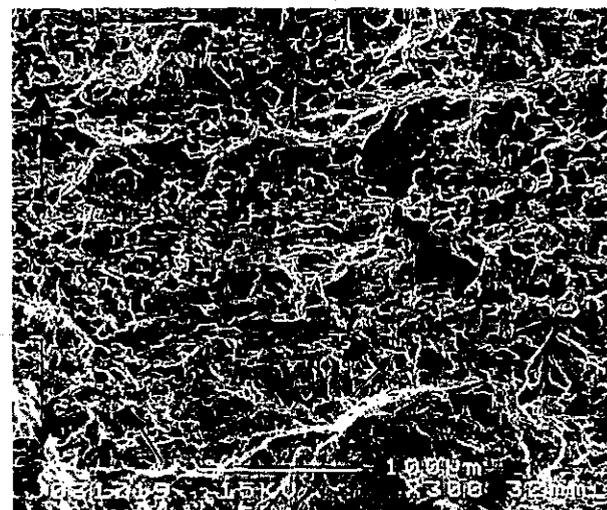
Figura 4.32 Superficies de fractura. a) inicio. b) interfase. c) zona unida. Muestra (L-T) transversal cargada a  $35 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE



(a)



(b)

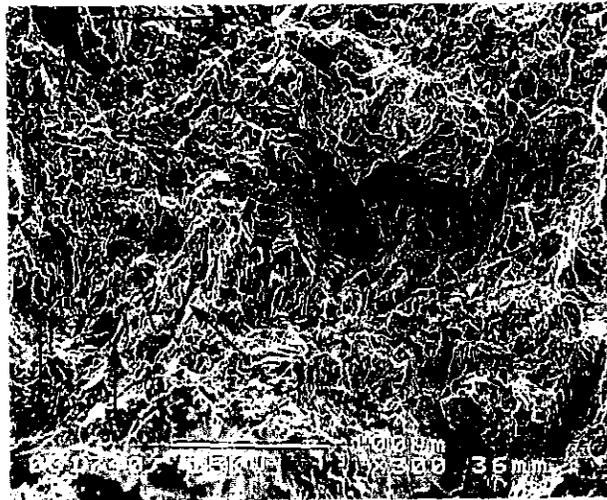


(c)

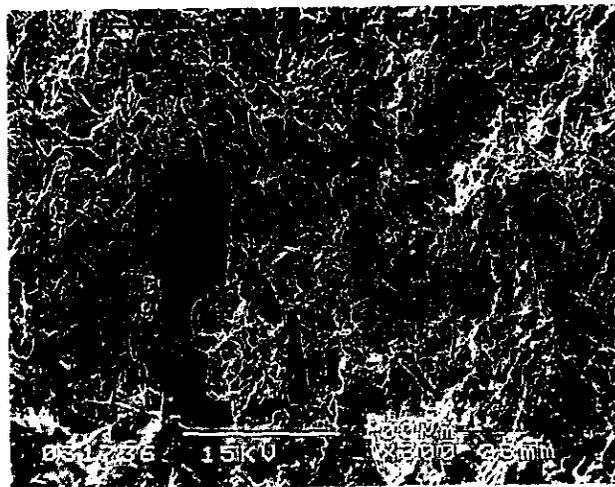
Figura 4.33 Superficies de fractura. a) inicio. b) interfase. c) zona unida. Muestra (T-L) paralela cargada a  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE sin NaCl.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.34 Superficies de fractura. a) inicio. b) interfase. c) zona unida. Muestra (L-T) transversal cargada a  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ . Solución NACE sin NaCl.

## **CAPITULO 5**

### **5. CONCLUSIONES**

1. Las muestras expuestas en agua de mar sintética no presentaron crecimiento de grieta dentro de las condiciones experimentales impuestas, por lo tanto el acero API X-80 no es susceptible al agrietamiento en agua de mar sintética. Sólo se observó disolución.
2. La resistencia del acero en cualquiera de las soluciones NACE y NACE (sin NaCl), y direcciones de laminación esta en función del estado de esfuerzos aplicados.
3. La microestructura en la dirección paralela facilita la propagación de la grieta en las soluciones NACE y NACE (sin NaCl).
4. El crecimiento de las grietas en la dirección paralela a la laminación se relaciona a la unión de cavidades, producidas por el mecanismo de fragilización por hidrógeno.
5. Las grietas en sentido transversal a la laminación presentan una tendencia a desviarse hacia la dirección de la laminación, presentado longitudes de propagación mucho más cortas dentro de las soluciones NACE y NACE (sin NaCl).
6. En la dirección paralela el acero, presenta velocidades de propagación de grieta más grandes en comparación con las transversales en cualquiera de las dos soluciones NACE y NACE (sin NaCl).
7. La punta de la grieta en las muestras T-L en la solución NACE, nunca entra en contacto con la solución, por lo que la grieta se inicia de una manera dúctil pero se propaga de una forma cuasi-frágil.

8. La punta de la grieta en las muestras L-T en la solución NACE, manifiestan que la punta de la grieta se ve afectada por contacto con la solución.
9. Las grietas se propagan por un mecanismo cuasi-frágil, esto se debe al efecto combinado de la deformación plástica y el hidrógeno difundido en la matriz, favoreciendo el agrietamiento por clivaje.

## 5.1 RECOMENDACIONES PARA TRABAJOS POSTERIORES.

De las anteriores conclusiones se desprende la necesidad de realizar investigaciones posteriores a lo largo de las siguientes propuestas:

1. Determinar por microscopía electrónica de transmisión el comportamiento de la deformación plástica producida al frente de la grieta. Con este estudio, se espera relacionar la generación de dislocaciones y su relación con la propagación de la grieta.
2. Probar la resistencia al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo del acero X-80 con un medio acuoso diferente.
3. Determinar la resistencia al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo del acero a temperatura y presión ambiente, mediante modos combinados de esfuerzo I y III (tensión-torsión).
4. Determinar el efecto del fenómeno de agrietamiento en función de la relación ( $a/W$ ), variando las dimensiones de la probeta en función del espesor, con un espesor mayor o menor al utilizado.
5. Desarrollar toda una metodología, para evaluar el campo de la deformación plástica a partir de un régimen elásto-plástico, mediante la implementación de otras variables, tal como la integral J.