

**Máster Interuniversitario en Integridad Estructural y
Durabilidad de Materiales, Componentes y Estructuras**

Trabajo Fin de Máster

INDUCCIÓN DE DEFECTOS DE AGRIETAMIENTO POR HIDRÓGENO A ALTA
TEMPERATURA PARA LA FABRICACIÓN DE PATRONES DE CALIBRACIÓN
PARA ULTRASONIDOS TOFD

Autor: **Jesús Ángel Álvarez Cueva**

Entidad colaboradora: **Fundación ITMA**

Tutor industrial o externo: **Dr. Ricardo Álvarez Fernández**

Departamento: **Servicios Tecnológicos**

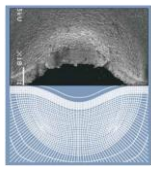
Tutor académico: **Prof. Dr. Francisco Javier Belzunce Varela**

Departamento: **Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica**



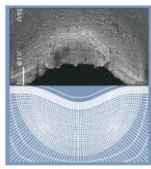
Universidad de Oviedo

Julio 2016



ÍNDICE

1.-	INTRODUCCIÓN	4
1.1.-	Antecedentes	4
1.2.-	Ataque por hidrógeno a alta temperatura (HTHA).....	5
1.3.-	Las curvas Nelson y su aplicación	7
1.4.-	Técnicas de ensayos no destructivos mediante ultrasonidos TOFD.....	9
1.5.-	Patrones de calibración para ultrasonidos TOFD.....	12
2.-	OBJETIVO Y RESUMEN DEL TRABAJO	15
3.-	MATERIALES, EQUIPOS Y DESARROLLO EXPERIMENTAL	16
3.1.	Material de partida.....	16
3.2.	Equipos	17
3.3.	Procedimiento experimental.....	18
3.3.1.-	Caracterización metal base	18
3.3.1.1.-	Composición química y propiedades mecánicas	18
3.3.1.2.-	Inspección mediante ultrasonidos TOFD.....	19
3.3.1.3.-	Examen macrográfico	19
3.3.1.4.-	Ensayos no destructivos mediante líquidos penetrantes.....	20
3.3.1.5.-	Evaluación metalográfica.....	20
3.3.2.-	Extracción de muestras para la fabricación de probetas para HTHA	22
3.3.2.1.-	Recargue auxiliar con inoxidable austenítico y mecanizado de probetas para HTHA.....	23
3.3.2.2.-	Inducción de defectos por HTHA.....	25
4.-	RESULTADOS.....	27
4.1.-	Inspección por END mediante ultrasonidos TOFD Y Phased Array.....	27
4.2.-	Examen macroscópico	30
4.3.-	Evaluación metalográfica de sección completa.....	31
4.4.-	Evaluación metalográfica en zonas de referencia.....	33
4.5.-	Caracterización dimensional	41
5.-	CONCLUSIONES	45
6.-	TRABAJOS FUTUROS.....	46
7.-	REFERENCIAS	47
8.-	PRESUPUESTO.....	49



1.- INTRODUCCIÓN

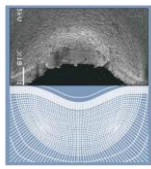
El objetivo último de este trabajo es la puesta en marcha de un procedimiento para la inducción de agrietamiento por hidrógeno a alta temperatura (High Temperature Hydrogen Attack, HTHA) [1] en los aceros estructurales utilizados en la fabricación de equipos a presión para la industria petrolera. Actualmente las empresas de inspección que prestan su servicio a la industria en general, y a la petrolera en particular, se encuentran fuertemente presionadas por las condiciones impuestas por las grandes compañías receptoras de estos servicios de inspección. El procedimiento desarrollado pretende servir para fabricar patrones de calibración para ultrasonidos TOFD, para que en un futuro las empresas petroleras receptoras de los servicios de inspección puedan detectar este tipo de defectos, evitando así paradas no controladas e incrementando la seguridad de sus instalaciones y del personal, pudiendo llegar a evitar desastres y pérdidas económicas derivadas de los mismos.

1.1.- ANTECEDENTES

Diversos estudios de catástrofes producidas en refinerías [2], que han llegado a causar cuantiosas pérdidas materiales e incluso pérdidas de vidas humanas, apuntan a la causa conocida como ataque por hidrógeno a alta temperatura, HTHA. Este fenómeno afecta a los aceros al carbono y a los aceros de baja aleación con los que se construyen la mayoría de recipientes a presión en servicio de la industria petrolera. A pesar de que este fenómeno es conocido, registrado y reevaluado desde los años 50, los cálculos de los equipos a presión [3] siguen en continua revisión desde entonces, existiendo un alto grado de incertidumbre sobre cómo y cuándo se produce el ataque por hidrógeno en este tipo de equipos a presión, cuya vida útil puede llegar a los 30 años.

El sector de las grandes empresas petroleras ha comenzado a interesarse en poder predecir este tipo de fallos por hidrógeno a alta temperatura mediante inspecciones periódicas, apoyándose en ensayos no destructivos mediante ultrasonidos TOFD entre otros métodos.

En este trabajo nos hemos propuesto estudiar el problema, con la finalidad de que en un futuro cercano se pueda ofrecer un servicio de detección temprana de este tipo de defectología en las refinerías en el curso de su servicio. Para ello se debe conocer el fenómeno del ataque por hidrógeno a alta temperatura y como éste se desarrolla en los aceros estructurales. Además, es necesario evaluar la idoneidad de los métodos de ensayos no destructivos mediante ultrasonidos TOFD para la detección y cuantificación de este tipo de defectos en estado germinal.



El interés de las principales industrias petrolíferas por detectar y estudiar sus equipos en servicio no está a día de hoy cubierto a nivel nacional, ya que el conocimiento de este tipo de fenómenos de ataque por hidrógeno a altas presiones y altas temperaturas es aún reducido.

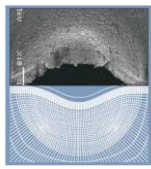
1.2.- ATAQUE POR HIDRÓGENO A ALTA TEMPERATURA (HTHA)

El ataque por hidrógeno a alta temperatura (High Temperature Hydrogen Attack, HTHA) es uno de los principales problemas que afecta a las industrias petrolera y petroquímica [4]. Los recipientes a presión, construidos en acero, que operan a temperaturas elevadas (por encima de 200 °C) en entornos donde está presente el hidrógeno a altas presiones, como es el caso de los tanques de almacenamiento y conversión de hidrocarburos en refinerías, son susceptibles del ataque por HTHA. Este fenómeno se debe confundir con la fisuración inducida por hidrógeno (Hydrogen Induced Cracking, HIC) o la corrosión bajo tensión inducida por hidrógeno (Hydrogen Induced Stress Corrosion Cracking, HSCC) ya que son formas de daño diferentes [5].

El HTHA es el resultado de la penetración del hidrógeno en el acero a temperatura y presión parcial del hidrógeno elevadas, generando una descarburación interna consecuencia de la reacción de los átomos de hidrógeno con el carbono presente en los aceros formando gas metano [6]. El metano no puede difundir debido al tamaño de sus moléculas y se acumula en límites de grano y/o precipita en las intercaras creándose de esta forma grietas, típicas del fenómeno de HTHA.

Esta degradación del acero [7] se traduce en una pérdida permanente de propiedades mecánicas debido a la generación de zonas descarburadas y la formación de burbujas de metano que crecen y se van uniendo unas con otras formando las grietas, que son finalmente las causantes del fallo. La reacción del hidrógeno con el carbono presente en la matriz del acero ocurre primero en la superficie del material (superficie de entrada del hidrógeno) como consecuencia de la reacción química del hidrógeno difundido en el interior del acero y la cementita de la perlita de acuerdo a la siguiente reacción: $4H + Fe_3C \rightarrow CH_4 + 3Fe$

Durante la primera etapa del ataque por hidrógeno a alta temperatura se crea una superficie descarburada, que afecta a una capa de espesor muy pequeña en la que aún no se han generado defectos (poros o grietas) dado que el metano producido en la reacción es expulsado fuera del material, hacia el interior del recipiente a presión (figura 1.a). En este primer estadio se observa una leve reducción de las propiedades mecánicas de acero. Si el fenómeno de HTHA persiste durante más tiempo, el carbono comienza a difundir desde las zonas internas hacia la superficie descarburada por el ataque, favorecido por el gradiente de concentración de este elemento, para



terminar reaccionando con el hidrógeno formando más metano, esta vez en la superficie interna, lo que hace crecer la superficie descarbonada (figura 1.b) hacia el núcleo del material. Tras cierto tiempo, la pérdida de carbono en la matriz del acero comienza a ser importante, de tal manera que los carburos del acero alcanzan un estado de no equilibrio y comienzan a disolverse a causa de la inestabilidad termodinámica resultante. Esta disolución de los carburos proporciona aún más carbono, que a su vez reacciona con el hidrógeno presente continuando con la formación de metano y con el proceso de descarbonación (figuras 1.d y 1.e).

En esta segunda etapa, el hidrógeno difunde hacia el interior del material y reacciona con el carbono presente en zonas internas, la reacción produce metano igual que ocurría en la superficie, pero ahora las moléculas de metano quedan atrapadas en la zona donde se produjo la reacción, ya que su tamaño es considerablemente mayor que los átomos de hidrógeno o carbono e impide su movilidad en el interior de acero.

En este momento cada poro o defecto presente en el acero puede considerarse una localización preferente para el almacenamiento del metano generado en las zonas interiores del material. Dado que los aceros usados para la construcción de equipos en la industria petrolera tienen una densidad de imperfecciones muy baja, por lo general el metano queda almacenado en puntos muy localizados, de tal manera que la presión interna en estas zonas del material crece de forma relevante. De modo general se puede decir que estas localizaciones se encuentran principalmente situadas en las fronteras de grano, donde la concentración de defectos estructurales (segregación, por ejemplo) es mayor. El incremento de la presión local en zonas muy concretas da lugar finalmente a la aparición de grietas intergranulares, que son finalmente las causantes del fallo.

Los principales factores que influyen en el HTHA son la presión parcial de hidrógeno, la temperatura y la duración de la exposición [8]. El daño se produce por lo general después de un período de incubación que puede variar desde unas pocas horas a muchos años, dependiendo de la severidad del ambiente.

La composición química del acero es un factor importante en la resistencia al HTHA. Elementos de aleación tales como Cr, Mo, V, Nb o Ti pueden reducir la tendencia a la fisuración interna, debido a que estabilizan los carburos presentes en el acero. El aumento de contenido de estos elementos aumenta la resistencia al ataque por HTHA, de modo que los aceros al cromo con más de 5% de Cr, y, especialmente, los aceros inoxidable austeníticos, no son susceptibles al HTHA [9].

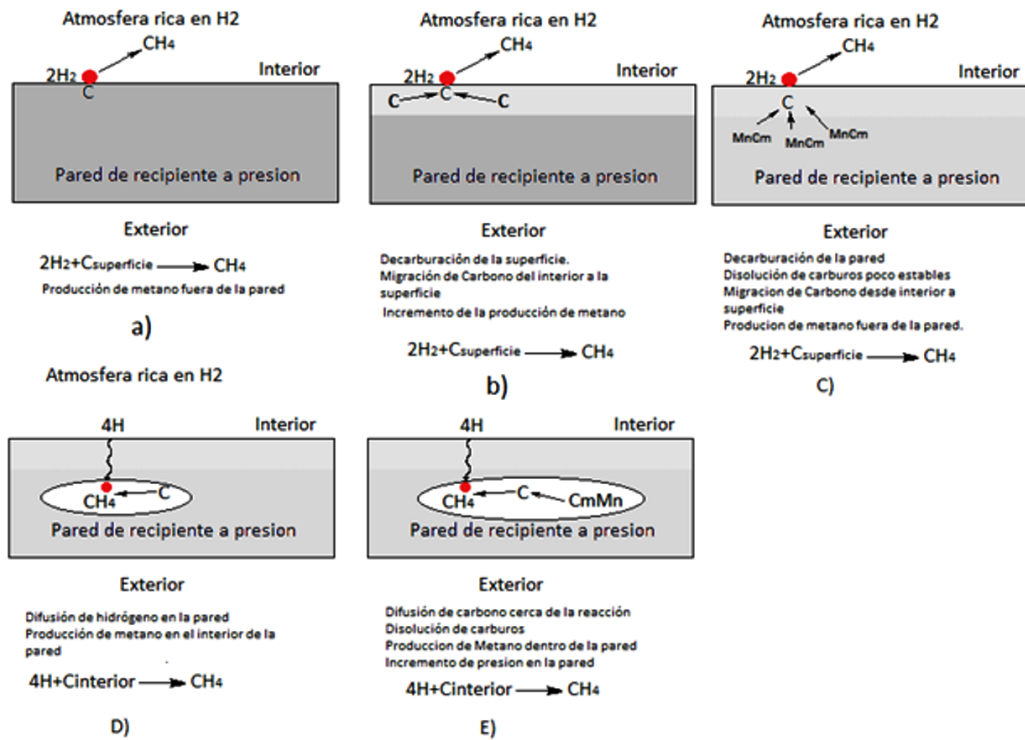
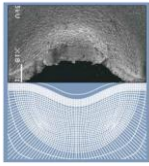


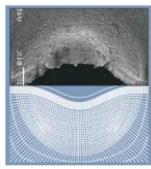
Figura 1.- Esquema de ataque por hidrógeno HTHA [7].

La relación entre el tipo de acero, la presión parcial de hidrógeno, la temperatura y el ataque por HTHA se resume en las gráficas desarrolladas empíricamente por G. A. Nelson, denominadas curvas Nelson, que veremos en el apartado 1.3.

Para detectar el ataque por HTHA en los aceros es necesario utilizar técnicas de ensayos no destructivos avanzadas. Hoy día, gracias a los últimos avances tecnológicos se han desarrollado una serie de procedimientos basados en técnicas de generación de imagen por ultrasonidos y de procesamiento de datos que permiten alcanzar un alto grado de fiabilidad tanto en los resultados de la inspección como en su reproducibilidad.

1.3.- LAS CURVAS NELSON Y SU APLICACIÓN

En 1949 G. A. Nelson basándose en una serie de experimentos sobre diferentes aceros estableció empíricamente unos límites de funcionamiento que relacionan el tipo de acero, la temperatura de funcionamiento y la presión parcial de hidrógeno. De esta forma el diagrama de Nelson [1] representa gráficamente los límites de temperatura y presión parcial de hidrógeno que delimita las condiciones de servicio seguras para el uso de los diferentes aceros estructurales.



La American Petroleum Institute (API) suministra guías, como la API RP 941 [3], en forma de curvas de Nelson para la selección de aceros en la fabricación de equipos con una vida en servicio susceptible del ataque por HTHA. Los aceros al carbono se limitan a los valores más bajos de temperatura y presión, mientras que los aceros aleados con elementos formadores de carburos, como Cr y Mo (especialmente en altas concentraciones), son capaces de soportar condiciones más exigentes.

En la figura 2 se muestra, a modo de ejemplo, el proceso de selección de materiales para fabricar un equipo para prestar servicio bajo unas condiciones de trabajo de 300 °C y una presión parcial de hidrógeno de 10 MPa. Como se aprecia en la figura 1, para el acero al carbono estaríamos fuera de la zona de seguridad, por lo que tendríamos un alto riesgo de fallo por HTHA en un tiempo de exposición relativamente corto. Para evitar el ataque por HTHA, en este caso deberíamos seleccionar el acero 0.5%Mo, cuya curva ya se sitúa por encima de las condiciones de servicio especificadas. Otra posibilidad sería ajustar las condiciones de operación para permanecer por debajo del límite de la curva de Nelson para el material con el que se ha construido el equipo. Generalmente a medida que aumenta el contenido de la aleación, por ejemplo el contenido de Cr en el acero, elemento estabilizador de los carburos, se obtiene una mayor resistencia al HTHA.

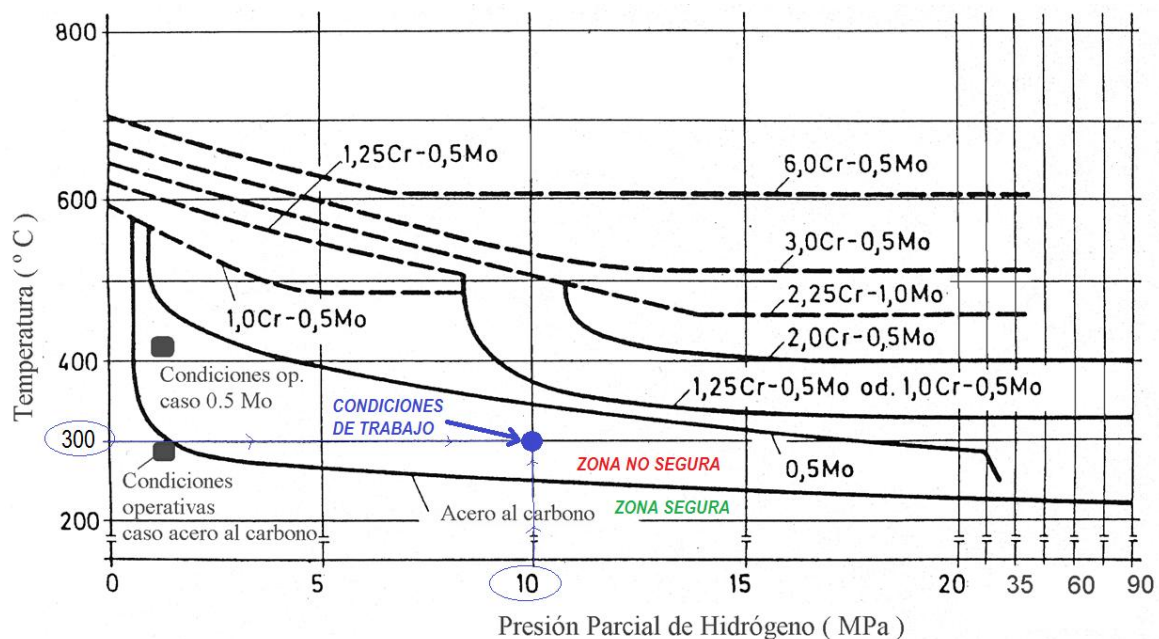
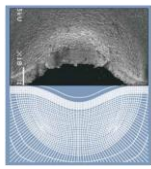


Figura 2.- Un ejemplo de aplicación de las curvas Nelson en la selección de materiales.



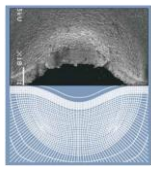
La adecuada selección de materiales y el correcto uso de las curvas Nelson pueden evitar que se produzcan catástrofes como la ocurrida en Washington, Estado Unidos, en el año 2010 [2]. Los estudios recientemente publicados del análisis de fallo, elaborados en mayo del 2014 por la US Chemical Safety and Hazard Investigation Board's (CSB's), de esta catástrofe producida en abril de 2010 en la refinería de Anacortes, Washington, propiedad de la empresa Tesoro Refining and Marketing Company LLC, apuntan a que el accidente se produjo tras la rotura catastrófica de un intercambiador de calor en la unidad de hidrotreatmento de nafta (unidad NHT). Según las conclusiones del informe de la catástrofe, que finalmente causo 7 muertes e importantes daños materiales, ésta se produjo debido al ataque de hidrógeno a alta temperatura, HTHA. Varias de las conclusiones de este estudio apuntaron a un cálculo inadecuado del equipo mediante las curvas de Nelson.

1.4.- TECNICAS DE ENSAYOS NO DESTRUCTIVOS MEDIANTE ULTRASONIDOS TOFD

La detección del ataque por hidrógeno a altas temperaturas no resulta fácil. Dado que el daño se puede manifestar en diferentes formas, se requiere el uso de métodos de ensayo complementarios, siendo además muy difícil su detección en los estadios más incipientes.

En la actualidad las técnicas de ensayos no destructivos registrables se basan fundamentalmente en localizar defectos y en categorizarlos como aceptables o no, de acuerdo a una norma o código. Normalmente estos criterios de aceptación y rechazo se definen para la fabricación del producto, como puede ser un recipiente a presión, por este motivo las inspecciones de estos equipos se centran en determinar su validez o rechazo durante el proceso de fabricación. Por otro lado, es necesario disponer de materiales, medios y conocimientos suficientes para predecir la vida útil en servicio de un equipo que pudiera estar sufriendo el ataque por hidrógeno a alta temperatura. Es decir, sería importante poder evaluar el crecimiento de los defectos por HTHA durante el servicio de los recipientes a presión y para ello es necesitará disponer de equipos precisos, con calibraciones adecuadas, que permitan cuantificar con un alto grado de exactitud la defectología presente, su naturaleza y morfología.

En la actualidad el uso de ensayos no destructivos mediante la técnica de ultrasonidos de tiempo del vuelo de la difracción (Time of Flight Diffraction, TOFD) [10] se extiende a una amplia variedad de aplicaciones, siendo su principal uso la detección de defectos en elementos metálicos como las soldaduras. Esta técnica tuvo su origen a partir de los estudios publicados por Silk y Liddington en 1975 y su posterior desarrollo fue debido a la necesidad de las industrias en determinar y registrar



el tamaño real de los defectos [11]. A partir de la década de los años 90, impulsada con el desarrollo tecnológico y la adopción de nuevas normativas y códigos, tales como el código ASME Code Case 2235-4, el uso de esta técnica de ensayos no destructivos ha ido en constantemente aumento, llegando a ser a día de hoy una firme candidata para sustituir métodos de ensayos tradicionales, como la radiografía.

La inspección mediante ultrasonidos TOFD es una técnica automatizada que utiliza el principio de la difracción [12], midiendo la diferencia de las señales difractadas sobre una base de tiempo, para detectar y dimensionar la altura, longitud y profundidad de las discontinuidades, lo que permite determinar y registrar (registro continuo) el tamaño real de un defecto [13]. Esta técnica emplea dos transductores (también llamados palpadores) de incidencia angular, trabajando uno en transmisión y otro en recepción, enfrentados a una cierta distancia. En la figura 3 se muestra un esquema general de la disposición de estos palpadores sobre la pieza de ensayo. En la misma figura se puede observar la trayectoria de las diferentes ondas, que son transmitidas desde la fuente de emisión (T) y registradas en el receptor (R). El tipo de ondas mayormente utilizadas son las longitudinales, debido a que tienen un alto coeficiente de difracción y una mayor rapidez de propagación dentro del material.

La técnica TOFD se identifica [14] por el empleo de una imagen bidimensional similar a la mostrada en la figura 4, en la cual se visualizan y caracterizan las discontinuidades y/o defectos que pueda tener la probeta o el material inspeccionado. Estas imágenes bidimensionales reciben el nombre de B-Scan y están conformadas por un elevado número de trazas temporales denominadas A-Scan. Para la obtención de esta imagen, a partir de las trazas temporales registradas por el transductor que trabaja como receptor, es necesario el desplazamiento sincronizado de ambos palpadores (emisor y receptor) paralelos al eje de inspección, y de acuerdo a la normativa UNE EN 583-6, estos A-Scans deben ser tomados cada milímetro recorrido.

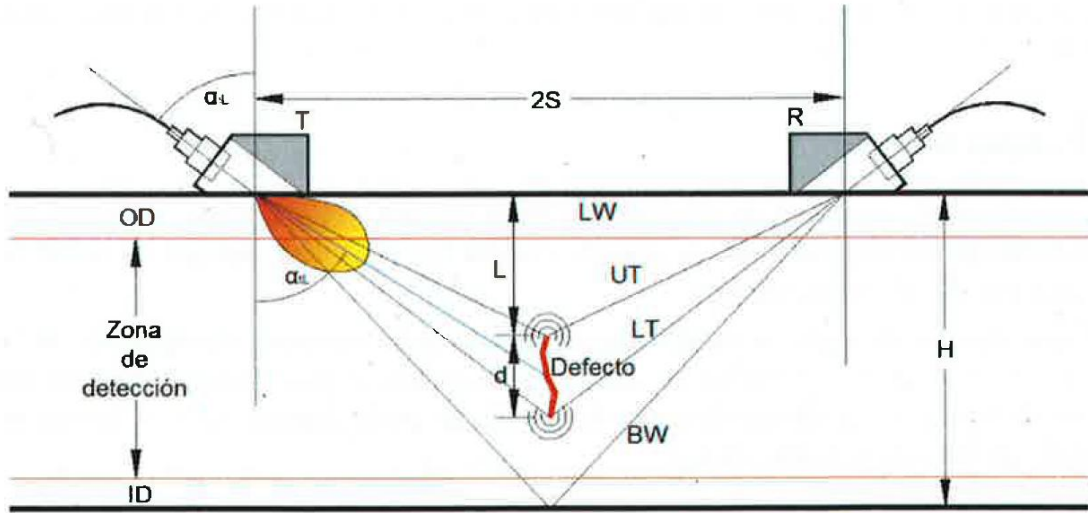
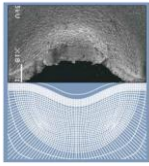


Figura 3.- Configuración general de la técnica TOFD [12]

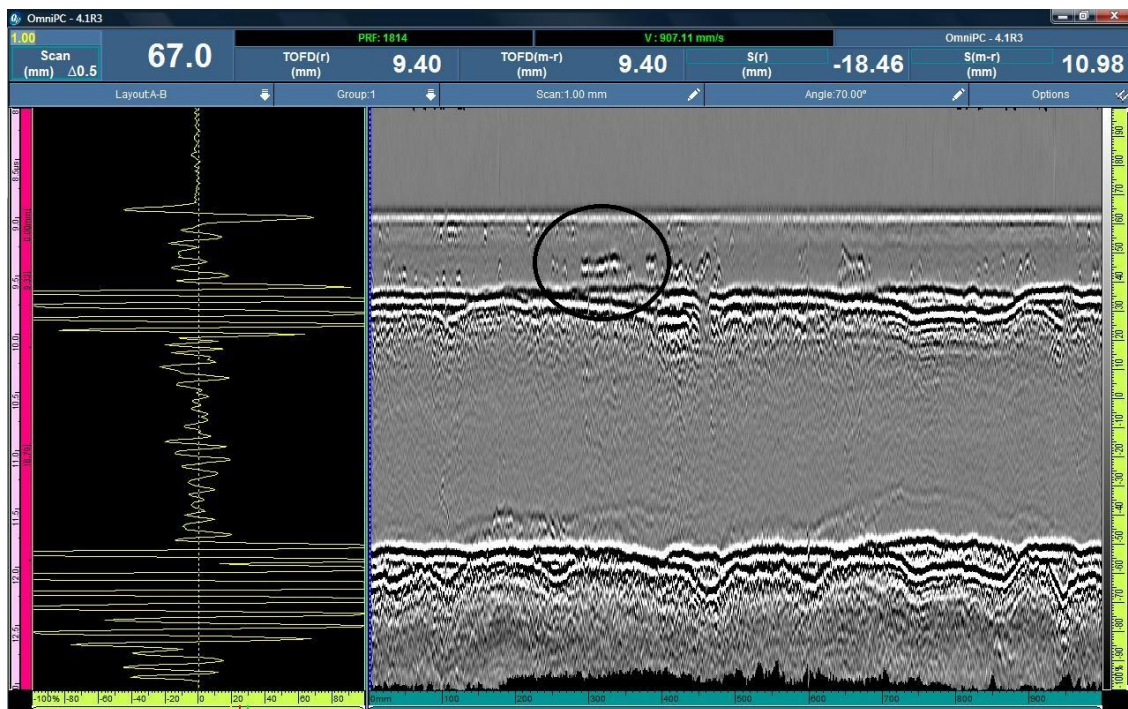
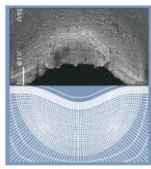


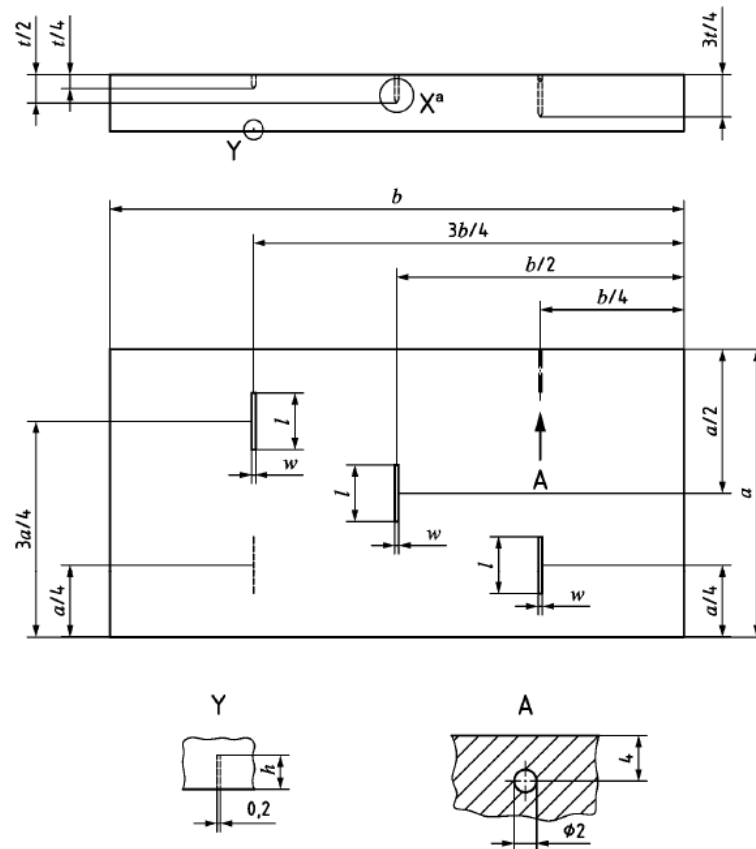
Figura 4.- Imagen bidimensional B-Scan obtenida con la técnica TOFD [15].



1.5.- PATRONES DE CALIBRACIÓN PARA ULTRASONIDOS TOFD

En la práctica, para la comprobación del equipo de ultrasonidos TOFD y la calibración del sistema, se utilizan los denominados bloques de calibración y bloques de referencia [16].

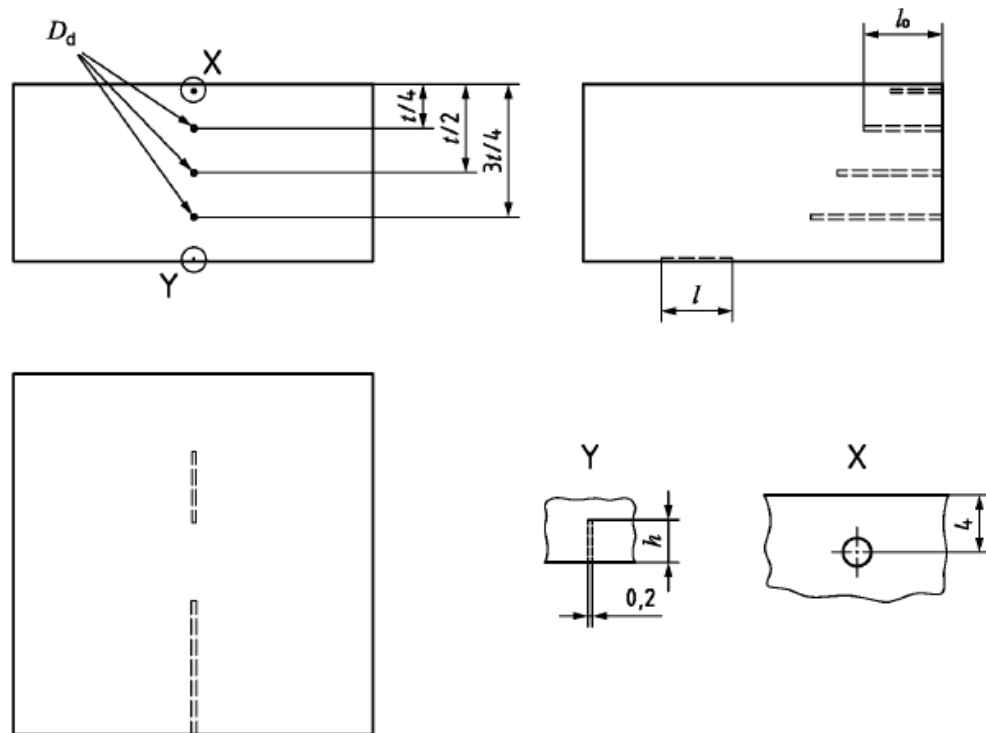
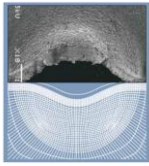
Los bloques patrón o de calibración son piezas de un material de composición, estado superficial, tratamiento térmico y forma geométrica especificados, e incluso normalizados, mediante los cuales se puede verificar y calibrar el equipo de ultrasonidos TOFD. No se diseñan para un ensayo concreto, sino que su validez es universal. A continuación en las figuras 5 y 6 se muestran algunos ejemplos de los bloques de calibración más utilizados en aplicaciones TOFD de acuerdo a la norma UNE-EN ISO 10863:2011 [17]:



Leyenda

- a Anchura del bloque
- b Longitud del bloque
- t Espesor del bloque
- w Anchura de la entalla
- l Longitud de la entalla
- h Altura de la entalla
- ^a Véase la figura A.3.

Figura 5.- Bloque patrón conteniendo entallas [17].



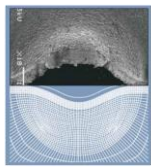
Legenda

- t Espesor del bloque
- D_d Diámetro del taladro lateral
- l_0 Longitud del taladro lateral
- l Longitud de la entallada en el fondo
- h Altura de la entalla

Figura 6.- Bloque patrón con taladros laterales y una entalla [17].

Por otra parte, los bloques de referencia son piezas utilizadas para llevar a cabo una inspección concreta en un equipo o pieza de cierta responsabilidad. En general, estos bloques se fabrican del mismo material y con el mismo tratamiento térmico que el equipo o la pieza a inspeccionar. Sobre los bloques se crean de forma intencionada defectos, con el objetivo de reproducir, con la mayor precisión posible, los posibles defectos o imperfecciones que pueden aparecer en servicio en los componentes y estructuras soldadas.

Fundación ITMA, en su planta piloto de soldadura, ha desarrollado técnicas para reproducir este tipo de imperfecciones de forma realista y por ende para la fabricación de este tipo de bloques de



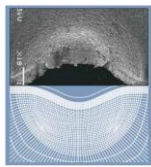
referencia. En la figura 7 se muestran algunos ejemplos de bloques de referencia fabricados en la planta piloto de ITMA.

El propio código ASME de fabricación de recipientes establece, en su sección V art 4 Apéndice IX-435, las indicaciones pertinentes para la realización de las calibraciones de los equipos TOFD, y define como se han de fabricar estos bloques.



Figura 7.- Fabricación bloques de referencia en planta piloto de soldadura de Fundación ITMA.

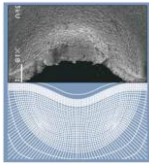
Con esta base, en este trabajo trataremos de generar defectos producidos por HTHA en estado germinal, de forma controlada y realista, que permitan fabricar este tipo de bloques de referencia para cubrir las necesidades calibración de los equipos TOFD, necesarias para las homologaciones de los operarios, según los códigos de fabricación e inspección, así como las especificaciones que establezcan los potenciales clientes.



2.- OBJETIVO Y RESUMEN DEL TRABAJO

El objetivo principal de este Trabajo Fin de Máster es la puesta en marcha de un procedimiento para la fabricación de probetas soldadas con defectos simulados de agrietamiento por hidrógeno a alta temperatura (HTHA) en aceros al carbono. Para ello se ha estudiado la posibilidad de provocar defectos de tamaño germinal inducidos por hidrógeno a alta temperatura, aplicando condiciones de trabajo por encima de la curva de Nelson del acero. El objetivo final es fabricar probetas con defectos inducidos por HTHA que puedan ser utilizadas como patrones de calibración que permitan la correcta calibración y verificación de los equipos de ultrasonidos TOFD con objeto de llevar a cabo la inspección de equipos a presión de la industria petroquímica y determinar el daño inducido por hidrógeno a alta temperatura en estos equipamientos.

Las probetas para ensayo se han fabricado por soldeo en la planta piloto de Fundación ITMA, reproduciendo así las condiciones de fabricación con parámetros de soldeo típicos de los fabricantes de recipientes a presión. Los defectos por HTHA se han inducido en el reactor de hidrógeno de Disbonding de Fundación ITMA con parámetros operativos de carga de hidrógeno a alta presión parcial y alta temperatura. Finalmente sobre las probetas con defectos inducidos por HTHA, se ha realizado una evaluación metalográfica para caracterizar las microestructuras presentes y dimensionar los defectos inducidos de forma precisa.



3.- MATERIALES, EQUIPOS Y DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se presenta el acero seleccionado y los equipos utilizados en el desarrollo experimental llevado a cabo para la elaboración de este Trabajo Fin de Máster.

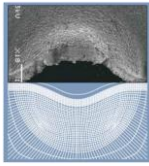
3.1. MATERIAL DE PARTIDA

Se utilizó como material de partida un acero susceptible de sufrir el ataque por hidrógeno a alta temperatura, HTHA, en unas condiciones de servicio asimilables a las que se pueden encontrar en la industria petrolera.

Con esta premisa se seleccionó un acero estructural, acero al carbono S355 grado K2, en formato chapa de 50 mm de espesor, que fue suministrado por Arcelor Mittal Asturias (número de colada: 4096608-1), véase la figura 8.



Figura 8.- Muestras de chapa acero al carbono S355K2, colada 4096608-1.



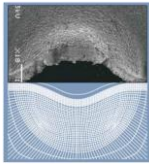
3.2. EQUIPOS

Los equipos empleados para el desarrollo del trabajo fueron los siguientes:

- Sierra de cinta (300 mm de corte).
- Fresadora manual.
- Cortadora metalográfica de precisión.
- Embutidora.
- Pulidora automática.
- Extensometría de contacto.
- Lupa (50x).
- Microscopio óptico.
- Robot de soldadura.
- Autoclave para la carga de hidrógeno, reactor Disbonding ITMA (presión máxima hidrógeno 200 bar, temperatura máxima 500 °C), figura 9.



Figura 9.- Reactor para ensayo Disbonding de Fundación ITMA.



3.3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En este apartado se describen en detalle cada una de las tareas realizadas, así como los resultados obtenidos, durante el procedimiento experimental.

3.3.1.- CARACTERIZACIÓN METAL BASE

3.3.1.1.- COMPOSICIÓN QUÍMICA Y PROPIEDADES MECÁNICAS

La composición química y las propiedades mecánicas del material seleccionado fueron facilitadas por el fabricante del acero, Arcelor Mittal. Las tablas 1, 2 y 3 muestran estos datos.

Análisis Químico										
Colada	C _{eq}	H	Al	C	Mn	Nb	N	P	Si	S
40-96608-1	0,33	0,00021	0,031	0,075	1,52	0,026	0,0050	0,013	0,30	0,003
Ti	V	Mo	Ni	Cr	Cu	Sn	As			
0,013	0,002	0,002	0,210	0,027	0,228	0,0022	0,002			

Tabla 1.- Composición química chapa colada 4096608-1. Chapa de acero S355K2.

Ensayo de Tracción					
Chapa	Diámetro	R _{eh}	R _m	Longitud inicial (L ₀)	Alargamiento (A)
	mm	MPa	MPa	mm	%
40-96608-1 (C)	12,72	390	503	50,0	35,6
40-96608-1 (P)	12,72	395	504	50,0	36,3

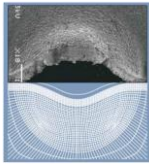
C: Cabeza P: Pie

Tabla 2.- Propiedades mecánicas a tracción chapa colada 4096608-1. Chapa de acero S355K2.

Ensayos de Impacto (Charpy)								
Chapa	Orientación	Localización Muestra	Localización probeta	T ^a (°C)	Ensayos (J)			
					Test 1	Test 2	Test 3	Media
40-96608-1	Transversal	C	S, B	- 40	295	295	295	295
		P	N, B		294	294	294	294
		P	N, B		294	294	206	265
		P	S, B		293	293	293	293
		C	S, M		> 300	> 300	> 300	> 300
		C	N, M		300	227	298	275
		P	V, M		299	299	299	299
		P	N, M		159	73	93	108

C: Cabeza P: Pie S: Superficie N: Núcleo B: Borde M: Mitad del ancho

Tabla 3.- Propiedades mecánicas, ensayos Charpy en chapa colada 4096608-1. Chapa de acero S355K2.



3.3.1.2.- INSPECCIÓN MEDIANTE ULTRASONIDOS TOFD

Sobre las chapas seleccionadas se realizaron ensayos no destructivos, mediante la técnica de ultrasonidos TOFD, al objeto de identificar la presencia previa de posibles defectos en las muestras. En la inspección realizada, en la jornada del 03-12-2015, se registraron defectos de procedencia desconocida en una de las chapas, codificada como 4096608-1C (figura 14).

3.3.1.3.- EXAMEN MACROGRÁFICO

Tras los ensayos mediante ultrasonidos TOFD, de la chapa en la que se encontraron defectos se extrajo una probeta para evaluación metalográfica de sección completa, véase figura 8 para zona de extracción. En la figura 10 se incluye la macrografía realizada en la sección transversal al sentido de laminación.

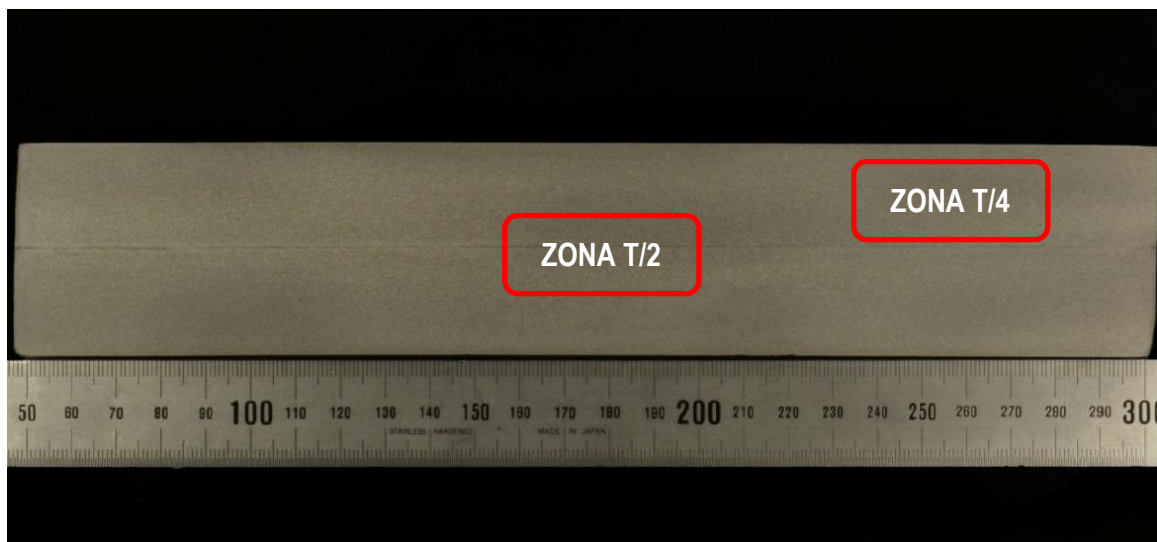
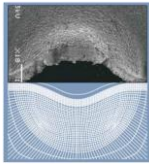


Figura 10.- Macrografía. Probeta de sección transversal de la muestra de acero S355K2.

En el examen macroscópico, a simple vista, no se observaron los defectos registrados en la inspección por ultrasonidos TOFD. En la macrografía se aprecia una línea de segregación central, consistente en una no uniformidad de la composición química producida en la solidificación del acero antes de su laminación en caliente.



3.3.1.4.- ENSAYOS NO DESTRUCTIVOS MEDIANTE LÍQUIDOS PENETRANTES

Sobre la misma probeta, mostrada en la figura 10, en la sección transversal, se realizaron ensayos no destructivos mediante la técnica de líquidos penetrantes coloreados para analizar la presencia o no de posibles defectos superficiales. En la figura 11 se muestran los resultados de estos ensayos, en los que no se observaron indicaciones o discontinuidades superficiales.



Figura 11.- Sección transversal y líquidos penetrantes sobre la muestra 4096608-1C de acero S355K2.

3.3.1.5.- EVALUACIÓN METALGRÁFICA

Sobre la misma probeta se extrajeron muestras para metalografía en las zonas indicadas en la figura 10, zona T/2 y zona T/4, respectivamente a mitad y a un cuarto del espesor. Se prepararon probetas para evaluación metalográfica hasta pasta de diamante de 6 μm . En la figura 12 se observa que la microestructura del acero es ferrito-perlítica.

En la figura 13 se muestra una pequeña grieta localizada a mitad de espesor.

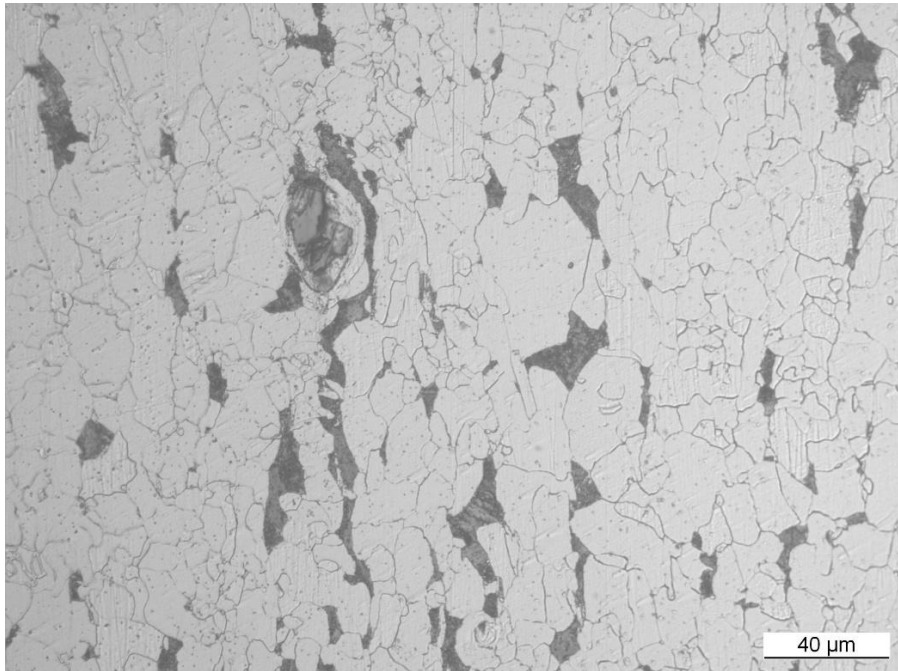
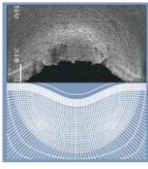


Figura 12.- Microestructura ferrito-perlítica de la chapa de acero S355K2, T/4, 500x. Nital 2%.

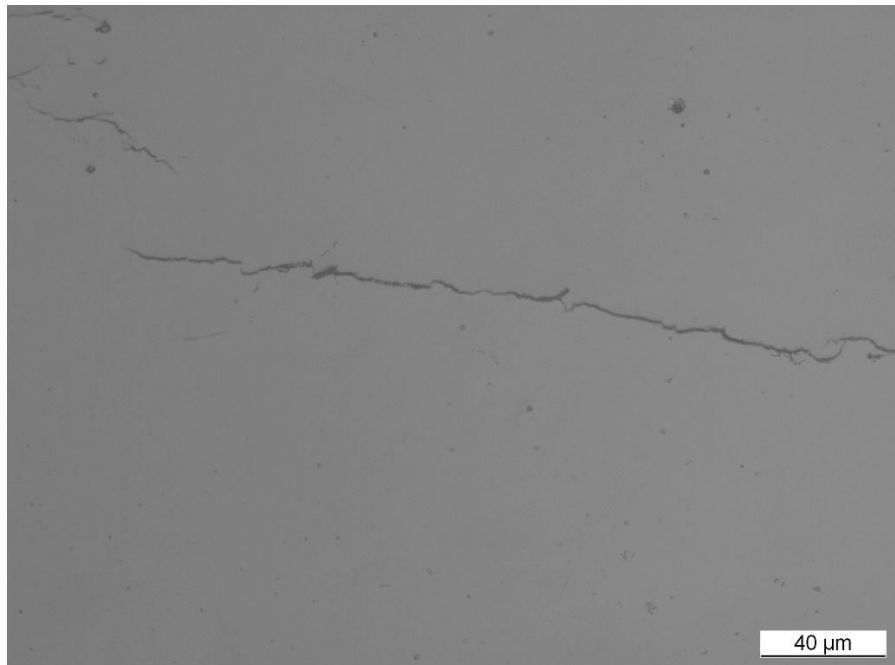
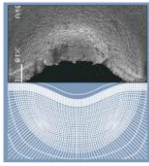


Figura 13.- Metalografía sobre chapa de acero S355K2. Grieta. Estado pulido. T/2 a 500x.



3.3.2.- EXTRACCIÓN DE MUESTRAS PARA LA FABRICACIÓN DE PROBETAS PARA HTHA

Se pensó que era adecuado evaluar el efecto de HTHA en las muestras de acero con el tipo de defectología mostrado en la figura 13. Para ello se prepararon 3 probetas prismáticas de 50 mm de espesor, para carga de hidrógeno, que fueron extraídas de zonas anexas a los mayores defectos detectados por ultrasonidos TOFD. En la figura 14 se muestra sobre la chapa (con defectos) la zona de extracción de las probetas P1 a P3. Las dimensiones nominales de estas probetas eran de 160 mm x 40 mm con el espesor completo de la chapa de 50 mm. Las probetas se cortaron con sierra refrigerada con taladrina y se mecanizaron hasta las dimensiones finales mediante fresado también con refrigeración por taladrina.

En este trabajo nos centraremos en el estudio de la probeta P1, quedando las probetas P2 y P3 para trabajos futuros.

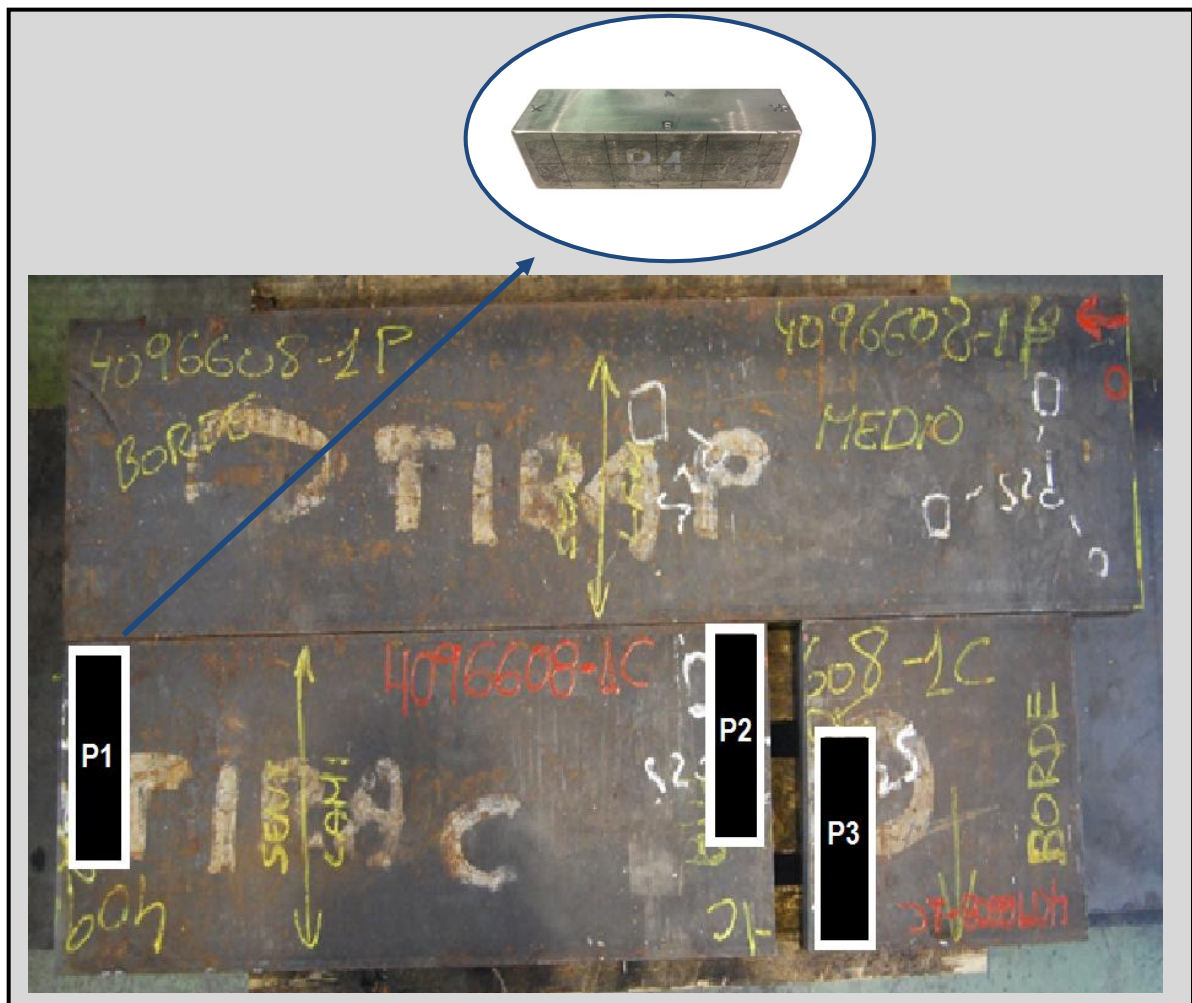
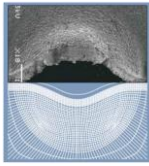


Figura 14.- Chapa 4096608-1C acero S355K2. Zonas de extracción probetas P1 a P3. Detalle probeta P1.



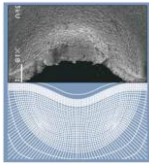
3.3.2.1.- RECARGUE AUXILIAR CON INOXIDABLE AUSTENÍTICO Y MECANIZADO DE PROBETAS PARA HTHA

Sobre las probetas mecanizadas, en las caras de dimensiones 50 mm x 160 mm y 40 mm x 50 mm, se aplicaron recargues de inoxidable austenítico con una altura de 6 mm (2 capas). Esta protección lateral actuará como barrera protectora contra la difusión de hidrógeno en el sentido longitudinal y transversal de la chapa.

El proceso de soldadura, CMT robotizada, fue llevado a cabo en la planta piloto de Fundación ITMA con los parámetros que se muestran en la tabla 8, aplicados al proceso de soldeo del recargue lateral.

TÉCNICA DE SOLDAURA			
Recargue por soldadura CMT robotizada			
PARÁMETROS DE SOLDAURA ROBOTIZADA			
Proceso	Proceso 135		
Modo de transferencia	CMT (Cold Metal Transfer) robotizado		
Corrección de arco	- 30 %		
Corrección dinámica	- 5,0 %		
Gas	PROTARINOX (Ar + CO ₂)		
Caudal de gas	16L/min		
Tipo de soldadura	Soldadura recta sin oscilación		
Velocidad de desplazamiento	60 cm/min, trayectoria recta		
MATERIAL DE APORTE			
Material de aporte	AVESTA 316L – SL/ SKR-Si EN ISO 14343-A: G 19 12 3 L Si AWS A5.9: ER316LSi.		
Hilo	Ø1mm		
Velocidad hilo	10 m/min		
TEMPERATURAS			
Temperatura de precalentamiento (°C)		Temperatura máxima entre pasadas (°C)	
50		250	
CARACTERÍSTICAS ELÉCTRICAS			
Intensidad (A)	Tensión (V)	Polaridad	Input térmico máximo
235	22,4		4,2 kJ/cm ($\eta = 0,8$)

Tabla 4.- Parámetros aplicados en el proceso de soldeo robotizado del recargue lateral.



En las figuras 15 y 16 se muestran imágenes del proceso de soldeo robotizado y el aspecto final de las probetas recargadas.



Figura 15.- Recargue por soldeo CMT robotizado de una de las caras de las probetas para HTHA.

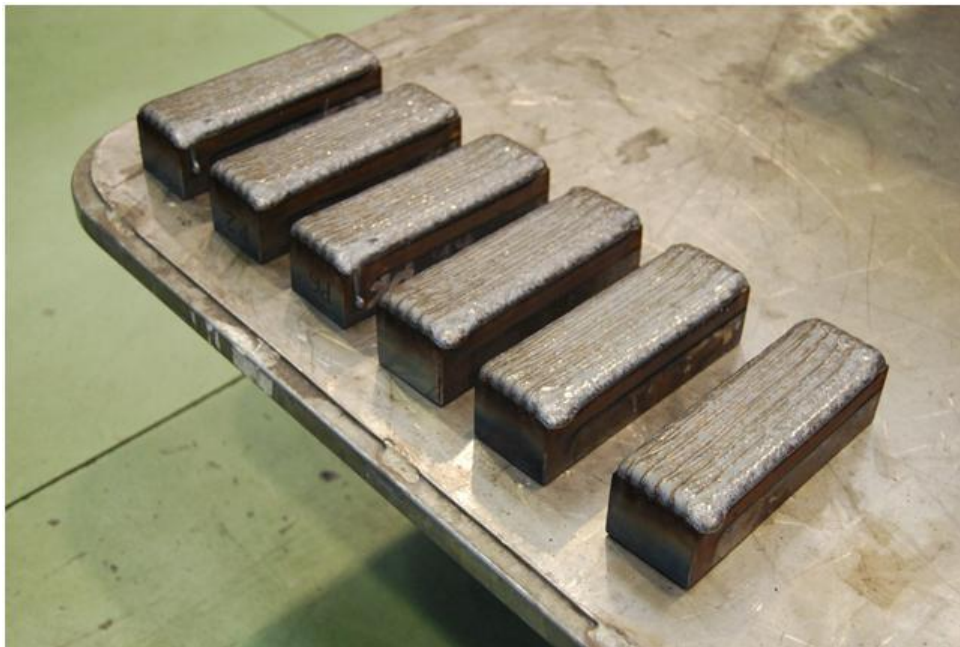
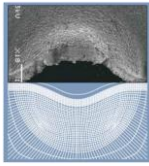


Figura 16.- Probetas recargadas para ensayo HTHA.

Una vez recargadas, las probetas P1 a P3 se mecanizaron por arranque de viruta hasta obtener prismas de dimensiones 169 mm x 50 mm x 50 mm.



3.3.2.2.- INDUCCIÓN DE DEFECTOS POR HTHA

En esta parte del trabajo se intentaron reproducir defectos de HTHA sobre la probeta P1. Para ello se utilizó el reactor de hidrógeno para ensayos de Disbonding de ITMA. El ensayo consistió en una carga de hidrógeno a alta presión (195 bar) y alta temperatura (500 °C) en estado estacionario durante 4 días. Tras este periodo la muestra fue retirada del reactor para su evaluación. Se establece un periodo de reposo mínimo de 7 días con el objeto de que el hidrógeno actúe durante el mayor tiempo que sea posible, provocando de esta forma el mayor daño posible en la muestra.

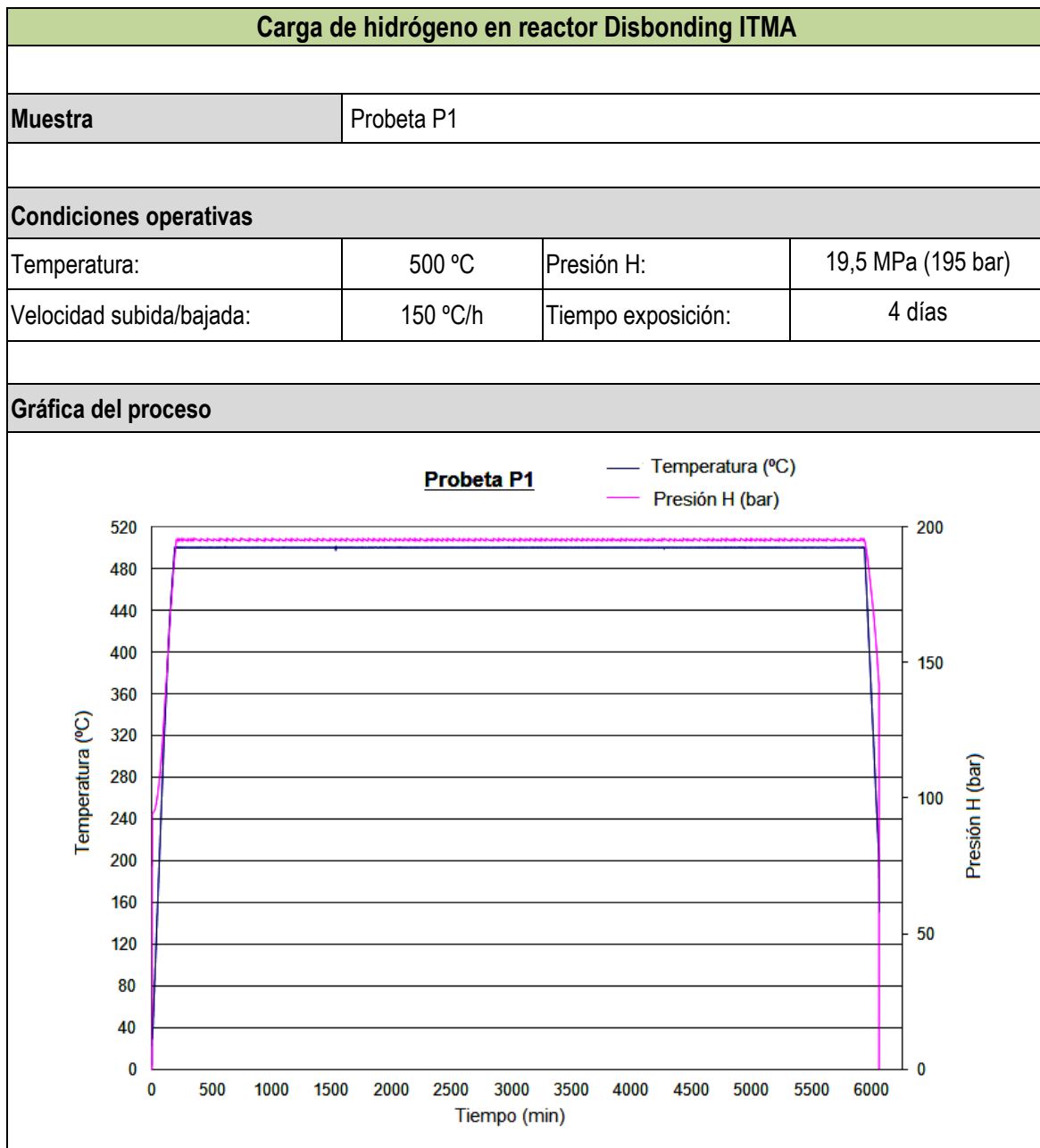
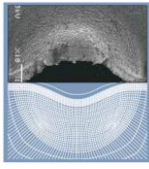


Tabla 5.- Carga de hidrógeno sobre probeta P1.



Como se aprecia en la figura 17, con estas condiciones de ensayo (19,5 MPa y 500 °C) nos hemos situado muy por encima de la curva de Nelson para el acero al carbono, por lo que se dan las condiciones para generar daño por hidrógeno a alta temperatura en un tiempo relativamente corto.

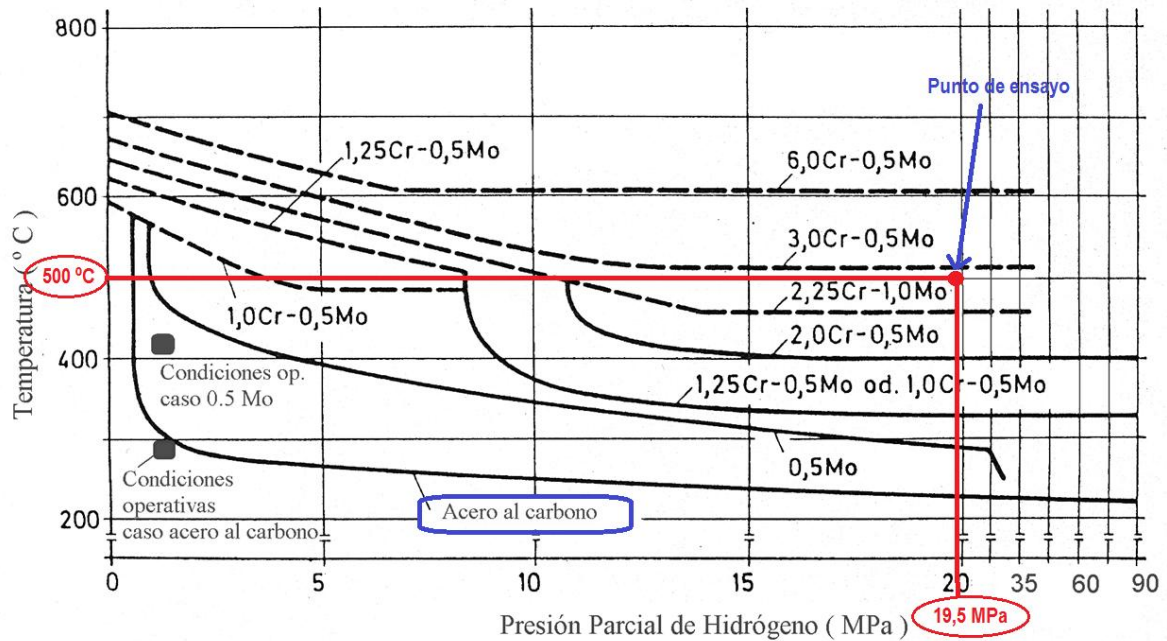
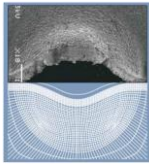


Figura 17.- Aplicación de las curvas Nelson en las condiciones de ensayo. Carga de hidrógeno en reactor Disbonding sobre probeta P1.



4.- RESULTADOS

En este apartado se incluyen y comentan los resultados obtenidos en los ensayos realizados en este trabajo. Se muestran los resultados de la inspección por ultrasonidos TOFD y Phased Array, las evaluaciones macro y microscópicas, y la caracterización dimensional de la probeta P1 con defectos inducidos por HTHA.

4.1.- INSPECCIÓN POR END MEDIANTE ULTRASONIDOS TOFD Y PHASED ARRAY

Tras la carga de hidrógeno realizada durante 4 días bajo las condiciones indicadas en el capítulo anterior y transcurrido un tiempo de reposo de 7 días se realizó la inspección de la probeta P1 mediante ensayos no destructivos (END) utilizando la técnicas de ultrasonidos TOFD y Phased Array. De este modo se localizaron y cuantificaron los defectos inducidos en la exposición al hidrógeno a alta temperatura.

Los ensayos no destructivos están basados en principios físicos y de su aplicación se obtienen los resultados necesarios para establecer un diagnóstico del estado de la probeta P1 inspeccionada. Dichos resultados no se muestran de forma absoluta, sino que lo hacen con un lenguaje indirecto, lo que obliga a interpretarlos a partir de las indicaciones propias proporcionadas por cada método y en relación con los principios físicos en que están basados.

En la inspección de la probeta P1 con defectos inducidos por HTHA se registró el mayor número de indicaciones o discontinuidades en la zona central de la misma, a una profundidad situada aproximadamente a la mitad del espesor, por lo que se ha asociado a la segregación central que se había observado en la chapa original. También se registraron indicaciones a una altura de un cuarto del espesor, desde la cara B, en las zonas X1, X2 y X3, tal y como se muestra en la figura 18.

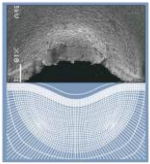
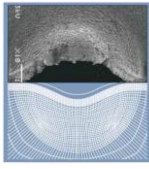


Figura 18.- Indicaciones registradas mediante ensayos no destructivos, técnicas ultrasonidos TOFD y Phased Array. Probeta P1. Inspección desde la cara B.



En la figura 19 se muestra la probeta P1 una vez realizados los ensayos no destructivos (END) en las condiciones descritas anteriormente. Al objeto de mantener un sistema de referencia que permitiera la localización de las zonas donde se registraron indicaciones durante la inspección por TOFD y Phased Array, se han marcado sobre la probeta las cotas X1, X2 y X3, en las que se encontraron defectos, tomando como referencia la cota X0, tal y como se muestra en la tabla 6. Se ha denominado cara B a la cara superior de la probeta en la figura 19. Recuérdese que el espesor de la probeta era aproximadamente 50 mm, por lo que estos defectos estaban situados a un cuarto de espesor.

Cota	Localización cotas		Profundidad defecto
	Desde borde izquierdo (mm)	Desde cota X0 (mm)	Desde cara B (mm)
X0	7,5	0,0	---
X1	48,5	41,0	11,5
X2	89,5	82,0	10,1 - 12,4
X3	117,5	110,0	12,5

Tabla 6.- *Probeta P1, Muestra 4096608-1C, Acero S355K2. Cotitas de referencia. Localización y dimensionamiento de defectos por TOFD y Phased Array.*

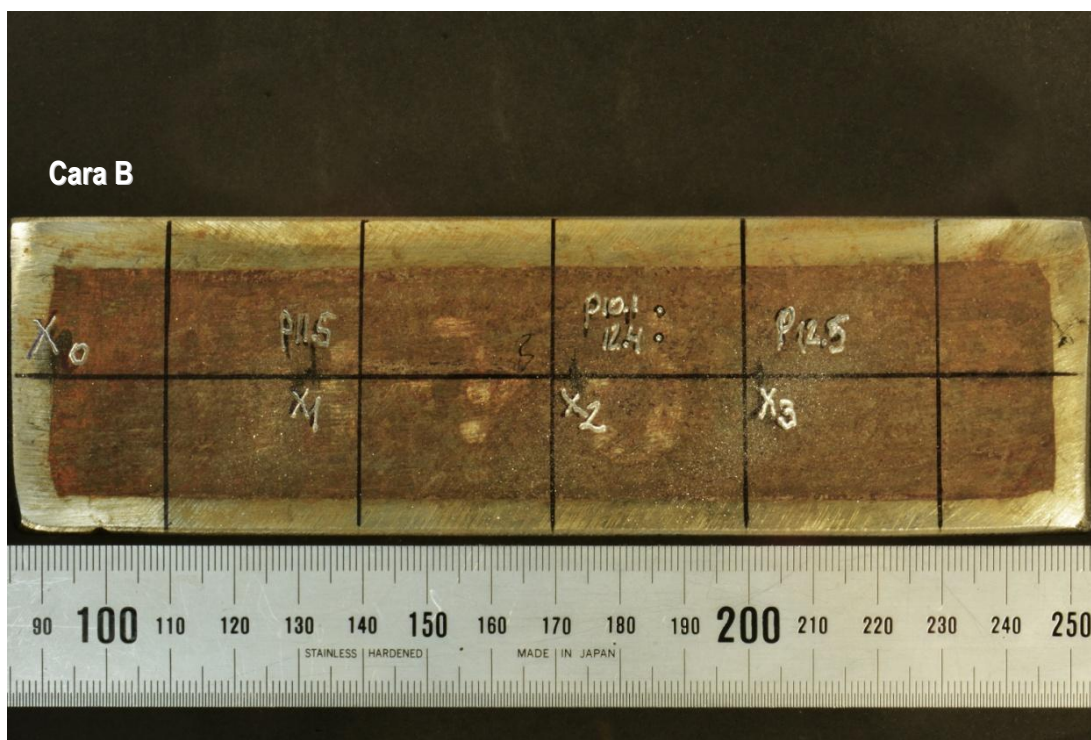
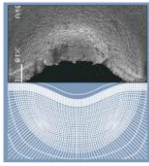


Figura 19.- *Probeta P1, Muestra 4096608-1C, Acero S355K2. Estado final después de ensayo simulado de HTHA. Marcas de referencia END mediante ultrasonidos TOFD y Phased Array.*



4.2.- EXAMEN MACROSCÓPICO

Sobre la probeta P1, con defectos inducidos de HTHA de distintas dimensiones, se realizó en primer lugar un examen macroscópico para caracterizar la estructura presente y dimensionar los defectos de forma precisa. Se ha obtenido así la macrografía que se muestra la figura 20 correspondiente a la sección completa. Para la extracción de la macro se realizó un corte longitudinal en el eje central de la probeta, en una sección normal al plano de colada que nos ha permitido observar la variación de estructura desde el borde hasta el centro de la probeta. El corte se realizó mediante sierra refrigerada con taladrina. Sobre la superficie de corte se realizó la preparación metalográfica mediante desbaste y pulido, utilizando para el macroataque el reactivo químico de Nital al 10%.

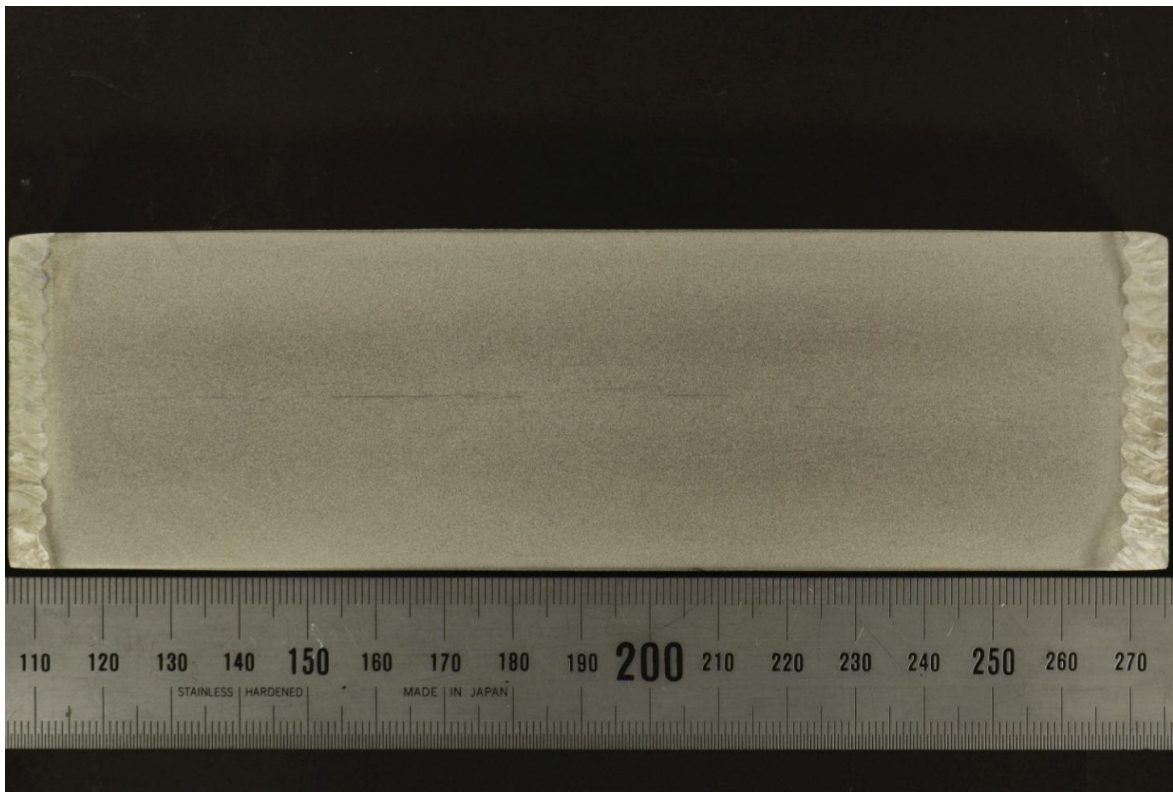
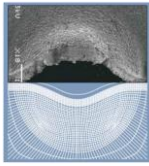


Figura 20.- Probeta P1, Muestra 4096608-1C. Macrografía de sección completa en zona de máximos defectos inducidos por HTHA. Nital 10%.

En el examen macroscópico, a simple vista, no se han observado defectos inducidos por HTHA. Solo se observa la línea de segregación central que, como se comentó en el apartado 5.1, estaba presente inicialmente en el material base original y está asociada a la segregación característica del proceso de solidificación.



4.3.- EVALUACIÓN METALGRÁFICA DE SECCIÓN COMPLETA

Con objeto de evaluar los defectos introducidos en la exposición prolongada en hidrógeno a alta presión y temperatura se llevó a cabo una preparación metalográfica más elaborada, para lo que se terminó puliendo con pasta de diamante de 6 μm . Debido a las dimensiones de la probeta no ha sido posible una preparación metalográfica mejor. Se realizaron micrografías en la zona de segregación central, T/2. El estudio metalográfico de esta región ha mostrado defectos cuya morfología es compatible con el daño producido por HTHA (figuras 21, 22 y 23), se observan fisuras finas y escalonadas características de este tipo de daño. El mecanismo de formación de estas grietas en el acero S355K2 bajo hidrógeno a alta presión (195 bar) y alta temperatura (500 °C) durante un tiempo prolongado (4 días) consiste en la formación de metano, como consecuencia de la reacción química del hidrógeno difundido con los carburos del acero (cementita). Debido al gran tamaño de la molécula de metano, ésta no puede difundir hacia el exterior, provocando una fisuración característica, que consiste en la formación de grietas alineadas escalonadas.

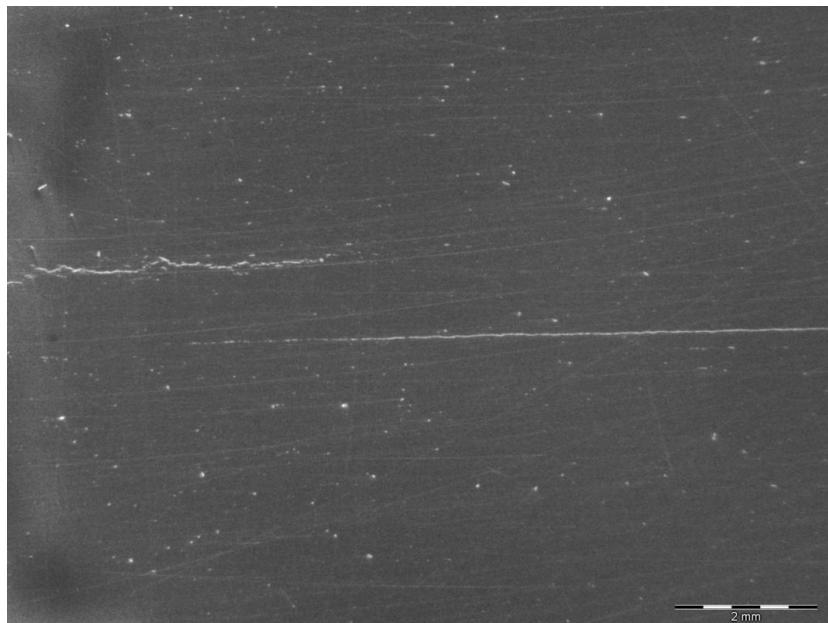
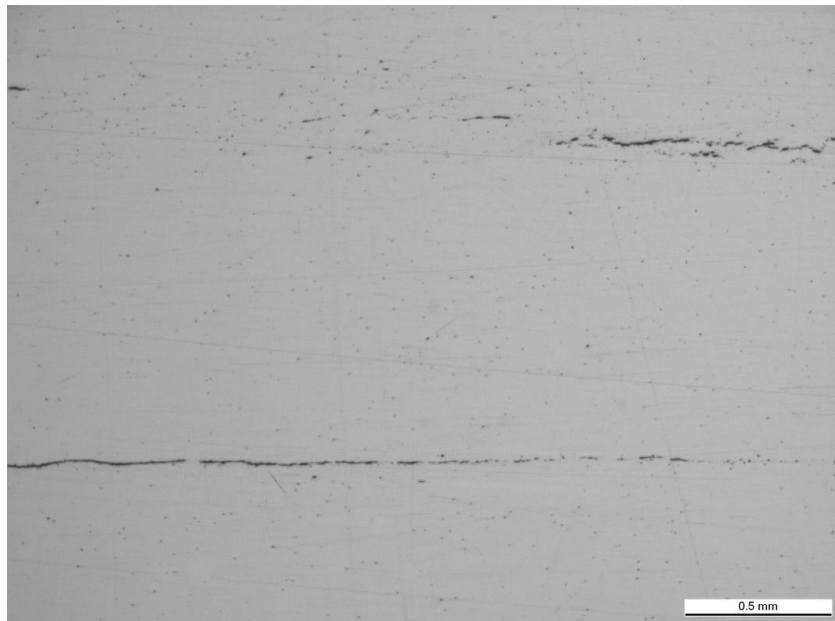
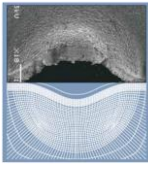
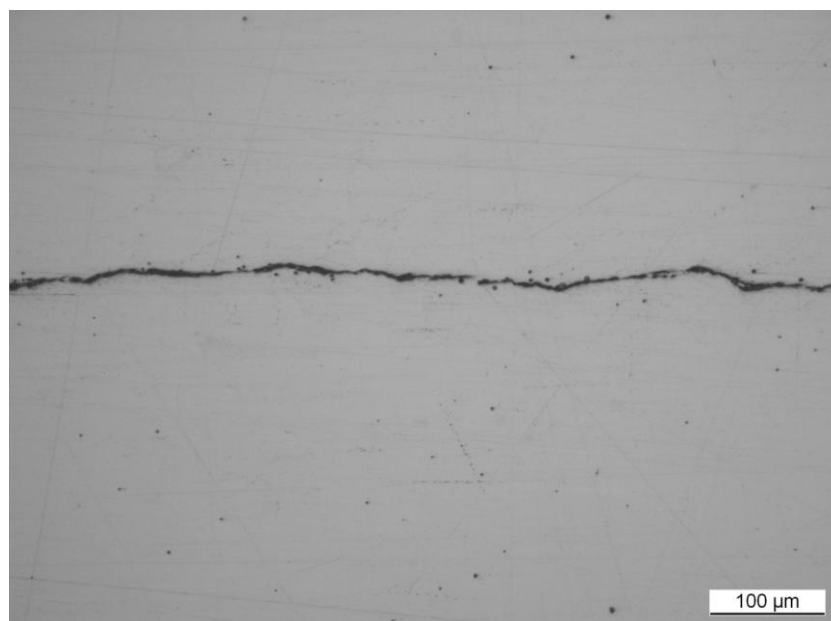


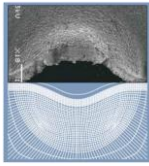
Figura 21.- Probeta P1, Muestra 4096608-1C. Zona central. Profundidad T/2. Estado pulido 85x (lupa)



*Figura 22.- Probeta P1, Muestra chapa colada 4096608-1C. Zona central. Profundidad T/2. Estado pulido
50x (microscopio)*



*Figura 23.- Probeta P1, Muestra chapa colada 4096608-1C. Zona central. Profundidad T/2. Estado pulido
200x (microscopio)*



4.4.- EVALUACIÓN METALGRÁFICA EN ZONAS DE REFERENCIA

A continuación, se procedió a valorar el agrietamiento de la probeta de un modo más preciso. Para ello se realizó el despiece de la probeta como se detalla en la figura 24: se cortó en probetas más pequeñas en las zonas de referencia indicadas anteriormente (tabla 6), X1, X2 y X3, distinguiendo entre las caras A y B de la probeta (como se puede apreciar en la figura 24, A es la cara inferior y B la superior). El corte se realiza con una sierra de disco abrasivo refrigerado con taladrina. El hecho de obtener probetas de menor tamaño nos facilitará su manejo, previa embutición en resina, para poder realizar una preparación metalográfica de mejor calidad.

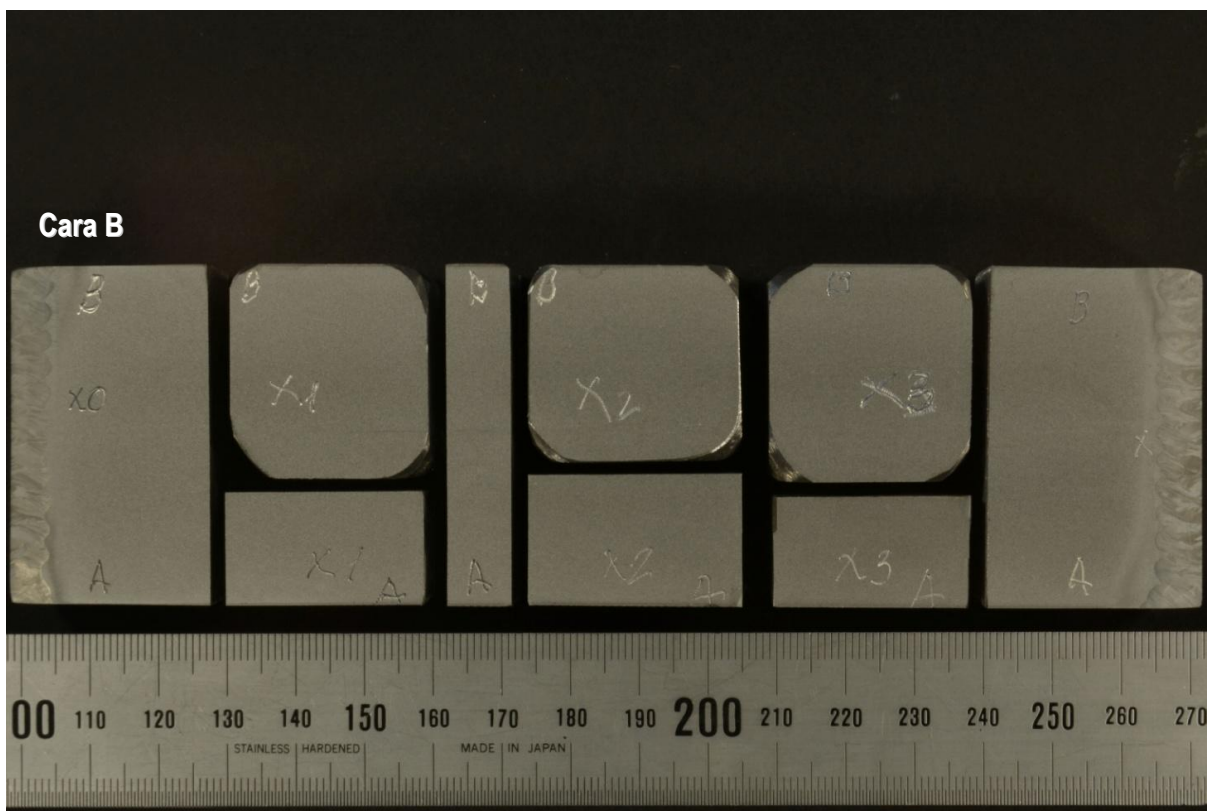
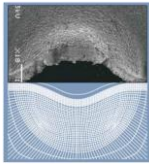


Figura 24.- Probeta P1, Muestra chapa colada 4096608-1C. Despiece para estudio micrográfico.

Siguiendo el despiece de la figura 24 se prepararon las probetas obtenidas en las zonas de referencia X1, X2 y X3, parte B. Estas probetas se prepararon para evaluación metalográfica mediante pulido hasta alúmina de 0,06 μm . Para la realización de las micrografías, se situó la probeta objeto de estudio en la mesa del microscopio y se desplazó la misma hasta localizar un campo representativo, seleccionando previamente la amplificación deseada.



La observación realizada ha puesto de manifiesto que la zona de mayor concentración de defectos inducidos por HTHA se situaba en la línea de segregación central (T/2). Las figuras 25 a 33 muestran las grietas más importantes y características detectadas en esta exploración (a 100x, 200x y 500x) a mitad de espesor de la chapa original. A pocos aumentos se pone de manifiesto el aspecto alineado y escalonado de las grietas (figura 25), que parecen iniciarse con la formación de poros aislados (figuras 26, 27 y 28). Bajo un mayor número de aumentos (500x) se observa la progresión y ramificación de las grietas (figuras 27 y 30).

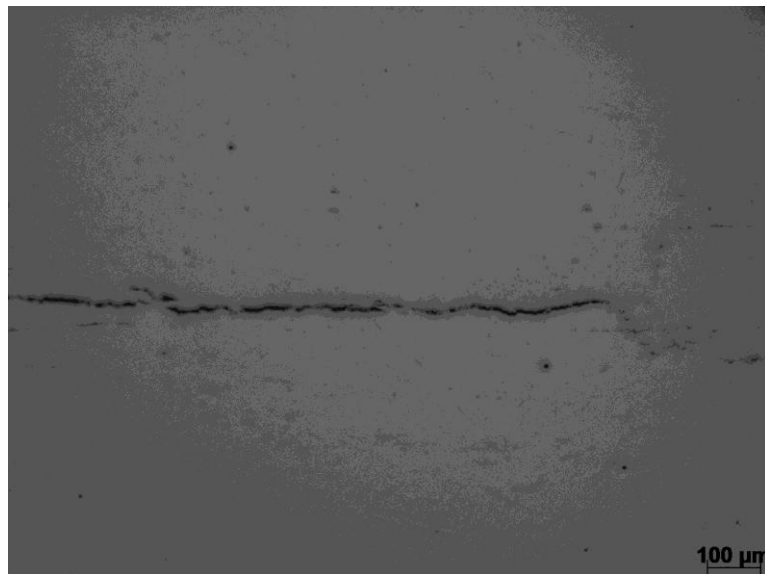


Figura 25.- Metalografía sobre probeta P1, zona X1, parte B. T/2 a 100x. Detalle grieta.

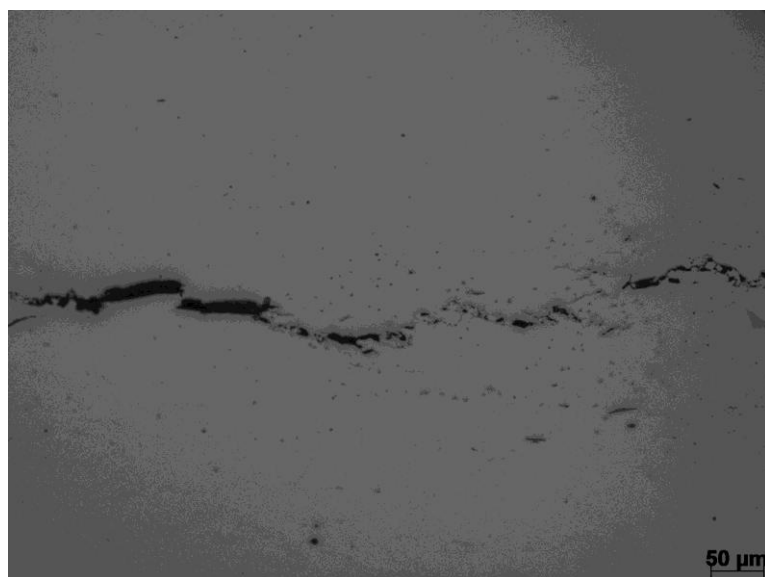


Figura 26.- Metalografía sobre probeta P1, zona X1, parte B. T/2 a 200x. Detalle grieta.

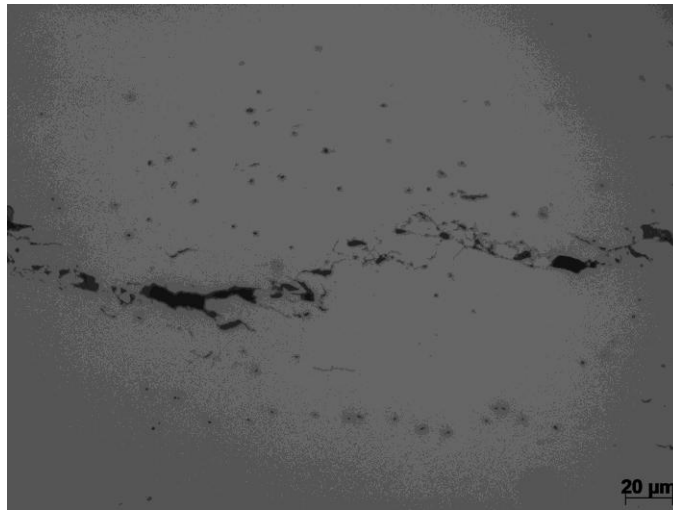
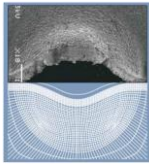


Figura 27.- Metalografía sobre probeta P1, zona X1, parte B. T/2 a 500x. Detalle grieta.

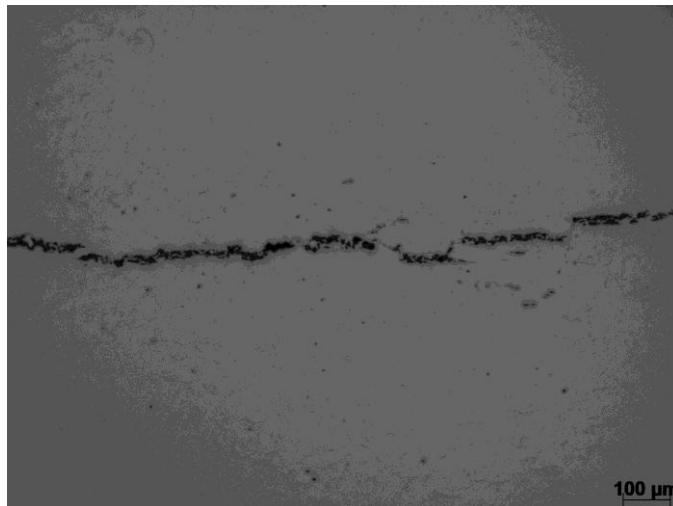


Figura 28.- Metalografía sobre probeta P1, zona X2, parte B. T/2 a 100x. Detalle grieta.

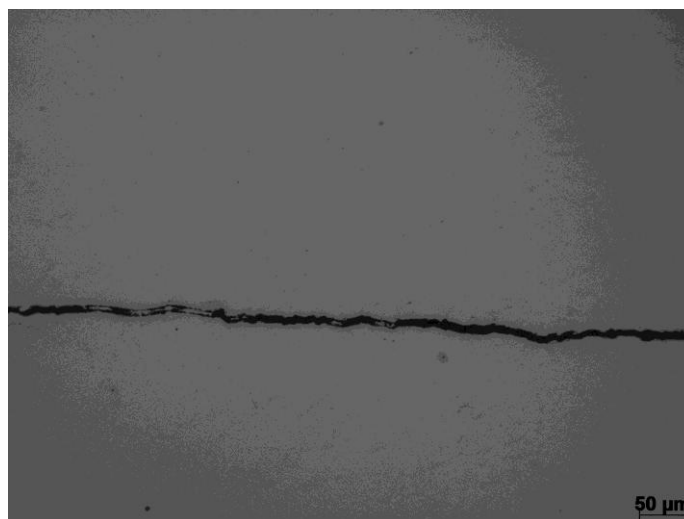


Figura 29.- Metalografía sobre probeta P1, zona X2, parte B. T/2 a 200x. Detalle grieta.

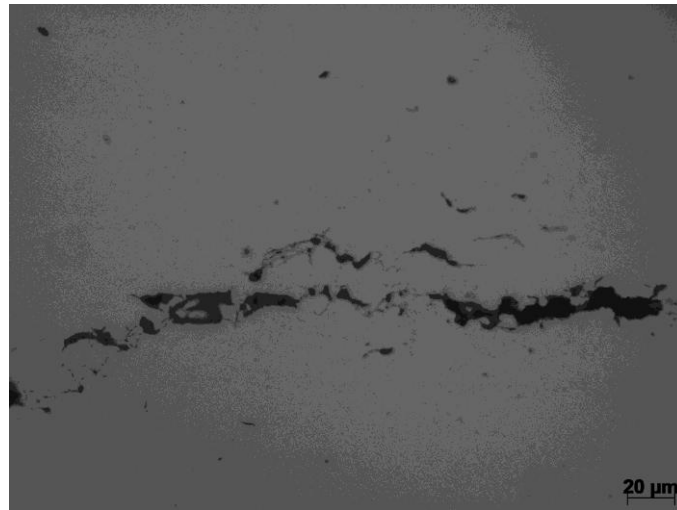
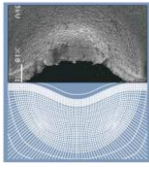


Figura 30.- Metalografía sobre probeta P1, zona X2, parte B. T/2 a 500x. Detalle grieta.

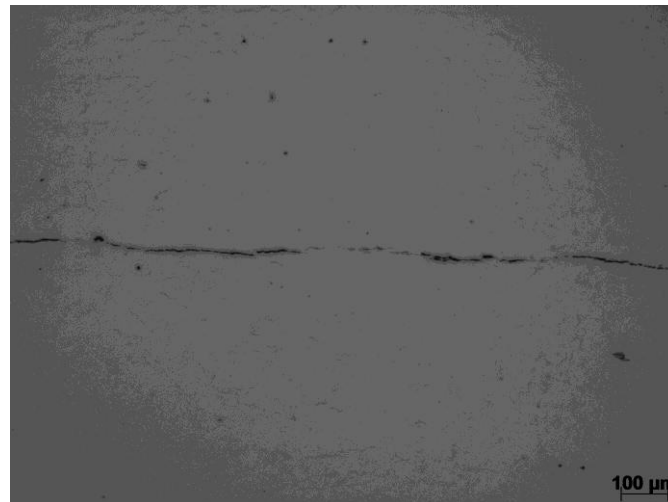


Figura 31.- Metalografía sobre probeta P1, zona X3, parte B. T/2 a 100x. Detalle grieta.

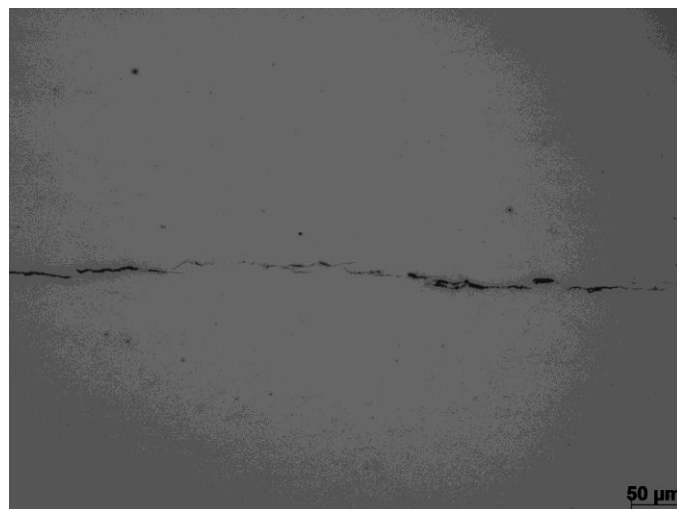


Figura 32.- Metalografía sobre probeta P1, zona X3, parte B. T/2 a 200x. Detalle grieta.

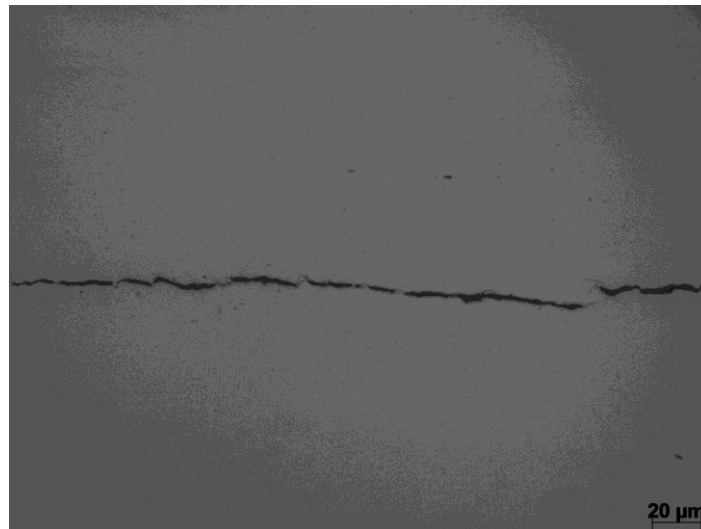
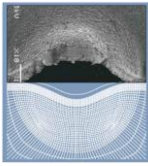


Figura 33.- Metalografía sobre probeta P1, zona X3, parte B. T/2 a 500x. Detalle grieta.

La zona situada a un cuarto de espesor (T/4) ha sido menos afectada que la región central de segregación. En esta zona se detectó un menor número de defectos. De cualquier manera, las micrografías realizadas en esta zona revelan también la existencia de microhuecos asociados al inicio del agrietamiento (figura 34), junto a la propagación y ramificación de las grietas en un estadio posterior (figuras 35 y 36).

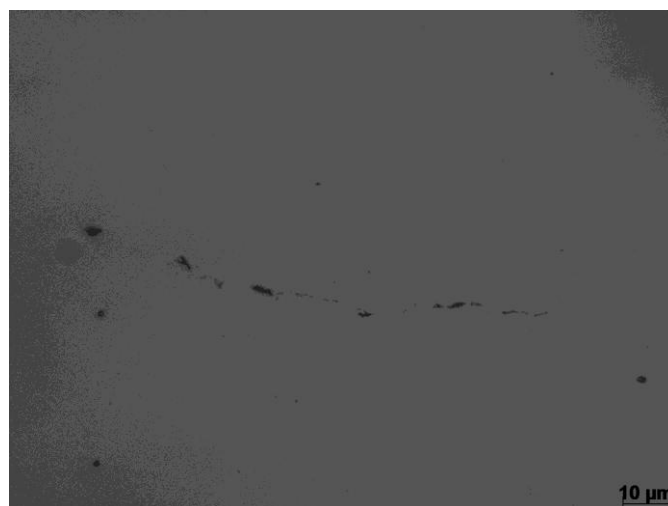


Figura 34.- Metalografía sobre probeta P1, zona X1, parte B. T/4 a 1000x.

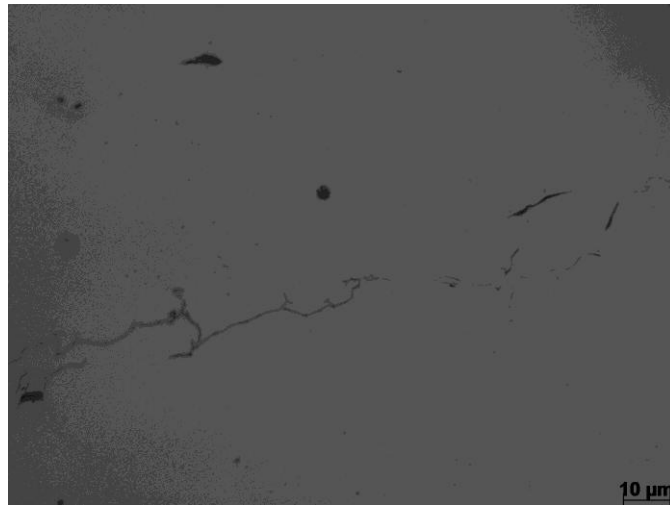
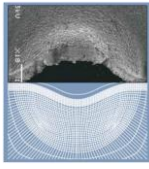


Figura 35.- Metalografía sobre probeta P1, zona X2, parte B. T/4 a 1000x.

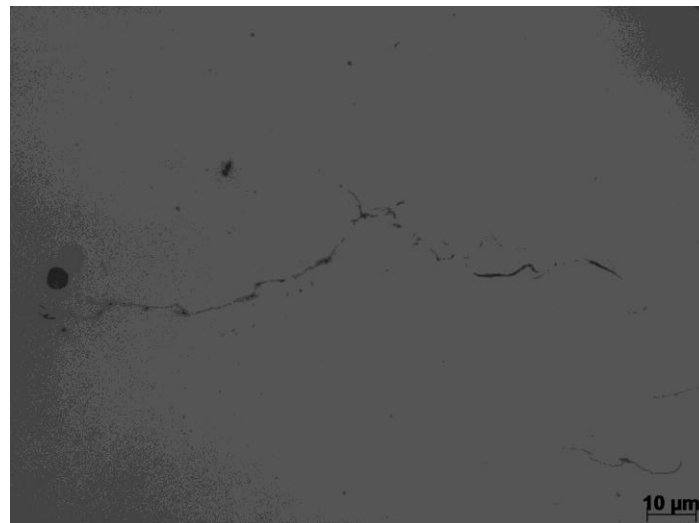


Figura 36.- Metalografía sobre probeta P1, zona X1, parte B. T/4 a 1000x.

Se realizó seguidamente un ataque químico con Nital al 2% sobre las probetas X1, X2 y X3 con objeto de revelar la situación de las grietas observadas a un cuarto de espesor en relación a la microestructura ferrito-perlítica bandeada del acero. Las figuras 37 y 38 dan cuenta de que las grietas progresan principalmente a través de las bandas perlíticas. En la figura 37 parece observarse que la perlita se ha alterado como consecuencia del largo mantenimiento a la alta temperatura de ensayo. En algunas zonas también parece observarse una zona descarburada alrededor de las grietas originadas por el ataque de HTHA. Recuérdese que el agrietamiento comienza como consecuencia de la reacción química del hidrógeno difundido en el interior del acero y la cementita de la perlita: $4H + Fe_3C \rightarrow CH_4 + 3Fe$

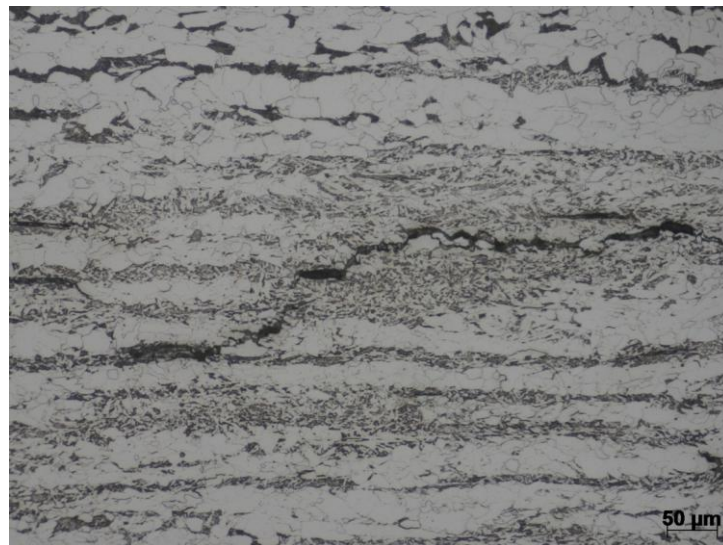
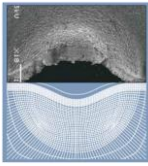


Figura 37.- Metalografía sobre probeta P1, zona X1, parte B. T/4. Nital 2% a 200x.

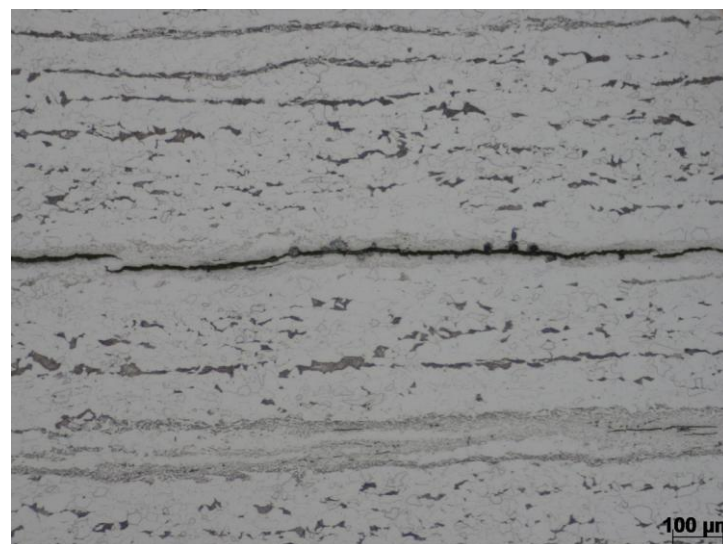


Figura 38.- Metalografía sobre probeta P1, zona X2, parte B. T/4. Nital 2% a 100x.

Las figuras 39, 40 y 41 muestran algunos defectos encontrados en la zona superficial B, de las probetas X1, X2 y X3. Las figuras 39 y 40 corresponden a un agrietamiento muy extendido que ha terminado con la casi desaparición de la perlita en un espesor de hasta unos 350 μm , mientras que bajo un menor número de aumentos también se pone de manifiesto que además del agrietamiento difuso indicado se ha formado también a 100-200 μm de profundidad una grieta subsuperficial de dimensiones considerables (en torno a 1 mm de longitud).

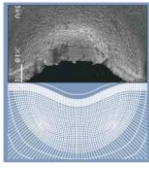


Figura 39.- Metalografía sobre probeta P1, zona X2, superficie B. Nital 2% a 200x.

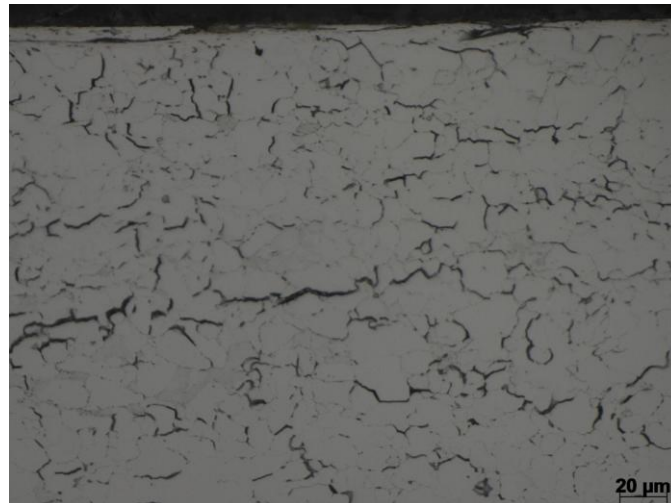
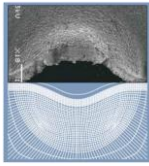


Figura 40.- Metalografía sobre probeta P1, zona X2, superficie B. Nital 2% a 500x.



Figura 41.- Metalografía sobre probeta P1, zona X3, superficie B. Nital 2% a 100x.



4.5.- CARACTERIZACIÓN DIMENSIONAL

Una vez evaluadas metalográficamente las zonas de interés X1, X2 y X3, en la cara B de la probeta original, se procedió a caracterizar dimensionalmente las diferentes grietas generadas, tanto en la región situada a un cuarto de espesor y en la proximidad de la superficie B.

Las grietas mayores medidas a un cuarto de espesor se muestran en las figuras 42 a 45. La grieta de mayor tamaño estaba situada en la probeta X3 y presentaba una longitud de 676 μm tal y como se muestra en la figura 44.

Por otro lado, las grietas mayores medidas en las proximidades de la superficie B se muestran en las figuras 46 a 49. En esta región, la grieta de mayor tamaño se situaba en la probeta X3 y presentaba una longitud de 1272 μm , como se muestra en la figura 49 y también se hace notar que la profundidad afectada por el agrietamiento subsuperficial se extiende en una profundidad de 370 μm .

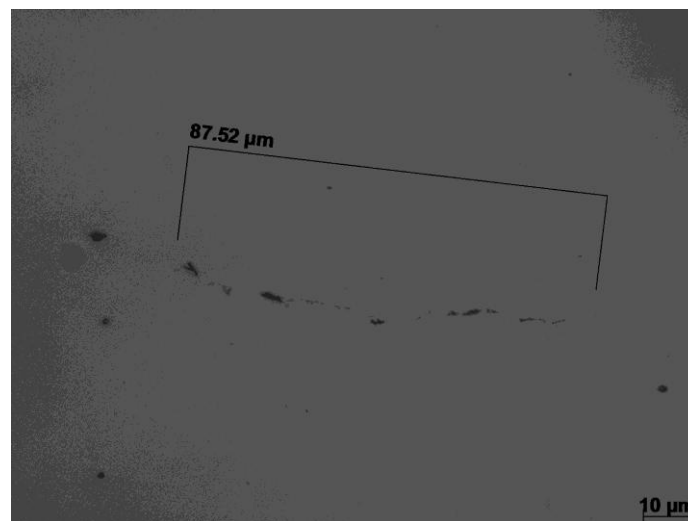


Figura 42.- Metalografía sobre probeta P1, zona X1, parte B. T/4 a 1000x. Cota.

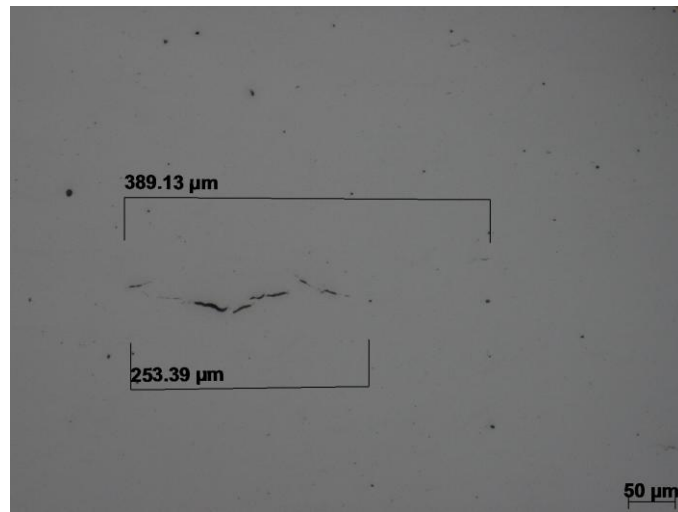
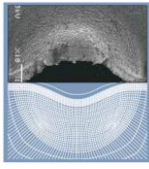


Figura 43.- Metalografía sobre probeta P1, zona X2, parte B. T/4 a 500x. Cota.

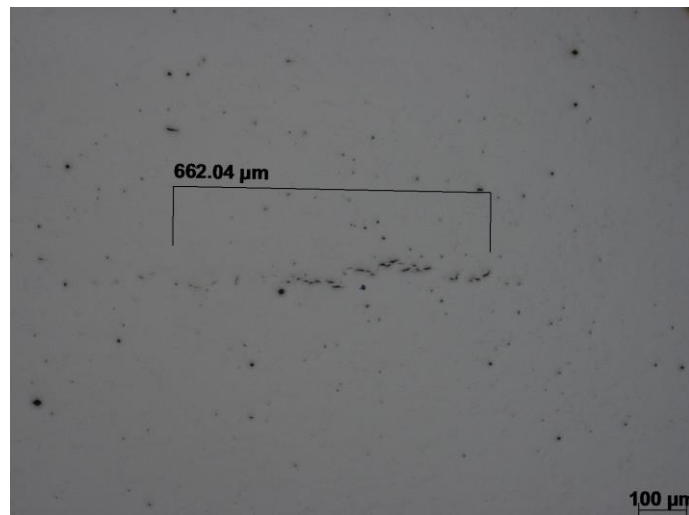


Figura 44.- Metalografía sobre probeta P1, zona X2, parte B. T/4 a 200x. Cota.

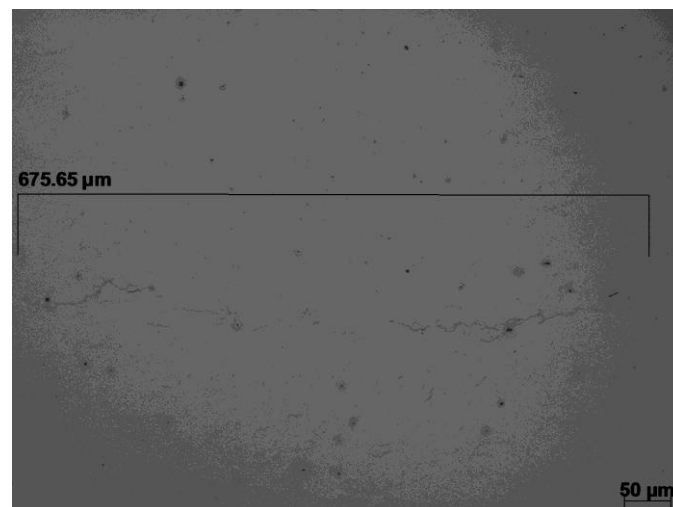


Figura 45.- Metalografía sobre probeta P1, zona X3, parte B. T/4 a 200x. Cota.

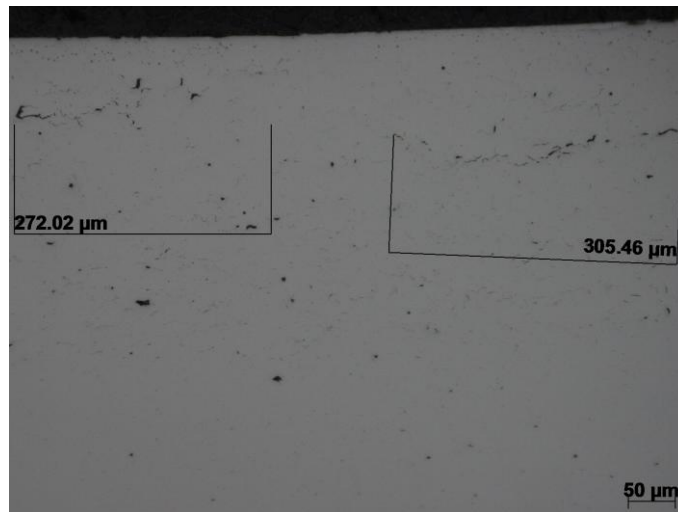
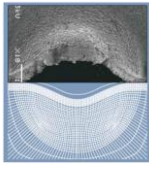


Figura 46.- Metalografía sobre probeta P1, zona X2, superficie B a 200x. Cota.

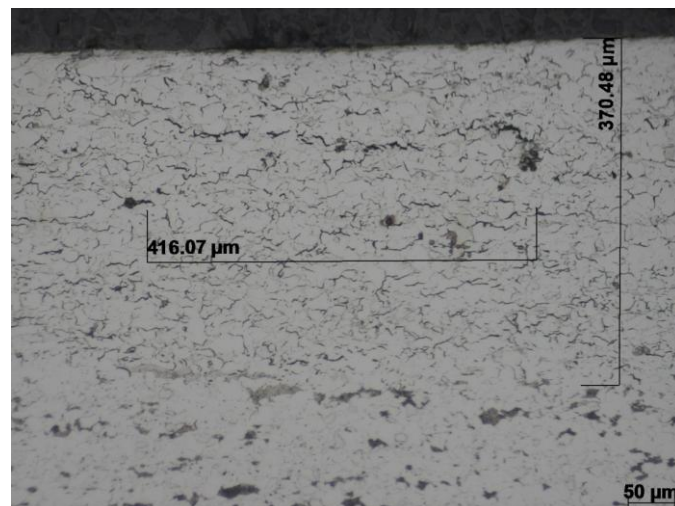


Figura 47.- Metalografía sobre probeta P1, zona X1, superficie B a 200x. Nital 2%. Cota.

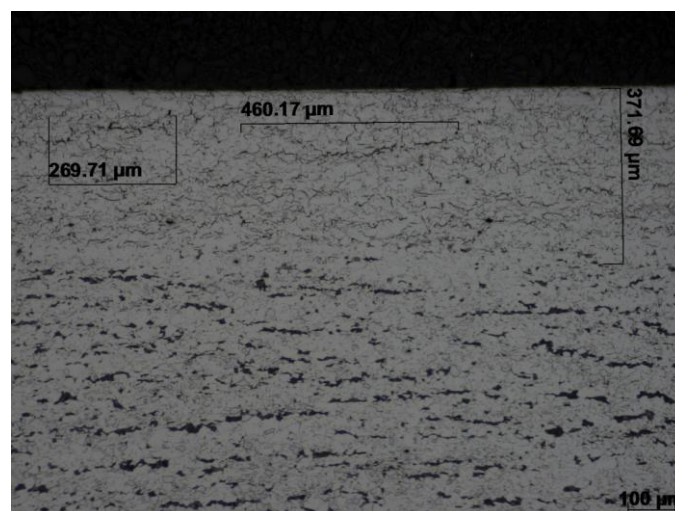


Figura 48.- Metalografía sobre probeta P1, zona X2, superficie B a 100x. Nital 2%. Cota.

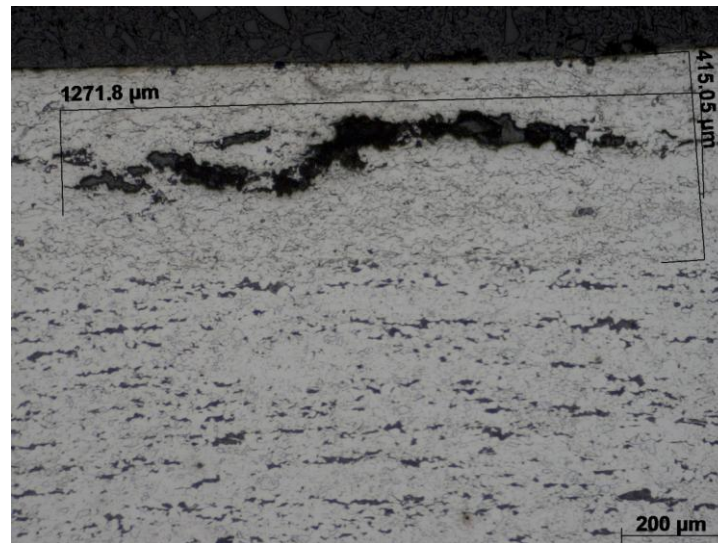
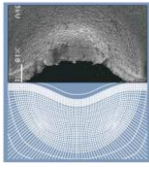
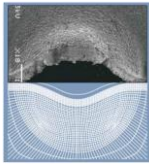


Figura 49.- Metalografía sobre probeta P1, zona X3, superficie B a 100x. Nital 2% Cota.



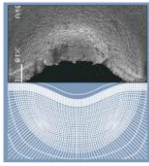
5.- CONCLUSIONES

A la vista de los resultados obtenidos, se ha comprobado que es factible el desarrollo de un procedimiento para la fabricación de probetas de aceros al carbono con inducción de defectos por hidrógeno a alta temperatura, HTHA.

Se ha conseguido reproducir el fenómeno de HTHA aplicando condiciones de trabajo por encima de la curva de Nelson para aceros al carbono, a alta presión (195 bar) y alta temperatura (500 °C) en estado estacionario durante 4 días.

Se han generado defectos a través del mecanismo de formación de grietas por hidrógeno a alta temperatura y presión, similares a las que se forman en servicio en los equipos operativos en la industria petroquímica. La mayoría de los defectos se concentraron a T/2 (zona de segregación central) encontrándose también defectos, alguno de más de 1 mm, en la zona T/4 y en zonas sub-superficiales.

A través del estudio metalográfico se han logrado caracterizar y dimensionar los defectos inducidos por HTHA, validando las indicaciones obtenidas en los ensayos no destructivos mediante la técnica de ultrasonidos TOFD.



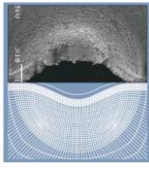
6.- TRABAJOS FUTUROS

A partir de la experiencia y de las conclusiones obtenidas en este Trabajo Fin de Máster se proponen una serie de trabajos que completarían adecuadamente la investigación realizada sobre el acero estructural S355K2:

- Inducción de defectos de HTHA y estudio de los mismos, en diferentes condiciones de carga de hidrógeno, sobre las probetas P2 y P3 fabricadas en las plantas piloto de soldadura de Fundación ITMA. Se utilizarán condiciones menos exigentes, menor tiempo, con objeto de producir defectos de menor tamaño indicativos del inicio del daño por hidrógeno.
- Fabricación de tres probetas (P4 a P6) en acero al carbono S355K2, suministrado en formato chapa de 50 mm de espesor, sin presencia de defectos iniciales en la chapa. Inducción de defectos de HTHA y estudio de los mismos, con carga de hidrógeno en las mismas condiciones de operación que las probetas P1 a P3.

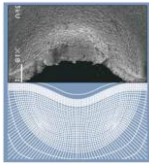
Concluidos los trabajos anteriores, en base al acero S355K2, se propone otra posible línea de trabajos futuros, que se resumen a continuación:

- Poder reproducir defectos por HTHA en otros materiales base, tipo C-0.5Mo, 1.25Cr-0.5Mo, 2.25Cr-1Mo.
- Analizar la influencia del estado tensional sobre materiales sometidos a HTHA. Por ejemplo aplicando las cargas de hidrogeno a materiales con soldaduras (tensiones residuales de soldeo), no solo a los metales base. También se podrían introducir probetas con útiles que las tensionen en el interior de la cámara de Disbonding.
- Analizar la pérdida de propiedades mecánicas en los diferentes estados de avance del HTHA, relacionándolo con la pérdida de propiedades en tracción, tenacidad, fluencia, y mecánica de la fractura en probetas grandes.
- Analizar la pérdida de propiedades mecánicas en los diferentes estados de avance del HTHA, en superficie con Small Punch Test.

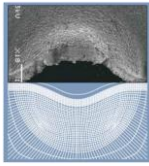


7.- REFERENCIAS

- [1] I. MISTRAS Group, "HTHA - High Temperature Hydrogen Attack." 2011.
- [2] U.S. CSB, "Catastrophic Rupture of Heat Exchanger Tesoro Anacortes Refinery," *U. S. Chem. Saf. Hazard Investig. Board*, 2014.
- [3] "API Recommended Practice 941," vol. 7056, no. February, p. 94108, 2016.
- [4] J. Ovejero, "Una mirada al daño por hidrógeno." Comisión Nacional de la Energía Atómica Argentina, Buenos Aires, pp. 7–8, 2009.
- [5] J. Romero, "Los Ensayos No Destructivos en la detección de ataque por hidrógeno a alta temperatura," 2003.
- [6] D. J. Benac and P. Mcandrew, "Reducing the Risk of High Temperature Hydrogen Attack (HTHA) Failures," pp. 624–627, 2012.
- [7] R. Á. Fernández, "Predicción de la fragilización por hidrógeno en reactores para la industria petroquímica y su análisis mediante ensayos de disbonding," Tesis Doctoral. Universidad de Oviedo, 2015.
- [8] K. Kawano, S. E. Coordinator, and I. E. Company, "Paper to be published in 2004," 2004.
- [9] S. Pillot, C. Chauvy, S. Corre, L. Coudreuse, A. Gingell, D. Héritier, and P. Toussaint, "Effect of temper and hydrogen embrittlement on mechanical properties of 2,25Cr-1Mo steel grades. Part II: Vintage reactors & MPT determination.," *Int. J. Press. Vessel. Pip.*, vol. 110, pp. 24–31, 2013.
- [10] Olympus, "Although time-of-flight diffraction (TOFD)," *Introduction to Time-of-Flight Diffraction for Weld Inspection*, 2015. [Online]. Available: <http://www.olympus-ims.com>.
- [11] T. Nadu, "TIME OF FLIGHT DIFFRACTION (TOFD) TECHNIQUE FOR ACCURATE SIZING," pp. 1–15, 2002.
- [12] B. M. Sánchez, "Desarrollo de un sistema ultrasónico TOFD configurable," Universidad Politécnica de Valencia, 2014.
- [13] E. R. Ros and G. D. Morcillo, "TOFD: conceptos básicos y procesamiento de señales," *Asociación Española de Ensayos No Destructivos*, vol. nº 39, pp. 16–24, 2007.
- [14] D. E. L. Diseño, M. Universitario, and E. N. Ingeniería, "Desarrollo y experimentación de un sistema ultrasónico TOFD configurable," 2013.



- [15] “The Web’s Largest Open Access Database of Nondestructive Testing (NDT).” [Online]. Available: <http://www.ndt.net>.
- [16] E. G. de León, *END - Ultrasonidos nivel II. Asociación Española de Ensayos no Destructivos*. 2007.
- [17] AENOR, “UNE-EN ISO 10863 - Ensayo por ultrasonidos. Uso de la técnica de difracción del tiempo de vuelo (TOFD).” 2012.



8.- PRESUPUESTO

El alcance del presupuesto incluye la selección de materiales, fabricación de las probetas, la inducción de defectos por HTHA y su evaluación metalográfica y dimensional.

PRESUPUESTO TFM					
Cód.	Descripción	Unidades	Precio	Cantidad	Importe
Selección de materiales y extracción de muestras para fabricación de probetas para HTHA					2.680,75 €
T1	Selección del material de partida Chapa acero S355K2, espesor 50 mm	kg	2,41 €	75	180,75 €
T2	Caracterización metal base Análisis químico (18 elementos)	Ud.	150,00 €	1	150,00 €
	Ensayo de tracción	Ud.	60,00 €	2	120,00 €
	Ensayo de resiliencia (a -40°C)	Ud.	200,00 €	8	1.600,00 €
	Macrografía	Ud.	100,00 €	1	100,00 €
	Micrografía	Ud.	120,00 €	2	240,00 €
	END líquidos penetrantes	Ud.	50,00 €	1	50,00 €
T3	Extracción de muestras para fabricación de probetas para HTHA Tiempo de máquina	h	60,00 €	4	240,00 €
Fabricación de probetas para HTHA					580,20 €
T4	Recargue auxiliar con inoxidable austenítico Soldadura robotizada	Ud.	73,40 €	3	220,20 €
T5	Mecanizado de probetas para HTHA Tiempo de máquina	h	60,00 €	6	360,00 €
Inducción de defectos por HTHA					800,00 €
T6	Inducción de defectos por HTHA	Ud.	800,00 €	1	800,00 €
Caracterización dimensional y microestructural de los defectos inducidos por HTHA					1.380,00 €
T7	Inspección por END mediante ultrasonidos TOFD y Phased Array	Ud.	500,00 €	1	500,00 €
T8	Examen macroscópico	Ud.	100,00 €	1	100,00 €
T9	Evaluación metalográfica en sección completa Micrografía	Ud.	60,00 €	3	180,00 €
T10	Evaluación metalográfica en zonas de referencia Tiempo de máquina (despiece probeta)	h	60,00 €	1	60,00 €
	Micrografía	Ud.	20,00 €	17	340,00 €
T11	Caracterización dimensional Micrografía	Ud.	10,00 €	8	80,00 €
	Tiempo de máquina (mediciones)	h	60,00 €	2	120,00 €
Valoración de resultados					6.030,00 €
T12	Busqueda de información y análisis	h	25,00 €	150	3.750,00 €
T13	Cálculos, evaluación y conclusiones	h	25,00 €	90	2.250,00 €
T14	Maquetación y encuadernación	Ud.	30,00 €	1	30,00 €

6% Beneficio industrial	688,26 €
13% Gastos generales	1.491,22 €
Presupuesto	13.650,43 €
21% I.V.A.	2.866,59 €
TOTAL	16.517,02 €