UNIVERSIDAD DE CANTABRIA

DEPARTAMENTO DE CIENCIA E INGENIERIA DEL TERRENO Y DE LOS MATERIALES

.

TESIS DOCTORAL

FISURACION INDUCIDA POR HIDROGENO DE ACEROS SOLDABLES MICROALEADOS: CARACTERIZACION Y MODELO DE COMPORTAMIENTO

JOSE ALBERTO ALVAREZ LASO

Santander, Mayo 1998

CAPITULO 5

CARACTERIZACION DE LOS PROCESOS DE FISURACION INDUCIDA POR HIDROGENO DE ACEROS MICROALEADOS

1. INTRODUCCION

El método descrito en el capítulo anterior permite obtener experimentalmente los parámetros macroscópicos que definen los campos locales de tensiones y deformaciones en el frente de una fisura, a través de los que controlan los mecanismos de los procesos de fisuración. De esta manera se pueden caracterizar estos fenómenos en base a las relaciones entre estos parámetros definitorios de la fuerza motriz y la cinética de propagación de una fisura, relaciones del tipo (da/dt)-J. Asimismo como el método, en su aplicación analítica, distingue entre la componente elástica y elastoplástica de los parámetros impulsores, permite aportar información sobre posibles cambios en los mecanismos de rotura local.

Desde el punto de vista experimental se ha justificado que el método se basa en un ensayo de solicitación continua, sin necesidad de provocar interrupciones o discontinuidades en el mismo. Todo ello hace que el método se considere adecuado para la caracterización de los procesos de fisuración inducida por hidrógeno de los aceros microaleados en estudio, que se han mostrado, al menos en diferentes condiciones ambientales, altamente resistentes a tales procesos al desarrollar mecanismos de propagación con fuerte deformación plástica, de forma que los métodos de caracterización convencionales, basados en la MFEL, no han resultado apropiados.

En este capítulo se presenta el proceso experimental y analítico de caracterización de estos procesos, con el objetivo de servir de apoyo para el entendimiento de la influencia de la agresividad del medio y de la velocidad de solicitación en los mecanismos de fisuración que desarrollan cada uno de los aceros en estudio.

2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Existe, por las razones reiteradamente expuestas, un manifiesto interés en la caracterización del comportamiento ante procesos de fisuración inducida de los aceros microaleados en estudio en los medios ambientales propios de su uso en las plataformas petrolíferas. Esto justifica la aplicación de la metodología experimental y analítica establecidas en el capítulo anterior. Como primer paso fue necesario definir y ejecutar el proceso experimental, es decir, seleccionar y preparar las probetas, establecer las condiciones ambientales de los ensayos que reproduzcan las reales de uso de los materiales y realizar los ensayos en las condiciones necesarias para cubrir el análisis que se pretende abordar.

2.1. Selección y preparación de probetas

La metodología analítica descrita en el Capítulo 4 se aplica a los resultados experimentales obtenidos en ensayos de carga-desplazamiento en probetas del material bajo diferentes condiciones ambientales y condiciones de solicitación. Como este proceso analítico se basa en la caracterización de la integral *J* y su relación con la cinética de propagación de las fisuras en el material en estudio, la preparación de la metodología experimental y el desarrollo de los ensayos se realizaron de acuerdo a las recomendaciones y normas de aplicación para los ensayos de caracterización de la tenacidad de materiales basados en el concepto

de la integral *J* [151,174] , aunque la metodología analítica a seguir difiera de ellos.

Se eligieron probetas de tipo compacto (CT) de los dos aceros en estudio, E500 y E690, ya que para ellas se hizo el estudio analítico detallado en el capítulo previo. Para la elección de sus dimensiones se tuvo en cuenta la geometría de los cupones disponibles de cada material, adecuándose al tamaño máximo posible para evitar el efecto que el espesor ejerce sobre la resistencia a los procesos de fisuración y al espesor recomendado para estos ensayos de acuerdo con la norma ASTM E813-89 [174], dado por la relación:

$$B > 25 \frac{J_{0.2BL}}{s_{\gamma}} \tag{5.1}$$

Considerando los valores de $J_{0.2BL}$ y de s_Y obtenidos en la caracterización de la tenacidad y resistencia mecánica de estos materiales, presentada en el Capítulo 3, la expresión anterior sugiere emplear probetas de al menos 50 mm para el acero E500 y de 12 mm para el acero E690.

Aun cuando para la caracterización de procesos de fisuración subcrítica no se ha desarrollado una metodología normalizada, diferentes autores [124,126,175] señalan que debe adoptarse en estos casos como espesor mínimo el de la relación:

$$B > 2.5 \left(\frac{K_{Iscc}}{\sigma_{Y}}\right)^{2}$$
(5.2)

Esta limitación, teniendo en cuenta los valores umbrales del factor de intensidad de tensiones obtenidos en ensayos convencionales de CBT y presentados también en el Capítulo 3, conduce, para las condiciones menos agresivas, a espesores mínimos de 25 mm para el acero E500 y de 15 mm para el acero E690.

Apoyándose en todo lo anterior y teniendo en cuenta que la caracterización a realizar de los procesos de fisuración inducida por hidrógeno se basa en el concepto de integral *J*; finalmente, se decidió mecanizar probetas compactas de

25 mm de espesor. Una vez mecanizadas las probetas, previamente a su ensayo, se prefisuraron por fatiga hasta llevar la longitud de fisura inicial a un valor próximo a 30 mm, para alcanzar una relación $\frac{a_0}{W}$ de 0.6. La prefisuración se realizó de acuerdo con las normativas existentes.

Una vez realizada la prefisuración por fatiga y en un intento de limitar el crecimiento de la fisura a un solo plano normal a la dirección de aplicación de la fuerza se realizaron ranuras laterales en ambos lados de la superficie de la probeta. Se seleccionó un valor medio de profundidad 0.2B y el mayor ángulo posible, 90°, reproduciendo las condiciones utilizadas en los ensayos de caracterización de la tenacidad al aire de los mismos materiales.

2.2. Condiciones de ensayo

La simulación del ambiente agresivo en el que llevar a cabo los ensayos se realizó bajo la consideración de que los materiales en los ensayos convencionales previos se habían mostrado insensibles a la presencia de agua marina y susceptibles a la fisuración inducida por hidrógeno, tras un proceso de carga catódica a diferentes niveles de densidad de corriente. De este modo se estableció un proceso de polarización catódica sobre las probetas similar al realizado en los ensayos sobre probetas del tipo DCB, proceso descrito con detalle en el Capítulo 3. La polarización se inició 40 horas antes del comienzo del proceso de solicitación mecánica, manteniéndose de forma constante a fin de alcanzar en ese momento en la probeta una distribución uniforme de hidrógeno. El proceso de polarización catódica se mantuvo asimismo durante la ejecución del ensayo mecánico.

La carga mecánica se aplicó utilizando una máquina Servosis M 1000 de bancada horizontal de pequeña velocidad de desplazamiento, con una capacidad máxima de 100 kN y una velocidad de desplazamiento mínima de 4.1·10⁻¹¹ m/s. La carga se ejerce sobre las probetas a través de unas horquillas unidas al actuador mediante una rótula con el fin de evitar la aparición de posibles momentos flectores sobre la probeta. Durante cada ensayo se obtuvieron valores continuos de carga y desplazamiento del actuador de la

máquina, así como del desplazamiento que define la abertura de la fisura, el cual se determinó mediante un extensómetro tipo COD colocado sobre la probeta en la línea de carga. El registro continuo de estos parámetros constituye el requisito único para la aplicación de la metodología analítica de caracterización expuesta. La Figura 5.1 muestra un esquema del montaje efectuado para la realización del ensayo.



Figura 5.1. Esquema del montaje utilizado en la experimentación

Finalizado cada ensayo al consumarse la fisuración completa del ligamento de probeta existente, sobre las superficies de rotura de las dos mitades de cada probeta ensayada se realizó un exhaustivo estudio fractográfico por microscopía electrónica. Mediante un barrido de la zona de propagación en la dirección del crecimiento, se determinó en cada punto el aspecto de la superficie de la fisura generada. Este barrido fractográfico se realizó sobre el eje de simetría de la probeta y en las proximidades de la superficie exterior, a una distancia de 1 mm del fondo de la ranura lateral. El objetivo de estos barridos paralelos era determinar posibles diferencias en los mecanismos de propagación de una probeta en función de la distancia a la superficie de entrada del hidrógeno, es decir, de la posible existencia de diferencias en su concentración.

2.3. Aplicación

Para estudiar la sensibilidad de los aceros en estudio frente a los procesos de fisuración inducida por hidrógeno se decidió realizar ensayos bajo diferentes condiciones de agresividad, variando tanto la densidad de corriente como la velocidad de solicitación.

Para los materiales en estudio, E500 y E690, se emplearon tres densidades de corriente 1 mA/cm², 5 mA/cm² y 10 mA/cm², y en cada caso diferentes velocidades de solicitación en el intervalo comprendido entre 8.2·10⁻¹⁰ y 4.1·10⁻⁷ m/s. Como la metodología aplicada requiere de ensayos de referencia, se tomarán como tales aquéllos que, tras definir en ellos el estado tensional existente, permitan deducir los estados del mayor número posible de otros ensayos.

La Tabla 5.1 recoge un resumen de los diferentes ensayos realizados. Como en ella puede observarse, ambos aceros sometidos a la densidad de corriente intermedia 5 mA/cm² se ensayaron en todo el rango de velocidades. Tomando estas dualidades material-ambiente como referencia para el análisis de la influencia de la velocidad de solicitación, en las otras dualidades se realizaron también ensayos a diferentes velocidades, pero sin cubrir tan amplio rango. Igualmente puede observarse en la tabla que dos probetas fueron ensayadas con dos velocidades distintas para apreciar el efecto del cambio de solicitación dentro de una misma probeta. Finalmente, en ella también se aprecia que en el acero E500 no se han realizado ensayos a 1 mA/cm², dado que en estas condiciones estos aceros no se muestran susceptibles a la FIH, como se puede observar en los resultados que ofrece la Tabla 3.6.

2.4. Resultados

El proceso experimental aporta las curvas de correlación carga-desplazamiento de cada uno de los ensayos realizados. Las Figuras 5.2 y 5.3 muestran, a modo de ejemplo, un conjunto de ensayos, los realizados respectivamente sobre ambos aceros a 5 mA/cm². El Anejo A, "*Resultados de ensayos de caracterización de los procesos de fisuración inducida por hidrógeno en aceros microaleados*", recoge todos ellos.

E500		E690		
Densidad de corriente	Velocidad de desplaz.	Densidad de corriente	Velocidad de desplaz.	
(mA/cm ²)	(m/s)	(mA/cm²)	(m/s)	
-	-	1	$4.1 \cdot 10^{-8}$	
-	-	1	4.1·10 ⁻⁹	
-	-	1	8.2·10 ⁻¹⁰	
5	$4.1 \cdot 10^{-7}$	5	4.1·10 ⁻⁷	
5	8.2·10 ⁻⁸ (*)	5	$4.1 \cdot 10^{-8}$	
5	$4.1 \cdot 10^{-8}$	5	8.2·10 ⁻⁹	
5	4.1·10 ⁻⁹	5	6.2·10 ⁻⁹	
5	8.2·10 ⁻¹⁰	5	4.1·10 ⁻⁹	
5	8.2.10 ⁻¹⁰ (*)	5	$8.2 \cdot 10^{-10}$	
10	8.2·10 ⁻⁸ (**)	10	4.1.10-7	
10	$4.1 \cdot 10^{-9}$	10	4.1·10 ⁻⁸	
10	8.2.10 ⁻¹⁰ (**)	10	$4.1 \cdot 10^{-9}$	

Tabla 5.1. Relación de las condiciones de los ensayos realizados

(*), (**): Una misma probeta



Figura 5.2. Curvas características Carga-Desplazamiento en el acero E500



Figura 5.3. Curvas características Carga-Desplazamiento en el acero E690

La observación fractográfica de cada una de las probetas ensayadas, tras la rotura de las mismas, ha permitido la obtención de micrografías que cubren las diferentes tipologías o mecanismos de rotura encontrados. Las micrografías de la Lámina 5.1 ofrecen un muestrario de las grandes diferencias encontradas. El Anejo A recoge también el análisis fractográfico completo realizado sobre cada muestra ensayada.

3. METODOLOGIA ANALITICA

Sobre los resultados obtenidos en el proceso experimental, curvas como las que muestran las Figuras 5.2 y 5.3, se aplica la metodología analítica establecida en el capítulo precedente. Un primer paso requiere su aplicación sobre los ensayos de referencia para la determinación del estado tensional en que se encuentran los ensayos. Bajo el estado determinado, en un segundo paso, se aplica la metodología a todos los ensayos realizados.



Lámina 5.1. Ejemplos de diferentes tipos de rotura observados en la fractografía: (a) Mixto (clivaje + intergranular) (b) Clivaje (c) Microhuecos

3.1. Ensayos de referencia

La aplicación de la metodología analítica desarrollada en el capítulo anterior se basa en primer lugar en la elección de las condiciones de solicitación más próximas a la realidad para cada ensayo realizado. Para determinar las condiciones, tensión o deformación planas, que reproducen con mejor exactitud el estado real de cada probeta, se han seleccionado los ensayos que en cada material van a estar más próximos a las condiciones de tensión plana y se ha comparado su comportamiento real con el previsto para estados de tensión plana y deformación plana. Se ha considerado que estos ensayos son los que corresponden a las situaciones de mínima agresividad del ambiente, ya que cuanto mayor sea el efecto de la presencia de hidrógeno se ha demostrado que las condiciones se aproximan más a las de deformación plana [173]. Así se establecen los ensayos de referencia, ya que si en ellos el estado es ya suficientemente próximo a deformación plana el resto de ensayos se analizará bajo estas condiciones. Si no fuera así, sería necesario iterar el análisis sobre nuevas probetas de referencia, ensayadas en ambiente con un nivel de agresividad cada vez superior.

Para el acero E500 se ha tomado como ensayo de referencia el realizado a 5 mA/cm² y una velocidad de solicitación de 4.1·10⁻⁸ m/s. Aunque se trató de analizar como referencia el ensayo realizado a 4.1·10⁻⁷ m/s, problemas de inestabilidad en la probeta impidieron unos resultados adecuados para ello, por lo que en principio este ensayo quedaría fuera del marco de referencia del utilizado. Para el acero E690 el ensayo de referencia ha sido el realizado en las condiciones de mínima agresividad, 1 mA/cm² y velocidad de solicitación de 4.1·10⁻⁸ m/s, cuyo análisis se ha mostrado en el capítulo anterior.

Para estos ensayos de referencia se obtuvieron en cada momento los valores de carga y desplazamiento y se determinaron periódicamente valores de la longitud de fisura, mediante descargas elásticas. Siguiendo la metodología presentada en el Capítulo 4, se han obtenido las curvas carga-desplazamiento características de los estados de deformación plana y tensión plana, apoyándose en el dato de la longitud de fisura real, y se comparan con la curva propia del ensayo. La

Figura 5.4 muestra las curvas, real y teórica, propias del ensayo de referencia del acero E500 y la Figura 5.5 las correspondientes al ensayo del acero E690.



Figura 5.4. *Curvas P-COD en condiciones de tensión plana y deformación plana y comparación con la curva experimental del ensayo de referencia del acero E500*



Figura 5.5. *Curvas P-COD en condiciones de tensión plana y deformación plana y comparación con la curva experimental del ensayo de referencia del acero E690*

El análisis de las curvas anteriormente presentadas muestra la aproximación de las previsiones del modelo analítico para estados de deformación plana al comportamiento real de ambos aceros para las correspondientes condiciones de ensayo. Teniendo en cuenta que estos dos ensayos se realizaron bajo las condiciones más próximas a estados de tensión plana, entre los realizados en medio agresivo en ambos aceros, y tras observar que las previsiones de deformación plana en los mismos ofrecen una aproximación suficiente al comportamiento real obtenido, se decidió aplicar el modelo de comportamiento de deformación plana en el resto de los ensayos, considerándolo inicialmente representativo de la situación real salvo para el ensayo realizado a 4.1·10⁻⁷ m/s y 5 mA/cm² del acero E500.

3.2. Proceso analítico sobre los resultados de los ensayos

A partir de las curvas *P-COD* obtenidas experimentalmente, siguiendo la metodología analítica descrita en el Capítulo 4, se determinó en primer lugar para cada ensayo la evolución de la longitud de fisura. De ella la velocidad de propagación *da/dt*, representada en función del desplazamiento medido *COD* y también de la fuerza motriz de fisuración medida a través de la integral *J*, parámetro obtenido en cada punto del ensayo. Al determinarse tanto la parte elástica como la plástica de esta integral *J*, en aquellos casos en que su valor corresponde al dominio elástico, la relación *da/dt-J* ha sido directamente sustituida por la clásica *da/dt-K*_I. Así, las Figuras 5.6 a 5.9 muestran las gráficas correspondientes al análisis realizado sobre los resultados de la probeta de acero E690 ensayada a 5 mA/cm² y 4.1·10⁻⁷ m/s de velocidad de solicitación. Las gráficas representativas del proceso analítico seguido para todas las probetas ensayadas se recogen de forma global en el Anejo A.

Aun cuando no todas las probetas manifiestan comportamientos similares, todas presentan el suyo enmarcado en un patrón tipo que, a partir de los resultados obtenidos, es posible modelizar a través de varios parámetros que caracterizan el proceso propio del conjunto material-ambiente-solicitación. Este comportamiento patrón se presenta en la Figura 5.8 en base a la relación clásica da/dt- K_I , aunque igualmente puede utilizarse la directamente obtenida da/dt-J, como aparece en la Figura 5.9.



Figura 5.6. Evolución de la velocidad de propagación de fisura deducida de la curva P-COD



Figura 5.7. Evolución de la velocidad de propagación frente a la longitud de fisura



Figura 5.8. Comportamiento patrón del proceso de propagación a través de una curva da/dt-K_I



Figura 5.9. Comportamiento patrón del proceso de propagación a través de una curva da/dt-J

Así, se puede decir que existe un factor de intensidad de tensiones umbral, K_{thr} , a partir del cual se inicia la propagación subcrítica. Esta etapa de propagación subcrítica se caracteriza por una velocidad $(da/dt)_{sc}$ cuasi-constante con el factor de intensidad de tensiones, K_I . Este proceso de fisuración subcrítico se extiende hasta un valor de K_I crítico, K_c , donde sobreviene un crecimiento más rápido e inestable de la fisura. Esta etapa está asociada a una descarga de la probeta. A partir del valor citado, K_c , se produce un segundo proceso de crecimiento caracterizado por la velocidad de propagación $(da/dt)_c$.

El acero tipo E690 responde en general a este comportamiento, si bien para velocidades de propagación bajas las zonas de comportamiento crítico no llegan a desarrollarse al alcanzarse el valor máximo de *J* o K_I sin llegar a las condiciones de inestabilidad propias del material, K_c , de forma que la descarga obedece toda ella a mecanismos de propagación subcrítica. Un ejemplo de ello se muestra en la Figura 5.10 que representa la curva de relación $da/dt-K_I$ obtenida para este acero ensayado a 5 mA/cm² y 4.1·10⁻⁹ m/s. Asimismo para condiciones poco agresivas en que la propagación se establece bajo dominio elastoplástico la representación se hace en términos de da/dt-*J*, como muestra la Figura 5.11, que recoge esta relación para el ensayo realizado a 1 mA/cm² y 4.1·10⁻⁸ m/s de velocidad de solicitación. En casos como éste, para uniformizar el criterio de representación, se ha definido también la relación da/dt- K_I , obtenida a partir de la expresión:

$$K_I = (J \cdot E')^{1/2} \tag{5.3}$$

La Figura 5.12 representa esta relación para el mismo ensayo de la Figura 5.11.

El acero E500, por el contrario, no presenta un comportamiento tan claramente definido, siendo dificultosa la diferenciación entre las fases de propagación crítica y subcrítica. En este caso, la mayor parte de las situaciones de ensayo establecen que la fisuración se realiza bajo dominio elastoplástico. Por ello mayoritariamente estos ensayos presentan la evolución de la velocidad de propagación frente a *J* o frente a K_J utilizando (5.3). Las Figuras 5.13 y 5.14 muestran el resultado del ensayo efectuado con una intensidad de corriente de 5 mA/cm² y una velocidad de desplazamiento de 4.1·10⁻⁹ m/s.



Figura 5.10. Comportamiento del acero E690 en presencia de hidrógeno (5 mA/cm²) para una velocidad de desplazamiento de 4.1·10⁻⁹ m/s



Figura 5.11. Comportamiento da/dt-J del acero E690 en presencia de hidrógeno (1 mA/cm²) para una velocidad de desplazamiento de 4.1·10⁻⁸ m/s



Figura 5.12. Comportamiento da/dt- K_I del acero E690 en presencia de hidrógeno (1 mA/cm²) para una velocidad de desplazamiento de 4.1·10⁻⁸ m/s



Figura 5.13. Comportamiento da/dt-J del acero E500 en presencia de hidrógeno (5 mA/cm²) para una velocidad de desplazamiento de 4.1·10⁻⁹ m/s



Figura 5.14. Comportamiento da/dt-K_J del acero E500 en presencia de hidrógeno (5 mA/cm²) para una velocidad de desplazamiento de 4.1·10⁻⁹ m/s

Las Tablas 5.2 y 5.3 muestran los resultados obtenidos en la caracterización del comportamiento de cada acero ante los procesos de fisuración inducida por hidrógeno a partir de los parámetros definidos en el modelo patrón presentado.

Densidad de corriente	Velocidad de solicitación, v _d	\mathbf{K}_{th}	(da/dt) _{sc}	Kc	(da/dt),
(mA/cm ²)	(m/s)	(MPa m ^{1/2})	(m/s)	(MPa m ^{1/2})	(m/s)
5	4.1·10 ⁻⁷	105	2·10 ⁻⁷	160	3.10-6
5	8.2·10 ⁻⁸	85	2·10 ⁻⁷	155	6·10 ⁻⁷
5	$4.1 \cdot 10^{-8}$	80	8·10 ⁻⁸	142	$4 \cdot 10^{-7}$
5	$4.1 \cdot 10^{-9}$	68	2·10 ⁻⁸	123	1.10^{-7}
5	$8.2 \cdot 10^{-10}$	64	7·10 ⁻⁹	100	1.10^{-7}
10	8.2·10 ⁻⁸	62	4·10 ⁻⁸	167	5·10 ⁻⁷
10	$4.1 \cdot 10^{-9}$	60	1.10^{-8}	120	1.10^{-7}
10	$8.2 \cdot 10^{-10}$	43	4·10 ⁻⁹	-	-

Tabla 5.2. Resultados de los ensayos realizados en ambiente para el acero E500

Densidad de corriente	Velocidad de solicitación, v _d	\mathbf{K}_{th}	(da/dt) _{sc}	Kc	(da/dt) _c
(mA/cm²)	(m/s)	(MPa m ^{1/2})	(m/s)	(MPa m ^{1/2})	(m/s)
1	$4.1 \cdot 10^{-8}$	120	5.10-8	260	8·10 ⁻⁸
1	$8.2 \cdot 10^{-10}$	70	3.10-8	85	3·10 ⁻⁷
5	$4.1 \cdot 10^{-7}$	87	$4 \cdot 10^{-7}$	132	5.10-5
5	$4.1 \cdot 10^{-8}$	63	2·10 ⁻⁷	120	1.10-6
5	$4.1 \cdot 10^{-9}$	55	2.10-8	81	2·10 ⁻⁷
5	$8.2 \cdot 10^{-10}$	39	1.10^{-7}	44	3.10-6
10	$4.1 \cdot 10^{-7}$	41	2.10-6	90	1.10 ⁻⁵
10	$4.1 \cdot 10^{-8}$	35	6·10 ⁻⁷	47	4.10^{-5}
10	$4.1 \cdot 10^{-9}$	40	1.10-6	52	1.10^{-4}

 Tabla 5.3. Resultados de los ensayos realizados en ambiente para el acero E690