

- Si la solución debe deaerarse, esto debe realizarse antes de agregarse a la celda de carga y debe continuar durante todo el ensayo.
- Para medidas de permeación de hidrógeno, la corriente de oxidación total (comparando la corriente pasiva y la oxidación del hidrógeno atómico o corriente de permeación) debe ser monitoreada contra el tiempo hasta que llega al estado estable.
- Si existe un daño significativo por corrosión, en la muestra al final del ensayo debe de medirse el espesor final.

#### **Análisis de la corriente al estado estable.**

La corriente de permeación del estado estable ( $J_{ss}$ ), da información de la concentración subsuperficial de átomos de hidrógeno en la superficie de carga y se calcula con la formula siguiente:

$$J_{ss} = (J_{ss}/A)/F = (D_1 C_0)/L \quad (27)$$

Cuando solo importan las trampas reversibles y el transitorio de permeación, puede ser utilizada la primera ley de Fick, entonces la ecuación 36 queda de la forma:

$$J_{ss} = D_{eff} (C_0/L) \quad (28)$$

En algunos sistemas puede observarse un pico en el transitorio y por consecuencia no se aprecia con claridad el estado estable. Esto puede ser debido a la formación de poros

o cambios en el material productos de corrosión en la superficie de carga.

#### **Análisis del transitorio de permeación.**

El coeficiente de difusión efectivo puede calcularse basándose en el periodo de tiempo ( $t_{lag}$ ) al cual  $J(t)/J_{ss} = 0.63$ , o el tiempo de cambio de pendiente ( $t_b$ ) también llamado el método de la pendiente. Para el cálculo basado en el periodo de tiempo, se utiliza:

$$D_{eff} = L^2/6t_{lag} = D_1/6t_{lag} \quad (29)$$

La difusividad efectiva basada en el tiempo de cambio de pendiente está dado por:

$$D_{eff} = L^2/15.3t_b = D_1/15.3\tau_b \quad (30)$$

La difusividad efectiva en el método de la pendiente puede calcularse por la pendiente de la gráfica de  $\log([<m>]dt[J_{ss}-J(t)])$  vs  $1/t$  la cual es lineal con una pendiente de  $L^2\log(e)/4D$ .

Los valores de  $D_{eff}$  calculados por los dos métodos analíticos o por el método gráfico, deben ser similares, y es aplicable la segunda ley de Fick. La totalidad de los investigadores que reportan resultados con esta técnica, realizaron los cálculos con el método gráfico.

La figura 42 muestra la forma de obtener los datos.

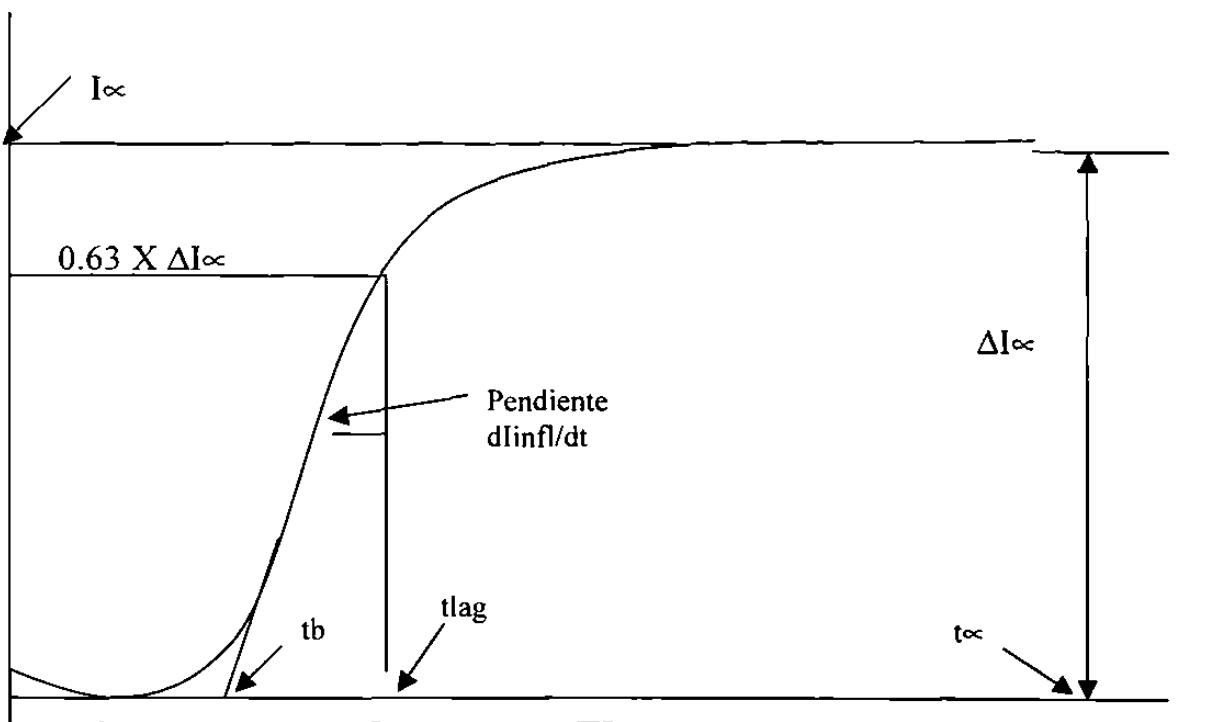


Figura42.- Esquema que muestra los diferentes parámetros a encontrar en el método gráfico. El eje Y representa la densidad de corriente, y el eje X el tiempo.

#### **Ensayo preliminar.**

Las pruebas preliminares sed realizaron de acuerdo diseño de experimentos mostrado en la tabla 5.

Tabla 5.- Condiciones de los ensayos preliminares

PRUEBA	Recubrimiento	Carga catódica (mA)	Espesor (cm)
1	Ni sputtering	1,0	0,154
2		1,0	0,154
3		1,5	0,147
4		1,5	0,166
5		2,0	0,151
6		2,0	0,167
7	Pd sputtering	1,0	0,167
8		1,0	0,170
9		1,5	0,170
10		1,5	0,158
11		2,0	0,163
12		2,0	0,165
13	Ni electroplating	1,0	0,157
14		1,0	0,150
15		1,5	0,152
16		1,5	0,154
17		2,0	0,156
18		2,0	0,163
19	Pallamerse	1,0	0,157
20		1,0	0,139
21		1,5	0,151
22		1,5	0,164
23		2,0	0,156
24		2,0	0,155

*Condiciones del ensayo preliminar.*

Mediante una celda electroquímica de doble compartimiento, figuras 65 y 71, se coloca la membrana metálica separando las dos celdas, con el recubrimiento del lado de detección de la celda. El área expuesta al electrolito es de  $3 \text{ cm}^2$  en ambas superficies de la muestra. La solución de NaOH 0.1 M deaereada con N<sub>2</sub> durante 24 horas y las celdas durante 90 minutos previo al inicio de la prueba. El lado de detección incluye un electrodo auxiliar de grafito de alta pureza y un electrodo de referencia de calomel. El lado anódico de la membrana se mantiene a un potencial constante de 300 mV SCE en potenciómetro Gill AC la corriente en el circuito anódico se registra en función del tiempo, alcanzado el valor del estado estable = $1.33 \mu\text{A cm}^{-2}$  o menor en un tiempo aproximado de 1 hora, a partir de este instante el experimento de permeación de hidrógeno a través de membranas metálicas; se aplica una corriente catódica constante de  $-0.33 \text{ mA cm}^{-2}$ ,  $-0.5 \text{ mA cm}^{-2}$  y  $-0.66 \text{ mA cm}^{-2}$  para cada recubrimiento. El control se realiza galvanostáticamente en un equipo potenciómetro / galvanómetro modelo PGS 151 a una temperatura de trabajo que se mantuvo en el rango de 30°C ± 2°C.

Tabla 6.- Condiciones de los ensayos finales.

Experimento	Material	Susceptibilidad al HIC	Espesor (cm)	
1a	X 56		0,154	
1b			0,154	
2a			0,440	
2b			0,144	
3a	X 60	Susceptible	0,154	
3b			0,154	
4a	X 56		0,152	
4b			0,152	
5a	X 60		0,153	
5b			0,153	
6a	X 56		0,143	
6b			0,143	
7a	X 60		0,149	
7b			0,149	
8a	X 56		0,154	
8b			0,154	
521a			0,155	
521b			0,155	
522a	X 70	No susceptible	0,154	
522b			0,154	

### Condiciones de ensayo

Se aplica el recubrimiento de solución de paladio y una carga catódica constante  $0.666 \text{ mA cm}^{-2}$ .

## 4.4. MODELACIÓN ESTADÍSTICA

### Introducción.

El análisis de regresión múltiple puede verse como una extensión del análisis de regresión normal, el cual involucra solo una variable independiente, solo que en este caso, se considera más de una variable independiente.

Trabajar con más de una variable independiente para un análisis de regresión es mucho más difícil que considerando solo una, esto por las razones siguientes:

Es más difícil escoger el mejor modelo, ya que podrían existir diferentes candidatos.

Es difícil ver gráficamente los modelos propuestos, ya que cuando se consideran más de dos variables es difícil graficar en tres dimensiones o más.

Es más difícil interpretar en aplicaciones reales el modelo obtenido.

Los cálculos son prácticamente imposible de realizarse si no se cuenta con una computadora de alta capacidad.

### Modelos de regresión multivariable.

Un ejemplo de un modelo de regresión variable múltiple es un polinomio de segundo o de alto orden. Adicionando términos de alto orden (por ejemplo  $X^2$  o  $X^3$ ) a un modelo, puede considerarse como equivalente, adicionando nuevas variables independientes. De esta manera si se renombra  $X$  como  $X_1$  y  $X^2$  como  $X_2$ , entonces el modelo de segundo orden:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X + \beta_2 X^2 + E \quad (31)$$

Puede escribirse como:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + E \quad (32)$$

Por supuesto, en la regresión polinomial se tiene solamente una variable independiente básica, el resto serían funciones matemáticas simples de esta variable básica. En muchos problemas generales de regresión multiple, sin embargo el número de variables independientes básicas puede ser de más de una. La forma general de un modelo de regresión para  $k$  variables independientes esta dado por:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \dots + \beta_k X_k + E \quad (33)$$

Donde  $\beta_0, \beta_1, \beta_2, \dots, \beta_k$  son coeficientes de regresión, que deben ser calculados. Las variables independientes  $X_1, X_2, \dots, X_k$ , pueden ser variables básicas separadas, o alguna de ellas puede ser función de algunas variables básicas.

### **Análisis gráfico del problema.**

Cuando se está tratando solamente con una variable independiente, el problema puede describirse gráficamente de una manera sencilla, encontrando la curva que mejor se ajusta a los puntos graficados  $(X_1, Y_1), (X_2, Y_2), \dots, (X_n, Y_n)$ , obtenido de  $n$  puntos individuales. El resultado será una representación en dos dimensiones. De esta manera, la ecuación de regresión para este problema se define como el patrón descrito por medio de los valores de la distribución de  $Y$  cuando  $X$  se varía.

Cuando el número  $k$  de variables independientes es de dos o más, la dimensión gráfica del problema se incrementa. La ecuación de regresión deja de ser una curva en dos dimensiones en el espacio, para convertirse en una hipersuperficie en el espacio, de  $(k+1)$  dimensiones. Obviamente, no será posible representar en una gráfica simple la curva de estos puntos, o la ecuación de regresión cuando se involucran más de dos variables independientes.

### **Propiedades de la regresión múltiple.**

Un modelo de regresión múltiple debe cumplir con varias características básicas, las cuales se enuncian a continuación:

**Existencia.-** Para cada combinación específica de valores, de las variables independientes básicas  $X_1, X_2, \dots, X_k$ ,  $Y$  es una variable aleatoria con una cierta distribución de probabilidad, con un promedio y varianza finitos

**Independencia.-** Las observaciones de  $Y$  son estadísticamente independientes una de otra. Como en la regresión lineal simple, esta

característica se dice que se viola cuando se hacen diferentes observaciones de  $Y$  en el mismo sujeto.

**Linealidad.**- El valor promedio de  $Y$  para cada combinación específica de  $X_1, X_2, \dots, X_k$ , es una función lineal de  $X_1, X_2, \dots, X_k$ . Esto es:

$$\mu_{Y|X_1, X_2, \dots, X_k} = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \dots + \beta_k X_k \quad (34)$$

o

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \dots + \beta_k X_k + E \quad (35)$$

Se dan a continuación algunos comentarios acerca de  $E$ :

- La superficie descrita por (35) se llama ecuación de regresión o superficie de respuesta o superficie de regresión.
- Si algunas de las variables independientes son funciones de mayor orden de algunas variables independientes básicas (por ejemplo  $X_3 = X_1^2$ ,  $X_5 = X_1 X_2$ ), la expresión  $\beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \dots + \beta_k X_k$  es no lineal en las variables básicas.
- $E$  es la cantidad por la cual cualquier respuesta de la observación individual se desvía de la respuesta de la superficie. De este modo  $E$  es el componente de error en el modelo.

**Homoscedasticidad.**- La varianza de  $Y$  es la misma para cualquier combinación fija de  $X_1, X_2, \dots, X_k$ . Esto es:

$$\sigma^2_{y|x_1, x_2, \dots, x_k} = \text{Var}(Y|X_1, X_2, \dots, X_k) \equiv \sigma^2 \quad (36)$$

Esta es la propiedad de homoscedasticidad. Una definición alternativa, pero válida, se basa en la ecuación (36), y es:

$$\sigma^2_{\text{EI } X_1, X_2, \dots, X_k} \equiv \sigma^2 \quad (37)$$

**Normalidad.-** Para cualquier combinación fija de  $X_1, X_2, \dots, X_k$ , la variable Y se distribuye normalmente.

### Determinación la mejor estimación de la ecuación de regresión múltiple.

Así como en la regresión lineal normal, existen dos métodos básicos para estimar una ecuación de regresión lineal múltiple: el de los mínimos cuadrados y el de la mínima varianza. En la regresión lineal simple se obtiene la misma solución con ambos métodos.

#### Método de los mínimos cuadrados.

En general, el método de los mínimos cuadrados es el mejor para minimizar la suma de cuadrados de las distancias entre las observaciones, y esto se predice por el modelo de ajuste. Si se tiene:

$$\hat{Y} = \hat{\beta}_0 + \hat{\beta}_1 X_1 + \hat{\beta}_2 X_2 + \dots + \hat{\beta}_k X_k \quad (38)$$

Denota un modelo de regresión de ajuste en que la suma de los cuadrados de las desviaciones de los Y-valores observados de los correspondientes valores predichos, utilizando el modelo de regresión fijo, está dado por:

$$\sum(Y_i - \hat{Y}_i)^2 = \sum(Y_i - \hat{\beta}_0 - \hat{\beta}_1 X_1 - \dots - \hat{\beta}_k X_k)^2 \quad (39)$$

La solución de los mínimos cuadrados, consiste de los valores  $\hat{\beta}_0$ ,  $\hat{\beta}_1$ ,  $\hat{\beta}_2$  ...  $\hat{\beta}_k$  (llamados los estimados de los mínimos cuadrados), para la cual la sumatoria de la ecuación (35) es mínima. La suma mínima de cuadrados, generalmente se llama suma residual de cuadrados (o equivalentemente, suma del error de cuadrados de la regresión); este concepto se denota como SSE.

### **Módelo de la mínima varianza.**

Como en el caso de la regresión lineal simple el método de la mínima varianza se utiliza para estimar la ecuación lineal múltiple identificada como la superficie mejor fija, la cual utiliza la mínima varianza para estimar los coeficientes buscados.

### **Coeficiente de correlación múltiple.**

El coeficiente de correlación múltiple, denotado como  $R_{Y|X_1, X_2, \dots, X_k}$ , es una medida de la asociación lineal completa de una variable dependiente Y, con varias variables independientes  $X_1, X_2, \dots, X_k$ . Por asociación lineal significa que  $R_{Y|X_1, X_2, \dots, X_k}$  mide la fuerza de la asociación entre Y y las mejores combinaciones lineales de las X's, lo cual es la solución de los mínimos cuadrados  $\hat{Y} = \hat{\beta}_0 + \hat{\beta}_1 X_1 + \hat{\beta}_2 X_2 + \dots + \hat{\beta}_k X_k$ ; y esto es que ninguna otra combinación lineal tendrá una mayor correlación con Y, y  $R_{Y|X_1, X_2, \dots, X_k}$  nunca es negativo.

## 5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 5.1. Caracterización de materiales

**Tabla 7.** Análisis químico de placa ASTM A36 para ensayos preliminares

Grado	Descripción	Composición química(% en peso)											
		C	S	Mn	P	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	V	Nb	Ti
M A-36	PLACA 12.7mm espesor	0.13	0.005	0.73	0.022	0.05	0.03	0.02	<0.010	0.01	<0.010	<0.010	<0.010

El estándar de ASTM A 36 indica que debe tener 36,000 psi de esfuerzo de cedencia mínimo. La composición química no es mandatoria.

**Tabla 8. Propiedades mecánicas de la placa ASTM A36 para ensayos preliminares**

Material	Esfuerzo máximo (MPa)	Esfuerzo fluencia (MPa)	Alargamiento * 50.8mm	HRB
ASTM A - 36	390	280	44*	72

**Tabla 9. Análisis metalográfico de la placa ASTM A36 para ensayos preliminares**

Material	Microestructura	Índice de tamaño de grano ASTM	Severidad de inclusiones*	% inclusiones/area	% globulización
ASTM -36	Granos equiaxiales de ferrita y perlita	7	A1½d D1½ d	9.8	-

\*Inclusiones tipo A = óxidos, Tipo D = sulfuros

100 $\mu$



Figura 43.- Nivel de inclusiones de la placa ASTM A36 para ensayos preliminares.100X



Figura 44.- Microestructura de la placa ASTM A36 para ensayos preliminares. 100X. Atacada con nital.

Tabla 10. Análisis químico de los aceros utilizados para los ensayos finales

Id	API 5L	Descripción CARRETE 40.64 cm φ interior	Composición química (% en peso)											
			C	S	Mn	P	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	V	Nb	Ti
1	X56	13.8 mm esp.	0.19	0.009	1.09	0.007	0.31	0.13	0.05	0.12	0.07	0.073	0.024	<0.010
2	X56	14.2 mm esp	0.20	0.015	1.20	0.007	0.34	0.06	0.03	0.04	0.07	<0.010	0.028	0.012
3	X60	15.31 mm esp.	0.20	0.015	1.19	0.007	0.43	0.06	0.03	0.05	0.06	<0.010	0.029	0.010
4	X56	13.9 mm esp.	0.20	0.015	1.22	0.007	0.44	0.06	0.03	0.05	0.07	<0.010	0.035	0.013
5	X60	15.0 mm esp.	0.20	0.015	1.22	0.008	0.32	0.06	0.03	0.05	0.06	<0.010	0.033	0.011
6	X56	14.2 mm esp.	0.20	0.015	1.26	0.010	0.31	0.06	0.03	0.05	0.07	<0.010	0.035	0.012
7	X56	15.3 mm esp.	0.21	0.015	1.26	0.009	0.33	0.06	0.03	0.05	0.07	<0.010	0.037	0.010
8	X56	15.4 mm esp.	0.22	0.016	1.29	0.015	0.31	0.05	0.03	0.05	0.07	0.012	0.035	0.010
9	X56	12.7 mm esp.	0.16	<0.004	0.76	0.005	0.24	0.11	0.09	0.04	0.24	<0.010	<0.010	<0.010
10	X70	16.3 mm esp.	0.049	0.004	0.94	0.005	0.22	0.04	0.008	0.04	0.27	0.020	0.037	0.019

Tabla11. Propiedades mecánicas de los aceros utilizados para los ensayos finales

Material API 5L		Esfuerzo máximo (Mpa)	Esfuerzo fluencia (MPa)	Alargamiento *50.8 mm ** 35.5mm	HRB
1	X 56	568	412	34.5*	87
2	X 56	555	401	34*	84
6	X 56	561	405	33.5*	85
3	X 60	599	440	33*	87
7	X 60	565	415	37*	85
9	X 56	545	404	36**	77
4	X 56	569	412	36*	85
8	X 56	585	403	33*	85
5	X 60	560	414	34.5*	86
10	X 70	572	541	30*	88

*Tabla 12. Análisis metalográfico de los aceros utilizados para los ensayos finales*

Material	Microestructura	Tamaño de grano ASTM	% fases presentes		Severidad de inclusiones	% inclusiones/area	% globulización
			Perlite	Ferrita			
1 X56	Granos equiaxiales de ferrita y perlita	9 ½ - 10	61.40	38.6	A1½d D1½ d	9.9	-
2 X56	Granos equiaxiales de ferrita y perlita	9 ½ - 10	70.53	29.47	A2d D1½ d	18.6	-
3 X60	Granos equiaxiales de ferrita y perlita	9 ½ - 10	61.04	38.96	A2 ½d D1½ d	23.7	-
4 X56	Granos equiaxiales de ferrita y perlita	10	70.46	29.54	A2d D1½ d	14.1	-
5 X60	Granos equiaxiales de ferrita y perlita	10	66.34	33.66	A2½d D1½ d	4.9	-
6 X56	Granos equiaxiales de ferrita y perlita	10	68.37	31.63	A2d D1½ d	11.4	-
7 X60	Granos equiaxiales de ferrita y perlita	9 - 9 ½	71.92	28.08	A2d D1½ d	9.1	-
8 X56	Granos equiaxiales de ferrita y perlita	9 - 9 ½	71.92	28.08	A2d D1½ d	20.2	-
9 X56	Granos equiaxiales de ferrita y perlita	9 - 9 ½	74.63	25.37	D1½ d	4.7	96
10 X70	Granos equiaxiales de ferrita y perlita	9 ½ - 10	74.63	25.37	D1½ d	9.1	98

100 $\mu$

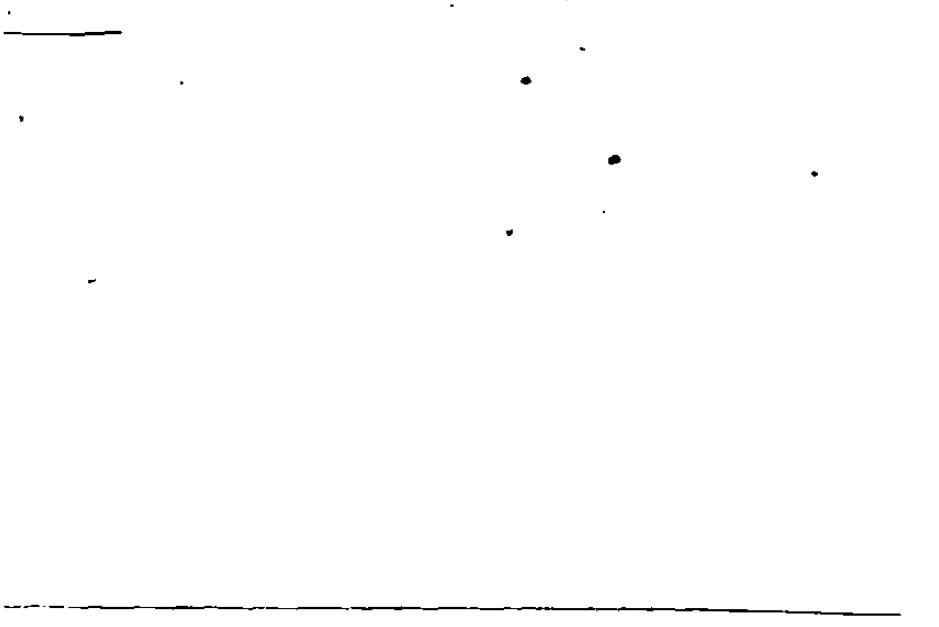


Figura 45.- Nivel de inclusiones de la muestra 1. 100X

100 $\mu$

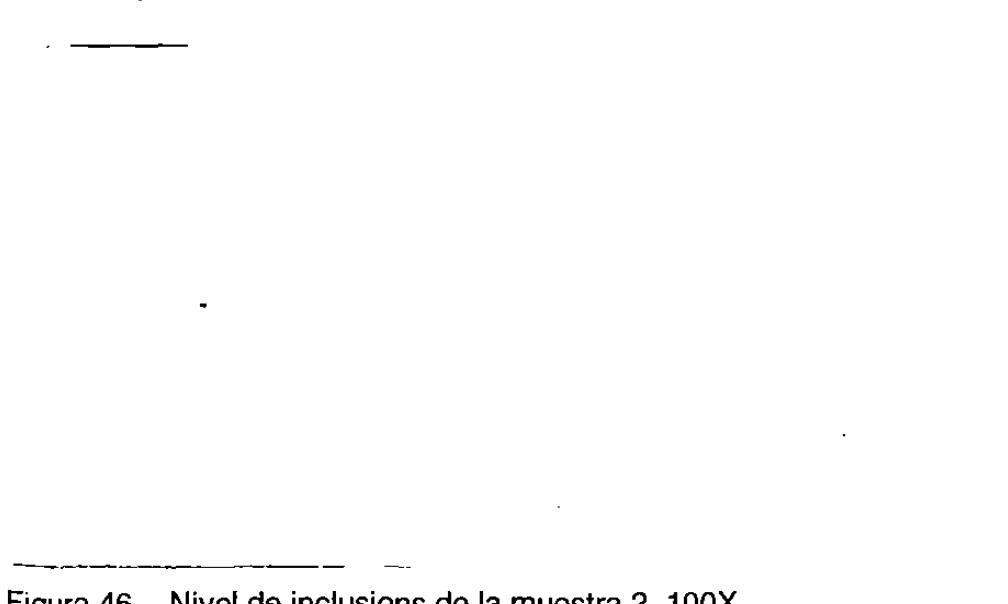


Figura 46.- Nivel de inclusiones de la muestra 2. 100X

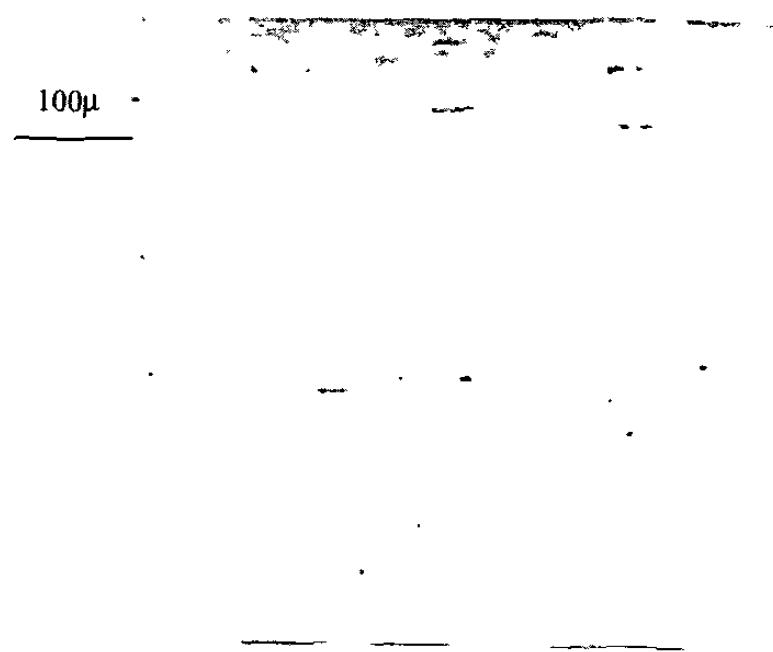


Figura47.- Nivel de inclusions de la muestra 3. 100X

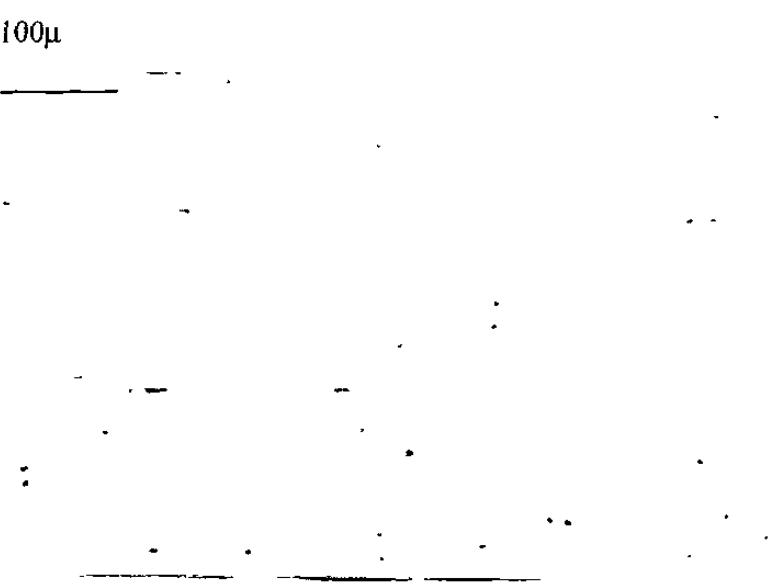


Figura 48.- Nivel de inclusions de la muestra 4. 100X

100 $\mu$

Figura 49.- Nivel de inclusiones de la muestra 5. 100X

100 $\mu$

Figura 50.- Nivel de inclusiones de la muestra 6. 100X

100 $\mu$

Figura 51.- Nivel de inclusiones de la muestra 7. 100X

100 $\mu$

Figura 52.- Nivel de inclusiones de la muestra 8. 100X

100 $\mu$

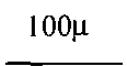


Figura 53.- Nivel de inclusiones de la muestra 9. 100X

100 $\mu$



Figura 54.- Nivel de inclusiones de la muestra 10. 100X

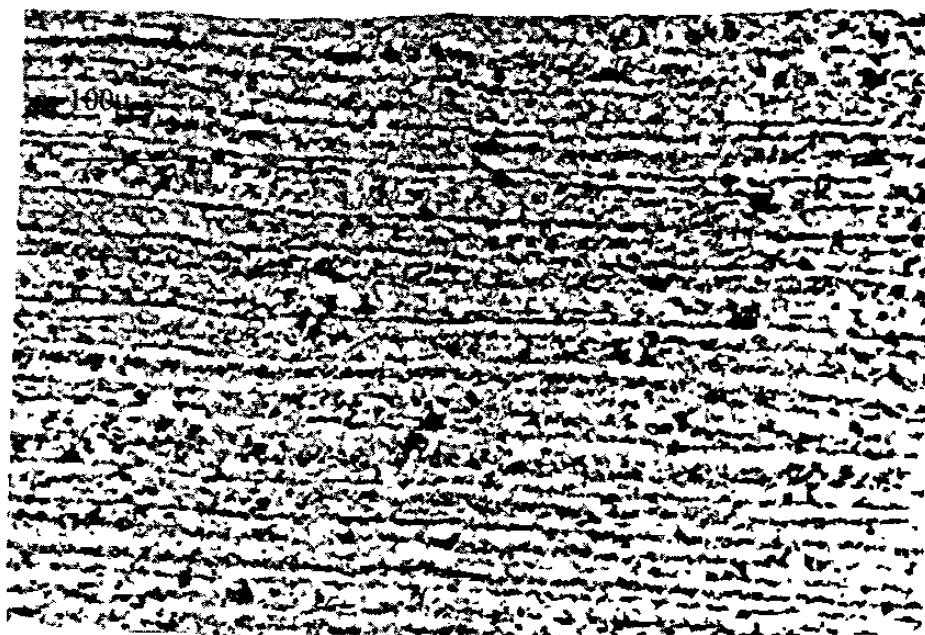


Figura 55.- Microestructura de la muestra 1. 100X. Atacada con nital

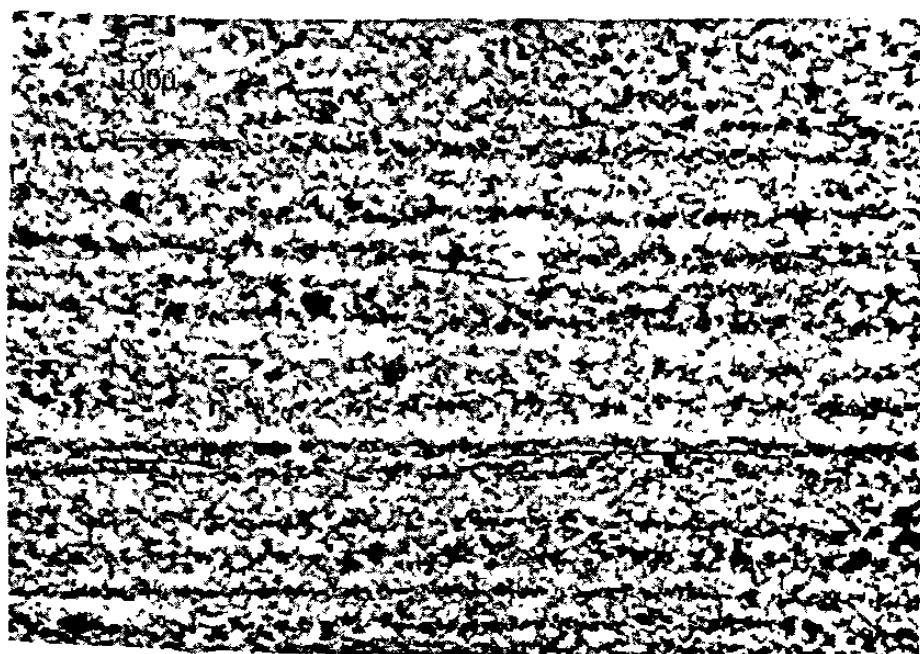


Figura 56.- Microestructura de la muestra 2. 100X. Atacada con nital

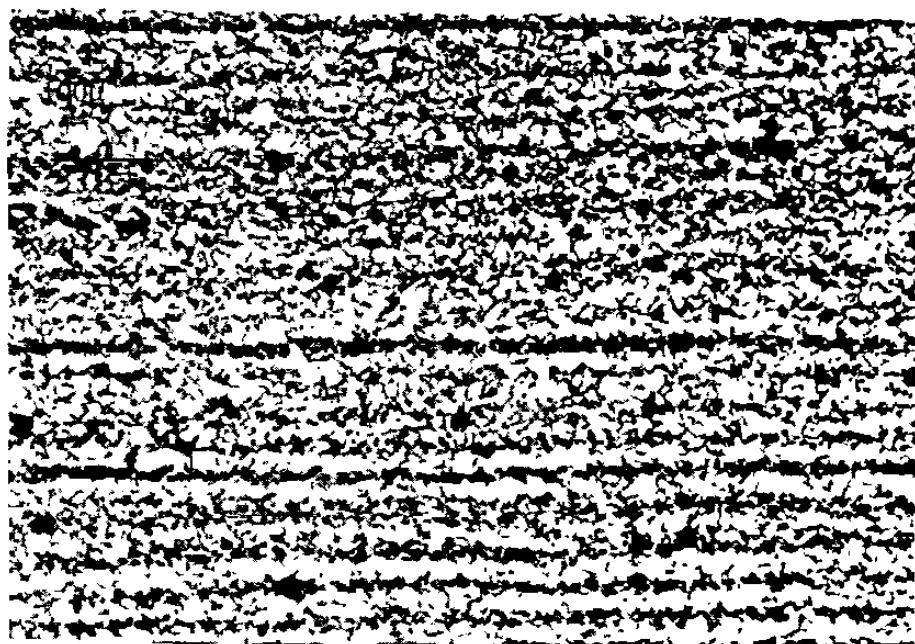


Figura 57.- Microestructura de la muestra 3. 100X. Atacada con nital

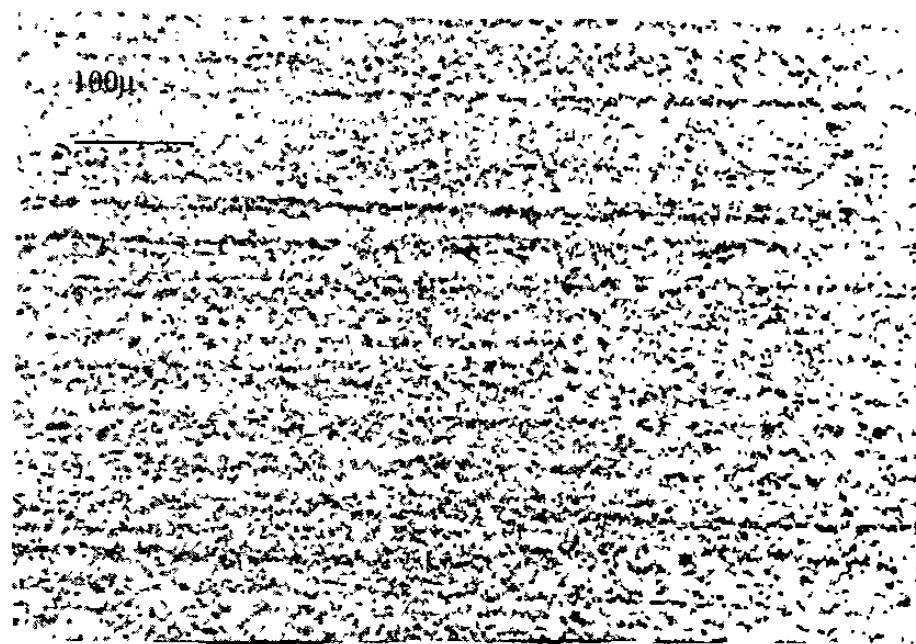


Figura 58.- Microestructura de la muestra 4. 100X. Atacada con nita



Figura 59.- Microestructura de la muestra 5. 100X. Atacada con nital

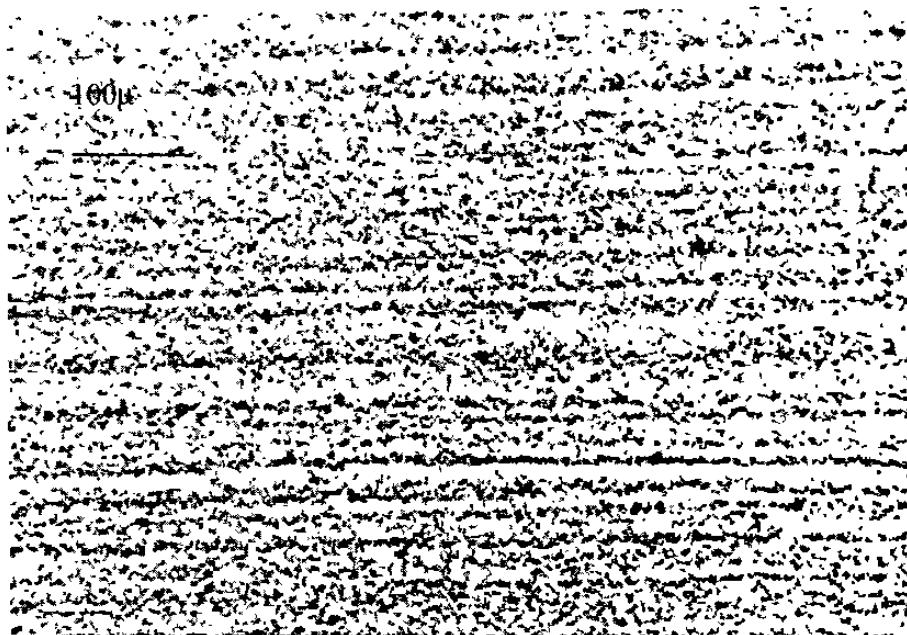


Figura 60.- Microestructura de la muestra 6. 100X. Atacada con nital

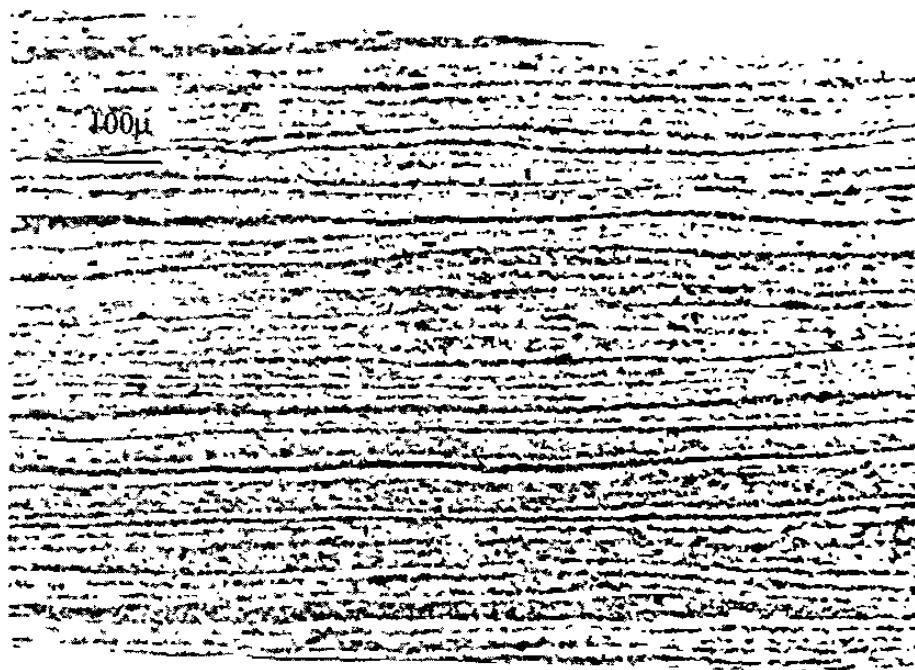


Figura 61.- Microestructura de la muestra 7. 100X. Atacada con nital

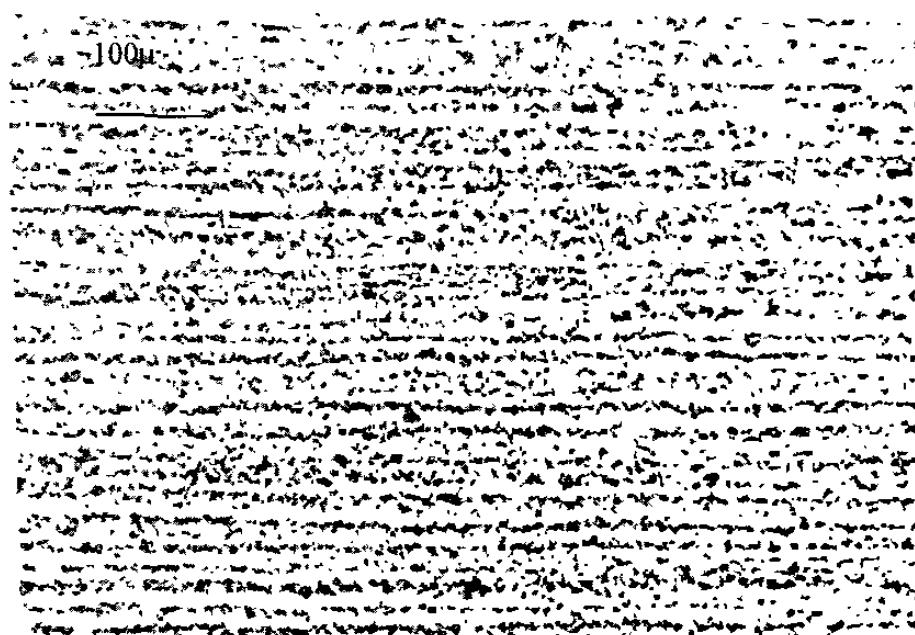


Figura 62.- Microestructura de la muestra 8. 100X. Atacada con nital

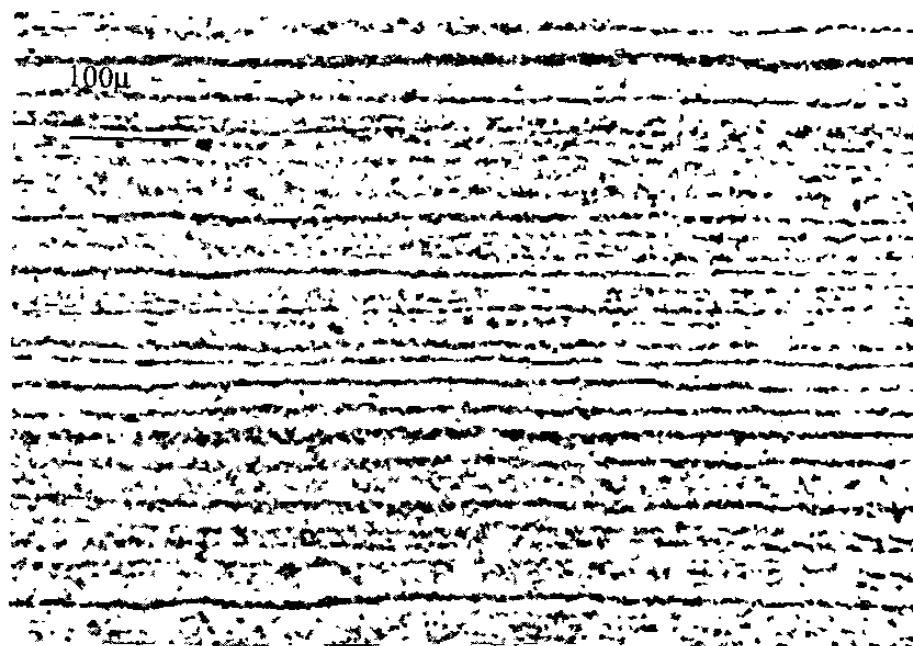


Figura 63.- Microestructura de la muestra 9. 100X. Atacada con nital

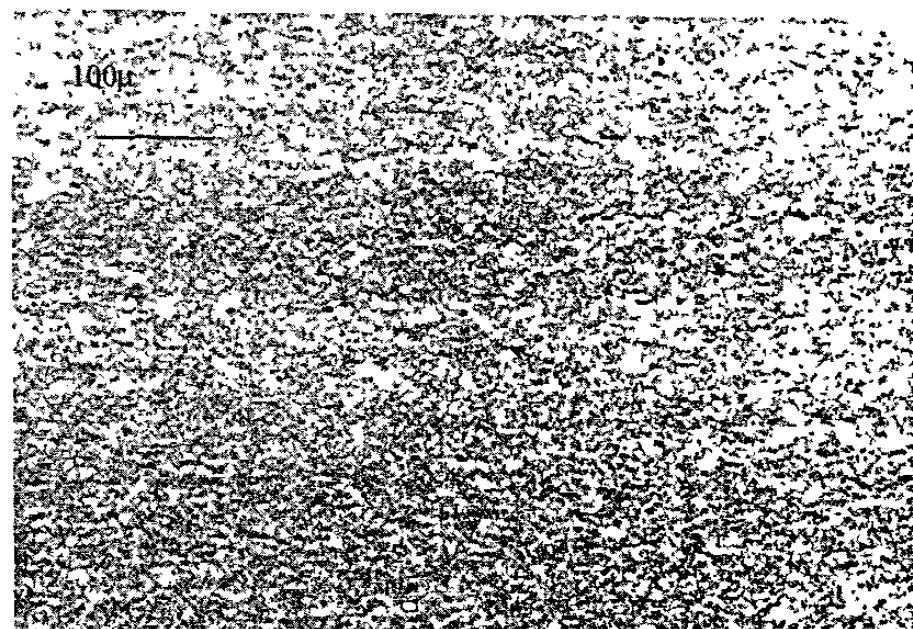


Figura 64.- Microestructura de la muestra 10. 100X. Atacada con nital

**5.2. SUSCEPTIBILIDAD AL AGRIETAMIENTO INDUCIDO POR HIDRÓGENO (HIC)**

Tabla 13. Evaluación de la susceptibilidad al agrietamiento inducido por hidrógeno de la placa ASTM A36 para ensayos preliminares .

<b>Muestra: Placa</b>					
<b>Especímenes</b>			<b>Grieta</b>		<b>Tamaño máximo de ampollas</b>
<b>Sección</b>	<b>Ancho (mm)</b>	<b>Espesor (mm)</b>	<b>Longitud (mm)</b>	<b>Ancho (mm)</b>	
1A	-	-	0.00	0.00	-
1B	19.84	12.22	0.00	0.00	
1C	-	-	0.00	0.00	
2A	-	-	0.00	0.00	2.61 mm
2B	19.83	12.36	0.00	0.00	
2C	-	-	0.00	0.00	
3A	-	-	0.00	0.00	
3B	19.86	12.35	0.00	0.00	
3C	-	-	0.00	0.00	

Tabla 13 Continuación.

Sección	Índice por sección			Índice por promedio				E.T.C. Max (mm)
	%CLR	%CTR	%CSR	%CLR	%CTR	%CSR		
1A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
1B	0.000	0.000	0.000					
1C	0.000	0.000	0.000					
2A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.00
2B	0.000	0.000	0.000					
2C	0.000	0.000	0.000					
3A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00	0.00
3B	0.000	0.000	0.000					
3C	0.000	0.000	0.000					

Tabla 14. Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno de la muestra 1 de los ensayos finales.

					Muestra 1
Muestra: Carrete 40.64 cm $\phi$ , 13.8 mm espesor					
Material: API 5L X-56					
Especímenes		Grieta		Ampollamiento	
Sección	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Longitud (mm)	Ancho (mm)	
1 <sup>a</sup>	-	-	0.00	0.00	Excesivo
1B	19.99	11.27	0.00	0.00	
1C	-	-	0.00	0.00	
2A	-	-	2.01	0.05	Excesivo
2B	20.15	11.91	0.00	0.00	
2C	-	-	0.00	0.00	
3 <sup>a</sup>	-	-	0.00	0.00	Excesivo
3B	20.08	11.17	4.00	0.43	
3C	-	-	0.00	0.00	

Sección	Índice por sección			Índice por promedio			
	%CLR	%CTR	%CSR	%CLR	%CTR	%CSR	E.T.C. Max (mm)
1A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
1B	0.000	0.000	0.000				
1C	0.000	0.000	0.000				
2A	9.975	0.420	0.042	3.325	0.140	0.014	0.05
2B	0.000	0.000	0.000				
2C	0.000	0.000	0.000				
3A	0.000	0.000	0.000	8.798	2.716	0.348	0.48
3B	26.394	8.147	1.045				
3C	0.000	0.000	0.000				

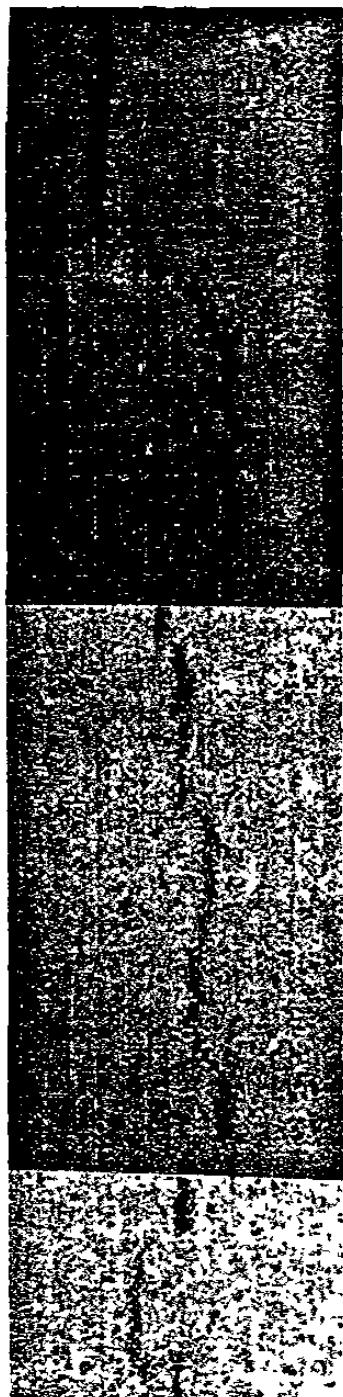


Figura 65 .- Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #1 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital

Tabla 15. Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno de la muestra 2.

					Muestra 2
<b>Muestra: Carrete 40.64 cm <math>\phi</math>, 14.2 mm espesor</b>					
<b>Material API 5L X56</b>					
<b>Especímenes</b>			<b>Grieta</b>		
<b>Sección</b>	<b>Ancho (mm)</b>	<b>Espesor (mm)</b>	<b>Longitud (mm)</b>	<b>Ancho (mm)</b>	<b>Ampollamiento</b>
1A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
1B	20.10	12.55	0.00	0.00	
1C	-	-	0.00	0.00	
2A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
2B	20.13	13.11	0.00	0.00	
2C	-	-	0.00	0.00	
3A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
3B	20.01	11.30	0.00	0.00	
3C	-	-	2.75	0.30	

<b>Sección</b>	<b>Índice por sección</b>			<b>Índice por promedio</b>			
	<b>%CLR</b>	<b>%CTR</b>	<b>%CSR</b>	<b>%CLR</b>	<b>%CTR</b>	<b>%CSR</b>	<b>E.T.C. Max (mm)</b>
1A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
1B	0.000	0.000	0.000				
1C	0.000	0.000	0.000				
2A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2B	0.000	0.000	0.000				
2C	0.000	0.000	0.000				
3A	0.000	0.000	0.000	4.581	0.885	0.122	0.30
3B	0.000	0.000	0.000				
3C	13.743	2.655	0.365				

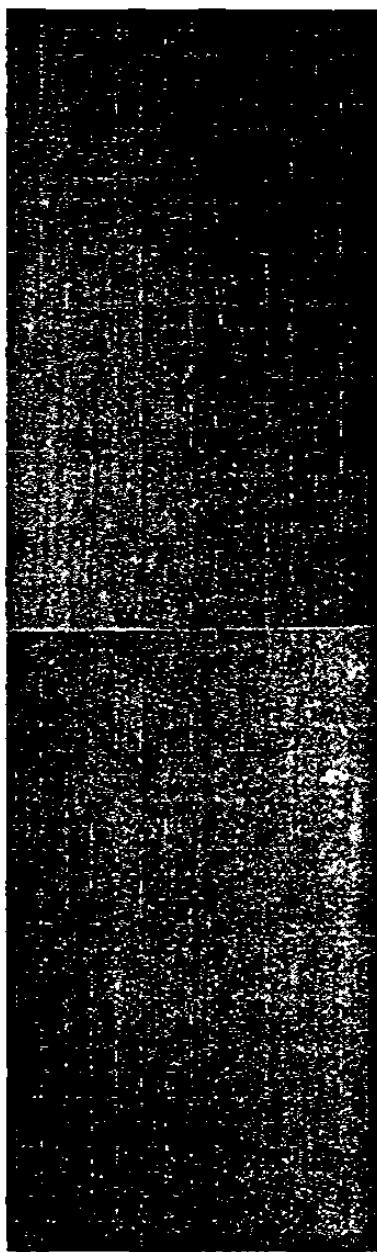


Figura 66 .- Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #2 después del ensayo de HIC.. 100X ataque nital.

Tabla 16. Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno en la muestra 3.

					Muestra 3
Muestra: Carrete 40.64 cm $\phi$ , 15.3 mm espesor					
Material : API 5L X60					
Especímenes		Grieta		Ampollamiento	
Sección	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Longitud (mm)	Ancho (mm)	
1A	-	-	4.95	0.49	Excesivo
1B	20.29	11.25	0.00	0.00	
1C	-	-	0.00	0.00	
2A	-	-	0.00	0.05	Excesivo
2B	20.00	12.06	0.00	0.00	
2C	-	-	2.29	0.47	
3A	-	-	3.25	0.30	Excesivo
3B	19.98	11.26	0.00	0.00	
3C	-	-	0.00	0.00	

Sección	Índice por sección			Índice por promedio			
	%CLR	%CTR	%CSR	%CLR	%CTR	%CSR	E.T.C. Max (mm)
1A	24.396	4.356	1.063	8.132	1.452	0.354	0.49
1B	0.000	0.000	0.000				
1C	0.000	0.000	0.000				
2A	9.975	0.000	0.000	3.817	1.299	0.149	0.47
2B	0.000	0.000	0.000				
2C	11.450	3.897	0.446				
3A	16.266	2.664	0.433	5.422	0.888	0.144	0.30
3B	0.000	0.000	0.000				
3C	0.000	0.000	0.000				

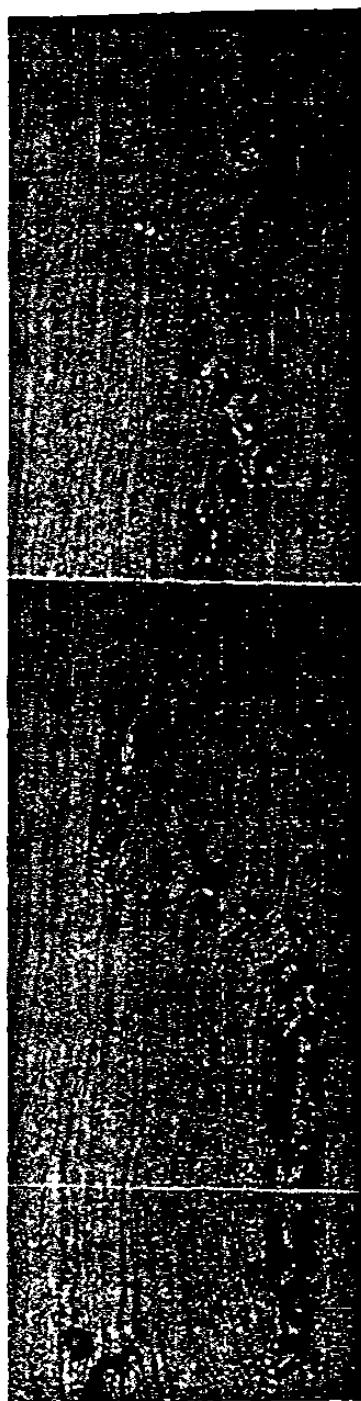


Figura 67 .- Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #3 después del ensayo de HIC. 100X . Atcado con Nital

Tabla 17. Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno de la muestra 4.

<b>Muestra 4</b>					
<b>Muestra: Carrete 40.64 cm φ, 13.9 mm espesor</b>					
<b>Material : AP1 5L X 56</b>					
<b>Especímenes</b>		<b>Grieta</b>		<b>Ampollamiento</b>	
<b>Sección</b>	<b>Ancho (mm)</b>	<b>Espesor (mm)</b>	<b>Longitud (mm)</b>	<b>Ancho (mm)</b>	
1A	-	-	5.26	0.20	Excesivo
1B	20.24	13.14	0.00	0.00	
1C	-	-	0.00	0.00	
2A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
2B	19.96	11.98	0.00	0.00	
2C	-	-	0.00	0.00	
3A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
3B	20.17	12.15	0.00	0.00	
3C	-	-	9.01	0.43	

<b>Sección</b>	<b>Índice por sección</b>			<b>Índice por promedio</b>			
	<b>%CLR</b>	<b>%CTR</b>	<b>%CSR</b>	<b>%CLR</b>	<b>%CTR</b>	<b>%CSR</b>	<b>E.T.C. Max (mm)</b>
1A	26.248	1.522	0.400	8.749	0.507	0.133	0.20
1B	0.000	0.000	0.000				
1C	0.000	0.000	0.000				
2A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00
2B	0.000	0.000	0.000				
2C	0.000	0.000	0.000				
3A	0.000	0.000	0.000	14.890	1.180	0.527	0.43
3B	0.000	0.000	0.000				
3C	44.670	3.539	1.581				



Figura 68 .- Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #4 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital

Tabla 18. Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno de la muestra 5.

					<b>Muestra 5</b>
<b>Muestra: Carrete 40.64 cm <math>\phi</math>, 14.0 mm espesor</b>					
<b>Material API 5L X 60</b>					
<b>Especímenes</b>		<b>Grieta</b>		<b>Ampollamiento</b>	
<b>Sección</b>	<b>Ancho (mm)</b>	<b>Espesor (mm)</b>	<b>Longitud (mm)</b>	<b>Ancho (mm)</b>	
1A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
1B	19.92	12.30	0.00	0.00	
1C	-	-	0.00	0.00	
2A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
2B	20.01	12.52	5.00	0.37	
2C	-	-	0.00	0.00	
3A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
3B	19.98	12.19	7.30	0.23	
3C	-	-	5.80	0.43	

<b>Sección</b>	<b>Índice por sección</b>			<b>Índice por promedio</b>			
	<b>%CLR</b>	<b>%CTR</b>	<b>%CSR</b>	<b>%CLR</b>	<b>%CTR</b>	<b>%CSR</b>	<b>E.T.C. Max (mm)</b>
1A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
1B	0.000	0.000	0.000				
1C	0.000	0.000	0.000				
2A	0.000	0.000	0.000	8.329	0.985	0.246	0.37
2B	24.988	2.955	0.738				
2C	0.000	0.000	0.000				
3A	0.000	0.000	0.000	21.855	1.805	0.571	0.43
3B	65.566	5.414	1.713				
3C	0.000	0.000	0.000				

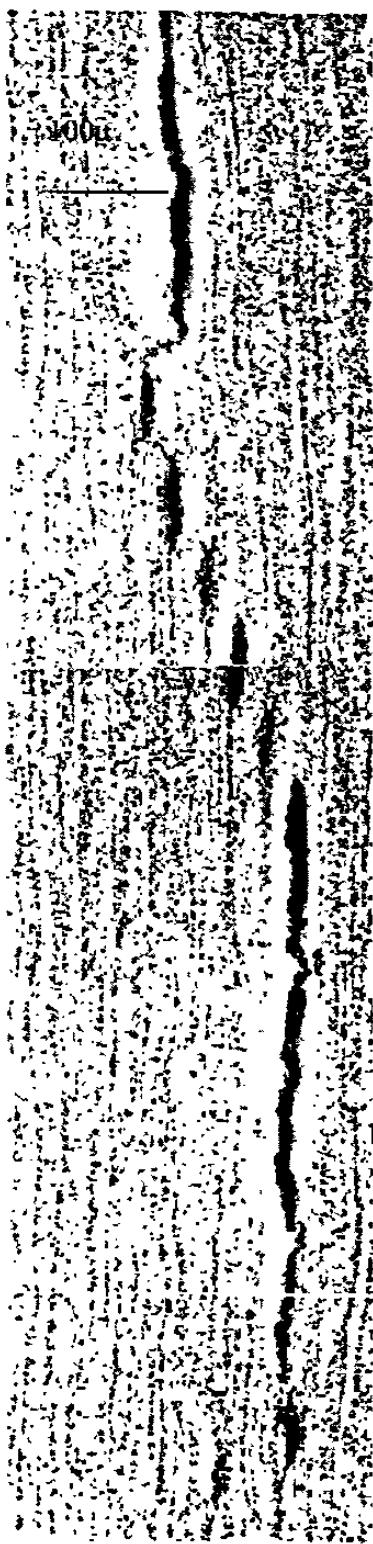


Figura 69 .- Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #5 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital

Tabla 19. Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno de la muestra 6.

					Muestra 6
Muestra: Carrete 40.64 cm $\phi$ , 14.2 mm espesor Material API 5L X56					
Especímenes			Grieta		Ampollamiento
Sección	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Longitud (mm)	Ancho (mm)	
1A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
1B	20.01	12.12	0.00	0.00	
1C	-	-	0.00	0.00	
2A	-	-	6.70	0.40	Excesivo
2B	20.12	12.50	0.00	0.00	
2C	-	-	0.00	0.00	
3A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
3B	20.09	11.70	0.00	0.00	
3C	-	-	2.80	0.39	
Sección	Índice por sección			Índice por promedio	
	%CLR	%CTR	%CSR	%CLR	%CTR
1A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
1B	0.000	0.000	0.000		
1C	0.000	0.000	0.000		
2A	0.000	0.000	0.000	11.100	1.067
2B	33.300	3.200	1.066		
2C	0.000	0.000	0.000		
3A	0.000	0.000	0.000	4.646	0.355
3B	0.000	0.000	0.000		
3C	13.937	3.333	0.465		

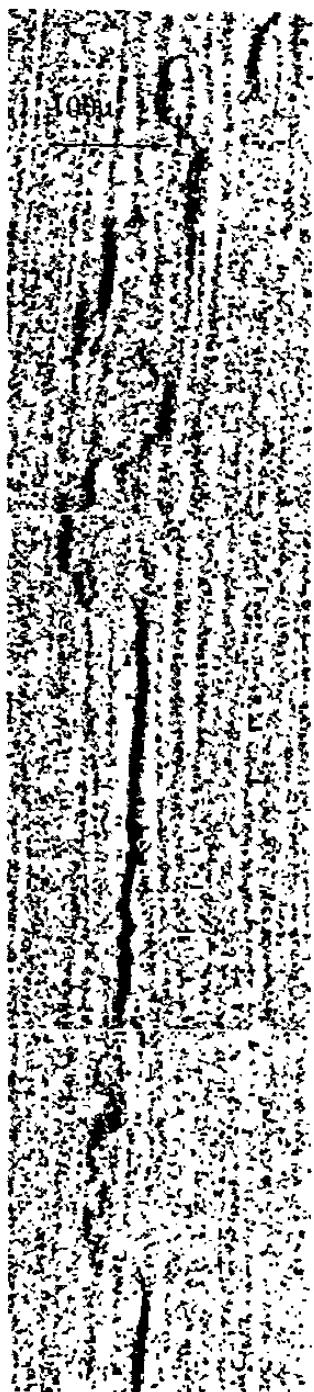


Figura 70 .- Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #6 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con nital

Tabla 20. Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno de la muestra 7.

					Muestra 7
<b>Muestra: Carrete 40.64 cm φ, 15.3 mm espesor</b>					
<b>Material API 5L X 60</b>					
<b>Especímenes</b>			<b>Grieta</b>		
Sección	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Longitud (mm)	Ancho (mm)	Ampollamiento
1A	-	-	2.20	0.47	Excesivo
1B	20.01	12.20	0.00	0.00	
1C	-	-	0.00	0.00	
2A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
2B	19.92	12.75	0.00	0.00	
2C	-	-	0.00	0.00	
3A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
3B	20.11	12.92	0.00	0.00	
3C	-	-	0.00	0.00	

Sección	Índice por sección			Índice por promedio			
	%CLR	%CTR	%CSR	%CLR	%CTR	%CSR	E.T.C. Max (mm)
1A	10.995	3.852	0.424	3.665	1.284	0.141	0.47
1B	0.000	0.000	0.000				
1C	0.000	0.000	0.000				
2A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00
2B	0.000	0.000	0.000				
2C	0.000	0.000	0.000				
3A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00
3B	0.000	0.000	0.000				
3C	0.000	0.000	0.000				

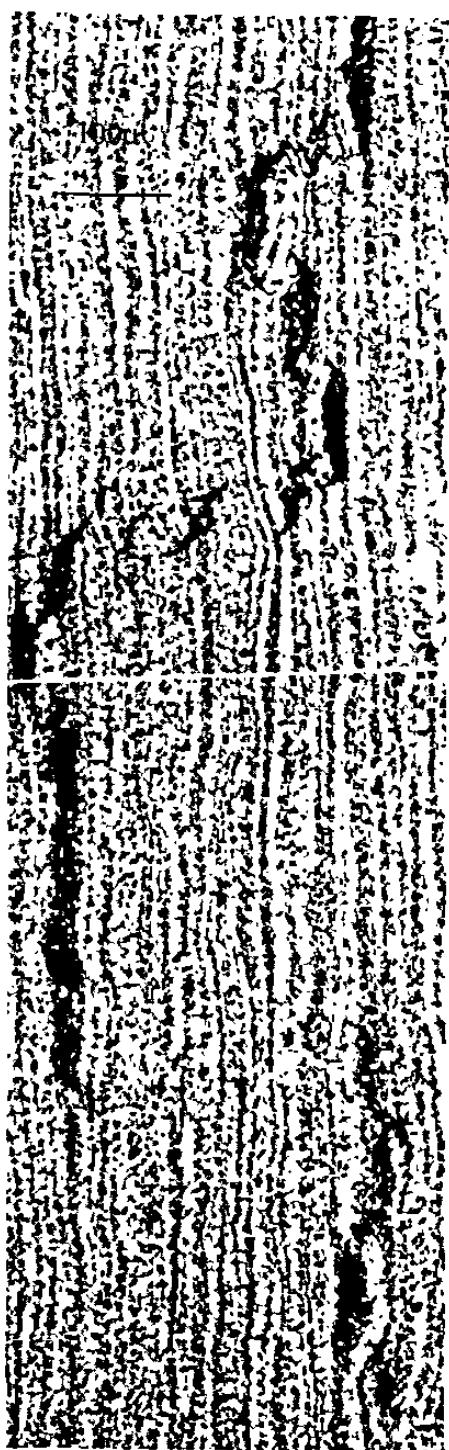


Figura 71 .- Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #7 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital.

Tabla 21. Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno de la muestra 8.

					Carrete 8
Muestra: Carrete 40.64 cm $\phi$ , 15.4 mm espesor					
Material: API 5L X 56					
Especímenes			Grieta		
Sección	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Longitud (mm)	Ancho (mm)	Ampollamiento
1 <sup>a</sup>	-	-	2.80	0.30	Excesivo
1B	20.11	12.56	0.00	0.00	
1C	-	-	0.00	0.00	
2A	-	-	0.00	0.00	Excesivo
2B	20.29	12.50	0.00	0.00	
2C	-	-	0.00	0.00	
3 <sup>a</sup>	-	-	3.00	0.46	Excesivo
3B	19.99	12.40	0.00	0.00	
3C	-	-	0.00	0.00	

Sección	Índice por sección			Índice por promedio			
	%CLR	%CTR	%CSR	%CLR	%CTR	%CSR	E.T.C. Max (mm)
1A	13.923	2.389	0.333	4.641	0.796	0.111	0.30
1B	0.000	0.000	0.000				
1C	0.000	0.000	0.000				
2A	14.096	3.200	0.451	4.669	1.067	0.150	0.40
2B	0.000	0.000	0.000				
2C	0.000	0.000	0.000				
3A	15.008	3.710	0.557	5.003	1.237	0.186	0.46
3B	0.000	0.000	0.000				
3C	0.000	0.000	0.000				

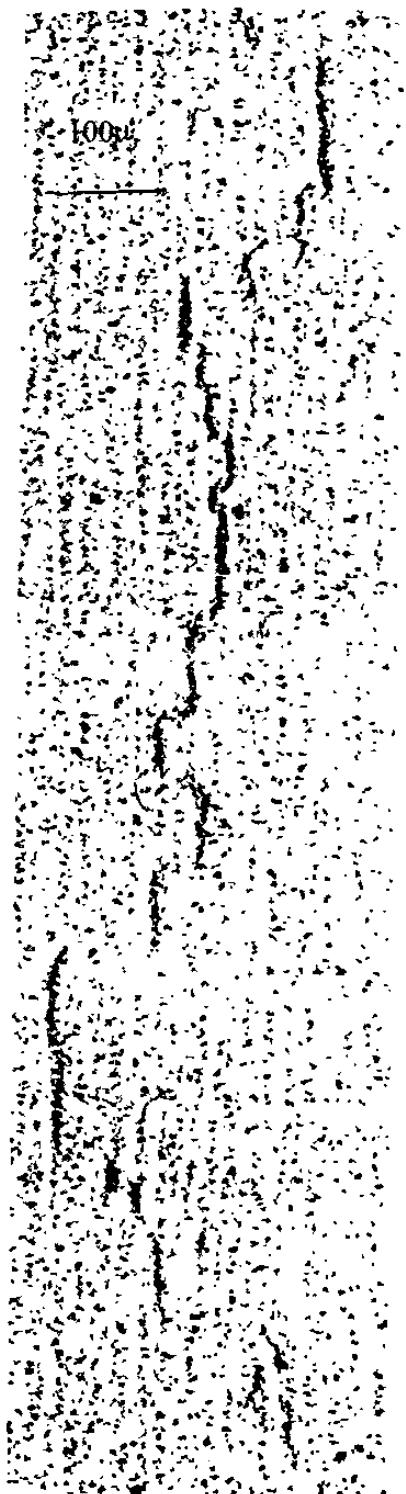


Figura 72 .- Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #8 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital.

*Tabla 22. Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno de la muestra 9.*

						Muestra 9	
Muestra: Carrete 40.64 cm $\phi$ , 12.7 mm espesor							
Material API 5L X 56							
Especímenes			Grieta				
Sección	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Longitud (mm)	Ancho (mm)	Ampollamiento		
1A	-	-	0.00	0.00	Sin ampollas		
1B	20.00	14.35	0.00	0.00			
1C	-	-	0.00	0.00			
2A	-	-	0.00	0.00	Sin ampollas		
2B	19.99	14.36	0.00	0.00			
2C	-	-	0.00	0.00			
3A	-	-	0.00	0.00	Sin ampollas		
3B	20.00	14.37	0.00	0.00			
3C	-	-	0.00	0.00			
Sección	Índice por sección			Índice por promedio			
	%CLR	%CTR	%CSR	%CLR	%CTR	%CSR	E.T.C. Max (mm)
1A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
1B	0.000	0.000	0.000				
1C	0.000	0.000	0.000				
2A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2B	0.000	0.000	0.000				
2C	0.000	0.000	0.000				
3A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
3B	0.00	0.000	0.000				
3C	0.000	0.000	0.000				

**Tabla 23. Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno**  
**Material evaluado en el segundo diseño de experimentos**

Carrete 10					
Muestra: Carrete 40.64 cm $\phi$ , 16.35 mm espesor					
Material: API 5L X 70					
Especímenes		Grieta		Ampollamiento	
Sección	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Longitud (mm)	Ancho (mm)	
1A	-	-	0.00	0.00	Sin ampollas
1B	32.05	11.03	0.00	0.00	
1C	-	-	0.00	0.00	
2A	-	-	0.00	0.00	Sin ampollas
2B	19.99	11.47	0.00	0.00	
2C	-	-	0.00	0.00	
3A	-	-	0.00	0.00	Sin ampollas
3B	19.99	11.02	0.00	0.00	
3C	-	-	0.00	0.00	

Sección	Índice por sección			Índice por promedio			
	%CLR	%CTR	%CSR	%CLR	%CTR	%CSR	E.T.C. Max (mm)
1A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
1B	0.000	0.000	0.000				
1C	0.000	0.000	0.000				
2A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2B	0.000	0.000	0.000				
2C	0.000	0.000	0.000				
3A	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.00
3B	0.000	0.000	0.000				
3C	0.000	0.000	0.000				

### 5.3. PERMEACIÓN DE HIDRÓGENO

Tabla 24. Parámetros difusivos obtenidos en los ensayos preliminares.

PRUEBA	Recubrimiento	Carga catódica (mA)	Espesor (cm)	D <sub>eff</sub> (cm <sup>2</sup> seg <sup>-1</sup> )	J <sub>max</sub> (mol cm <sup>-2</sup> seg)	J <sub>ss</sub> (mol cm <sup>-2</sup> seg)	C <sub>o</sub> (mol cm <sup>-3</sup> )
1	Ni sputtering	1,0	0,154	4,56E-07			
2		1,0	0,154	7,23E-07	2,45E-12	2,45E-12	3,40E-06
3		1,5	0,147	3,54E-06	2,88E-12	2,88E-12	8,14E-07
4		1,5	0,166	4,14E-06	6,82E-12	6,82E-12	1,65E-06
5		2,0	0,151	3,67E-06	2,23E-12	2,23E-12	6,07E-07
6		2,0	0,167	2,22E-06	3,01E-121	3,01E-121	1,35E-06
7	Pd sputtering	1,0	0,167	1,92E-06	1,48E-12	1,48E-12	7,71E-07
8		1,0	0,170	1,74E-06	3,27E-12	3,27E-12	1,88E-06
9		1,5	0,170	2,74E-06	1,26E-11	1,26E-11	4,60E-06
10		1,5	0,158	4,90E-06	1,22E-11	1,22E-11	2,49E-06
11		2,0	0,163	2,19E-06	1,30E-11	1,30E-11	5,93E-06
12		2,0	0,165	3,05E-06	1,83E-12	1,83E-12	5,99E-07
13	Ni electroplating	1,0	0,157	7,45E-06	7,63E-12	7,63E-12	1,02E-06
14		1,0	0,150	2,80E-06	1,81E-11	1,81E-11	6,48E-06
15		1,5	0,152	3,66E-06	2,02E-11	2,02E-11	5,52E-06
16		1,5	0,154	2,76E-06	1,10E-11	1,10E-11	3,99E-06
17		2,0	0,156	2,24E-06	1,23E-11	1,23E-11	5,49E+00
18		2,0	0,163	3,58E-06	1,47E-11	1,47E-11	4,09E-06
19	Pallamerse	1,0	0,157	5,35E-06	2,80E-12	2,80E-12	5,24E-07
20		1,0	0,139	3,31E-06	3,07E-12	3,07E-12	9,24E-07
21		1,5	0,151	2,91E-06	9,10E-12	9,10E-12	3,13E-06
22		1,5	0,164	2,39E-06	3,71E-12	3,71E-12	1,55E-06
23		2,0	0,156	2,19E-06	3,03E-12	3,03E-12	1,38E-06

Tabla 25.- Parámetros difusivos obtenidos en los ensayos finales.

PRUEBA	Material	Susceptibilidad al HIC	Espesor (cm)	$D_{eff}$ (cm <sup>2</sup> seg <sup>-1</sup> )	$J_{max}$ (mol cm <sup>-2</sup> seg)	$C_o$ (mol cm <sup>-3</sup> )	
1a	X 56	Susceptible	0,154	9,610E-07	4,5595E-12	4,74E-06	
1b			0,154	6,620E-07	3,3471E-12	5,06E-06	
2a			0,440	2,240E-06	8,7700E-12	3,97E-06	
2b			0,144	1,140E-06	6,7900E-12	5,95E-06	
3a	X 60		0,154	3,100E-06	4,6730E-12	1,51E-07	
3b			0,154	2,810E-06	2,9010E-12	1,03E-06	
4a	X 56		0,152	2,480E-06	3,4196E-12	1,38E-06	
4b			0,152	1,690E-06	3,5230E-12	2,08E-06	
5a	X 60		0,153	3,440E-06	1,9139E-11	5,56E-06	
5b			0,153	2,350E-06	1,4010E-11	5,91E-06	
6a	X 56		0,143	1,890E-06	3,8960E-12	2,06E-06	
6b			0,143	2,400E-06	5,6780E-12	2,37E-07	
7a	X 60		0,149	3,420E-06	1,3761E-11	4,05E-06	
7b			0,149	2,440E-06	2,4060E-11	9,86E-06	
8a	X 56		0,154	2,320E-06	6,5181E-12	2,81E-06	
8b			0,154	2,300E-06	1,9616E-12	9,65E-07	
521a		No susceptible	0,155	2,470E-06	9,5440E-12	3,86E-06	
521b			0,155	2,220E-06	4,6321E-12	2,11E-06	
522a	X 70		0,154	1,092E-05	8,7970E-12	8,05E-07	
522b			0,154	2,171E-06	1,2180E-11	5,61E-07	

Tabla 26.- Extracto de resultados de los ensayos finales.

MATERIAL	CANTIDAD	TENSIÓN	TIEMPO	TEMPERATURA	CONCENTRACIÓN	SINDONÍA	HRB	CH	MIN	S	Índice de variancia de granos fértillos		% perdida	Efectos Nómico (Np)	Efectos Nómico (Np)	Índice de aplicaciones CCSR	Estanque	Índice de mantenimiento %CLR	Índice de mantenimiento %CTR
											Último	Último							
X56	4.89E-12	8.82E-07	1.62E-11	1.65E-05	9.9	87	0.07	1.09	0.009	9.75	38.6	568	442	0.348	8.798	2.716	6.758	2.716	
X56	3.32E-12	7.01E-07	1.41E-11	2.01E-05	9.9	87	0.07	1.08	0.008	9.75	35.6	568	412	0.348	6.758	6.758	4.581	0.885	
X56	8.70E-12	2.01E-06	5.09E-11	2.53E-05	18.6	84	0.07	1.2	0.015	9.75	29.47	555	401	0.122	4.581	0.885	4.581	0.885	
X56	6.83E-12	1.43E-06	1.99E-11	1.39E-05	18.6	84	0.07	1.2	0.015	9.75	29.47	555	401	0.122	0.225	5.79	5.79	1.213	
X56	4.73E-12	2.57E-06	1.78E-11	6.67E-06	23.7	85	0.06	1.19	0.015	9.75	38.98	569	412	0.225	0.225	5.79	5.79	1.213	
X56	2.90E-12	2.81E-06	1.80E-11	6.41E-06	23.7	85	0.06	1.19	0.015	9.75	38.98	569	412	0.225	0.225	5.79	5.79	1.213	
X56	3.42E-12	2.48E-06	1.74E-11	7.02E-06	14.1	85	0.07	1.22	0.015	10	29.54	561	405	0.527	14.89	14.89	14.89	1.18	
X56	3.52E-12	1.59E-06	1.77E-11	1.06E-05	14.1	85	0.07	1.22	0.015	10	29.54	561	405	0.527	14.89	14.89	14.89	1.18	
X56	5.24E-12	3.44E-06	3.42E-11	9.94E-06	4.9	85	0.06	1.22	0.015	10	33.56	585	403	0.571	21.85	21.85	21.85	1.805	
X56	5.73E-12	2.15E-06	3.04E-11	1.41E-05	4.9	85	0.06	1.22	0.015	10	33.56	585	403	0.571	21.85	21.85	21.85	1.805	
X56	3.90E-12	1.89E-06	2.05E-11	1.08E-05	11.4	87	0.07	1.26	0.015	10	31.63	599	440	0.355	11.1	11.1	11.1	1.067	
X56	5.68E-12	2.40E-06	2.05E-11	8.54E-06	11.4	87	0.07	1.26	0.015	10	31.63	599	440	0.355	11.1	11.1	11.1	1.067	
X56	8.97E-12	3.42E-06	3.14E-11	9.18E-06	9.1	86	0.07	1.26	0.015	9.25	28.08	560	414	0.141	3.665	1.284	3.665	1.284	
X56	1.524E-11	2.03E-06	3.07E-11	1.51E-05	9.1	86	0.07	1.26	0.015	9.25	28.08	560	414	0.141	3.665	1.284	3.665	1.284	
X56	6.53E-12	2.32E-06	1.90E-11	8.19E-06	20.2	85	0.07	1.29	0.016	9.25	28.08	565	415	0.149	3.371	1.033	3.371	1.033	
X56	1.96E-12	2.03E-06	1.39E-11	6.85E-06	20.2	85	0.07	1.29	0.016	9.25	28.08	565	415	0.149	3.371	1.033	3.371	1.033	
X56	9.54E-12	2.47E-06	1.52E-11	6.15E-06	4.7	77	0.24	0.76	0.004	9.25	25.37	489	404	0	0	0	0	0	
X56	1.98E-12	6.01E-06	1.71E-11	2.85E-06	4.7	77	0.24	0.76	0.004	9.25	25.37	489	404	0	0	0	0	0	
X56	8.79E-12	0.22E-06	2.01E-11	2.18E-06	9.1	88	0.27	0.94	0.004	9.75	25.37	565	541	0	0	0	0	0	
X70	6.99E+12	1.87E-06	3.15E-11	1.68E-05	9.1	88	0.27	0.94	0.004	9.75	25.37	565	561	0	0	0	0	0	

#### 5.4. MODELACIÓN ESTADÍSTICA.

Con el propósito de determinar el efecto ponderado de cada una de las variables independientes sobre la permeación del hidrógeno, se realizó un análisis estadístico de correlación lineal multivariable. Los datos utilizados son los parámetros de permeación, así como las características metalúrgicas de los materiales evaluados, estos datos se muestran en la tabla 26.

Se aislaron los resultados de los parámetros de permeación, para que así fuera más sencillo realizar los estudios adecuados.

Tabla 27.- Ceficiente de difusión.

<b>Coeficiente de Difusión</b>			
1a	6.60E-05	6a	7.10E-05
1b	6.00E-05	6b	3.00E-05
2a	3.10E-04	7a	3.20E-05
2b	4.30E-05	7b	6.60E-05
3a	1.70E-04	8a	2.30E-05
3b	5.00E-04	8b	0.50E-06
4a	2.70E-05	521a	4.50E-05
4b	6.90E-05	521b	5.90E-05
5a	5.70E-05	522a	4.50E-05
5b	4.90E-05	522b	2.00E-05

cm<sup>2</sup>/seg.

Tabla 28.- Concentración de hidrógeno sub-superficial

			mol/cm <sup>3</sup>
1a	6.90E-08	6a	3.30E-08
1b	2.50E-08	6b	8.10E-08
2a	1.30E-08	7a	1.90E-07
2b	6.80E-08	7b	1.30E-07
3a	1.20E-08	8a	1.30E-07
3b	1.50E-08	8b	1.80E-07
4a	5.80E-08	521a	2.80E-08
4b	2.70E-08	521b	3.60E-08
5a	1.50E-07	522a	9.00E-08
5b	1.30E-07	522b	2.80E-07

Tabla 29.- Difusividad efectiva de hidrógeno

			mm <sup>2</sup> /seg.
1a	2.60E-07	6a	5.40E-07
1b	2.30E-07	6b	3.80E-07
2a	9.20E-07	7a	4.90E-07
2b	3.30E-07	7b	5.70E-07
3a	5.40E-07	8a	3.40E-07
3b	4.30E-07	8b	1.60E-07
4a	4.30E-07	521a	4.30E-07
4b	5.60E-07	521b	4.90E-07
5a	6.50E-07	522a	4.60E-07
5b	5.40E-07	522b	3.40E-07

Tabla 30.- Masa de hidrógeno que cruza el espesor de la muestra.

			gr.
1a	2.20E-06	6a	2.90E-07
1b	4.10E-07	6b	5.20E-07
2a	8.10E-07	7a	1.50E-06
2b	6.80E-07	7b	2.50E-06
3a	3.00E-07	8a	6.80E-07
3b	2.70E-06	8b	3.90E-07
4a	4.30E-07	521a	1.70E-07
4b	4.60E-07	521b	7.60E-07
5a	5.70E-06	522a	6.70E-07
5b	3.20E-06	522b	1.40E-07

Tabla 31.- Flujo de hidrógeno a través de la muestra.

				<b>mol/seg. Cm<sup>2</sup></b>
<b>1a</b>	<b>2.90E-11</b>	<b>6a</b>	<b>1.60E-11</b>	
<b>1b</b>	<b>1.00E-11</b>	<b>6b</b>	<b>1.70E-11</b>	
<b>2a</b>	<b>2.86e-11</b>	<b>7a</b>	<b>4.10E-11</b>	
<b>2b</b>	<b>2.03e-11</b>	<b>7b</b>	<b>5.90E-11</b>	
<b>3a</b>	<b>1.40E-11</b>	<b>8a</b>	<b>1.90E-11</b>	
<b>3b</b>	<b>4.90E-11</b>	<b>8b</b>	<b>7.80E-12</b>	
<b>4a</b>	<b>1.04e-11</b>	<b>521a</b>	<b>8.20E-12</b>	
<b>4b</b>	<b>1.20E-11</b>	<b>521b</b>	<b>1.30E-11</b>	
<b>5a</b>	<b>5.70E-11</b>	<b>522a</b>	<b>3.60E-11</b>	
<b>5b</b>	<b>4.20E-11</b>	<b>522b</b>	<b>2.50E-11</b>	

### Nomenclatura

*DEFF*.- Coeficiente de difusión.

*JMAX*.- Flujo Máximo de hidrógeno.

*S*.- Azufre.

*MN*.- Manganeso.

*ESFMAX*.- Esfuerzo máximo.

*ESFCED*.- Esfuerzo de cedencia.

*TAMGRAN*.- Tamaño de grano ferrítico.

*HRB*.- Dureza (Hardness Rockwell-B)

*INC*.- Porcentaje de inclusiones por unidad de área.

*PER*.- Porcentaje de perlita.

*CU*.-Cobre.

*MN:S*.- Los dos puntos significan interacción entre las variables.

## Introducción.

Se planteó el problema de modelar el comportamiento estadístico de las variables *DEFF* (coeficiente de difusión de hidrógeno), *Jss* (flujo de hidrógeno en estado estable) y *JMAX* (flujo de hidrógeno máximo) en función de las variables independientes (entre paréntesis el método de medición):

- S, Mn, Cu (Espectrofotómetro).
- % inclusiones por unidad de área, % perlita, tamaño de grano ferrítico (Metalográfico).
- Esfuerzo de cedencia, esfuerzo máximo, dureza (Ensayo de Tensión).

La medición de *DEFF*, *Jss* y *JMAX* de forma efectiva es un problema principal en la industria petrolera, por tal motivo es conveniente tener una estimación de estas variables a partir de covariables cuya medición es más directa.

A continuación se explica de manera breve la metodología del análisis y los resultados que corresponden a la base de datos obtenida en la última fase del estudio.

## Análisis

Básicamente se utilizaron modelos de regresión lineal. Un ejemplo de modelo de este tipo es

$$E(DEFF) = B_0 + B_1 INC + B_2 MN + B_3 S:INC, \quad (40)$$

en el cual el valor esperado de la variable aleatoria *DEFF* se obtiene, dados los valores de *INC*, *MN* y *S*, por la ecuación anterior. En este modelo se usa la variable *S:INC* que representa el efecto de la interacción de *S* con *INC*.

Un análisis de regresión consiste en encontrar una función que permita modelar estadísticamente las interrelaciones que existen entre las variables (dependiente e independientes). Dichos modelos deben satisfacer supuestos que permitirán inferencias sobre la variable dependiente. Por ejemplo el modelo anterior es válido siempre y cuando se cumpla la relación

$$DEFF = B_0 + B_1 \cdot INC + B_2 \cdot MN + B_3 \cdot S:INC + \epsilon \quad (41)$$

donde  $\epsilon$  es un error aleatorio cuya distribución tipicamente se supone que es Normal con media cero y varianza constante para las distintas combinaciones de valores de las variables independientes, esto último se llama homocedasticidad.

Para la selección de un modelo se deben satisfacer los supuestos con respecto a  $\epsilon$  previamente mencionados. El ajuste del modelo a los datos (estimación de los coeficientes) se realiza con el método de mínimos cuadrados. Una vez estimados los parámetros y verificados los supuestos del modelo, se procede a probar la significancia de los coeficientes mediante una prueba T y la significancia del modelo mediante una prueba F.

Los criterios para la selección de un modelo son:

- Cumplimiento de los supuestos de regresión
- Valor de  $R^2$  y significancia de los coeficientes y modelo.

Para la estimación de los parámetros, análisis exploratorio y gráficas se utilizó el Software Estadístico S-Plus 2000 con doble precisión.

## Datos

El transcurso del estudio involucró diversas fases en las que sucesivamente se modificaron y validaron los datos, hasta llegar a una base de datos consistente con los requerimientos para la obtención de una solución del problema y con un tamaño de muestra deseable, dentro de las posibilidades del cliente.

La base de datos de la tabla 24 se utilizó para los análisis, con la salvedad de que la observación  $JMAX=1.524E-11$  correspondiente al material X60 marcado como 7B no se usó debido a problemas en el método de medición.

En conclusión, el análisis se realizó con 25 observaciones para  $DEFF$  y 24 para  $JMAX$ .

## Resultados

La tabla 32 muestra las correlaciones lineales de las variables independientes, una a una, con el coeficiente de difusión y el flujo en estado estable.

Tabla 32.- Correlaciones muestrales.

	DEFF	JSS
INC	-0.22	-0.14
HRB	-0.52	0.10
MN	-0.25	0.13
S	-0.10	0.09
TAMGRAN	-0.32	-0.28
PER	-0.47	-0.15
ESFMAX	-0.42	-0.01
ESFCED	-0.10	0.07

Se realizó un análisis exploratorio para conocer las correlaciones entre las variables independientes y se determinaron tentativamente las variables que se podrían excluir del estudio. Con base en esto y en los criterios mencionados para la selección de los modelos más adecuados, se llegó a que las covariables más significativas fueron: *INC*, *MN*, *S:INC*, *MN:S* para la respuesta *DEFF* (ver tabla de nomenclatura). Para *JMAX* la situación es diferente, las observaciones no ofrecen información suficiente para la modelación, al menos con la técnica de regresión lineal.

Dos modelos propuestos para *DEFF* son:

➤ Modelo DEFF1:  $E(DEFF) = \beta_0 + \beta_1 INC + \beta_2 MN + \beta_3 S:INC$

Coefficients:

Coeficiente	Valor	Error estándar	Valor t	Pr(> t )
$\beta_0$	$1.3324456 \times 10^{-5}$	$2.588157 \times 10^{-6}$	5.148240461095	$4.2270139 \times 10^{-5}$
$\beta_1$	$-8.47409 \times 10^{-7}$	$1.97668 \times 10^{-7}$	-4.287040987545	$3.27073626 \times 10^{-4}$
$\beta_2$	$-8.064784 \times 10^{-6}$	$2.098591 \times 10^{-6}$	-3.842951694711	$9.45148221 \times 10^{-4}$
$\beta_3$	$5.1657898 \times 10^{-5}$	$1.2285868 \times 10^{-4}$	4.204659971098	$3.98303505 \times 10^{-4}$

Residual standard error: 8.73168712903e-007 on 21 degrees of freedom

Multiple R-Squared: **0.500636400497**

F-statistic: 7.01784192314 on 3 and 21 degrees of freedom, the p-value is  
0.00190111578032

Por lo tanto, la ecuación obtenida por este modelo es:

$$\text{Deff} = 1.3324456 \times 10^{-5} - 8.47409 \times 10^{-7} \text{INC} - 8.064784 \times 10^{-6} \text{MN} + 5.1657898 \times 10^{-5} \text{S:INC} \quad (42)$$

➤ Modelo DEFF2 :  $E(DEFF) = \beta_0 + \beta_1 INC + \beta_2 MN + \beta_3 MN:S$

Coefficients:

Coeficiente	Valor	Error estándar	Valor t	Pr(> t )
$\beta_0$	$1.8081883 \times 10^{-5}$	$3.657363 \times 10^{-6}$	4.943966981131	$6.8424008 \times 10^{-5}$
$\beta_1$	$-7.6944 \times 10^{-8}$	$3.5960 \times 10^{-8}$	-4.219851285272	$3.84091172 \times 10^{-4}$
$\beta_2$	$-2.0203500 \times 10^{-5}$	$4.787728 \times 10^{-6}$	-4.219851285272	$3.84091172 \times 10^{-4}$
$\beta_3$	$5.57496077 \times 10^{-4}$	$1.36818825 \times 10^{-4}$	4.074702996889	$5.43481226 \times 10^{-4}$

Residual standard error: 8.85572833093e-007 on 21 degrees of freedom

Multiple R-Squared: 0.486347838001

F-statistic: 6.62789941884 on 3 and 21 degrees of freedom, the p-value is  
0.00252555416637

Por lo tanto la ecuación obtenida para este modelo es:

$$\text{Deff} = 1.8081883 \times 10^{-5} - 7.6944 \times 10^{-8} \text{INC} - 2.02035 \times 10^{-5} \text{MN} + 5.57496077 \times 10^{-4} \text{Mn:S}$$

Los apéndices 2 y 3 muestran los valores totales obtenidos del programa de computo (9 y 5)

## 5.5. DISCUSIÓN

De acuerdo con la bibliografía, y de los intentos que se realizaron para dominar la técnica de Devanathan, se observó que ésta es muy susceptible a cambios mínimos en las condiciones en las que se realiza, por lo tanto, se realizó un primer diseño experimental para determinar las condiciones óptimas para llevar la etapa experimental.

En este caso, se observará la consistencia de los datos obtenidos así como la facilidad de interpretar los resultados en las gráficas que se obtienen del equipo.

Durante esta etapa se observó que el equipo no solo es susceptible a las condiciones de operación, sino a los movimientos y la temperatura.

Como parte de la primera fase experimental, se realizó un diseño de experimentos para definir las condiciones más adecuadas a las cuales se deberá llevar todo el estudio, variando los parámetros de carga catódica y tipos de recubrimientos existentes y recomendados de acuerdo a la literatura. La tabla 22 muestra el diseño experimental.

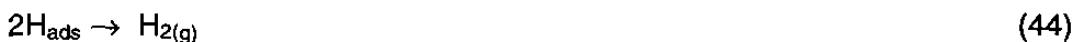
En esta experimentación inicial se determinó que las condiciones más adecuadas para llevar a cabo la experimentación del proyecto es con el Pallamers y con un amperaje de 2.0 mA

Posterior a la experimentación, se realizó un análisis metalográfico, el cual no reveló cambio alguno, en ninguna de las muestras estudiadas.

En los anexos I y II, se muestran las gráficas obtenidas del equipo de ensayo, a partir de estas gráficas se realizaron los cálculos para determinar los parámetros de difusión de acuerdo al procedimiento indicado en el apartado de bibliografía.

### **Permeación de hidrógeno.**

La corriente de carga catódica es soportada por la reacción de evolución de hidrógeno, que toma lugar en la superficie de entrada de la membrana, es decir:



Donde  $\text{H}_{\text{ads}}$  refiere al hidrógeno atómico adsorbido en la superficie del metal. Las dos reacciones anteriores representan el mecanismo de descarga-recombinación de la reacción de evolución de hidrógeno. Una fracción de este hidrógeno adsorbido ( $\text{H}_{\text{ads}}$ ) se absorbe hacia la red cristalina del metal ( $\text{H}_{\text{abs}}$ ) a través de la reacción superficial:



Esta reacción de absorción de hidrógeno llega a establecer una concentración finita ( $C$ ) de átomos de hidrógeno observado cargando la superficie de la membrana.

De esta manera, el hidrógeno absorbido que difunde en la membrana, llega a un recubrimiento de paladio donde se oxida a una velocidad tal, que es medida por la corriente de permeación,  $i_p$ . Para el sistema que se estudia se ha presentado que la velocidad del proceso de permeación está controlada por la difusión del hidrógeno atómico, adyacente a la membrana, de acuerdo a:

$$i_\infty = (FDC^\circ)/L \quad (46)$$

donde  $F$  es la constante de Faraday,  $D$  es la difusividad del hidrógeno adyacente a la membrana,  $L$  es el espesor e  $i$  es el valor de  $Ip$  al estado estable. La figura 78 ilustra este mecanismo.

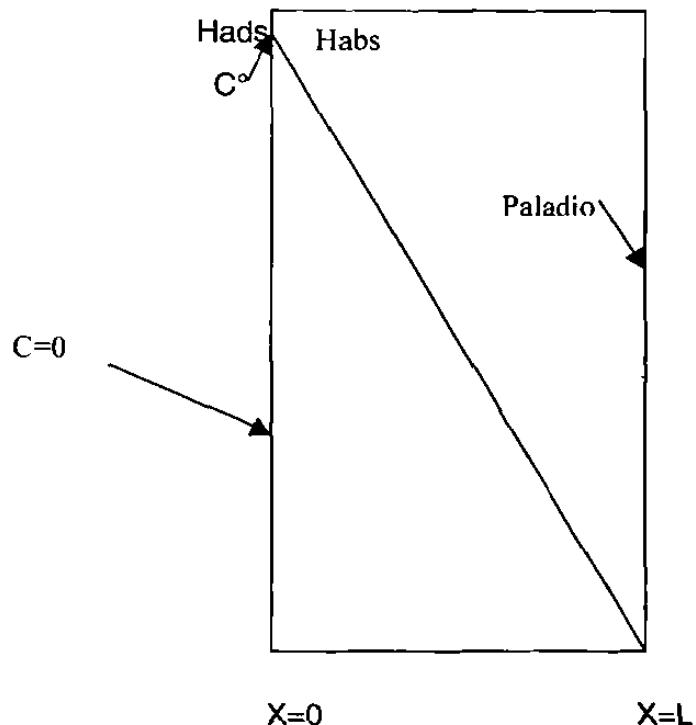


Figura 73.- Esquema ilustrando la condición de la entrada de hidrógeno (Carga en  $X=0$ ) y el lado se la salida ( $X=L$ ).  $C^\circ$  y  $C$  son las concentraciones de hidrógeno en la membrana a  $X=0$  y a  $X=L$  respectivamente.

El hidrógeno que penetra en la red va encontrando trampas del tipo reversible e irreversible que provocan el diferencial de concentración y la diferencia de portencial, lo cual permite medir un flujo de salida y calcular un perfil de concentración. Las trampas pueden ser reversibles e irreversibles de acuerdo a

las condiciones de temperatura del sistema. En este caso se realizó la experimentación a condiciones de temperatura ambiente por lo que no se considera el efecto de ésta.

En los análisis posteriores al ensayo no se detectaron cambios en la microestructura, salvo la parte de las grietas, lo que indica que los mecanismos se llevan a cabo a nivel atómico, por lo que con los ensayos tradicionales no fue posible detectarlos. Para lograr esto, es recomendable realizar estudios en TEM.

Las trampas, como se comentó anteriormente, son reversibles o irreversibles, sin embargo, éstas pueden cambiar de un estado a otro dependiendo de la energía que tengan en el momento. Esto sucede con cambios de temperatura, presión y concentración de la solución. En este estudio la generación de hidrógeno se realizó por carga catódica, ya que con esto se controla mejor la cantidad de hidrógeno a generar, además que el equipo no requiere de sistemas de seguridad complejos, como en el caso de cargar por medio de H<sub>2</sub>S.

Existen diferencias entre generar hidrógeno por carga catódica y por H<sub>2</sub>S, principalmente en lo concierne a la cinética del daño, es decir, se generará más hidrógeno por H<sub>2</sub>S que por carga catódica, lo cual provoca que el estado estable se llegue antes cuando se carga por H<sub>2</sub>S. Esto en el ensayo realizado provocó que el estado estable tardara algunos días en llegar y que el agrietamiento no se manifestara en la superficie. Cuando el agrietamiento se manifiesta en la superficie, se mide la concentración de hidrógeno en ese instante, y ésta es la concentración crítica para el material específico que se está estudiando.

En el estudio no se determinó la concentración crítica, ya que no está incluida en los alcances, sin embargo para propósitos prácticos es de gran interés, ya que es el dato que se correlaciona con los obtenidos en campo y así determinar

la susceptibilidad a que el equipo analizado se agriete por el mecanismo de HIC.

Este método indica que la localización de la membrana metálica (esto es la muestra) de interés, así entre las celdas de carga de hidrógeno y la de oxidación. En laboratorio la celda de carga contiene el medio de interés. Los átomos de hidrógeno se generan en la superficie de la membrana expuesta a este ambiente. Para medidas en campo o planta, la pared de la tubería o recipiente, funciona como membrana, a través de la cual se mide el flujo de hidrógeno. Dado que los procesos actuales generan ambientes de carga para la membrana, se elimina la necesidad de aplicar una celda de carga.

En ambientes gaseosos, los átomos de hidrógeno se generan por adsorción y disociación de la especie gaseosa. En ambientes acuosos, los átomos de hidrógeno se generan por reacciones electroquímicas. En ambos casos algunos de los átomos de hidrógeno difunden a través de la membrana y se oxidan al salir, al otro lado del metal, en la celda de oxidación.

La condición en el lado de la oxidación de la membrana está controlada dado que la superficie del metal es pasiva o inmune a la corrosión. La condición de corriente establece que antes del transporte de hidrógeno ésta debe ser relativamente constante y pequeña comparada con la corriente de oxidación de los átomos de hidrógeno.

El potencial de electrodo de la muestra en la celda de oxidación se controla a un valor suficientemente positivo, para asegurar que la cinética de oxidación de los átomos de hidrógeno esté limitada por el flujo de átomos de hidrógeno, esto es, la densidad de corriente de oxidación está limitada por difusión.

La corriente total de oxidación se monitorea como una función del tiempo e incluye la corriente de fondo y la corriente resultante de la oxidación de los átomos de hidrógeno. Esta última es la corriente de permeación.

El espesor de la muestra se selecciona dependiendo del tipo de medida que se desea hacer con respecto a un flujo controlado. Las muestras delgadas podrían ser utilizadas para evaluar el efecto de superficie en la entrada y salida de hidrógeno (cinética de absorción o transporte en películas de óxido)

En metales razonablemente puros y libres de defectos (por ejemplo monocristales), con una densidad de sitios de atrapamiento microestructurales relativamente baja, el transporte de los átomos de hidrógeno a través del metal esta controlado por difusión en la red.

Los defectos cristalinos y microestructurales, tales como dislocaciones, límites de grano, inclusiones y partículas precipitadas, pueden actuar como sitios de atrapamiento de hidrógeno, decayendo así el transporte del mismo. Estas trampas pueden ser reversibles o irreversibles, dependiendo de la energía asociada con la trampa en particular, comparada con la energía asociada con la migración de hidrógeno en la red del metal.

Se dice, y se ha registrado en normas internacionales (NACE MR 0175), que una de las principales características de los aceros, que rige la susceptibilidad a dañarse por hidrógeno, y obviamente que controla el transporte de éste a través de la red cristalina, es la dureza Sin embrago en esta investigación se encontró que no es así, por lo menos para aceros de resistencias medias, en las que el efecto de la dureza es despreciable. La norma NACE MR 0175 indica que materiales con durezas mayores a 22 HRc se consideran susceptibles a que sufran daño pro hidrógeno, sin embargo de los múltiples ensayos de HIC que se han realizado, y como se demostró en el coeficiente de correlación individual, la dureza no presenta una correlación lineal con respecto a los

parámetros de HIC, como se observa en la figura 79, y esto se vió con todos las variables al determinar su relación individual. Uno de los parámetros importantes es la globulización, sin embargo también se encontró que solo con valores mayores al 95% se asegura que el material cumpla con el ensayo de HIC, y a valores inferiores no existe correlación lineal alguna, como se ve en las figuras 80, 81 y 82.

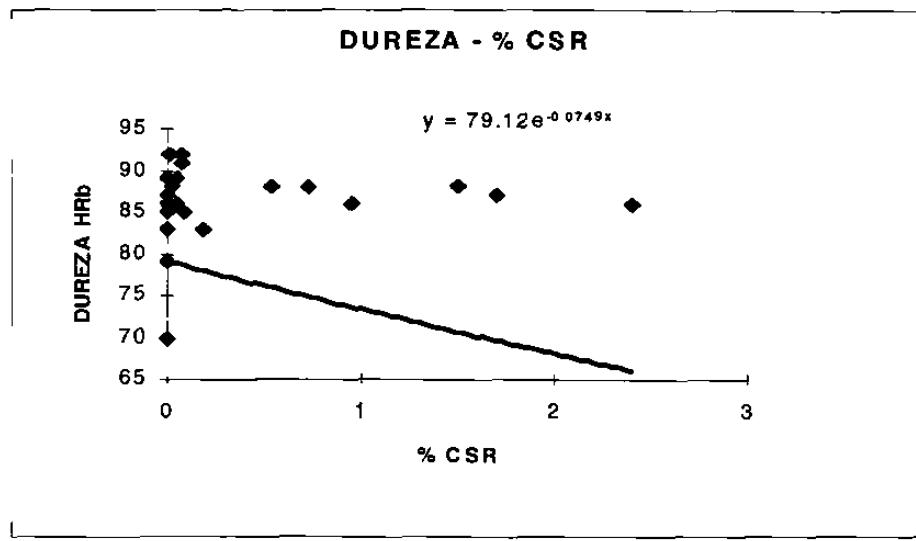


Figura 74.- Gráfica de dureza contra % de CSR en aceros al carbono

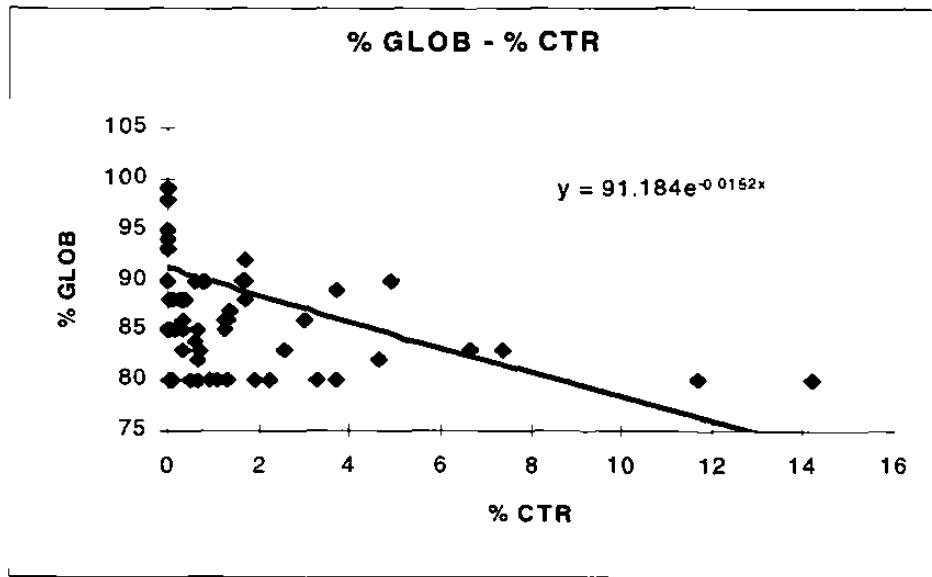


Figura 75.- Relación de % de Globalización vs %CTR

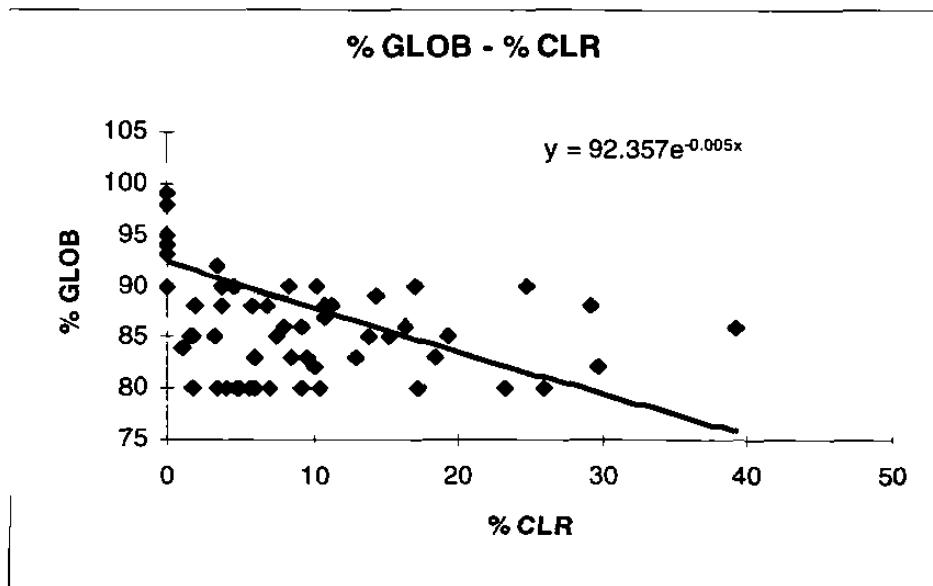


Figura 76.- Relación de % de Globalización vs %CLR

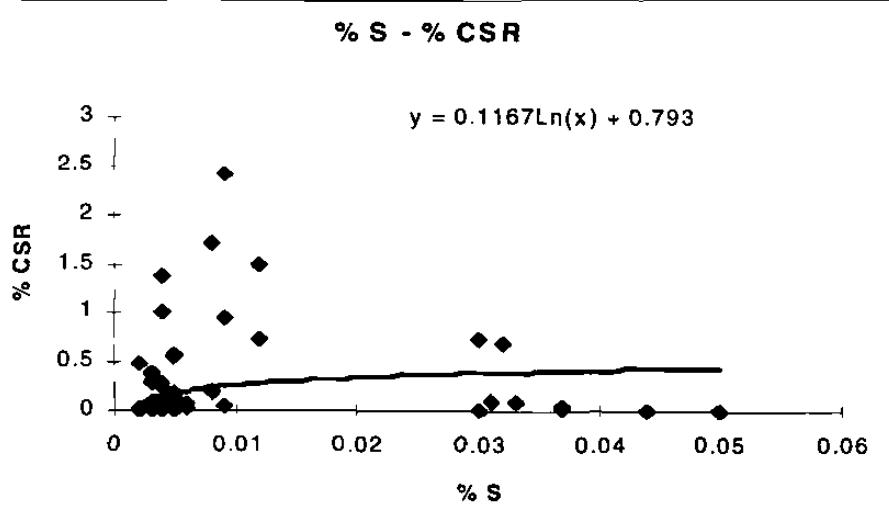


Figura 77.- Relación de % de Globalización vs %CSR

La velocidad del transporte de los átomos de hidrógeno a través del metal, durante la primera permeación podría ser afectada, tanto por las trampas reversibles como las irreversibles, así como por la reducción de cualquier óxido presente en la superficie de carga. Al estado estable, todas las trampas irreversibles son ocupadas. Si los átomos de hidrógeno móvil se eliminan y se realiza un nuevo ensayo de permeación, la diferencia entre el primero y segundo transitorio de permeación puede ser utilizado para evaluar la influencia de las trampas irreversibles en el transporte, asumiendo que la reducción del óxido es despreciable.

Las condiciones en el lado de carga de la muestra pueden ser alteradas en algunos ambientes, induciendo una caída de la corriente de oxidación después de llegar al estado estable. La velocidad de decaimiento puede determinarse por difusión y atrapamiento reversible solamente, de esta manera se puede

utilizar para evaluar el efecto de las trampas irreversibles en el transporte durante el primer transitorio.

La Comparación entre los transitorios de permeación repetidos, con los obtenidos para metales puros se puede utilizar para evaluar el efecto de las trampas reversibles en el transporte del hidrógeno atómico. Esta práctica es aplicable para sistemas en los cuales los átomos de hidrógeno se generan uniformemente sobre la superficie de carga de la membrana, y no es aplicable para evaluar sistemas corrosivos, en los cuales ocurre ataque por picaduras, al menos que el ambiente de la celda de carga esté diseñado para simular corrosión localizada por picadura y toda la superficie de carga del metal sea activa.

La practica aquí descrita puede ser utilizada para materiales a lo que se les ha aplicado carga (con esfuerzos) o sin aplicación de carga, solo que al ensayar los materiales con esfuerzos debe tomarse en cuenta el método de carga.

En cuanto a las relaciones estadísticas, los modelos propuestos para *DEFF* ofrecen un buen comportamiento de residuales, es decir, la heterocedasticidad (varianza no constante) es leve y no hay evidencia en contra de distribución normal. Los P-valores mostrados indican que los coeficientes son significativos a un nivel del 95% de confianza; aunque los valores de  $R^2$  obtenidos son pequeños, indicando que a lo más un 50% de la variabilidad de *DEFF* es explicada mediante estos modelos.

Algunas variables fueron excluidas del estudio porque no proporcionaban información significativa. Algo no esperado es que para *JMAX* no se pudo hallar un modelo de regresión, ni siquiera utilizando las mismas variables que en los modelos para *DEFF*.

Es posible que los resultados obtenidos sean una consecuencia directa del experimento, esto es, las combinaciones de valores de las variables independientes bajo las cuales se midieron las variables *JSS* y *DEFF*.

Se presentan dos modelos para *DEFF* que proporcionan una explicación de a lo más el 50% de la variabilidad. Ambos modelos satisfacen los supuestos de un modelo de regresión y pueden utilizarse para estimar *DEFF* para ciertos valores de las variables independientes correspondientes, pero con la precaución necesaria dado el porcentaje de variabilidad explicada.

Para *JMAX* no fue posible obtener un modelo de regresión significativo. El no obtener un modelo (para *JMAX*) o el solo explicar a lo más el 50% de la variabilidad (para *DEFF*) puede ser consecuencia directa de las distintas combinaciones de valores de las variables independientes, esto es, el diseño del experimento. Por tanto es posible que mediante algún otro diseño, que tome en cuenta el objetivo de ajustar un modelo de segundo grado mediante regresión, se obtengan mejores resultados. También es posible que los resultados obtenidos se deban a la cantidad de datos con que se realizó el análisis.

Con los análisis estadísticos se logró ponderar el efecto de las diferentes variables metalúrgicas de los aceros analizados sobre el parámetro de difusión de hidrógeno, lo que permite mediante cálculos matemáticos tener una idea clara del comportamiento que tendrán éstos en campo.

Lo anterior permitirá contar con planes más adecuados de monitoreo de los equipos que manejan hidrógeno, así como los planes de inspección, además de que la técnica de permeación de hidrógeno es mucho más adecuada para monitorear equipos, que las técnicas convencionales. La técnica de permeación permite monitorear los equipos en forma continua o intermitente, ya que las celdas pueden ser colocadas de forma permanente y mediante un equipo de

adquisición de datos lograr tener información continua de la concentración y flujos de hidrógeno a través de las paredes de los equipos.

Las relaciones de correlación encontradas muestran que el flujo de hidrógeno, no es función de unos cuántos parámetros, sino que se requiere de todo un escenario para poder correlacionar o predecir el efecto del hidrógeno en el material. Las relaciones encontradas muestran una mayor ponderación del nivel de inclusiones sobre el resto de los parámetros a evaluar. Las relaciones encontradas permiten predecir con una grado de confianza alto el comportamiento del átomo de hidrógeno dentro de la membrana del metal, además se pudo observar que los parámetros que más influencia tienen sobre los parámetros de flujo de hidrógeno, son las inclusiones y el contenido de azufre, además que estos dos parámetros tienen relación entre sí.

## 6. CONCLUSIONES

Con el trabajo realizado, se concluye:

- 6.1. La difusión del hidrógeno a través de una membrana de acero al carbono, no depende solo de una variable como se ha pensado hasta ahora, sino que es una variable dependiente de un conjunto de eventos metalúrgicos.
- 6.2. Se obtuvo una relación multivariable que cuantifica los efectos ponderados de las diferentes variables metalúrgicas con los parámetros de flujo de hidrógeno.
- 6.3. Con lo mencionado en el punto anterior, y en conjunción con la concentración crítica de hidrógeno en un acero se podrá determinar cualitativamente si éste sufrirá agrietamiento inducido por hidrógeno cuando se encuentre en servicio en ambiente amargo.
- 6.4. Con las ecuaciones obtenidas se podrá determinar el coeficiente de difusión de hidrógeno de un acero al carbono del tipo API 5L, desde que sale de fabricación, de tal forma que al entrar en servicio se tendrá además de su caracterización normal, su comportamiento en ambiente amargo.
- 6.5. Es importante fijar las condiciones de prueba ya que las variables electroquímicas tienen un efecto fuerte sobre los resultados obtenidos.

## 7. TRABAJOS POSTERIORES.

Se recomienda continuar con estudios sobre:

- Flujo de hidrógeno en soldadura y zona afectada por el calor, en aceros al carbono.
- Estudios de permeación de hidrógeno en aceros inoxidables, tanto en metal base como en soldadura.
- Estudios de relación del flujo de hidrógeno con el factor de intensidad de esfuerzos  $K_{ISSC}$ , para aceros de alta resistencia.
- Aplicación de la técnica de permeación de hidrógeno, para sistemas de protección catódica.

## 8. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1) Fontana, M.G. and Green, N.D.; CORROSION ENGINEERING; Second Edition; p. 1-18, 109-115.
- 2) P.F. Timmins; Hydrogen Demage in Steels; ASM International; The Materials Information Society.
- 3) Reyes, F.A., Solis, S.G., Marchetti, S.V.; HIC; Presentación
- 4) Cayard, M.S.; Kane, R.D.; Joia, C.J.B.; Correia, L.A.; Methodology for the application of hydrogen flux monitoring devices to assess equipment operating in wet H<sub>2</sub>S service; CORRION 98, San Diego, CA.
- 5) Hydrogen Flux Monitoring of Steel Equipment in H<sub>2</sub>S Contact
- 6) Timmins, P.F.; Solution to Hydrogen Attack in Steels; ASM International; p. 51-99.
- 7) Oriani, R.A.; Hydrogen in Metals; Proc. Conf. Fundamental Aspects of Stress Corrosion Cracking; Staehle, A.J. Forty, and Van Roogen D.; Ed. NACE, 1967; p. 32-50
- 8) G.M. Pressouyre, " Current Solutions to Hidrogen Problems," presented at ASM Conf. Hydrogen Damage in Steels (Washington, D.C.), American Society for Metals, 1982
- 9) Metals Hándezbook, 7th ed., American Society for Metals, 1948, p 1208
- 10) M.L. Hill and E.W. Johnson The Solubility of Hydrogen in Alpha Iron, Trans. AIME, Vol. 221 (No. 12), Dec 1961, p 622-629
- 11) W. Geller and T. Sun, Influence of Alloy Additions on Hydrogen Diffusion in Iron and Contributions to the system Iron-Hydrogen, Arch. Eisenhüttenwes, Vol. 21, 1950, p 423-430
- 12) L.S. Darken and R.P. Smith, Behavior of Hydrogen in Steel during and after Immersion in Acid, Corrosion, Vol. 5, 1949. p 1-16
- 13) J.R. Manning, and Theory of Diffusion, Diffusion, American Society for Metals, 1973, p 1-24
- 14) E.W. Johnson and M.L. Hill, The Diffusivity of Hydrogen in Alpha Iron, Trans. AIME, Vol. 218, Dec 1960, p 1104-1112.

- 15)J.D. Hobson, the Diffusion of Hydrogen in Steel at Temperatures of – 78°C to 200°C, J. Iron Steel Inst., Vol. 189,1958, p 315 –321
  - 16)J. Volkl and G. Alfred, Diffusion of Hydrogen in Metals, Hydrogen in Metals, Vol.1, Basic Properties, G. Alfred and J. Volkl, Ed., Springer-Verlag, Berlin, 1978, p 327-329.
  - 17)C.A. Wert, Trapping of Hydrogen in Metals, Hydrogen in Metals, Vol. 2, Application Oriented Properties, G, Alfred and J. Volkl, Ed., Springer-Verlag, Berlin, 1978. p 305-330
  - 18)A. McNabb and P.K. Foster, A New Analysis of the Diffusion of Hydrogen in Iron and Ferritic Steels, Trans. AIME, Vol. 227, June 1963, p 618-627}
  - 19)H. johnson, N. Quick, and A.J. Kunnick, Hydrogen Trapping Mechanisms by Permeation Techniques, Scr. Metall., Vol. 13,1979, p 67-72
  - 20)G.M. Pressouyre, A Classification of Hydrogen Traps in Steel, Metall. Trans., Vol. 10A, Oct 1979, p 1571-1579.
- 
- 21)P.K. Foster, A. McNabb, and C.M. Payne, On the Rate of Loss of Hydrogen from Cylinders of Iron and Steel, Trans. AIME, Vol. 233,1965, p 1022-1031.
  - 22)A.J. Kunnick and H.H. Johnson, Steady State Hydrogen Transport through Zone Refined Irons, Metall. Trans., Vol. 6A, May 1975, p 1087-1091.
  - 23)W.E. Erwin and J.G. Kerr, The Use of Quenched and Tempered 21/4Cr-1Mo Steel for Thick Wall Reactor Vessels in Petroleum Research and Application, Weld. Res. Counc. Bull., No. 275, Feb 1982; Welding Refinery Processes: An Interpretive Review of 25 Years of Research and Application, Weld. Res. Counc. Bull., No. 275, Feb 1982.
  - 24)W.W. Johnson and S.J. Hudak, Hydrogen Embrittlement of Austenitic Stainlees Steel Weld Metal with Special Consideration Given to the Effects of Sigma Phase, Weld. Res. Counc. Bull., No. 240, Aug 1978.
  - 25)R. Coe and J. Moreton, Estimation of Diffusivity Coefficients for Hydrogen in Ferrous Materials, Br, Weld. J., Vol. 14 (No. 6), june 1967, p 313-320.

- 26) G.H. Geiger and O.F. Angeles, The Relationship between Shutdown Procedures and Possible Hydrogen-Induced Flaking in Thick-Wall Hydrogenation Reactors, Proc. API Div. Refining, Vol. 50, 1970, p 892-921.
- 27) F.W. Vitovec, paper presented at ASM Conf. Hydrogen Damage in Steels (Washington, DC), American Society for Metals, 1982.
- 28) P.G. Shewman, Hydrogen Attack of Carbon Steel, Metall. Trans., Vol.7A, 1976, p 279-286
- 29) C.G. Interrante, G.A. Nelson, and C.M. Hudgens, Interpretive Report on Effect of Hydrogen in pressure Vessel Steels, Weld. Res. Counc. Bull., No. 145, Oct 1969, p 33-42.
- 30) R.M. Latanision, H.G. Gastine, and C.R. Compeau, Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement: Differences and Similarities, Environment – Sensitive Fracture of Engineering Materials, 1977, p 48-70
- 31) A.W. Thompson and I.M. Bernstein, Metallurgical Variables in Hydrogen -Assisted Environmental Fracture ,Adv. Corros. Sci. Technol., Vol 7, 1980, p 53-175.
- 32) R. S. Treseder, Influence of Yield Strength on Anodic Stress Corrosion Cracking Resistance of Weldable Carbon and Low Alloy Steels with Yield Streengths Below 100 ksi, Weld. Res. Counc- Bull., Nov. 1978, p 27-33
- 33) B.F Brown "Stress Corrosion Cracking and Related Phenomena in High Strength Steels, Report 6041, National Research Laboratory, 6 Nov 1963

- 34) E.H. Phelps Mechanism of Cracking of High Strength Martensitic Stainless Steels in Sodium Chloride Solutions Proc. Conf, Fundamental Aspects of Stress Corrosion Cracking, R.W Staehle, A.J. Forty, and D. van Roogen, Ed, National Association of Corrosion Engineers, 1967, p 398.
- 35) C.G. Interrante, G.A. Nelson, and C.M. Hudgens, Interpretive Report on, Effect of Hydrogen in Pressure Vessel Steels, Weld. Res. Counc, Bull., No. 145, Oct 1969, p 26-29.
- 36) M.R. Louthan, - Jr, and R.P. McNitt, The Role of Test Technique in Evaluating Hydrogen Embrittlement Mechanisms, Efect of Hydrogen on Behavior of Materials, A.W. Thompson and I.M. Bernstein, Ed., TMS-AIME, 1976, p 496-506
- 37) C.A. Zapffe and C.E. Sims, Hydrogen Embrittlement, internal Stress and Defects in Steel, Trans AIME Vol. 145, p 145, 1941 p 225-259.
- 38) A.R. Troiano, The role of Hydrogen and Other Interstitials in the Mechanical Behavior of Metals, Trans. ASM, Vol. 52, 1960, p 54-80
- 39) R.A. Oriani A Mechanistic Of Hydrogen Embrittlement of Steels, Ber. Bunsenges. Phys. Chem., Vol 76, 1972, p 848-857.
- 40) N.J. Petch and P. Stables, Delayed Fracture of Metals under Static Load, Nature, Vol 169,1952, p 842-843
- 41) N.J. Petch Lowering of the Fracture Stress due to Surface Adsorption, philos. Mag., Vol 1, 1956, p 331-335
- 42) C.D. Beachem, A New Model for Hydrogen Assisted Cracking (Hydrogen "Embrittlement"), Metall Trans., Vol 3 (No. 2) Feb 1972, p 437-451
- 43) D.G. Westlake, A Generalized Model for Hydrogen, Embrittlement, ASM, Vol 62,1969, p 1000-1006
- 44) P. Bastien and P. Azou, Effect of Hydrogen Deformation and Fracture of and Steel in Simple Tension, Proc. 1<sup>ST</sup> World Metallurgical Congress, American. Society for Metals, 1951, p 535-552

- 45)J.K. Tien, S.V. Nair, and R.R. Jensen, Dislocation Sweeping of Hydrogen and Hydrogen Embrittlement , Hydrogen effects in Metals, I.M. Bernstein and A.W. Thompson Ed., TMS-AIME, 1980, p 37-56.
- 46)G.M. Pressoyre, Industrial Implications of Hydrogen, 3rd *Int. Congress on Hydrogen and Materials*, Vol 1, P. Azou, Ed., Ecole Centrale, Paris, 1982, p 1-30
- 47)J.D. Hobson and C. Sykes, Effect of Hydrogen on the Properties of Low-Allo Steels, *J. Iron Steel Inst.*, Vol 169, Oct 1951, p 209-220
- 48)T- Toh and W.M. Baldwin, Ductility of Steel with Varying Concentrations of Hydrogen, *Stress Corrosion Cracking and Embrittlement*, w.d. Robertson Ed., John Wiley & Sons, 1956, p 176-186
- 49)J.T. Brown and W.M. Baldwin, Jr. Hydrogen Embrittlement of Steels, *J. Met.*, Vol 6, Feb 1954, p 298-303
- 50)R.P Wei, K. Klier, G.W Simmons, and YT. Chou, "Fracture Mechanics and Surface Chemistry Investigation of Environment-Assisted Crack Growth," presented at A.R. Troiano Festchrift on Hydrogen Embrittlement and Stress Corrosion Cracking, Case Western Reserve University, 2-3 June 1980
- 51)J.M Hodge, M.A. Orehoski, and J.E. Steiner, Effect of Hydrogen Content on Susceptibility to Flaking, *Trans AIME*, Vol 230, Aug 1964, p 1182-1192
- 52)J.E. Steiner, "Control of Flaking and Other Hydrogen Problems in Heavy forgings," presented at ASM Conf. Hydrogen Damage in Steels (Washington, DC), American Society for Metals, 1982
- 53)J.A. Kargol and C.G. Interrante, paper presented at ASM Conf. Hydrogen Damage in Steels (Washington, DC), American Society for Metals, 1982
- 54)D.D. Perlmutter and B.F Dodge, Effects of Hydrogen on Properties of Metals, *Ind Eng. Chem.*, Vol 48 (No. 5), May 1956, p 885-893.

- 55) W. Hofmann and W. Rauls, Ductility of Steel under the Influence of External High Pressure Hydrogen, Weld, J., Vol 44 (No.5), May 1965, p 225s-320s
- 56) G.G. Hancock and H-H. Johnson, Hydrogen, Oxygen, and Subcritical Crack Growth in a High-Strength Steel, *Trans. AIME*, Vol 236, April 1966, p 513-516
- 57) R.A. Oriani, Hydrogen Embrittlement of Steels, *Ann. Rev Mater. Sci.*, 1978, p 327-357
- 58) Terminology for Fracture Testing," E 616-82, *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 10, ASTM, 1982.
- 59) W. Thompson and I.M. Bernstein, in Hydrogen Effects in Metals, I.M. Bernstein and A.W. Thompson, Ed., TMS-AIME, 1980, p291
- 60) C.G. Interrante, paper presented at ASM Conf. Hydrogen Damage in Steel (Washington, DC), American Society for Metals, 1982
- 61) G.M. Presssoure, paper presented at ASM Conf. Hydrogen Damage in Steel (Washington, DC), American Society for Metals, 1982
- 62) H.W. Pickering and M. Zamanzadeh, in Hydrogen Effects in Metals, I.M. Bernstein and A.W. Thompson, Ed., TMS-AIME, 1980, p143
- 63) Work by C. Ouichi en al., cited in Effect of Hydrogen on Behavior of Materials, A.W. Thompson and I.M. Bernstein, Ed., TMS-AIME, 1976, p41
- 64) M. Iino et al., paper presented at ASM Conf Hydrogen Damage in Steel (Washington, DC), American Society for Metals, 1982
- 65) G. Philipponeau et al., paper presented at ASM Conf. Hydrogen Damage in Steel (Washington, DC), American Society for Metals, 1982
- 66) K.G. Schmitt-Thomas et al., in 2nt Int. Congress Hydrogen in Metals, Paper 4A6, Pergamon Press, 1977
- 67) G.G.Hancock and E.E. Johnson, *Trans. AIME*, Vol 236, 1966, p207
- 68) R. Clermont et al., in 2<sup>nd</sup> Int. Congress Hydrogen in Metals, Paper 1A2, Pergamon Press, 1977

- 69)McBreen and M.A. Genshaw, in Proc. Conf. Fundamental Aspects of SCC, Oh State University, 1967, p51
- 70)K.Suzuki et al., Paper S473, presented at 101st Iron Steel Inst. Meeting, 1981
- 71)World Oil, July 1974
- 72)F.F.Lyle, Jr., et al., Mater. Perform. Vol 231, 1978, p24
- 73)G. Herbsleb et al., Corrosion, Vol 36, 1981, p247
- 74)Y.S. Agarwala and J.J.Deluccia, Paper 226, presented at Corrosion '79, Nation Association Of Corrosion Engineers, 1979
- 75)Saito et al., in Proc. 2<sup>nd</sup> JIM Int. Symp. Hydrogen in Metals, Japan Institute Metals, 1979, p 469
- 76)S.S. Chatterjee and H.W. Pickering, in Effect of Hydrogen on Behavior of Materials A.W. Thompson and I.M. Bernstein, Ed., TMS-AIME, 1976, p182
- 77)Singh, in 2<sup>nd</sup> Int. Congress Hydrogen in Metals, Paper 3E3, Pergamon Press, 19
- 78)B.J. Berkowitz, Scr. Metall., Vol 10, 1976, p871
- 79)Ogunleye, in 2<sup>nd</sup> Int. Congress Hydrogen in Metals, Paper 1F6, Pergamon Press 1977
- 80)Crank, The Mathematics of Diffusion, Clarendon Press. Oxford, U.K., 1956
- 81)W.J. Tropf and D. Kuhlmann-Wilsdorf, in Proc. Int. Conf. Hydrogen in Metals, I.M. Bernstein and A.W. Thompson, Ed., American Society for Metals, 1974, p739
- 82)D. Dubois et al., paper presented at ASM Conf. Hydrogen Damage in Steel (Washington, DC), American Society for Metals, 1982
- 83)B. Vialatte, paper presented at ASM Conf. Hydrogen Damage in Steel (Washington, DC), American Society for Metals, 1982
- 84)Kinoshita et al., paper presented at ASM Conf. Hydrogen Damage in Steel (Washington, DC), American Society for Metals, 1982

- 85) J.W. Thomas and E.W. Klechka, in Effect of Hydrogen on Behavior of Materials, A.W. Thompson and I.M. Bernstein, Ed., TMS-AIME, 1976, p542
- 86) J.P. Hirth, Metall. Trans. A, Vol 11, 1980, p 861
- 87) C.A. Wert, Trapping of Hydrogen in Metals, Vol 2, Application Oriented Properties, G. Alefeld and J. Volkl, Ed., Springer-Verlag, Berlin, 1978, 305.330
- 88) G.M. Pressouyre, Metall. Trans., Vol 10A, Oct 1979, p 1571
- 89) U.P. Levchenko et al., Cernaja Metall., Vol 10, 1975, p116
- 90) A.A. Sheinker, Tech. Report ONR, No. ER-7814-4, Creusot-Loire, 1978
- 91) W.F. Savage, paper presented at Int. Symp. Sulfide Inclusions in Steel (Rochest NY), 1974
- 92) Y.M. Tupilko et al., Izv. V.UZ. Chernaya Metall., Vol 4, 1976, p 131
- 93) T. Inoue et al., in Proc. 2nd JIM Int. Symp. Hydrogen in Metals, Japan Institute Metals, 1979, p 433
- 94) Fukuzuka et al., Tetsu-to-Hagané (J. Iron Steel Inst. Jpm.), Vol 64, 1978, p s\_837
- 95) J.A. Brooks and A.W. Thompson, in Proc. Int. Conf. Hydrogen in Metals, I.M. Bernstein and A.W. Thompson, Ed., American Society for Metals, 1974, p 527
- 96) R. Gibala and D.S. De Miglio, in Hydrogen Effects in Metals, I.M. Bernstein and A.Thompson, Ed., TMS-AIME, 1980, p 113
- 97) M.F. Stevens et al., in 2<sup>nd</sup> Int. Congress Hydrogen in Metals, Pergamon Press, 1977
- 98) G.M. Pressouyre, Acta Metall., Vol 28, 1980, p 895
- 99) G.M. Pressouyre and I.M. Bernstein, Metall. Trans., Vol 12A, 1981, p 835
- 100) G.M. Pressouyre and I.M. Bernstein, Acta Metall., Vol 27, 1979, p 89
- 101) H.Y. Yu and J.C.M. Li, Nucl. Met. Vol 20, 1976, p 872
- 102) Shibata and K. Ono, Mater. Sci. Eng., Vol 34, 1978, p 131

- 103) Iino, Metall. Trans., Vol 9 A, 1978, p 1581
- 104) J.C.M. Li, Metall. Trans., Vol 9 A, 1978, p 1353
- 105) Y. Ito et al., Tetsu-to-Hagamé (J. Iron Steel Inst. Jpn.) Vol 66, 1980, p 647
- 106) F. Terasaki et al., Sumitomo Search, No. 19, 1978, p 103
- 107) T. Taira et al., Corrosion, Vol 37, 1981, p 5
- 108) Beguinot and G.M. Pressouyre, C.L. Tech. Rep. No. 80528, Creusot-Loire, 1980
- 109) P.E. Waudby, Int. Met. Rev., Vol 2, 1978, p 74
- 110) Sanbongi, Trans. Iron Steel Inst. Jpn., Vol 19, 1979, p 1
- 111) Luyck et al., Metall. Trans., Vol 1, 1970, p 3341
- 112) Y. Nakai et al., Trans. Iron Steel Inst. Jpn., Vol 19, 1979, p 401
- 113) I.G. Davies et al., Met Technol., Vol t, 1974, p 241
- 114) T. Taira et al., paper presented at ASM Conf. Hydrogen Damage in Steel (Washington, DC), American Society for Metals, 1982
- 115) W.G. Wilson, AIME Electrical Furnace Conf., Vol 31, 1973, p 154
- 116) G.M. Pressouyre and C.Zmudzinski, paper presented at 4<sup>th</sup> World Hydrogen Energy Conf. (Pasadena), International Association for Hydrogen Energy, 1982
- 117) D.D. Mason, Philos. Mag., Vol 39, 1979, p 455
- 118) C.J. MacMahon et al., in Proc. Int. Conf. Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys, National Association of Corrosion Engineers, 1973, p 649
- 119) Broek, David; ELEMENTARY ENGINEERING FRACTURE MECHANICS; Fourth revised edition; Kluwer Academic Publishers.
- 120) I.M. Bernstein and B.B. Rath, Metall. Trans., Vol 4, 1973, p 1545
- 121) Ikeda, A.; Kaneko, T.; Terasaki, F.; Influence of Environmental Conditions and Metallurgical Factors on Hydrogen Induced Cracking of Line Pipe Steel; Central Research laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd.; NACE CORROSION 80; Mrch 3-7, 1980 palmer House Chicago, Illinois.

- 122) Yoshino, Y.; Metallurgical Influences on the Hydrogen Uptake by Steel in H<sub>2</sub>S Environment; CORROSION-NACE, Vol. 39, No. 11, November, 1983; pp 435-444.
- 123) Hay, M.G.; Correlation of laboratory hydrogen induced cracking test environments with field sour gas environments using hydrogen permeation measurements; CORROSION 91; The NACE annual conference; Cincinnati, Ohio.
- 124) Boellinghaus, Th.; Hoffmeister, H.; Klemme, J.; Alzer, H.; Hydrogen Permeation in a Low carbon Martensitic Stainless Steel Exposed to H<sub>2</sub>S Containing Brines at Free Corrosion; CORROSION NACEExpo99; San Antonio, TX; April 25-30
- 125) ASTM Designation G 148-97; Standard practice for hydrogen uptake, permeation and transport in metals by an electrochemical technique.
- 126) Morris, D.R.; Sastri, V.S.; Elboujdani, M.; Revie, R.W.; Electrochemical sensors for monitoring hydrogen in steel; CORROSION ENGINEERING; 1994; NACE International.
- 127) Manolatos, P.; Jerome, M.; Galland, J.; Necessity of palladium coating to ensure hydrogen oxidation during electrochemical permeation measurement on iron.
- 128) Abayarathna; Ali Naragi; Overview of hydrogen permeation measurement and monitoring techniques; CORROSION 98.
- 129) Hay, M.G.; Rider, W.; Integrity management of a HIC-damaged pipeline and refinery pressure vessel through hydrogen permeation measurements; CORROSION 98.
- 130) Yépez, O.; Báez, V.; Vera, J.R.; A new concept for hydrogen permeation monitoring; CORROSION 99.
- 131) Yamakawa, K.; Nishimura, R.; Hydrogen permeation of carbon steel in weak alkaline solution containing hydrogen sulfide and cyanide ion.; Corrosion Science and Technology, NACE International 1999.

## 9. LISTADO DE TABLAS

- 1) Ejemplos de inhibidores.
- 2) Dependencia del coeficiente de difusión aparente (Dapp) con el pH de la solución corrosiva<sup>(125)</sup>
- 3) Determinación de la concentración crítica para iniciación de daño por hidrógeno a 25°C.
- 4) Coeficientes de difusión promedio del acero 13%Cr modificado a temperaturas elevadas.
- 5) Condiciones de ensayos preliminares
- 6) Condiciones de ensayos finales
- 7) Análisis químico de la placa ASTM A36 para ensayos preliminares
- 8) Pruebas mecánicas de la placa ASTM A36 para ensayos preliminares
- 9) Análisis metalográfico de la placa ASATM A36 para ensayos preliminares
- 10) Análisis químico de los saceros para ensayos finales
- 11) Pruebas mecánicas de los saceros para los ensayos finales.
- 12) Análisis metalográfico de los aceros para ensayos finales.
- 13) Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno de acero ASTM A36 para ensayos preliminares
- 14) Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno muestra #1.
- 15) Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno muestra #2.
- 16) Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno muestra #3.
- 17) Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno muestra #4.
- 18) Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno muestra #5.
- 19) Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno muestra #6.
- 20) Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno muestra #7.
- 21) Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno muestra #8.
- 22) Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno muestra #9
- 23) Evaluación del agrietamiento inducido por hidrógeno muestra #10.
- 24) Parámetros difusivos obtenidos en ensayos preliminares.
- 25) Parámetros difusivos de los ensayos finales.

- 26) Extracto de resultados de los ensayos finales
- 27) Coeficientes de difusión
- 28) Concentración de hidrógeno sub-superficial.
- 29) Difusividad efectiva de hidrógeno.
- 30) Masa de hidrógeno que cruza el espesor de la muestra.
- 31) Flujo de hidrógeno a través de la muestra
- 32) Correlaciones muestrales.

## 10. LISTADO DE FIGURAS.

- 1) Esquema que ilustra la definición (c) concerniente a la metalurgia extractiva.
- 2) Esquema del mecanismo general de la corrosión.
- 3) Líneas de conducción en Alaska. (Trans Alaska).
- 4) Aspecto de una refinería.
- 5) Plataforma marina de producción petrolera.
- 6) Aspecto de daños por corrosión, tanto macros como micros.
- 7) Aspecto de un tramo de tubo dañado por ampollamiento por hidrógeno
- 8) Esquema de la penetración del hidrógeno a través de la pared de acero.
- 9) Relación de tamaños del átomo de hidrógeno, y los espacios intersticiales de la red del Fe.
- 10) Aspecto de una tubería dañada por HIC. Corte transversal.
- 11) Efecto de la forma de las inclusiones de FeS en la permeación de hidrógeno.
- 12) Diagrama de equilibrio para el sistema hierro-hidrógeno
- 13) Solubilidad del hidrógeno en  $\alpha$  hierro a 100 atm de gas hidrógeno
- 14) Difusividad del hidrógeno en hierro
- 15) Esquema de las trampas de hidrógeno
- 16) Efecto del contenido de Hidrógeno en la reducción de área para un acero 3Cr-Mo tratado térmicamente a varios niveles de resistencia. Los valores adyacentes a las curvas representan la resistencia a la tensión.
- 17) Ductilidad de un acero SAE 1020 en función de la relación de esfuerzo y temperatura. Superior, recocido a 675°C por 168 hrs. Inferior, Cargado catódicamente a 1A/cm por 1 hora en una solución al 4% de  $H_2SO_4$ , conteniendo Poisones de Fósforo y Azufre.
- 18) Efecto del hidrógeno en defectos. B) Ejemplos de defectos.
- 19) Parámetros para el grupo de defectos que atraparán Hidrógeno

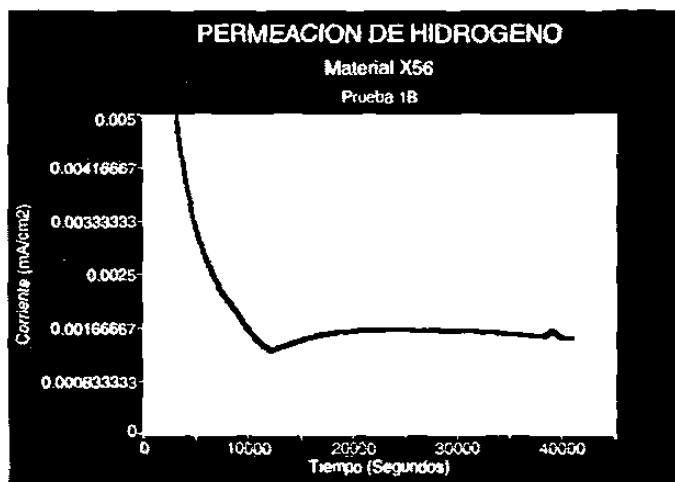
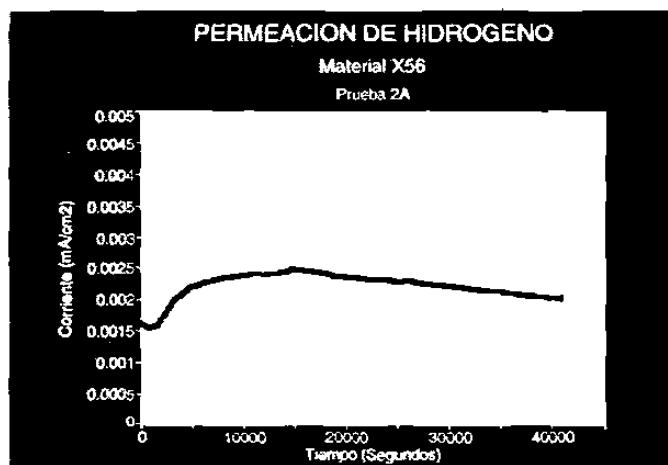
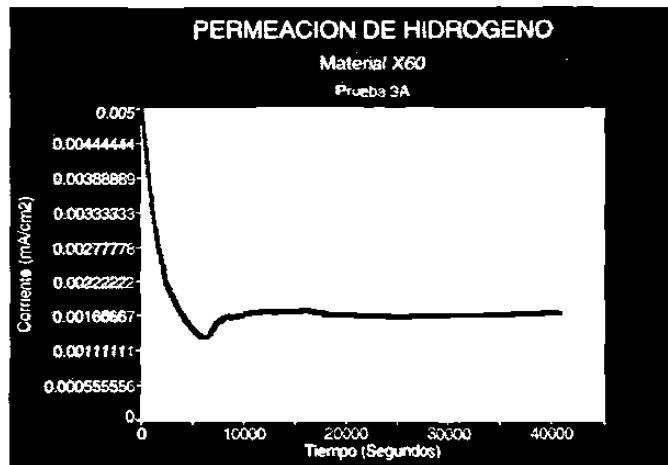
- 20) Efectos de la superficie
- 21) Niveles de desgasificación para niveles de esfuerzos aplicados en servicio
- 22) Ejemplo de tratamiento característico de Ca-RE
- 23) Influencia del contenido de sulfuro del acero en forma de MnS
- 24) Relación entre la densidad del HIC y la densidad del MnS
- 25) Relación de susceptibilidad al daño por hidrógeno, dependiendo del tipo de tratamiento térmico y microestructura.
- 26)a).- Curva de crecimiento de grieta; b).- Curva de resistencia residual.
- 27) Los campos de acción de la mecánica de fractura.
- 28) Los tres modos de carga.
- 29) Una grieta en un cuerpo arbitrario.
- 30) Superficie de fractura intergranular por corrosión bajo esfuerzos, en una aleación de Aluminio 7079 (Cortesía de Van Leeuwen).
- 31) Corrosión bajo esfuerzos de una aleación de aluminio 7079 en agua con sal (izquierda) y en aire húmedo (derecha) (Cortesía de Hartman).
- 32) Técnicas de Monitoreo Intrusivas y No Intrusivas
- 33) Comportamiento del flujo de hidrógeno en el experimento de Kane.
- 34) *Diagrama esquemático del circuito experimental. M representa la membrana, cathode representa el lado catódico de la membrana ( $X = 0$ ), y el opuesto anode, es el lado anódico de la membrana ( $X = L$ ). R, se refiere al electrodo de referencia conectado a través de un capilar de Luggin.*
- 35) *Esquema experimental para medición de la permeación de hidrógeno usando la técnica convencional propuesta por Devanathan y Stachurski*
- 36) Cámara de recubrimiento al alto vacío Denton Vacumm Desk II
- 37) Celda Hull para determinar los parámetros de electrodepositación
- 38) Técnica de electrodepositación
- 39) Aplicación del recubrimiento Pallamerse
- 40) Sistema de medición de permeación de hidrógeno a través de membranas

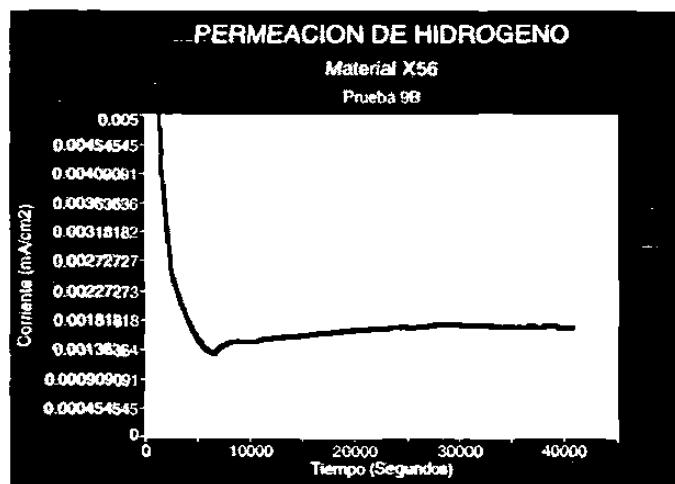
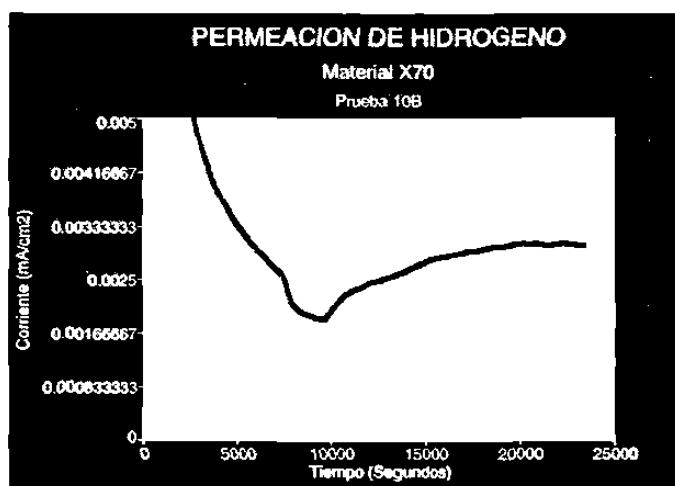
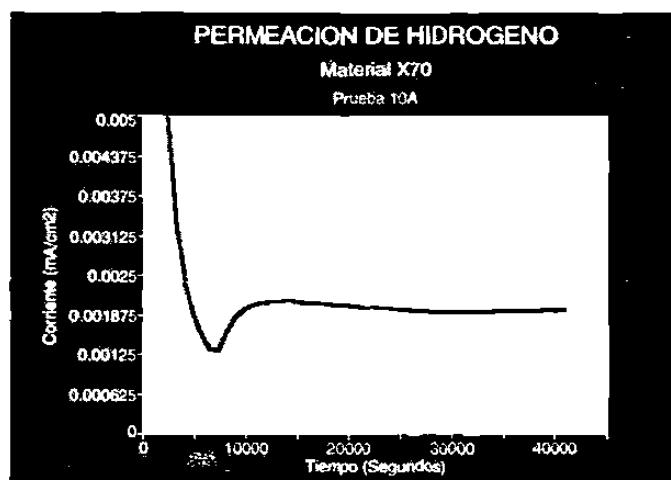
- 41) Celda electroquímica de difusión
- 42) Esquema que muestra los diferentes parámetros a encontrar en el método gráfico.
- 43) Nivel de inclusiones de la placa ASTM A36.100X
- 44) Microestructura de la placa ASTM A36. 100X. Atacada con nital.
- 45) Nivel de inclusiones de la muestra 1. 100X
- 46) Nivel de inclusiones de la muestra 2. 100X
- 47) Nivel de inclusiones de la muestra 3. 100X
- 48) Nivel de inclusiones de la muestra 4. 100X
- 49) Nivel de inclusiones de la muestra 5. 100X
- 50) Nivel de inclusiones de la muestra 6. 100X
- 51) Nivel de inclusiones de la muestra 7. 100X
- 52) Nivel de inclusiones de la muestra 8. 100X
- 53) Nivel de inclusiones de la muestra 9. 100X
- 54) Nivel de inclusiones de la muestra 1 Nivel de inclusiones de la muestra 10.  
100X.
- 55) Microestructura de la muestra 1. 100X. Atacada con nital
- 56) Microestructura de la muestra 2. 100X. Atacada con nital
- 57) Microestructura de la muestra 3. 100X. Atacada con nital
- 58) Microestructura de la muestra 4. 100X. Atacada con nital
- 59) Microestructura de la muestra 5. 100X. Atacada con nital
- 60) Microestructura de la muestra 6. 100X. Atacada con nital
- 61) Microestructura de la muestra 7. 100X. Atacada con nital
- 62) Microestructura de la muestra 8. 100X. Atacada con nital
- 63) Microestructura de la muestra 9. 100X. Atacada con nital
- 64) Microestructura de la muestra 10. 100X. Atacada con nital
- 65) Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #1 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital.
- 66) Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #2 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital.

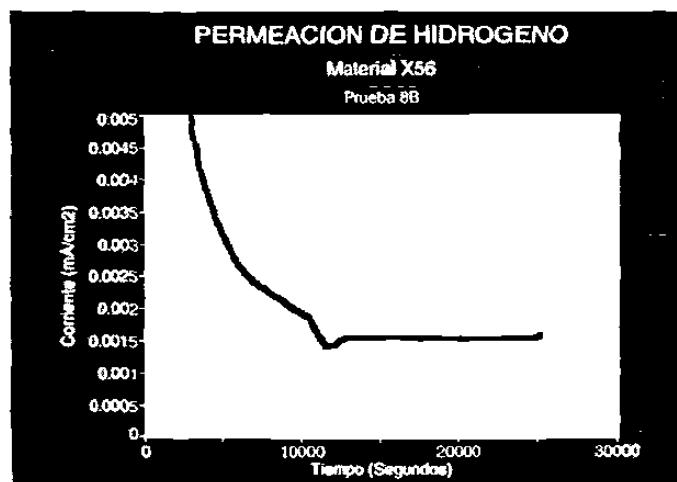
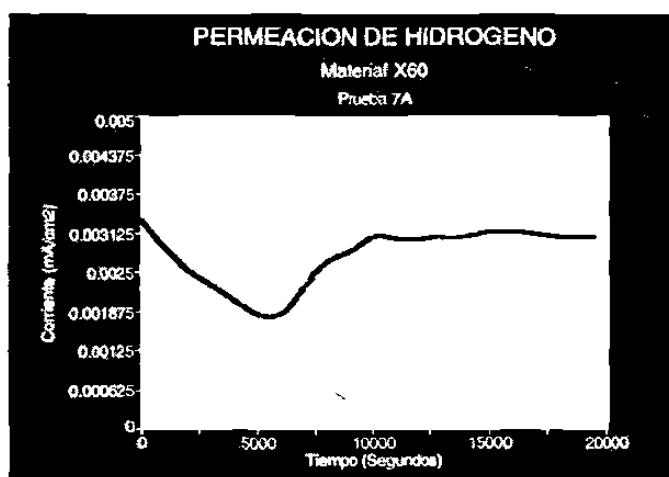
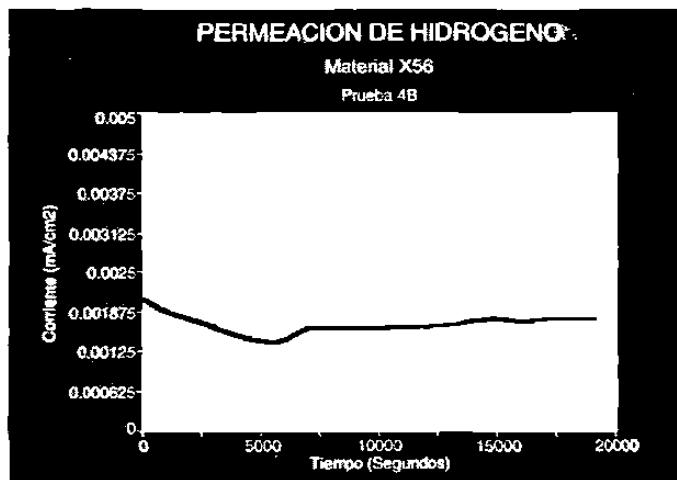
- 67) Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #3 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital.
- 68) Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #4 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital.
- 69) Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #5 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital.
- 70) Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #6 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital.
- 71) Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #7 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital.
- 72) Aspecto de las grietas encontradas en la muestra #8 después del ensayo de HIC. 100X. Atacada con Nital.
- 73) Esquema ilustrando la condición de la entrada de hidrógeno (Carga en  $X=0$ ) y el lado se la salida ( $X=L$ ).  $C^{\circ}$  y  $C$  son las concentraciones de hidrógeno en la membrana a  $X=0$  y a  $X=L$  respectivamente.
- 74) Relación de la dureza con el daño por hidrógeno
- 75) Relación de la globalización con el daño por hidrógeno
- 76) Relación de la globalización con el daño por hidrógeno
- 77) Relación de la globalización con el daño por hidrógeno

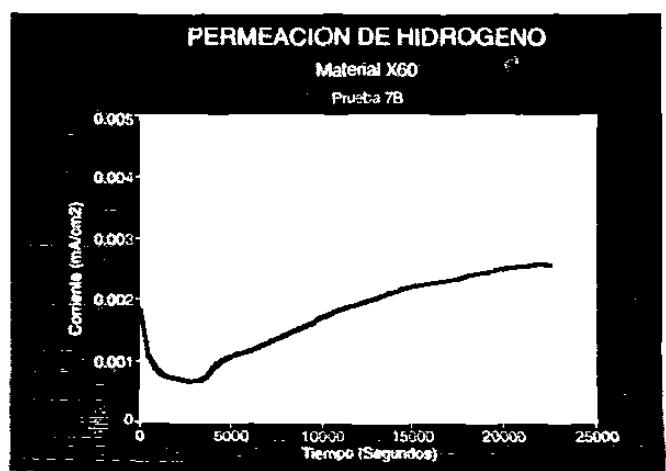
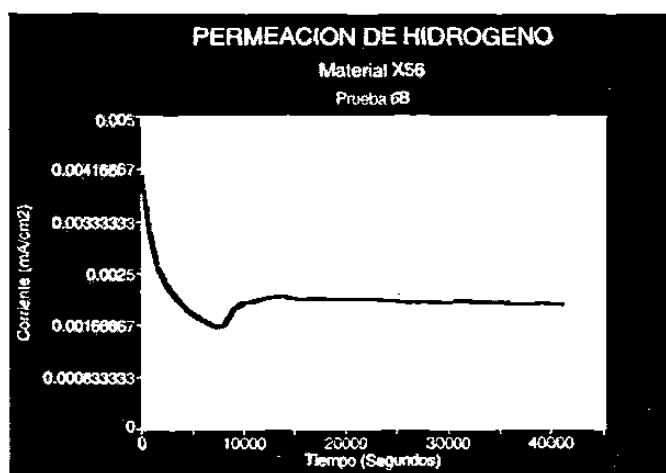
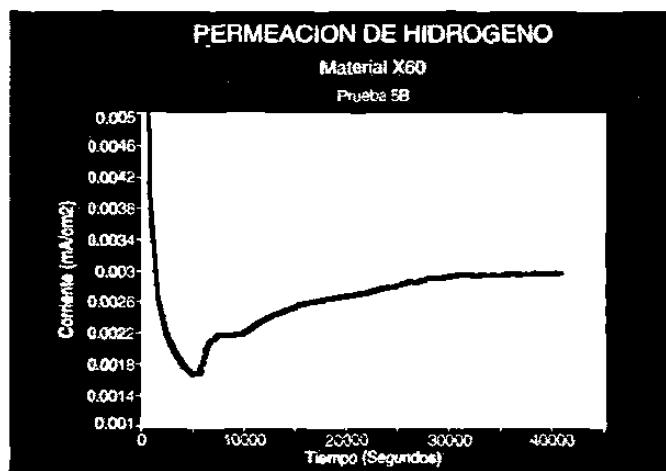
## 11 APÉNDICES.

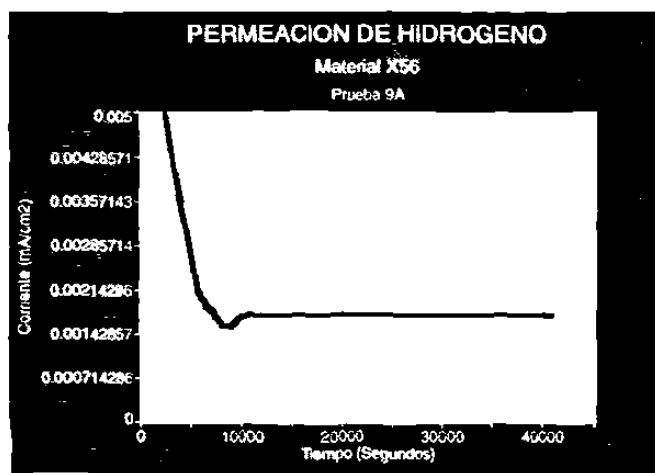
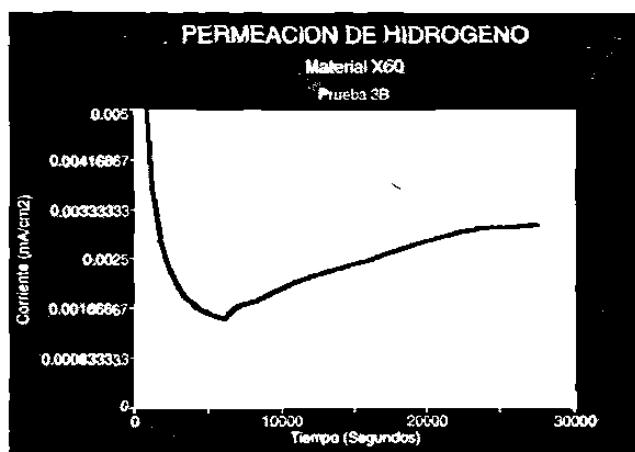
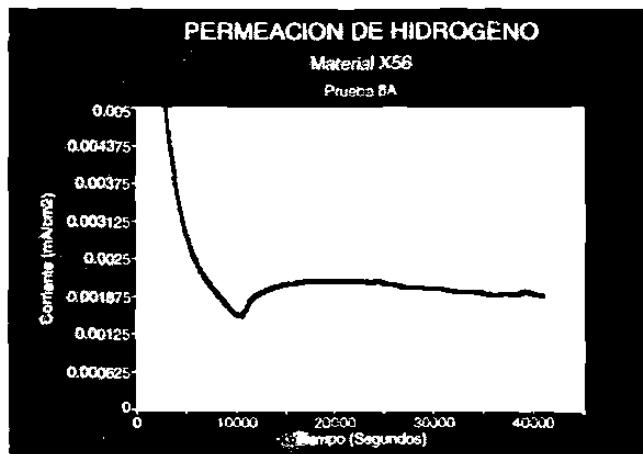
11.1. Apéndice 1.- Algunas gráficas obtenidas en el equipo electroquímico, durante la fase experimental.





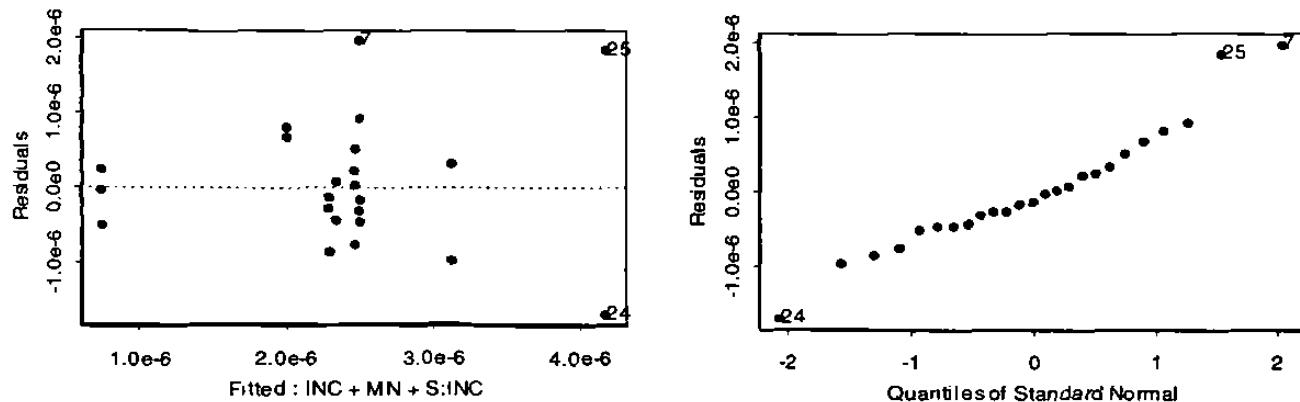




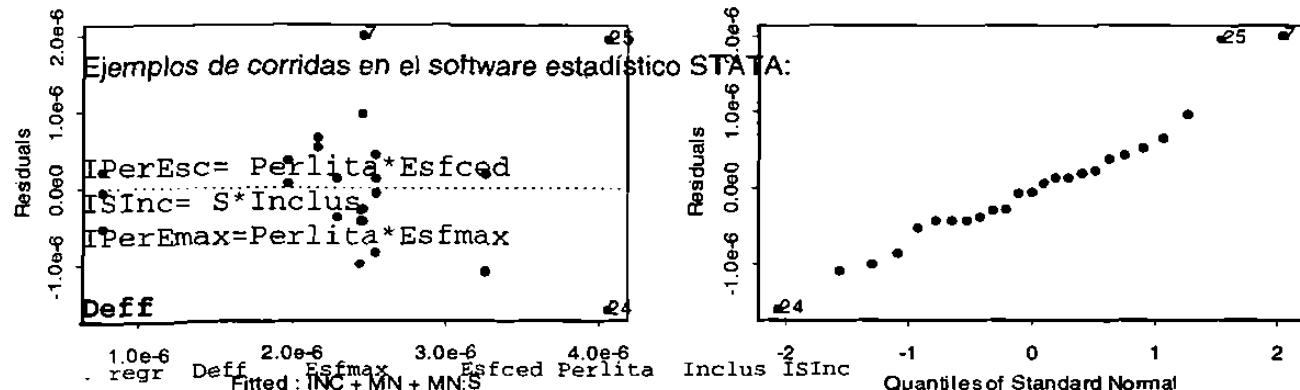


**11.2. Apéndice 2.- Diagramas para modelos de DEFF: valores ajustados vs. residuales y de papel normal para residuales.**

**PRIMER MODELO PARA DEFF:  $E(DEFF) = \beta_0 + \beta_1 INC + \beta_2 MN + \beta_3 S:INC$**



**SEGUNDO MODELO PARA DEFF:  $E(DEFF) = \beta_0 + \beta_1 INC + \beta_2 MN + \beta_3 MN:S$**



regr Deff Esfmax Esfced Perlita Inclus ISInc

	Source	SS	df	MS
	Model	7.8953e-12	5	1.5791e-12
	Residual	1.9978e-12	11	1.8162e-13
	Total	9.8930e-12	16	6.1831e-13

Number of obs = 17  
 $F(5, 11) = 8.69$   
 $P > F = 0.0015$   
 $R^2 = 0.7981$   
 $Adj R^2 = 0.7063$   
 $Root MSE = 4.3e-07$

Deff	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]
Esfmax	-5.43e-08	1.06e-08	-5.142	0.000	-7.76e-08 -3.11e-08
Esfced	4.01e-08	1.35e-08	2.977	0.013	1.05e-08 6.97e-08
Perlita	2.73e-07	5.69e-08	4.801	0.001	1.48e-07 3.99e-07
Inclus	-1.20e-06	1.88e-07	-6.357	0.000	-1.61e-06 -7.83e-07
ISInc	.000007	.0000109	6.400	0.000	.000046 .0000941
_cons	.0000102	4.02e-06	2.530	0.028	1.32e-06 .000019

. regr Deff IPerEsc Esfmax Esfcde Inclus ISInc

Source	SS	df	MS	Number of obs = 17		
Model	7.8849e-12	5	1.5770e-12	F( 5, 11) = 8.64		
Residual	2.0081e-12	11	1.8256e-13	Prob > F = 0.0015		
Total	9.8930e-12	16	6.1831e-13	R-squared = 0.7970		
				Adj R-squared = 0.7048		
				Root MSE = 4.3e-07		

Deff	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]
IPerEsc	6.65e-10	1.39e-10	4.783	0.001	3.59e-10 9.70e-10
Esfmax	-5.40e-08	1.05e-08	-5.122	0.000	-7.72e-08 -3.08e-08
Esfced	1.89e-08	1.15e-08	1.639	0.129	-6.48e-09 4.43e-08
Inclus	-1.20e-06	1.90e-07	-6.332	0.000	-1.62e-06 -7.84e-07
ISInc	.0000702	.000011	6.375	0.000	.000046 .0000944
_cons	.0000187	4.67e-06	4.008	0.002	8.44e-06 .000029

. regr Deff Esfmax IPerEsc Inclus ISInc

Source	SS	df	MS	Number of obs = 17		
Model	7.3946e-12	4	1.8486e-12	F( 4, 12) = 8.88		
Residual	2.4985e-12	12	2.0821e-13	Prob > F = 0.0014		
Total	9.8930e-12	16	6.1831e-13	R-squared = 0.7475		
				Adj R-squared = 0.6633		
				Root MSE = 4.6e-07		

Deff	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]
Esfmax	-4.57e-08	9.88e-09	-4.627	0.001	-6.73e-08 -2.42e-08
IPerEsc	5.98e-10	1.42e-10	4.214	0.001	2.89e-10 9.07e-10
Inclus	-1.11e-06	1.93e-07	-5.733	0.000	-1.53e-06 -6.87e-07
ISInc	.0000648	.0000112	5.776	0.000	.0000403 .0000892
_cons	.0000225	4.33e-06	5.207	0.000	.0000131 .0000319

. regr Deff IPerEmax Esfmax Inclus ISInc

Source	SS	df	MS	Number of obs = 17		
Model	6.3592e-12	4	1.5898e-12	F( 4, 12) = 5.40		
Residual	3.5339e-12	12	2.9449e-13	Prob > F = 0.0101		
Total	9.8930e-12	16	6.1831e-13	R-squared = 0.6428		
				Adj R-squared = 0.5237		
				Root MSE = 5.4e-07		

Deff	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]
IPerEmax	3.12e-10	1.04e-10	3.006	0.011	8.58e-11 5.38e-10
Esfmax	-4.10e-08	1.20e-08	-3.410	0.005	-6.71e-08 -1.48e-08
Inclus	-8.96e-07	2.00e-07	-4.473	0.001	-1.33e-06 -4.59e-07
ISInc	.0000526	.0000117	4.511	0.001	.0000272 .000078
_cons	.0000216	5.50e-06	3.927	0.002	9.61e-06 .0000336

. regr Deff Esfmax Esfcde S Inclus Perlita

Source	SS	df	MS	Number of obs = 17		
				F( 5, 11) = 3.91		

Model	6.3291e-12	5	1.2658e-12	Prob > F	=	0.0278
Residual	3.5640e-12	11	3.2400e-13	F-squared	=	.6e-97
Total	9.8930e-12	16	6.1831e-13	Adj R-squared	=	0.4760
				Root MSE	=	5.7e-07
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
Deff	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]	
Esfmax	-9.17e-08	2.37e-08	-3.868	0.003	-1.44e-07	-3.95e-08
Esfced	6.81e-08	2.32e-08	2.941	0.013	1.71e-08	1.19e-07
S	.0006486	.0001523	4.258	0.001	.0003133	.0009838
Inclus	-1.64e-07	4.55e-08	-3.611	0.004	-2.65e-07	-6.42e-08
Perlita	2.52e-07	7.88e-08	3.191	0.009	7.81e-08	4.25e-07
_cons	.0000113	5.50e-06	2.048	0.065	-8.42e-07	.0000234
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

**Jss**

```
. regr Jss Perlita Esfmax Esfced S Inclus
```

Source	SS	df	MS	Number of obs	=	17
Model	6.0136e-22	5	1.2027e-22	F( 5, 11)	=	16.44
Residual	8.0462e-23	11	7.3147e-24	Prob > F	=	0.0001
Total	6.8182e-22	16	4.2614e-23	R-squared	=	.8e-20
				Adj R-squared	=	0.8283
				Root MSE	=	2.7e-12
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
Jss	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]	
Perlita	1.31e-12	3.75e-13	3.494	0.005	4.84e-13	2.13e-12
Esfmax	-4.05e-13	1.13e-13	-3.596	0.004	-6.53e-13	-1.57e-13
Esfced	2.09e-13	1.10e-13	1.902	0.084	-3.29e-14	4.52e-13
S	3.98e-09	7.24e-10	5.505	0.000	2.39e-09	5.58e-09
Inclus	-1.53e-12	2.16e-13	-7.053	0.000	-2.00e-12	-1.05e-12
_cons	8.77e-11	2.61e-11	3.357	0.006	3.02e-11	1.45e-10
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

```
. regr Jss Esfmax IPerEsc S Inclus
```

Source	SS	df	MS	Number of obs	=	17
Model	5.9025e-22	4	1.4756e-22	F( 4, 12)	=	19.34
Residual	9.1570e-23	12	7.6308e-24	Prob > F	=	0.0000
Total	6.8182e-22	16	4.2614e-23	R-squared	=	.8e-57
				Adj R-squared	=	0.8209
				Root MSE	=	2.8e-12
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Jss	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]	
Esfmax	-3.07e-13	8.02e-14	-3.833	0.002	-4.82e-13	-1.33e-13
IPerEsc	2.54e-15	7.54e-16	3.364	0.006	8.94e-16	4.18e-15
S	3.43e-09	5.70e-10	6.020	0.000	2.19e-09	4.67e-09
Inclus	-1.38e-12	1.85e-13	-7.468	0.000	-1.79e-12	-9.81e-13
_cons	1.33e-10	3.15e-11	4.217	0.001	6.42e-11	2.01e-10
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

```
. regr Jss Esfmax Esfced Perlita Inclus ISInc
```

Source	SS	df	MS	Number of obs	=	17
Model	5.3646e-22	5	1.0729e-22	F( 5, 11)	=	8.12
Residual	1.4536e-22	11	1.3215e-23	Prob > F	=	0.0020
Total	6.8182e-22	16	4.2614e-23	R-squared	=	0.6899
				Adj R-squared	=	0.6899
				Root MSE	=	3.6e-12

Jss	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]
Esfmax	-8.33e-14	9.01e-14	-0.924	0.375	-2.82e-13 1.15e-13
Esfced	-3.53e-14	1.15e-13	-0.307	0.765	-2.88e-13 2.18e-13
Perlite	9.50e-13	4.86e-13	1.956	0.076	-1.19e-13 2.02e-12
Inclus	-6.01e-12	1.61e-12	-3.739	0.003	-9.55e-12 -2.47e-12
ISInc	3.21e-10	9.33e-11	3.444	0.005	1.16e-10 5.27e-10
_cons	7.05e-11	3.43e-11	2.057	0.064	-4.94e-12 1.46e-10

### 11.3. Apéndice 3. Ejemplos de corridas en el software estadístico STATA

IPerEsc= Perlita\*Esfced

ISInc= S\*Inclus

IPerEmax=Perlita\*Esfmax

#### Deff

. regr Deff Esfmax Esfced Perlita Inclus ISInc	Source	SS	df	MS	Number of obs	=	17
	Model	7.8953e-12	5	1.5791e-12	F( 5, 11)	=	8.69
	Residual	1.9978e-12	11	1.8162e-13	Prob > F	=	0.0015
	Total	9.8930e-12	16	6.1831e-13	R-squared	=	0.7063
					Adj R-squared	=	0.7063
					Root MSE	=	4.3e-07

Deff	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]
Esfmax	-5.43e-08	1.06e-08	-5.142	0.000	-7.76e-08 -3.11e-08
Esfced	4.01e-08	1.35e-08	2.977	0.013	1.05e-08 6.97e-08
Perlite	2.73e-07	5.69e-08	4.801	0.001	1.48e-07 3.99e-07
Inclus	-1.20e-06	1.88e-07	-6.357	0.000	-1.61e-06 -7.83e-07
ISInc	.00007	.0000109	6.400	0.000	.000046 .0000941
_cons	.0000102	4.02e-06	2.530	0.028	1.32e-06 .000019

. regr Deff IPerEsc Esfmax Esfced Inclus ISInc

Source	SS	df	MS	Number of obs	=	17
Model	7.8849e-12	5	1.5770e-12	F( 5, 11)	=	8.64
Residual	2.0081e-12	11	1.8256e-13	Prob > F	=	0.0015
Total	9.8930e-12	16	6.1831e-13	R-squared	=	0.7048
				Adj R-squared	=	0.7048
				Root MSE	=	4.3e-07

Defn	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]	
IPerEsc	6.65e-10	1.39e-10	4.783	0.001	3.59e-10	9.70e-10
Esfmax	-5.40e-08	1.05e-08	-5.122	0.000	-7.72e-08	-3.08e-08
Esffeed	1.89e-08	1.15e-08	1.639	0.129	-6.48e-09	4.43e-08
Inclus	-1.20e-06	1.90e-07	-6.332	0.000	-1.62e-06	-7.84e-07
ISInc	.0000702	.000011	6.375	0.000	.000046	.0000944
_cons	.0000187	4.67e-06	4.008	0.002	8.44e-06	.000029

.	regr	Defn	Esfmax	IPerEsc	Inclus	ISInc
Source		SS	df	MS	Number of obs =	17
Model	7.3946e-12	4	1.8486e-12	F( 4, 12) =	8.88	
Residual	2.4985e-12	12	2.0821e-13	Prob > F =	0.0014	
Total	9.8930e-12	16	6.1831e-13	R-squared =	0.745	
				Adj R-squared =	0.6633	
				Root MSE =	4.6e-07	

Defn	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]	
Esfmax	-4.57e-08	9.88e-09	-4.627	0.001	-6.73e-08	-2.42e-08
IPerEsc	5.98e-10	1.42e-10	4.214	0.001	2.89e-10	9.07e-10
Inclus	-1.11e-06	1.93e-07	-5.733	0.000	-1.53e-06	-6.87e-07
ISInc	.0000648	.0000112	5.776	0.000	.0000403	.0000892
_cons	.0000225	4.33e-06	5.207	0.000	.0000131	.0000319

.	regr	Defn	IPerEmax	Esfmax	Inclus	ISInc
Source		SS	df	MS	Number of obs =	17
Model	6.3592e-12	4	1.5898e-12	F( 4, 12) =	5.40	
Residual	3.5339e-12	12	2.9449e-13	Prob > F =	0.0101	
Total	9.8930e-12	16	6.1831e-13	R-squared =	0.6428	
				Adj R-squared =	0.5237	
				Root MSE =	5.4e-07	

Defn	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]	
IPerEmax	3.12e-10	1.04e-10	3.006	0.011	8.58e-11	5.38e-10
Esfmax	-4.10e-08	1.20e-08	-3.410	0.005	-6.71e-08	-1.48e-08
Inclus	-8.96e-07	2.00e-07	-4.473	0.001	-1.33e-06	-4.59e-07
ISInc	.0000526	.0000117	4.511	0.001	.0000272	.000078
_cons	.0000216	5.50e-06	3.927	0.002	9.61e-06	.0000336

.	regr	Defn	Esfmax	Esfced	S	Inclus	Perlite
Source		SS	df	MS	Number of obs =	17	
Model	6.3291e-12	5	1.2658e-12	F( 5, 11) =	3.91		
Residual	3.5640e-12	11	3.2400e-13	Prob > F =	0.0278		
Total	9.8930e-12	16	6.1831e-13	R-squared =	0.6397		
				Adj R-squared =	0.4760		
				Root MSE =	5.7e-07		

Defn	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]	
------	-------	-----------	---	------	----------------------	--

Esfmax	-9.17e-08	2.37e-08	-3.868	0.003	-1.44e-07	-3.95e-08
Esfced	6.81e-08	2.32e-08	2.941	0.013	1.71e-08	1.19e-07
S	.0006486	.0001523	4.258	0.001	.0003133	.0009838
Inclus	-1.64e-07	4.55e-08	-3.611	0.004	-2.65e-07	-6.42e-08
Perlita	2.52e-07	7.88e-08	3.191	0.009	7.81e-08	4.25e-07
_cons	.0000113	5.50e-06	2.048	0.065	-8.42e-07	.0000234

**Jss**

```
. regr Jss Perlita Esfmax Esfced S Inclus
```

Source	SS	df	MS	Number of obs	=	17
Model	6.0136e-22	5	1.2027e-22	F( 5, 11)	=	16.44
Residual	8.0462e-23	11	7.3147e-24	Prob > F	=	0.0001
Total	6.8182e-22	16	4.2614e-23	R-squared	=	0.881.
				Adj R-squared	=	0.8283
				Root MSE	=	2.7e-12

Jss	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]
Perlita	1.31e-12	3.75e-13	3.494	0.005	4.84e-13 2.13e-12
Esfmax	-4.05e-13	1.13e-13	-3.596	0.004	-6.53e-13 -1.57e-13
Esfced	2.09e-13	1.10e-13	1.902	0.084	-3.29e-14 4.52e-13
S	3.98e-09	7.24e-10	5.505	0.000	2.39e-09 5.58e-09
Inclus	-1.53e-12	2.16e-13	-7.053	0.000	-2.00e-12 -1.05e-12
_cons	8.77e-11	2.61e-11	3.357	0.006	3.02e-11 1.45e-10

```
. regr Jss Esfmax IPerEsc S Inclus
```

Source	SS	df	MS	Number of obs	=	17
Model	5.9025e-22	4	1.4756e-22	F( 4, 12)	=	19.34
Residual	9.1570e-23	12	7.6308e-24	Prob > F	=	0.0000
Total	6.8182e-22	16	4.2614e-23	R squared	=	0.8657
				Adj R-squared	=	0.8209
				Root MSE	=	2.8e-12

Jss	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]
Esfmax	-3.07e-13	8.02e-14	-3.833	0.002	-4.82e-13 -1.33e-13
IPerEsc	2.54e-15	7.54e-16	3.364	0.006	8.94e-16 4.18e-15
S	3.43e-09	5.70e-10	6.020	0.000	2.19e-09 4.67e-09
Inclus	-1.38e-12	1.85e-13	-7.468	0.000	-1.79e-12 -9.81e-13
_cons	1.33e-10	3.15e-11	4.217	0.001	6.42e-11 2.01e-10

```
. regr Jss Esfmax Esfced Perlita Inclus ISInc
```

Source	SS	df	MS	Number of obs	=	17
Model	5.3646e-22	5	1.0729e-22	F( 5, 11)	=	8.12
Residual	1.4536e-22	11	1.3215e-23	Prob > F	=	0.0020
Total	6.8182e-22	16	4.2614e-23	R-squared	=	0.7468
				Adj R-squared	=	0.6899
				Root MSE	=	3.6e-12

Jss	Coef.	Std. Err.	t	P> t	[95% Conf. Interval]	
<del>Bsfmax</del>	-8.33e-14	9.01e-14	-0.924	0.375	-2.82e-13	1.15e-13
<del>Bsffeed</del>	-3.53e-14	1.15e-13	-0.307	0.765	-2.88e-13	2.18e-13
<del>Perlite</del>	9.50e-13	4.86e-13	1.956	0.076	-1.19e-13	2.02e-12
Inclus	-6.01e-12	1.61e-12	-3.739	0.003	-9.55e-12	-2.47e-12
ISInc	3.21e-10	9.33e-11	3.444	0.005	1.16e-10	5.27e-10
<del>eens</del>	7.05e-11	3.43e-11	2.057	0.064	-4.94e-12	1.46e-10

## 12. RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO.

Nombre: Felipe Arturo Reyes Valdés.

Grado que se desea obtener: Doctorado en Ingeniería de Materiales.

Título de la tesis: EFECTO DE LA MICROESTRUCTURA EN LAS CONDICIONES DE FLUJO DE HIDRÓGENO A TRAVÉS DE ACEROS AL CARBONO.

Campo profesional: Materiales y corrosión.

Lugar y fecha de nacimiento: Saltillo, Coahuila. 14 de octubre de 1965.

Nombre de los padres: Magdalena Valdés Vela y Jose Refugio Reyes Rodriguez.

Trayectoria Académica:

Profesional: Ingeniero metalúrgico, egresado del Instituto Tecnológico de Saltillo.

Maestría: Maestro en Ciencias en Metalurgia No Ferrosa, Especialidad Fundición de No Ferrosos, egresado del Centro de Investigación y de Estudios Avanzados, del IPN, Unidad Saltillo.

Diplomado 1: Diplomado en Ingeniería Cerámica, egresado de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, de la UANL.

Diplomado 2: Diplomado en Administración, egresado de COMIMSA y Universidad Autónoma de Coahuila.

Diplomado 3: Diplomado en Desarrollo de Capacidades Gerenciales, egresado del Instituto de Formación y Desarrollo Empresarial (IMI)

Experiencia profesional:

Encargado del control estadístico de calidad en CIFUNSA pta. #2.

Ingeniero de calidad en INYECT DIESEL.

Jefe del taller de fundición del ITS

Investigador del CIDESI

Analista de fallas en COMIMSA

Jefe de corrosión en COMIMSA

Gerente de Corrosión en COMIMSA

Gerente de Investigación y desarrollo en COMIMSA  
Coordinador de Investigación y Desarrollo en COMIMSA  
Sub-Gerente de Estudios Estratégicos.  
Sub-Gerente de Laboratorios  
Organizaciones Profesionales: Nacional Association of Corrosion Engineers  
(NACE) Internacional.

