Estudio del comportamiento a la fragilización por hidrógeno de aceros destinado al transporte de hidrógeno por ductos

Trabajo Final de Carrera Presentado para la Obtención del Título de Ingeniería Mecánica

Gustavo Matías Giampaoli

Tutor: Ing. Anibal Rodriguez

Departamento de Ingeniería Mecánica
Instituto Tecnológico de Buenos Aires
Argentina

Septiembre 2022

Agradecimientos: en primer lugar, a mi familia, que siempre me ha apoyado en el camino que he decidido transitar. A mi mamá por su inmenso amor y apoyo incondicional. A mi tutor, con el que celebro haber compartido esta investigación. A todo el personal de CIDIM, quienes han brindado una ayuda inmensurable para que se concrete el proyecto. Y a quienes me han apoyado sin saber lo importante que fueron: amigos, compañeros y docentes; les deseo a todos que coincidan con personas tan extraordinarias.

Índice

1 Introducción 1
1.1 Motivación y objetivo del trabajo 1
1.2 CONTEXTO 2
1.3 Estructura del trabajo 2
2 Marco teórico 4
2.1 Microscopía 4
2.1.1 Orígenes de la microscopía 4
2.1.2 Introducción a la metalografía 4
2.1.3 Microscopio óptico metalográfico 5
2.1.4 Microscopio metalográfico utilizado y sus características 10
2.1.5 Método para la realización del ensayo 11
2.2 Contenido Inclusionario 13
2.2.1 Inclusiones no metálicas 13
2.2.2 Métodos macrográficos 14
2.2.3 Medición de las inclusiones con métodos microscópicos 14
2.2.4 Mecanismos de fractura y su relación con el contenido inclusionario 15
2.2.5 Relación entre el contenido inclusionario y las fallas por fatiga 16
2.3 Teoría de mecánica de fractura 19
2.3.1 Repaso histórico de los modelos 19
2.3.2 Criterio de intensidad de tensiones LEFM 20
2.3.3 Correcciones a la LEFM 23
2.3.4 METODO DE IRWIN 23
2.3.5 Mecánica de fractura elasto-plastica 25
3 Desarrollo 28
3.1 Diseño de morsetería 28
3.2 Fabricación de morcetería 33
3.2.1 Mecanizado 33
3.2.2 tratamiento térmico 35
3.3 Fabricación de probetas 37
3.4 Puesta a punto del ensayo con probetas muleto 40
3.5 Resultados y nuevas consideraciones 43
3.6 Estudio en hidrogeno 46
4 RESULTADOS 50
5 ESTUDIO DE LA COMPOSICION DEL MATERIAL BASE Y ANALISIS INCLUSIONARIO 51

6 CONCLUSIONES Y TRABAJOS A FUTURO 56
7 BIBLIOGRAFIA 58
8 Apéndices 60
8.1 Tablas 60
8.2 Fisuras obtenidas analizadas en el microscopio óptico metalográfico 63
8.3 Imágenes y tablas correspondientes al estudio en el EDS 75

1 Introducción

1.1 Motivación y objetivo del trabajo

En la actualidad, el mundo va en camino a reducir las emisiones de dióxido de carbono (CO_2) debido al fuerte impacto ambiental que representa. En este sentido, el desarrollo de nuevas tecnologías en el sector de la energía ha encontrado en el hidrógeno un combustible que puede ayudar a mejorar la situación actual. Uno de los beneficios que posee el hidrógeno como combustible es el hecho de ser muy liviano. Por ende, al llenar un tanque con unos pocos kilogramos (en comparación a otros combustibles) se puede recorrer grandes distancias. Esta propiedad se llama gran densidad energética por unidad másica. Ees lo que lo hace ideal para vehículos que requieren realizar grandes distancias con una sola recarga y tienen como factor limitante el peso que pueden cargar.

Al igual que el almacenamiento, el transporte de hidrógeno es una parte fundamental de la cadena de suministro debido al desafío tecnológico y a las dificultades en la manipulación de este elemento. En la actualidad las dos formas de transporte terrestre utilizadas son a través de camiones con hidrogeno comprimido y a través de ductos. En el presente estudio se hará foco al transporte de ductos y específicamente al comportamiento de los materiales frente al mismo.

El uso de ductos es análogo al transporte de gas natural. Aproximadamente existen actualmente 2.000 km de cañerías que transportan exclusivamente hidrógeno en Estados Unidos, cuyos dueños son los fabricantes del gas. Las cañerías se usan para transportar a grandes usuarios, como refinerías y plantas petroquímicas. Se trata de una opción de elevado costo pero que adquiere atractivo cuando se trata con volúmenes de producción muy grandes. Requiere de una gran inversión inicial de capital siendo esto una limitante a la hora de decidir en invertir en este tipo de infraestructura. Actualmente, se investiga en el poder del hidrógeno para penetrar el acero y las soldaduras debido a su alta difusividad, además de su capacidad de fragilizarlo a partir del fenómeno de Embrittlement (fragilización) [1]. El problema que se ha comentado es lo que motiva el siguiente estudio sobre un el comportamiento de los aceros existentes de las líneas de transporte de gas en Argentina y su viabilidad para el transporte de hidrógeno.

El objetivo del trabajo es poder determinar el comportamiento de un acero de baja aleación fabricado por Grupo Techint S.A. en un ambiente de hidrógeno presurizado haciendo foco al comportamiento de una fisura inducida mediante fatiga en un ensayo controlado. Una vez que el acero en cuestión es expuesto al ambiente mencionado por un período de tiempo determinado (en nuestro caso será de 1000hs) se estudiarán las variaciones que presenten las fisuras en las distintas probetas ensayadas. Para realizar el estudio se comenzó analizando las normas técnicas involucradas y una vez terminada su lectura se desarrolló un método para obtener la fisura deseada que cumpla con los requisitos impuestos por estas. Se han diseñado y fabricado los dispositivos necesarios para vincular las probetas a la máquina de ensayo y luego se comenzó la puesta a punto de este. En principio, se fabricaron las primeras probetas para poder lograr un mejor manejo de la máquina, y a su vez, para lograr la puesta a punto de los parámetros del ensayo. Una vez que se han obtenido los resultados buscados en las probetas de prueba, se fijan los valores de los parámetros y los pasos a seguir del ensayo. Por otro lado, se ha realizado un exhaustivo estudio metalúrgico del material para poder determinar la composición del mismo, sus propiedades mecánicas y el tipo de inclusiones no metálicas presentes.

1.2 CONTEXTO

El presente estudio se encuentra enmarcado en un trabajo multidisciplinario realizado en conjunto por Grupo Techint S.A. y el Instituto Tecnológico de Buenos Aires. El mismo, nace de la necesidad de obtener información fehaciente sobre el comportamiento de un acero de baja aleación al someterse a un ambiente de hidrogeno a alta presión. En paralelo a los ensayos que se tratarán en este trabajo otro grupo de estudiantes del ITBA ha desarrollado una cámara con la instalación correspondiente para poder realizar ensayos de exposición a presión de hidrógeno de manera segura y monitoreando en tiempo real cualquier variación en el mismo.

Se ha trabajado en forma paralela con los integrantes del laboratorio de ensayos especiales que tiene sede en campana y se ha logrado fortalecer el vínculo ya existente entre ambas instituciones. Para Grupo Techint S.A. este trabajo significa un área nueva de negocios y para el ITBA formar profesionales que estén al tanto de los desafíos tecnológicos actuales es parte de su misión como Universidad. Con el fin de que el trabajo tenga la dinámica suficiente para poder realizarse en un tiempo prudente se han celebrado reuniones virtuales semanales como también reuniones presenciales con miembros del centro de ensayos especiales de Ternium que han sido de gran ayuda para desarrollo y finalización de los ensayos.

El finalizar la puesta a punto de las técnicas y las campañas de ensayos presentadas en este trabajo, se ha desarrollado una cámara de alta presión que permitiría realizar un ensayo análogo, pero en una situación aún más critica que la estudiada. Por otro lado, el mundo tiende cada vez más a ampliar los usos de hidrogeno como fuente de energía y esto genera la necesidad de una comprensión más profunda del comportamiento de los materiales existentes para su transporte y almacenamiento.

1.3 Estructura del trabajo

En primer lugar, se realizó la revisión bibliográfica y evaluación de la microestructura que involucra el estudio metalográfico del material en cuestión. Para la misma se ha hecho hincapié en el estudio de los materiales mediante el uso de un microscopio óptico metalográfico y la utilización del SEM para poder estudiar la composición del material base y sus inclusiones no metálicas. Para esto se ha

desarrollado la teoría base de la microscopia y el contenido inclusionario, que cuentan con una amplia bibliografía dado su importancia en diversos campos de la ciencia.

Por otro lado, se ha revisado la bibliografía que involucra el proceso de fisuracion por fatiga y se ha mencionado brevemente la teoría existente de fractotenacidad donde se ha estudiado en particular la teoría que se utiliza en el ensayo. En el caso de la teoría de mecánica de fractura la bibliografía no es igual de amplia que en el resto de los campos de estudio ya que es un área que data de menos años de estudio pero que en la actualidad ha tomado un interés muy importante en la evaluación de diseños, integridad estructural y seguridad.

En segundo lugar, se ha realizado la lectura de las distintas normas involucradas en el ensayo para luego poder comenzar con el desarrollo de los primeros prototipos y probetas de prueba. Una vez realizado un estudio más exhaustivo de los mismo se dio marcha a la fabricación de la morcetería que se ha utilizado en los ensayos y en paralelo a las primeras probetas para lograr una correcta puesta a punto de los parámetros del ensayo para obtener los resultados buscados.

Una vez obtenidos los paramentos del ensayo mediante las probetas de prueba fabricadas en el CIDIM se comienza a trabajar con las probetas oficiales provistas por Terchint para realizar los ensayos oficiales. Luego de obtener un set de probetas prefisuradas, se ha realizado la medición de estas para luego mediante el uso de la norma poder calcular los valores de tensiones a los que finalmente se han sumergido a las probetas en la atmosfera de hidrogeno.

Por último, una vez transcurrido el tiempo del ensayo, se vuelven a realizar las mediciones pertinentes con el fin de poder evaluar el efecto que ha tenido el hidrógeno en las probetas.

2 Marco teórico

2.1 Microscopía

2.1.1 Orígenes de la microscopía

La invención de la microscopía es considerada una sucesión de eventos más que un hito realizado por una persona en particular. Desde los primeros lentes utilizados en la antigua Roma hasta las imágenes con gran aumento y resolución de la actualidad han sido muchas las personas que realizaron contribuciones en este tema. A finales del siglo XVI, en Holanda, el fabricante de anteojos Zacharías Jannsen descubrió la forma de conseguir ampliación en una imagen alargando el tubo de los ya existentes telescopios sin obtener buena resolución. Su utilización en la microscopía no era posible. Recién a mediados del siglo XVII se consiguieron lentes con la calidad suficiente para ser utilizados en biología y anatomía. Estos microscopios constaban de varios lentes con distintos aumentos que no obtenían gran definición, pero si aumentos de hasta 100 veces, por lo que se necesitaba gran agudeza y poder descriptivo por parte del usuario. En el siglo XIIX no se lograron avances significativos, pero en el siglo XIX se constituyó un modelo que ya presentaba características muy similares al de la actualidad. El mismo ya contaba con 3 o 4 lentes con una capacidad de aumentos de 100 veces, un sistema eléctrico para la iluminación del objeto con posibilidad de variar la misma; esto último hacía posible variar la cantidad de luz necesaria según la opacidad o transparencia del objeto con el fin de lograr un aumento en la zona de nitidez. Por ultimo en el siglo XX se desarrolló el primer microscopio electrónico con un poder de resolución del orden de los nanómetros [2].

Durante este período de tiempo, el uso de estos instrumentos estuvo ligado a la biología, aunque el considerado padre de la metalografía, Henry Clifton Sorby, logró examinar correctamente muestras metálicas en el año 1863. Esto ocurrió dos siglos después de los primeros usos en la biología debido a que las muestras metálicas deben tener una cuidadosa preparación de la superficie. Además, a diferencia de las muestras biológicas que son translúcidas, las muestras metálicas son opacas y por lo tanto requieren microscopía de luz reflejada en lugar de transmitida. Esto generó que las superficies lizas y brillantes se hayan podido ver correctamente en un microscopio de luz reflejada, pero la dificultad radicaba en cómo distinguir las distintas fases de los componentes. Este problema fue superado gracias al desarrollo de la técnica que tiene más aceptación y uso en la actualidad: el ataque químico.

2.1.2 Introducción a la metalografía

La metalografía es una rama de la ciencia que consiste en examinar y determinar la constitución y estructura de los componentes de los metales y sus aleaciones. El examen de la estructura puede realizarse en distintos niveles de aumento, que van desde un examen visual o de bajo aumento como 20x hasta aumentos superiores a 1.000.000× con microscopios electrónicos. La metalografía también puede incluir el estudio de estructura cristalina mediante técnicas como la difracción de rayos X. Sin embargo, la herramienta más conocida de la metalografía es el microscopio óptico, con la capacidad de resolver características microestructurales de 0,2 µm o más. La otra herramienta principal de estudio en metalografía es el microscopio electrónico de barrido (SEM). En comparación con el microscopio óptico, el SEM amplía el rango de resolución en más de dos órdenes de magnitud hasta aproximadamente 4 nm [3].

Sin embargo, incluso con la llegada de la microscopía electrónica, el microscopio óptico sigue siendo el primer y más importante dispositivo de estudio en la metalografía. A veces, el contraste de una microestructura es inadecuado con un SEM de menos de 500×, mientras que es muy visible con un microscopio de luz básico y una muestra debidamente preparada. El contraste entre los

componentes microestructurales en la microscopía óptica dependen en gran medida de la preparación de la muestra y la experiencia del técnico laboratorista.

El conocimiento de la microestructura y sus características como tamaño de grano y el tamaño, forma y distribución de las segundas fases son importantes para determinar el comportamiento de los metales. Por lo tanto, la caracterización de estos empleando el método de la microscopía óptica es esencial. Teniendo en cuenta que el aumento útil de estos equipos es de aproximadamente 1500x, los mismos presentan limitaciones a la hora de examinar algunas características como las dislocaciones, los numerosos tipos de partículas de segunda fase y algunas características de determinadas estructuras cristalinas, como por ejemplo la martensita. Para analizar estas cualidades representativas se debe avanzar con el método de microscopía electrónica. Otro uso importante de estas técnicas se da en el análisis de fallas debido a fractura, desgaste y/o corrosión.

La caracterización óptica de las microestructuras de los metales y aleaciones implica la identificación y medición de fases, precipitados y constituyentes, y la determinación del tamaño y la forma de los granos, la extensión de la macla, y algunas de las características de los límites de grano y otros defectos observables. La anisotropía de la orientación del grano también es importante a la hora de caracterizar la microestructura de un material. Las características microestructurales existen en tres dimensiones, mientras que la observación metalográfica suele representar sólo dos dimensiones. Por lo tanto, la microscopía efectiva requiere frecuentemente observaciones microestructurales en dos o más direcciones.

2.1.3 Microscopio óptico metalográfico

El microscopio óptico es el más utilizado para el análisis metalográfico. Su funcionamiento está basado en la reflexión de un haz de luz horizontal que proviene de una fuente artificial al impactar con un reflector de vidrio plano a través del objetivo del microscopio sobre la superficie de la muestra. Parte de la luz incidente, reflejada desde la superficie de la muestra, se amplificará al pasar a través del sistema inferior de lentes, llegará al objetivo y continuará hacia arriba a través del reflector de vidrio plano. El aumento de la imagen se da gracias a la combinación de varios lentes que logran obtener aumentos de hasta 1500x [4].

Las partes esenciales de cualquier sistema de iluminación son una fuente de luz y un sistema de condensadores. El condensador es necesario para recoger la luz que se desvía de la fuente y dirigirla a la pequeña zona de la muestra que se va a examinar. Esto sirve para dos propósitos: Hace que el objeto aparezca más brillante para que pueda ser visto más fácilmente (mejorando también su contraste), y también permite al usuario controlar el ángulo en el que la iluminación llega a la muestra. El haz puede hacerse converger en la muestra o puede iluminarla con rayos paralelos. En la microscopía electrónica, los conceptos de contraste y ángulo de convergencia son importantes. Con la adición de dos aberturas variables cerca de la lente condensadora y el lente objetivo, es posible controlar el área de la muestra que se ilumina y la dispersión angular de la luz recogida de la muestra. En la figura 1 se puede observar un microscopio óptico metalográfico y en la figura 2 un esquema general del funcionamiento de los mismos [5].

Figura 1. Microscopio óptico metalográfico ZEISS Axio Observer [5].

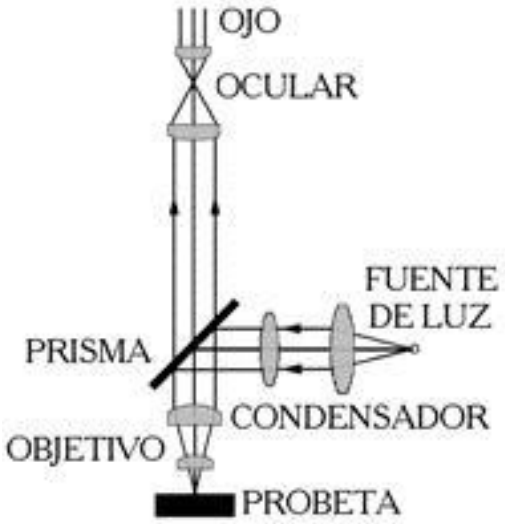


Figura 2. Esquema básico de funcionamiento de un microscopio óptico metalográfico.

A la hora de fabricar un microscopio óptico se debe considerar que mientras más compacto y menos ajustes se hagan más cómodo de usar se vuelve. Esa es la razón de fabricarse varios lentes con distintas distancias focales para lograr varios niveles de aumento fijos. La alternativa sería variar la distancia entre los componentes del microscopio, lo cual no sería nada práctico. Este problema no se plantea en los microscopios electrónicos, donde todos los parámetros son más fáciles de ajustar. Generalmente, la cantidad de lentes a utilizar para estos equipos es de dos debido a una simple razón: los detalles útiles más pequeños (200 nm) se pueden distinguir con un aumento del orden de x1000, obteniendo la mínima resolución del ojo humano (0,2 mm). Por lo tanto, un aumento de la imagen solo provocaría aumentar las aberraciones del sistema. Cabe destacar que el microscopio electrónico de barrido tiene una resolución mejor y en este caso tiene sentido utilizar mayores aumentos [3].

Las mencionadas aberraciones que existen en una imagen son la cromática y la monocromática. La primera ocurre dada la combinación de distintas longitudes de onda en la luz, mientras que la segunda se da en luz con una sola longitud de onda. Los efectos que producen son los de distorsionar la imagen en cada punto y por lo tanto hacen que esta baje su calidad de resolución. La aberración cromática se genera por el desvío de la luz que se produce al atravesar un lente y que depende directamente de la longitud de onda. En el microscopio óptico, hay dos maneras de mejorar las aberraciones cromáticas: combinando lentes de diferentes formas e índices de refracción o eliminando la variación de la longitud de onda de la fuente de luz mediante el uso de filtros o lámparas especiales. Las aberraciones monocromáticas surgen debido a las diferentes longitudes de recorrido de los distintos rayos desde un punto del objeto hasta el punto de la imagen. La parte de la lente más alejada del eje óptico enfoca los rayos más cerca de la lente que la parte central de la misma. Todas las aberraciones monocromáticas se reducen si sólo se utiliza la parte central del objetivo, es decir, si se reduce la apertura del mismo. Como se mencionó anteriormente esto limita la resolución del microscopio, por lo que debe analizarse el compromiso entre ambos factores [3].

La resolución puede definirse como el espacio más cercano de dos puntos que pueden verse claramente a través del microscopio como entidades separadas. Esto no es necesariamente lo mismo que el punto más pequeño que puede verse, que a menudo será menor que el límite de resolución. Aunque todas las lentes del microscopio fueran perfectas y no introdujeran distorsiones en la imagen, la resolución siempre está limitada por el efecto de difracción. En cualquier microscopio, la luz debe pasar por una serie de aberturas restringidas (como los lentes) lo cual produce difracción, de modo que un haz de luz paralelo (que se vería como un punto) se transforma en una serie de conos, que se ven como círculos y se conocen como anillos de Airy. Se puede demostrar que menor sea la apertura, mayor será el punto central del disco de Airy. El efecto de difracción limita la resolución de un microscopio, porque la luz de cada punto pequeño del objeto sufre difracción. Para que este disco sea lo más pequeño posible, la apertura debe ser lo más grande posible. Otra opción es utilizar luz verde o, si es posible, luz ultravioleta; esto debido a que la longitud de onda es inversamente proporcional a la resolución y estas dos son las que menores valores presentan [3].

Existen diversos microscopios ópticos metalográficos, todo incluyen las siguientes características: una fuente de iluminación de alta intensidad, un microscopio y la capacidad de examinar la superficie de las muestras utilizando luz polarizada, contraste de fase, iluminación de campo oscuro o de campo claro.

- Campo oscuro y campo claro

La iluminación por campo claro es el modo predominante para examinar microestructuras. La imagen en campo oscuro es muy utilizada cuando se necesita mayor contraste que el que otorga campo claro.

En las imágenes de campo claro, la muestra es iluminada uniformemente por una fuente de luz. El campo oscuro requiere que la muestra sea iluminada por rayos de luz oblicuos o cizallantes. Hay un tope central que bloquea la parte central de los rayos de luz para que no iluminen la muestra directamente. Así, el ángulo de los rayos de luz que iluminan la muestra es tan grande que la luz de la muestra no puede entrar en la lente del objetivo a menos que sea dispersada por objetos microscópicos. El campo oscuro en la iluminación reflejada se realiza utilizando un tope central en la trayectoria de la luz. Los rayos de luz en forma de anillo son reflejados para iluminar la superficie de la muestra con un ángulo oblicuo. La figura 3 muestra la comparación entre las imágenes de

campo claro y oscuro de un campo idéntico en una muestra de acero de alto carbono bajo un microscopio de luz reflejada [3].

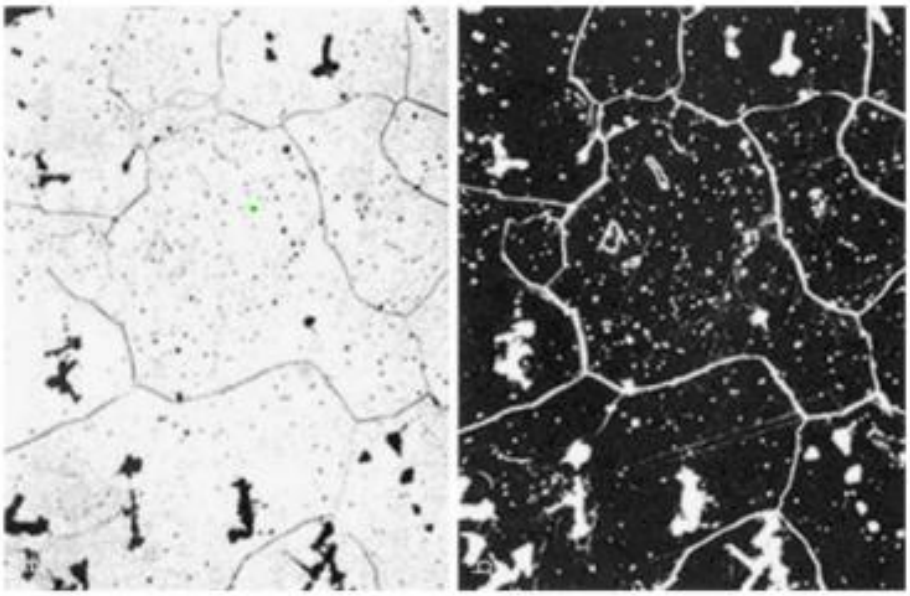


Figura 3. Se observa un acero AISI 1080 mediante campo claro (izquierda) y campo oscuro (derecha) [3].

- Contraste de fase

Esta técnica es utilizada principalmente en polímeros debido al poco contraste que se observa en el modo de campo claro. En esta, un cambio de fase debido a la difracción de la luz por un objeto se convierte en un cambio de amplitud. Esta conversión se basa en el fenómeno de interferencia de las ondas luminosas. La interferencia constructiva se produce cuando se combinan dos ondas de la misma longitud de onda que no tienen una diferencia de fase entre ellas. Sin embargo, la interferencia completamente destructiva se produce cuando se combinan dos ondas con una diferencia de fase de media longitud de onda. Se espera una imagen oscura del objeto en la microscopía de contraste de fase. La variación en el retardo de fase a través de la muestra produce variaciones en el contraste. La figura 4 muestra las diferencias de imagen entre las imágenes de campo claro y las imágenes de contraste de fase para una fibra de vidrio reforzada [3].

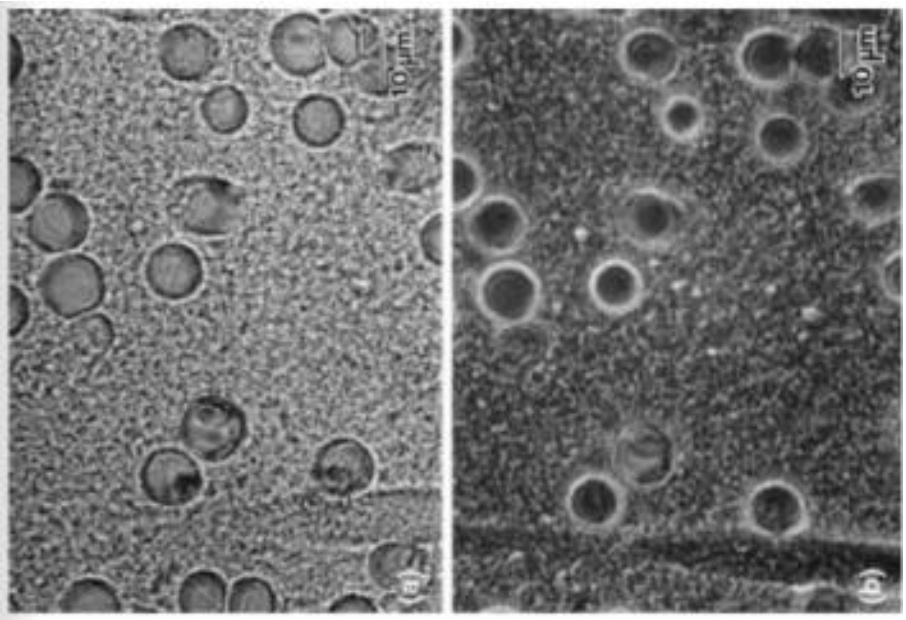


Figura 4. Comparación usando como muestra una fibra de vidrio reforzada entre: a) campo claro; b) contraste de fase [3].

- Luz polarizada

Esta técnica se utiliza para examinar muestras que presentan anisotropía óptica. Esta anisotropía se produce cuando los materiales transmiten o reflejan la luz con diferentes velocidades en distintas direcciones. Esta particularidad se da principalmente en aquellos materiales con una estructura cristalina no cubica. Su funcionamiento, en forma resumida se debe a que, si las ondas de luz pasan a través de un filtro polarizador, la onda transmitida vibrará en un solo plano. Dicha luz se denomina luz polarizada plana. Cuando la luz polarizada es transmitida o reflejada por un material anisótropo, la luz polarizada vibra en un plano diferente al plano incidente. Estos cambios de polarización generan el contraste asociado a los materiales anisótropos. En la figura 5 se puede observar un análisis con microscopio óptico para titanio puro utilizando campo claro y luz polarizada. Se puede observar como en el caso de utilizar luz polarizada se obtiene una imagen más útil ya que se pueden observar muy fácilmente los distintos granos [3].

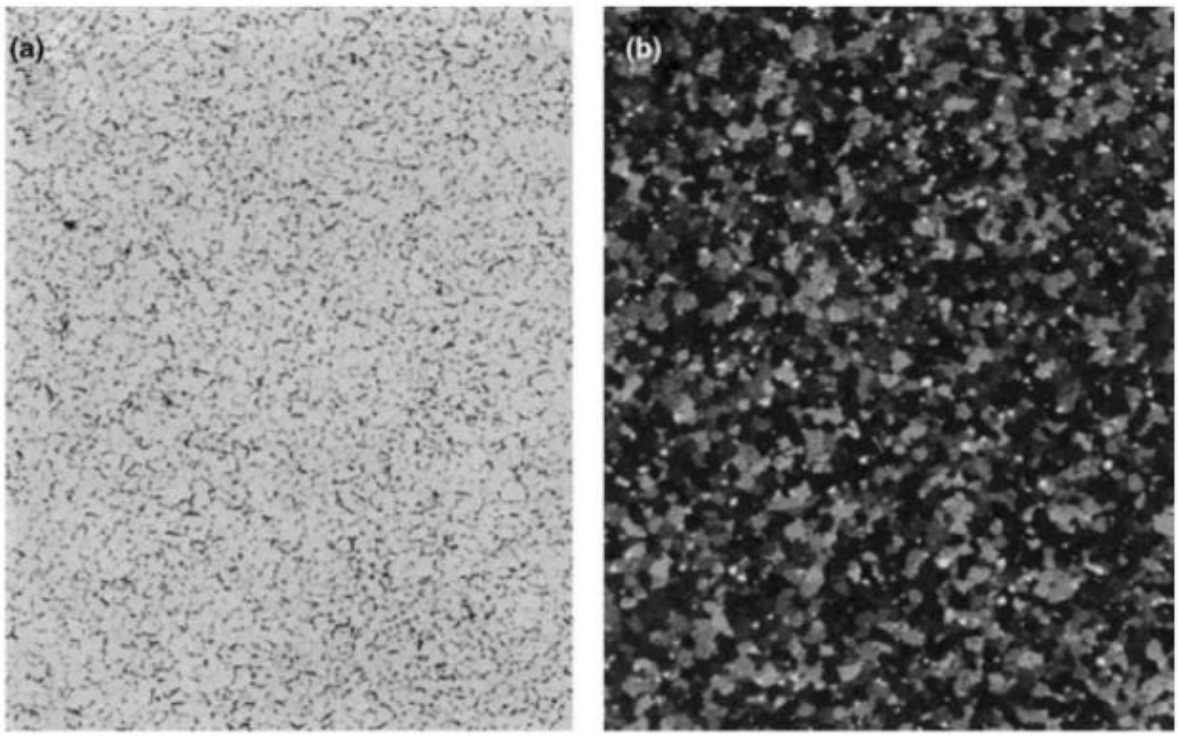


Figura 5. Comparación de dos microscopías para una muestra de titanio: a)campo claro; b)luz polarizada. [3]

2.1.4 Microscopio metalográfico utilizado y sus características

El CIDIM (centro integrado de desarrollo en ingeniería mecánica) posee un microscopio metalográfico ZEISS Axio Oberver. Este posee grandes prestaciones que permiten trabajar con un gran número de muestras en poco tiempo. No es necesario volver a enfocar o cambiar el aumento o la muestras ya que este equipo presenta componentes automatizados gracias a varios módulos de software que permiten analizar, por ejemplo, inclusiones no metálicas, tamaños de grano y fases, todo automáticamente.

Este equipo presenta varias ventajas respecto a versiones anteriores. Este puede reducir el tiempo de preparación de las muestras como el de investigación. Esto se debe a que su diseño facilita la alineación paralela a la lente de los objetivos. Una vez que se logra enfocar una muestra, este enfoque se guarda para todos los aumentos y muestras futuras. Los resultados fiables y las imágenes brillantes dependen de varias variables, pero la estabilidad de la imagen y la iluminación homogénea son fundamentales, especialmente a grandes aumentos. Por eso este microscopio cuenta con la posibilidad de iluminar de forma homogénea el campo entero de visión produciendo imágenes brillantes. Además, gracias a la incorporación de un sistema de control complejo los resultados van a ser reproducibles en cada muestra. Otra característica interesante del microscopio es la posibilidad de adquirir distintos accesorios según las necesidades y el tipo de muestras con los que se trabaja. Posee una distinta gama de insertos que varían la apertura del microscopio, desde tamaños estándar hasta más de 10mm de apertura para muestras muy pequeñas. Por último, brinda la posibilidad de analizar muestras con contraste polarizado usando un analizador fijo, otro que rota 360º y una placa giratoria de onda completa. Esto nos permite variar la dirección de incidencia de la luz polarizada hacer bireflexión la cual es muy útil para analizar muestras anisotrópicas [5].

2.1.5 Método para la realización del ensayo

La preparación de las muestras tiene un orden práctico para asegurarse obtener buenos resultados al momento de observarla a través del microscopio, para esto ASTM tiene una norma específica donde se analizan todos los pasos a seguir [6].

a) Selección de la muestra

La importancia en la selección de la muestra u espécimen es que para obtener resultados finales válidos la misma debe ser representativa del material estudiado. Dependiente de la causa del análisis, las consideraciones en su elección varían. Por ejemplo, el caso del análisis metalográfico en un estudio de fallas, la muestra se debe obtener lo más cerca posible de la fractura o de la iniciación de la falla. Es criterio del encargado de realizar el ensayo que esto se cumpla, el entendimiento de la situación en particular y la experiencia son los factores más importantes.

b) Tamaño de la muestra

Las muestras no deben tener un tamaño mayor a 25 mm de lado (para muestras rectangulares) y de 25 mm de diámetro (en muestras cilíndricas). La altura debe ser la justa para una manipulación sencilla durante el pulido, en caso de que las muestras sean pequeñas se realizará la etapa ´´e´´.

c) Corte de la muestra

El corte debe ser con mucho cuidado para minimizar la alteración de la estructura del metal. Lo más general es utilizar un disco especial de corte por abrasión mientras se suministra una alta cantidad de refrigerante, evitar el calentamiento de la muestra es de vital importancia para que no sufra transformaciones que lleven a mediciones inválidas.

d) Limpieza de la superficie

Se debe realizar una limpieza para eliminar grasas, aceites y residuos provenientes del corte de la probeta con algún solvente orgánico. También se puede utilizar ultrasonido, el cual es muy efectivo removiendo los últimos residuos de la probeta.

e) Montaje de las muestras

El montaje en necesario en muestras pequeñas o de forma compleja para tener un mejor manejo de la misma. Existen diversos métodos para realizar el montaje, en general se utiliza una matriz polimérica que puede ser incluida en caliente o frío bajo la aplicación de presión. Se recomienda utilizar incluidoras en caliente ya que se logra una calidad y dureza optima en el polímero final.

f) Esmerilado y pulido

Primero se procede a realizar el esmerilado, donde se busca obtener una superficie plana con un daño mínimo que sea fácilmente eliminable en la etapa de pulido. EL mismo se va a hacer utilizando distintas telas de esmeril de material abrasivo aplicadas en etapas sucesivas, comenzando con la de grano más grueso hasta la que nos dé el mejor acabado posible entre todas. Una vez finalizado el esmerilado se va a utilizar una pulidora con el fin de obtener una superficie espejo donde se han eliminado todas las marcas de daño generadas en las etapas anteriores, especialmente en la de corte de la probeta. Este paso se aplica con pulidoras especiales y junto a la aplicación de un líquido (en general agua) con el fin de actuar como refrigerante. Esto último tiene el objetivo de evitar el calentamiento para evitar las transformaciones de la microestructura, al igual que en la etapa de corte.

g) Ataque químico

El ataque químico consiste en la utilización de algún tipo de reactivo (lo más frecuente es utilizar nital) [7] para generar un cambio de color en los granos de la muestra. Lo que se va a lograr es que los granos de las distintas microestructuras obtengan distintos tipos de coloración u de intensidad de la misma según su composición. Esto se debe a que varía la velocidad a la que reacciona cada microconstituyente con el ácido, el que reacciona más rápido se ataca más rápido y se ve más oscuro; el menos atacable refleja más luz y se ve más claro.

2.2 Contenido Inclusionario

2.2.1 Inclusiones no metálicas

Las inclusiones no metálicas están presentes en todos los metales, indiferentemente del tipo o proceso de conformado para su obtención. Estas tienen una importante influencia en las propiedades y características de los materiales por lo que su estudio y entendimiento son fundamentales. Influyen directamente en la formabilidad, maquinabilidad, soldabilidad, resistencia a la fatiga, resistencia a la fractura, resistencia a las cargas dinámicas, corrosión y tenacidad [8]. Las inclusiones pueden ser catalogadas de varias formas, por ejemplo, dependiendo de su origen, pueden llamarse endógenas o exógenas. Las inclusiones endógenas son aquellas que provienen de una fuente interna como pueden ser productos de la desoxidación o precipitados como sulfitos; las inclusiones exógenas provienen del exterior como por ejemplo los refractarios del horno o materiales de molde para colada. Los sulfitos o productos de desoxidación son considerados como fases no metálicas a pesar de muchas veces tener presentes elementos metálicos. Las inclusiones endógenas se subdividen en óxidos y sulfitos, los nitruros y carburos que son visibles en el microscopio óptico no son considerados inclusiones debido a que usualmente poseen características similares al metal que lo acompañan que a su componente no metálico. Las inclusiones también se clasifican según su tamaño, pudiéndose encontrar inclusiones de 100 µm como usuales y de hasta 30-40 nm como las más pequeñas. En general las exógenas se analizan con macrografías ya que su tamaño suele ser mayor a las endógenas, las cuales suelen analizarse con microscopía [3].

La distribución de las inclusiones varía de acuerdo a su origen y tipo. Las exógenas no se distribuyen uniformemente, por lo que las probabilidades de encontrarlas analizando un plano aleatorio es baja. La inspección macroscópica debe usarse para localizar estas partículas antes de realizar un estudio microscópico. En cambio, las inclusiones endógenas suelen estar más uniformemente distribuidas, aunque su concentración varía según la locación. Por ejemplo, en la colada por lingotes, los sulfitos suelen segregar hacia el centro y la parte superior, mientras que los óxidos lo hacen hacia el centro y la parte inferior.

La formación de las inclusiones puede dividirse en tres etapas: nucleación, crecimiento y coalescencia o aglomeración. En la nucleación, los núcleos de la nueva fase se forman como resultado de la sobresaturación de la solución que puede darse por su enfriamiento (el equilibrio depende de la temperatura) o por la desilusión de aditivos. Este proceso depende de la tensión superficial liquido frontera, cuanto menor sea esta se requiere menor sobresaturación para la formación de nuevos núcleos. La etapa de crecimiento de una inclusión separada continúa hasta que el equilibrio químico se consigue, es decir, hasta que no hay sobresaturación. Pero al ser un proceso lento, un cierto nivel de sobresaturación fuera del equilibrio puede ser retenido. La coalescencia o aglomeración ocurre cuando por activación térmica o agitación forzada la movilidad se ve aumentada y hace que se encuentren cara a cara dos inclusiones. La coalescencia ocurre en caso de que estemos en una fase liquida, mientras que la aglomeración ocurre en estado sólido.

Existen diversos métodos para detectar inclusiones donde destacan los métodos macrográficos como ultrasonido o partículas magnéticas, los métodos micrográficos como microscopía óptica o SEM o el método químico como la aislación de residuos [3]. Contrario a lo que se puede pensar en primera instancia, el método químico para el análisis inclusionario es el menos utilizado, en cambio, obtener resultados con un microscopio óptico para luego compararlos con los resultados de la bibliografía existente se considera la forma más eficiente para realizar el análisis.

2.2.2 Métodos macrográficos

Estos métodos son muy útiles para analizar en forma general las inclusiones, pero no permiten determinar con detalle la composición y forma de las mismas, por eso siempre debe recurrirse a un análisis micrográfico que nos puede brindar más detalles sobre las mismas. Dentro de las ventajas que presentan destacan que facilitan el examen de probetas con grandes superficies y que el tiempo de preparación de la muestra es menor al no requerirse un pulido del mismo grado que en el análisis micrográfico. La ventaja de analizar probetas con grandes superficies radica en que las inclusiones más grandes en el acero, que son las más dañinas, no se distribuyen uniformemente por lo que al analizar una muestra más grande aumenta la probabilidad de encontrarlas. Las desventajas que presentan son la imposibilidad de distinguir entre distintas formas de las inclusiones y que no se pueden detectar las más pequeñas. Dentro de estos métodos destacan los siguientes [3]:

- Macro-etch Test

Se utiliza para obtener el contenido inclusionario y su distribución, usualmente en la sección transversal o transversalmente a la dirección de rolado u forjado. Esta se ataca químicamente con una solución acida (en general agua con ácido clorhídrico) para revelar las inclusiones que se ven a simple vista o con pequeños aumentos utilizando instrumentos como lupas.

- Método de fractura

Este método se usa para determinar la presencia y localización de las inclusiones. Se utiliza para aceros con una dureza aproximada de 60 HRC y un tamaño de grano 7 o menor. La muestra no debe presentar excesivas identaciones externas o concentradores que guíen a la fisura. Se busca que la fractura se de en forma longitudinal y a través del centro de la muestra. Una vez que se procede a examinar la superficie de la fisura, se puede utilizar un aumento de hasta 10 diámetros; además, existen métodos como el tintado térmico que aumentan la visibilidad del cordón de óxido. La norma ISO 3763 proporciona una guía para la clasificación de las inclusiones por este método, pudiéndose registrar indicaciones de hasta 0,4mm de longitud.

- Método Step-Down

El método de ensayo por etapas se utiliza para determinar la presencia de inclusiones en las superficies mecanizadas de aceros laminados o forjados. La muestra de ensayo se mecaniza a diámetros especificados por debajo de la superficie y se inspecciona en busca de las inclusiones bajo una buena iluminación a simple vista o con poco aumento. Esta prueba se utiliza esencialmente para determinar la presencia de inclusiones de 3 mm de longitud y más.

- Partículas magnéticas

El método de las partículas magnéticas es una variación del método de reducción de pasos para materiales ferromagnéticos en el que la muestra de ensayo se mecaniza, se magnetiza y se le aplica polvo magnético. Las discontinuidades pequeñas, como 0,40 mm de longitud, crean campos de fuga magnéticos que atraen el polvo magnético, mostrando la inclusión. La utilización de este método no es sencilla, puede conducir a una interpretación incorrecta de las características microestructurales, como las vetas de austenita retenida, micro segregación o carburos en ciertas aleaciones; esto es particularmente probable si se emplean corrientes de magnetización elevadas.

2.2.3 Medición de las inclusiones con métodos microscópicos

Luego de comprender que las inclusiones afectan a las propiedades de los metales, el estudio de su tamaño, contenido, forma y distribución se ha vuelto muy relevante. A través de los años han surgido diferentes métodos microscópicos para su medición, de los cuales destacan: medición de la maleabilidad, métodos gráficos para evaluar el contenido inclusionario, métodos cuantitativos

manuales y análisis automático de imágenes. A pesar de existir diferentes métodos, el más utilizado y sugerido por la norma empleada [9] consiste en el análisis metalográfico de la muestra y la comparación de los resultados obtenidos con una colección de tablas de referencia de microscopías realizadas y documentadas. Esta gran colección de imágenes metalográficas es principalmente aportada por las prácticas recomendadas SAE [10]. Aunque no se incluyen todas las posibles formas y tipos de inclusiones, las más usuales y generales pueden encontrarse fácilmente en esta fuente. Existen varios tipos de métodos que utilizan esta técnica que se conocen como A (tipo sulfito), B (tipo alúmina), C (tipo silicato) y D (tipo óxido globular), los cuales se discutirán próximamente. La mayor desventaja de los métodos microscópicos es que el campo de análisis es muy pequeño ($0{,}5mm^2$), por lo que para que un análisis describa las condiciones generales de la probeta original se deben analizar muestras a lo largo de la misma. Además, la experiencia es un factor fundamental debido a que estos resultados deben interpretarse para determinar si el contenido inclusionario puede considerarse un problema para la funcionalidad que tendrá la probeta analizada.

Retomando la clasificación de los 4 tipos de inclusiones, existe otra clasificación posterior de las mismas una vez que se las identifica: se dividen en niveles de gravedad basados en el número o longitud de las partículas presentes en un campo de visión de 0,50 mm2. Las inclusiones de tipo A y C son muy similares en tamaño y forma. Por lo tanto, la discriminación entre estos tipos se ve facilitada mediante técnicas metalográficas. Los sulfuros del tipo A son de color gris claro mientras que las de tipo C son negras cuando se ven bajo iluminación de campo claro. La discriminación entre estos tipos también puede ser de campo oscuro o con iluminación polarizada cruzada, donde las inclusiones de sulfuro pulidas son oscuras y las inclusiones de silicato parecen luminiscentes. Las inclusiones de tipo B están formados por un número (al menos tres) de partículas de óxido redondas o angulares con relaciones de aspecto inferiores a 2 que se alinean de forma casi paralela al eje de deformación. Las inclusiones de tipo C consisten en uno o más óxidos muy alargados con superficies lisas alineadas en paralelo al eje de deformación. Las relaciones de aspecto son generalmente altas, ≥ 2. Los óxidos que tengan relaciones de aspecto < 2, y no formen parte de un cordón de tipo B o C se clasifican como tipo D. Después de clasificar las inclusiones por tipo, deben clasificarse por grosor o diámetro. El ancho de la inclusión se utiliza para clasificarlas en la categoría de finas o gruesas. En el caso de que varíe su ancho a lo largo de la misma, se la caracteriza según la que sea más representativa.

Luego de la clasificación por tipo y grosor, se procede a determinar los niveles de severidad de las inclusiones dentro de las áreas de prueba de 0,50 mm2. Esta clasificación puede observarse con mayor detalle en la norma empleada [9]. En esta norma también se puede encontrar una forma completa de proceder para analizar y categorizar cada tipo de inclusión.

2.2.4 Mecanismos de fractura y su relación con el contenido inclusionario

En el acero los mecanismos de fractura pueden dividirse en 3 [11]:

a) El clivaje es un modo de fractura transgranular en el que la fractura se propaga a través de planos cristalográficos dentro de los granos y la superficie de fractura aparece como una serie de planos con aspecto brillante y facetado. Las tensiones que producen clivaje son normales, hay escaza deformación plástica asociada y una baja energía absorbida. En este tipo de fallas la baja deformación plástica y el rápido crecimiento de la fisura provocan fallas catastróficas. En este modo de fractura, la principal forma de mejorar la tenacidad es controlando la unidad microestructural que produce los planos de propagación, que en los aceros es el tamaño de grano de la austenita y de los microconstituyentes finales.

b) La fractura intergranular a baja temperatura, es un modo de fractura que se produce a lo largo de los límites de grano debido a la microsegregación o precipitación de segundas fases a lo largo de los límites del grano. Estas partículas actúan como sitios de nucleación de vacíos para la fractura intergranular con hoyuelos.

c) El tercer tipo de fractura es la denominada fractura dúctil. Es un mecanismo de nucleación, crecimiento y coalescencia de cavidades. Las cavidades de la estructura cristalina se nuclean en las inclusiones y la fractura se produce cuando estas cavidades crecen y se unen en condiciones de tensión. Esto ocurre debido a que, al someterse al material a deformaciones plásticas, las inclusiones avanzan y se encuentran una con otras. Al haber varias inclusiones juntas, se genera un punto preferencial para la nucleación de una fisura. Al reducir el contenido inclusionario en un acero, estadísticamente hay menor cantidad de puntos de nucleación, por lo tanto, se tendrá un acero con un mejor comportamiento frente a la fractura dúctil. La superficie resultante es una fractura tiene aspecto opaco y rugoso. Además, este tipo de fracturas se caracterizan por un comportamiento dúctil al principio, observándose grandes deformaciones plásticas. Luego de deformar plásticamente, se da una pérdida de espesor o diámetro, lo que lleva a que la sección final falle frágilmente al propagarse la fisura a través de la coalición de inclusiones mencionada anteriormente. A diferencia del primer modo mencionado, las tensiones que producen este tipo de fracturas se encuentran a 45º, donde se da la máxima tensión tangencial.

Los dos primeros modos ocurren generalmente por debajo de la temperatura de transición de dúctil-frágil, mientras que el tercero ocurre por encima de la temperatura de transición. En la figura 6 se puede observar en ambas fotografías de la izquierda una fractura del tipo ductil y en las de la derecha una fractura del tipo frágil, en ambos casos para un acero al carbono.

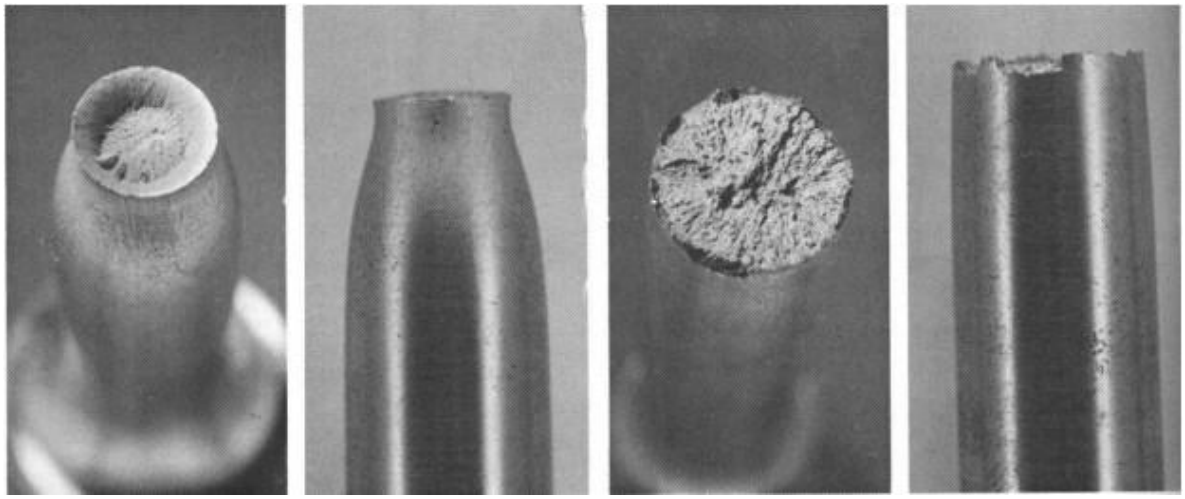


Figura 6. Fractura dúctil (izquierda) y fractura frágil (derecha).

2.2.5 Relación entre el contenido inclusionario y las fallas por fatiga

El efecto de las inclusiones en las propiedades de fatiga de los aceros ha sido durante mucho tiempo un tema de interés y el papel que desempeñan las inclusiones en el mecanismo de nucleación de grietas por fatiga es ahora bien conocido para tiempos de vida finitos [12]. En condiciones de bajo ciclo el espécimen de fatiga está generalmente sujeto a grandes deformaciones cíclico-plásticas y esto conduce a la formación de bandas de deslizamiento intensas, que interactúan con las inclusiones y las partículas de segunda fase para producir núcleos de grietas de fatiga en una etapa temprana de la vida de fatiga. Por el contrario, el extremo superior del rango de ciclos intermedios

corresponde generalmente a condiciones en las que la deformación cíclica global en la muestra de fatiga permanece dentro del rango elástico y todas las deformaciones cíclico-plásticas están confinadas a pequeñas regiones de intensificación de la tensión local en el lugar de las inclusiones. En estas condiciones, el desprendimiento en la interfaz entre la inclusión y la matriz es el principal mecanismo que conduce a la formación de grietas de fatiga [3].

Experimentos recientes de fatiga de alto ciclo muestran que la nucleación de grietas por fatiga en el acero está controlada por la presencia de inclusiones esferoidales. Al inicio del ciclo de fatiga, a un nivel de tensión justo por encima del límite de fatiga, las inclusiones inducen una concentración máxima de los puntos polares de la frontera entre la inclusión y la matriz. Sin embargo, la intensidad del campo de tensiones es considerablemente inferior a la necesaria para provocar una plasticidad cíclica localizada en la matriz adyacente: de este modo, las grietas de fatiga no se nuclean mientras las inclusiones permanecen sin daños y firmemente unidas a la matriz. Con los ciclos de fatiga continuados, las inclusiones en la superficie libre empiezan a mostrar desprendimiento en el límite entre la inclusión y la matriz o bien propagación de grietas de fatiga dentro de la inclusión, bajo la influencia de las tensiones cíclicas intensificadas. Estos efectos conducen finalmente a una separación completa de las inclusiones de la matriz circundante para formar agujeros en la superficie libre. Los ciclos de fatiga subsiguientes van acompañados del desarrollo de zonas plásticas cíclicas en los límites de las cavidades formadas, lo que conduce a la nucleación de grietas de fatiga en estos puntos de la matriz. Con los ciclos de fatiga continuados, los núcleos de grietas se propagan a través de la matriz hasta que se forma una fisura dominante, a la que sigue el crecimiento de la grieta estable hasta alcanzar el tamaño suficiente para producir la falla. Las inclusiones que tienen mayor susceptibilidad a este fenómeno son las de alumina [3].

Las partículas de cementita y otro tipo de inclusiones no desempeñan ningún papel en la nucleación de grietas de fatiga de alto ciclo. En el caso de las partículas de cementita, su ineficacia se debe a la gran similitud entre su módulo elástico y los de la matriz de acero, lo que da lugar a que prácticamente no se produzca una concentración de tensiones localizada en condiciones de fatiga de alto ciclo, junto con su alta resistencia y su fuerte unión a la matriz. En la figura 7 se puede observar la nucleación de una fisura en el entorno de una inclusión para una carga cíclica.

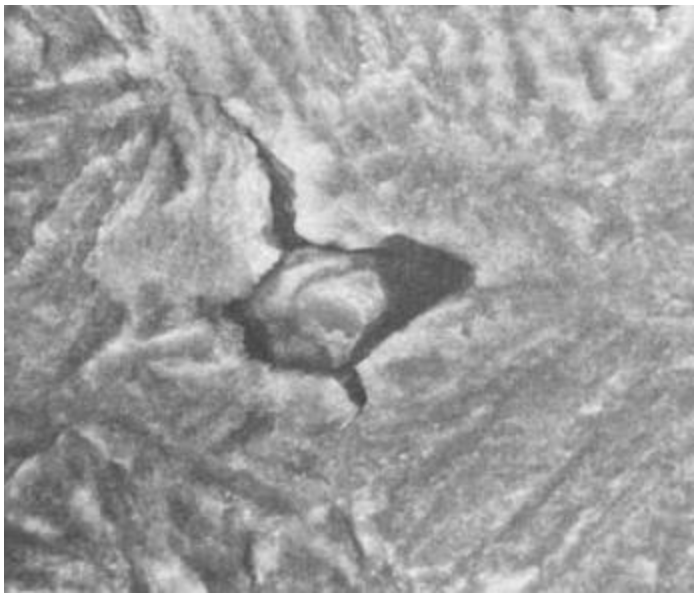


Figura 7. Nucleación de una fisura bajo condiciones de carga cíclicas [3].

2.3 Teoría de mecánica de fractura

2.3.1 Repaso histórico de los modelos

Los parámetros más importantes para realizar un ensayo de mecánica de fractura son: el tamaño de la fisura presente, la carga a la que se encuentra sometida la probeta y la tenacidad a la fractura del material. Se define como tenacidad a la fractura a la cantidad de energía necesaria para propagar un defecto ya existente [13].

Originalmente, los primeros estudios en el campo de la mecánica de fractura han buscado obtener el valor de tensión que lleva a un material a fracturarse. La primera hipótesis tomada fue que se produce cuando se rompe la fuerza de enlace atómica, es decir, cuando se supera la fuerza de atracción entre los átomos. La misma está dominada por la siguiente relación:

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{E \,.\, \gamma_s}{X_0}} \qquad (1)$$

Donde σ_c es la resistencia cohesiva teorica del material, γ_s es la energía de superficie por unidad de área, X_0 es la distancia interatómica y E es el módulo elástico del material.

Luego de realizar una serie de ensayos de laboratorio se pudo comprobar que esta teoría no era acertada y que se necesitaban tensiones de hasta 4 órdenes de magnitud menores para lograr el objetivo. La hipótesis que surgió para entender esto fue que los defectos microscópicos actúan como concentradores de tensión que provocan un aumento de las tensiones en ciertos puntos. Esto significaría que los defectos puntuales provocarían una fisura en valores de tensiones mucho menores que la resistencia cohesiva de los átomos, por lo que en la punta de una fisura ya existente donde el área es pequeña y el concentrador alto se necesitaría un valor de tensiones mucho menor al esperador para que esta propague.

El primero en abordar este problema fue Inglis, que llegó a una expresión para la concentración de tensiones en una placa plana con un agujero elíptico que simulaba una fisura. El problema de su desarrollo fue que para un radio de curvatura muy pequeño la tensión resulta infinita. Esto es erróneo ya que con una carga infinitesimal el material se fracturaría. Esto no resulto un gran inconveniente ya que este nunca podría ser menor al espacio entre átomos X_0 por lo que finalmente la expresión resultaría:

$$\sigma_A = 2\sigma \sqrt{\frac{a}{X_0}} \qquad (2)$$

Donde a es la semi longitud de la elipse, lo que simula el largo de la fisura.

Sin embargo, al buscar comprobar este modelo en el laboratorio la experimentación demostró que la tensión en la punta de la fisura no controla la fractura del material, especialmente en el caso en que exista un gradiente de tensiones. Debido a esto se cambió el enfoque para abordar el problema y fue Griffith quien aplico el primer principio de la termodinámica para la formación de fisuras,

deduciendo que la misma puede formarse o crecer solo si la energía del sistema se mantiene constante o disminuye, en consecuencia, se necesita suficiente energía potencial en el material para vencer a la energía de superficie y así lograr que la fisura propague. El modelo desarrollado arrojaba resultados correctos para materiales muy frágiles, pero no lograba acertar en materiales dúctiles, por lo que el efecto de la plasticidad debía ser considerado. Esto fue subsanado por Irwin y Orowan que propusieron la siguiente ecuación incluyendo los efectos de fluencia [13]:

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2.E.(\gamma_s + \gamma_p)}{\pi.a}} \qquad (3)$$

Donde γ_p representa es el trabajo plástico por unidad de superficie creada y es mucho mayor a γ_s.

Esta energía adicional asociada a la plasticidad se debe a que no solo alcanza con la rotura de los enlaces atómicos, también es necesario que se muevan las dislocaciones cercanas a la punta de la fisura. Este modelo es válido para aquellos materiales que son clasificados como lineales elásticos.

El siguiente modelo fue introducido por Irwin, a diferencia de sus predecesores hizo un planteamiento energético donde definió a G como la taza de liberación de energía que básicamente definía una medida de la energía disponible en el material para propagar la fisura. Esto ocurre cuando G alcanza el valor de G_c pero a su vez según el valor de la variación de G el crecimiento será estable o inestable.

2.3.2 Criterio de intensidad de tensiones LEFM

Como se ha visto anteriormente, a lo largo de los años se han publicado diferentes modelos para explicar la teoría de la mecánica de fractura. El modelo del criterio de intensidad de tensiones es el primer modelo que tuvo aplicación práctica, ya que este permite estudiar el crecimiento de fisuras al conocer el campo de tensiones en torno a la punta de la misma [13]. Tomando el origen del sistema de coordenadas polares en la punta de la fisura como se observa en la figura 8 se puede escribir:

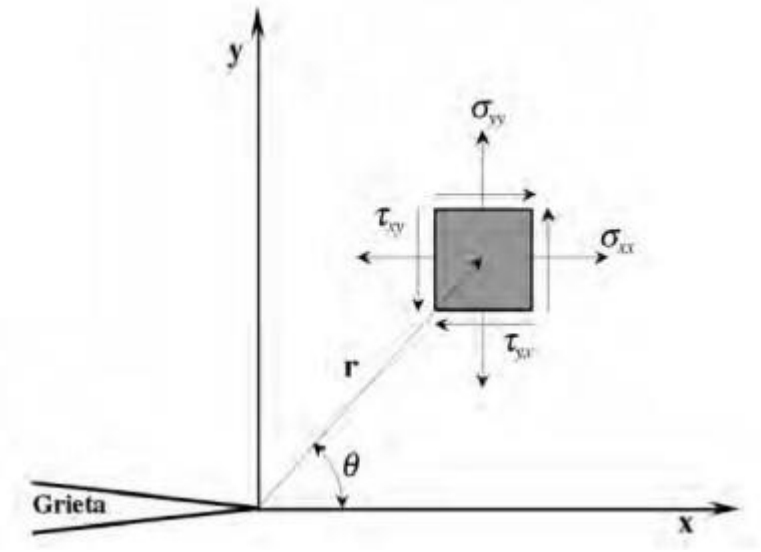


Figura 8. Tensiones en la punta de la fisura.

$$\sigma_{ij} = \frac{k}{\sqrt{r}} . + f_{ij}(\theta) \sum_{m=0}^{\infty} A_m . r^{\frac{m}{2}} . g_{ij}{}^{(m)}(\theta) \qquad (4)$$

Donde:

- K es una constante de proporcionalidad dependiente de la geometría del problema.
- f_{ij} es una función adimensional dependiente de θ.
- A_m es la amplitud en términos de orden superior
- g_{ij} es una función adimensional dependiente de θ.
- r es el radio

Una fisura en un sólido puede presentar un estado de tensiones en tres modos diferentes, como se puede observar en la figura 9 El modo I o modo de apertura consiste en que la tensión normal es perpendicular al plano de la fisura, en el modo II los desplazamientos de la superficie de la fisura son perpendiculares al plano de la misma y el modo III o modo de desgarramientos es cuando los esfuerzos cortantes son paralelos al plano de la fisura y los labios de esta se mueven en dirección paralela.

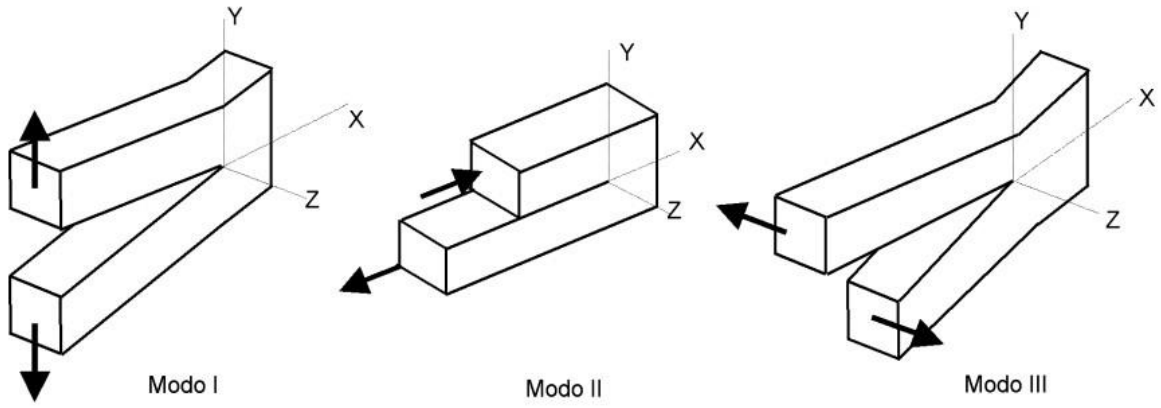


Figura 9. Modos de falla en fractomecánica.

El modo I es el más importante técnicamente ya que es el más frecuente de observar, por lo que el estudio se centra principalmente en su análisis y a partir de ahora cuando se desarrolle la expresión K se habla del modo I salvo que se indique lo contrario. Es importante destacar que la ecuación anterior tiene una singularidad en el punto r = 0, por lo que la ecuación no representa con rigor la realidad en este punto. Irwin obtuvo expresiones características para los distintos modos de fractura, para el modo I en una placa plana infinita con grieta pasante la ecuación obtenida se escribe:

$$\sigma_{ij}^{I} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cdot f_{ij}^{I}(\theta) \qquad (5)$$

Se puede observar que la componente en la tensión es proporcional al parámetro K_I. Este parámetro se llama factor de intensidad de tensiones, y caracteriza completamente las condiciones tensionales y deformacionales del fondo de grieta en un material elástico lineal. Este parámetro también existe para los modos II y III, pero no son de importancia para nuestro estudio.

Posteriormente, se demostró que estas expresiones obtenidas para una placa infinita con grieta pasante eran aproximadamente generalizables a otras configuraciones geométricas combinando los tres factores posibles K_I, K_{II} y K_{III}. Es muy importante comprender lo siguiente: si un material falla localmente con una combinación de tensión y deformación en Modo I, quiere decir que la fractura se produce para un valor critico de intensidad de tensiones K_{IC}, de forma en que este es una medida alternativa de la tenacidad a la fractura del material. La relación entre el factor de intensidad de tensiones y la tensión remota aplicada en la fisura queda determinado por:

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \qquad (6)$$

Por lo tanto el fallo en modo I se produce cuando $K_I = K_{IC}$. De esto se deriva que reemplazando el valor de la tensión remota por una tensión admisible σ_{adm} podemos encontrar el valor crítico de

intensidad de tensiones, muy útil para uso ingenieril. Es importante recordar que esta expresión es solamente valida en el entorno cercano de la punta de la fisura, siempre y cuando x o r sean muy pequeñas. En la medida que estas aumentas ya no son despreciables los términos de orden superior que se observan en la ecuación 4 (la de Sigma ij con la sumatoria) y las tensiones se pueden ver como en la figura 10.

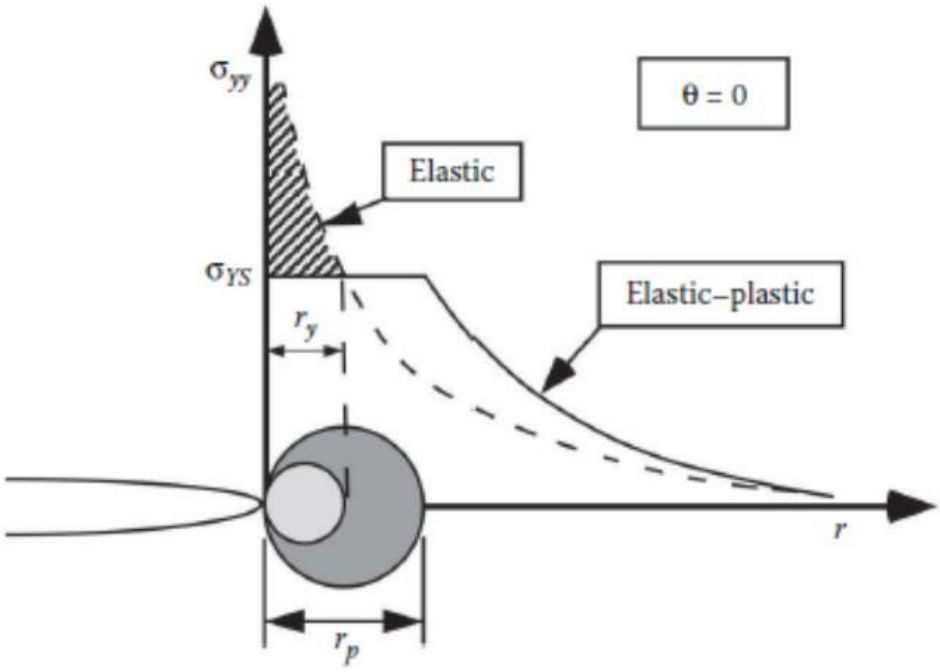


Figura 10. Tensiones en la punta de la figura.

2.3.3 Correcciones a la LEFM

El análisis de tensiones lineal elástico de fisuras de radio pequeño predice tensiones infinitas en la punta de la fisura. Desde el punto de vista de la linealidad establecida por la ley de Hooke esto no es ninguna contradicción ya que no determina ninguna restricción para los valores de tensión o deformación. En la práctica, las tensiones tienen valores finitos y la explicación para esta discordancia es que se produce una deformación plástica en la punta de la fisura y es por esto que la tensión no puede aumentar arbitrariamente ya que se ve limitada por la plastificación. Este análisis puede estimarse mediante dos modelos: el método de Irwin y el modelo de la banda de fluencia. Para nosotros es de interés el método de Irwin debido a la falta de uso práctico del modelo de la banda de fluencia.

2.3.4 METODO DE IRWIN

Según la corrección a la LEFM de Irwin, en el plano de la fisura, las tensiones normales están dadas por:

$$\sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \qquad (7)$$

Si se reemplaza la tensión normal en la dirección de Y por la tensión de fluencia σ_{ys} y despejamos el radio obtenemos el radio plástico:

$$r_y = \frac{1}{2\pi}\left(\frac{K_I}{\sigma_{ys}}\right)^2 \quad (8)$$

Sin embargo, esta expresión no es correcta, ya que está basada en la solución elástica para el factor de intensidad de tensiones. Al producirse la fluencia debe haber una redistribución de esfuerzos para que se sigan satisfaciendo las condiciones de equilibro y esto ocurre al aumentar el radio plástico para lograr el equilibrio mencionado. La corrección para este nuevo radio plástico arroja que:

$$r_y = \frac{1}{\pi}\left(\frac{K_I}{\sigma_{ys}}\right)^2 \quad (9)$$

Es decir, el radio plástico resulta dos veces mayor de lo estimado anteriormente. El radio plástico impacta sobre el tamaño de la fisura, que debe corregirse. Para esto se define una longitud de fisura efectiva a_{eff}:

$$a_{eff} = a + r_y \quad (10)$$

Finalmente, el factor de intensidad de tensiones efectivo se obtiene mediante:

$$K_{eff} = Y_{eff}.\sigma\sqrt{\pi.a_{eff}} \quad (11)$$

Donde Y_{eff} es un factor geométrico.

La corrección por plasticidad de Irwin es aceptada y utilizada debido a su sencillez de aplicación como por ejemplo en los códigos API-579/ASME FFS-1 [15] contempla una serie de procedimientos que permiten establecer una valoración cuantitativa sobre la viabilidad de mantener estos equipos en operación analizando las fisuras que han desarrollado durante su vida operativa.

El principio introducido por Irwin es aplicable a la punta de la fisura, dado que allí hay una superficie libre producto de la separación del material. Por lo tanto, en la punta de la fisura las tensiones normales se anulan, pero a medida que nos alejamos de la misma estas se incrementan e incluso puede haber un estado triaxial de tensiones. El fenómeno de la variación del tamaño de la zona plástica con el estado de tensiones explica las diferencias en el valor de K según el espesor de la pieza. El valor de K_{IC} medido disminuye a medida que aumenta el espesor de la probeta hasta que

se vuelve asintótico a partir de un determinado espesor como se observa en la figura 11. La tenacidad a la fractura aumenta en la medida que el volumen de material capaz de deformarse plásticamente antes de la fractura es mayor, dándose principalmente cuando tenemos un estado de tensión plana, ya que hay menor restricción a la deformación. Dicho esto, podemos concluir que el ensayo a realizar es fuertemente dependiente del espesor de la probeta con la que se realice.

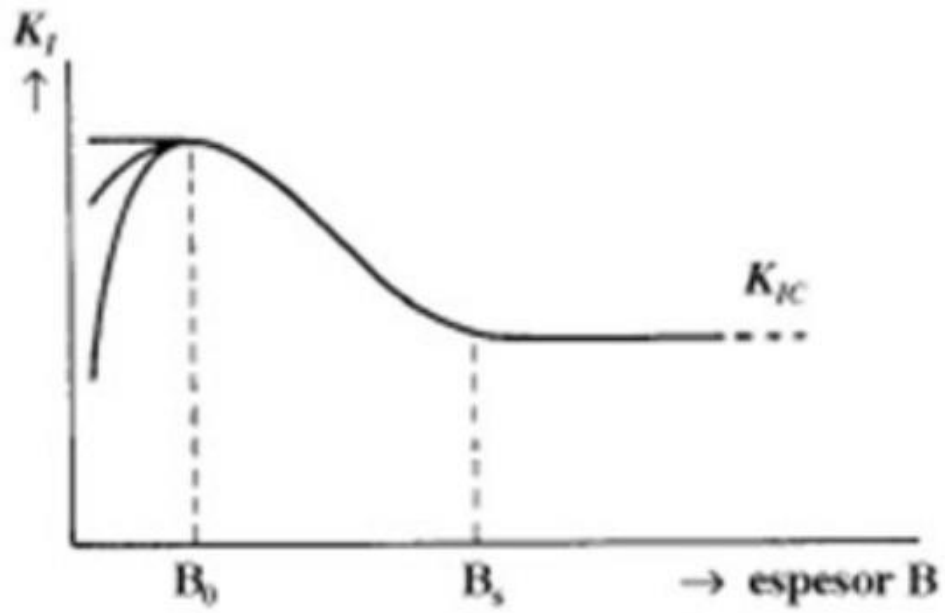


Figura 11. K en función del espesor de la probeta.

Finalmente podemos concluir que este modelo brinda excelentes resultados cuando se trabaja con un material dentro de la zona lineal elástica, pero ¿qué podemos decir sobre su comportamiento cuando existe deformación plástica?

En primer lugar, las tensiones en torno a la punta de la fisura varían con $\frac{1}{\sqrt{r}}$ y el factor de intensidad de tensiones K define la amplitud de la singularidad en torno a la punta de la fisura. También recordamos que el material falla para un valor determinado de K critico denominado K_C y al tomar el modo I como el modo de falla este valor se denomina K_{IC}. Este valor es una medida de la tenacidad a la fractura y es una propiedad del material independiente de la geometría y el tipo de cargas al que esté sometido. A medida que la zona plástica crece, las tensiones dejan de variar con $\frac{1}{\sqrt{r}}$ y K deja de caracterizar las tensiones en torno a la punta de la fisura. Por lo que el problema de este modelo ocurre cuando la zona plástica no es suficientemente pequeña para ser despreciable, por lo que nuevamente debe modificarse para los casos donde no se cumpla dicha simplificación. Este problema lleva a desarrollar la teoría de la mecánica de fractura elasto-plástica.

2.3.5 Mecánica de fractura elasto-plastica

Como se ha mencionado anteriormente, este modelo ha sido desarrollado debido a que sus predecesores no preveían grandes deformaciones plásticas en torno a la punta de la fisura. Los dos nuevos parámetros que se desarrollaron para salvar este problema son el CTOD y la integral J. En

nuestro estudio, el modelo de integral J no ha sido utilizado por lo que enfocaremos el análisis al modelo CTOD.

En el año 1961, Wells comenzó a caracterizar aceros estructurales buscando determinar el parámetro K_{IC}. El problema que encontró fue que estos materiales de alta tenacidad presentaban inconvenientes para caracterizar su tenacidad a la fractura, lo que pudo observar en primer lugar fue que a medida que la tenacidad del material era mayor, existía un mayor enromamiento en el frente de grieta. A partir de esto, propuso caracterizar los materiales según la apertura del frente de grieta que se observaba, este parámetro como se puede observar en la figura 12 es el CTOD.

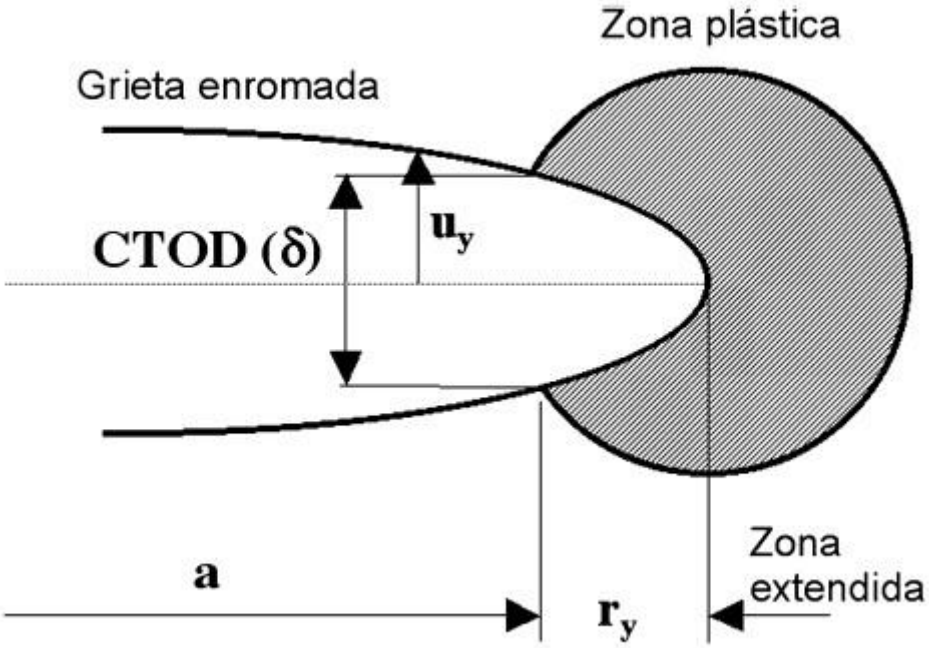


Figura 12. Esquema del frente de fisura junto con la cota del CTOD.

Al darse cuenta que las caras de las fisuras se deformaban antes de la fractura debido al enromamiento de su frente, Wells propuso que la grieta es susceptible de propagarse cuando el desplazamiento en el frente de grieta (CTOD) alcanza un valor crítico. El análisis de Wells relaciones el valor de CTOD con el valor del factor de intensidad de tensiones, considerando la plastificación en el frente de grieta. Para esto se resuelve el valor del desplazamiento con la consideración de que el valor efectivo de la grieta es $a + r_Y$ como en la solución de Irwin.

$$u_v = \frac{K_I}{2\mu}\sqrt{\frac{r}{2\pi}}\sin\frac{\theta}{2}\left[k + 1 - 2\cos^2\left(\frac{\theta}{2}\right)\right] \qquad (12)$$

Y para las condiciones de $r = r_Y$ y $\theta = \pi$ se obtiene:

$$u_v = \frac{K_I\,(k+1)}{2\mu}\sqrt{\frac{r_y}{2\pi}} \qquad (13)$$

Y con la corrección desarrollada por Irwin para las condiciones de tensión plana $r_y = \frac{1}{2\pi}\left(\frac{K_I}{\sigma_{ys}}\right)^2$ se obtiene el valor del parámetro CTOD:

$$\delta = CTOD = \frac{4}{\pi}\,\frac{{K_I}^2}{E\sigma_{ys}} \qquad (14)$$

Para un material donde la zona de plastificación es pequeña, el CTOD está relacionado con K_I . El modelo de Dugdale [14] provee un método alternativo para analizar el CTOD, que se puede definir como la apertura de la fisura en el final de la banda de fluencia. De esta forma, utilizando la expresión anteriormente vista y la expansión en serie de Taylor a medida que $\frac{\sigma}{\sigma_{ys}}$ tiende a cero:

$$CTOD = \frac{{K_I}^2}{E\sigma_{ys}} \qquad (15)$$

Este modelo asume que no hay endurecimiento por deformación y que las condiciones son de tensión plana. Se pudo demostrar que para deformación plana el valor de CTOD resulta la mitad del obtenido empleando el mismo desarrollo.

En la actualidad existen métodos para ensayar materiales en el laboratorio obteniendo un valor de CTOD, parámetro ampliamente utilizado en la ingeniería para caracterizar la tenacidad a la fractura de un material. Estos ensayos se encuentran normalizados en ASTM E1820 [16]. Sin embargo, en nuestro trabajo se dio prioridad a las probetas y el método estudiado en la norma ASTM E1681 [17].

Finalizando esta sección, en la línea de tiempo que se observa a continuación a qué altura del trabajo nos encontramos y qué aspectos fueron encarado de este.

3 Desarrollo

3.1 Diseño de morsetería

Como se ha comentado anteriormente, para el desarrollo del ensayo se han seguido una serie de normas. Estas han sido una guía para para el diseño y construcción de la morsetería utilizada. En primer lugar, se ha recibido como dato el espesor de la probeta a ensayar por parte de Tenaris, el mismo es de 11mm. La morsetería propuesta por las normas ASTM E399 [18], ASTM E1681 [16] y ASTM E1820 [17] presentan las mismas dimensiones salvo una pequeña diferencia en el orificio que se observa en la figura 13. Partiendo de este diseño y teniendo en cuenta tanto su operación durante el ensayo como el proceso de fabricación que se ha realizado de manera íntegra en el CIDIM se han desarrollado una serie de diseños hasta llegar al que finalmente se ha utilizado.

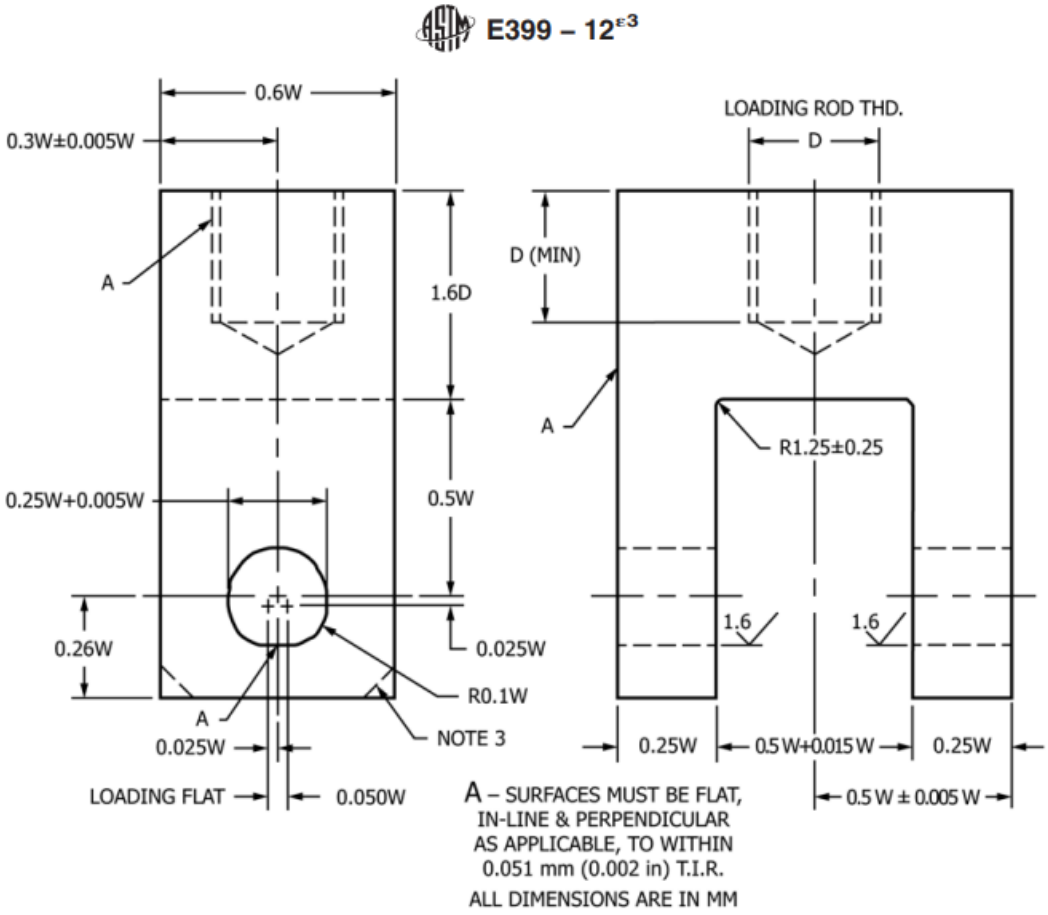


Figura 13. Morcetería propuesta por la norma ASTM E-399.

A partir de este diseño se comenzó un análisis de su viabilidad en la fabricación como sus principales ventajas y desventajas para el desarrollo del ensayo.

En primer lugar, las dimensiones de W tienen un valor de 2 veces el espesor de la probeta según norma, por lo que la mayoría de las dimensiones son fijas y por lo tanto no es posible modificarlas

según el criterio de diseño empleado. Una de las principales ventajas de seguir este diseño es que al ser una sugerencia de la norma el mismo ya ha sido probado con éxito en numerosos ensayos y por lo tanto el riesgo de que ocurran fallas en el mismo es bajo. El principal problema que tiene este diseño radica en la vinculación de la rosca a la máquina de ensayos. La máquina de ensayos presenta una serie de vínculos entre las distintas partes y su fuente de potencia para realizar el ensayo es mediante un mando hidráulico. La parte de este equipo que nos interesa a nosotros es la que permite la vinculación con la morsetería. En primer lugar, se han desarrollado dos ideas iniciales para encarar la fabricación: vincular la morsetería a las mordazas existentes en la máquina o vincularla directamente al actuador de la misma, como se observan en la figura 14 en colores azul y rojo respectivamente. La principal desventaja observada de vincular la morsetería al actuador de la Instron tiene que ver con la rosca que vincula este dispositivo a la máquina de ensayos, ya que para que el mismo sea posible se debían fabricar una serie de vinculaciones roscadas para llegar a fijar la misma al bulón M30 que presenta dicho actuador. Teniendo en cuenta que debido al espesor a ensayar de probeta el diámetro de la morsetería propuesta por la norma estaba limitado estrictamente a ser menor a 10mm, se necesita una serie de cuplas de reducción para poder lograr un cambio de sección de tres veces el diámetro. Estas cuplas poseen roscas que vienen acompañadas de un leve juego como toda unión roscada, por lo que al someterse a una serie de ciclos de carga iban a traer aparejado un error en el comportamiento de la probeta. Lo más usual cuando se diseña un dispositivo que va a trabajar a fatiga es que se disminuyan todos estos juegos de manera de obtener una unión lo más rígida posible. Debido a estos problemas se descartó la posibilidad de este tipo de vinculación y se comenzó a analizar de qué manera vincular la morsetería a un juego de mordazas existentes o a fabricar.

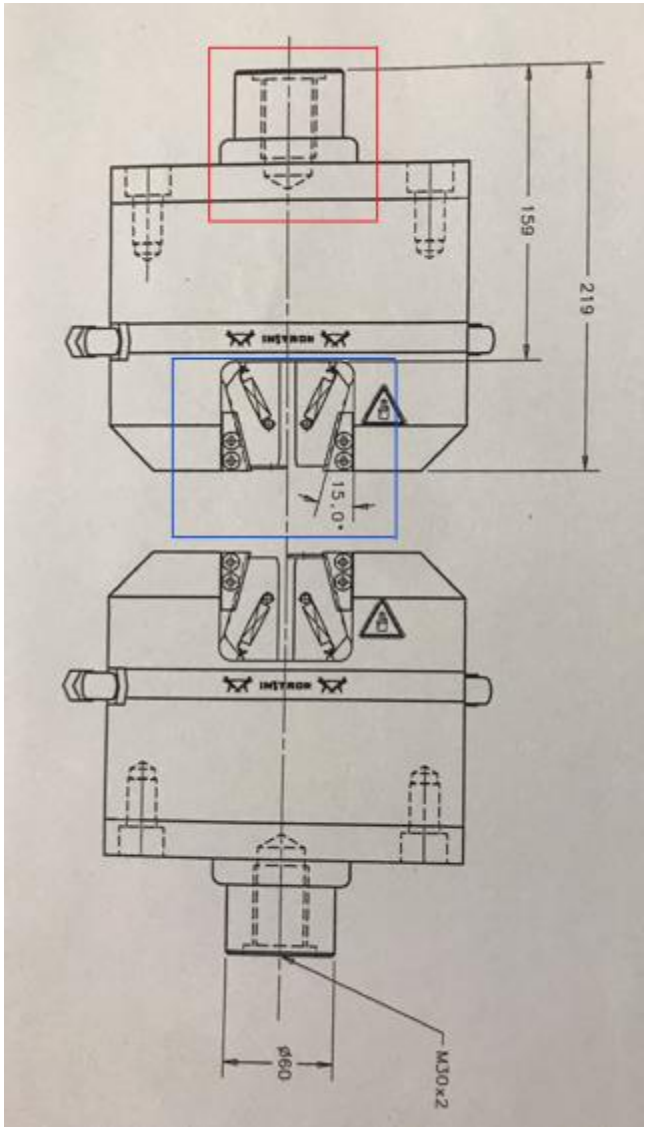


Figura 14. Esquema de los cabezales de la máquina de ensayos. El cabezal inferior es fijo y el superior móvil.

Luego de haber descartado la unión al actuador del equipo, se planteó la posibilidad de fabricar un nuevo juego de mordazas que se puedan vincular mediante una rosca a la morcetería que propone la normativa. Esto llevó al diseño del conjunto que se puede observar en la figura 15 y en la figura 16 donde se ve el despiece del mismo y la unión completa. Este diseño, en un primer análisis, fue muy positivo. En el mismo la unión roscada vuelve a tener un juego que resultará de un pequeño error a la hora de realizar el ensayo. Teniendo en cuenta que los dispositivos para ambos cabezales eran iguales, era importante asegurarse que los mismos queden alineados de manera perfecta, ya que la probeta entraría dentro de la parte superior e inferior de las morsetas de manera levemente deslizante. Esto no resulto un problema debido a que el cabezal inferior tiene libertad de giro, por lo que cualquier desviación de la linealidad se podía resolver simplemente rotando dicho cabezal.

El diseño propuesto hasta el momento parece ser el indicado, pero hay un análisis que aún no se ha discutido: ¿es posible de fabricar? En caso de poder hacerlo, ¿cuánto tiempo va a demandar y que procesos de manufactura se van a seleccionar para hacerlo? La fabricación del prisma que se puede observar en las figuras 15 y 16 no es sencillo, este tipo de piezas son provistas directamente por la

empresa que ha fabricado la máquina y cualquier problema que se genere por utilizar una pieza no original puede llevar a la rotura del equipo. A su vez, la pieza en cuestión tiene que ser de un material de alta dureza, por lo que su conformado no es sencillo ya que la maquinabilidad disminuye con el aumento de la dureza. A partir de esto, se retoma la etapa de estudio de un diseño que en lo posible no utilice uniones roscadas y a su vez pueda utilizar las mordazas disponibles en nuestro centro de investigación.

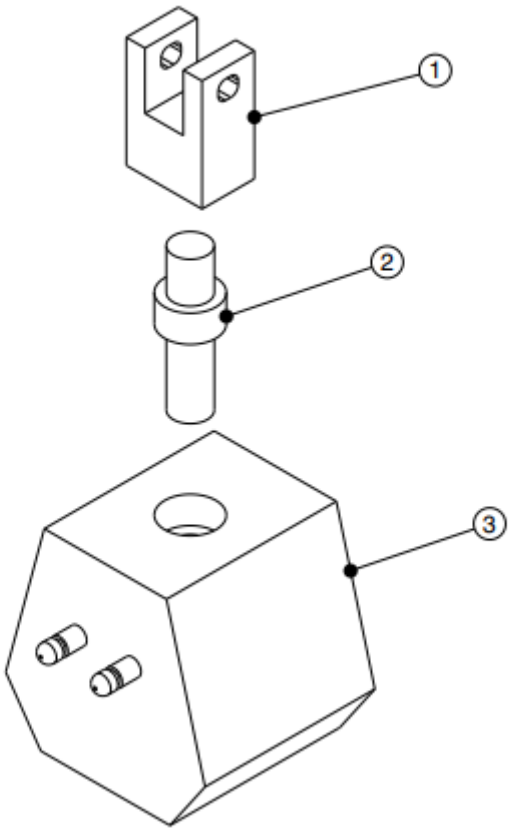


Figura 15. Diseño de morcetería nº1, despiece. 1)morcetería según norma. 2)Esparrago especial vinculante. 3)Mordaza especial a fabricar.

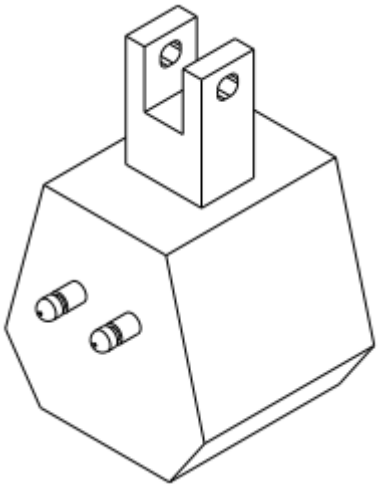


Figura 16. Diseño de morcetería nº1, conjunto.

En ambos casos se requiere la manufactura, diseño, selección de materiales y validación del ensayo por lo que se estimaba un largo tiempo para llevar el mismo a la realidad. A partir de estos problemas detectados se comienza el desarrollo de otro tipo de vinculación priorizando la rigidez, la disminución (o eliminación) de elementos roscados y que se evite el problema de la alineación. Para esto se introduce el siguiente diseño que puede observarse en la figura 17 que ha sido el final y utilizado con éxito en todos los ensayos realizados.

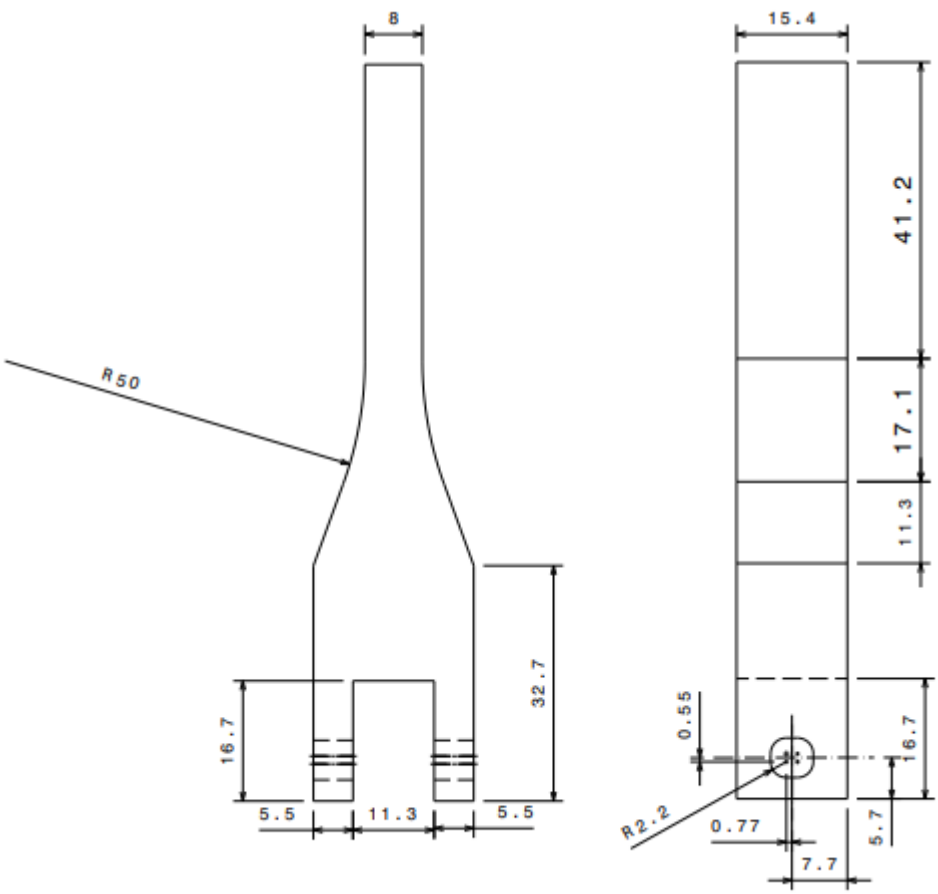


Figura 17. Morcetería elegida para realizar los ensayos.

Una vez obtenido el diseño de la misma se procedió a la selección del material. Al tener el dato que las probetas a ensayas serían de baja dureza y bajo contenido de carbono se debía seleccionar un acero que pueda alcanzar una alta dureza y resistencia mecánica con el fin de asegurarse que iba a resistir todos los ciclos de carga a los que se iba a someter ya que la cantidad de probetas a estudiarse aún no se sabía dado que debía de ponerse a punto el ensayo antes de poder evaluar las probetas provistas por Tenaris. Por lo tanto, se procedió a seleccionar un acero de fácil acceso en el mercado y que sea factible obtener las propiedades buscadas con las capacidades de nuestro laboratorio: acero SAE 4140 [19]. La elección del mismo radica principalmente en que es un acero mecanizable donde se iban a poder realizar todas las operaciones y que finalmente al realizarse un tratamiento térmico adecuado se obtengan las propiedades mecánicas buscadas.

3.2 Fabricación de morcetería

3.2.1 Mecanizado

En primer lugar, se ha decidido realizar la morsetería utilizando un acero SAE 4140. La selección de este material radica en que el lineamiento de la norma recomienda para esta una dureza alrededor de los 45 HRC, por lo que un acero con un contenido de carbono del 0,4% y de alta templabilidad

nos va a permitir llegar a estos valores de dureza sin problemas. Por otro lado, es un material con mucha oferta en el mercado por lo que su precio y disponibilidad fueron dos factores que también apoyaron esta decisión.

Inicialmente se parte de un bloque de 200x75mm^2. Este bloque es fresado y escuadrado en una fresa CNC, siguiente a esto se realiza una perforación lateral. Estas dos operaciones iniciales nos permiten preparar la pieza para la cortadora con hilo, unidad donde se obtendrá en dos operaciones la pieza final. Primero se corta del prisma el contorno exterior de nuestra morsetería como se puede observar en la figura 18 y luego al enhebrarse el hilo a través del agujero lateral obtendremos el agujero pasante que se observa en la figura 19. Cabe mencionar no tiene sección circular y debido a esto la única alternativa para su fabricación fue la cortadora por hilo.

Figura 18. Morsetería luego de la etapa de corte por hilo.

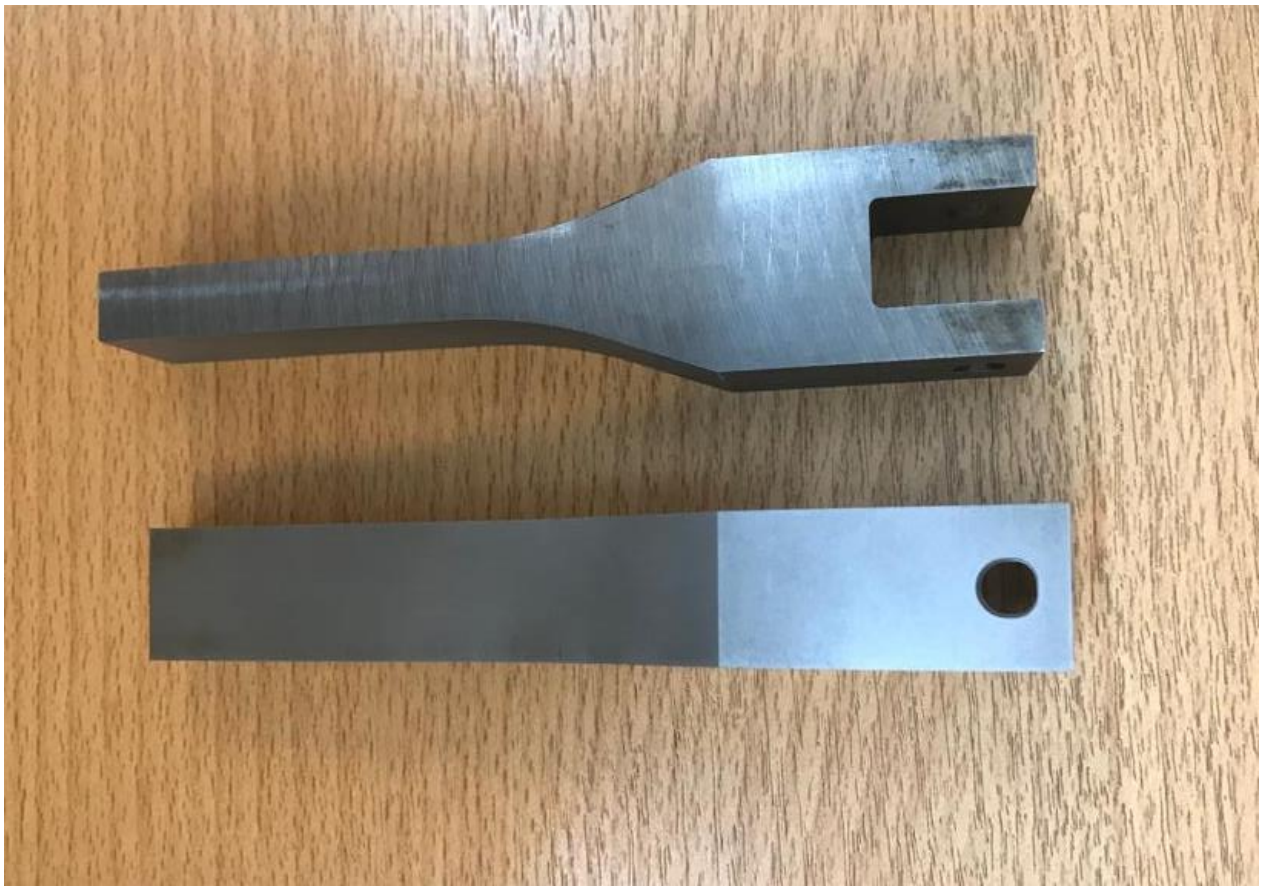


Figura 19. Morcetería con el mecanizado finalizado.

3.2.2 tratamiento térmico

El tratamiento térmico utilizado es el de quizás mayor uso y por lo tanto mayor disponibilidad de información: temple y revenido. Este tratamiento térmico nos permite que nuestra pieza alcance una alta dureza y en la segunda etapa a costa de la pérdida de un poco de la dureza ganada en el temple se va a obtener una mayor ductilidad. El templado consiste en 2 etapas: calentamiento y enfriamiento.

Calentamiento

El calentamiento consistió en 3 etapas. Capa etapa está compuesta por una rampa y una meseta.

Etapa 1: Rampa de 5ºC/min hasta 350ºC desde temperatura ambiente y seguida por una meseta de 15 minutos.

Etapa 2: Rampa de 5ºC/min hasta 650ºC desde 350ºC y seguida por una meseta de 15 minutos.

Etapa 3: Rampa de 5ºC/min hasta 850ºC desde 650ºC y seguida por una meseta de 25 minutos.

Enfriamiento

El enfriamiento se hizo en aceite. Es muy importante estar preparado cuando falten algunos minutos para la finalización de la etapa anterior. Se debe tener puesto el traje completo, la batea de aceite lista, una pinza para retirar el material y un lugar donde dejar las piezas luego de ser enfriadas.

Es importante realizar un movimiento continuo en el aceite cuando se sumerge la pieza ya que de dejarla quieta se generaría una zona donde el vapor generado disminuiría la transferencia de calor desde el cuerpo al aceite, retrasando el enfriamiento y obteniendo durezas más bajas.

Post procesado del temple

Es recomendable medir dureza en las piezas una vez finalizado el tratamiento térmico. Para esto primero se debe limpiar la superficie de la escoria y suciedad generada en el tratamiento. Para esto se recomienda usar una pulidora metalográfica con refrigerante (agua) para así evitar cualquier tipo de cambio microestructural ocasionado por la temperatura.

Una vez que se tiene la superficie limpia se procede a medir dureza. En mi caso he tomado 3 muestras en cada cara obteniendo en promedio un valor de 47HRC, un valor mínimo de 43,4HRC y uno máximo de 50,4HRC. Los resultados de dureza no muestran variaciones significativas en las dos piezas tratadas.

Revenido

Esta etapa consiste en llevar a la pieza a 250º durante 30 minutos, tiene como objetivo ganar mucha ductilidad perdiendo un poco de dureza y aliviar las tensiones residuales del temple. Luego de salir del horno y dejarse enfriar se ha vuelto a verificar dureza obteniendo los resultados esperados.

Las mediciones de dureza han sido realizadas el durómetro perteneciente al laboratorio de materiales del CIDIM como se puede observar en la figura número 20.

Figura 20. Medición de dureza en la morsetería fabricada.

3.3 Fabricación de probetas

El ensayo a realizar consiste en la pre fisuración mediante ciclos de carga (fatiga) de un conjunto de probetas Woll normalizadas según la norma ASTM 1681 [17]. Las probetas a evaluar han sido provistas por el grupo techint, pero para poder obtener resultados satisfactorios en la realización de la prefisuracion es necesario comprender y testear un conjunto de probetas iniciales para poder determinar todos los parámetros del ensayo que nos permitan llegar a los resultados buscados. Debido a esto, se han realizado una serie de probetas en el CIDIM con el fin de poder experimentar con estas y así lograr un mayor entendimiento de la máquina a utilizarse, del ensayo a realizar y de la configuración de los parámetros del mismo. La geometría de las probetas queda definida según la norma del ensayo con una pequeña modificación realizada por Techint para poder utilizar un extensómetro de cuchillas como se puede observar en la figura 21.

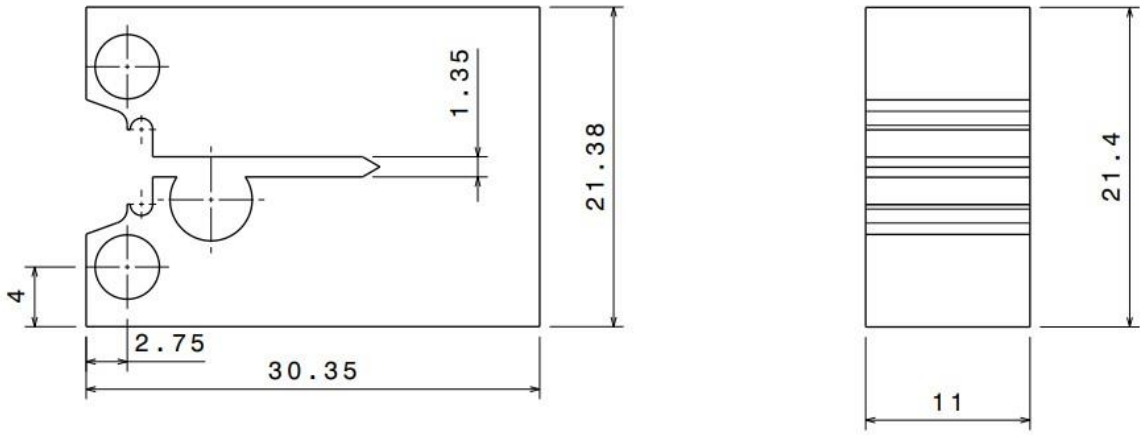


Figura 21. Probeta Woll para ensayo fractomecánico.

Para la fabricación de las probetas, se parte de un bloque de acero del material a ensayar provisto por Tenaris, el mismo se lo cortó en una sierra y se lo separa en bloques de 160x50mm^2. Luego se utilizó una rectificadora para llegar al espesor de 11mm que deben tener las probetas. Se puede observar en la figura 22 el bloque base y un prisma en medida.

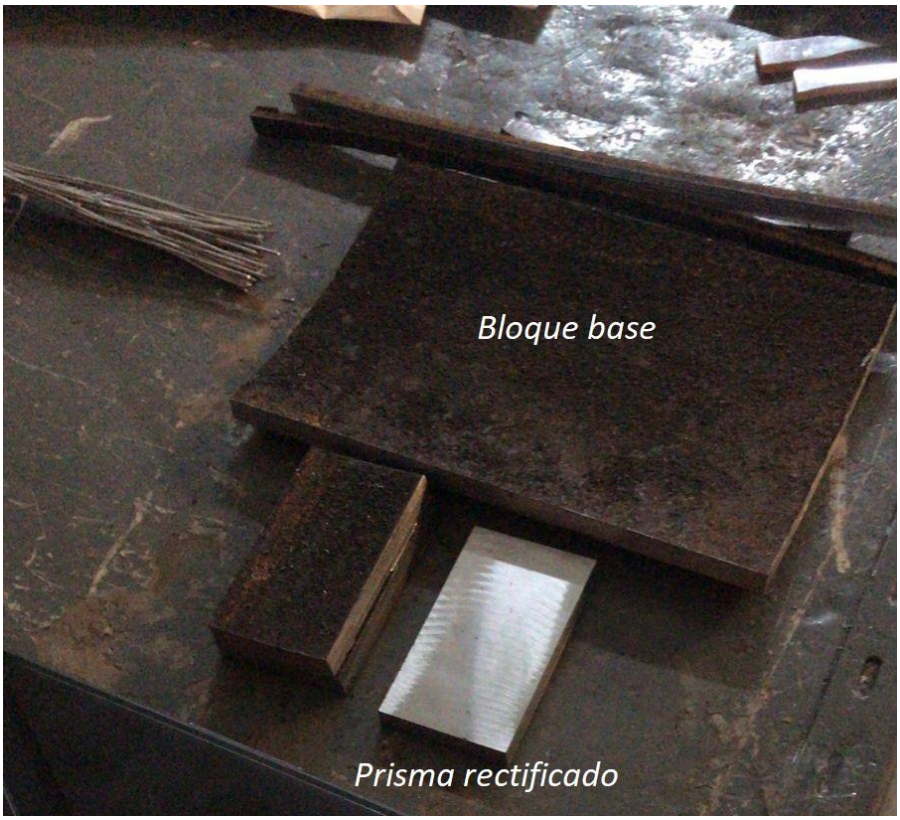


Figura 22. Bloque de acero estudiado y prisma rectificado.

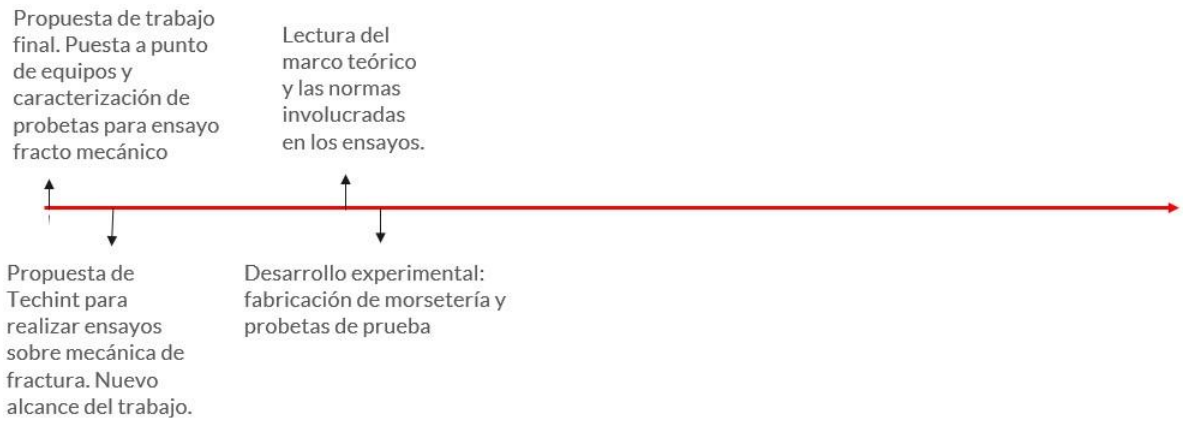
Una vez obtenido el prisma. se ha mecanizado el contorno de la probeta mediante una cortadora por hilo debido a la dificultad de mecanizar la entalla de la misma utilizando otro método de manufactura. Utilizando un solo prisma y con una adecuada disposición del mismo en el equipo y trazando un camino eficiente del hilo se han podido mecanizar 6 probetas de cada prisma. En la figura número 23 se puede ver al prisma durante la operación de corte por hilo mientras que en la figura número 24 se pueden observar dos de las probetas obtenidas.

Figura 23. Fabricación de probetas: etapa de corte por hilo.

Figura 24. Probetas obtenidas mediante corte por hilo.

Por último, se han mecanizado los dos agujeros donde las probetas van a vincularse a la morsetería del ensayo.

Finalizada esta etapa podemos observar el avance del proyecto en la siguiente línea de tiempo:



3.4 Puesta a punto del ensayo con probetas muleto

La puesta a punto del ensayo ha resultado ser la parte más desafiante del proyecto. Encontrar los parámetros del ensayo que permitan obtener los resultados buscados respetando las

consideraciones de la norma ha sido un trabajo iterativo donde también se han superado problemas inesperados. En primer lugar, se ha estudiado la norma con el fin de obtener los valores prefijados por la misma.

Para la realización del ensayo se ha utilizado la norme ASTM E-1681 [17] y el tipo de probeta Wall. En todos los casos se ha utilizado un equipo Instron 8801 y un extensómetro COD.

En primer lugar y debido a que es un tipo de control más sencillo se ha controlado el ensayo mediante control de carga. Esto significa que los ciclos de fatiga varían de una carga media (en KN) un valor constante hacia arriba y hacia abajo como se puede observar en la figura 25 [20].

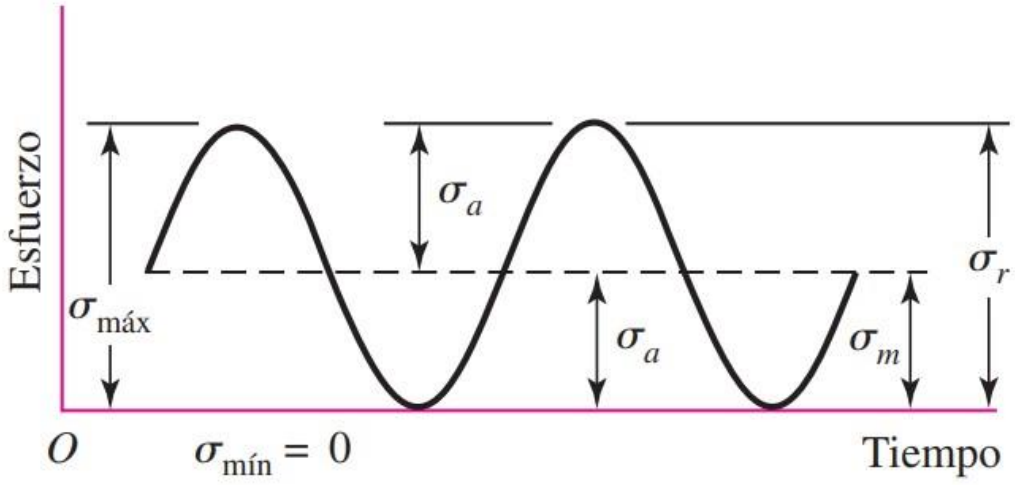


Figura 25. Carga cíclica de fatiga donde σ_a corresponder al esfuerzo alternante y σ_m al esfuerzo medio.

La desventaja de este método de control es que a medida que la fisura comienza a propagarse y al estar las cargas constantes se va a obtener una apertura mayor de la entalla debido a que la probeta es cada vez menos rígida.

Esto último nos lleva a elegir el método de control de desplazamiento ya que por lo mencionado anteriormente es el conveniente para este ensayo. En el mismo se imparte un desplazamiento del cabezal móvil de la máquina de ensayos en lugar de una carga. Lo que genera esto es que, a medida que la fisura se propaga, la rigidez disminuye y como el desplazamiento se mantiene constante la carga aplicada es menor. Una de las formas de poder observar que la fisura se propaga a medida que se está realizando el ensayo es observar una disminución en la carga máxima.

Para calcular el valor del desplazamiento a impartir a la probeta se ha utilizado la norma ASTM E-1681 [17]. En primer lugar, se emplea la norma para calcular el Vm a utilizar y a partir de utilizar la máquina de ensayos podemos obtener el valor de desplazamiento buscado. Esto se logra conectando un extensómetro COD el cual tiene la capacidad de brindar el valor del desplazamiento relativo con una alta precisión entre dos cuchillas como se observa en la figura 26.

Figura 26. Extensómetro COD utilizado en los ensayos

El extensómetro empleado es el COD 2671-130 [21], sus características más importantes son la apertura del mismo y el recorrido permisible que toman valores de 5mm y 2mm respectivamente. A su vez, el mismo está desarrollado para trabajar bajo cargas variables y en un amplio margen de temperatura (-200ºC a 200ºC).

El valor del Vm, como hemos mencionado, se calcula bajo la norma empleada en el ensayo. La ecuación que nos permite relacionar los parámetros del material junto a los valores de KIc a los cuales se han decidido hacer los ensayo es la siguiente:

$$Vm = \frac{K_I \sqrt{W}}{E f_{(a)}} \tag{16}$$

Siendo:

- Vm: apertura de la entalla de la probeta medida con el extensómetro.
- K_I : el factor de intensidad de tensiones.
- W: el doble del espesor de la probeta.
- E: módulo de Young.
- $f_{(a)}$: factor de corrección determinado por el espesor y el largo inicial de la entalla.
- a: largo de la entalla de la probeta.

El valor de $f_{(a)}$ queda determinado según norma de la siguiente manera para la probeta del ensayo:

$$f_{(a)} = \sqrt{\left(1 - \frac{a}{w}\right)} \left[0{,}654 - 1{,}88\,\frac{a}{w} + 2{,}66\,\left(\frac{a}{w}\right)^2 - 1{,}233\,\left(\frac{a}{w}\right)^3\right] \tag{17}$$

Para realizar el cálculo el valor de E fue brindado de manera inicial por Techint y el mismo corresponde a un acero de baja aleación: 207 GPa. Los valores de a y w quedan determinados por la norma y son de 11mm y 22mm respectivamente. El valor que es difícil de determinar para el

ensayo es el de K_I. Este valor también fue brindado por Techint y se buscó que el mismo se mantenga inferior a los $25\ MPa\sqrt{m}$ durante el prefisurado, ya que el mismo iba a tomar un valor superior cuando se someta a la probeta cargada a la atmosfera de hidrogeno.

Utilizando estos valores, se obtiene que el Vm tiene que ser como máximo de 0,12mm.

3.5 Resultados y nuevas consideraciones

La fabricación de las probetas para determinar los parámetros del ensayo ha sido determinante para poder comprender que variables controlar durante el mismo y a su vez poder tener mayor experiencia en el manejo del equipo. Inicialmente se realizaron ciclos de carga mediante control de desplazamiento con una frecuencia de 100hz con el fin de hacer ensayos cortos y poder verificar que el equipo estaba censando el Vm correctamente y que la morsetería diseñada funcionaba como se esperaba. Luego de ensayar 5 probetas se pudo obtener fisuras en las mismas y se cumplió correctamente con los objetivos planteados. Además, estas primeras probetas fisuradas fueron analizadas en el microscopio con el fin de obtener una mayor experiencia en captura de imagen y medición de muestras para las siguientes etapas del trabajo.

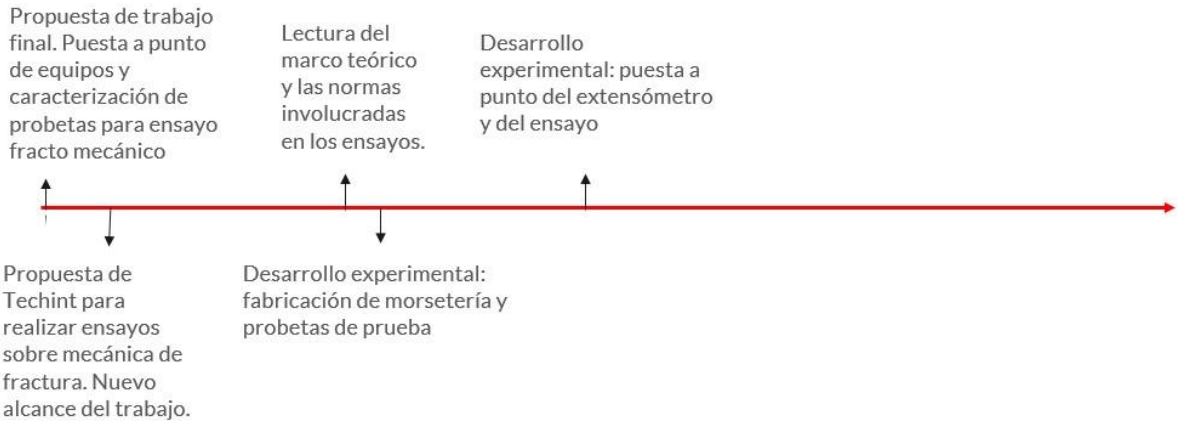
El segundo paso fue ajustar los parámetros del ensayo a los reales que se iban a emplear con las probetas oficiales. En primer lugar, se definió que la frecuencia a utilizarse no debía superar los 20hz, siendo 15hz la que hemos considerado como la más adecuada. Utilizando este valor de frecuencia se buscaba que las probetas comiencen a propagar una fisura a partir de los 50.000 ciclos de carga, siempre manteniendo el Vm debajo de los 0,12 mm y la carga máxima debajo de los 2,75KN.

Al ensayar 3 probetas se pudo determinar que las mismas comenzaron a propagar fisuras a los 60.000, 72.000 y 65.000 ciclos. Algo muy importante a tener en cuenta, que se pudo concluir luego de ensayar una serie de probetas, es que las mismas no propagaban simétricamente de ambos lados salvo que a medida que se las aplicaba una cantidad de ciclos de carga se pare el ensayo para rotarlas. Aun haciendo esto, es realmente difícil obtener fisuras de igual largo en ambas caras. Eso se puede deber a que pequeñas tolerancias pueden terminar jugando un papel determinante a la hora de propagar la fisura, por lo que a medida que transcurre el ensayo es importante ir pausando para ver con el microscopio óptico el avance de la fisura.

En resumen, para lograr obtener resultados aceptables en el ensayo se debe trabajar con una frecuencia de entre 10 y 20hz, sin superar una carga de 2,75KN y manteniendo el Vm debajo de 0,11mm. La manera de proceder es preparar el equipo y fijar la probeta como se observa en la figura 27, luego desplazar el cabezal controlado mediante el software del equipo hasta que la probeta marque un Vm de aproximadamente 0,02-0,03mm. Por último, se debe impartir un desplazamiento al cabezal que nos lleve a ciclos de carga donde el Vm no supere los 0,1mm (se decide no llevarlo al máximo permisible para tener una mayor seguridad de que este no sea superado). Este desplazamiento a impartir se pudo obtener gracias a haber trabajado con una tanda de probetas fabricadas en el CIDIM como se mencionó anteriormente y el valor de desplazamiento aplicado mediante el software tuvo que ser de entre 0,2mm y 0,25mm en el cabezal móvil del equipo.

Figura 27. Probeta montada en la máquina de ensayos. se puede apreciar la morsetería, la probeta, el extensómetro y los bulones de fijación.

En la siguiente línea de tiempo observamos el avance del trabajo:



Primera etapa de ensayos

Durante la primera etapa de ensayos se han prefigurado 4 probetas. Estas probetas fueron identificadas como OT37081-5, OT37081-6, OT37081-7 y OT37081-8. Las mismas fueron sometidas a ciclos de cargas controlada mediante un control de desplazamiento y tomando medición en tiempo real del Vm. En todos los casos se han llevado a un número de 40.000 ciclos antes de observarlas en el microscopio para comenzar a analizar la nucleación y el crecimiento de una fisura. Una vez que se superaron los 40.000 ciclos, se han llevado las probetas al laboratorio de microscopía, en este se ha utilizado un microscopio óptico metalográfico con el fin de poder observar y medir la fisura generada. Según la norma empleada, el objetivo del ensayo era generar una fisura del 10% el espesor de la probeta, con una dispersión no mayor al 5%. Por lo que se puso un objetivo de una fisura de 1,3mm con un mínimo de 1,1mm. Al considerarse que la nucleación de la fisura no sigue una relación lineal con los ciclos de carga y el Vm empleado, cada probeta ha presentado un esquema de ciclos diferente para alcanzar la misma. Este se puede ver en el Anexo 1 donde podemos observar los ciclos de carga divididos en cada etapa, junto a el Vm empleado y la carga máxima obtenida. A su vez, en el anexo 1 también se pueden observar las imágenes de las fisuras obtenidas.

Segunda etapa de ensayos

La primera etapa de ensayos ha sido positiva, pero los resultados obtenidos no fueron del todo los esperados ya que algunas probetas han obtenido fisuras más largas del objetivo. Esto no fue un impedimento para el estudio final en la atmosfera de hidrogeno, pero si ha sido de gran utilidad para la segunda etapa de probetas a estudiar. El principal aprendizaje de la primera etapa de ensayos ha sido que a la hora de medir las fisuras es fundamental que la probeta sea cargada mediante el bulón del que se dispone para generar la tensión a la hora de someterse al estudio en hidrógeno. La carga para realizar la medición tiene que ser la más pequeña posible que nos permita abrir un poco la fisura y así lograr una mejor visibilidad a la hora de utilizar el microscopio. El ensayo en la segunda etapa se repite de igual manera, pero teniendo en cuenta lo mencionado a la hora de controlar la fisura. En esta etapa se han analizado dos tipos distintos de materiales: material base y material ERW.

En el anexo 1 se pueden observar los detalles de cada ciclo de carga empleado como las imágenes de las fisuras generadas en cada probeta.

3.6 Estudio en hidrogeno

Como se ha mencionado anteriormente, la principal motivación de este trabajo siempre ha sido poder obtener información fehaciente sobre el comportamiento de materiales bajo cargas de tracción y en un ambiente de hidrógeno, es decir, las condiciones de operaciones de ductos para transporte de gases. La pérdida de ductilidad (o fragilización) de los aceros de alta resistencia debida a la penetración de hidrógeno atómico puede dar lugar a la nucleación y crecimiento de fisuras. Esta puede producirse durante la fabricación, la soldadura o debido a las condiciones de operación que pueden cargar el hidrógeno en el acero en un entorno acuoso o gaseoso. Los ductos que actualmente se encuentran en argentina y en la mayor parte del territorio mundial son de aceros al carbono de baja aleación, material susceptible a este tipo de fallas [22]. Para que este mecanismo de falla actúe, deben cumplirse tres condiciones:

1) El hidrógeno debe estar presente en una concentración crítica dentro del acero/aleación.

2) El nivel de resistencia y la microestructura del acero deben ser susceptibles de fragilidad.

3) Debe existir una tensión por encima de un umbral, estas pueden ser tensiones residuales y/o a tensiones externas durante la operación.

Por lo que los ductos para transporte de hidrógeno gaseoso o que tengan compuestos con hidrógeno pueden presentar este tipo de fallas. En la figura número 28 se puede observar la microestructura de una tubería de hidrógeno que ha sufrido este tipo de daño [22].

Figura 28. Fisura debido a fragilización por hidrógeno en una tubería de acero al carbono.

En nuestro estudio, hemos simulado todas las condiciones necesarias para poder estudiar este mecanismo de falla. El ambiente de hidrógeno es generado en una cámara con una presión de 100 bar y con el control y monitoreo en tiempo real mediante un software desarrollado por alumnos del ITBA como se ve en la figura 29 Se pueden observar dos cámaras por lo que la instalación permite realizar dos ensayos en paralelo.

Figura 29. Circuito y cámaras para ensayos en hidrógeno presurizado.

Ya se ha conseguido el ambiente de hidrógeno y el material susceptible al mismo, lo que resta es aplicar una carga a las probetas con el fin de tener las tres condiciones necesarias para que se pueda producir este fenómeno. Esta carga se aplica mediante el bulón que nos permite generar una apertura en la entalla y en la fisura generada mediante el ciclado en nuestra máquina de ensayos. Lo que resta saber es como vamos a saber qué carga aplicar y cómo vamos a controlar que se aplique. En primer lugar, la carga aplicada va a obtenerse mediante una serie de cálculos utilizando la norma del trabajo y con una premisa impartida por Techint: se busca un factor de intensidad de tensiones de $110\ MPa\sqrt{m}$ para la primer tanda de probetas y de $130\ MPa\sqrt{m}$ para la segunda tanda de probetas. Para esto utilizamos la ecuación 4 nuevamente para obtener el valor de Vm que se debe aplicar a la probeta, teniendo en cuenta que en el cálculo cambiamos el valor de a por el valor de la entalla sumado al valor del largo de la fisura. Como existen pequeñas diferencias es cada uno de los lados de cada probeta, se ha utilizado el promedio de los dos valores calculados de Vm en cada probeta. Una vez obtenidos dichos valores, que se pueden observar en las tablas 1 y 2 se procede a poner el extensómetro en la probeta como se observa en la figura 30 y generar dicha apertura que nos genera el factor de intensidad de tensiones buscado.

Tabla 1. Valores calculados y aplicados a las probetas ensayadas para el primer lote.

Probeta	Vm teórico calculado [mm]	Vm aplicado [mm]
OT 37081-2	0,563	0,568
OT 37081-3	0,549	0,541
OT 37081-4	0,548	0,548
OT 37081-5	0,77	0,778
OT 37081-6	0,467	0,463
OT 37081-7	0,567	0,561
OT 37081-8	0,52	0,523

Tabla 2. Valores calculados y aplicados a las probetas ensayadas para el segundo lote.

Probeta	Vm teórico calculado [mm]	Vm aplicado [mm]
OT 37629-1	0,678	0,674
OT 37629-2	0,661	0,656
OT 37629-3	0,683	0,676
OT 37626-1	0,576	0,572
OT 37626-2	0,57	0,572
OT 37626-3	0,579	0,571
OT 37626-4	0,679	0,68
OT 37626-5	0,687	0,685
OT 37626-6	0,669	0,671

Figura 30. Aplicación de la carga mediante el bulón que nos genere el Vm calculado.

Una vez que se aplica la carga necesaria a cada probeta, se las introduce en la cámara. Además de estas probetas, también ingresan algunos bloques provistos por Techint del acero en estudio para

poder evaluar la permeabilidad del hidrógeno en este acero, esto último no forma parte de este trabajo. En la figura 31 se pueden observar los materiales antes de ingresar a la cámara

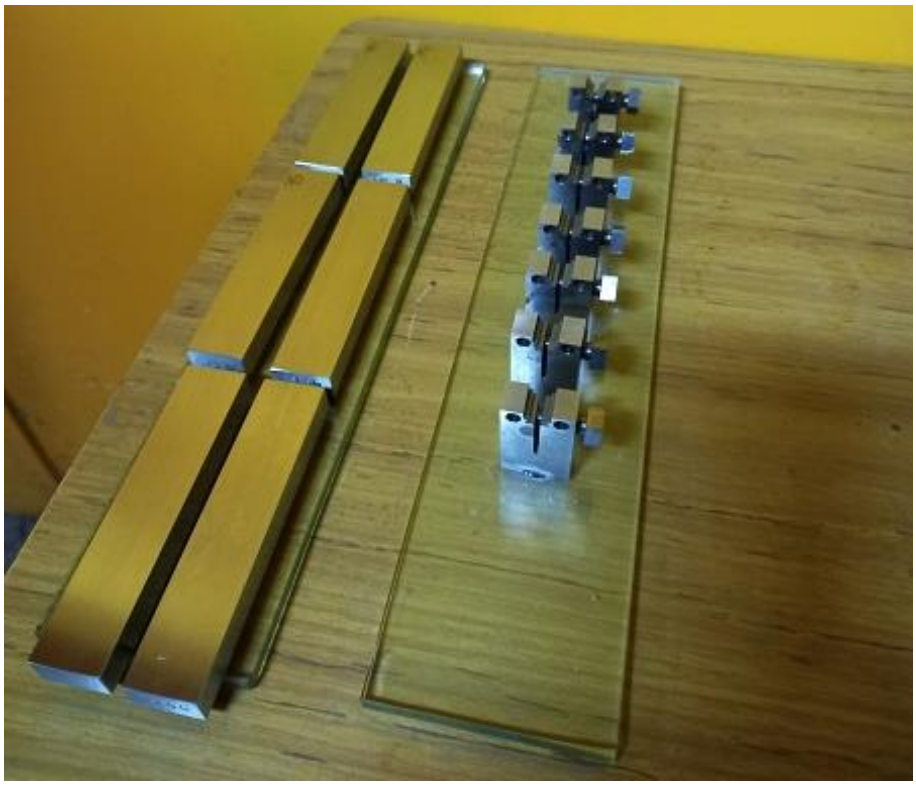


Figura 31. Probetas y prismas del primer conjunto ensayado antes de ingresar a la cámara de hidrógeno.

Finalizando esta etapa podemos observar en la siguiente línea de tiempo el avance del trabajo:

4 RESULTADOS

Luego de pasar 1000 horas expuestas a hidrógeno se han retirado las probetas y en primer lugar se realiza una medición utilizando el extensómetro para determinar si hubo variaciones en el Vm. Esta medición se realiza con la probeta cargada y descargada y se compara con dichos valores pre hidrógeno, los mismos se puede ver en la tabla 1.

CMOD en mm del primer lote		
Probeta	Pre hidrógeno	Post hidrógeno
OT 37081-2	0,563	0,535
OT 37081-3	0,549	0,539
OT 37081-4	0,548	0,54
OT 37081-5	0,77	0,782
OT 37081-6	0,467	0,48
OT 37081-7	0,567	0,596
OT 37081-8	0,52	0,533

Tabla 3. CMOD antes y después del hidrógeno.

Luego de obtener estos valores, se procede a realizar una inspección y medición del largo de las fisuras de cada probeta con el fin de saber si las mismas han propagado durante este tiempo de exposición, estas se pueden encontrar en el apéndice número 1.

Por otro lado, se ha realizado el estudio del largo de fisura mediante el microscopio óptico metalográfico de una serie de probetas prefisuradas en el ITBA que no estaban incluidas en el alcance de este trabajo. En el anexo 1 se pueden ver las imágenes de las distintas fisuras obtenidas en este segundo lote.

Finalmente, nos queda analizar un último aspecto: la superficie de fisura interna. Para esto, es necesario generar una fractura frágil en la probeta con el fin de tener dos superficies claramente diferenciables a la hora del análisis: superficie de propagación de la fisura por fatiga y superficie de fractura frágil. Otra posibilidad hubiese sido la de exponer a las probetas a una temperatura que genere la oxidación de esta superficie de fatiga para luego generar una fractura lo más frágil posible, pero con la posibilidad de que tenga una parte dúctil y diferenciar ambas gracias al color otorgado anteriormente. La dificultad de generar una fractura frágil radica en que se realiza mediante la exposición de las probetas a nitrógeno líquido con el fin de que las probetas se comporten frágilmente y al sufrir una pequeña deformación estas fracturen casi de forma instantánea. Este procedimiento, un tanto peligroso sin el equipo y la experiencia, fue realizado en el laboratorio de Techint. En todos los casos el parámetro a evaluar es la dispersión que existe entre el largo de la misma a través del espesor de la probeta. Esto no se ha realizado debido a las problemáticas comentadas y queda como un posible desarrollo para el laboratorio de materiales del ITBA.

5 ESTUDIO DE LA COMPOSICION DEL MATERIAL BASE Y ANALISIS INCLUSIONARIO

Luego de entender la importancia del estudio del contenido inclusionario en los materiales, como se ha desarrollado en la sección … de este trabajo, procedemos a realizar el estudio de nuestro acero en cuestión. Lo primero que se debe hacer es tomar muestras que sean representativas del mismo y para esto hay una serie de pasos a seguir y respetar.

En primer lugar, se deben cortar pequeñas muestras de un trozo grande de la misma. Algo muy importante a tener en cuenta es que se debe analizar el acero en el estado en que va a estar en servicio, por lo que a la hora de cortarlo es necesario que se evite su calentamiento para evitar transformaciones de fase y cambios microestructurales. Para esto se seleccionó del acero provisto por Ternium un sector alejado de los bordes donde se ha cortado con el uso de calor y a través de un disco de corte metalográfico de diamante se procedió a cortar tres bloques pequeños (de aproximadamente 1cmx1xm) para luego ser estudiados.

Luego de tener las piezas cortadas se procede a realizar el montaje de las muestras que es necesario para poder manipularlas con facilidad. Primero se han puesto las muestras en una batea de lavado ultrasónico para eliminar cualquier suciedad que pueda contaminar la muestra. El montaje de la muestra minimiza los daños que pueden producirse en ella. El material de montaje utilizado no debe influir en la muestra como resultado de una reacción química o de tensiones mecánicas, por esta razón se han montado en caliente (a 160 °C) utilizando una prensa de montaje. Si el montaje en caliente altera la estructura de la muestra, puede utilizarse una resina de fraguado en frío, aunque no es necesario en nuestro caso. Una vez obtenida la muestra buscada se deben redondear los bordes para minimizar el daño en los discos de esmerilados y pulido que se van a utilizar.

Las capas superficiales dañadas por el corte deben eliminarse mediante esmerilado. Las muestras montadas se esmerilan con discos giratorios de papel abrasivo, por ejemplo, de carburo de silicio húmedo. La rugosidad del papel se indica con un número: el número de granos de carburo de silicio por pulgada cuadrada. Así, por ejemplo, el papel de grano 180 es más grueso que el de grano 1200. El procedimiento de esmerilado consta de varias etapas, utilizando cada vez un papel más fino (número más alto). Cada etapa de esmerilado elimina las marcas del papel más grueso anterior. Esto puede lograrse fácilmente orientando la muestra perpendicularmente a las rayas que han sido resultado del uso de los papeles anteriores. Entre cada grado, la muestra se lava minuciosamente con agua jabonosa para evitar la contaminación de los granos más gruesos presentes en la superficie de la muestra. Como se hace normalmente, el grado más fino de papel utilizado es el 1200, se ha finalizado esta etapa del proceso una vez que las rayas quedan en la muestra son de este grado. En nuestro caso se han dado pasadas consecutivas con lijas de 120, 360, 720 y 1200.

Los discos de pulido están recubiertos de un paño suave impregnado de partículas abrasivas de diamante y de un lubricante aceitoso o de agua. Se utilizaron partículas de dos grados diferentes: un pulido más grueso, con partículas de diamante de 5 micras de diámetro, para eliminar los arañazos producidos en la fase de esmerilado más fino, y un pulido más fino, con partículas de diamante de 0,5 micras de diámetro, para producir una superficie lisa. Antes de utilizar un disco de pulido más fino, la muestra debe lavarse a fondo con agua tibia y jabón, seguida de alcohol, para evitar la contaminación del disco. El secado puede hacerse más rápido utilizando un secador de aire caliente.

Una vez obtenidas las muestras pulidas como se observa en la figura 32 llega el momento del análisis de las mismas. En primer lugar, se utilizará un microscopio óptico metalográfico para poder

encontrar inclusiones y a través de la norma ASTM E45-13 [9] se clasificarán según su tipo. En las figuras 33, 34 y 35 se observan las formas características de las inclusiones usuales en los aceros mientras que en las figuras 36, 37 y 38 se pueden ver 3 tipos distintos de inclusiones detectadas en nuestra muestra.

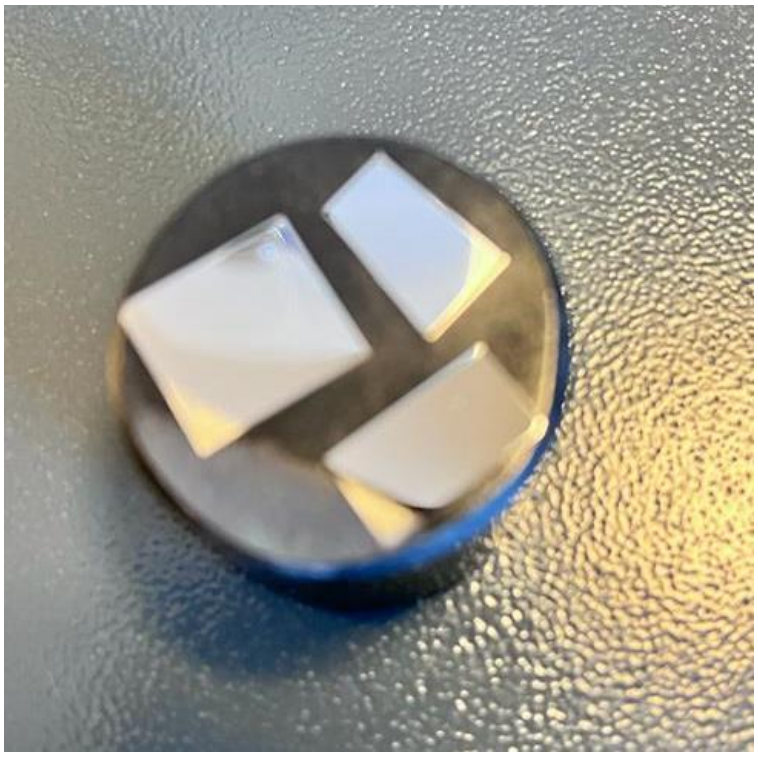


Figura 32. Muestra analizada para determinar el contenido inclusionario.

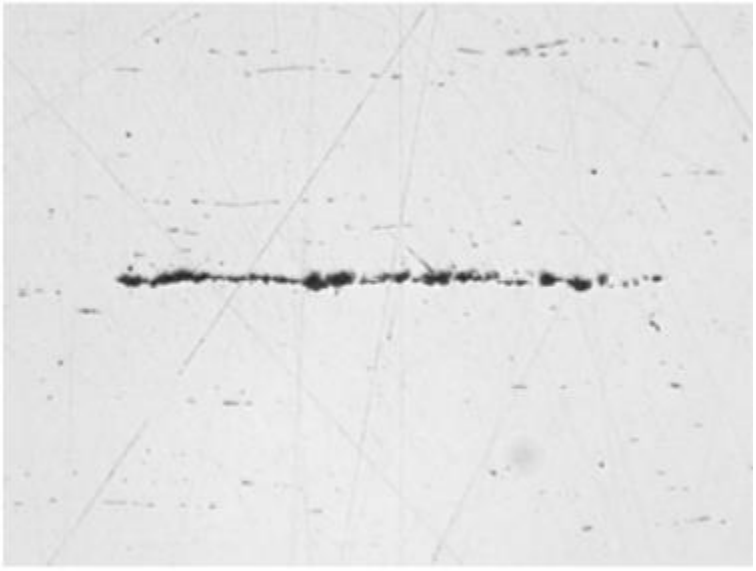


Figura 33. Inclusion de alumina.

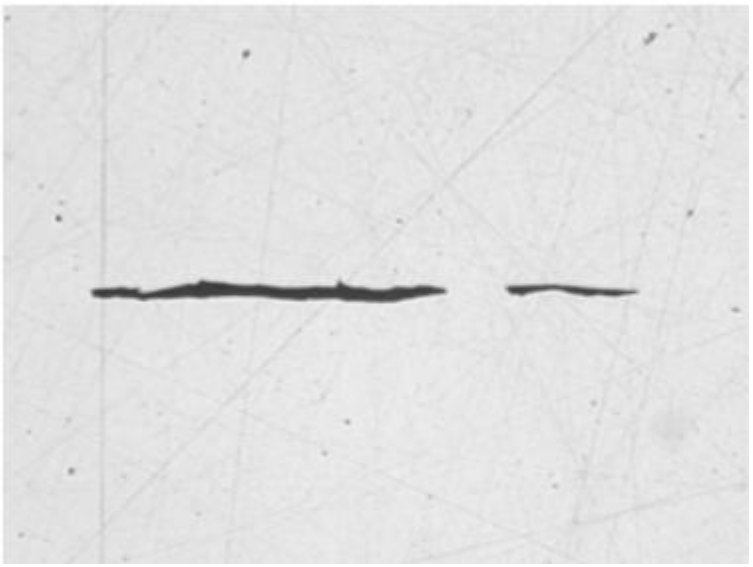


Figura 34. Inclusion de sulfito.

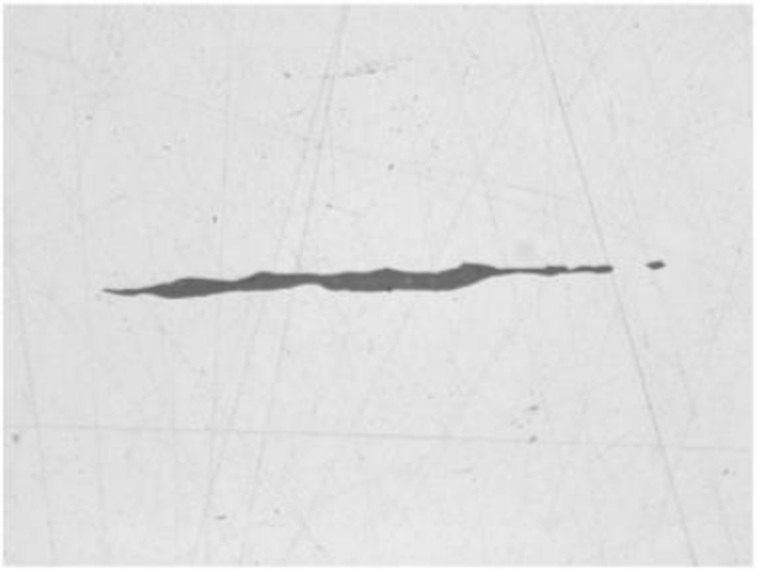


Figura 35. Inclusion de sulfuro.

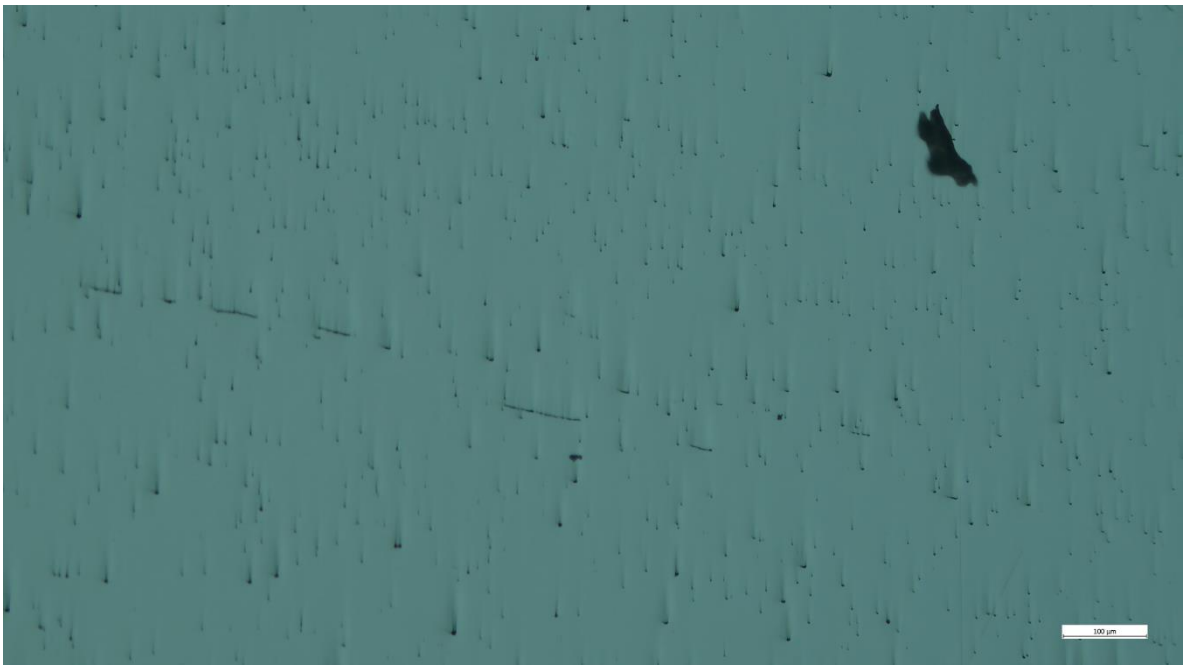


Figura 36. Inclusión de sulfuro.

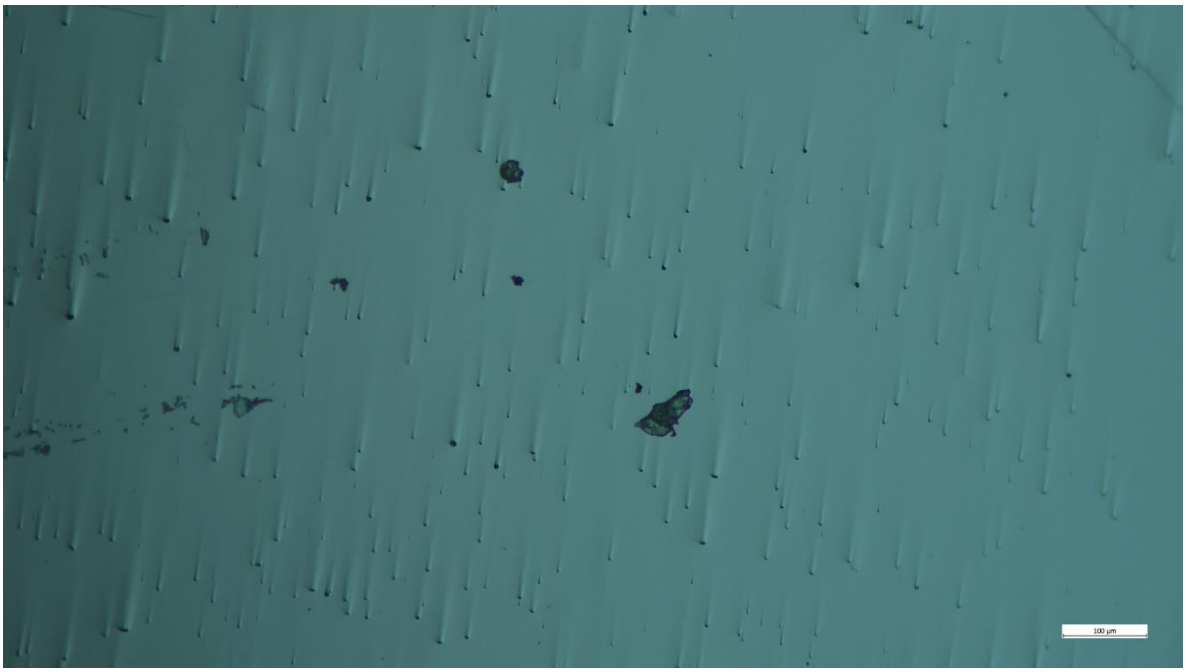


Figura 37. inclusión de alumina.

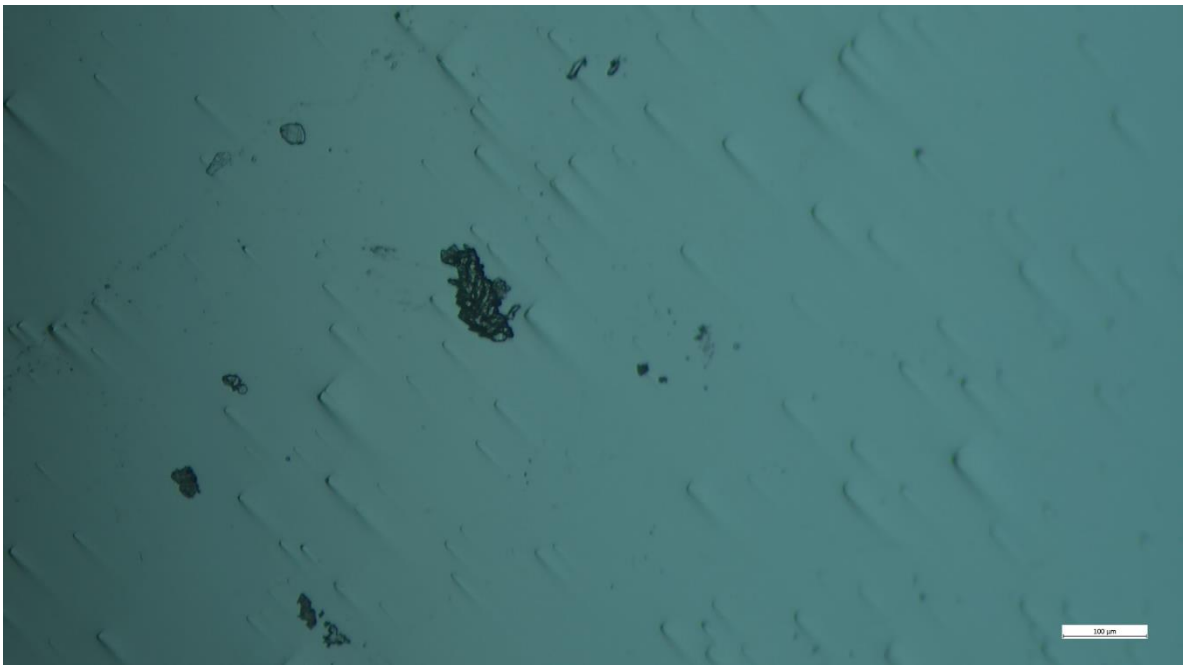


Figura 38. inclusión de sulfito.

Luego de analizar las inclusiones encontradas en el microscopio óptico metalográfico se procede al uso de un EDS para poder verificar si existe la presencia de los elementos encontrados en estas. Para realizar el análisis se ha utilizado el equipo con el que cuenta el CIDIM y se han analizado 2 veces a cada muestra montada sobre el mismo cuerpo. Para cada análisis se obtiene una foto de la inclusión, un gráfico donde se muestra la presencia de cada elemento y una tabla con la concentración de cada uno como se puede observar en el anexo 2.

Finalmente podemos observar el avance completo de nuestro informe y los distintos puntos de avance del mismo en la siguiente línea de tiempo:

6 CONCLUSIONES Y TRABAJOS A FUTURO

En primer lugar, se ha cumplido con el objetivo de este trabajo poniendo a punto y realizando por primera vez ensayos con cargas cíclicas orientados al campo de la mecánica de fractura dentro del laboratorio de materiales perteneciente al CIDIM. Además, se ha generado la capacidad en el laboratorio para cubrir todas las etapas de este proceso que consisten en: fabricación de morsetería y probetas, puesta a punto de ensayos bajo norma, evaluación de contenido inclusionario de aceros, caracterización de fisuras generadas por cargas cíclicas y caracterización de superficies de fractura a través de microscopía óptica. Sumado a esto, se han generado nuevos vínculos con una empresa muy ligada a la universidad como lo es grupo Techint y se ha realizado un constante intercambio de información y experiencias relacionadas con este proceso.

Se pudo obtener un procedimiento para la realización de este tipo de ensayos que presentan grandes dificultades por su poca divulgación e información en línea. Dentro de las consideraciones más importantes a la hora de realizar este ensayo destacan la necesidad de fabricar un pequeño lote de probetas de prueba para poder encontrar los parámetros correctos de frecuencia y desplazamiento a impartir, la necesidad de un control exhaustivo para lograr la propagación simétrica entre ambos lados de la probeta teniendo en cuenta rotar la misma durante el ensayo y tomar mediciones periódicas antes de llegar al largo de fisura buscado. Se pudo corroborar de qué manera controlar el equipo al momento de la pre fisuración encontrando en el control por desplazamiento la forma más óptima de hacerlo. En último lugar, realizar una pequeña apertura en la probeta antes de observar la fisura a través del microscopio óptico es importante ya que aumenta la visibilidad de la misma.

Respecto al acero estudiado, al no contar con los datos del mismo, se pudo observar gracias a la caracterización que se trata de un acero de baja aleación, de bajo carbono y con un nivel de contenido inclusionario bajo. Esto último es imprescindible en cualquier acero en que se busque una alta tenacidad a la fractura dentro de sus prestaciones.

Posterior a la exposición al hidrógeno, no se observó un crecimiento de fisura, lo que significa que para las condiciones de preparación de probeta y tipo de material, no se encontró una fragilización dada por el hidrógeno. Esto lleva a estimar que se podría emplear en el transporte de hidrógeno presurizado y a su vez los ductos instalados en la actualidad que sean de la familia de este acero también lo son.

Originalmente, el trabajo iba a implementarse con probetas generales definidas por las normas mencionadas a lo largo del informe. Durante el comienzo de la búsqueda bibliográfica surgió la oportunidad de trabajar en conjunto con la organización Techint, por lo que los objetivos planteados en el plan de trabajo original han sido desarrollados bajo un marco de estudio concreto y con un solo tipo de probetas definidas por esta compañía. Por lo que este informe incluye todos los temas incluidos en el formulario de alta del proyecto, ya que se han realizado la puesta a puntos de los equipos y a su vez se han podido utilizar para realizar ensayos con resultados que contribuirán a la investigación realizada por Techint.

El siguiente paso sería poder realizar ensayos de integral J y a su vez aprovechar la cámara de hidrógeno disponible para estudiar otro tipo de aceros frente al fenómeno de la fragilización por

hidrógeno que representa un problema cotidiano en los gasoductos para transporte de gas destinado a la energía.

7 BIBLIOGRAFIA

[1] Hydrogen related degradation in pipeline steel: A review. Enyinnaya Ohaeri, UbongEduok, Jerzy Szpunar, Agosto 2022.

[2] Lo malo y lo feo de los microbios, Charles Volcy, primera edición año 2004.

[3] Asm Metals Handbook Volume 09 - Metallography And Microstructures 2004.

[4] Materials characterizations: introduction to microscopic and spectroscopic methods, Yang Leng, Universidad de Hong kong, 2008.

[5] https://www.zeiss.com/microscopy/en/products/light-microscopes/widefield-microscopes/axio-observer-for-life-science-research.html, 07/09/2022.

[6] ASTM E3-01 Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens1.

[7] ASTM E407-07 Standard Practice for Microetching Metals and Alloys.

[8] The Effect of Different Non-Metallic Inclusions on the Machinability of Steels, Niclas Ånmark, Andrey Karasev, Pär Göran Jönsson. 2015.

[9] ASTM E45-13, Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel.

[10] SAE J422, Microscopic determination of inclusions in steels, 2018.

[11] Brittle fracture and ductile fracture, Jean-Baptiste Leblond, 1998.

[12] The nucleation of fatigue cracks in a low-alloy steel under high-cycle fatigue conditions and uniaxial loading, n. m. a. eid and p. f. thomason, 1979.

[13] José Luis Arana Bilbao and Javier Jesús Gonzalez Martínez. Mecánica de fractura. Servicio Editorial de la EHU-UPV, 2002.

[14] Ted L Anderson. Fracture mechanics: fundamentals and applications. CRC press, 2017.

[15]API 579-1/ASME FFS-1-2016.

[16] ASTM E1820-18, Standard test method for measurement of fracture toughness.

[17] ASTM E1681 E-03, Standard Test Method for Determining Threshold Stress Intensity Factor for Environment-Assisted Cracking of Metallic Materials.

[18] ASTM E399-12. Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness KIc of Metallic Materials.

[19] Metals Handbook Desk Edition 2nd Edition, J R Davis, ASM Internacional, 2021.

[20] Diseño en ingeniería mecánica de Shigley, novena edición, Richard G budynas, editorail Mc Grow Hill, 2018.

[21] https://www.instron.com/en/products/testing-accessories/extensometers/crack-opening-displacement-cod-gauges, 07/09/2022.

[22] API RP 571, Damage Mechanisms Affecting Fixed Equipment in the Refining Industry, 2020.

[23] Estudio de Correlaciones entre Ensayo de Impacto y Fractotenacidad Aplicado a Integridad de Gasoductos, Alvaro Juan Fernandez, ITBA-TGN, 2021.

8 Apéndices

8.1 Tablas

En las siguientes tablas se podrá observar el camino recorrido por cada probeta para lograr la prefisuración buscada. Se puede observar la gran dispersión de ciclos que se han requerido para lograr esto.

Los resultados de las probetas pertenecientes a la primera tanda de ensayos se observan en las tablas 1 a

OT 37081-1	Numero de ciclos	Vm mínimo [mm]	Vm máximo [mm]	Carga máxima [KN]
1	15000	0,72	0,1	1,78
2	15000	0,71	0,107	1,9
3	20000	0,55	0,82	0,98

Tabla 4. Ciclos de carga de la probeta OT 37081-1.

OT 37081-5	Numero de ciclos	Vm mínimo [mm]	Vm máximo [mm]	Carga máxima [KN]
1	20000	0,04	0,09	1,72
2	20000	0,04	0,09	1,72
3	20000	0,04	0,09	1,74
4	20000	0,04	0,09	1,75
5	15000	0,04	0,09	1,72
6	15000	0,04	0,09	1,74
7	10000	0,04	0,11	1,74

Tabla 5. Ciclos de carga de la probeta OT 37081-5.

OT 37081-6	Numero de ciclos	Vm mínimo [mm]	Vm máximo [mm]	Carga máxima [KN]
1	30000	0,065	0,087	1,4
2	30000	0,071	0,095	1,75
3	10000	0,07	0,11	0,71

Tabla 6. Ciclos de carga de la probeta OT 37081-6.

OT 37081-7	Numero de ciclos	Vm mínimo [mm]	Vm máximo [mm]	Carga máxima [KN]
1	10000	0,08	0,103	1,7
2	15000	0,067	0,094	1,69
3	10000	0,071	0,11	1,72
4	11000	0,063	0,084	1,62
5	11000	0,063	0,085	1,62
6	10000	0,028	0,066	1,52

Tabla 7. Ciclos de carga de la probeta OT 37081-7.

OT 37081-8	Numero de ciclos	Vm mínimo [mm]	Vm máximo [mm]	Carga máxima [KN]
1	30000	0,042	0,66	1
2	20000	0,05	0,082	1,3
3	10000	0,061	0,084	1,2

Tabla 8. Ciclos de carga de la probeta OT 37081-1.

Cabe aclarar que las probetas 2, 3 y 4 fueron prefisuradas en Tenaris por lo que no contamos con la información de los ciclos de carga empleados.

Los resultados de las probetas pertenecientes a la segunda tanda de ensayos se observan en las tablas - a -

OT 37629-1	Número de ciclos	Vm mínimo [mm]	Vm máximo [mm]	Carga máxima [KN]
1	20000	0,48	0,79	2,16
2	20000	0,48	0,76	1,9
3	12000	0,41	0,75	2,34
4	5000	0,54	0,9	2,37
5	5000	0,56	0,9	2,4
6	6000	0,57	0,96	2,48
7	6000	0,05	0,086	2,18

Tabla 9. Ciclos de carga de la probeta OT 37629-1.

OT 37629-2	Numero de ciclos	Vm mínimo [mm]	Vm máximo [mm]	Carga máxima [KN]
1	20000	0,56	0,95	2,4
2	20000	0,49	0,84	2,28
3	5000	0,61	0,98	2,39

Tabla 10. Ciclos de carga de la probeta OT 37629-2.

OT 37629-3	Numero de ciclos	Vm mínimo [mm]	Vm máximo [mm]	Carga máxima [KN]
1	20000	0,049	0,091	2,53
2	20000	0,048	0,081	2,02
3	7000	0,039	0,083	2,07

Tabla 11. Ciclos de carga de la probeta OT 37629-3.

OT 37626-1	Numero de ciclos	Vm mínimo [mm]	Vm máximo [mm]	Carga máxima [KN]
1	20000	0,042	0,074	2,2
2	20000	0,054	0,095	2,6
3	2000	0,0398	0,076	2,25
4	2000	0,04	0,076	2,15
5	5000	0,04	0,073	1,9
6	5000	0,035	0,066	1,9
7	6000	0,05	0,088	2,3
8	6000	0,045	0,078	1,86
9	3000	0,064	0,1	2,5
10	3000	0,05	0,089	2,1
11	2000	0,037	0,066	1,67
12	2000	0,045	0,08	1,9

Tabla 12. Ciclos de carga de la probeta OT 3737626-1.

OT 37626-2	Numero de ciclos	Vm mínimo [mm]	Vm máximo [mm]	Carga máxima [KN]
1	20000	0,051	0,087	2,5
2	20000	0,062	0,097	2,5
3	5000	0,057	0,093	2,27

Tabla 13. Ciclos de carga de la probeta OT 37626-2.

OT 37626-3	Numero de ciclos	Vm mínimo [mm]	Vm máximo [mm]	Carga máxima [KN]
1	20000	0,51	0,83	2,5
2	20000	0,63	0,102	2,7
3	12000	0,48	0,92	2,41

Tabla 14. Ciclos de carga de la probeta OT 37626-3.

Cabe aclarar que las probetas OT 3737626-4, OT 3737626-5 y OT 3737626-6 fueron prefisuradas en Tenaris por lo que no tenemos el registro de los ciclos de carga empleados.

8.2 Fisuras obtenidas analizadas en el microscopio óptico metalográfico

En la tabla 15 se resume el largo de fisura de cada lado de cada probeta.

Probeta	Lado 1 [mm]	Lado 2 [mm]
OT 37081-5	2,74	2,76
OT 37081-6	1,18	1,39
OT 37081-7	0,98	1,15
OT 37629-1	1,28	1,12
OT 37629-2	1,49	0,25
OT 37629-3	1,5	1,23
OT 37626-1	1,4	1,14
OT 37626-2	1,56	0,69
OT 37626-3	1,76	0,97

Tabla 15. Largo de fisuras en las probetas correctamente prefisuradas.

En las siguientes imágenes lo que vamos a observar son las prefisuras obtenidas en cada probeta obtenidas mediante el microscopio óptico metalográfico que se encuentra en el CIDIM.

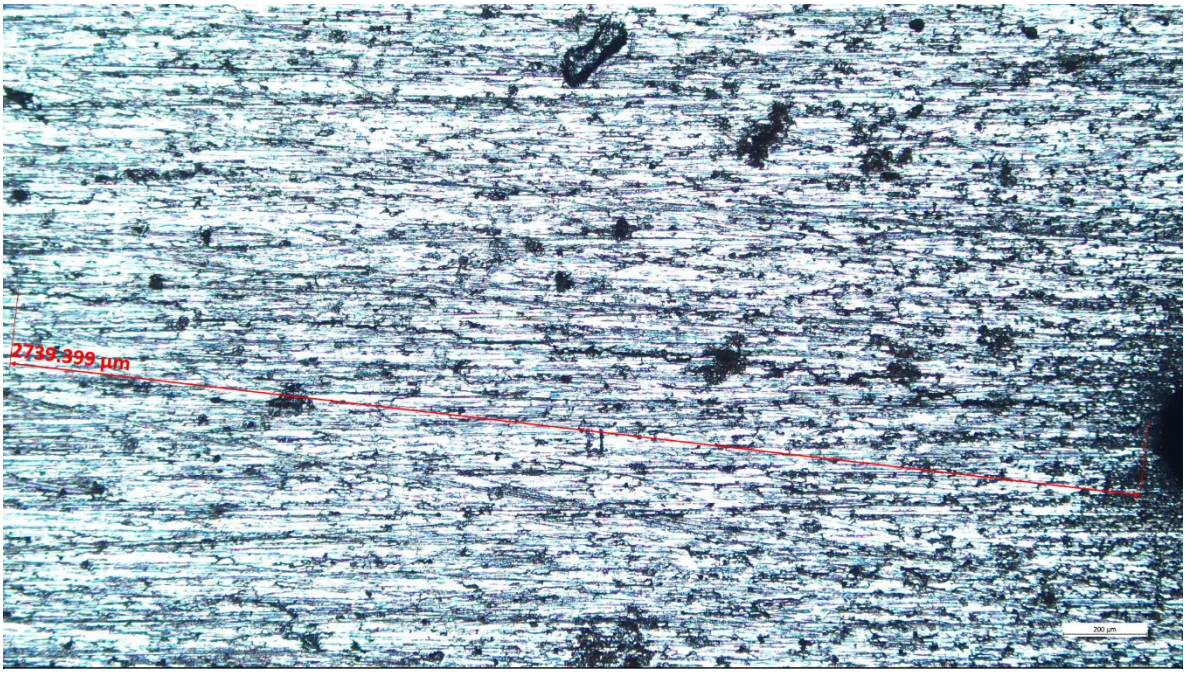


figura 39. Largo de fisura de la probeta OT 37081-5 lado 1.

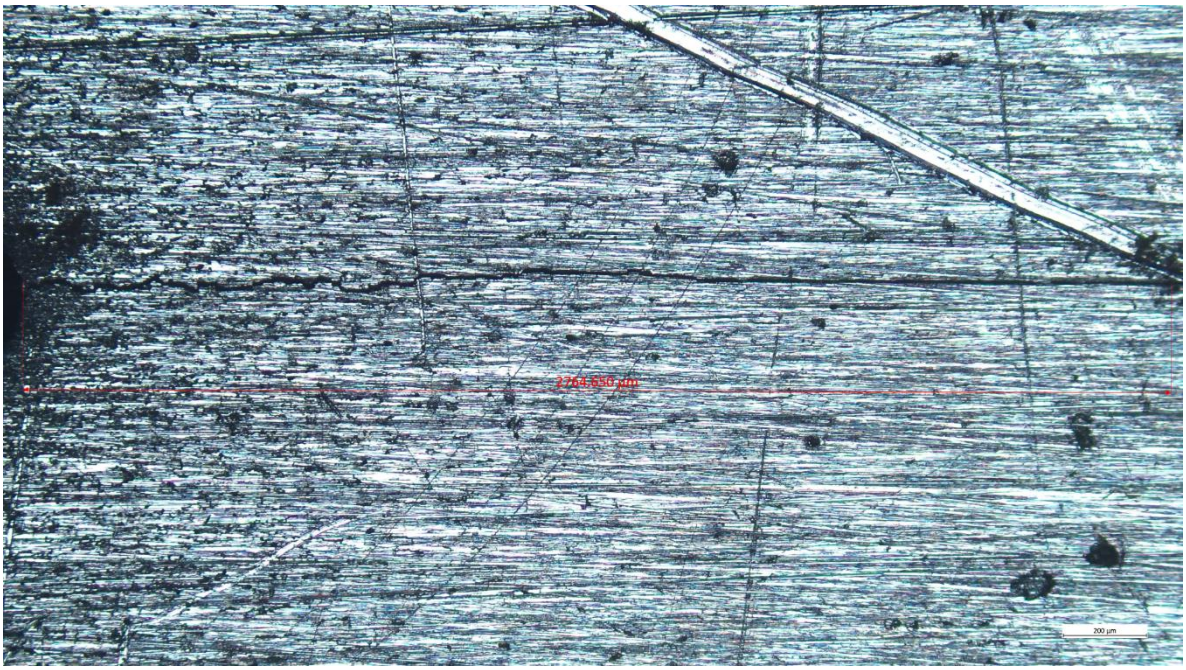


Figura 40. Largo de fisura de la probeta OT 37081-5 lado 2.

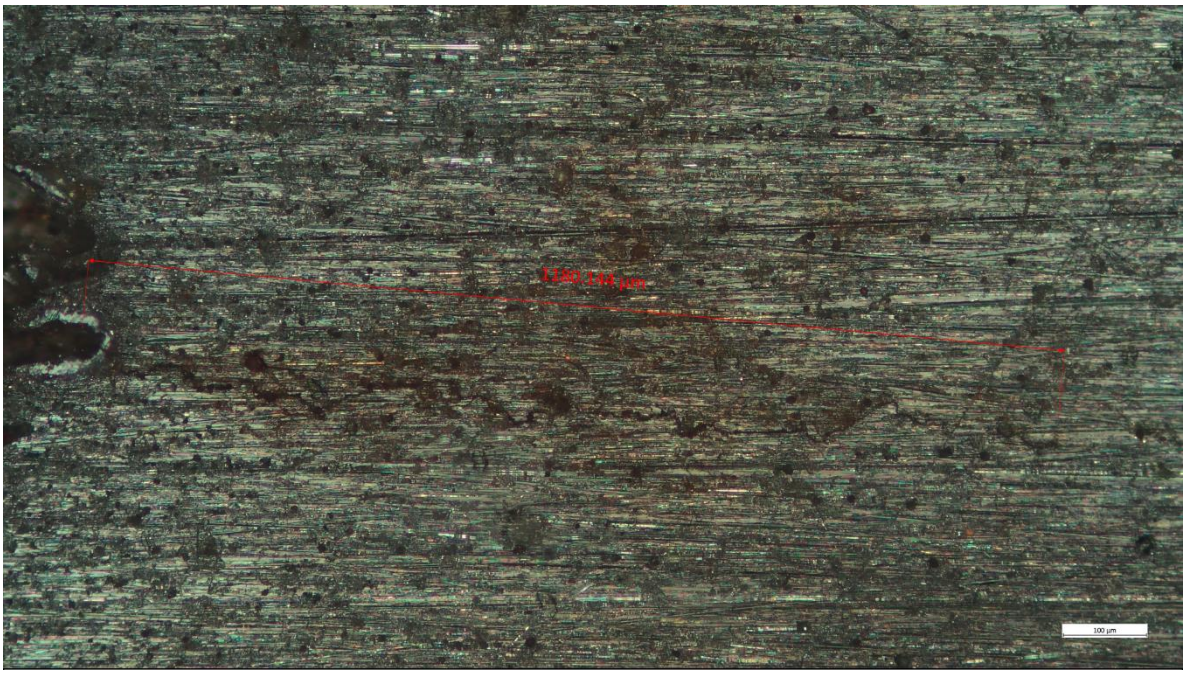


Figura 41. Largo de fisura de la probeta OT 37081-6 lado 1.

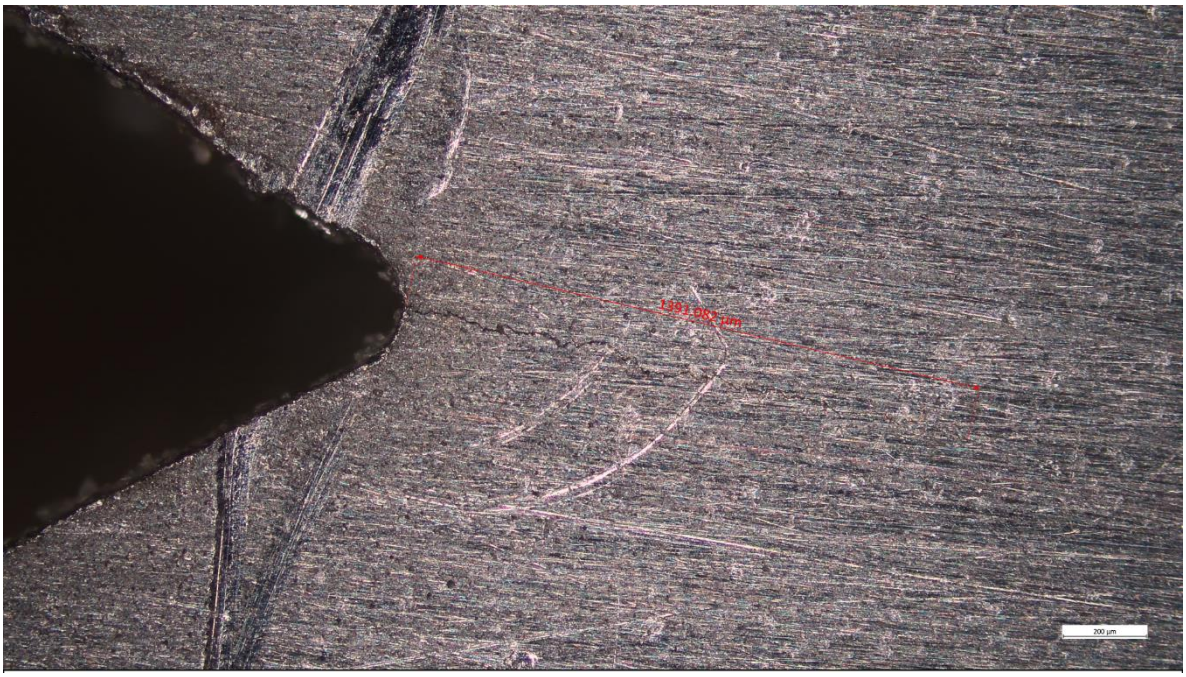


Figura 42. Largo de fisura de la probeta OT 37081-6 lado 2.

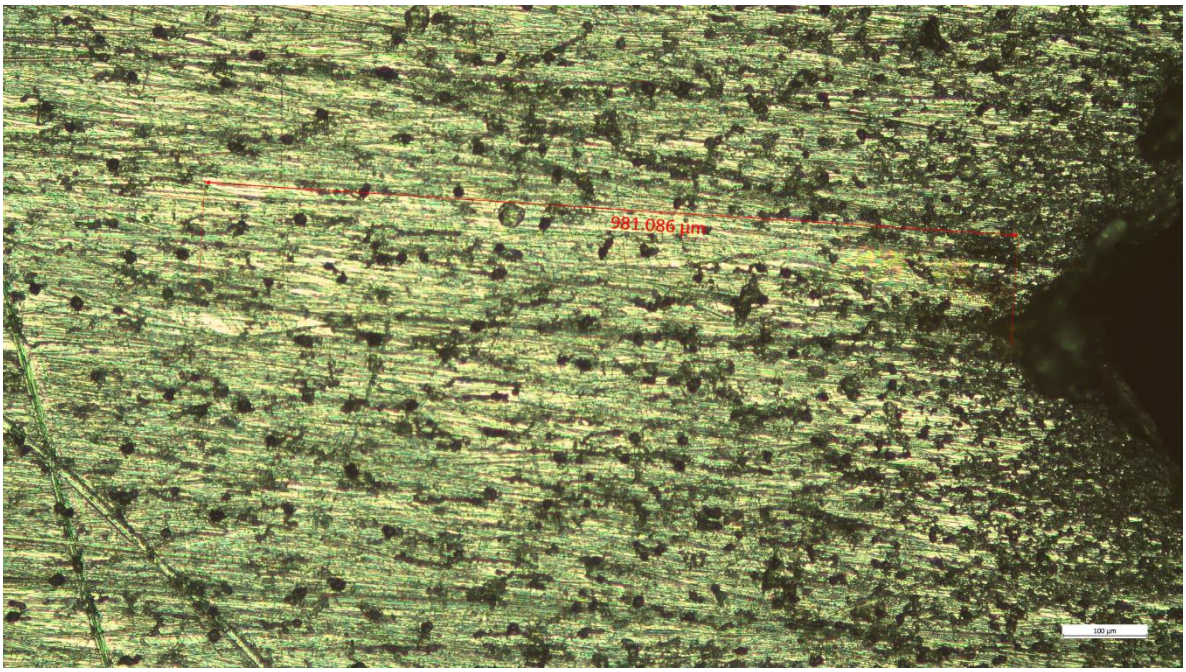


Figura 43. Largo de fisura de la probeta OT 37081-7 lado 1.

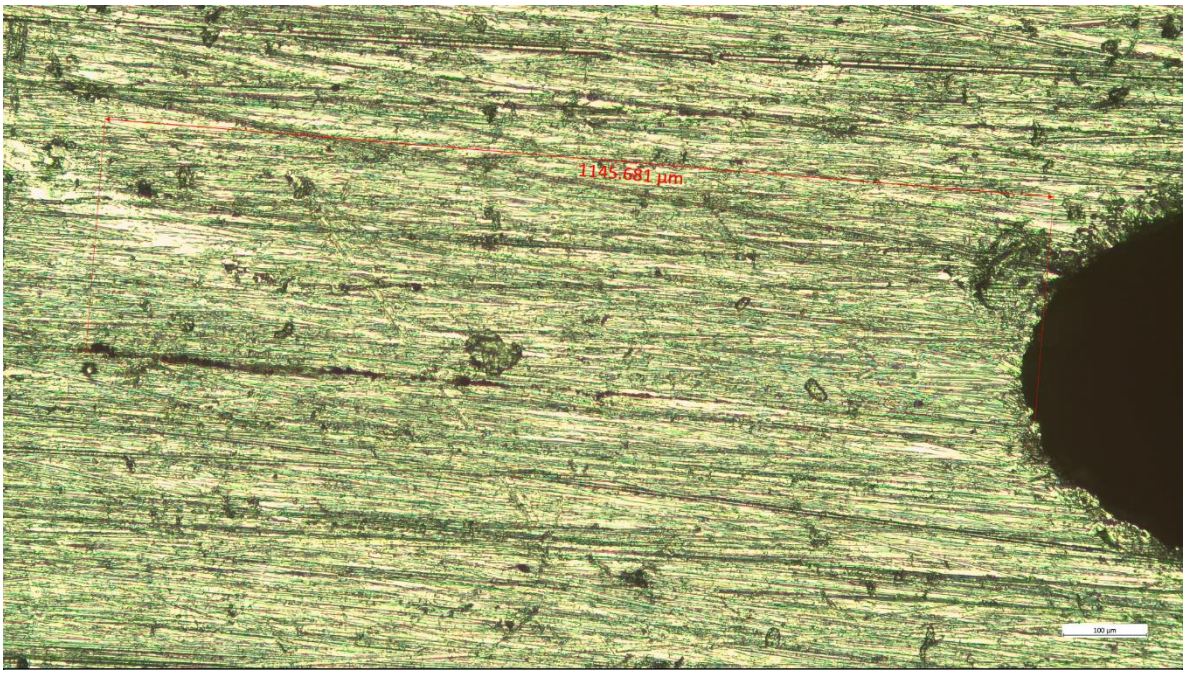


Figura 44. Largo de fisura de la probeta OT 37081-7 lado 1.

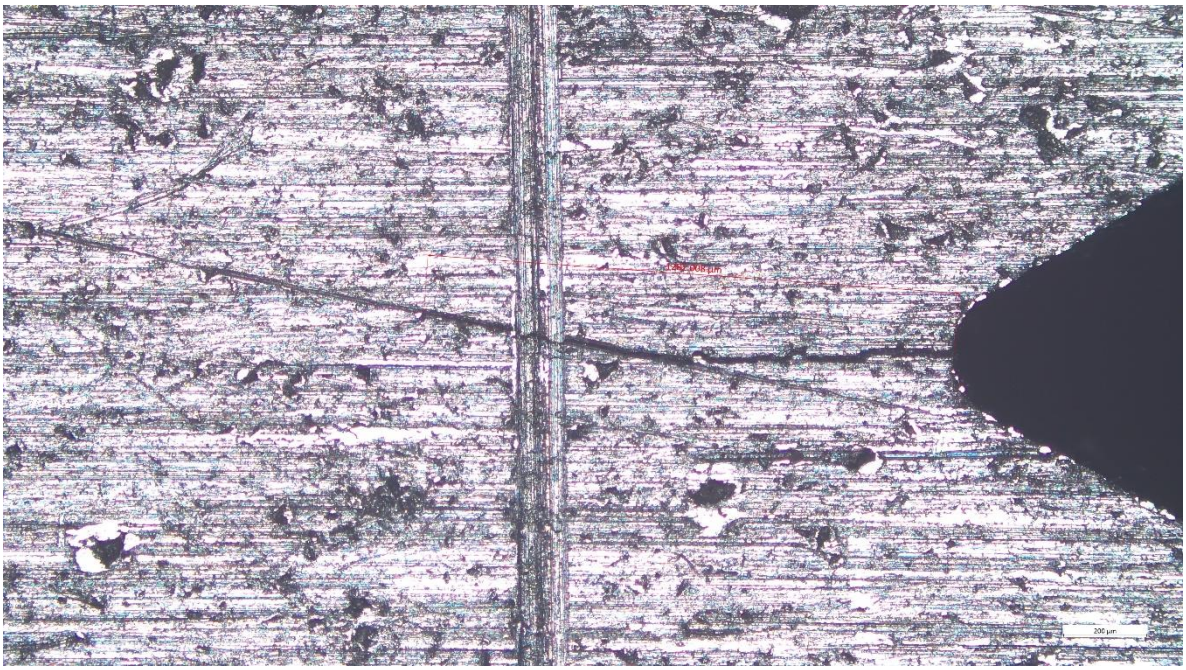


Figura 45. Largo de fisura de la probeta OT 37629-1 lado 1.

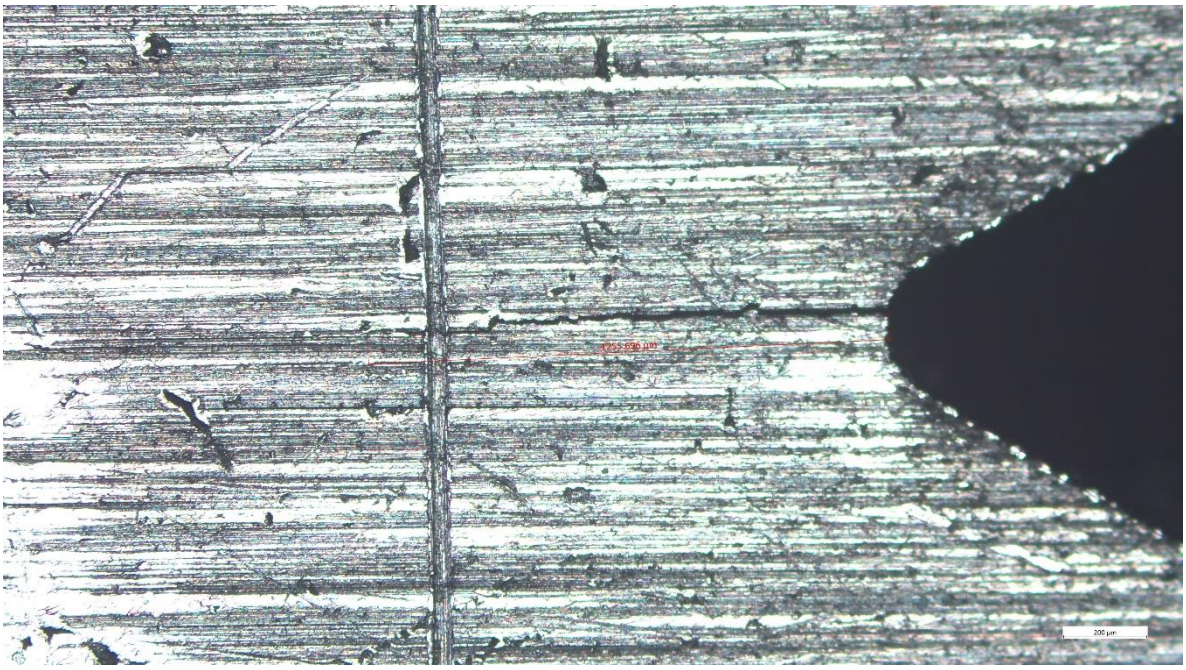


Figura 46. Largo de fisura de la probeta OT 37629-1 lado 2.

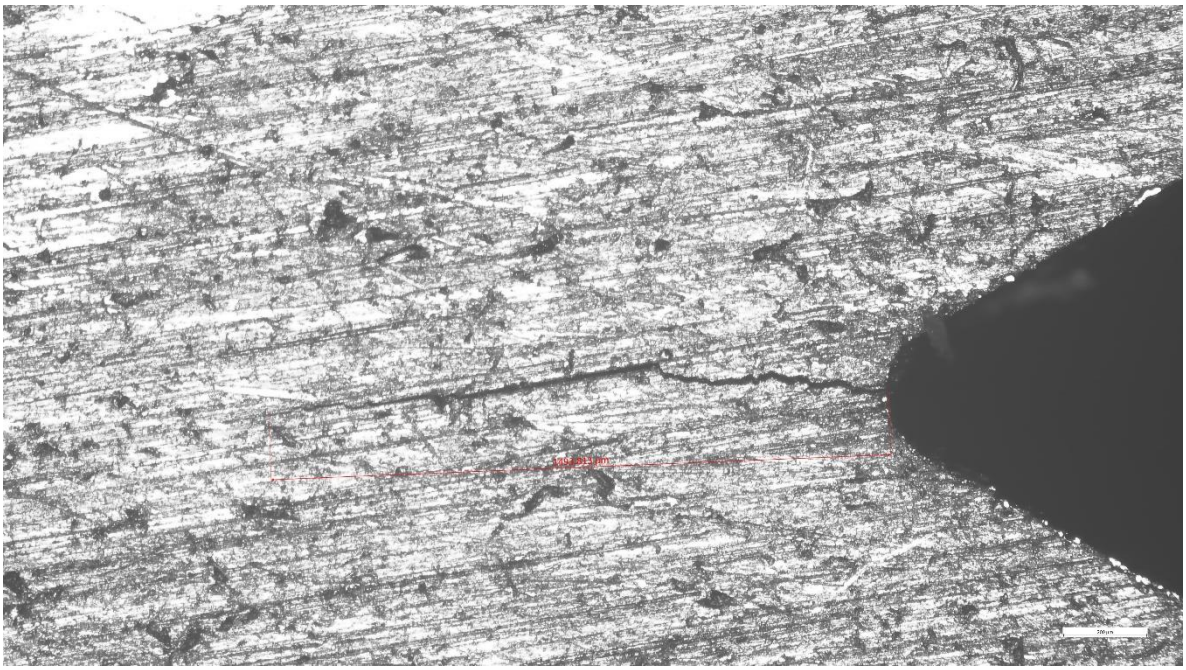


Figura 47. Largo de fisura de la probeta OT 37629-2 lado 1.

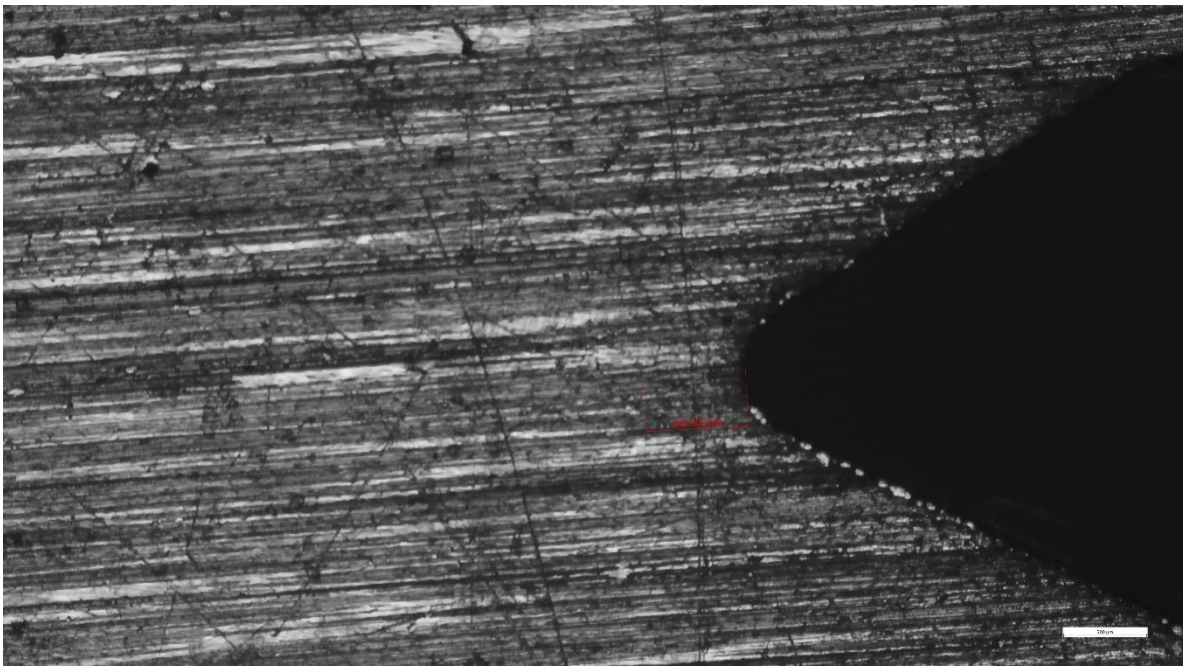


Figura 48. Largo de fisura de la probeta OT 37629-2 lado 2.

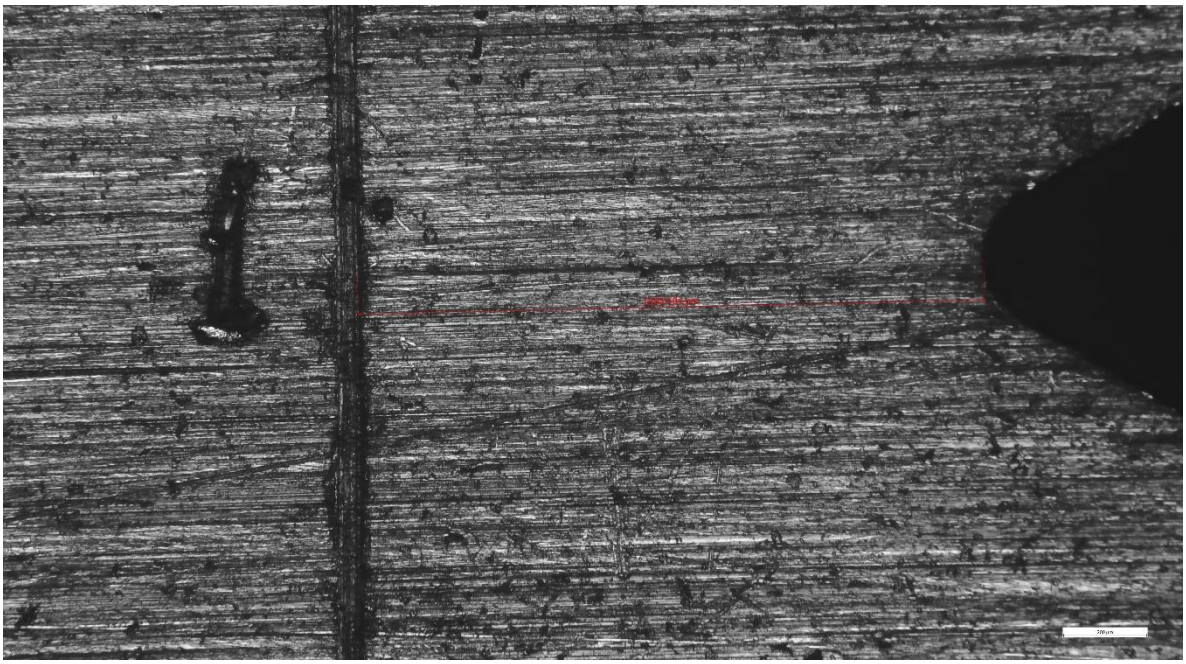


Figura 49. Largo de fisura de la probeta OT 37629-3 lado 1.

Figura 50. Largo de fisura de la probeta OT 37629-3 lado 2.

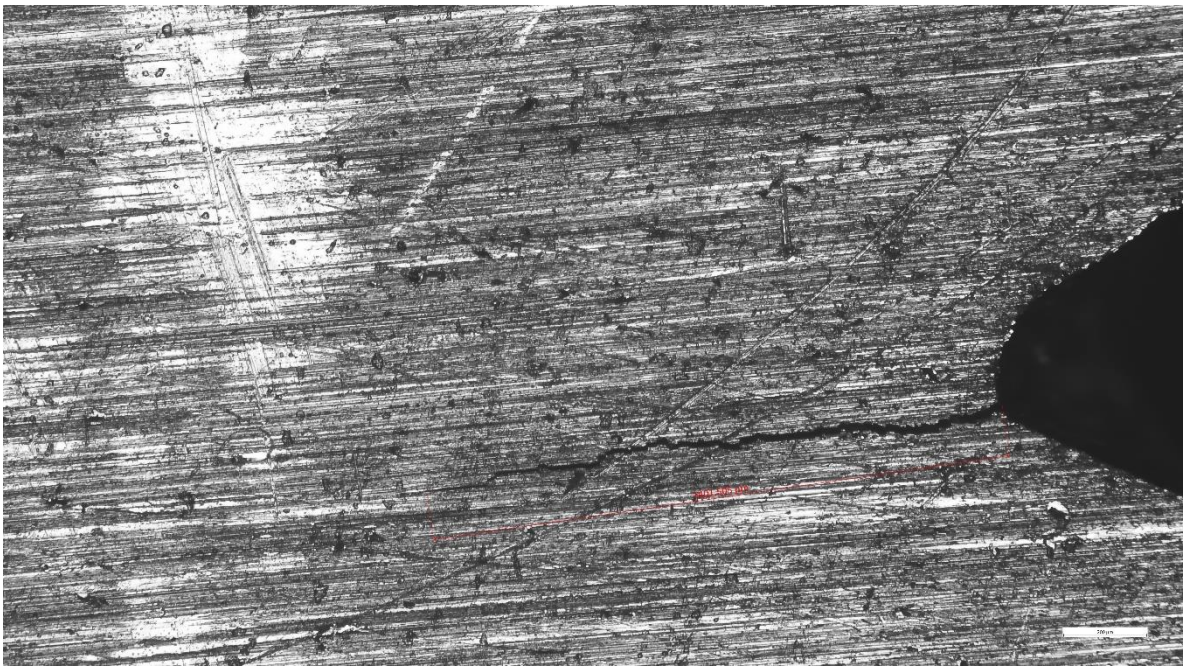


Figura 51. Largo de fisura de la probeta OT 37626-1 lado 1.

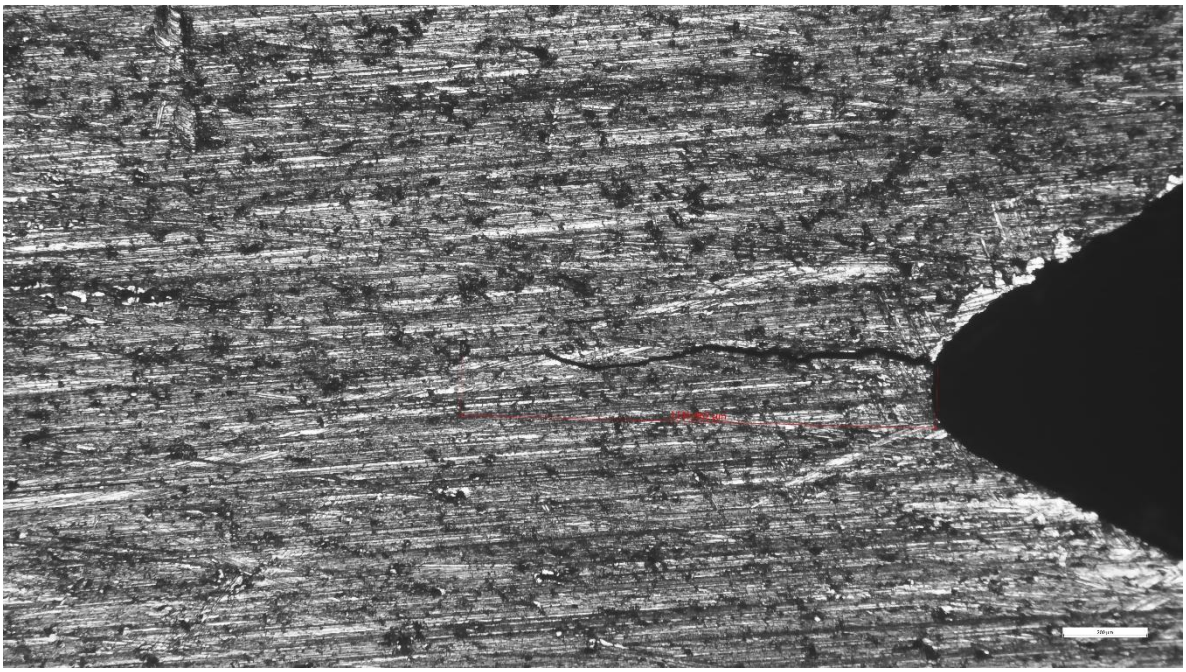


Figura 52. Largo de fisura de la probeta OT 37626-1 lado 2.

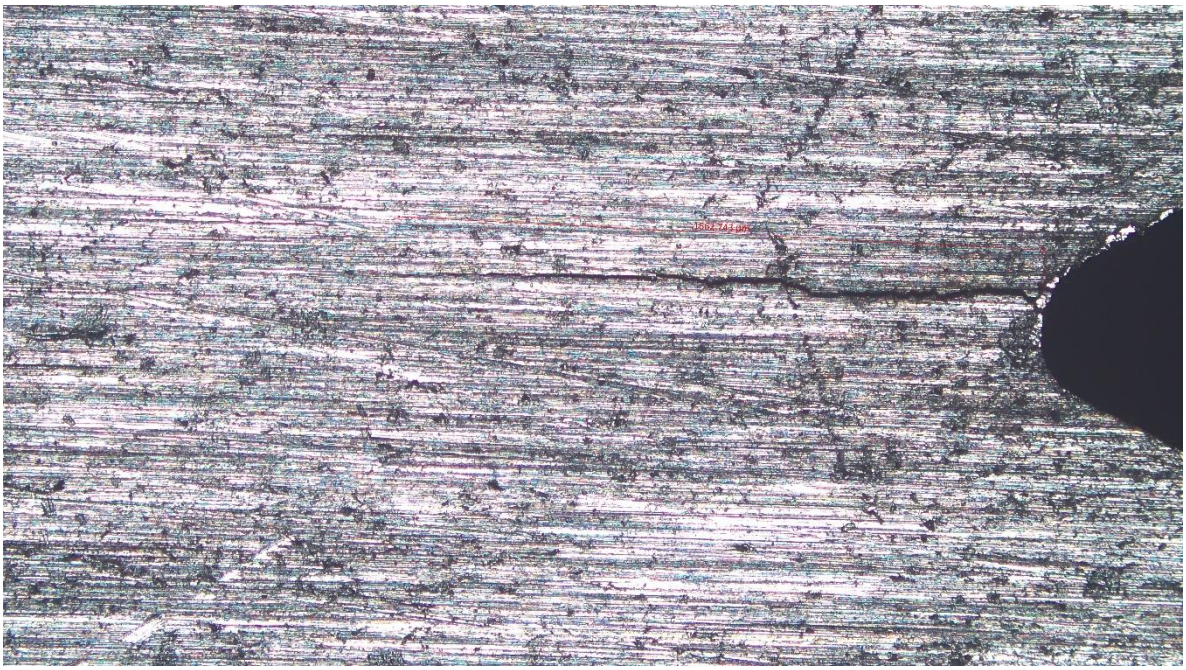


Figura 53. Largo de fisura de la probeta OT 37626-2 lado 1.

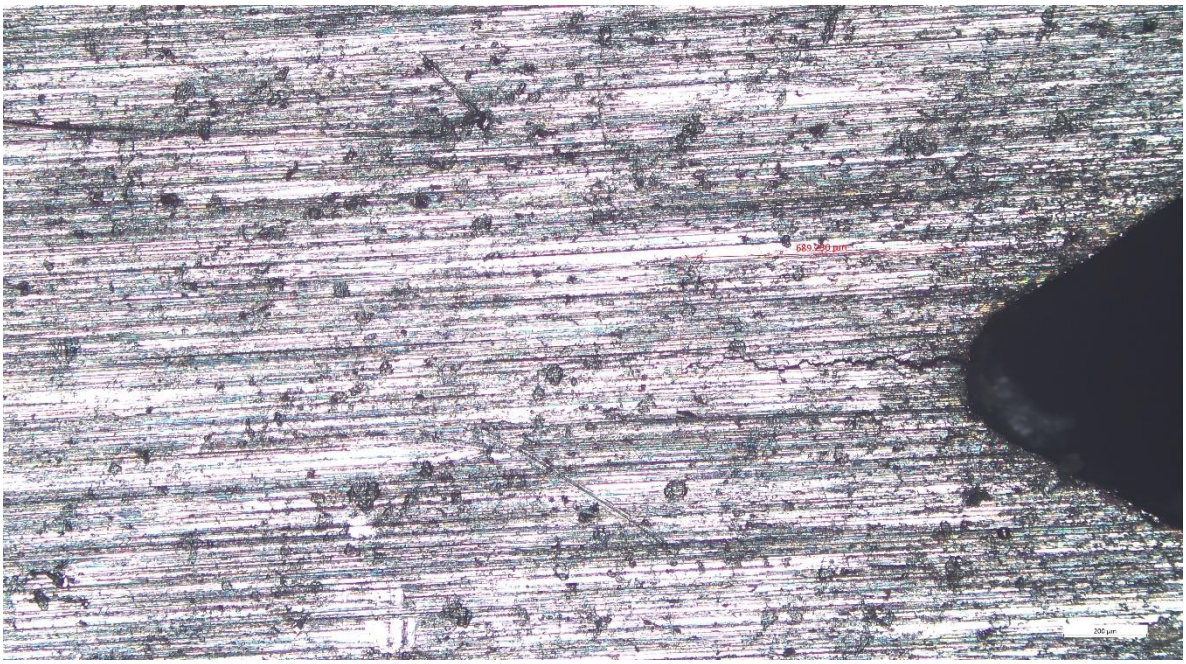


Figura 54. Largo de fisura de la probeta OT 37626-2 lado 2.

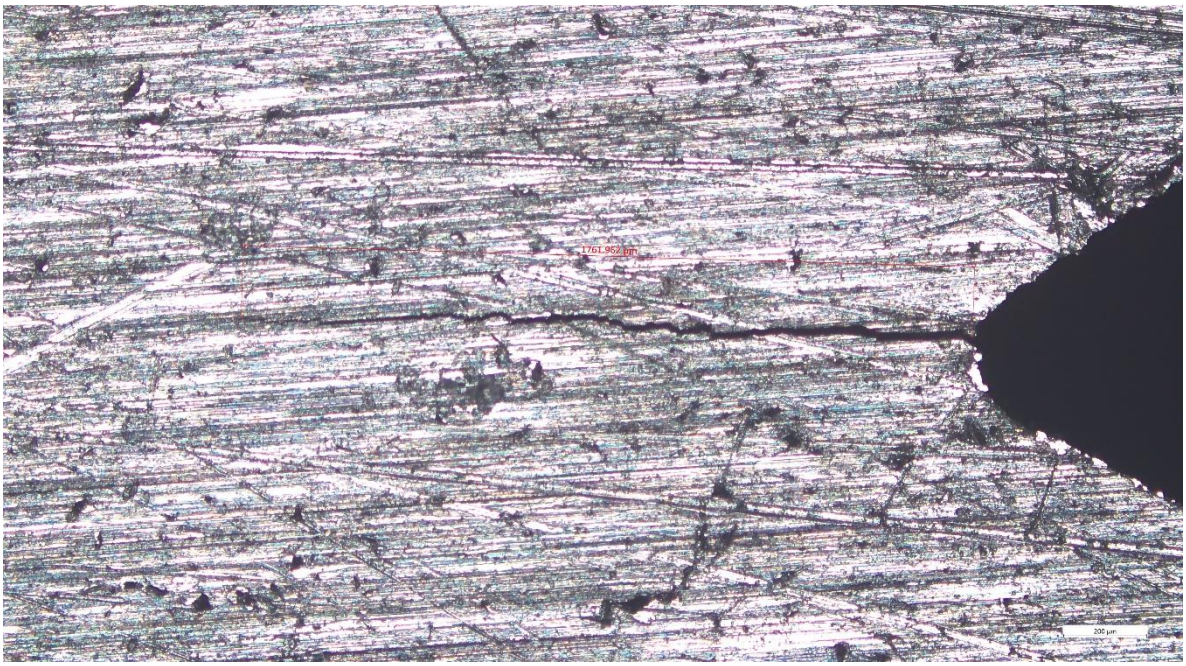


Figura 55. Largo de fisura de la probeta OT 37626-3 lado 1.

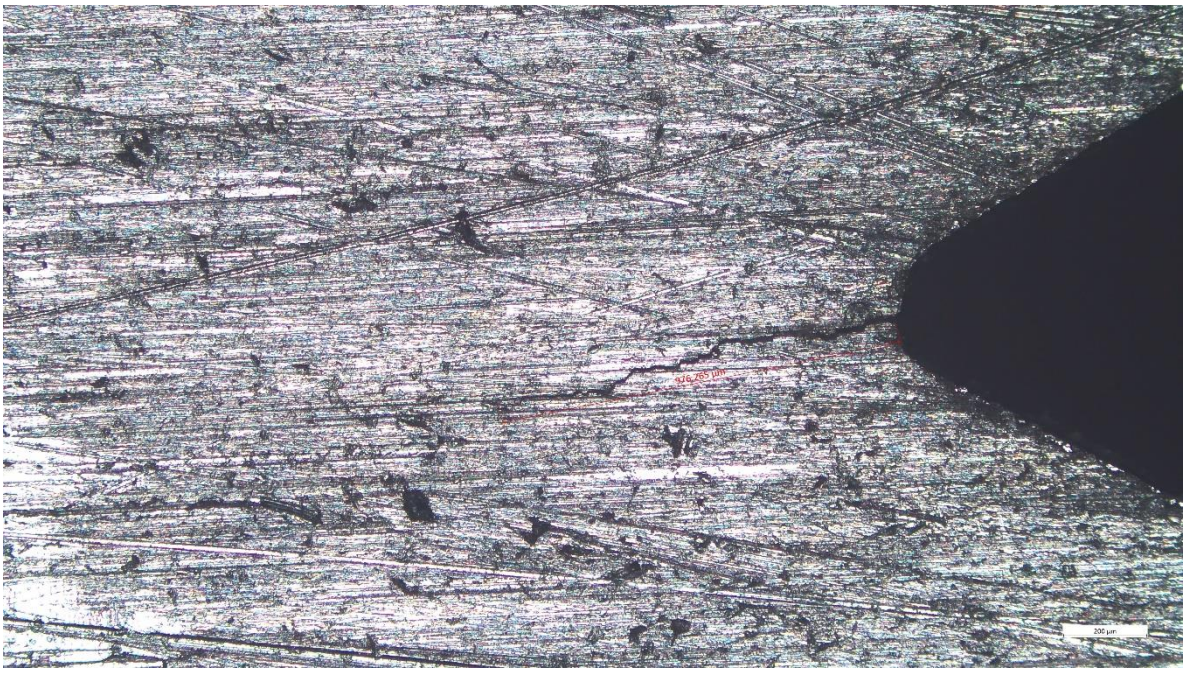


Figura 56. Largo de fisura de la probeta OT 37626-3 lado 2.

A continuación, se observan las imágenes de las fisuras correspondientes al segundo lote de probetas. Para estas probetas no se tiene seguimiento de los valores utilizados en el ensayo.

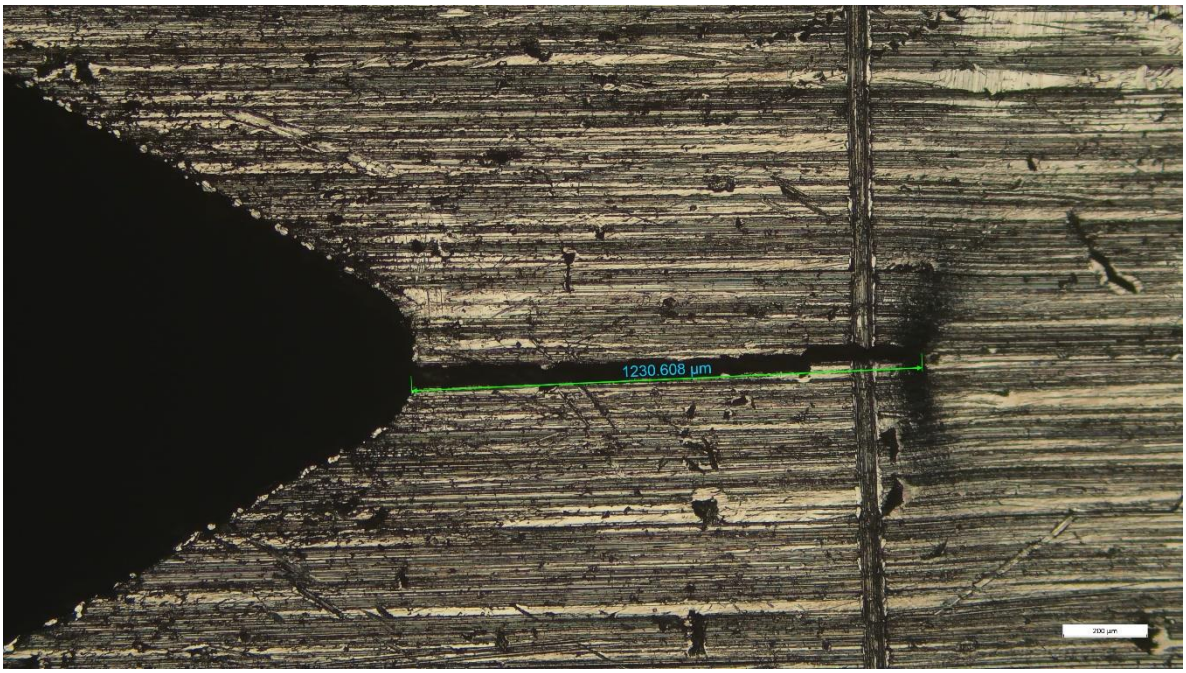


figura 57. Largo de fisura de la probeta OT37629-1 lado 1.

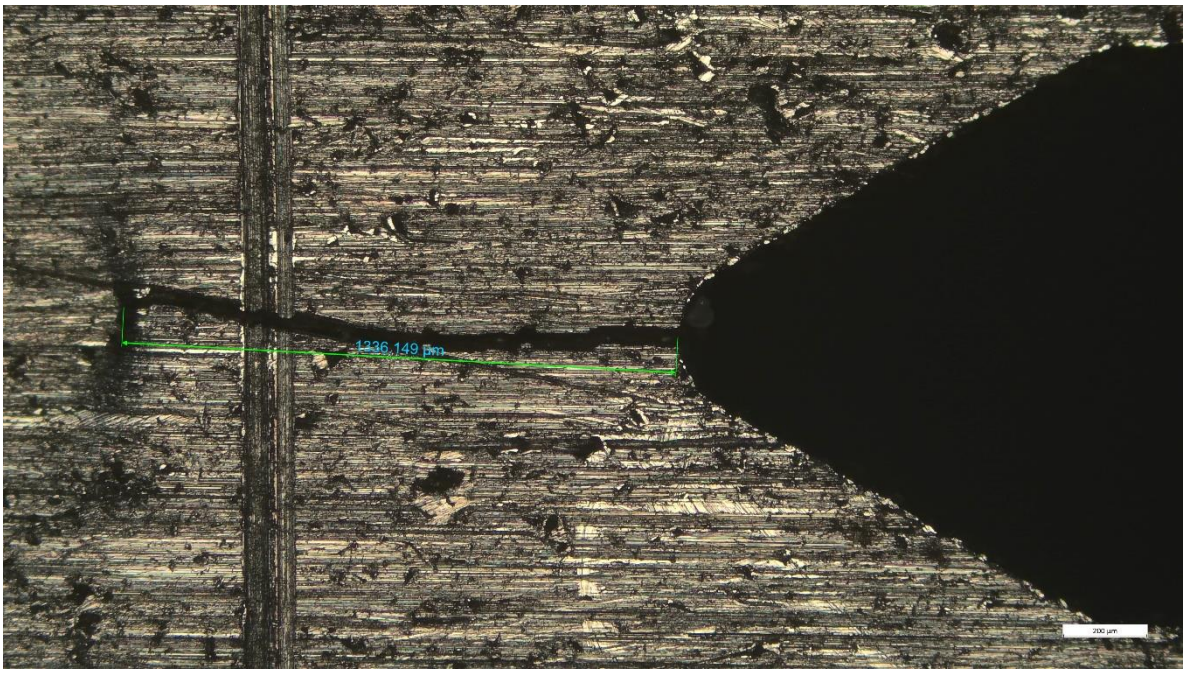


Figura 58. Largo de fisura de la probeta OT37629-1 lado 2.

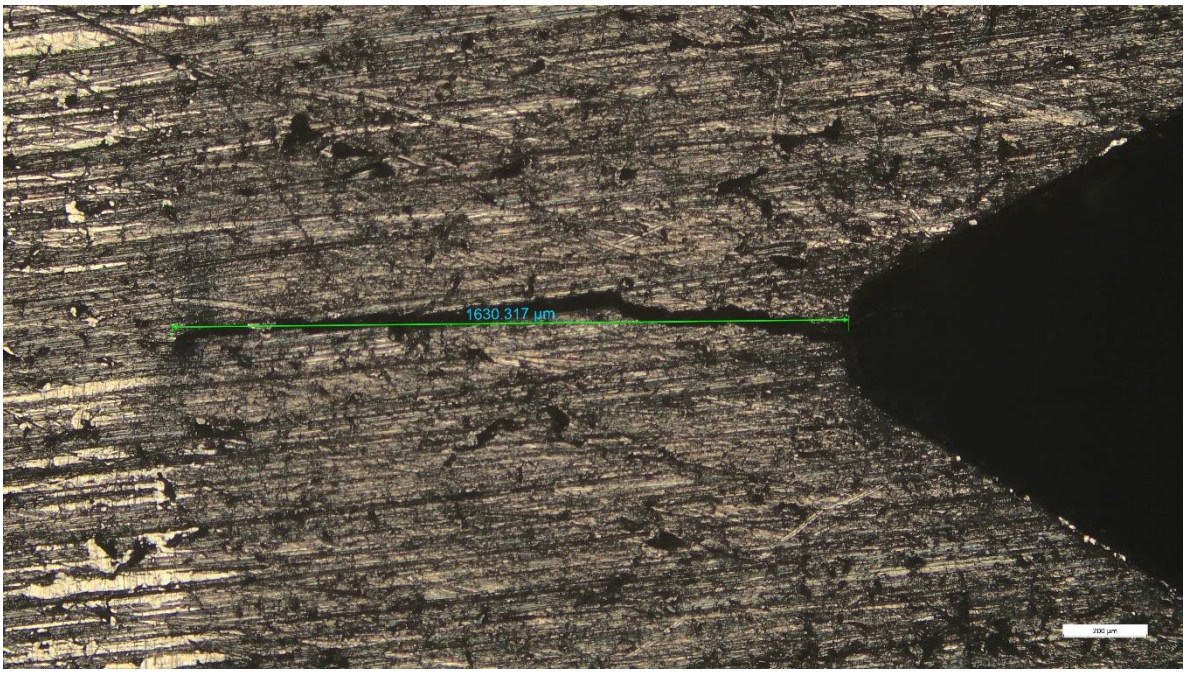


Figura 59. Largo de fisura de la probeta OT37629-2 lado 1.

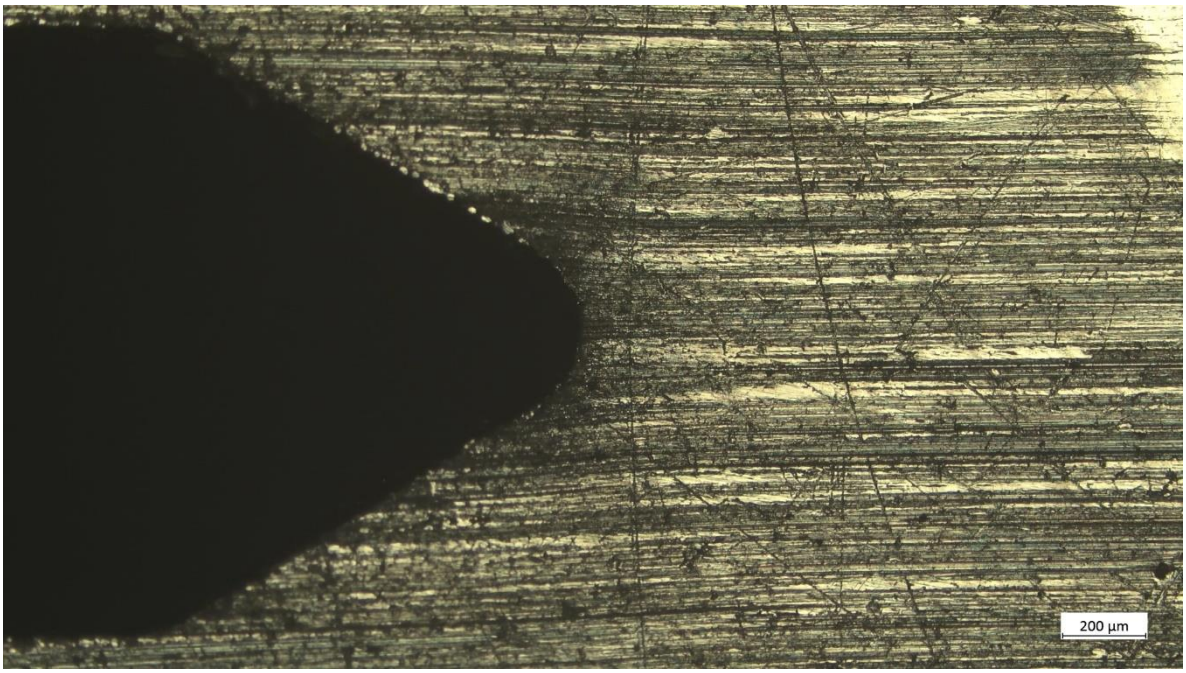


Figura 60. Largo de fisura de la probeta OT37629-2 lado 2.

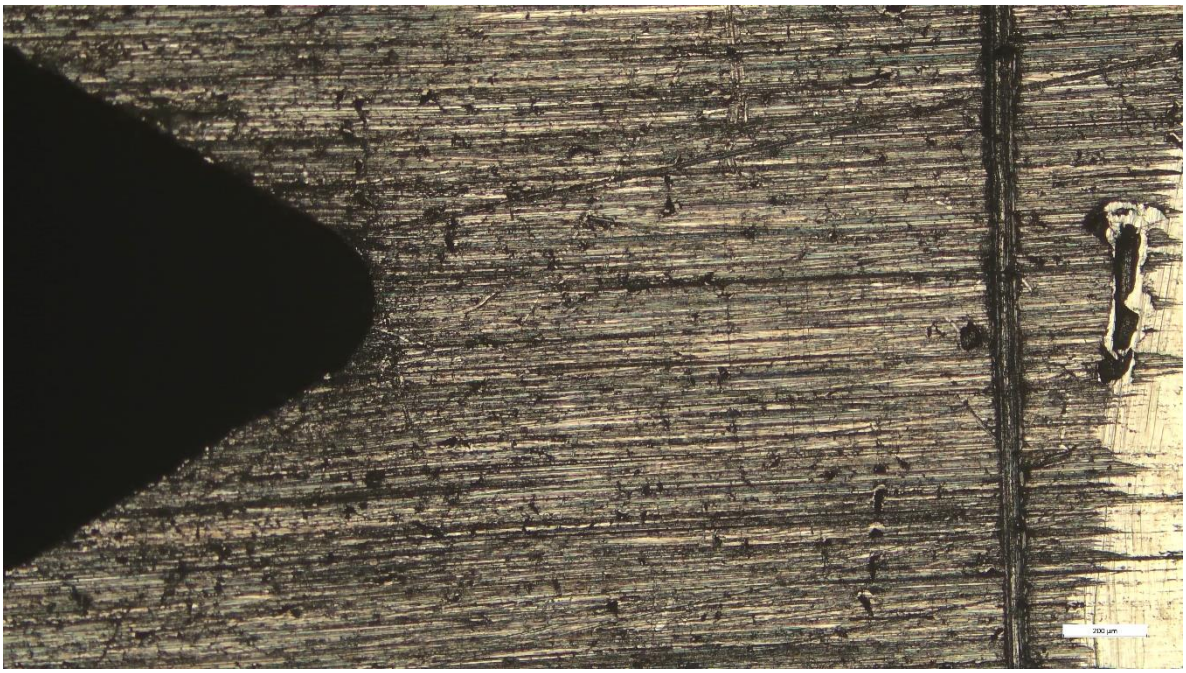


Figura 61. Largo de fisura de la probeta OT37629-3 lado 1.

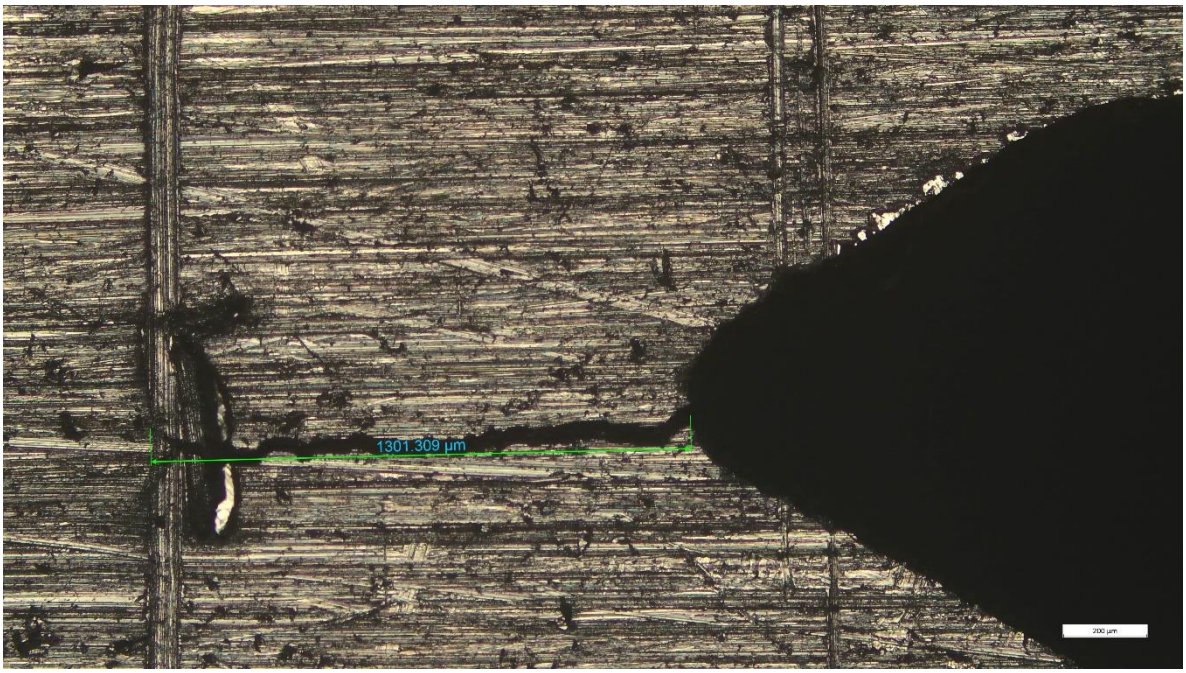


Figura 62. Largo de fisura de la probeta OT37629-3 lado 2.

8.3 Imágenes y tablas correspondientes al estudio en el EDS

Las siguientes imágenes corresponden a las mediciones de composición química determinadas mediante el EDS perteneciente al CIDIM.

En el primer análisis se identifica una inclusión para su análisis y a su vez se estudia el acero base para verificar su composición.

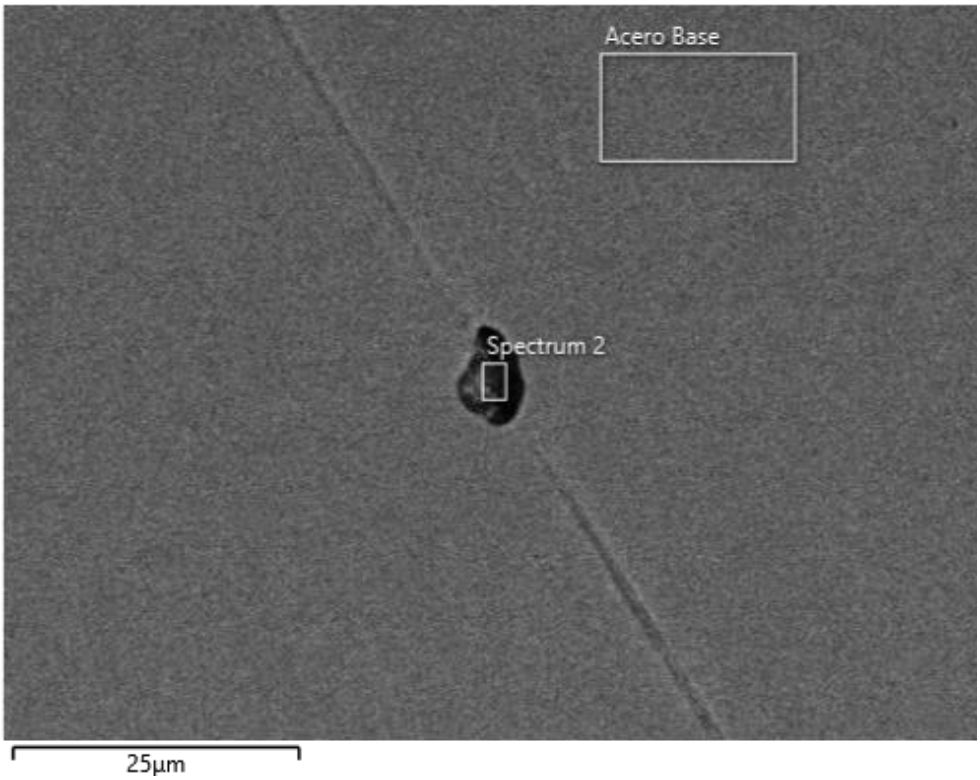


Figura 63. Inclusión y acero base para estudio.

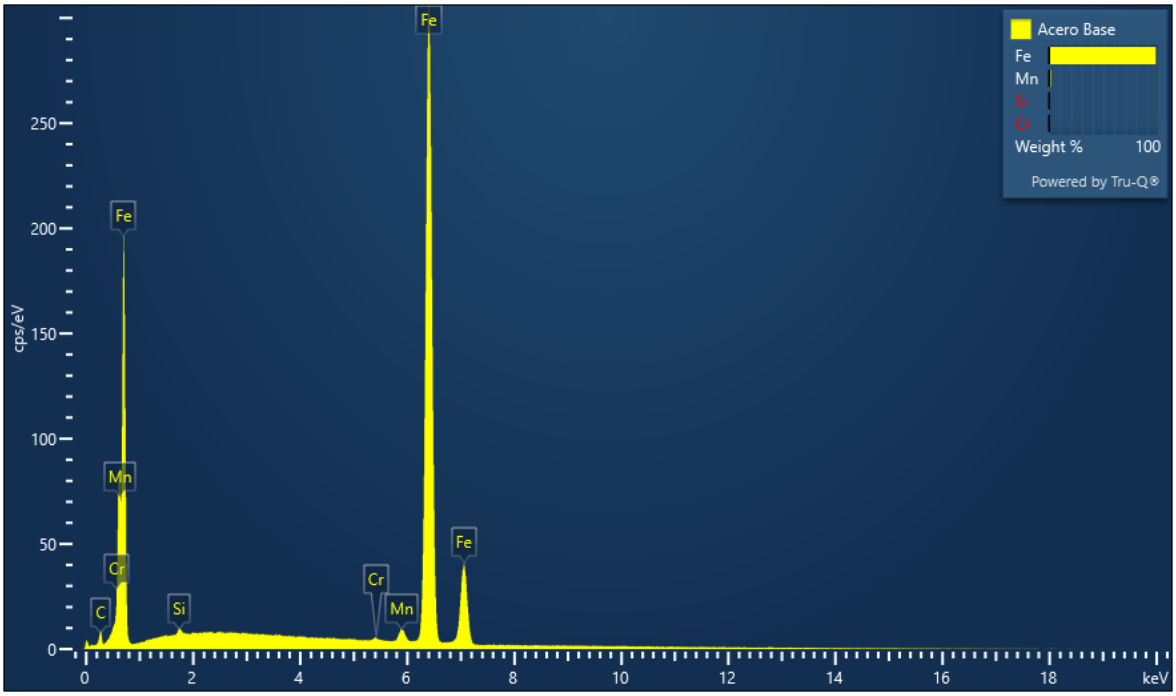


Figura 64. Elementos encontrados en el acero base.

Acero Base									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Si	K series	0.22	0.00176	0.27	0.03	0.54	SiO2	Yes	
Cr	K series	0.36	0.00355	0.22	0.03	0.23	Cr	Yes	
Mn	K series	2.07	0.02072	1.64	0.05	1.66	Mn	Yes	
Fe	K series	126.71	1.26707	97.87	0.07	97.57	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 16. Composición del acero base.

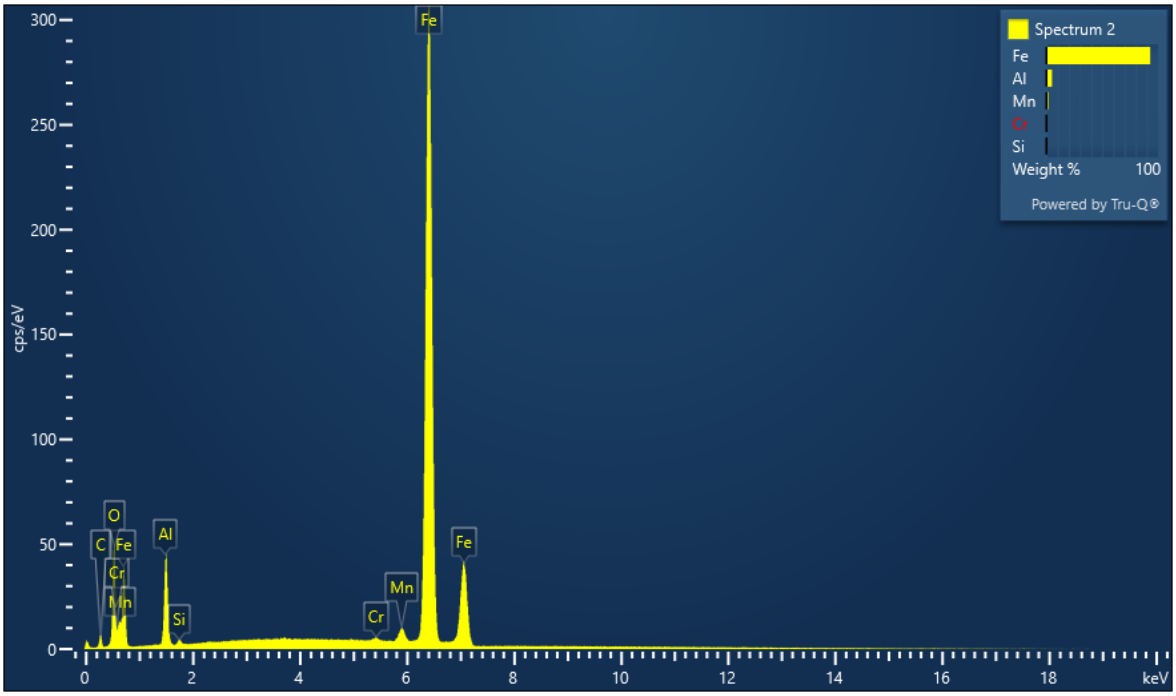


Figura 65. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 2''.

Spectrum 2									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date

Al	K series	4.32	0.03104	4.90	0.05	9.60	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.24	0.00191	0.23	0.02	0.43	SiO2	Yes	
Cr	K series	0.49	0.00487	0.23	0.03	0.23	Cr	Yes	
Mn	K series	2.77	0.02767	1.66	0.05	1.60	Mn	Yes	
Fe	K series	158.30	1.58304	92.99	0.07	88.13	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 17. Composición de la inclusion ''spectrum 2''.

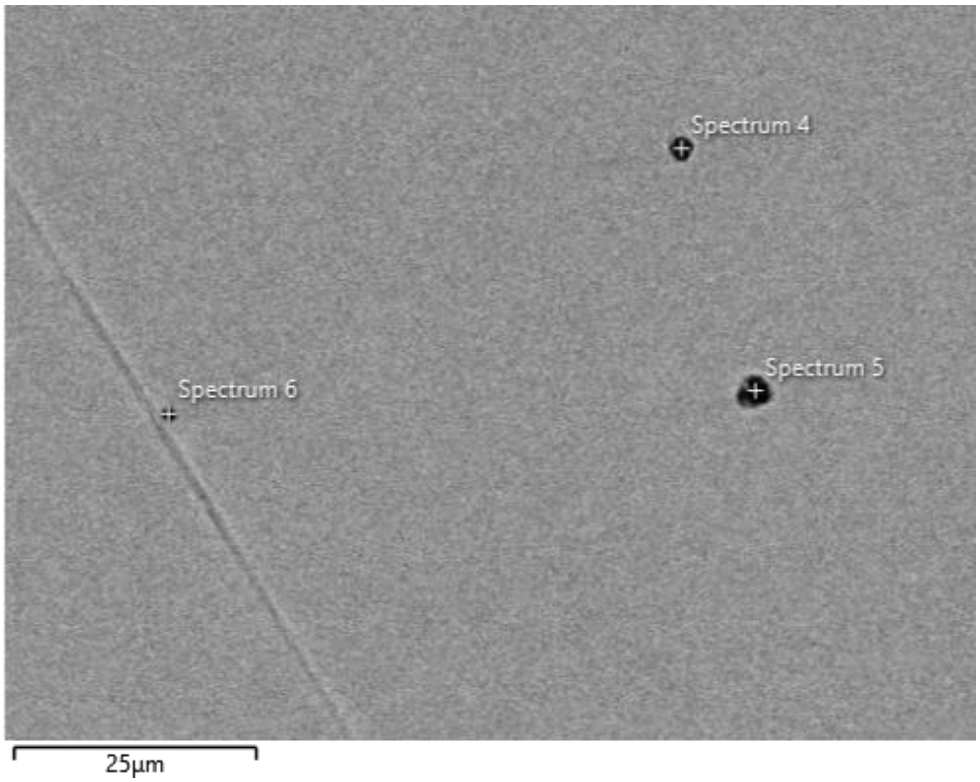


Figura 66. Inclusiones para estudio.

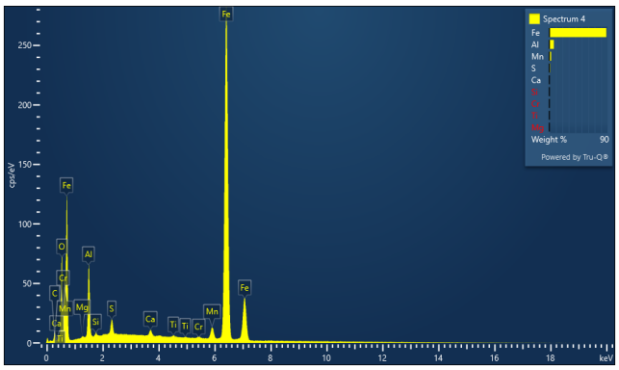


Figura 67. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 4''.

Spectrum 4									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Mg	K series	0.10	0.00064	0.17	0.03	0.37	MgO	Yes	
Al	K series	4.98	0.03574	6.90	0.06	13.11	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.21	0.00166	0.25	0.03	0.45	SiO2	Yes	
S	K series	1.23	0.01062	1.06	0.03	1.70	FeS2	Yes	
Ca	K series	0.85	0.00759	0.54	0.03	0.69	Wollastonite	Yes	
Ti	K series	0.25	0.00253	0.18	0.03	0.19	Ti	Yes	
Cr	K series	0.34	0.00341	0.21	0.03	0.20	Cr	Yes	
Mn	K series	3.48	0.03478	2.64	0.05	2.46	Mn	Yes	
Fe	K series	118.73	1.18729	88.05	0.10	80.83	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 18. Composición de la inclusion ''spectrum 4''.

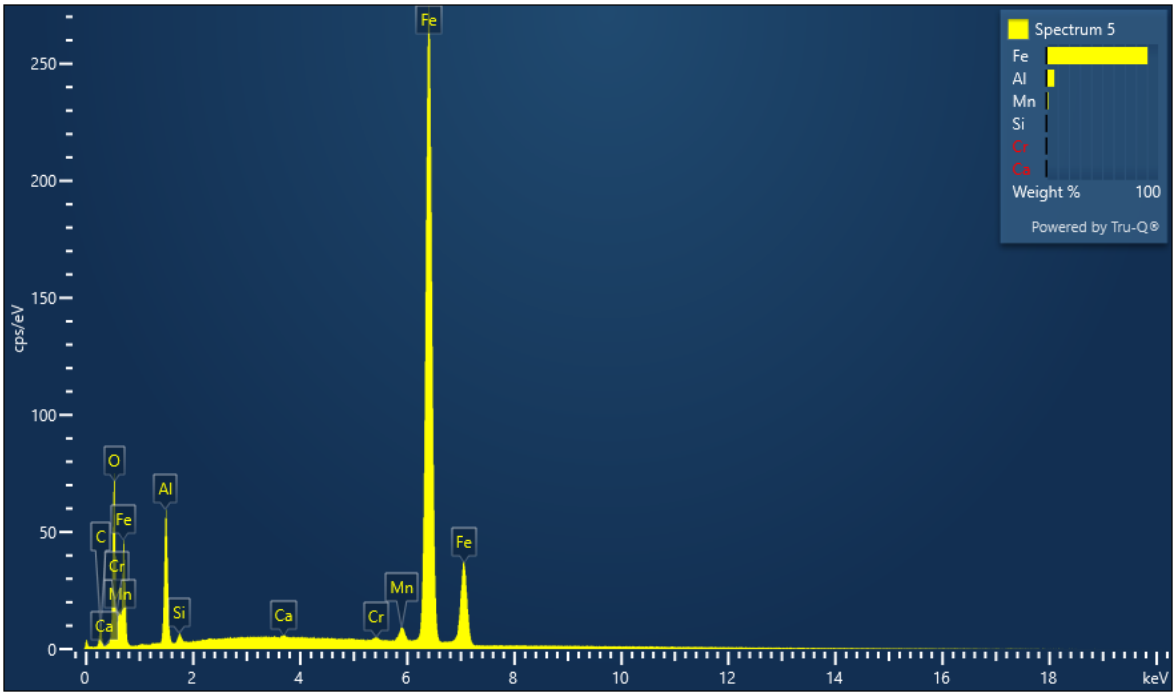


Figura 68. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 5''.

Spectrum 5									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Al	K series	5.81	0.04174	6.98	0.06	13.39	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.38	0.00304	0.39	0.02	0.73	SiO2	Yes	
Ca	K series	0.20	0.00176	0.11	0.02	0.14	Wollastonite	Yes	
Cr	K series	0.46	0.00464	0.24	0.03	0.24	Cr	Yes	
Mn	K series	2.55	0.02551	1.66	0.05	1.56	Mn	Yes	
Fe	K series	142.58	1.42584	90.62	0.08	83.95	Fe	Yes	

Total:				100.00		100.00			

Tabla 19. Composición de la inclusion ''spectrum 5''.

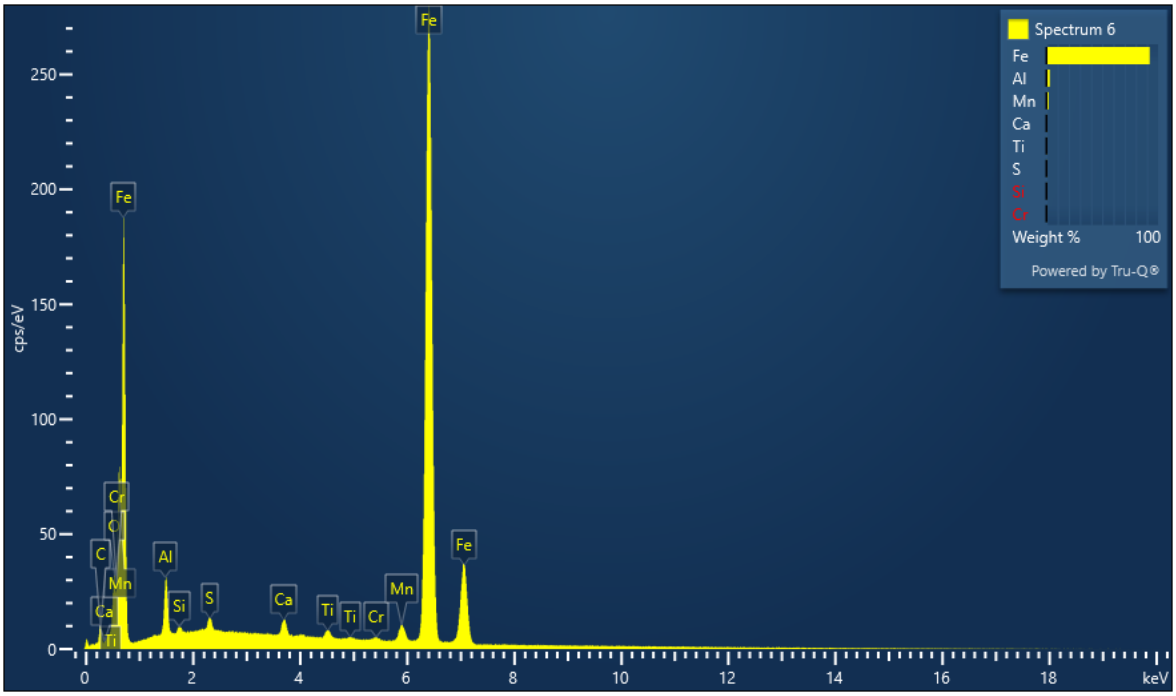


Figura 69. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 6''.

Spectrum 6									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Al	K series	2.01	0.01442	3.07	0.05	6.09	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.23	0.00178	0.28	0.03	0.54	SiO2	Yes	
S	K series	0.58	0.00496	0.53	0.03	0.88	FeS2	Yes	
Ca	K series	1.23	0.01095	0.83	0.03	1.10	Wollastonite	Yes	
Ti	K series	0.76	0.00761	0.56	0.03	0.63	Ti	Yes	

Cr	K series	0.35	0.00352	0.22	0.03	0.23	Cr	Yes	
Mn	K series	2.48	0.02480	2.01	0.05	1.96	Mn	Yes	
Fe	K series	116.81	1.16806	92.49	0.09	88.58	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 20. Composición de la inclusion ''spectrum 6''.

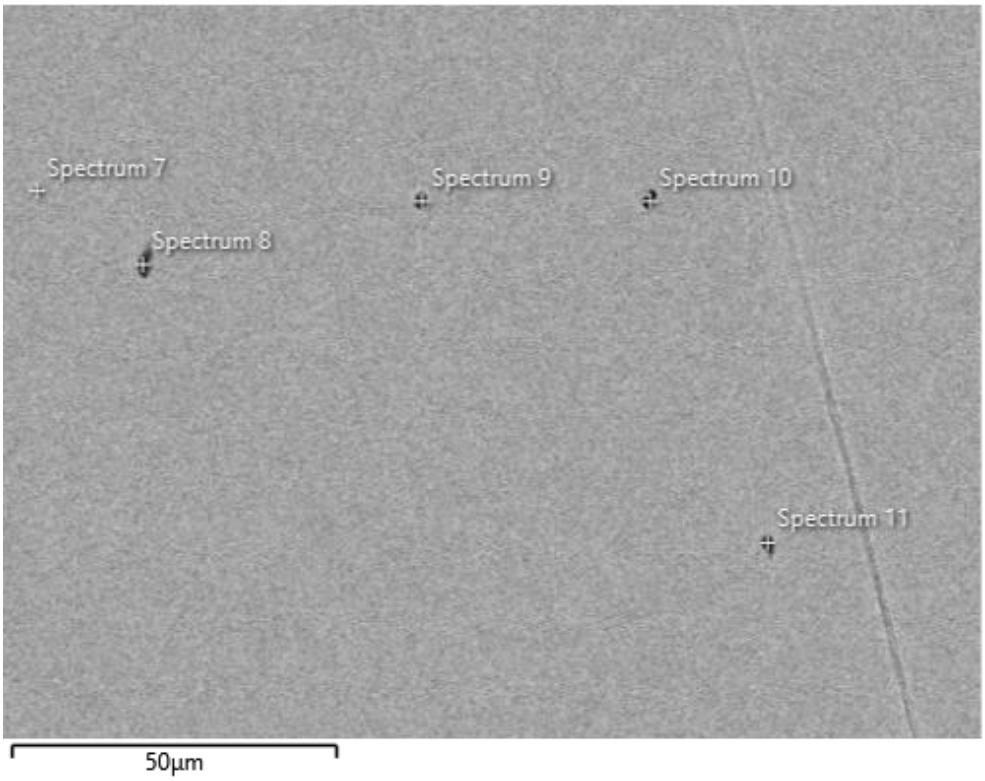


Figura 70. Inclusiones para estudio.

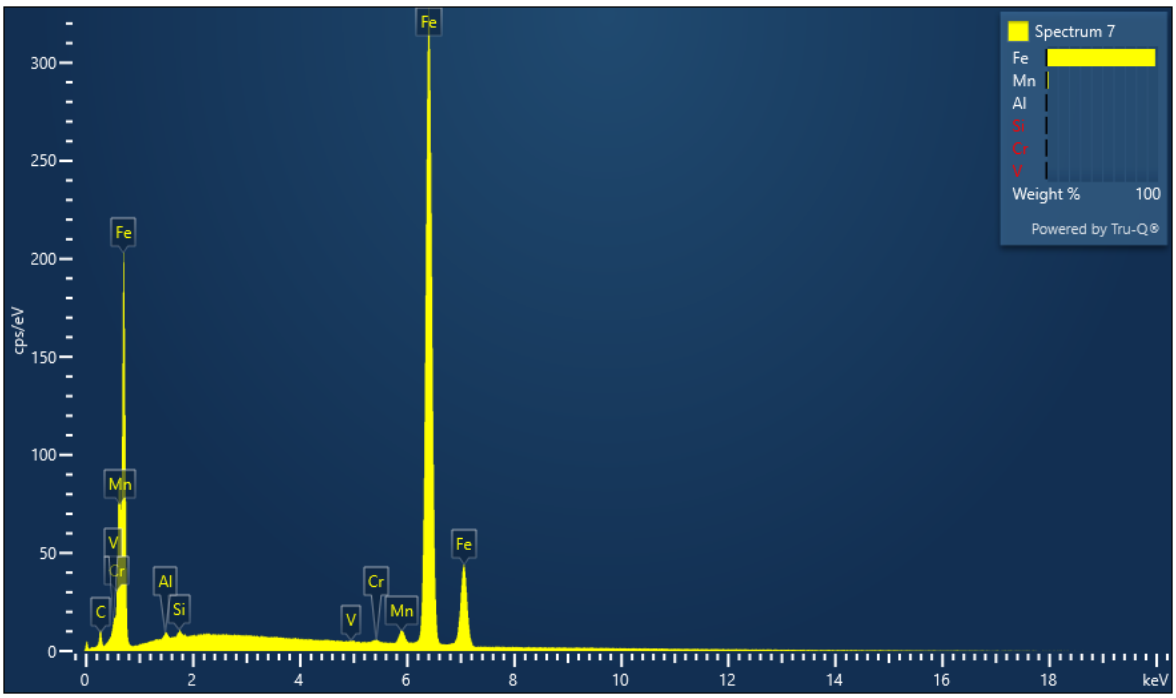


Figura 71. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 7''.

Spectrum 7									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Al	K series	0.24	0.00169	0.36	0.03	0.74	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.21	0.00166	0.25	0.03	0.50	SiO2	Yes	
V	K series	0.13	0.00126	0.08	0.03	0.09	V	Yes	
Cr	K series	0.32	0.00318	0.19	0.03	0.20	Cr	Yes	
Mn	K series	2.23	0.02229	1.75	0.05	1.76	Mn	Yes	
Fe	K series	127.00	1.26997	97.36	0.08	96.69	Fe	Yes	

Total:				100.00		100.00			

Tabla 21. Composición de la inclusion ''spectrum 7''.

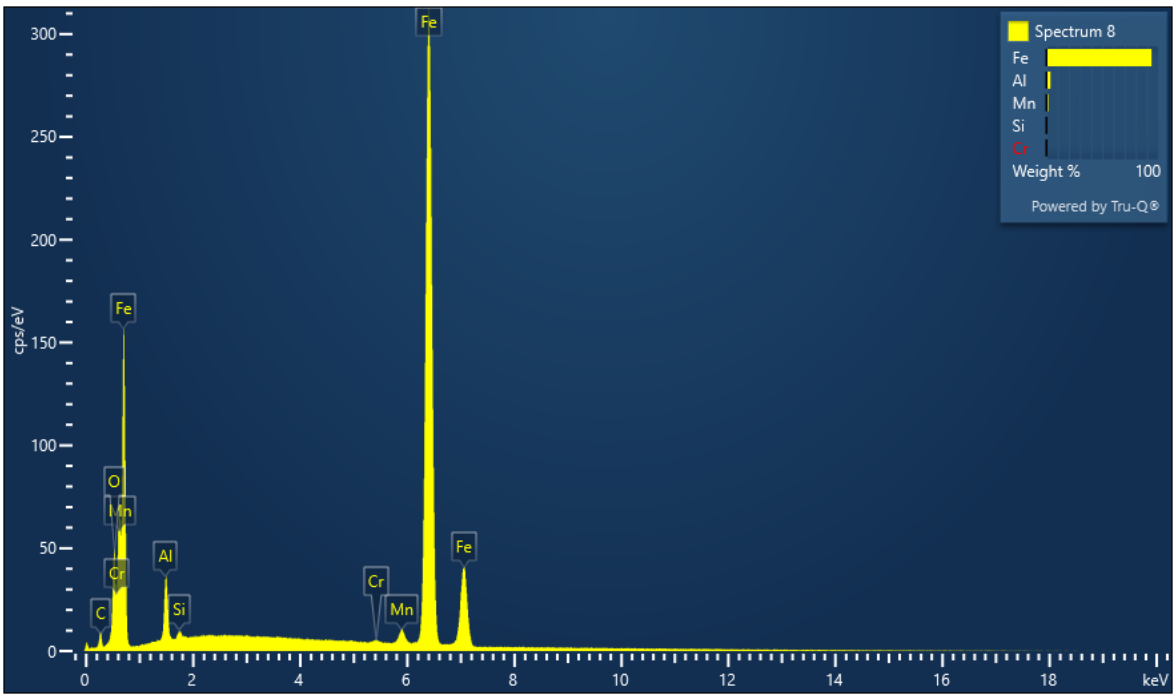


Figura 72. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 8''.

Spectrum 8									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Al	K series	2.51	0.01801	3.60	0.05	7.16	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.27	0.00217	0.32	0.03	0.62	SiO2	Yes	
Cr	K series	0.33	0.00329	0.19	0.03	0.20	Cr	Yes	
Mn	K series	2.28	0.02275	1.72	0.05	1.68	Mn	Yes	
Fe	K series	127.60	1.27604	94.16	0.08	90.35	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 22. Composición de la inclusion ''spectrum 8''.

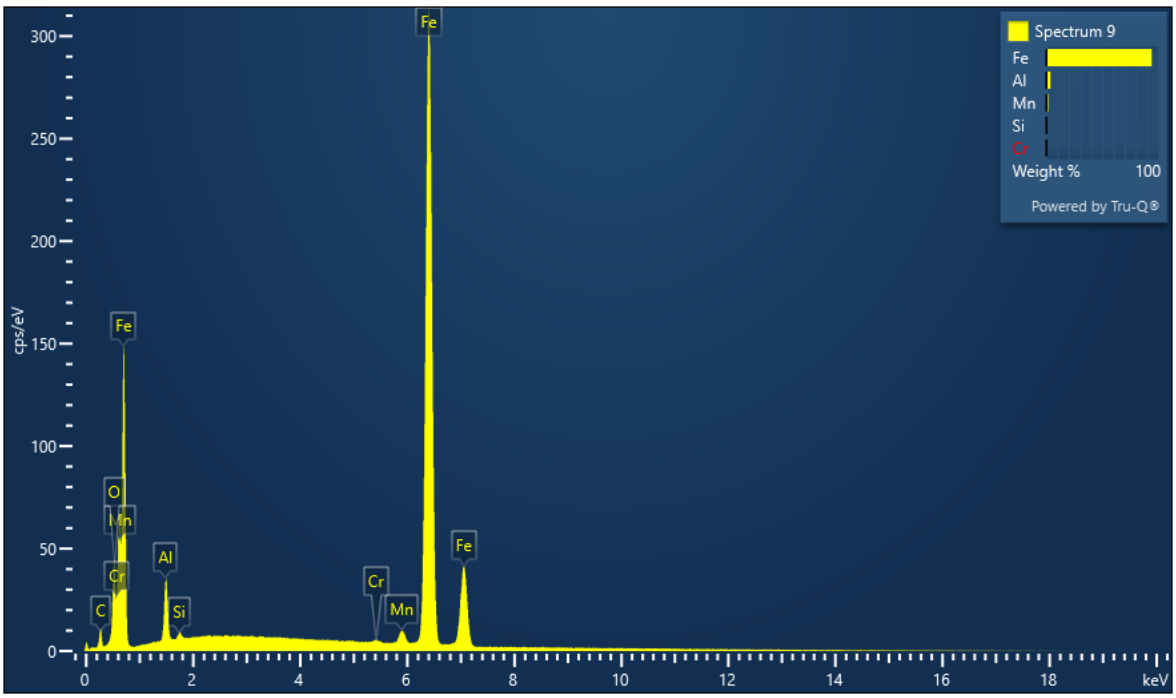


Figura 73. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 9''.

Spectrum 9									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Al	K series	2.50	0.01793	3.54	0.05	7.04	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.25	0.00196	0.29	0.03	0.55	SiO2	Yes	
Cr	K series	0.35	0.00351	0.20	0.03	0.21	Cr	Yes	
Mn	K series	2.23	0.02232	1.66	0.05	1.62	Mn	Yes	
Fe	K series	129.70	1.29703	94.31	0.08	90.59	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 23. Composición de la inclusion ''spectrum 9''.

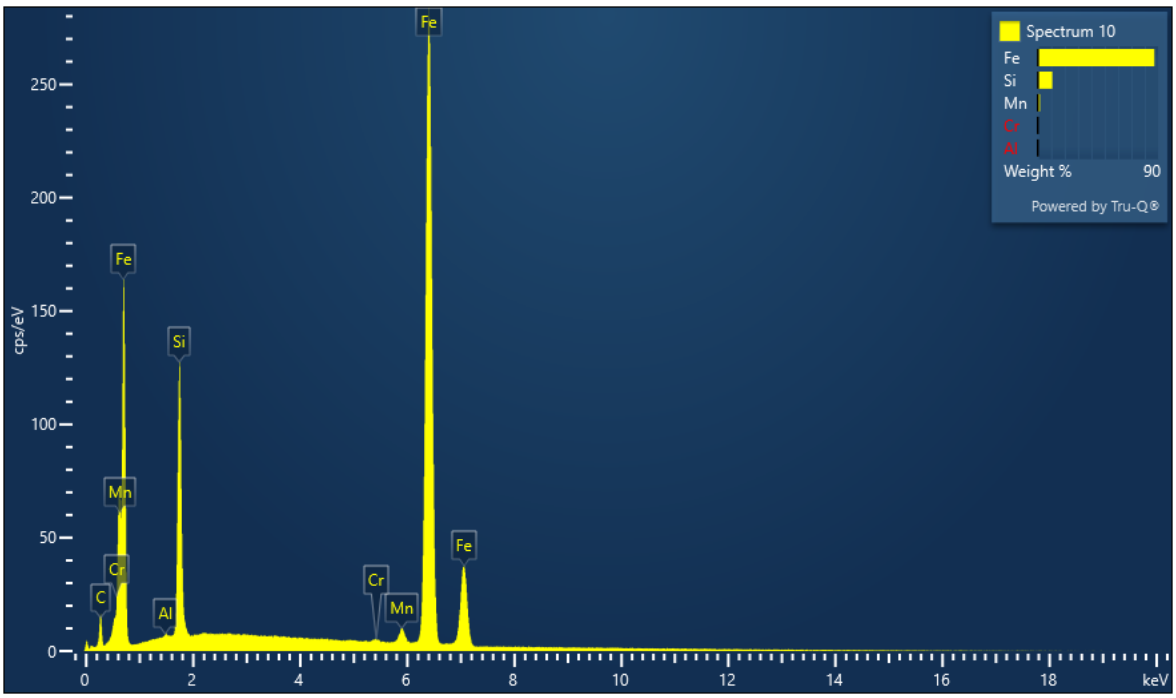


Figura 74. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 10''.

Spectrum 10									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Al	K series	0.09	0.00068	0.13	0.03	0.25	Al2O3	Yes	
Si	K series	9.62	0.07621	10.80	0.06	19.37	SiO2	Yes	
Cr	K series	0.34	0.00337	0.21	0.03	0.20	Cr	Yes	
Mn	K series	2.12	0.02116	1.65	0.05	1.52	Mn	Yes	
Fe	K series	114.24	1.14243	87.21	0.08	78.67	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 24. Composición de la inclusion ''spectrum 10''.

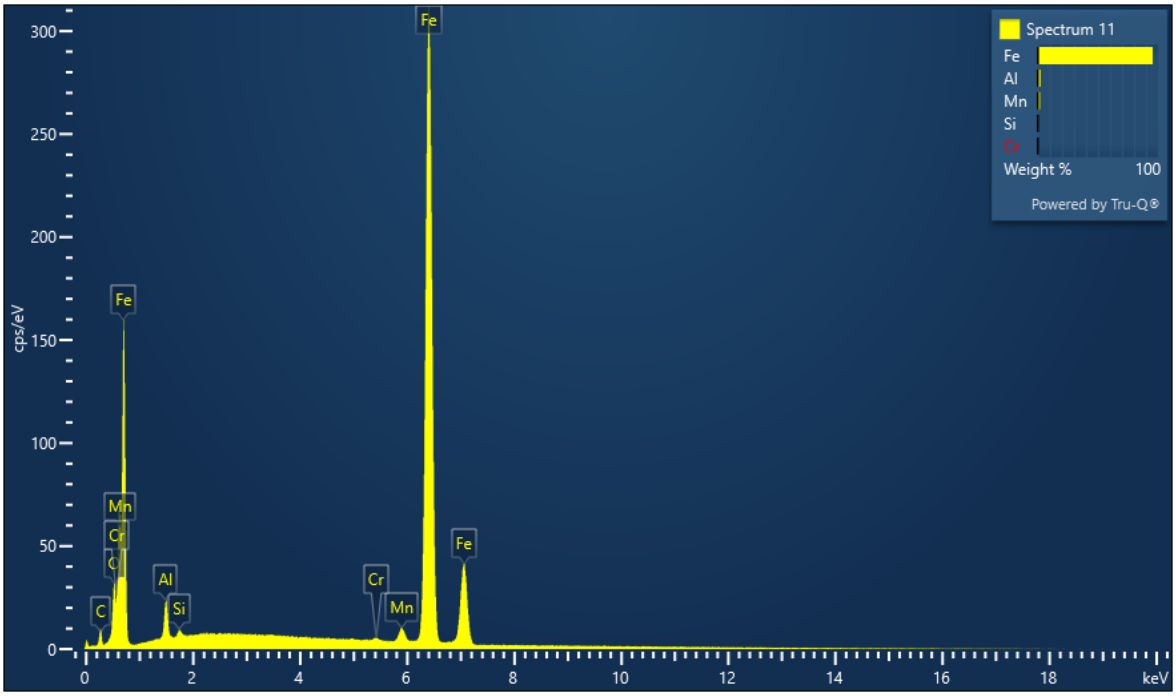


Figura 75. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 11''.

Spectrum 11									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Al	K series	1.49	0.01073	2.16	0.04	4.36	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.27	0.00210	0.31	0.03	0.60	SiO2	Yes	
Cr	K series	0.34	0.00337	0.20	0.03	0.20	Cr	Yes	
Mn	K series	2.30	0.02304	1.73	0.05	1.71	Mn	Yes	
Fe	K series	130.12	1.30121	95.60	0.07	93.11	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 25. Composición de la inclusion ''spectrum 11''.

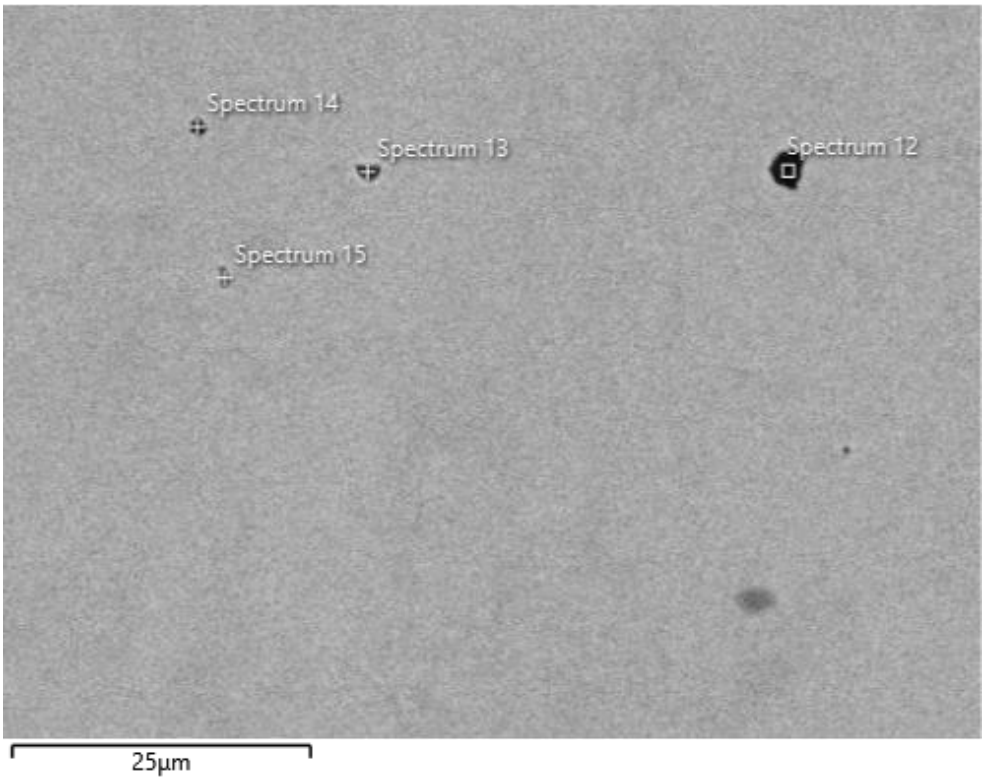


Figura 76. Inclusiones para estudio.

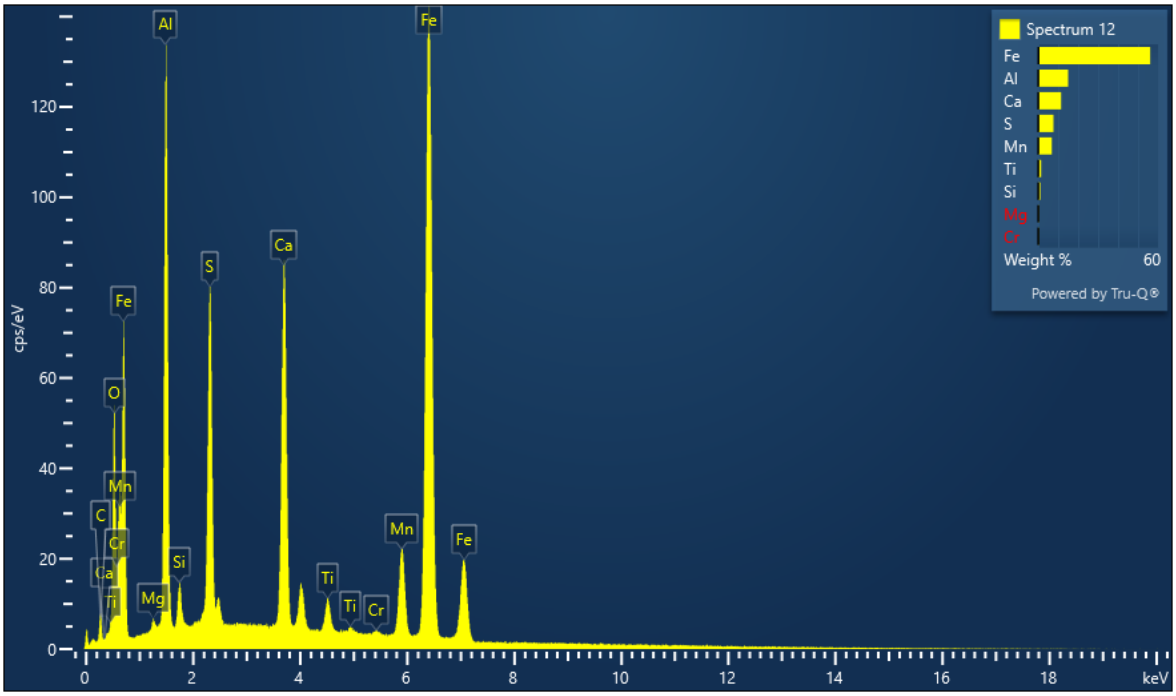


Figura 77. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 12''.

Spectrum 12									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Mg	K series	0.21	0.00137	0.32	0.03	0.58	MgO	Yes	
Al	K series	11.92	0.08561	14.97	0.08	24.20	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.89	0.00702	1.08	0.03	1.67	SiO2	Yes	
S	K series	8.33	0.07176	7.63	0.06	10.38	FeS2	Yes	
Ca	K series	15.80	0.14117	11.45	0.06	12.46	Wollastonite	Yes	
Ti	K series	1.73	0.01727	1.47	0.04	1.34	Ti	Yes	
Cr	K series	0.25	0.00251	0.19	0.04	0.16	Cr	Yes	
Mn	K series	7.87	0.07874	6.82	0.08	5.41	Mn	Yes	
Fe	K series	66.60	0.66602	56.07	0.13	43.80	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 26. Composición de la inclusion ''spectrum 12''.

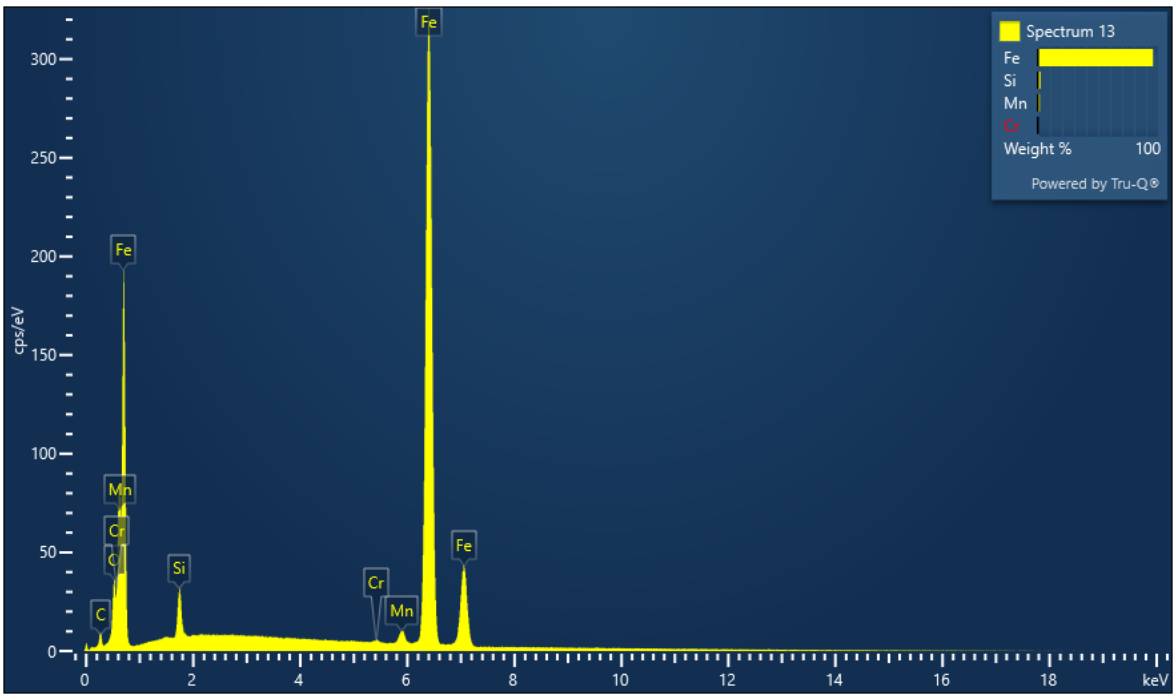


Figura 78. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 13''.

Spectrum 13									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Si	K series	1.89	0.01497	2.26	0.04	4.40	SiO2	Yes	
Cr	K series	0.33	0.00334	0.20	0.03	0.21	Cr	Yes	
Mn	K series	2.15	0.02154	1.69	0.05	1.68	Mn	Yes	
Fe	K series	125.10	1.25097	95.84	0.07	93.71	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 27. Composición de la inclusion ''spectrum 13''.

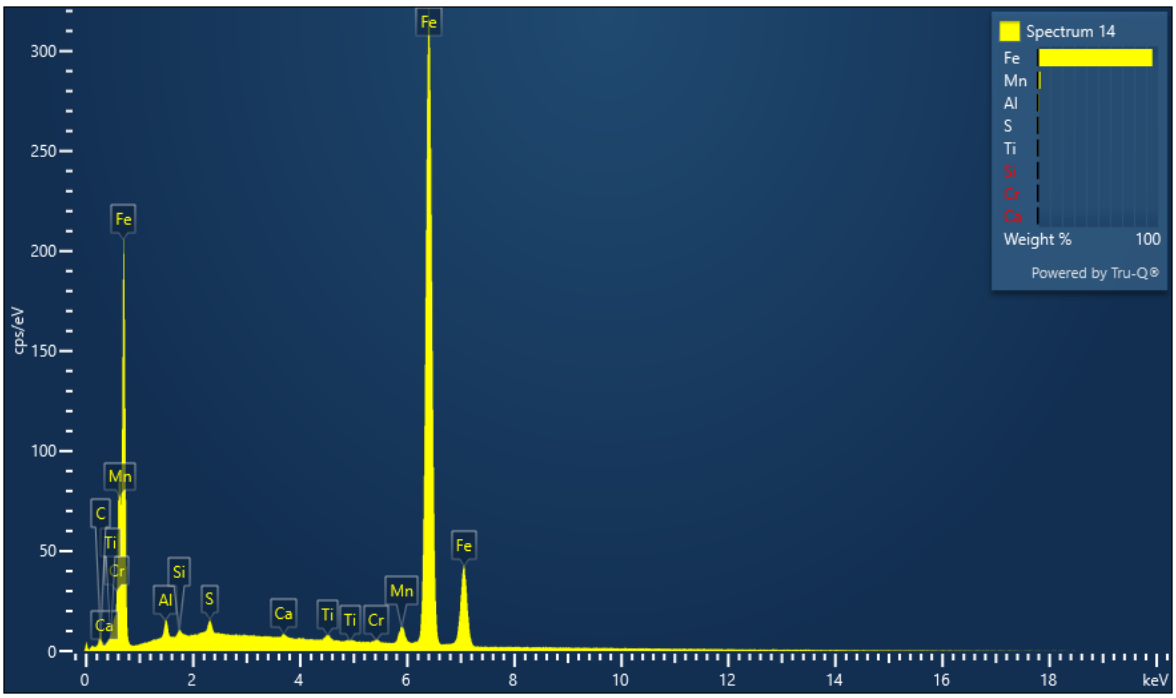


Figura 79. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 14''.

Spectrum 14									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Al	K series	0.66	0.00477	1.02	0.04	2.07	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.22	0.00173	0.27	0.03	0.52	SiO2	Yes	
S	K series	0.58	0.00501	0.52	0.03	0.89	FeS2	Yes	
Ca	K series	0.27	0.00244	0.18	0.02	0.25	Wollastonite	Yes	
Ti	K series	0.52	0.00521	0.37	0.03	0.43	Ti	Yes	
Cr	K series	0.35	0.00351	0.22	0.03	0.23	Cr	Yes	
Mn	K series	2.78	0.02781	2.21	0.05	2.20	Mn	Yes	

Fe	K series	122.89	1.22887	95.22	0.09	93.42	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 28. Composición de la inclusion ''spectrum 14''.

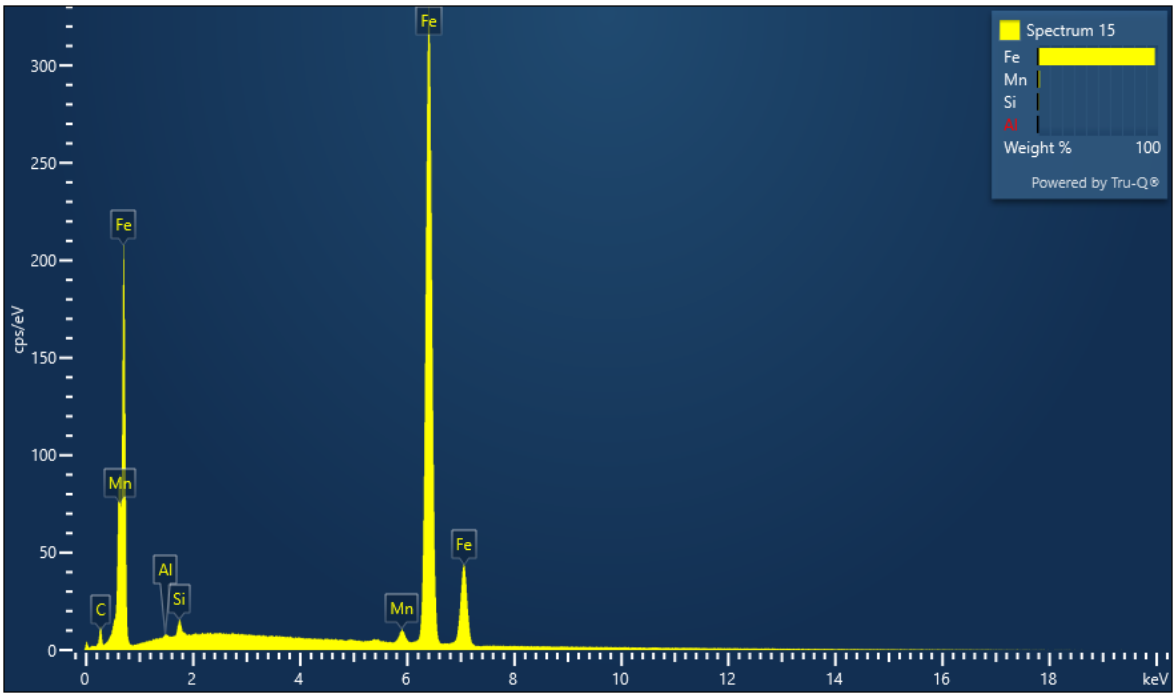


Figura 80. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 15''.

Spectrum 15									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Al	K series	0.12	0.00085	0.18	0.03	0.37	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.59	0.00467	0.72	0.03	1.41	SiO2	Yes	
Mn	K series	2.18	0.02175	1.71	0.05	1.73	Mn	Yes	
Fe	K series	126.50	1.26504	97.39	0.06	96.49	Fe	Yes	

Total:				100.00		100.00			

Tabla 29. Composición de la inclusion ''spectrum 15''.

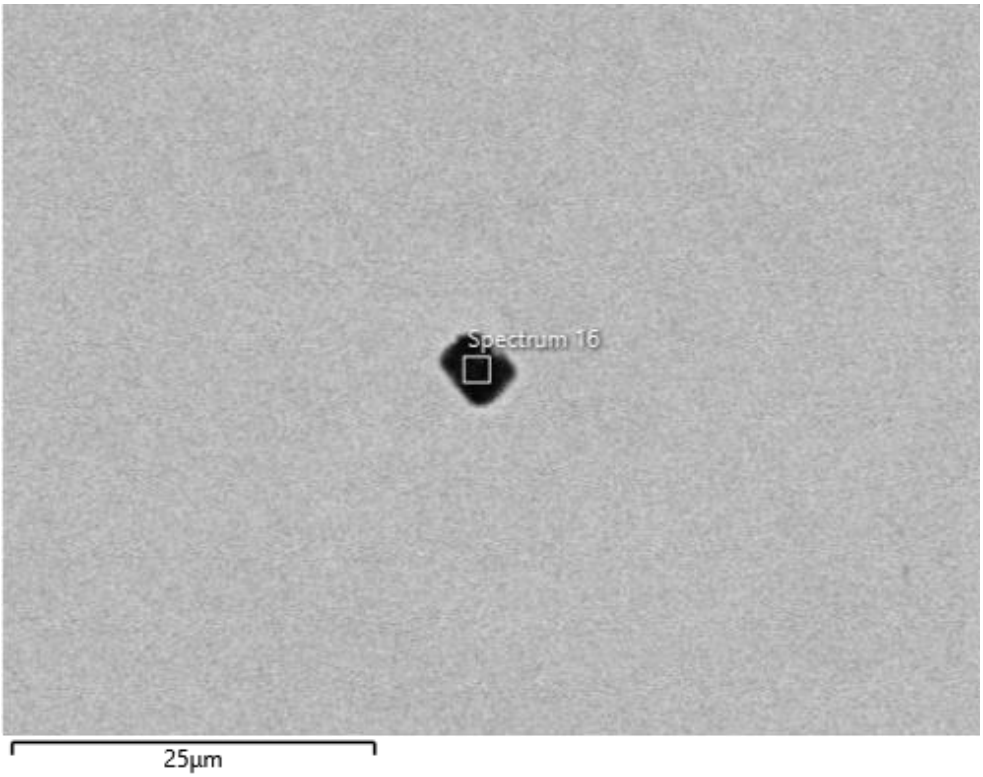


Figura 81. Inclusiones para estudio.

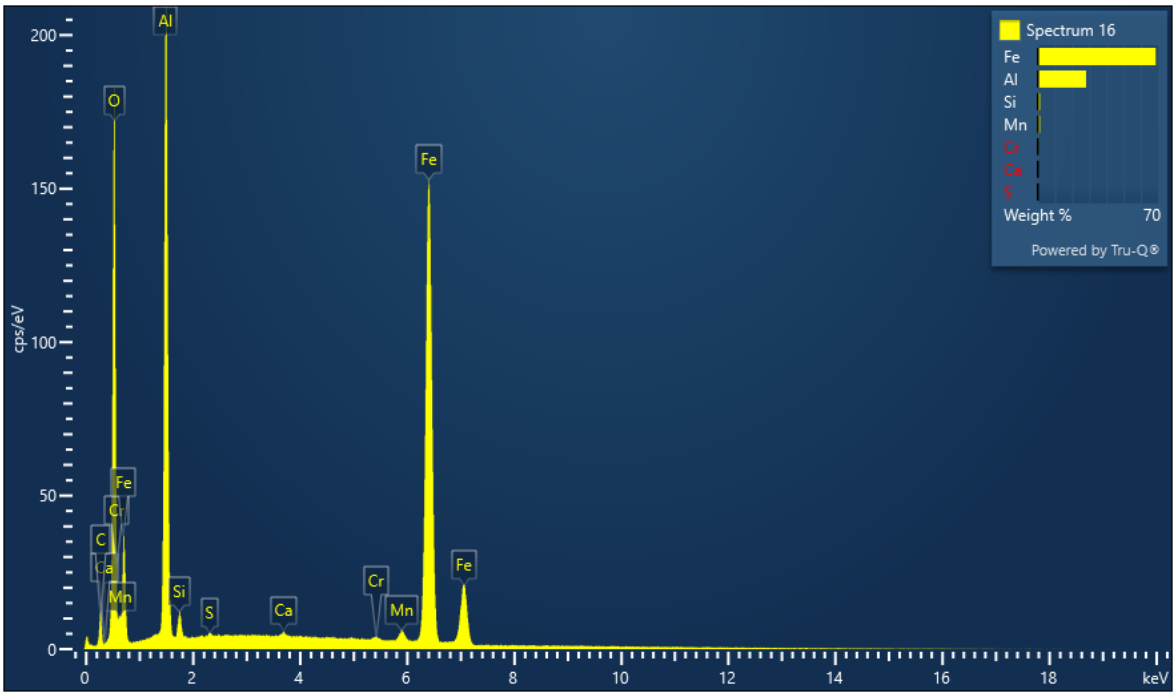


Figura 82. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 16''.

Spectrum 16									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Al	K series	22.30	0.16020	28.15	0.11	44.26	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.93	0.00733	1.28	0.04	1.94	SiO2	Yes	
S	K series	0.16	0.00141	0.16	0.03	0.22	FeS2	Yes	
Ca	K series	0.27	0.00240	0.19	0.03	0.20	Wollastonite	Yes	
Cr	K series	0.42	0.00425	0.30	0.04	0.24	Cr	Yes	
Mn	K series	1.52	0.01522	1.27	0.06	0.98	Mn	Yes	
Fe	K series	83.86	0.83864	68.64	0.12	52.15	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 30. Composición de la inclusion ''spectrum 16''.

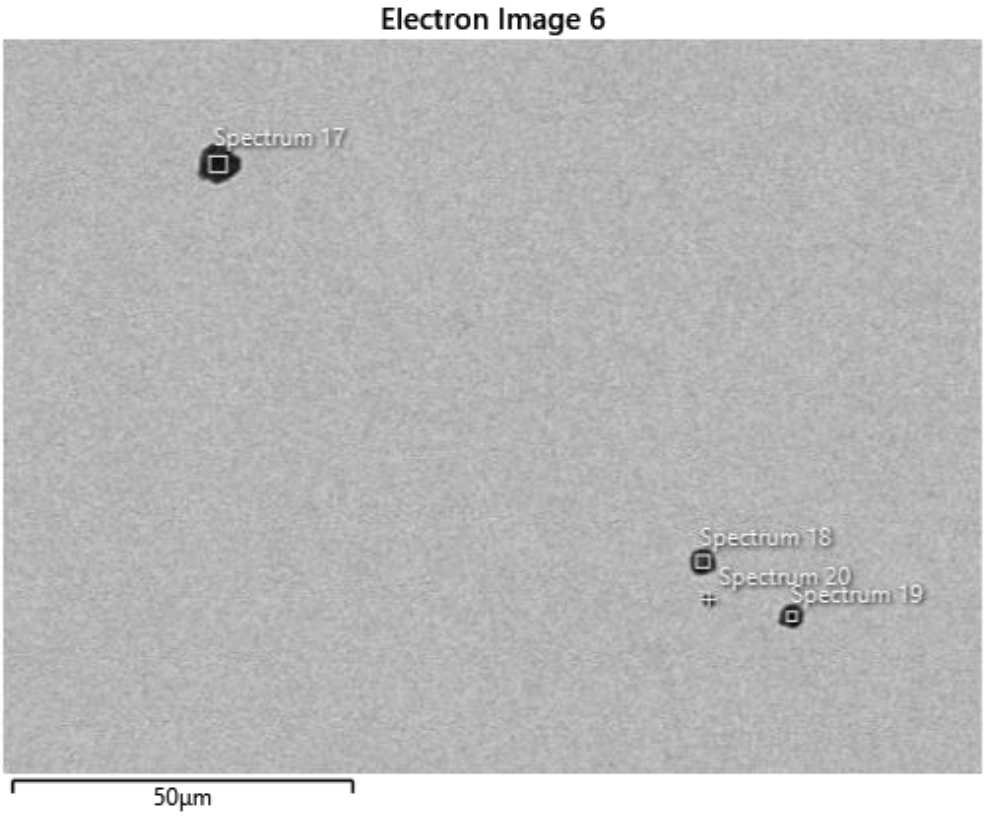


Figura 83. Inclusiones para estudio.

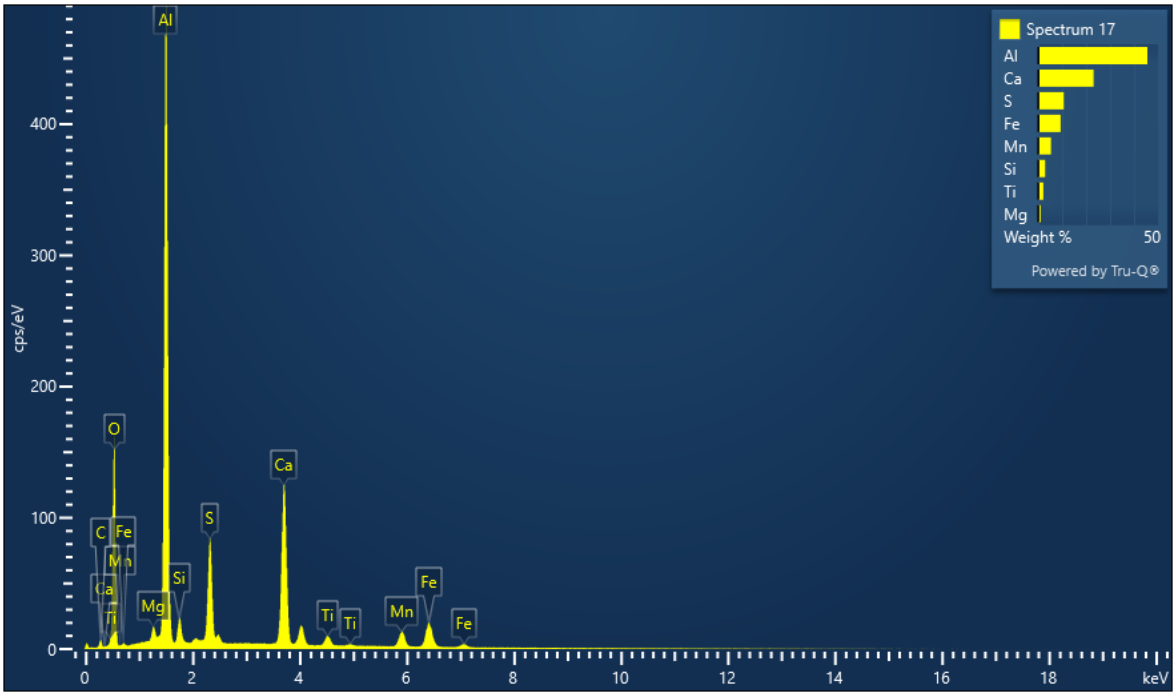


Figura 84. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 17''.

Spectrum 17									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Mg	K series	0.86	0.00570	1.03	0.04	1.39	MgO	Yes	
Al	K series	41.33	0.29687	45.54	0.12	55.35	Al2O3	Yes	
Si	K series	1.66	0.01313	2.87	0.05	3.35	SiO2	Yes	
S	K series	8.08	0.06961	10.65	0.07	10.89	FeS2	Yes	
Ca	K series	21.86	0.19533	23.08	0.09	18.88	Wollastonite	Yes	
Ti	K series	1.63	0.01627	2.13	0.05	1.46	Ti	Yes	
Mn	K series	4.25	0.04248	5.32	0.08	3.17	Mn	Yes	
Fe	K series	7.75	0.07751	9.39	0.10	5.51	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 31. Composición de la inclusion ''spectrum 17''.

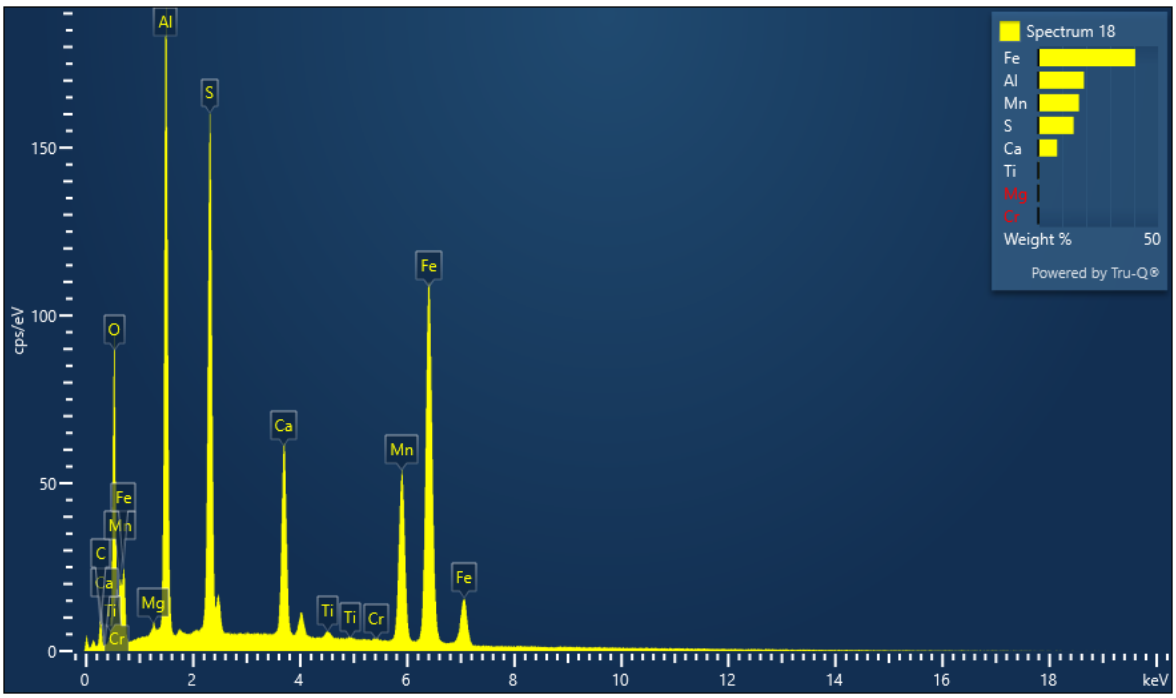


Figura 85. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 18''.

Spectrum 18									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Mg	K series	0.23	0.00151	0.33	0.03	0.56	MgO	Yes	
Al	K series	16.37	0.11755	19.10	0.08	29.23	Al2O3	Yes	
S	K series	16.24	0.13988	14.74	0.07	18.98	FeS2	Yes	
Ca	K series	10.58	0.09452	7.89	0.05	8.13	Wollastonite	Yes	
Ti	K series	0.46	0.00459	0.39	0.03	0.34	Ti	Yes	
Cr	K series	0.17	0.00169	0.14	0.04	0.11	Cr	Yes	

Mn	K series	19.51	0.19510	16.97	0.10	12.75	Mn	Yes	
Fe	K series	47.79	0.47786	40.44	0.12	29.90	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 32. Composición de la inclusion ''spectrum 18''.

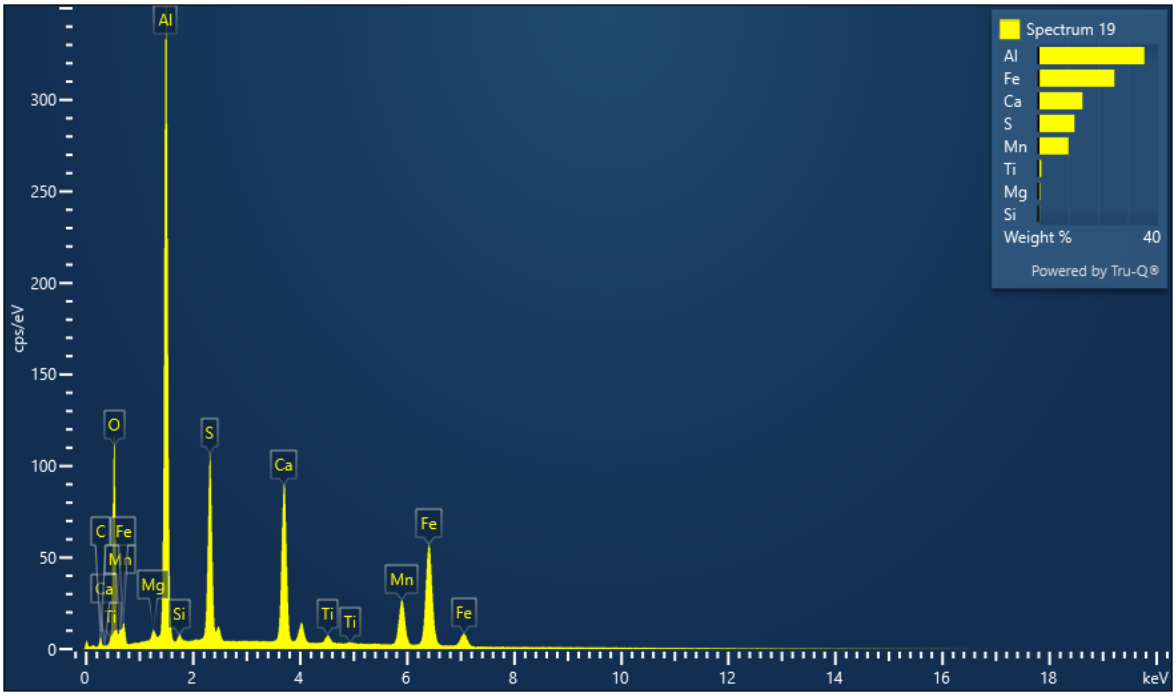


Figura 86. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 19''.

Spectrum 19									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Mg	K series	0.48	0.00321	0.62	0.03	0.93	MgO	Yes	
Al	K series	32.04	0.23012	35.42	0.11	47.50	Al2O3	Yes	
Si	K series	0.35	0.00279	0.51	0.03	0.65	SiO2	Yes	

S	K series	11.28	0.09720	12.12	0.07	13.68	FeS2	Yes	
Ca	K series	17.03	0.15214	14.74	0.08	13.31	Wollastonite	Yes	
Ti	K series	1.00	0.01000	1.03	0.04	0.78	Ti	Yes	
Mn	K series	9.95	0.09949	10.10	0.10	6.65	Mn	Yes	
Fe	K series	25.84	0.25838	25.45	0.13	16.49	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 33. Composición de la inclusion ''spectrum 19''.

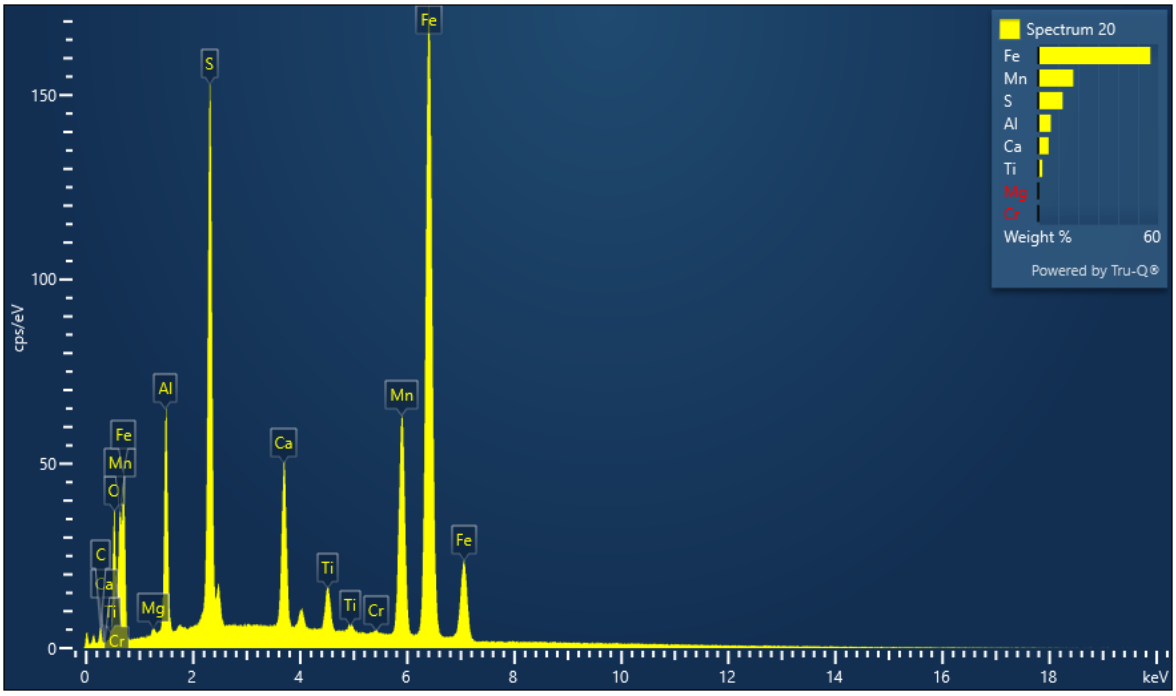


Figura 87. Elementos encontrados en la inclusion ''spectrum 20''.

Spectrum 20									
Element	Line Type	Apparent Concentration	k Ratio	Wt%	Wt% Sigma	Atomic %	Standard Label	Factory Standard	Standard Calibration Date
Mg	K series	0.15	0.00098	0.23	0.03	0.45	MgO	Yes	
Al	K series	5.10	0.03662	6.34	0.05	11.05	Al2O3	Yes	
S	K series	14.91	0.12846	12.24	0.06	17.93	FeS2	Yes	
Ca	K series	7.87	0.07033	5.26	0.04	6.16	Wollastonite	Yes	
Ti	K series	2.70	0.02701	2.04	0.04	2.00	Ti	Yes	
Cr	K series	0.25	0.00247	0.17	0.03	0.16	Cr	Yes	
Mn	K series	22.23	0.22233	17.58	0.10	15.03	Mn	Yes	
Fe	K series	72.89	0.72891	56.13	0.12	47.22	Fe	Yes	
Total:				100.00		100.00			

Tabla 34. Composición de la inclusion ''spectrum 20''.