



UNIVERSIDAD NACIONAL  
*de* MAR DEL PLATA  
.....

# Análisis de falla de componente de planta de LDPE

**Suqueli, Gerónimo**

**Junio 2019**



RINFI se desarrolla en forma conjunta entre el INTEMA y la Biblioteca de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata.

Tiene como objetivo recopilar, organizar, gestionar, difundir y preservar documentos digitales en Ingeniería, Ciencia y Tecnología de Materiales y Ciencias Afines.

A través del Acceso Abierto, se pretende aumentar la visibilidad y el impacto de los resultados de la investigación, asumiendo las políticas y cumpliendo con los protocolos y estándares internacionales para la interoperabilidad entre repositorios



Esta obra está bajo una [Licencia Creative Commons Atribución-  
NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).

## **AGRADECIMIENTOS**

En primer lugar, agradezco a mis padres, Alicia y Carlos, por los valores que me han inculcado, la educación que me han brindado y el apoyo continuo en cada etapa de mi vida. A mis hermanas Julieta y Violeta, que de igual forma me han apoyado, que han tolerado mis exigencias de silencio en épocas de estudio y que me han contagiado siempre su energía y alegría en los momentos de mayor frustración.

Por el cariño, la fuerza y las palabras de aliento agradezco a mis abuelos, tíos y primos. Les agradezco también a mis amigos. Por un lado a aquellos amigos del colegio, que se convierten en amigos de vida y por otro lado, a aquellos amigos con los que recorrí este camino académico con los que compartí y comparto momentos únicos.

Le agradezco a mi novia por su apoyo incondicional, su paciencia, su comprensión y su compañía en el desarrollo de este trabajo.

Agradezco a mis Directores de Tesis, Anibal Marquez y Pablo Fazzini, que por sus consejos, enseñanzas y correcciones hoy puedo finalizar este trabajo.

Y por supuesto a mi Facultad y a todos los profesores que con dedicación y entusiasmo supieron impartir sus conocimientos y formarme profesionalmente.

A todos, muchas gracias.

## TABLA DE CONTENIDO

|        |  |    |
|--------|--|----|
| 1.     | INTRODUCCIÓN .....   | 1  |
| 2.     | ALCANCE .....  | 3  |
| 3.     | ANÁLISIS DE FALLA .....  | 4  |
| 4.     | ESTUDIO DEL PROCESO DE ELABORACIÓN DE LDPE, RECOPIACIÓN DE DATOS Y ANÁLISIS VISUAL ..... | 5  |
| 4.1.   | Estudio del proceso de elaboración de LDPE .....   | 5  |
| 4.2.   | Recopilación de datos .....  | 7  |
| 4.2.1. | Eventos posteriores al incidente en estudio .....  | 11 |
| 4.3.   | Análisis visual.....   | 12 |
| 4.4.   | Análisis de resultados.....  | 17 |
| 5.     | ENSAYOS REALIZADOS SOBRE LA PIEZA .....  | 18 |
| 5.1.   | Estudio de defectos superficiales y subsuperficiales .....                               | 18 |
| 5.2.   | Preparación de las muestras para los restantes ensayos.....                              | 19 |
| 5.3.   | Evaluación micrográfica .....  | 21 |
| 5.4.   | Caracterización de las fisuras que no propagaron .....                                   | 22 |
| 5.5.   | Evaluación de gradientes en la composición química.....                                  | 24 |
| 5.6.   | Caracterización del material.....  | 26 |
| 5.6.1. | Análisis químico.....  | 26 |
| 5.6.2. | Dureza (micro).....  | 27 |
| 5.6.3. | Análisis mecánico .....  | 29 |
| 5.7.   | Análisis de resultados.....  | 30 |
| 6.     | EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LAS CARGAS CÍCLICAS.....  | 32 |
| 6.1.   | Definición de fatiga, su origen y variables determinantes.....                           | 32 |

|        |   |    |
|--------|---|----|
| 6.2.   | Cargas cíclicas en el proceso productivo y estrategias de mitigación.....   | 33 |
| 6.2.1. | Hipercompresor.....   | 33 |
| 6.2.2. | Válvula Let Down.....   | 34 |
| 6.2.3. | Tratamiento de autofrettage .....   | 34 |
| 6.3.   | Simulación .....  | 36 |
| 6.3.1. | Consideraciones generales y criterios adoptados.....  | 36 |
| 6.3.2. | Evaluación de zonas críticas de la pieza .....  | 37 |
| 6.3.3. | Inclusión del estado tensional asociado al autofrettage.....  | 39 |
| 6.3.4. | Evaluación del comportamiento de la pieza ante sollicitaciones fluctuantes en el tiempo .   | 40 |
| 6.3.5. | Análisis de sensibilidad del proceso .....  | 45 |
| 6.4.   | Análisis de resultados.....   | 47 |
| 7.     | EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LAS REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN DEL ETILENO .....   | 49 |
| 7.1.   | Reacción de polimerización.....   | 49 |
| 7.2.   | Fenómenos de descomposición del etileno y autoaceleración de reacciones .....   | 51 |
| 7.3.   | Evaluación del comportamiento de la pieza antes sollicitaciones fluctuantes en el tiempo, incluyendo la degradación del fluido del proceso y antecedentes de falla en la planta ..... | 53 |
| 7.4.   | Análisis de resultados.....   | 56 |
| 8.     | CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....   | 58 |
| 8.1.   | Conclusiones.....   | 58 |
| 8.2.   | Recomendaciones .....   | 60 |
| 9.     | BIBLIOGRAFIA .....  | 62 |

## ÍNDICE DE TABLAS

|  |    |
|--|----|
| <b>Tabla 4.1</b> Composición química del AISI 4340.....  | 11 |
| <b>Tabla 4.2</b> Propiedades mecánicas del AISI 4340 con un templado y un doble recocido según el proveedor. ....  | 11 |
| <b>Tabla 5.1</b> Composición química del material.....   | 27 |
| <b>Tabla 5.2</b> Distancia perpendicular al orificio por el que circula el fluido de proceso y su correspondiente valor de dureza.....   | 28 |
| <b>Tabla 5.3</b> Propiedades mecánicas del material base de la pieza.....  | 30 |
| <b>Tabla 6.1</b> Presión a la salida del hipercompresor.....   | 34 |
| <b>Tabla 6.2</b> Caída de presión en el “T” block debido al accionamiento de la válvula let down( $V_{LD}$ ) ....  | 34 |
| <b>Tabla 6.3</b> Valor de resistencia a la fatiga ( $\sigma_e$ ) adoptado para las simulaciones, basado en el criterio descripto por Shigley.....  | 40 |
| <b>Tabla 6.4</b> Amplitud de la onda de presión en el “T” block respecto a la presión operativa, según su fuente, en condiciones estándar de operación.....                              | 42 |
| <b>Tabla 6.5</b> Cantidad de ciclos al momento de la falla del “T” block y tiempo de operación transcurrido al cumplirse $10^6$ ciclos.....  | 42 |
| <b>Tabla 6.6</b> Valores máximo y mínimo de presión aplicados sobre el “T” block, cuando los picos de presión se suman y los valles se restan, en condiciones estándar de operación..... | 42 |
| <b>Tabla 6.7</b> Resultados del análisis estático no lineal en los sitios de interés en condiciones estándar de operación.....   | 43 |
| <b>Tabla 6.8</b> Valores de presión máximo y mínimo aplicados sobre el “T” block, cuando los picos de presión se suman y los valles se restan, en condiciones de sobrepresión. ....      | 45 |
| <b>Tabla 6.9</b> Resultados del análisis estático no lineal en los sitios de interés en condiciones sobrepresión. ....   | 46 |
| <b>Tabla 7.1</b> Reacciones de polimerización por radicales libres del LDPE.....   | 50 |
| <b>Tabla 7.2</b> Reacciones de descomposición del etileno. ....  | 52 |

**Tabla 7.3** Resultados del análisis estático no lineal en el sitio donde se detectó la falla, en condiciones estándar de operación y sin incluir las tensiones residuales del autofrettage.....55

## ÍNDICE DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| <b>Figura 4.1</b> Diagrama de flujo del proceso de elaboración de LDPE.....  | 5  |
| <b>Figura 4.2</b> Detalle de la zona donde se detectó la fuga de etileno, mediante el empleo de cera.....  | 7  |
| <b>Figura 4.3</b> Sellado de la posible región de fuga. ....   | 8  |
| <b>Figura 4.4</b> Prueba hidráulica realizada al “T” block.....  | 9  |
| <b>Figura 4.5</b> Emplazamiento del “T” block en el diagrama del proceso.....  | 9  |
| <b>Figura 4.6</b> Esquema de la pieza y dimensiones de los agujeros roscados y orificios $\delta$ y $\varphi$ .....  | 10 |
| <b>Figura 4.7</b> Zona de fuga de la pieza “T” block. ....   | 12 |
| <b>Figura 4.8</b> Vistas de la fisura desde los orificios $\varphi$ y $\delta$ .....   | 12 |
| <b>Figura 4.9</b> Esquema del “T” block, fisuras halladas en los orificios $\delta$ y $\varphi$ , y punto de fuga.....   | 13 |
| <b>Figura 4.10</b> Indicación en el “T” block de la zona que contenía la fisura y que fue extraída para ser analizada.....   | 14 |
| <b>Figura 4.11</b> Croquis del octante extraído y el posterior corte oblicuo. Sección $\Omega$ .....   | 14 |
| <b>Figura 4.12</b> Vista indicada en negro de la <i>sección</i> $\Omega$ .....   | 15 |
| <b>Figura 4.13</b> Representación de la <i>sección</i> $\Omega$ , de la fisura que conecta los orificios $\delta$ y $\varphi$ (línea roja punteada), y del corte realizado para dividir la pieza en 2 fragmentos: $\alpha$ y $\beta$ ..... | 15 |
| <b>Figura 4.14</b> Patrón de daño indicativo de fatiga en el <i>fragmento</i> $\alpha$ y detalle de la zona de iniciación de la fisura.....  | 16 |
| <b>Figura 5.1</b> Fisuras longitudinales y circunferenciales en patrón tipo mapa detectadas en el orificio $\varphi$ . ....  | 19 |
| <b>Figura 5.2</b> Probeta extraída del <i>fragmento</i> $\beta$ de la zona de inicio de la fisura.....   | 20 |
| <b>Figura 5.3</b> Franja de refinamiento de microestructura de 500 $\mu$ m de espesor, presente en ambos conductos. ....   | 21 |
| <b>Figura 5.4</b> Microestructura en material base.....  | 22 |



|   |    |
|---|----|
| <b>Figura 5.5</b> Imágenes de fisura que no propagó.....  | 23 |
| <b>Figura 5.6</b> Escaneo lineal de composición elemental en la zona indicada de la probeta.....  | 25 |
| <b>Figura 5.7</b> Ensayo de microdureza realizado sobre <i>probeta</i> $\psi$ del “T” block, en la dirección y sentido indicados con la flecha roja.....  | 28 |
| <b>Figura 6.1</b> Estado tensional en un tubo de pared gruesa, previo y posterior a un proceso de autofrettage. ....  | 35 |
| <b>Figura 6.2</b> Distribución de tensiones en octante $\omega$ del “T” block, obtenida a partir de un estudio estático lineal y una presión unitaria. ....   | 38 |
| <b>Figura 6.3</b> Modelo de respuesta “elastoplástico ideal”. ....  | 39 |
| <b>Figura 6.4</b> a) estado tensional generado al aplicar una presión de autofrettage de 110.000 psi en los orificios $\delta$ y $\phi$ , b) tensiones circunferenciales residuales compresivas, generadas al retirar dicha presión. .... | 39 |
| <b>Figura 6.5</b> Criterios de falla por fatiga.....  | 41 |
| <b>Figura 6.6</b> Estado tensional generado al aplicar: a) el máximo valor de presión de operación, b) el mínimo valor de presión de operación. ....  | 43 |
| <b>Figura 6.7</b> Diagrama empleado para predecir la falla por fatiga basado en el criterio de <i>Goodman modificado</i> , en condiciones estándar de operación.....  | 44 |
| <b>Figura 6.8</b> Estado tensional generado al aplicar: a) el pico máximo de sobrepresión, b) el valle mínimo durante la sobrepresión. ....   | 46 |
| <b>Figura 6.9</b> Diagrama empleado para predecir la falla por fatiga basado en el criterio de <i>Goodman modificado</i> , en condiciones de sobrepresión.....  | 47 |
| <b>Figura 7.1</b> Condiciones críticas para la autoaceleración de la polimerización de LDPE por radicales libres. ....  | 52 |
| <b>Figura 7.2</b> Estado tensional de la pieza asociado a solicitaciones de presión máxima y mínima operativas, considerando pérdida de tensiones de autofrettage. ....   | 54 |
| <b>Figura 7.3</b> Diagrama de Haigh para la pieza en condiciones estándar de operación, sin incluir las tensiones residuales de autofrettage.....   | 56 |

## ÍNDICE DE ANEXOS

|  |    |
|--|----|
| ANEXO I: Teoría de falla de la energía de distorsión para materiales dúctiles (Criterio de Von Mises)..... | 65 |
| ANEXO II: Límite de resistencia a la fatiga ( $\sigma_e$ ).....  | 70 |
| ANEXO III: Criterio de falla por fatiga de Goodman modificado.....   | 72 |

## **1. INTRODUCCIÓN**

El polietileno con una demanda anual de 80 millones de toneladas, es el plástico más consumido en el mundo. Puede ser procesado en productos blandos y flexibles, así como en duros y fuertes. Se lo puede encontrar en todo tipo de formas y dimensiones. Se lo utiliza tanto en la vida cotidiana, como en la industria. Sus aplicaciones van desde el packaging (bolsas plásticas, films plásticos, recipientes, etc), tuberías de gas y agua, perfiles, recubrimiento de cables, aislación térmica y de vibraciones, juguetes, artículos varios para el hogar, partes de electrodomésticos, hasta inclusive chalecos antibalas.

Es clasificado en varias categorías en función, principalmente, de su densidad y su ramificación. Sus propiedades mecánicas dependen en gran medida de variables como el grado y tipo de ramificación, la estructura cristalina y el peso molecular. En lo que respecta a los volúmenes vendidos, los grados de polietileno más importantes son HDPE, LDPE y LLDPE.

En particular el LDPE (polietileno de baja densidad) es definido por una densidad en el rango de 0,91-0,94g/cm<sup>3</sup>. Posee un nivel de ramificación en sus cadenas superior al de otros tipos de polietilenos como el HDPE o UHMWPE, lo cual reduce su nivel de cristalinidad, resultando en un producto flexible y con menor punto de fusión.

Su invención se ubica en la década de 1930, pero recién en los comienzos de la Segunda Guerra Mundial su comercialización se aceleró por la necesidad de nuevos materiales. Con el correr de los años fueron mejorando sus propiedades y reduciéndose sus costos, logrando insertarse en diversos mercados y estar al alcance de la población en general.

El proceso de elaboración de LDPE requiere del aporte de elevadas temperaturas y presiones, de manera tal de estimular la selectividad y cinética de las reacciones.

Los métodos de producción a altas presiones son costosos de desarrollar, diseñar, construir, operar y mantener. Al contexto delicado de almacenamiento, manipulación y reacción de compuestos inflamables; se le suman las altas presiones que aumentan el riesgo, al incrementar la densidad de energía. La misma está compuesta por la energía almacenada en el

fluido comprimido, la energía elástica acumulada en las paredes que contienen la presión y por último la energía que se libera al producirse la reacción química de los compuestos.

Estos tipos de procesos han llevado en el pasado a una serie de catástrofes, las cuales traen aparejados tres tipos de problemas: daño a las personas, pérdidas económicas y daños al medio ambiente. Sin embargo, a pesar de las desventajas enunciadas anteriormente, el método de producción se sostiene porque se obtienen claras ventajas con respecto a la calidad del producto y los costos en general, frente a los métodos de producción a bajas presiones.

## **2. ALCANCE**

El objetivo del presente trabajo es determinar el origen de la falla de una pieza sometida a elevadas presiones, perteneciente a una planta de producción de LDPE.

La relevancia de esta investigación radica en la necesidad de comprensión de las condiciones que condujeron a este desenlace, de manera tal de prevenir su reincidencia.

### **3. ANALISIS DE FALLA**

El análisis de falla es un proceso complejo que recurre a diferentes áreas y se vale de una gran variedad de técnicas en su desarrollo. Su objetivo primordial es disminuir la ocurrencia de fallas en componentes a través del entendimiento/comprensión de la/s causas principales que las ocasionaron.

El análisis de falla debe enfocarse en descubrir la causa subyacente o raíz de la misma. Por lo tanto, es esencial mantener la mente abierta mientras se examina y analiza la evidencia, para fomentar una perspectiva clara e imparcial de lo sucedido. El hecho de que un componente específico aparente haber fallado de algún modo, no significa automáticamente que en sí mismo es defectuoso. El problema puede estar en la manera en que fue utilizado, inspeccionado o mantenido. En el caso de que efectivamente el componente sea defectuoso, entonces el análisis debe centrarse en determinar si el defecto se originó en el diseño (selección del material, cálculos, etc.), la fabricación, el ensamblaje o en una interacción imprevista con el entorno.

El análisis de falla como disciplina ha evolucionado y madurado, ya que ha sido empleado y formalizado como un medio para la prevención de fallas. En consonancia con la reciente tendencia hacia un mayor compromiso y responsabilidad a la hora de rendir cuentas, su propósito se ha ampliado para incluir la determinación de culpabilidad entre las partes por las pérdidas (producción, daños a la propiedad, lesiones o muertes). Además, se lo ha utilizado como una herramienta de enseñanza para los nuevos ingenieros y sirve de background para los profesionales que actualmente se desempeñan en la industria.

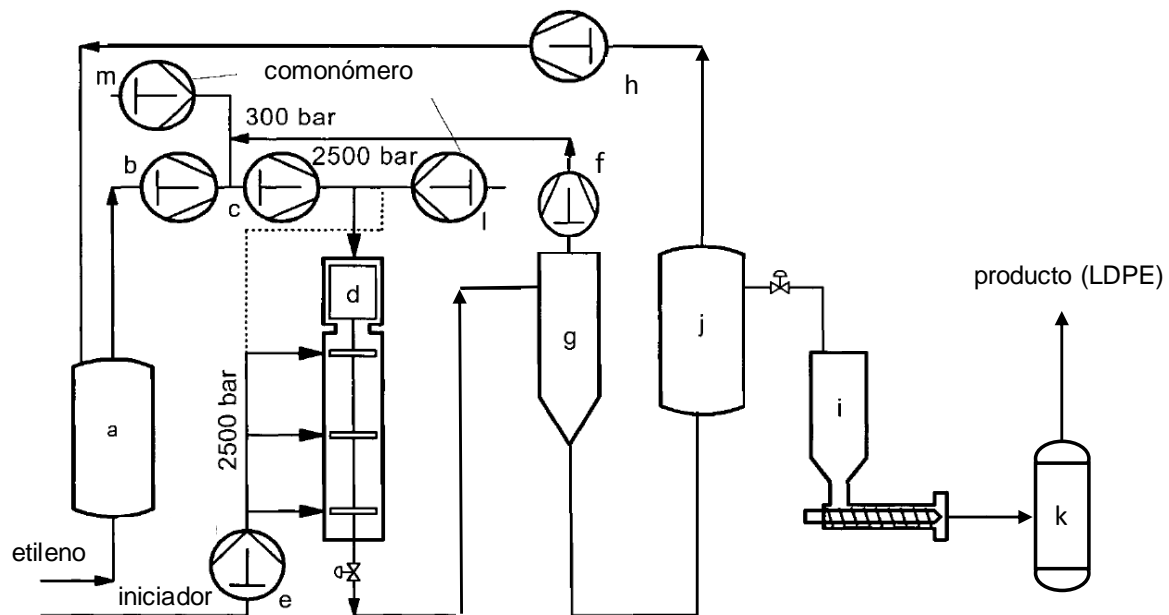
## 4. ESTUDIO DEL PROCESO DE ELABORACIÓN DE LDPE, RECOPIACIÓN DE DATOS Y ANÁLISIS VISUAL

En esta etapa se describe el proceso seguido durante el estudio preliminar de la pieza dañada, perteneciente a una planta de elaboración de LDPE.

Comenzando por el encuadre de la metodología de trabajo dentro de un “análisis de falla”, esta sección incluye la descripción de la operación de la planta de LDPE, el detalle del evento de falla y la inspección de la pieza.

### 4.1. Estudio del proceso de elaboración de LDPE

La producción de LDPE se realiza mediante una polimerización por radicales libres a altas temperaturas y presiones. El diagrama de la *Figura 4.1* ilustra una línea de producción típica de LDPE.



**Figura 4.1** Diagrama de flujo del proceso de elaboración de LDPE.

a) tanque de almacenamiento de etileno (5 bar),  
b) compresor primario (300 bar),  
c) compresor secundario o hipercompresor (2500 bar),  
d) reactor tubular (2500 bar),

e) inyector de iniciador,  
f) compresor de recirculación de etileno (300 bar),  
g) separador de alta presión (300 bar),  
h) compresor de recirculación de etileno (5 bar),  
i) extrusora,

j) separador de baja presión (5 bar),  
k) secadora centrífuga de pellets,

l) y m) inyectores de comonomero.

Los materiales de partida empleados en su manufactura son: etileno (monómero del LDPE), un comonomero (como el acetato de vinilo, butil acetato, metil metacrilato) que controla la densidad y otras propiedades físicas, y un iniciador (peróxido de hidrógeno) para desencadenar la reacción de polimerización.

El etileno (Figura 4.1 , *a*) junto con el comonomero (Figura 4.1 , *m* y *l*) son sometidos a una compresión en 2 etapas (Figura 4.1 , *b* y *c*), precalentados hasta 165°C y luego introducidos a un reactor de tipo tubular (Figura 4.1 , *d*). En el mismo es inyectado el iniciador (Figura 4.1 , *e*) para dar comienzo a la polimerización por radicales libres, que se desarrolla en un rango de presiones de 2200-2500 bar y a una temperatura promedio de 250°C.

La reacción es altamente exotérmica, incrementándose 16°C la temperatura del gas por cada 1% de conversión en polímero. Como la extracción de calor es una etapa fundamental (se la realiza a través del flujo en contracorriente de agua, en una camisa que rodea los tubos del reactor), se trabaja con un porcentaje de conversión del etileno entre un 15 y un 30 %.

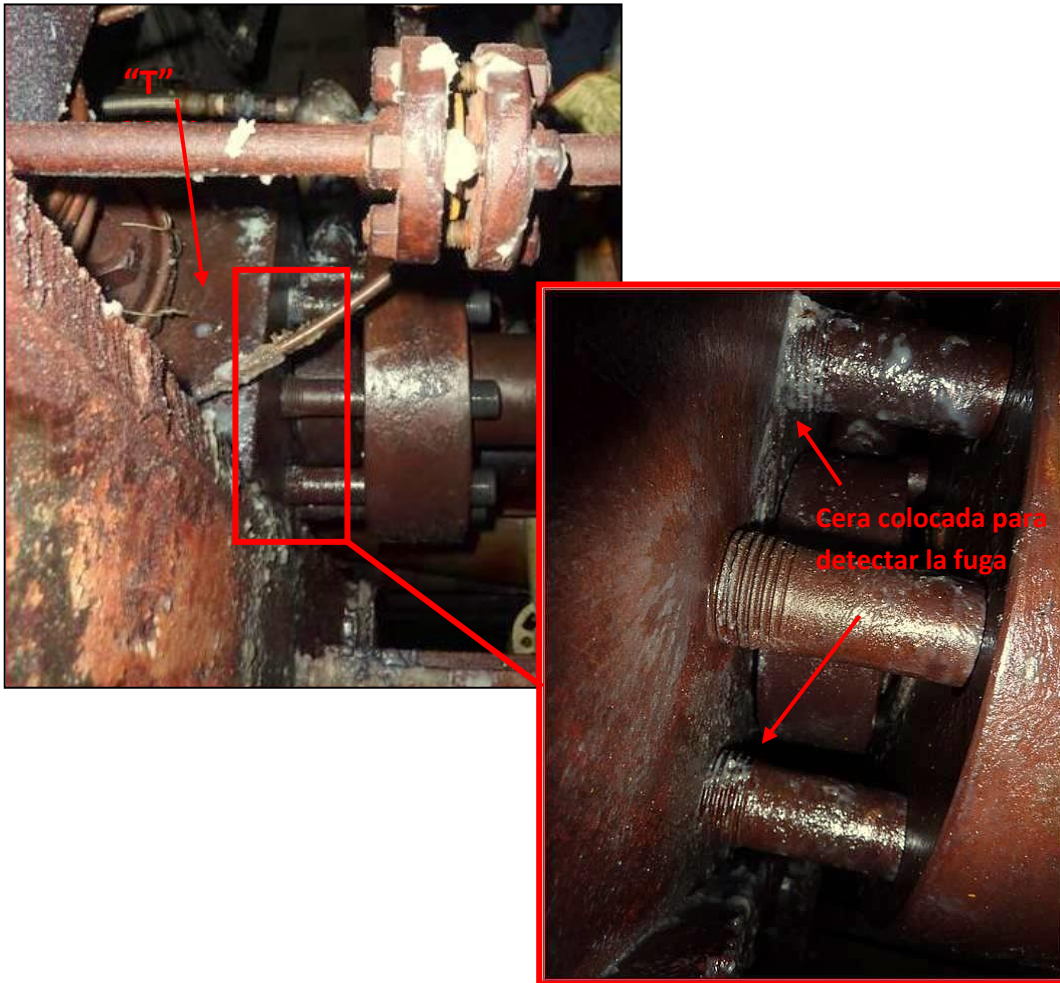
Luego el polímero fundido obtenido del reactor, es introducido en un separador de alta presión (Figura 4.1 , *g*) y a continuación en uno de baja presión (Figura 4.1 , *j*) con el fin de recuperar el monómero sin reaccionar. Éste es recirculado hacia el compresor primario desde el separador de alta presión (Figura 4.1 , *f*), y hacia el tanque donde se almacena el etileno (Figura 4.1 , *a*) desde el separador de baja presión (Figura 4.1 , *h*), para iniciar el ciclo nuevamente.

Posteriormente el fundido es introducido en una extrusora (Figura 4.1 , *i*), donde se lo fuerza a través de un cabezal con las dimensiones y forma deseada de los pellets. Estos son cortados bajo el agua. Como último paso se introducen los pellets en una secadora (Figura 4.1 , *k*), generalmente de tipo centrífuga, para eliminar tanto el agua residual de la etapa anterior como su humedad.



## 4.2. Recopilación de datos

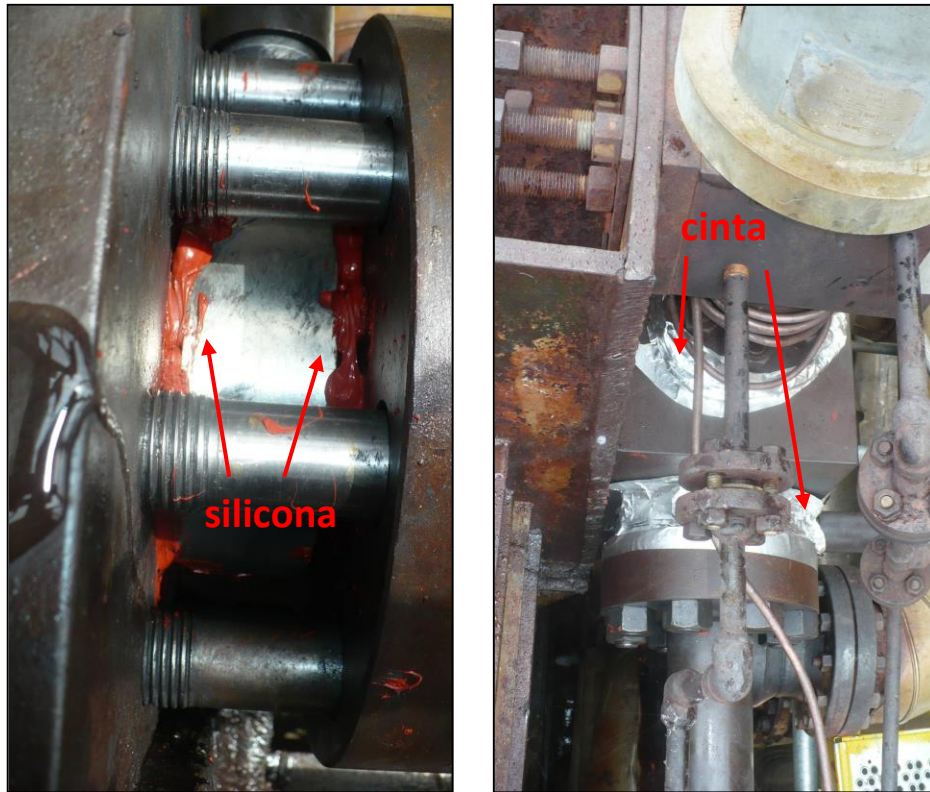
El incidente produjo una parada de planta, debido a la detección de una fuga de etileno en la región de entrada al reactor tubular. Mediante el empleo de ceras se la localizó entre el "T" block (conexión en forma de "T") y la brida que conecta el tubo ubicado a la salida del compresor secundario (Figura 4.1 , c). (Figura 4.2).



**Figura 4.2** Detalle de la zona donde se detectó la fuga de etileno, mediante el empleo de cera.

Para mitigar la fuga se revisó el torque y se reemplazó la junta lenticular. Después se cubrieron con silicona las conexiones de la junta, y con cinta se envolvió el espacio entre la brida y el "T" block (Figura 4.3 ), para corroborar si la fuga se había eliminado definitivamente. A continuación, la presión fue incrementada hasta 1500 bar y la fuga se manifestó nuevamente

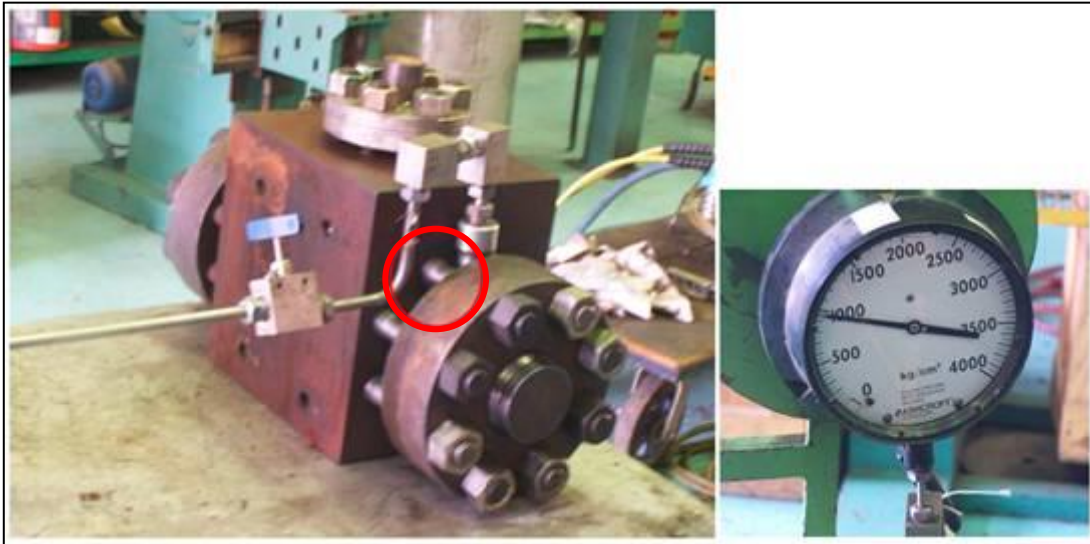
(perceptible por el ruido asociado a ella), pero tanto la cinta como la silicona, no sufrieron ningún cambio.



**Figura 4.3** Sellado de la posible región de fuga (posterior a la revisión del torque y reemplazo de la junta lenticular).

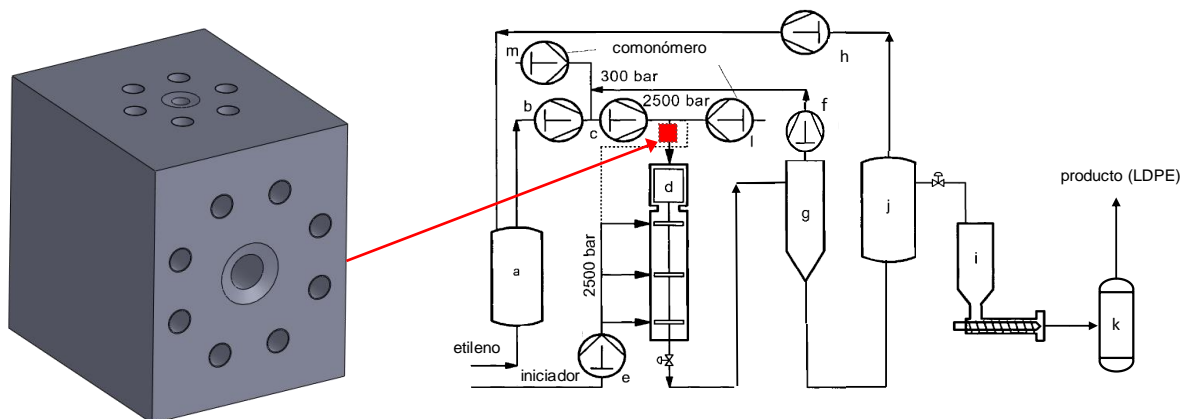
Luego de inspeccionar los lugares donde podía hallarse la fuga y no poder detectar su punto exacto, se procedió a reemplazar el “T” block y la sección de tubo aguas arriba del mismo (inlet tube). Posteriormente se llevó adelante una prueba hidráulica en cada uno de estos componentes, hallándose la fuga en el “T” block, que se manifestó cuando la presión alcanzó los 1000 bar. La misma se ubicó en uno de los agujeros roscados del “T” block, donde se insertan los espárragos de la brida (*Figura 4.4*).

Al momento de la rotura el “T” block contaba con 18 años en servicio.



**Figura 4.4** Prueba hidráulica realizada al “T” block, en la que se detectó una pérdida a los 1000 bar.

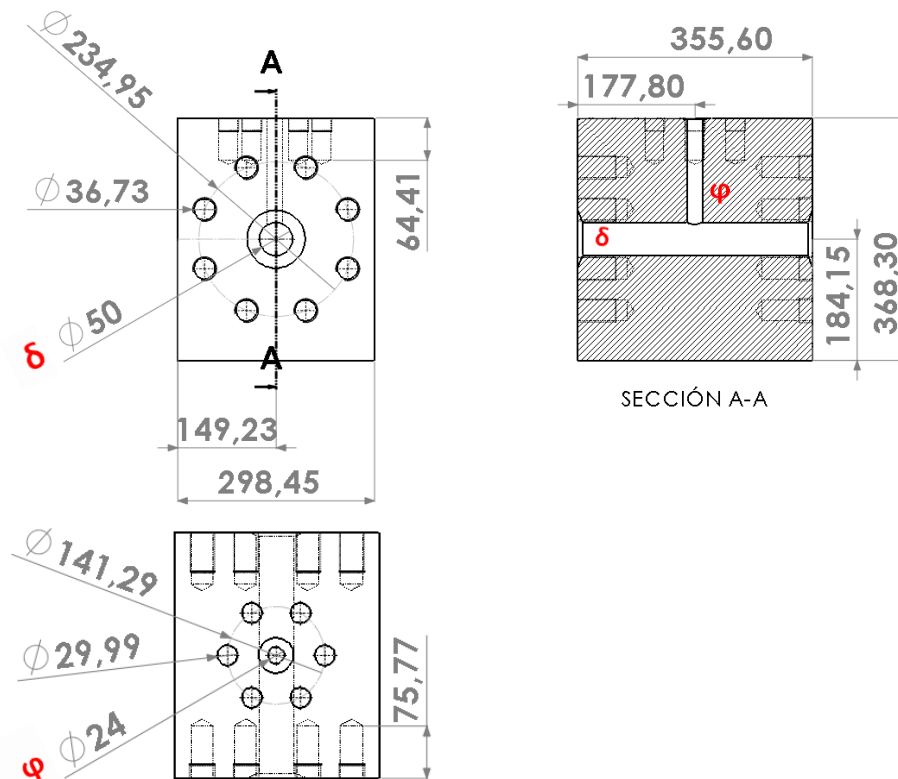
La *pieza* en estudio es una conexión en forma de “T” (denominada “T” block o accesorio) ubicada entre el compresor secundario (hipercompresor) y el reactor tubular (Figura 4.5), que vincula el ducto que transporta al etileno comprimido con una válvula de seguridad. Se encuentra emplazada sobre el reactor tubular y está orientada de manera tal, que la derivación hacia la válvula de seguridad apunta hacia arriba.



**Figura 4.5** Emplazamiento del “T” block en el diagrama del proceso, donde “c” es el compresor secundario (hipercompresor) y “d” es el reactor tubular.

El “T” block es un prisma rectangular, en el cual fueron perforados los orificios para dar origen a la derivación en forma de “T” (Figura 4.6). Los mismos se denominaron  $\delta$  y  $\varphi$ , siendo el pasante el primero y el que desemboca en la válvula de seguridad el segundo. Las conexiones con

el ducto y la válvula de seguridad son de tipo mecánica, empleándose bridas para tal fin, y para el sellado juntas lenticulares.



**Figura 4.6** Esquema de la pieza y dimensiones de los agujeros roscados y orificios (designándose a estos últimos como  $\delta$  y  $\phi$ ). Las medidas están en milímetros (mm).

Según los datos del proveedor, el material del "T" block es un AISI 4340 el cual fue sometido a un templeado y a un doble recocido.

En la *Tabla 4.1* se presenta la composición química del material de acuerdo a los estándares de AISI y en la *Tabla 4.2* se exhiben las propiedades mecánicas.

En cuanto al mecanizado: las perforaciones tienen un acabado máximo de 16 micropulgadas ( $\mu\text{pulg}$ ), en el resto de la pieza la rugosidad es de 125 micropulgadas ( $\mu\text{pulg}$ ) y los bordes (aristas, vértices, intersección de perforaciones, etc) poseen un radio de 1/16 pulgadas. Luego se le realizó a la pieza un tratamiento de autofrettage a una presión de 110.000 psi, específicamente en los orificios  $\delta$  y  $\phi$ . Como última etapa el proveedor analizó la pieza por ultrasonido sin encontrar defectos mayores a 0,03".

**Tabla 4.1** Composición química del AISI 4340.

| Elemento | % en peso |        |
|----------|-----------|--------|
|          | mínimo    | máximo |
| Fe       | 95,20     | 96,33  |
| C        | 0,37      | 0,43   |
| Ni       | 1,65      | 2,00   |
| Cr       | 0,70      | 0,90   |
| Mn       | 0,60      | 0,80   |
| Mo       | 0,20      | 0,30   |
| Si       | 0,15      | 0,35   |
| P        | 0,00      | 0,04   |
| S        | 0,00      | 0,04   |

**Tabla 4.2** Propiedades mecánicas del AISI 4340 con un templado y un doble recocido según el proveedor.

| Propiedad  | Valor          |        |
|--|----------------|--------|
| Tensión de rotura (MPa), $\sigma_u$  | <b>1034</b>    | mínimo |
| Tensión de fluencia (MPa), $\sigma_y$  | <b>965</b>     | mínimo |
| Elongación a la rotura (para una longitud calibrada de probeta de 2" de largo) (%) | <b>15</b>      | mínimo |
| Dureza (HV)  | <b>332-355</b> | rango  |

El "T" block junto con los espárragos (que lo conectan con el inlet tube, el outlet tube y la válvula de seguridad), fueron remitidos al taller para realizárseles un peritaje a diferencia de las juntas lenticulares, las bridas y la válvula de seguridad que no fueron despachadas.

#### 4.2.1. Eventos posteriores al incidente en estudio

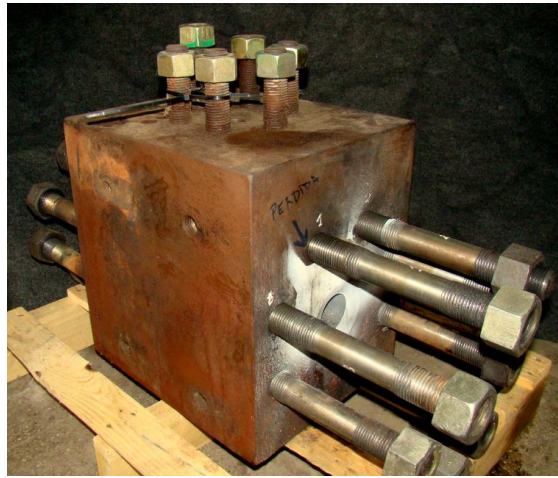
En el transcurso del proceso de investigación de la falla y con posterioridad al mismo, se produjeron en la planta de producción de LDPE, al menos 3 incidentes. Estos, se encuentran en estudio. Solo se posee información sobre uno de ellos, donde falló otro "T" block debido a la ejecución incorrecta de los procedimientos de operación.

Los restantes eventos se localizaron tanto aguas arriba como agua abajo del "T" block.



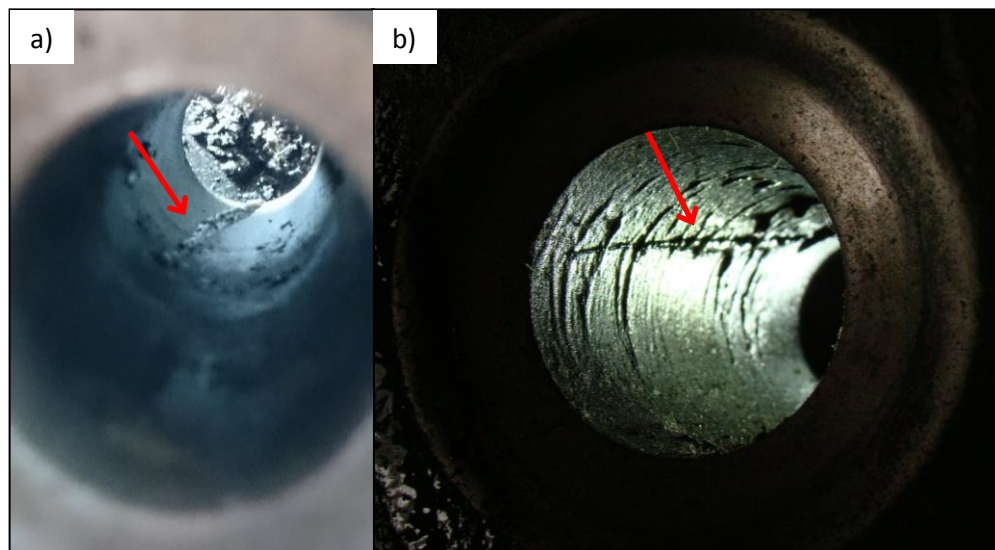
### 4.3. Análisis visual

El "T" block exhibía una corrosión generalizada consecuencia de haber estado ubicado a la intemperie y una indicación de la zona de fuga (*Figura 4.7*). La pintada blanca en la cara donde se presentó la pérdida, se correspondía con el contraste que se utilizó en la inspección mediante partículas magnéticas efectuada por la Contratante. No se detectó la presencia de defectos superficiales en el entorno de los agujeros roscados donde se insertan los espárragos.



**Figura 4.7** Zona de fuga de la pieza "T" block.

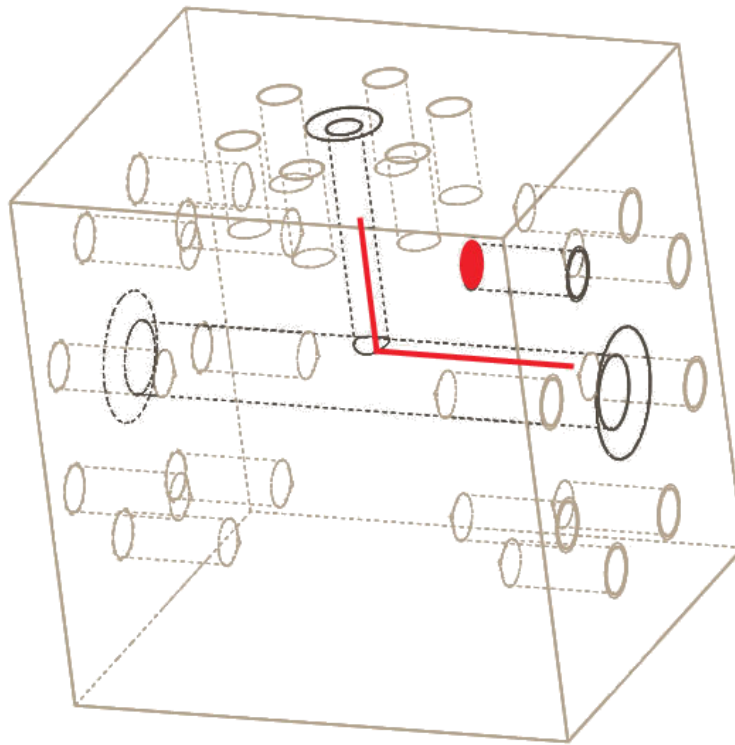
Continuando con la inspección ocular, se localizó una fisura en el orificio  $\varphi$  del "T" block (*Figura 4.8 a*), que se extendía hasta el orificio  $\delta$  del lado del compresor (*Figura 4.8 b*).



**Figura 4.8** Vistas de la fisura desde los orificios: a) desde el orificio  $\varphi$ , y b) desde el orificio  $\delta$ .

Para determinar la dirección de avance de la fisura, se procedió a inspeccionar por ultrasonido la pieza. Se recubrió la superficie de la región a examinar con un gel acoplante y se empleó un detector de fallas USN 52 KRAUTKRAMER con un palpador DA301.

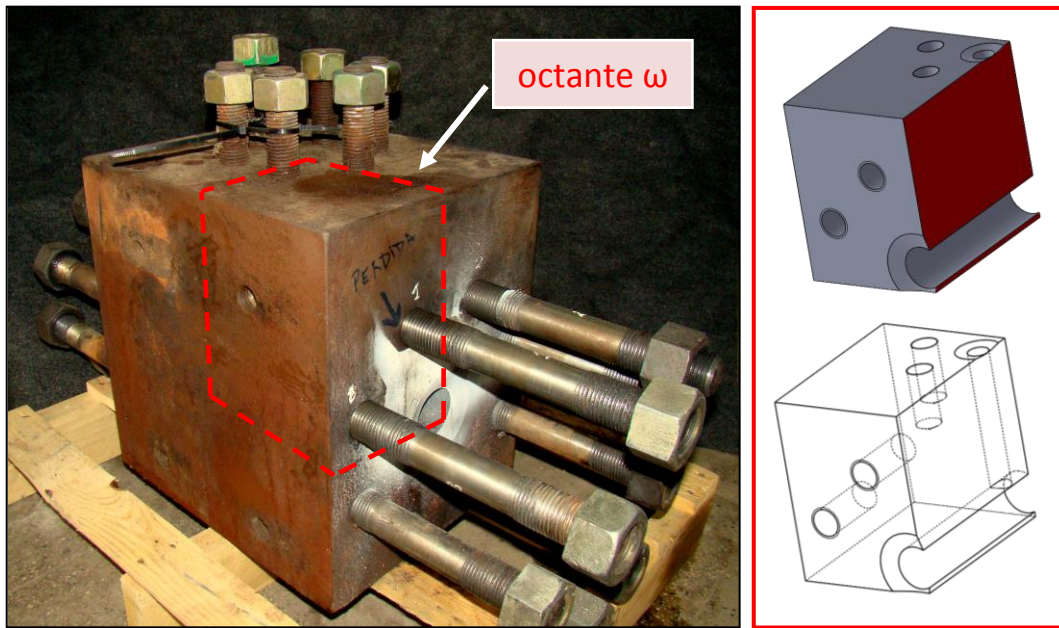
En el ensayo se comprobó que la fisura encontrada durante la inspección visual, se conectaba con el punto de fuga detectado durante la prueba hidráulica (*Figura 4.4*).



**Figura 4.9** Esquema del "T" block, fisuras halladas en los orificios  $\delta$  y  $\varphi$ , y punto de fuga (agujero roscado en el que inserta un espárrago).

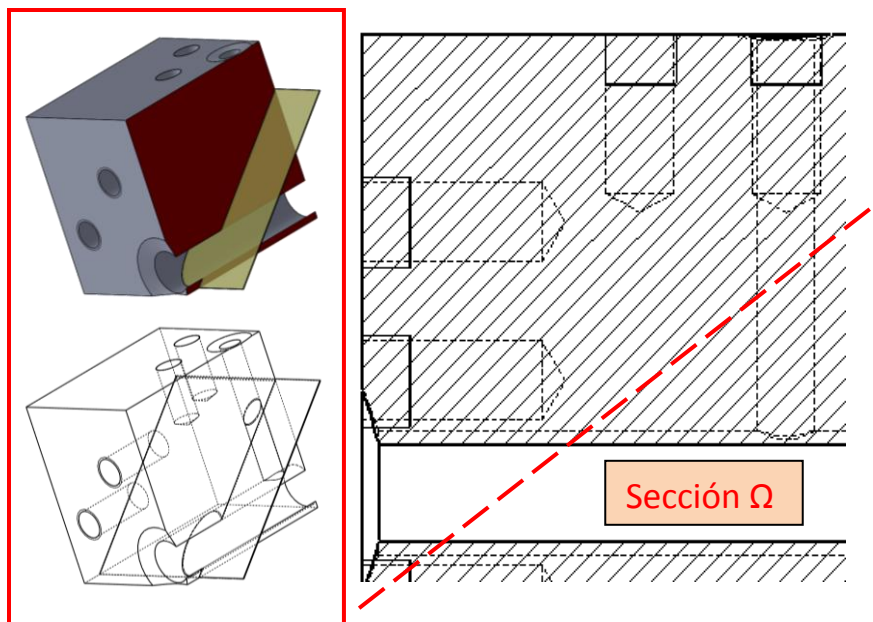
En base a estos resultados, el camino de avance de la fisura se intuye que es el indicado en la *Figura 4.9*.

Una vez ubicada por ultrasonido la región atravesada por la fisura, se procedió a extraer el octante del "T" block que la contenía (denominado de aquí en adelante  $\omega$ ), mediante el corte de una sierra de banda (*Figura 4.10*).



**Figura 4.10** Indicación en el “T” block de la zona que contenía la fisura y que fue extraída para ser analizada.

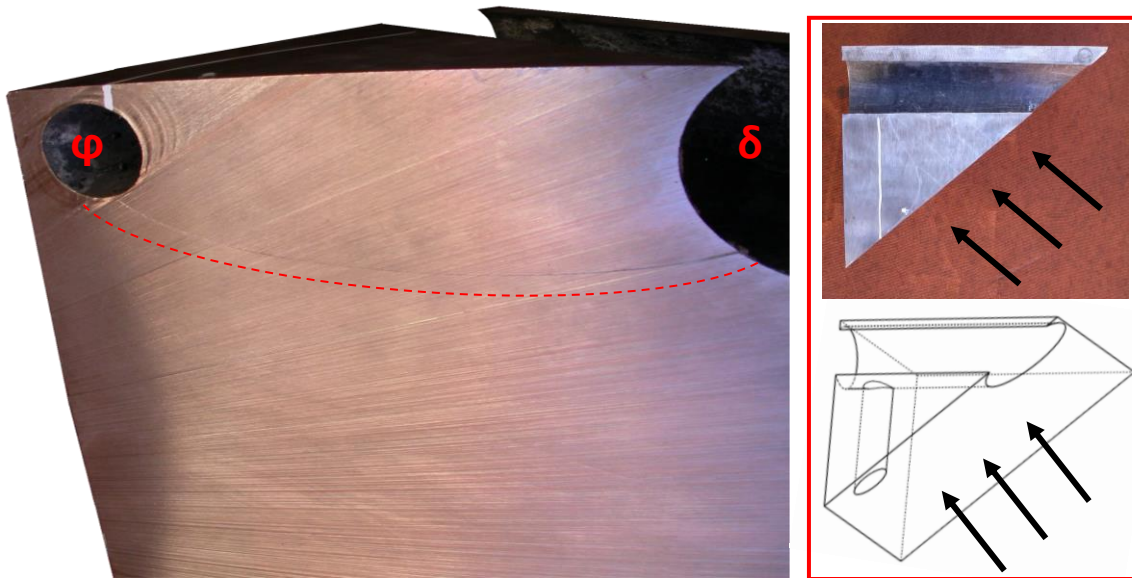
Al octante  $\omega$  se le realizó un corte en diagonal (*Figura 4.11*), nuevamente con la sierra de banda, de manera tal de obtener la zona en la que converge la fisura, que se aprecia viendo ambos orificios (*Figura 4.8*). La sección producto del corte se denominó *sección  $\Omega$* .



**Figura 4.11** Croquis del octante extraído y el posterior corte oblicuo (indicado en rojo). A partir del mismo se obtuvo la *sección  $\Omega$* .

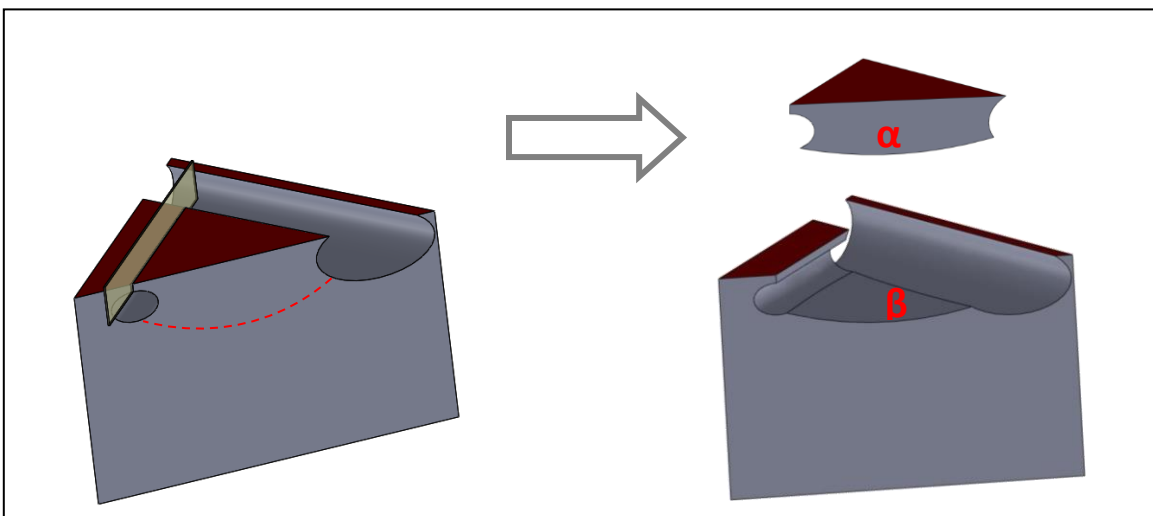


Observando la *sección  $\Omega$*  desde la cara expuesta por el corte oblicuo, se percibe la presencia de una fisura que conecta los orificios  $\delta$  y  $\varphi$  (Figura 4.12).



**Figura 4.12** La imagen principal se corresponde con la vista indicada en negro de la *sección  $\Omega$*  (margen derecho). Se puede apreciar la presencia de una fisura (señalada con la línea punteada roja).

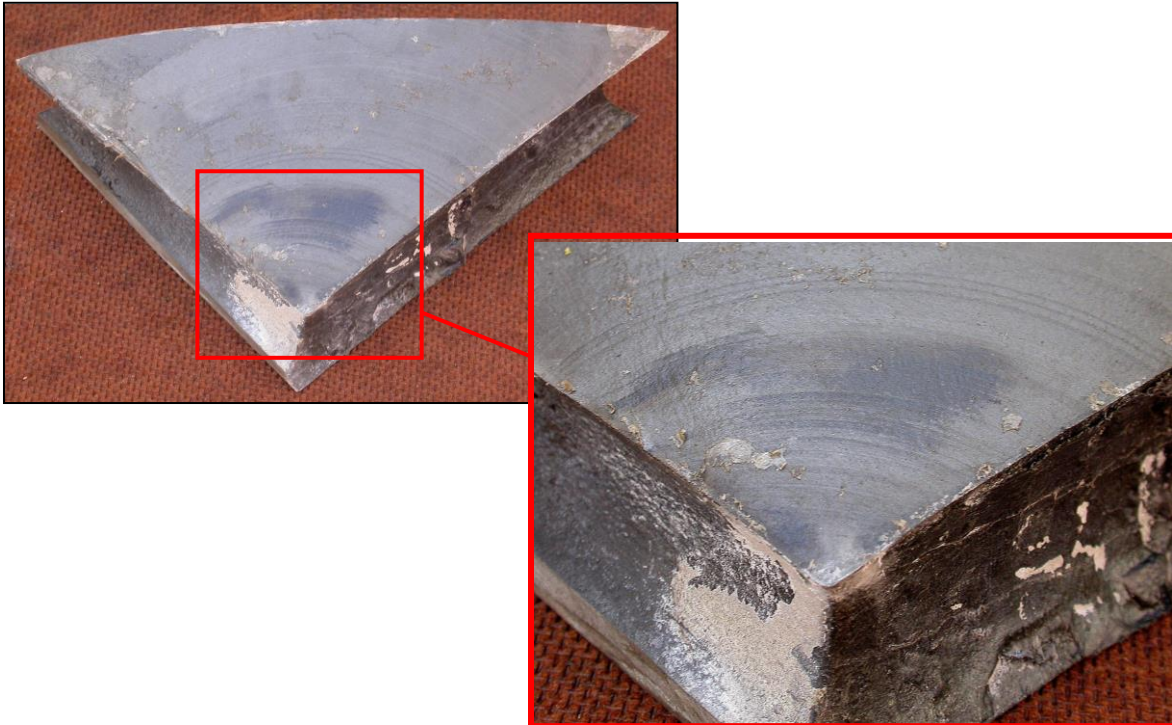
Por último, se prosiguió a cortar la *sección  $\Omega$*  con el plano indicado en la Figura 4.13, mediante una amoladora, hasta que se interceptó el orificio  $\varphi$ . Llegado este punto, la pieza se separó en 2 fragmentos, denominados *fragmento  $\alpha$*  y *fragmento  $\beta$* .



**Figura 4.13** Representación de la *sección  $\Omega$* , de la fisura que conecta los orificios  $\delta$  y  $\varphi$  (línea roja punteada), y del corte realizado para dividir la pieza en 2 fragmentos:  $\alpha$  y  $\beta$ .

En los orificios  $\delta$  y  $\varphi$  se detectó la presencia de depósitos de polímero, así como en las caras enfrentadas de los fragmentos  $\alpha$  y  $\beta$  que conformaban la cavidad de la fisura.

Al analizar los *fragmentos*  $\alpha$  y  $\beta$ , se apreciaron marcas de playas que son indicativas tanto de la zona de iniciación de la fisura, como de su dirección de propagación (*Figura 4.14*). Se visualizó que el origen de la misma se encuentra en la región donde se produce la intersección de los orificios  $\delta$  y  $\varphi$  del "T" block.



**Figura 4.14** Patrón de daño indicativo de fatiga en el *fragmento*  $\alpha$  y detalle de la zona de iniciación de la fisura.

Mientras que el *fragmento*  $\alpha$  se lo resguardó como back up, al *fragmento*  $\beta$  se lo empleó para efectuar los ensayos y análisis.

#### 4.4. Análisis de resultados

En función de la información recopilada y del análisis visual efectuado, se exponen los siguientes enunciados:

- La fuga de etileno detectada, tuvo lugar en el accesorio estudiado, denominado “T” block. La fuga se produjo a través de una fisura que progresó hasta comunicar los orificios internos ( $\delta$  y  $\varphi$ ) hasta alcanzar uno de los agujeros roscados para los espárragos. (Figura 4.9).
- Al abrir la fisura (luego de separar la sección  $\Omega$  en los fragmentos  $\alpha$  y  $\beta$ ) se detectó la presencia de marcas de playa sobre ambas superficies de la fisura, indicativas de propagación subcrítica por fatiga (Figura 4.14 ).
- Las paredes de ambos orificios internos poseían una película de polímero adherida en su superficie (a pesar de que el accesorio se ubica aguas arriba del reactor tubular), al igual que la cavidad de la fisura.

## **5. ENSAYOS REALIZADOS SOBRE LA PIEZA**

### **5.1. Estudio de defectos superficiales y subsuperficiales**

Para detectar la existencia de defectos superficiales y subsuperficiales se efectuó una inspección por partículas magnéticas.

Este método consiste en la generación de un campo magnético de forma sectorizada en la pieza, y la aplicación de partículas ferromagnéticas sobre dicha región. En el caso de existir una fuga del campo magnético, las partículas se agrupan dando una indicación de una posible discontinuidad superficial o subsuperficial. La capacidad de detección de defectos es máxima cuando estos se ubican perpendiculares a las líneas del campo magnético y mínima cuando estos están paralelos a las mismas.

Las superficies que se estudiaron fueron las de los orificios  $\delta$  y  $\varphi$  del "T" block.

Previa realización del examen se acondicionó el área para lograr una superficie lisa, seca y limpia (remoción de depósitos de polímero), de manera de lograr resultados eficientes.

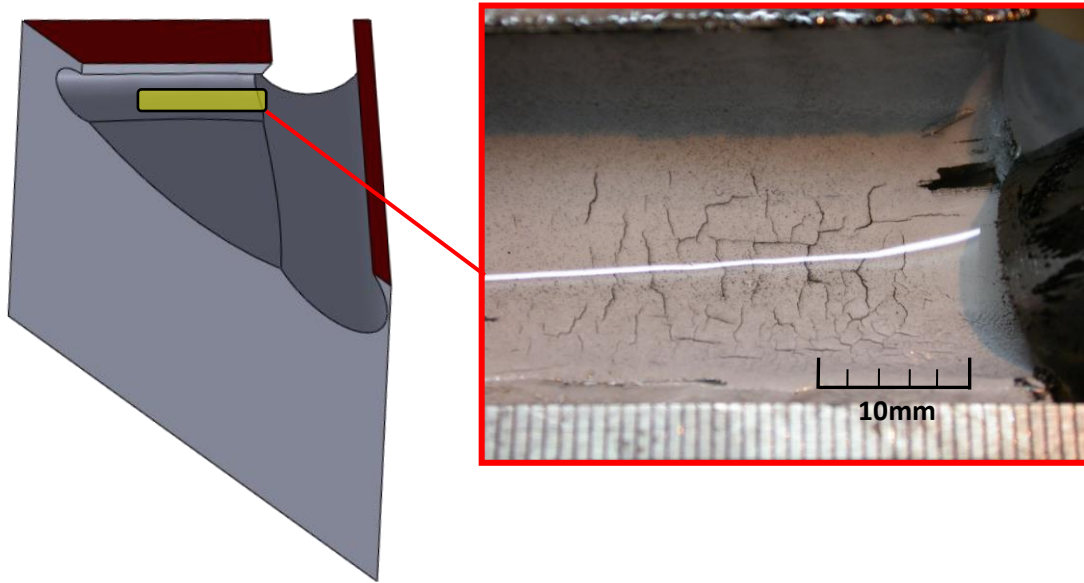
Debido a que la coloración de las partículas magnetizables era negra (y similar al de la superficie a analizar), como primer paso del procedimiento se recubrió la zona a estudiar con contraste blanco Magnavis WCP-2. Una vez seco, se prosiguió a magnetizar con un yugo electromagnético Magnavis Y-1 por sectores la pieza y se aplicaron las partículas magnéticas visibles negras vía húmedas Magnavis 7HF.

El estudio se realizó sobre la superficie de los orificios  $\delta$  y  $\varphi$ , barriendo íntegramente la misma y variando la orientación del campo magnético (mediante la rotación del yugo) para detectar posibles defectos orientados en otras direcciones.

Un dato que se debe tener en cuenta es que, debido a la disponibilidad de un yugo electromagnético Magnavis Y-1 de corriente alterna, solo fue posible la detección de defectos superficiales y no de los subsuperficiales.

La inspección mediante esta técnica reveló la presencia de fisuración en el orificio  $\varphi$ , pero no así en el orificio  $\delta$ . La misma responde a un patrón tipo mapa, compuesto por fisuras longitudinales y circunferenciales en el orificio  $\varphi$  del accesorio (*Figura 5.1*). Estas discontinuidades

medían entre 5mm y 12mm de longitud, y las dimensiones eran similares en ambas direcciones (circunferencial y longitudinal), es decir que no había preponderancia de las que estaban ubicadas en una dirección respecto a las otras.

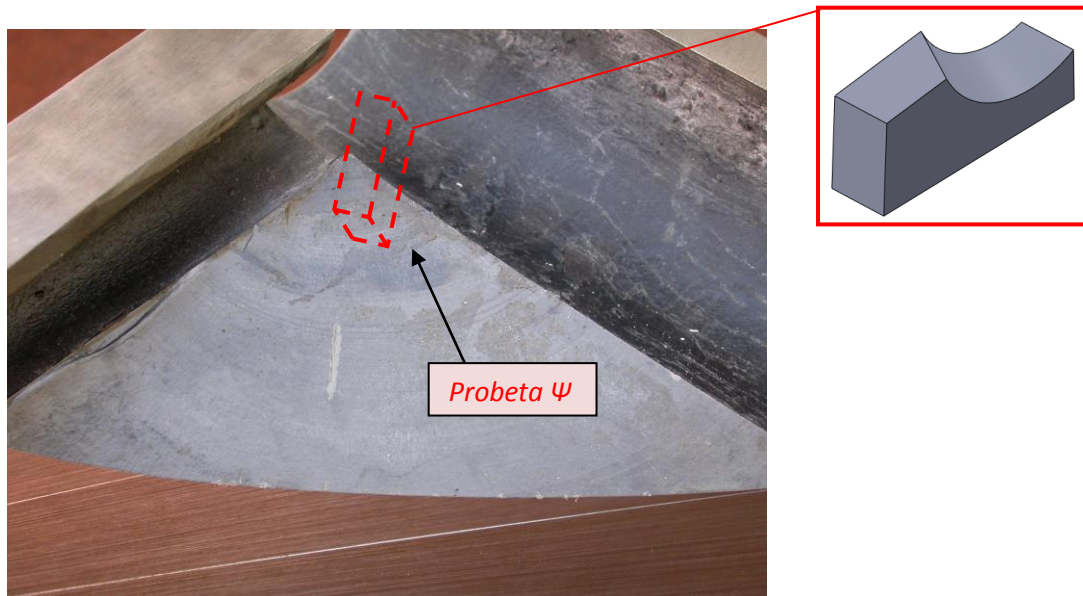


**Figura 5.1** Fisuras longitudinales y circunferenciales en patrón tipo mapa detectadas en el orificio  $\varphi$ .

## 5.2. Preparación de las muestras para los restantes ensayos

Continuando los estudios sobre el fragmento  $\beta$ , se seccionó una porción de material en la región próxima al origen de la fisura (Figura 5.2). El mismo se halla siguiendo las ondas de las marcas de playa hacia su “fuente”.

El corte fue efectuado empleando una amoladora, discos de corte y agua, para evitar el sobrecalentamiento de la región, que eventualmente podría alterar la microestructura del material del “T” block. La muestra obtenida se denomina *probeta*  $\psi$ .



**Figura 5.2** Probeta extraída del fragmento  $\beta$  de la zona de inicio de la fisura.

La probeta  $\Psi$  se aplanó empleando una lijadora circular y un papel lija P80. Posteriormente se llevó adelante el montaje en frío de la muestra en una resina acrílica, a temperatura ambiente y una presión de  $3 \text{ kgf/cm}^2$ . Pasados 30 minutos se procedió a desmoldarla.

A continuación, se comenzó con el proceso de desbaste manual: colocando un papel de lija al agua P80 sobre una superficie plana y manteniendo una lubricación constante (se suministró agua en todo momento) se lijó la muestra aplicando presión contra este y realizando movimientos rectilíneos en un solo sentido. Una vez que se logró que todas las líneas originadas en este proceso estén en una misma dirección, se rotó la probeta  $90^\circ$  y se reanudó el procedimiento de desbaste, pero con un papel de lija de grano más fino. Nuevamente se lijó hasta obtener líneas paralelas (que hayan borrado el “daño” de la pasada anterior) y se giró la probeta  $90^\circ$  para seguir con un papel de lija de grano más fino. La secuencia de papeles de lija al agua seguida fue: P80 P100 P220 P400 P600 P1000 P1500 P2000.

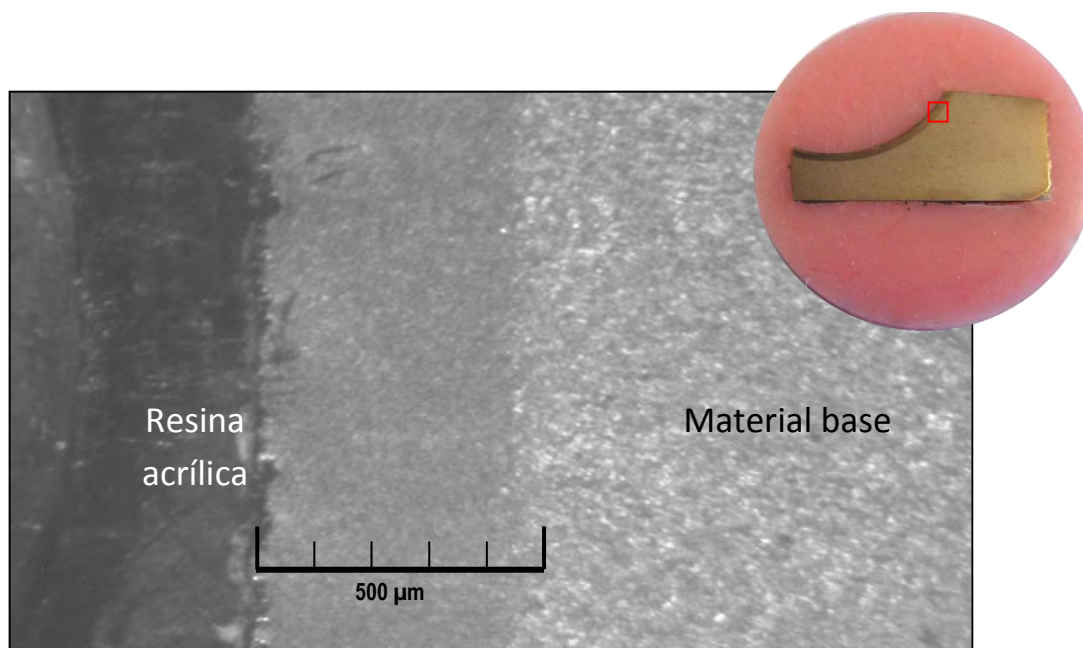
La siguiente etapa en el proceso de preparación de la muestra fue el pulido. Se empleó una pulidora metalográfica y una suspensión de alúmina, para lograr una superficie especular en la probeta. Luego se limpió con agua los restos de material y de la suspensión de alúmina que pudieran haber quedado, se agregó alcohol para desplazar el agua y por último se evaporó el alcohol usando un aire caliente.

Para revelar la microestructura se atacó la superficie de la *probeta*  $\psi$  con Nital al 2% (solución en la cual el ácido nítrico se diluye en alcohol) durante unos 10 segundos. Se interrumpió el ataque al rociar la superficie con alcohol, se enjuagó la probeta con agua, se aplicó nuevamente alcohol para desplazar el agua y se secó la superficie con aire caliente.

### 5.3. Evaluación micrográfica

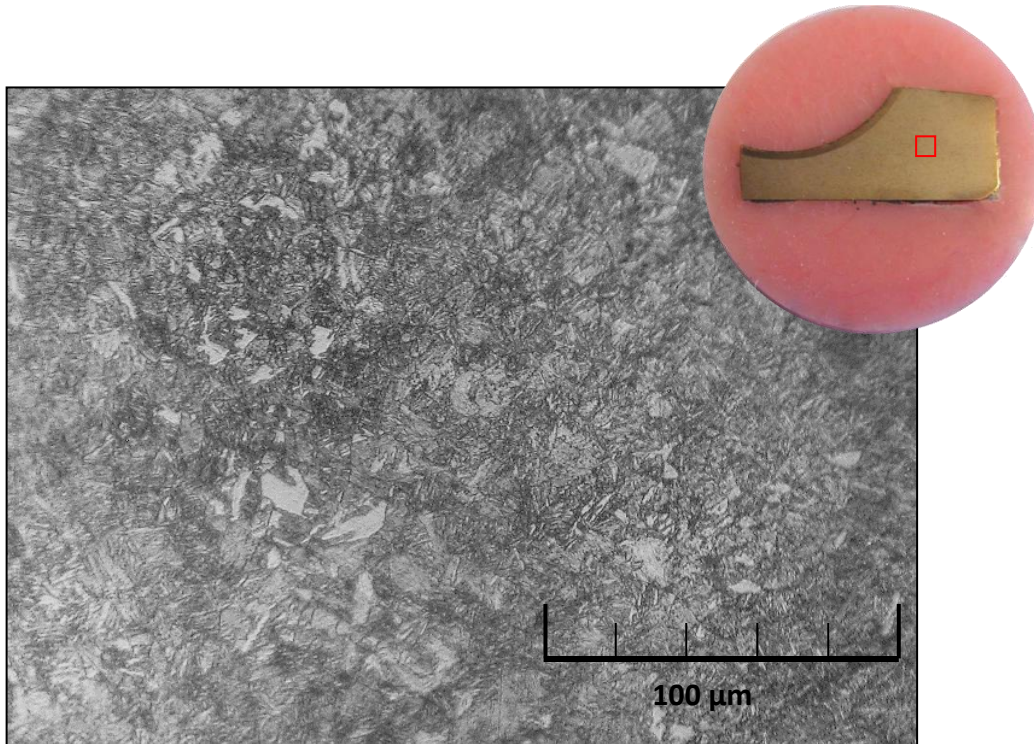
Previa utilización del microscopio óptico, una vez efectuado el ataque con Nital al 2% a la *probeta*  $\psi$ , se percibía a ojo desnudo en una diferencia de coloración entre el material que rodea a los orificios  $\delta$  y  $\varphi$ , y el material base del "T" block.

La región aledaña al *orificio*  $\delta$ , que mostró una diferencia en su coloración respecto al material base, poseía un espesor de 500  $\mu\text{m}$ . En la misma se pudo apreciar una estructura más refinada que la del resto de la muestra (*Figura 5.3*).



**Figura 5.3** Franja de refinamiento de microestructura de 500 $\mu\text{m}$  de espesor, presente en ambos conductos.





**Figura 5.4** Microestructura en material base.

La microestructura del “T” block resultó ser una mezcla de martensita revenida y bainita (Figura 5.4).

#### **5.4. Caracterización de las fisuras que no propagaron**

En base a la detección de fisuras en el orificio  $\phi$  en el *Punto 5.1 Estudio de defectos superficiales y subsuperficiales*, se procedió al análisis de la morfología de las mismas.

La técnica empleada para la evaluación fue la microscopía de barrido electrónico (SEM).

En la microscopía de barrido electrónico un haz de electrones escanea la superficie de la muestra. Cuando los electrones impactan contra su superficie, una variedad de señales son generadas, y es la detección específica de las mismas, la que genera una imagen o brinda información sobre la composición elemental de la muestra y su distribución. Las tres señales que proporcionan la mayor cantidad de datos en SEM son los electrones secundarios, los electrones retrodispersados y los rayos X.

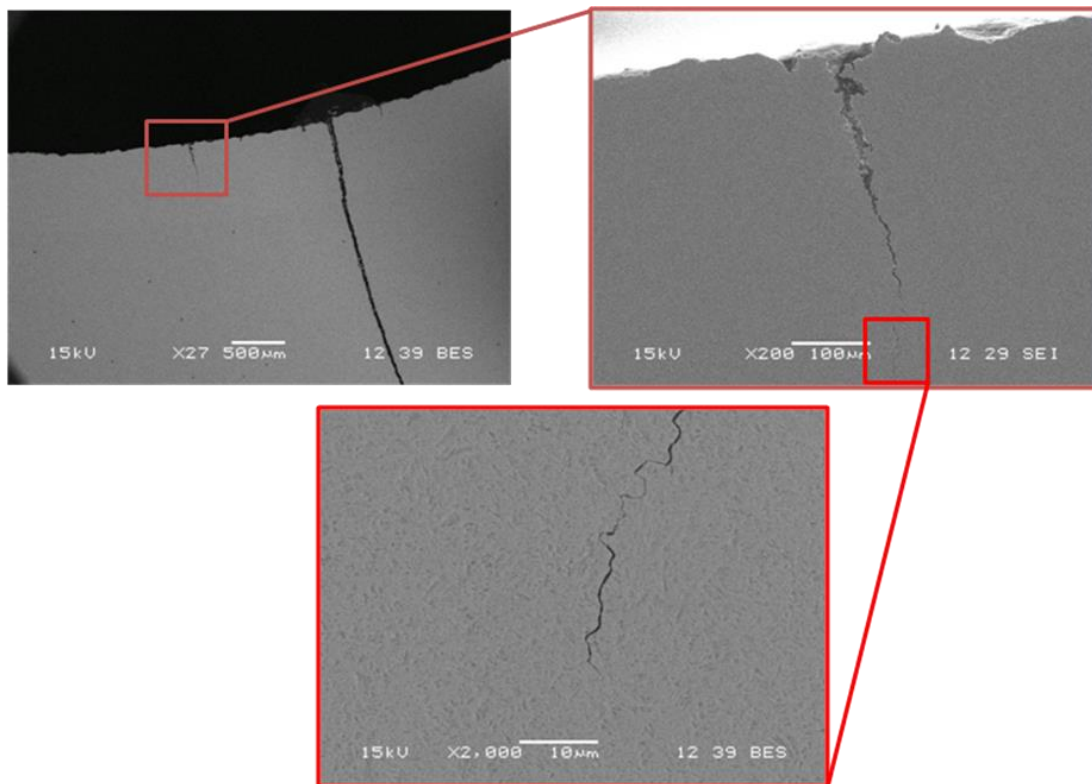
Los electrones secundarios se producen cuando un electrón del haz pasa muy cerca del núcleo de un átomo de la muestra, proporcionando la suficiente energía a uno o varios de los



electrones interiores para saltar fuera de la muestra. Estos electrones son de muy baja energía por lo que deben encontrarse muy cerca de la superficie para poder escapar. Los mismos posibilitan la generación de imágenes tridimensionales de la superficie de la muestra.

Los electrones retrodispersados se producen cuando un electrón del haz choca frontalmente con el núcleo de un átomo de la muestra, siendo repelido en sentido contrario fuera de la muestra. La intensidad de dicho efecto varía proporcionalmente con el número atómico de la muestra, permitiendo obtener un mapa con información sobre la composición superficial de la muestra.

Empleando un microscopio electrónico de barrido Joel JSM-6460LV, equipado con una sonda para detectar electrones secundarios y otra para electrones reflejados, se obtuvieron imágenes de una probeta extraída perpendicularmente al orificio  $\phi$ .



**Figura 5.5** Imágenes de fisura que no propagó, obtenidas con un microscopio de barrido electrónico (SEM) equipado con sondas para detección de electrones secundario (SE) y retrodispersados (BES), aplicando diferentes aumentos.

En la *Figura 5.5* se aprecia el detalle de una de las fisuras. La misma es perpendicular al radio interno del orificio  $\phi$ , dando la pauta que su crecimiento está asistido por tensiones que actúan circunferencialmente. La fisura no posee ramificaciones y su punta es aguda. La imagen no posibilita determinar si la propagación fue intergranular o intragranular, dado que no se consiguió resolver la microestructura en esos niveles de aumento.

## **5.5. Evaluación de gradientes en la composición química**

En base al aspecto de la *probeta*  $\psi$  luego de ser atacada con Nital, se procedió a analizar la posibilidad de que la interacción del etileno y/o el comonomero con el material del "T" block, haya introducido alteraciones locales en la composición química.

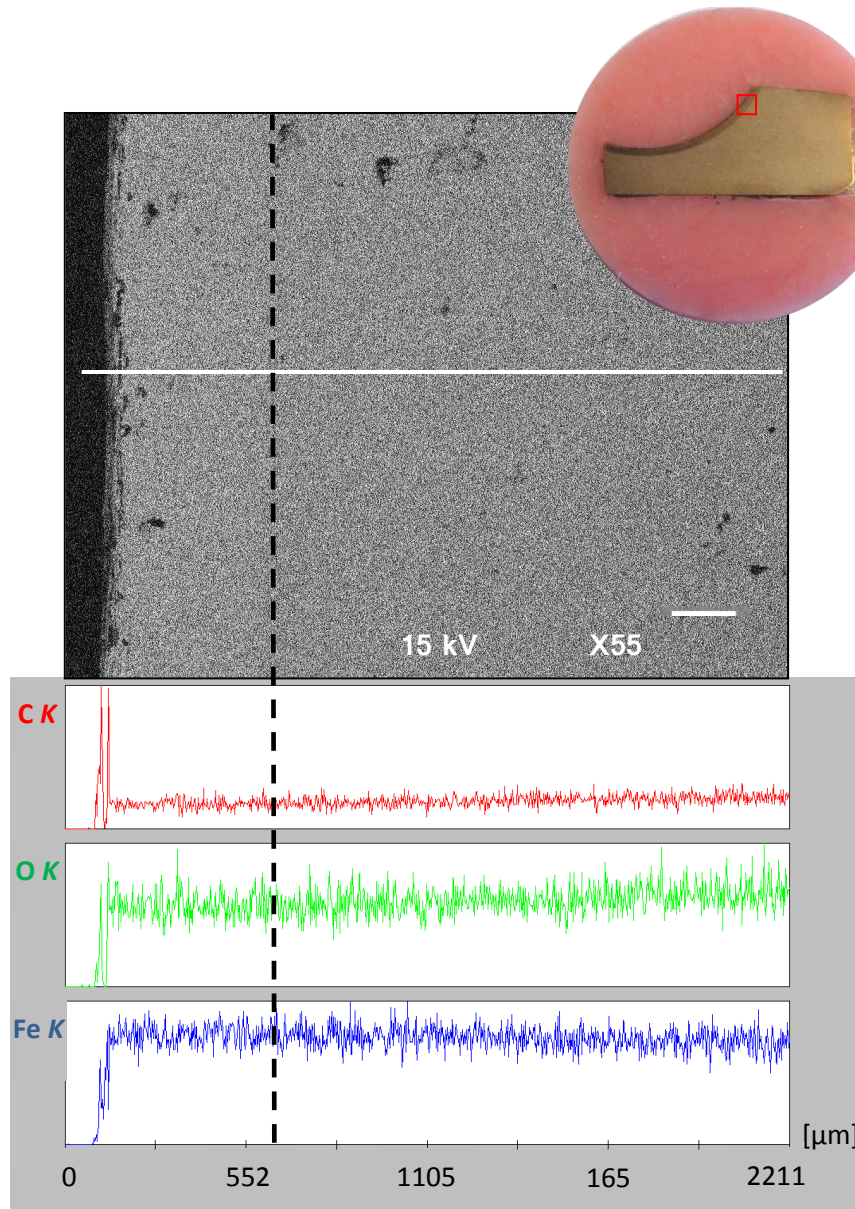
Partiendo de que la composición química del monómero (etileno) y el comonomero es C+H o C+H+O, se evaluó el gradiente de estos elementos en el material, que podría dar indicios de procesos difusivos y/o reacciones químicas. Para no descartar anticipadamente la presencia de otros elementos químicos, pero por otro lado evitar analizar todo el espectro, se midió la concentración de Fe en el accesorio, ya que su decaimiento (en la interfaz con el fluido) puede ser indicativo de que estaría ocurriendo una reacción química o que habría sido adsorbido algún elemento .

La técnica empleada para la evaluación, nuevamente fue la microscopía de barrido electrónico (SEM), pero en este caso se equipó el SEM con una sonda para detección de rayos X.

Estos se generan como consecuencia de la transición de niveles de los electrones en los átomos de la muestra, al interactuar con el haz de electrones primario. Los rayos X emitidos tienen una energía característica según el elemento químico. La detección y medición de la energía permite un análisis químico (Energy dispersive X-ray spectroscopy o EDS). Un EDS puede proporcionar un análisis de composición química elemental cualitativo y bajo ciertas condiciones también cuantitativo. Los rayos X pueden además ser usados para elaborar un mapeo o un escaneo de línea, mostrando la distribución elemental en la superficie de la muestra.

Las limitaciones a esta técnica son que las superficies a analizar deben ser conductoras y estar secas, y además que no permite detectar elementos con un peso atómico inferior al Berilio (Be).

Empleando un microscopio electrónico de barrido Joel JSM-6460LV, equipado con una sonda EDS Genesis XM4-Sys 60, se le realizó a la *probeta*  $\Psi$  del "T" block una espectroscopia de rayos X por dispersión de energía. Se optó por un escaneo de tipo lineal (*Figura 5.6*) para evaluar un posible gradiente en la composición química, desde la zona de la probeta en contacto con el fluido de proceso hacia el interior de la pieza.



**Figura 5.6** Escaneo lineal de composición elemental en la zona indicada de la probeta. La línea continua blanca en la micrografía de la *probeta*  $\Psi$  muestra el camino seguido por la sonda. La línea discontinua negra tanto en la micrografía, como en el resultado de la espectroscopia de rayos X por dispersión de energía, indica la banda de 500  $\mu\text{m}$  en la que se detectó refinamiento de la microestructura.

En la interfaz del programa donde figuran las mediciones, se puede observar que existen 3 regiones claramente definidas. En la primera la concentración de los elementos químicos es nula y se corresponde con la zona donde está la resina (material no conductor) en la que se incluyó la probeta; la segunda es la zona de transición de la resina polimérica a la muestra a analizar; y la tercera es aquella donde la medición entrega un valor distinto de cero (cabe destacar la presencia de ruido asociado a la técnica de medición) y que se realiza sobre el material del “T” block.

En ninguno de los elementos químicos analizados se halló una variación en su concentración al realizar el escaneo lineal.

## **5.6. Caracterización del material**

### **5.6.1. Análisis químico**

Para determinar la composición química del “T” block, se extrajo una muestra (4 cm<sup>2</sup> de superficie y 1 cm de espesor) de una región alejada de la falla y que se asumió representativa de las propiedades del material de la pieza. La misma se preparó siguiendo los pasos empleados para elaborar una probeta para visualización de micrografía (ver *Punto 5.2 Preparación de muestras para los restantes ensayos*), pero a diferencia de esta, no se la montó en resina acrílica, la secuencia de papeles de lija empleada llegó hasta P600 y no se la pulió ni atacó químicamente.

A la muestra se le realizó un análisis químico por espectroscopia de excitación por chispa, empleando un equipo marca Baird, modelo DV6. Este tipo de análisis permite determinar los elementos presentes en una muestra, así como el porcentaje de cada uno de ellos. Su funcionamiento se basa en la detección de las longitudes de onda característica de cada elemento cuando sus electrones son excitados mediante una chispa.

En la *Tabla 5.1* se presentan los resultados obtenidos:

**Tabla 5.1** Composición química del material.

| Elemento | % en peso |
|----------|-----------|
| C        | 0,50      |
| Ni       | 1,91      |
| Cr       | 0,76      |
| Mn       | 0,77      |
| Mo       | 0,29      |
| Si       | 0,36      |
| P        | 0,01      |
| S        | 0,01      |

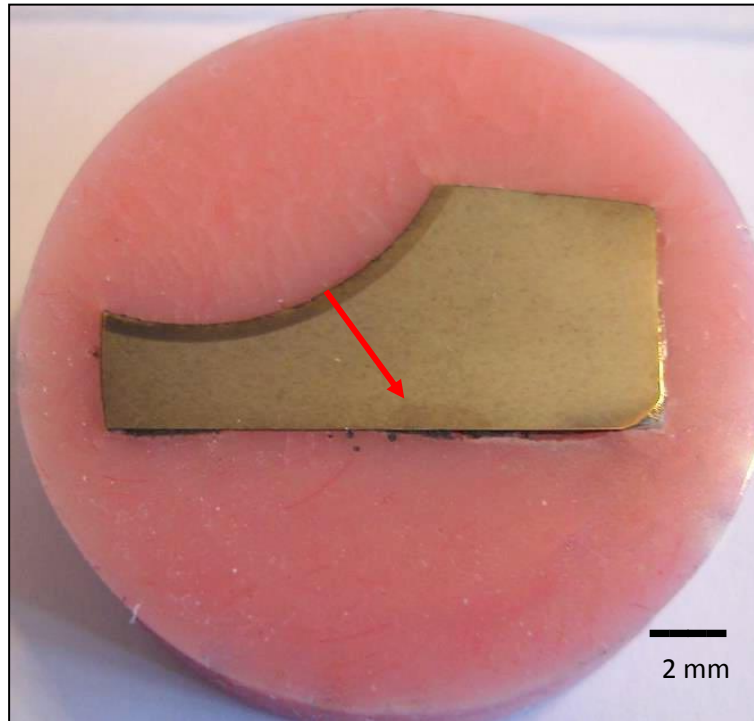
Comparando la composición química de un acero AISI 4340 (ver *Tabla N°1*) con la de la pieza se observa que los elementos constitutivos Ni, Cr, Mn y Mo, y las impurezas P y S, se hallan dentro de los parámetros establecidos, sin embargo el C y el Si no lo están.

Cabe aclarar, que luego de realizar este análisis en otras muestras para distintos proyectos, se detectó que el equipo empleado presentaba una calibración inadecuada en la detección del contenido de C.

### **5.6.2. Dureza (micro)**

Para evaluar la dureza del material del “T” block, se realizó un ensayo de penetración estática de tipo Vickers. En el mismo un indentador de diamante, con forma de pirámide de 4 caras (el ángulo es de 136° entre caras opuestas), es forzado a penetrar el material a ensayar, mediante la aplicación de una carga. A partir de la medición de las diagonales resultantes de la “huella”, luego de remover la carga, se calcula su valor medio y con el dato de la fuerza aplicada, se determina el valor de la dureza.

El ensayo se efectuó en la dirección y sentido indicados en la *Figura 5.7*. Para el mismo se empleó un microdurómetro “ISOTEST modelo P1000” con un indentador Vickers y 300 g de carga.



**Figura 5.7** Ensayo de microdureza realizado sobre probeta  $\Psi$  del "T" block, en la dirección y sentido indicados con la flecha roja.

A continuación, en la *Tabla 5.2* se presentan los resultados. La distancia se considera tomando como origen al radio interno del orificio y se incrementa al alejarse perpendicularmente del mismo.

**Tabla 5.2** Distancia perpendicular al orificio por el que circula el fluido de proceso y su correspondiente valor de dureza.

| Profundidad (mm) | Valor de Dureza (HV) |
|------------------|----------------------|
| 0,1              | 420                  |
| 0,2              | 480                  |
| 0,3              | 480                  |
| 0,4              | 570                  |
| 0,5              | 570                  |
| 0,6              | 520                  |
| 0,7              | 326                  |
| 1,0              | 300                  |
| 1,5              | 316                  |
| 2,0              | 321                  |
| 2,5              | 343                  |
| 3,0              | 345                  |

Al comparar las durezas obtenidas en los ensayos, con la ficha técnica de la pieza (*Tabla N°2*), se pueden delimitar 3 zonas. La primera va desde orificio hasta 0,6 mm hacia el interior de la pieza en dirección perpendicular al mismo, caracterizándose por presentar una dureza superior a la especificada; luego está la comprendida entre 0,7 y 2 mm, en la cual la dureza es inferior a la enunciada en la ficha técnica; y por último la que se halla más de 2,5 mm desde el orificio, en la que la dureza tiene valores que se ajustan a las especificaciones del proveedor.

### **5.6.3. Análisis mecánico**

Se realizaron ensayos mecánicos en una probeta del material extraída de la pieza, utilizando el equipo ESYS 10.

El funcionamiento del dispositivo consiste en el desarrollo de una indentación instrumentada: realiza múltiples indentaciones sucesivas en la misma posición de la superficie pulida de un material, mediante varios ciclos de carga y descarga, mientras se registran la carga aplicada y la profundidad. Posteriormente en base a los datos recopilados, el software determina el valor de la tensión de fluencia, la tensión de rotura y el coeficiente de endurecimiento por deformación.

Es necesario aclarar que los resultados que se obtienen, dado el carácter de prototipo del equipo, son cualitativos y fueron empleados a modo indicativo.

Se procedió con esta técnica debido a su bajo costo, simplicidad y rapidez en la entrega de los resultados, a pesar de no poseer una precisión tan elevada en comparación con un ensayo de tracción tradicional.

La probeta ensayada fue la misma que se analizó por espectroscopía de excitación por chispa, en el *Punto 5.6.1. Análisis químico*.

Los resultados de los ensayos con el ESYS10 figuran en la Tabla 5.3.

**Tabla 5.3** Propiedades mecánicas del material base de la pieza.

| Propiedad                             | Indentación |         |         | Valor Promedio |
|---------------------------------------|-------------|---------|---------|----------------|
|                                       | 1           | 2       | 3       |                |
| Tensión de rotura (MPa), $\sigma_u$   | 993,88      | 1044,04 | 1016,15 | <b>1018</b>    |
| Tensión de fluencia (MPa), $\sigma_y$ | 718,40      | 722,61  | 718,14  | <b>720</b>     |

Al comparar el valor de las propiedades del AISI 4340 indicadas por proveedor (Tabla 4.2) con las del material de la pieza, se percibe que resultaron ser inferiores a los estándares señalados. En el caso de la tensión rotura ( $\sigma_u$ ) se ubicó muy cercana al límite inferior del valor establecido, mientras que la tensión fluencia ( $\sigma_y$ ) se situó 245MPa por debajo de lo requerido.

El valor de la tensión de fluencia ( $\sigma_y$ ) obtenido fue descartado. Esto se debió a que en el *Punto 5.6.2. Dureza (micro)* el valor de la dureza de la pieza dio entre los límites estipulados para el material y, dado que  $\sigma_y$  se infiere desde la misma, la tensión de fluencia no debería haber presentado tal discrepancia con el valor exigido.

## 5.7. Análisis de resultados

Basándose en los resultados de los ensayos llevados adelante, a continuación se presenta un compendio de la información recabada:

- En el orificio  $\varphi$  del “T” block, que deriva en la válvula de seguridad, se detectaron fisuras dispuestas en un patrón tipo “mapa”, con una preponderancia de las mismas en las direcciones longitudinal y circunferencial (Figura 5.1).
- En la región aladaña a los orificios  $\delta$  y  $\varphi$  (primeros 0,5mm contabilizados desde el radio interno hacia el interior de la pieza) se halló un afinamiento de la microestructura del material (Figura 5.3). En dicha región se midieron valores de dureza superiores al material base, congruentes con la microestructura encontrada (Tabla 5.2).
- Al analizar una de las fisuras que no propagaron se percibe que está ubicada perpendicularmente al radio interno del orificio  $\varphi$ , dando la pauta que su crecimiento está asistido por tensiones que actúan circunferencialmente. La fisura no posee ramificaciones y su punta es aguda (Figura 5.5). La imagen no posibilita determinar si la



propagación fue intergranular o intragranular, dado que no se consiguió resolver la microestructura en esos niveles de aumento.

- La composición química de la pieza era uniforme, dado que no se detectó un gradiente de composición entre la zona en contacto con el fluido y el material base (Figura 5.6). Se descartaron procesos de difusivos de elementos del fluido del proceso hacia el interior de la pieza y/o una reacción química con el material de la misma. Se descartó la existencia de tratamientos químicos sobre la superficie de los orificios  $\delta$  y  $\varphi$ , como por ejemplo: cementado, nitrurado. Debido a las limitaciones de la técnica empleada (no permite detectar elementos químicos con un peso atómico inferior al del Be), para el elemento hidrógeno (H) no es posible realizar esta aseveración.
- La composición química del material (Tabla 5.1) satisface los límites para el AISI 4340 (Tabla 4.1), con excepción de los elementos químicos Si y C. En ambos casos su concentración se ubicó levemente por encima del rango estipulado para ellos.
- La tensión de rotura (Tabla 5.3) se situó muy próxima al valor estipulado para el AISI 4340 templado y doblemente recocido (Tabla 4.2), mientras que el valor de la tensión de fluencia fue descartado, por los principios sobre los que se sustenta el funcionamiento del equipo y su discrepancia con el ensayo de dureza. Cabe aclarar que la técnica empleada tiene un carácter de tipo cualitativo y se la usó a modo orientativo.

## **6. EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LAS CARGAS CÍCLICAS**

Esta sección describe el fenómeno de fatiga, las causas de la misma en el proceso y la metodología aplicada durante el diseño de la pieza para prevenirla.

Con posterioridad, se introducen los estudios de comportamiento mediante la herramienta de elementos finitos y las bases de su aplicación.

### **6.1. Definición de fatiga, su origen y variables determinantes**

La fatiga es un fenómeno que aparece en elementos sometidos a cargas variables en módulo y/o dirección. La misma produce una falla para esfuerzos inferiores a la resistencia a la rotura o al límite de fluencia, en condiciones de sollicitación estática. El daño sufrido durante el proceso de fatiga es acumulativo.

En general, el proceso de rotura por fatiga, consiste en la aparición de microgrietas, su crecimiento con cada ciclo de carga hasta alcanzar un tamaño crítico de fisura y la propagación repentina de la misma (fractura). Cuando se produce la fractura, la nueva superficie que se genera presenta dos zonas bien diferenciadas: una plana, en donde se aprecian marcas anulares (denominadas marcas de playa) concéntricas a el sitio o los sitios de iniciación de la fisura, asociada al crecimiento de la misma; y una rugosa originada por la fractura de la sección remanente.

Las grietas pueden originarse en varios momentos de la vida de la pieza: durante el proceso de fabricación (defectos del material, mecanizado incorrecto, concentradores de tensión geométricos, etc), en su instalación (manipulación inadecuada por ejemplo), durante la operación y/o mientras se le realiza el mantenimiento (limpieza mecánica, limpieza química, etc).

La vida a la fatiga de la pieza está determinada por: el valor de la tensión mecánica, la manera en que varía a lo largo del tiempo, la existencia de defectos (principalmente superficiales), su entorno, la presencia de tensiones espurias y el tratamiento mecánico, térmico o químico que se le haya aplicado. Dentro de los efectos del entorno, se pueden mencionar el ciclado térmico (que puede conducir a la fatiga aisladamente o superponerse al ciclado mecánico, actuando sinérgicamente) y la degradación del material, producto de la corrosión o la fragilización.

## **6.2. Cargas cíclicas en el proceso productivo y estrategias de mitigación**

Para estudiar el origen de la fatiga evidenciada mediante las marcas playas sobre la pieza bajo estudio, se analizó el proceso de obtención de LDPE y se detectó que los componentes responsables de las variaciones de la presión durante la operación son el hipercompresor y la válvula let down. Mientras que el primero se ubica aguas arriba del “T” block, la válvula se ubica aguas abajo del mismo (a continuación del reactor tubular).

### **6.2.1. Hipercompresor**

El hipercompresor es un compresor de tipo alternativo, que comprime al etileno, proveniente del compresor primario, hasta la presión necesaria para reaccionar en el reactor (2500 bar). La compresión se realiza en 2 etapas, con una instancia de refrigeración del gas entre ellas, a 1200 rpm.

El etileno descargado por el hipercompresor no fluye de manera suave y continua, sino en pulsos con cada carrera del pistón. Este ciclado en la presión, junto con las vibraciones asociadas al funcionamiento del hipercompresor, puede derivar en fatiga y/o inducir a que entre en resonancia acústica el sistema mecánico de la planta.

Debido a la criticidad de este equipo, una buena práctica operativa sería emplear dispositivos mecánicos activos, como placas orificio o amortiguadores de pulsaciones, para limitar el nivel de las pulsaciones. Sin embargo, como la presión del proceso en esta etapa es muy elevada, no es posible la utilización de sistemas de amortiguación (las condiciones están más allá del alcance de la norma API 618). Por lo tanto, en estos casos se restringen la amplitud de pulsación de la presión (a niveles inferiores a un 5% de la presión de operación) y las vibraciones desde la etapa de diseño, en lugar de mitigarlas una vez presentes.

Asumiendo la condición más crítica, se supuso que la amplitud de la onda de presión, era de un 5% de la presión de operación (*Tabla 6.1*).

**Tabla 6.1** Presión a la salida del hipercompresor.

|  | Definición                                     | Valor |
|--|--|-------|
| Presión en fase positiva del pulso de presión del hipercompresor (bar) | Presión de operación + 5% presión de operación | 2625  |
| Presión en fase negativa del pulso de presión del hipercompresor (bar) | Presión de operación - 5% presión de operación | 2375  |

### 6.2.2. Válvula Let Down

La válvula let down ( $V_{LD}$ ), es una válvula de control de tipo on/off, que se encuentra emplazada entre el reactor y el separador de alta presión. La misma, controla la extracción de etileno y polietileno del reactor.

Un problema serio que se puede originar durante la producción de LDPE, es la acumulación de polímero en las paredes del reactor tubular. La misma dificulta la extracción de calor, siendo factible la descomposición del monómero e inclusive la explosión del reactor. Este fenómeno se produce cuando la velocidad de deposición del polímero en el mismo, es superior a la de su remoción de las paredes y solubilización en el monómero.

Para prevenir la acumulación de polímero en las paredes del reactor tubular, la válvula es abierta periódicamente con una frecuencia de 0,04Hz, causando un incremento en el flujo y una caída de presión aguas arriba de la misma (*Tabla 6.2*).

**Tabla 6.2** Caída de presión en el "T" block debido al accionamiento de la válvula let down ( $V_{LD}$ ).

|  | Definición   | Valor |
|--|--|-------|
| Presión en el "T" block durante la apertura de la $V_{LD}$ (bar) | Presión de operación – variación de presión en "T" block por apertura de la $V_{LD}$ | 2384  |

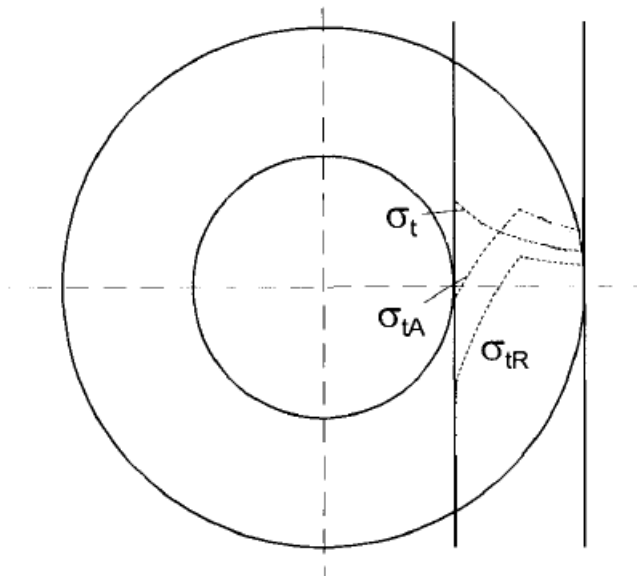
### 6.2.3. Tratamiento de autofrettage

Las consecuencias asociadas a las variaciones de presión durante la operación, fueron consideradas durante el diseño del accesorio. Es por esto que se aplicó sobre la pieza el proceso de *autofrettage*. El objetivo es incrementar la presión a la que pueden operar y además mejorar la

vida a la fatiga. Esto se logra mediante la generación de tensiones residuales opuesta a la presión de trabajo y el endurecimiento por deformación en el área contigua al orificio. Las estrategias que existen para aplicar este tratamiento se basan en la aplicación de cargas hidráulicas, mecánicas o térmicas.

Para la pieza bajo estudio, se aplicó un tratamiento basado en la aplicación de cargas hidráulicas. Esta técnica consiste en presurizar el orificio hasta lograr fluencia en la región adyacente al mismo, con la precaución de que la región externa se mantenga dentro del rango elástico. Una vez retirada la carga, aparecen tensiones residuales compresivas en el sector que plastificó y tractivas en el resto de la pieza (*Figura 6.1*).

Las tensiones residuales creadas en el tratamiento, cuando la carga es hidráulica, dependen fundamentalmente de la presión de autofrettage, la relación entre el radio externo e interno del componente y del comportamiento plástico del material.



**Figura 6.1** Estado tensional en un tubo de pared gruesa, previo y posterior a un proceso de autofrettage.  
 $\sigma_t$ : tensión circunferencial al aplicar una presión  $P$ ,  
 $\sigma_{tR}$ : tensión circunferencial residual posteriores al tratamiento de autofrettage,  
 $\sigma_{tA}$ : tensión circunferencial resultante al superponer el estado tensional producto de la aplicación de una presión  $P$ , con las residuales del autofrettage.

En ausencia de tensiones residuales, las fisuras usualmente se forman en el radio interno donde las tensiones circunferenciales desarrolladas por la presión son mayores (*Figura 6.1*,  $\sigma_t$ ).

Los esfuerzos de compresión generados por autofrettage en el agujero ((Figura 6.1,  $\sigma_{tR}$ ), reducen la probabilidad de iniciación de fisuras y además ralentizan el crecimiento de las mismas por fatiga, mientras que el endurecimiento por deformación de la superficie dificulta su iniciación.

Cabe aclarar que existe una restricción a la mejora del comportamiento de la pieza. La máxima tensión residual compresiva (se da en el radio interno del orificio) no debe exceder el límite elástico invertido, debido a que a partir de ese valor las propiedades decaen.

Para el caso particular de la pieza en estudio, la presión de autofrettage empleada fue de 110.000psi.

### **6.3. Simulación**

Dada la imposibilidad práctica de encontrar la solución analítica de la respuesta de la pieza a las solicitaciones que experimenta, la simulación se convierte en la única alternativa práctica de cálculo.

El software utilizado se basa en el “método por elementos finitos”, para realizar las simulaciones. Este método numérico permite obtener una solución numérica aproximada, partiendo de una discretización sobre la pieza en subdominios denominados “elementos finitos”. Dentro de cada elemento existen una serie de puntos representativos que se denominan nodos y el conjunto de estos últimos (considerando su emplazamiento en el espacio) es la malla. Las ecuaciones que rigen el comportamiento del continuo, también rigen las de cada elemento. De aquí que las ecuaciones de equilibrio, las consideraciones físicas pertinentes y las relaciones constitutivas, se aplican a cada elemento, y se construye un sistema de ecuaciones en base a las relaciones de adyacencia o conectividad entre los mismos. La solución de este sistema permite determinar el comportamiento de la pieza.

#### **6.3.1. Consideraciones generales y criterios adoptados**

Al momento de simular se optó por aprovechar la simetría del “T” block, para disminuir el costo computacional del proceso. Se seleccionó como sección representativa de la pieza para simular, el octante  $\omega$  debido a que en él se detectó por ultrasonido la presencia de la fisura (Figura 4.8). De esta manera los resultados son fácilmente trasladables del modelo a la pieza. Cabe aclarar que la simetría no es total, ya que el orificio  $\phi$  no es pasante, sin embargo los resultados en los

modelos donde el orificio  $\phi$  era pasante y donde no lo era, fueron similares dado el gran espesor de pared de la pieza.

En cuanto a las condiciones de contorno, se adoptaron sujeciones de tipo fijas para los agujeros roscados en los que se insertan los espárragos de las bridas y para los orificios  $\phi$  y  $\delta$ , donde se colocan las juntas lenticulares para garantizar la estanqueidad del etileno. A pesar de que no es la alternativa más representativa, la imposibilidad de colocar fuerzas que sean variables durante el transcurso de la simulación en esos puntos, motivó la elección. Además, las condiciones de contorno en este caso, solo cumplen la función de asegurar el equilibrio de fuerzas para que la pieza no experimente desplazamientos en el espacio. Las tensiones que se generan en las sujeciones, al poseer el "T" block un espesor de pared gruesa, no modifican la distribución de tensiones en las regiones próximas a donde es presurizada la pieza.

El mallado aplicado para la pieza fue de tipo sólido, con un tamaño de elemento de 18 mm y una tolerancia de 1 mm. Sin embargo, en las zonas donde las solicitaciones fueron mayores, se optó por un mallado de 5 mm de tamaño de elemento para obtener una mayor precisión.

### **6.3.2. Evaluación de zonas críticas de la pieza**

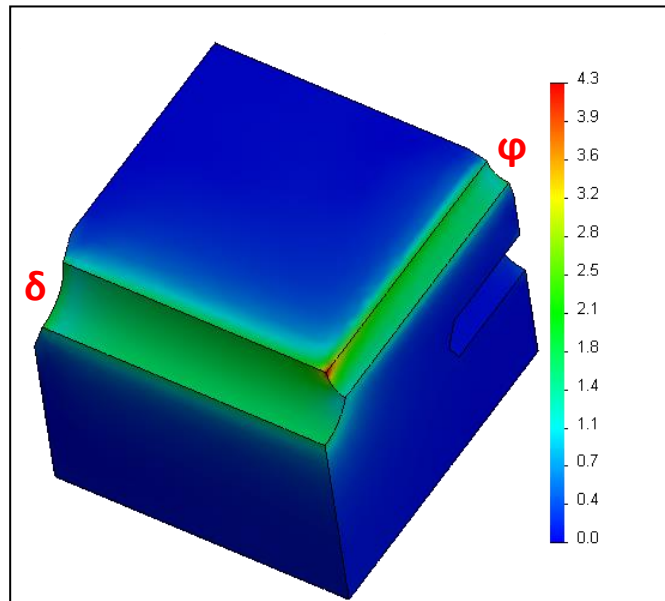
En primera instancia se procedió a realizar un *análisis estático lineal*, con el fin de determinar cuál o cuáles eran las regiones con mayor criticidad de la pieza.

La componente "estática" del análisis presume que las cargas se aplican lenta y gradualmente hasta alcanzar sus magnitudes completas y no sufren modificaciones en el tiempo. Mientras que la componente "lineal" del análisis supone que: la relación entre las cargas y respuestas inducidas es lineal (responde a la Ley de Hooke), y que los desplazamientos resultantes de la deformación son pequeños, para que de esta manera la rigidez se mantenga constante durante todo el proceso.

Respecto al criterio de falla utilizado para predecir fluencia en el material, se adoptó el de la *máxima energía de distorsión* (teoría de Huber-Mises-Hencky) (ver ANEXO I) en detrimento del de la *máxima tensión de corte* (modelo de Tresca), debido a su mayor precisión.

Para el análisis se presurizó la pieza con una presión unitaria.

El punto donde la tensión resultó ser mayor, tuvo un valor de 4,3 veces superior a la presión aplicada y estuvo ubicado en la intersección de los orificios  $\delta$  y  $\varphi$  (Figura 6.2). El resultado concuerda con el hecho de que el sitio es un concentrador de tensiones geométrico.



**Figura 6.2** Distribución de tensiones en octante  $\omega$  del “T” block, obtenida a partir de un estudio estático lineal y una presión unitaria.

Este análisis fue una primera aproximación que permitió determinar la zona crítica de la pieza, sin embargo no fue suficiente para establecer si podría fallar porque se basó en una representación simplificada de la realidad. La principal diferencia con la misma, está en que el sistema no tiene una respuesta de tipo lineal.

En base a lo explicado, en las siguientes simulaciones se realizaron análisis estáticos de tipo no lineal, donde se adoptó para el material el modelo de comportamiento *elastoplástico ideal* (Figura 6.3) y se tuvieron en cuenta los grandes desplazamientos. En este modelo la relación entre la tensión ( $\sigma$ ) y la deformación ( $\epsilon$ ) es lineal, hasta que se alcanza la tensión de fluencia ( $\sigma_0$ ). Superado este valor comienza la deformación plástica, que se produce a tensión constante.



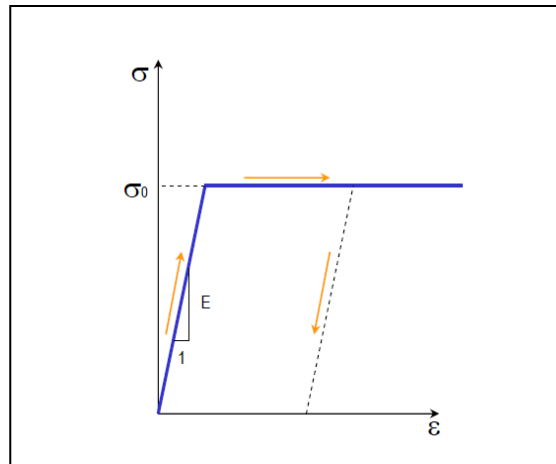


Figura 6.3 Modelo de respuesta "elastoplástico ideal".

### 6.3.3. Inclusión del estado tensional asociado al autofrettage

Previamente, en el *Punto 4.2 Recopilación de datos*, se expuso que la pieza cuenta con un tratamiento de autofrettage que introduce tensiones residuales circunferenciales, opuestas a las de operación. Observando la Figura 6.3, donde se aprecia la concentración de tensiones en los orificios  $\delta$  y  $\varphi$ , se comprende la necesidad del tratamiento de autofrettage en la pieza.

Para la inclusión de las tensiones residuales en el modelo, en el estudio estático de tipo no lineal, se presurizaron los orificios hasta un valor de 110.000 psi (Figura 6.4 a), y posteriormente se los descomprimieron (Figura 6.4 b)).

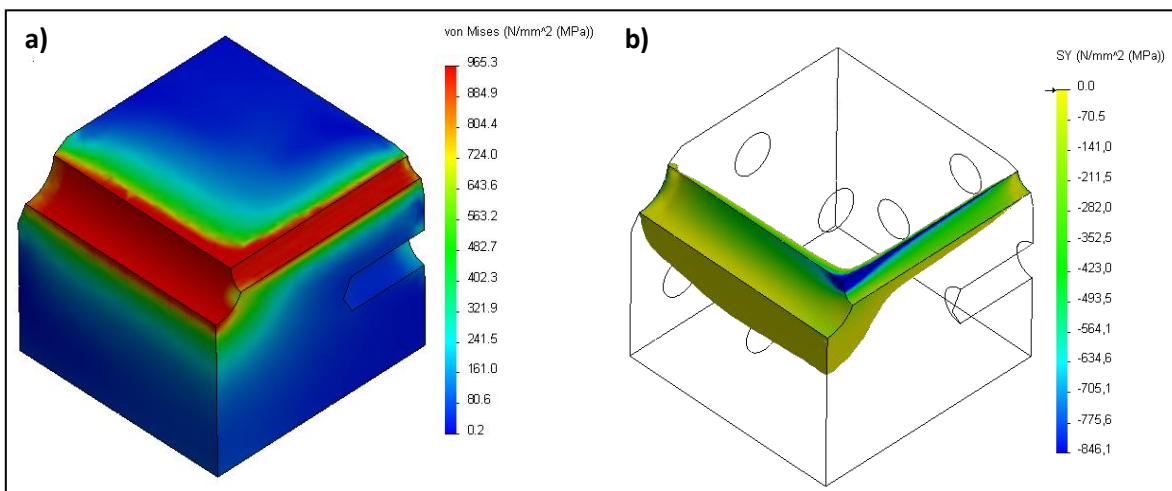


Figura 6.4 a) estado tensional generado al aplicar una presión de autofrettage de 110.000 psi en los orificios  $\delta$  y  $\varphi$ , b) tensiones circunferenciales residuales compresivas, generadas al retirar dicha presión.

En la *Figura 6.4 a)* se aprecia que al simular el tratamiento de autofrettage la superficie de la cara interna de los orificios plastificó ( $\sigma_f = 965\text{MPa}$ ), mientras que el resto de la pieza se encuentra en el régimen elástico (condición necesaria para que el tratamiento sea efectivo). Vale aclarar que en el gráfico se limitó la parte superior de la escala al valor de la tensión de fluencia ( $\sigma_f$ ) para que sea más sencillo apreciar el efecto.

En la *Figura 6.4 b)* se percibe que una vez retirada la presión interna, en las paredes internas de los orificios permanecen tensiones residuales generadas por el tratamiento de autofrettage (la componente de la tensión graficada es la circunferencial, en lugar de la tensión equivalente de Von Mises como se venía haciendo). Nuevamente se aclara que en el gráfico se limitó la parte superior de la escala, pero en este caso al valor de la tensión nula ( $S_y=0$ ) para distinguir las regiones con tensiones compresivas.

#### **6.3.4. Evaluación del comportamiento de la pieza ante solicitaciones fluctuantes en el tiempo**

Partiendo del examen del aspecto de la superficie de la fisura (*Figura 4.11*), se procedió a verificar por medio de un estudio estático no lineal, si la pieza pudo haber fallado por el ciclado mecánico que experimentaba la misma.

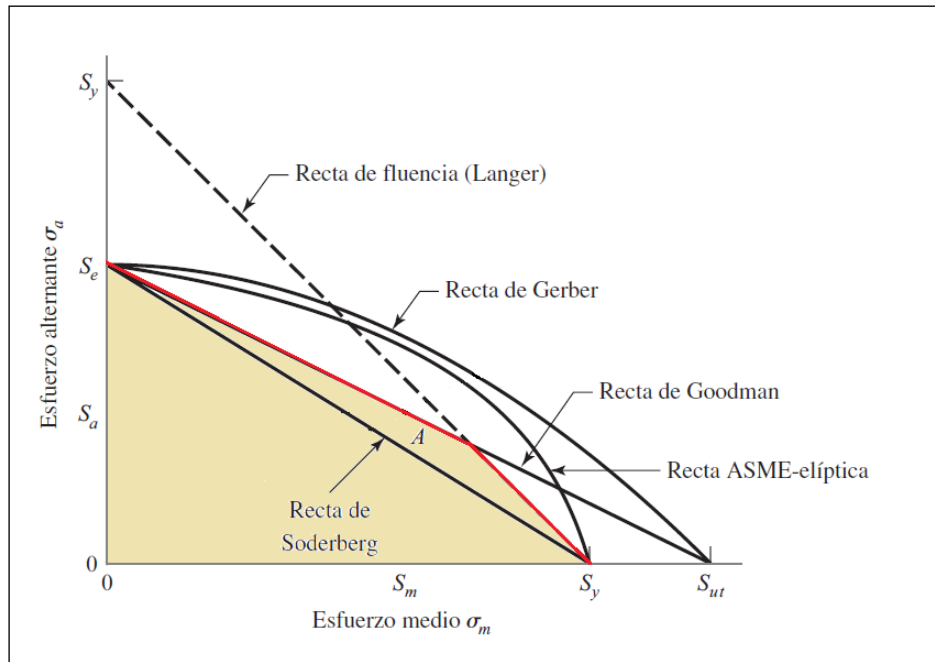
A pesar de que el software de simulación cuenta con una herramienta que permite simular fatiga, no se la utilizó. Esto se debe a que tiene como requisito que la pieza opere dentro del régimen elástico y como se le aplicó un tratamiento de autofrettage, la premisa no se cumple.

En la información provista por el proveedor de la pieza, no se declara un valor para la resistencia a la fatiga. Para el análisis se utilizó como límite de resistencia a la fatiga ( $\sigma_e$ ) el valor que surge de aplicar el criterio incluido en el libro Shigley (ver ANEXO II) (*Tabla 6.3*).

**Tabla 6.3** Valor de resistencia a la fatiga ( $\sigma_e$ ) adoptado para las simulaciones, basado en el criterio descrito por Shigley.

|   | <b>Criterio</b>   | <b>Valor</b> |
|---|---|--------------|
| <b>Resistencia a la fatiga (MPa), <math>\sigma_e</math></b> | Dado que $\sigma_u \leq 1400\text{MPa}$<br>$\sigma_e = 0,5 \times \sigma_u$ | <b>517</b>   |

Para evaluar la falla por fatiga se trabajó con el criterio de *Goodman modificado* ( *Figura 6.5*), (ver ANEXO III), y con los valores de tensiones obtenidos de la simulación.



**Figura 6.5** Criterios de falla por fatiga. Para el análisis posterior a la simulación, se adoptó el de Goodman modificado (curva roja, formada por la Recta de Langer y la Recta de Goodman). La zona coloreada en el diagrama se corresponde con la operación en condiciones de vida infinita.

En la simulación se superpusieron las solicitaciones asociadas al proceso productivo, con las tensiones residuales del tratamiento de autofretage (*Punto 6.3.3 Inclusión del estado tensional asociado al autofretage*).

A la hora de llevar adelante el estudio, se decidió evaluar la situación más severa de sollicitación durante operación, para ser conservativos en el análisis. Ésta se da cuando existe una superposición de los picos y una resta de los valles de las ondas de presión que inciden sobre el accesorio (*Tabla 6.4*).

Las fuentes de pulsos de presión en el “T” block son el hipercompresor y la válvula let down (*Punto 6.2 Cargas cíclicas en el proceso productivo y estrategias de mitigación*).

**Tabla 6.4** Amplitud de la onda de presión en el “T” block respecto a la presión operativa, según su fuente, en condiciones estándar de operación.

|   | Fuentes de pulsos de presión en el “T” block |                  |
|---|--|------------------|
|   | Hipercompresor                               | Válvula let down |
| Amplitud de oscilación positiva respecto a presión de operación | + 5% presión de operación                    | -                |
| Amplitud de oscilación negativa respecto a presión de operación | - 5% presión de operación                    | -11,5 MPa        |

Partiendo de que la frecuencia de generación del pulso de presión es inferior en el caso de la válvula let down comparada con la del hipercompresor, la superposición de las ondas de presión (asociada a la condición más crítica de sollicitación durante la operación) es condicionada por la primera. Por lo tanto, a partir de su frecuencia de apertura (0,04Hz) es posible determinar el tiempo transcurrido hasta cumplir la cantidad de ciclos asociados a vida infinita (1.000.000 ciclos) y la cantidad de ciclos al momento de la falla (*Tabla 6.5*).

**Tabla 6.5** Cantidad de ciclos al momento de la falla del “T” block y tiempo de operación transcurrido al cumplirse  $10^6$  ciclos.

|  | Cálculo  | Valor                     |
|--|--|---------------------------|
| Tiempo en operación necesario para alcanzar la cantidad de ciclos asociados a vida infinita ( $t_{\infty}$ ) | $t_{\infty} = \frac{N_{\infty}}{f_{VLD}} = \frac{1.000.000 \text{ ciclos}}{0,04 \frac{\text{ciclos}}{s}}$  | 0,79 años                 |
| Cantidad de ciclos experimentados hasta el momento de la falla ( $N_{falla}$ )                               | $N_{falla} = N_{18 \text{ años}} = f_{VLD} * t_{18 \text{ años}}$<br>$N_{falla} = 0,04 \frac{\text{ciclos}}{s} * (18 \text{ años} * 365 \frac{\text{días}}{\text{año}} * 24 \frac{\text{horas}}{\text{día}} * 3600 \frac{s}{\text{hora}})$ | $2,27 \times 10^7$ ciclos |

En la *Tabla 6.6* están los valores de presión utilizados para evaluar la fatiga en la pieza.

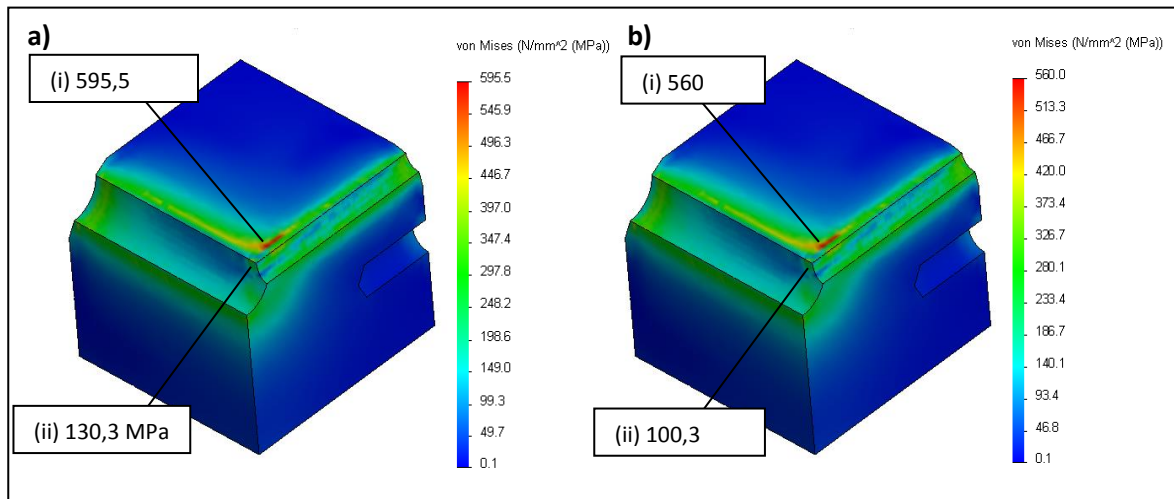
**Tabla 6.6** Valores máximo y mínimo de presión aplicados sobre el “T” block, cuando los picos de presión se suman y los valles se restan, en condiciones estándar de operación.

|              | Definición  | Cálculo                  | Valor   |
|--------------|---|--------------------------|---------|
| Pico máximo  | presión operativa + amplitud de oscilación positiva | $250 + 0,05 * 250$       | 275 MPa |
| Valle mínimo | presión operativa - amplitud de oscilación negativa | $250 - 0,5 * 250 - 11,5$ | 226 MPa |

Para resumir el análisis de los resultados se seleccionaron los siguientes puntos:

- I. Sitio de máxima tensión.
- II. Sitio donde se detectó que se inició la fisura (Figura 4.14 ).

A estos puntos se les realizó un seguimiento tanto en el pico, como en el valle de la onda de presión (Figura 6.6), y con los datos recabados se calcularon la tensión media y la tensión alterna para cada uno de ellos (Tabla 6.7).



**Figura 6.6** Estado tensional generado al aplicar: a) el máximo valor de presión de operación, b) el mínimo valor de presión de operación. En ambos modelos se encuentran indicados los puntos en estudio y el valor de tensión en los mismos.

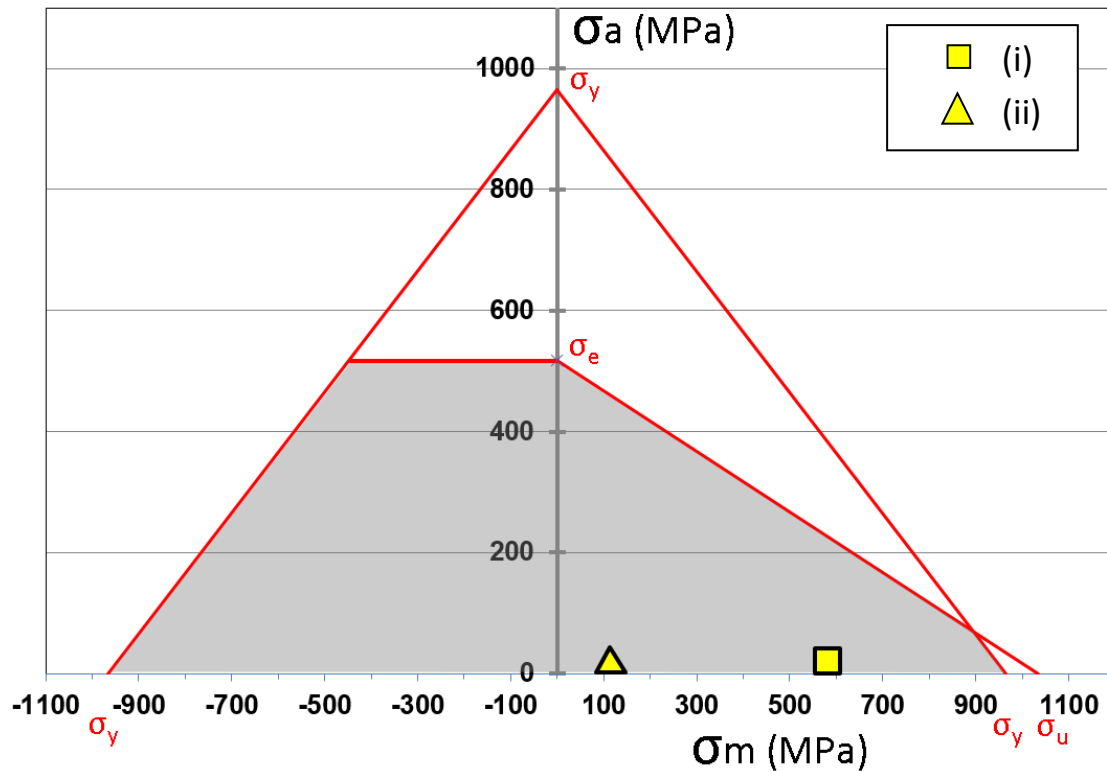
En la Tabla 6.7 se presentan los valores de tensiones obtenidos para los puntos de interés, junto con el resultado de las tensiones alterna y media, para el pico y el valle de la presión operativa.

**Tabla 6.7** Resultados del análisis estático no lineal en los sitios de interés en condiciones estándar de operación.

|  | (i) sitio de máxima tensión | (ii) sitio de inicio de fisura |
|--|-----------------------------|--------------------------------|
| Tensión debida a pico de presión (MPa)     | 595,5                       | 130,3                          |
| Tensión debida a valle de presión (MPa)    | 560,0                       | 100,3                          |
| Tensión alterna del pulso de presión (MPa) | 17,8                        | 15,0                           |
| Tensión media del pulso de presión (MPa)   | 577,8                       | 115,3                          |

Posteriormente se tomaron las tensiones alternas y medias de los puntos de interés (resaltadas en la Tabla 6.7), para evaluar la falla por fatiga en base al criterio de *Goodman modificado*.

Con estos valores se ingresó a un gráfico cuyos ejes son tensión alterna versus tensión media (*Figura 6.7*), para determinar si caían dentro de la región segura (área definida por la curva de “Goodman modificado”, es decir, la zona sombreada del diagrama).



**Figura 6.7** Diagrama empleado para predecir la falla por fatiga basado en el criterio de *Goodman modificado*. La región sombreada está asociada a condiciones de operación segura, y como se aprecia los sitios de interés se enmarcan en ella.

Del análisis de la simulación se deduce que el accesorio operaba en condiciones estándar de manera segura, debido a que los sitios estudiados no deberían fallar por fatiga sin importar la cantidad de ciclos a los que se lo someta.

### 6.3.5. Análisis de sensibilidad del proceso

Dado que evaluar condiciones de sollicitación inferiores no aportaría información relevante, se optó por simular sollicitaciones superiores.

La máxima sollicitación que puede experimentar la pieza durante un pico de presión está limitada por la válvula de seguridad conectada a la misma.

Debido a la naturaleza del proceso de producción del LDPE, las altas presiones de operación y las características de la planta, la válvula de seguridad ubicada en el "T" block estaba configurada para actuar al 110% de la presión de operación.

Asumiendo la posibilidad de que se produjese una sobrepresión, esta tendría su origen en un incremento de la presión o indirectamente en un incremento en la temperatura.

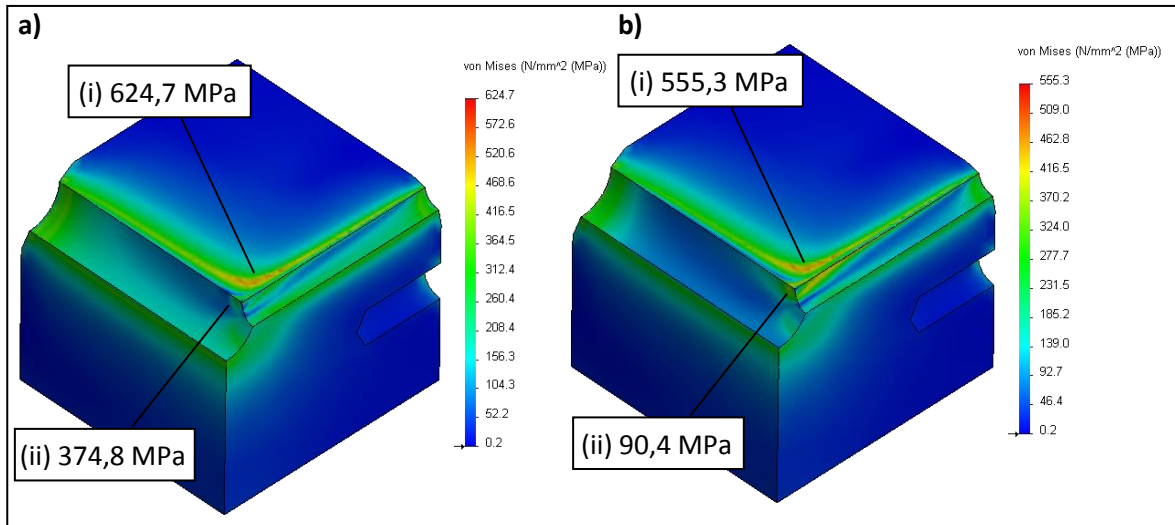
**Tabla 6.8** Valores de presión máximo y mínimo aplicados sobre el "T" block, cuando los picos de presión se suman y los valles se restan, en condiciones de sobrepresión. **¡Error! Vínculo no válido.**

|                     | Definición  | Cálculo           | Valor          |
|---------------------|---|-------------------|----------------|
| <b>Pico máximo</b>  | presión operativa + amplitud de oscilación positiva | $250 + 0,1 * 250$ | <b>275 MPa</b> |
| <b>Valle mínimo</b> | presión operativa - amplitud de oscilación negativa | $250 - 0,1 * 250$ | <b>225 MPa</b> |

Para acotar el análisis de los resultados se seleccionaron nuevamente los puntos:

- I. Sitio de máxima tensión.
- II. Sitio donde se detectó que se inició la fisura (Figura 4.14 ).

A estos puntos se les realizó un seguimiento tanto en el pico, como en el valle de la onda de presión (Figura 6.8), y con los datos recabados se calcularon la tensión media y la tensión alterna para cada uno de ellos.



**Figura 6.8** Estado tensional generado al aplicar: a) el pico máximo de sobrepresión, b) el valle mínimo durante la sobrepresión. En ambos modelos se encuentran indicados los puntos en estudio y el valor de tensión en los mismos.

En la *Tabla 6.9* se presentan los valores de tensiones obtenidos para los puntos de interés, junto con el resultado de las tensiones alterna y media, para el pico y el valle de sobrepresión.

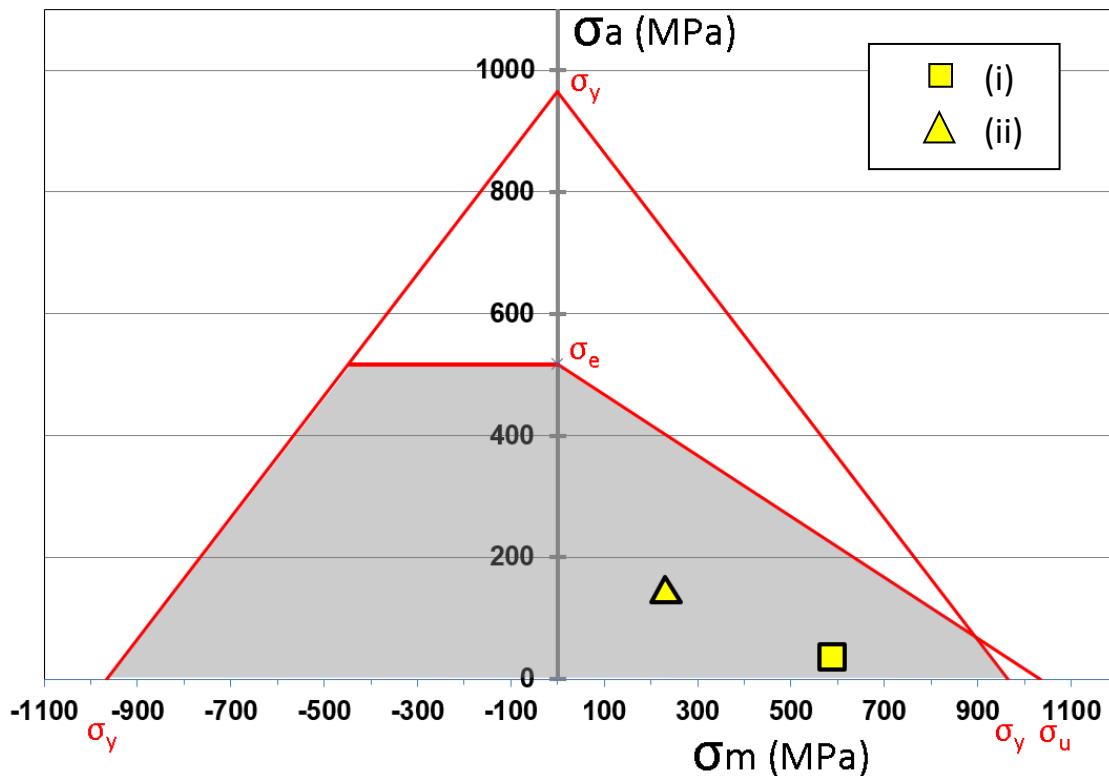
**Tabla 6.9** Resultados del análisis estático no lineal en los sitios de interés en condiciones sobrepresión.

|  | (i) Sitio de máxima tensión | (ii) Sitio de inicio de fisura |
|--|-----------------------------|--------------------------------|
| Tensión debida a pico de presión (MPa)     | 624,7                       | 374,8                          |
| Tensión debida a valle de presión (MPa)    | 555,3                       | 90,4                           |
| Tensión alterna del pulso de presión (MPa) | 34,7                        | 142,2                          |
| Tensión media del pulso de presión (MPa)   | 590                         | 232,6                          |

Posteriormente se tomaron las tensiones alternas y medias de los puntos de interés (resaltadas en la *Tabla 6.9*), para evaluar la falla por fatiga en base al criterio de *Goodman modificado*.

Con estos valores se ingresó al gráfico de la *Figura 6.9*, para determinar si caían dentro de la región segura (área definida por la curva de “*Goodman modificado*”, es decir, la zona sombreada del diagrama).





**Figura 6.9** Diagrama empleado para predecir la falla por fatiga basado en el criterio de *Goodman modificado*. La región sombreada está asociada a condiciones de operación segura, y como se aprecia los sitios de interés se enmarcan en ella.

En la Figura 6.9 se aprecia que el accesorio, en las condiciones de sobrepresión analizadas, no debería experimentar una falla por fatiga sin importar la cantidad de ciclos a los que se lo someta.

#### 6.4. Análisis de resultados

A continuación, se presenta un resumen de la información obtenida, a partir de los resultados de las simulaciones llevadas adelante:

- Se corroboró el carácter de concentrador de tensiones de la intersección de los orificios  $\delta$  y  $\varphi$  (Figura 6.2 ), y se demostró la efectividad del tratamiento de autofrettage para la inclusión de tensiones residuales compresivas, opuestas a las de operación (Figura 6.4 b)).
- Se determinó que el "T" block, en condiciones estándar de operación, no debería fallar por el efecto de las cargas cíclicas (Figura 6.7).

- Se evaluó la sensibilidad de la integridad de la pieza a las condiciones de operación y se pudo establecer que hasta un 10% de sobrepresión respecto a la presión operativa (valor restringido por la válvula de seguridad ubicada en el “T” block), la vida a las cargas cíclicas es infinita (Figura 6.9).
- Se detectó que el sitio de inicio de la fisura presentó gran sensibilidad a la variación de la presión interna, comparando la Figura 6.7 y la Figura 6.9, respecto al otro sitio en análisis.
- Tomando como base los antecedentes de la planta, en los que piezas con similares propiedades y tratamientos, no solo han perdido las tensiones residuales compresivas, sino que también han desarrollado tensiones tractivas; se procedió a simular el “T” block sin incluir el tratamiento de autofrettage:
  - La simulación demostró que la pieza, sin las tensiones residuales compresivas, fallaría por ciclado mecánico, en condiciones normales de operación de la planta.

## **7. EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LAS REACCIONES DE POLIMERIZACIÓN DEL ETILENO**

### **7.1. Reacción de polimerización**

El polietileno de baja densidad (LDPE) se obtiene a partir de una reacción de polimerización por radicales libres, en condiciones de alta presión (1030-3450bar) y temperatura (150-300°C).

El LDPE es un termoplástico cuya unidad repetitiva es  $(-CH_2-CH_2-)$ .

La reacción de polimerización se desarrolla en cinco etapas: iniciación, propagación, ramificación, transferencia y terminación. En la **Tabla 7.1** se detallan las reacciones que suceden durante el proceso.

En la iniciación el peróxido (iniciador) se descompone en radicales libres, los cuales reaccionan con etileno (monómero).

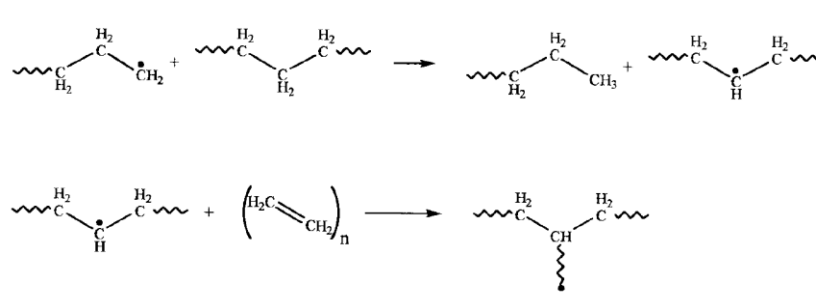
Durante la propagación, el etileno ubicado al final de la cadena y que previamente reaccionó con un radical libre, "ataca" a otra molécula de etileno.

La ramificación de la cadena consiste en la migración de un radical inter o intramolecularmente, que resulta en el crecimiento de una nueva cadena desde algún lugar a lo largo de una cadena preexistente.

En la transferencia de cadena, finaliza el crecimiento de una cadena a partir de la migración del radical libre asociado hacia otra molécula, en la que el crecimiento continúa (el número de radicales libres y cadenas en crecimiento permanece constante).

Por último en la etapa de terminación, desaparecen los radicales libres, ya sea porque se combinan dos cadenas de radicales libres o porque un radical hidrógeno se transfiere de una cadena a otra.

**Tabla 7.1** Reacciones de polimerización por radicales libres del LDPE.

| Etapa         | Reacción  |
|---------------|---|
| Iniciación    | $I_2 \rightarrow 2I^\bullet$  |
|               | $I^\bullet + CH_2=CH_2 \rightarrow I-CH_2-CH_2^\bullet$   |
| Propagación   | $I-(CH_2-CH_2)_n^\bullet + CH_2=CH_2 \rightarrow I-(CH_2-CH_2)_{n+1}^\bullet$   |
| Ramificación  |   |
| Transferencia | $I-(CH_2-CH_2)_n^\bullet + CH_2=CH_2 \rightarrow I-(CH_2-CH_2)_{n-1}-CH=CH_2 + CH_3-CH_2^\bullet$                         |
|               | $I-(CH_2-CH_2)_n^\bullet + CH_2=CH_2 \rightarrow I-(CH_2-CH_2)_{n-1}-CH_2-CH_3 + CH_2=CH^\bullet$                         |
| Terminación   | $I-(CH_2-CH_2)_p^\bullet + I-(CH_2-CH_2)_m^\bullet \rightarrow I-(CH_2-CH_2)_{p+m}-I$                                     |
|               | $I-(CH_2-CH_2)_p^\bullet + I-(CH_2-CH_2)_m^\bullet \rightarrow I-(CH_2-CH_2)_{n-1}CH_2-CH_3 + I-(CH_2-CH_2)_{m-1}CH_2-CH$ |

Aclaraciones: La molécula  $I_2$  es el iniciador y la notación “ $\bullet$ ” hace referencia a que la molécula es un radical libre.

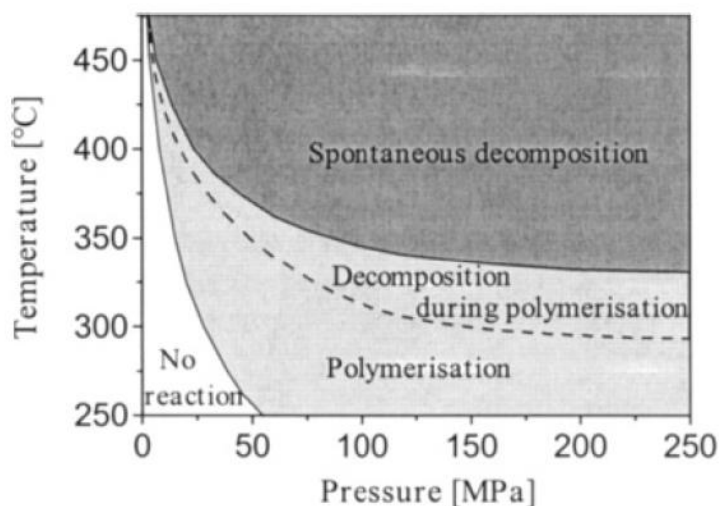
El proceso comercial de polimerización de etileno a alta presión es relativamente ineficiente, teniendo en cuenta que menos del 20% de la materia prima que atraviesa el reactor tubular es convertida en polímero. El motivo de este bajo porcentaje de conversión se relaciona con la capacidad de extracción de calor. La polimerización del etileno es altamente exotérmica, produciendo 800 calorías por gramo de LDPE generado.

## **7.2. Fenómenos de descomposición del etileno y autoaceleración de reacciones**

La conversión del etileno en polietileno es termodinámicamente favorable en las condiciones de proceso seleccionadas (T: 250°C y P: 2500bar) sin embargo, incrementos en temperatura o presión producen la ocurrencia de reacciones indeseadas de la materia prima, que compiten con las de polimerización.

Las reacciones a las que se hace referencia anteriormente tienen como catalizador a la temperatura y al producirse liberan grandes cantidades de calor (reacciones exotérmicas). Por lo tanto, se vuelve crítica la etapa de remoción de calor y/o limitación del grado de polimerización. En el caso de no controlar adecuadamente las condiciones del proceso (regulación de las variables de proceso, inyección de inhibidores, empleo de sistemas de seguridad, etc) se produce un fenómeno de autoaceleración de la reacción (*“runaway”*), en el que los productos de reacción se generan con mayor velocidad, se incrementa la temperatura y la presión, y las concentraciones de sustancias alcanzan niveles potencialmente explosivos.

Las condiciones críticas de autoaceleración de la reacción (*“runaway”*) de polimerización por radicales libres del LDPE se presentan en *Figura 7.1*. En el diagrama se pueden distinguir 4 regiones. En la zona de bajas temperatura y presión, por debajo de la curva ubicada en la parte inferior del diagrama, no ocurre la polimerización del etileno. En el área ubicada inmediatamente por encima, la polimerización sucede de manera controlada. En condiciones por encima de la línea punteada, la descomposición del etileno puede comenzar durante la polimerización, luego de un período de inducción. Por último, a elevadas presiones y temperaturas, en la región superior del diagrama, se produce la descomposición instantánea del monómero.



**Figura 7.1** Condiciones críticas para la autoaceleración de la polimerización de LDPE por radicales libres.

En las condiciones de proceso asociadas a la descomposición de la materia prima (Figura 7.1), se produce a degradación del etileno en carbono y metano, y/o carbono e hidrógeno según las ecuaciones de la *Tabla 7.2*.

**Tabla 7.2** Reacciones de descomposición del etileno.

| Reacción                             | Energía     |
|--------------------------------------|-------------|
| $C_2H_4 \rightarrow C + CH_4$        | 30 kcal/mol |
| $C_2H_4 \rightarrow 2C + 2H_2$       | 11 kcal/mol |
| $1/n(C_2H_4)_n \rightarrow C + CH_4$ | 8 kcal/mol  |

La temperatura y presión finales teóricas para una descomposición contenida, comenzando a 250°C y a 2000bar son 1400°C y 6200bar. En la práctica no es posible determinar con precisión la temperatura alcanzada durante estos eventos, porque la misma supera ampliamente la capacidad de medición de las termocuplas de tipo T instaladas (las mismas desaparecen directamente).

La frecuencia de descomposición depende de la calidad de la materia prima, las características del LDPE a elaborar, el tipo de planta (reactor tubular, autoclave simple, autoclave multicámara), la presión, la temperatura, el tiempo de residencia, el entrenamiento de los operadores y el *know-how* de la compañía, entre otros.

En una planta equipada con un reactor tubular, cuidadosamente operada y mantenida, en promedio acontece una descomposición por año.

La experiencia a lo largo de los años ha mostrado que la descomposición del etileno mayormente ocurre en el reactor o el separador de alta presión, aunque también se han reportado casos en la línea de producto y la alimentación del etileno.

En el caso que la temperatura del monómero de etileno sea lo suficientemente elevada, se puede producir su descomposición en radicales libres, los cuales pueden iniciar la polimerización (*autoiniciación*). Este fenómeno es indeseable porque su ocurrencia requiere de condiciones que también son necesarias para el proceso de *runaway*.

La posible autoiniciación de la polimerización a partir del monómero y/o una degradación prematura del iniciador, asociados al requerimiento de que el etileno ingrese precalentado al reactor, conducen a que LDPE pueda formarse en regiones distintas al reactor tubular. La presencia del LDPE en lugares indeseados o en cantidades superiores a las esperadas, se cataloga como problemas de ensuciamiento (*fouling*). La patología se manifiesta como un recubrimiento en las paredes de las tuberías y equipos del proceso, que reduce el flujo (y hasta puede obstruirlo), dificulta la extracción de calor (anteriormente se explicaron los peligrosos asociados a un deficiente control de la temperatura) y afecta la calidad del producto.

### **7.3. Evaluación del comportamiento de la pieza antes solicitudes fluctuantes en el tiempo, incluyendo la degradación del fluido del proceso y antecedentes de falla en la planta**

Los incrementos de temperatura asociados a la descomposición del etileno y/o la autoaceleración de las reacciones, a priori tendrían el potencial de relajar las tensiones residuales introducidas (ver Punto 6.2.3. *Tratamiento de autofretage*).

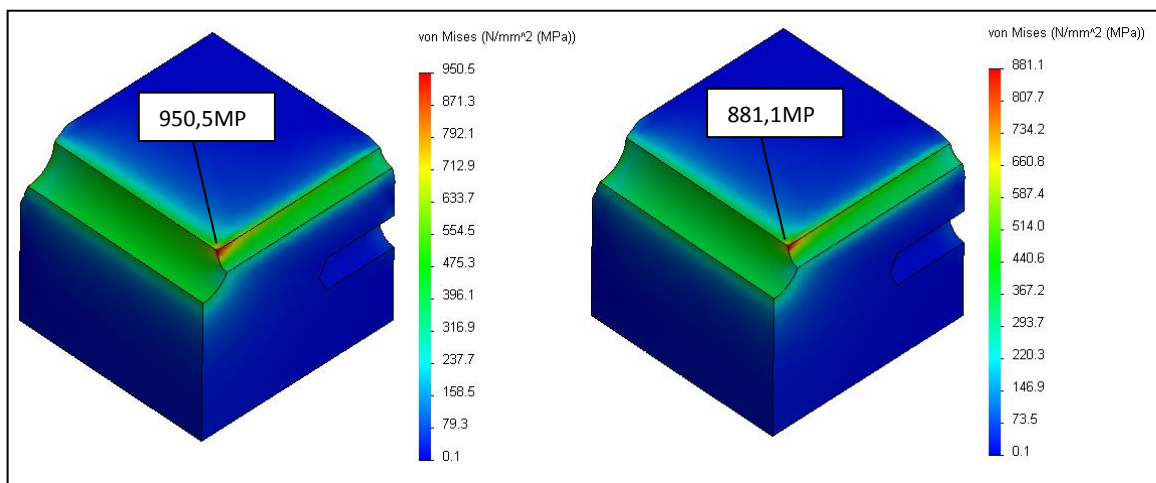
Dicha aseveración fue posible comprobarla en el transcurso de las investigaciones que se realizaron, sobre los componentes a los que se hace mención en el Punto 4.2.1. *Eventos posteriores al incidente en estudio*. Durante la extracción de muestras de las piezas que habían fallado (que contaban con un tratamiento de autofrettage al igual que el “T” block), se detectó que las tensiones residuales compresivas no solo se habían perdido, sino que incluso habían cambiado de signo.

En base a la información del Punto 7.2. *Fenómenos de descomposición del etileno y autoaceleración de reacciones* y a los resultados de las investigaciones sobre estos elementos, se retoma el análisis tensional mediante simulación numérica, para analizar las implicancias de las reacciones químicas indeseadas del etileno sobre la integridad del “T” block.

Asumiendo la posibilidad de que las tensiones residuales en la pieza (asociadas al autofrettage) se hubieran perdido, se procedió a simular las condiciones de operación sin dicho tratamiento. Se asumió este criterio en lugar de incluir tensiones tractivas, para quedar del lado de la seguridad y además, debido a la dificultad que implica determinar dicho valor.

Las solicitaciones incluidas en la simulación del estado tensional del “T” block fueron las de la Tabla 6.6, que están asociadas a las condiciones normales de operación.

En la *Figura 7.2* se presenta el estado tensional de la pieza asociado a las solicitaciones impuestas. En la misma se encuentra señalado el sitio en el cual se inició la fisura, que derivó en la fuga de etileno, cuando la presión es máxima y cuando es mínima.



**Figura 7.2** Estado tensional de la pieza asociado a solicitaciones de presión máxima y mínima operativas, considerando pérdida de tensiones de autofrettage.



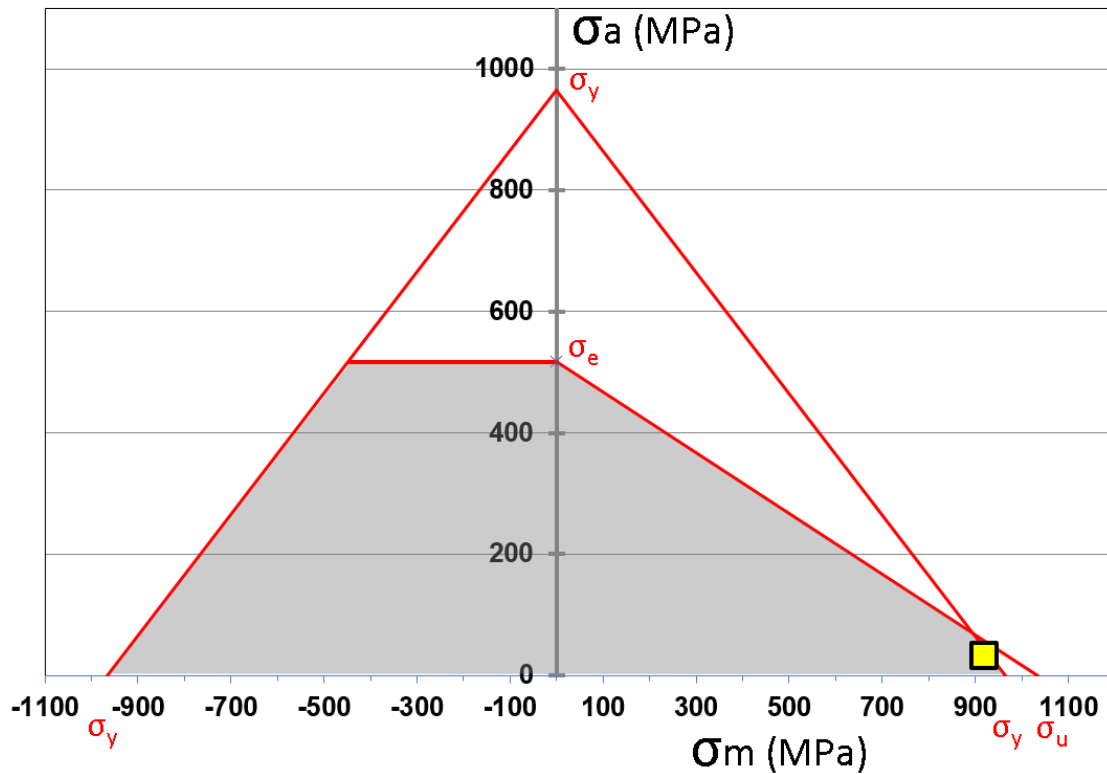
En la *Tabla 7.3* se presentan los valores de tensiones obtenidos para los puntos de interés, junto con el resultado de las tensiones alterna y media, para el pico y el valle de la presión operativa.

**Tabla 7.3** Resultados del análisis estático no lineal en el sitio donde se detectó la falla, en condiciones estándar de operación y sin incluir las tensiones residuales del autofretage.

|  | Valor |
|--|-------|
| Tensión debida a pico de presión (MPa)     | 950,5 |
| Tensión debida a valle de presión (MPa)    | 881,1 |
| Tensión alterna del pulso de presión (MPa) | 34,7  |
| Tensión media del pulso de presión (MPa)   | 915,8 |

Posteriormente se tomaron la tensión alterna y media del sitio analizado (resaltadas en la *Tabla 7.3*), para evaluar la falla por fatiga en base al criterio de *Goodman modificado*.

Con estos valores se ingresó al gráfico cuyos ejes son tensión alterna versus tensión media (*Figura 7.3*), para determinar si el punto caía dentro de la región segura (área definida por la curva de “*Goodman modificado*”, es decir, la zona sombreada del diagrama).



**Figura 7.3** Diagrama de Haigh para la pieza en condiciones estándar de operación, sin incluir las tensiones residuales de autofrettage. En el mismo se encuentra graficado el sitio de intersección de los orificios  $\varphi$  y  $\delta$ .

Del análisis de la simulación se deduce que, en el caso de que la pieza hubiera perdido las tensiones residuales asociadas al tratamiento de autofrettage, en base al criterio de falla de Goodman modificado, el “T” block estaría operando en condiciones inseguras.

#### 7.4. Análisis de resultados

En base a la investigación sobre las reacciones involucradas en el proceso productivo, la realización en paralelo de ensayos sobre muestras de piezas de la misma planta que fallaron y la simulación de nuevos escenarios, se llegaron a las siguientes conclusiones:

- La reacción de polimerización por radicales libres del LDPE es altamente exotérmica y por ese motivo la conversión debe mantenerse en niveles inferiores al 20%.
- En el caso de que se produzca un desvío de las condiciones del proceso, comienzan a suceder reacciones indeseadas de la materia prima y/o porcentajes de conversión

superiores a los esperados, que pueden derivar en un fenómeno de autoaceleración de las reacciones (*runaway*).

- La operación de la planta en condiciones por fuera de las especificadas para el proceso, tiene el potencial de relajar las tensiones residuales introducidas mediante el tratamiento de autofrettage.

Dicha aseveración quedó demostrada durante la extracción de muestras de las piezas que fallaron en la planta, con posterioridad al “T” block.

- La simulación demostró que la pieza, sin las tensiones residuales compresivas, fallaría por ciclado mecánico, en condiciones normales de operación de la planta, de acuerdo al criterio de falla de Goodman modificado.

## 8. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 8.1. Conclusiones

La investigación llevada adelante sobre la falla del “T” block, perteneciente a una planta de producción de polietileno de baja densidad (LDPE), que se encontraba ubicado aguas arriba del reactor tubular y aguas abajo del hipercompresor, permite concluir lo siguiente:

- La fuga de etileno detectada, tuvo lugar en el accesorio estudiado, denominado “T” block. La fuga se produjo a través de una fisura que progresó hasta comunicar los orificios internos ( $\delta$  y  $\varphi$ ) y alcanzar uno de los agujeros roscados para los espárragos (Figura 4.14 ).
- Al abrir la fisura (luego de separar la sección  $\Omega$  en los fragmentos  $\alpha$  y  $\beta$ ) se detectó la presencia de marcas de playa sobre ambas superficies de la fisura, indicativas de propagación subcrítica por fatiga (Figura 4.14 ).
- Las paredes de ambos orificios internos poseían una película de polímero adherida en su superficie, al igual que la cavidad de la fisura. Esto es posible dado que, a pesar de que el “T” block se ubicaba aguas arriba del reactor tubular, cierto grado de polimerización puede darse (fenómeno de *autoiniciación*).
- El material de la pieza cumple con las especificaciones suministradas por el proveedor (AISI 4340), tanto de composición química (Tabla 4.1) como de propiedades mecánicas (Tabla 4.2).
  - La concentración de los elementos químicos Si y C, se encontró levemente encima del rango estipulado para ellos.
  - La tensión de fluencia (Tabla 5.3) se situó por debajo de los valores estipulados para el AISI 4340 templado y un doble recocido (Tabla 4.2), sin embargo la técnica empleada tiene un carácter de tipo cualitativo y se la usó a modo orientativo.

- En la región aledaña a los orificios  $\delta$  y  $\varphi$  (primeros 0,5mm contabilizados desde el radio interno hacia el interior de la pieza) se halló un afinamiento de la microestructura del material (Figura 5.3).
  - La modificación de la microestructura del material, estaría asociada a tratamientos térmicos y/o mecánicos (autofrettage) realizados.
  - En dicha región se midieron valores de dureza superiores al material base congruentes con la microestructura encontrada (Tabla 5.2).
- La composición química de la pieza era uniforme, dado que no se detectó un gradiente de composición entre la zona en contacto con el fluido y el material base (Figura 5.6). Se descartaron procesos de difusivos de elementos del fluido del proceso hacia el interior de la pieza y/o una reacción química con el material de la misma. Se descartó la existencia de tratamientos químico sobre la superficie de los orificios  $\delta$  y  $\varphi$ , como por ejemplo: cementado, nitrurado. Debido a las limitaciones de la técnica empleada (no permite detectar elementos químicos con un peso atómico inferior al del Be), para el elemento hidrógeno (H) no es posible realizar esta aseveración.
- En el orificio  $\varphi$  del soporte del reactor, que deriva en la válvula de seguridad, se detectaron fisuras dispuestas en un patrón tipo “mapa”, con una preponderancia de las mismas en las direcciones longitudinal y circunferencial (Figura 5.1). Al analizar una de las longitudinales, se percibe que la misma no posee ramificaciones y su punta es aguda (Figura 5.5). La imagen no posibilita determinar si la propagación fue intergranular o intragranular.
- Se determinó que el “T” block, en condiciones estándar de operación, no debería fallar por el efecto de las cargas cíclicas (Figura 6.7).
  - También se evaluó la sensibilidad de la integridad de la pieza a las condiciones de operación y se pudo establecer que hasta un 10% de sobrepresión respecto a la presión operativa (valor restringido por la válvula de seguridad ubicada en el soporte de reactor), la vida a las cargas cíclicas es infinita (Figura 6.9).

- En la misma línea del proceso se encontraron piezas, con gradientes de tensiones de autofrettage invertidas, por lo que cabe la posibilidad de que dicho fenómeno se hubiera producido en la pieza en estudio.
- En el caso de que se produzca un desvío de las condiciones del proceso (temperatura, presión, concentración del iniciador, etc), pueden producirse reacciones indeseadas de la materia prima y/o porcentajes de conversión superiores a los esperados, que eventualmente derivan en un fenómeno de autoaceleración de las reacciones (runaway).
- Una de las posibilidades de la pérdida de autofrettage se encuentra en los eventos mencionados, que tienen el potencial de elevar localmente la temperatura hasta valores muy elevados (teóricamente 1400°C).
- Tomando como base estos antecedentes, se determinó el estado tensional en servicio sin incluir las tensiones remanentes del tratamiento de autofrettage. La simulación demostró que la pieza, sin las tensiones residuales compresivas, estaría en el límite de falla según el criterio de Goodman.
- El modo de falla es fatiga, propagada por las condiciones operativas normales del reactor, hasta comunicar la presión interior con uno de los agujeros roscados. La iniciación se produjo en un alto concentrador de tensiones formado por la intersección de los orificios  $\delta$  y  $\phi$ . La iniciación y propagación habrían estado propiciadas por una relajación de las tensiones de autofrettage, debido a fenómenos de descomposición espontánea del etileno.

## 8.2. Recomendaciones

Teniendo en cuenta los antecedentes de falla de la línea de producción y entendiendo que este evento no se trata de un hecho aislado, sino de protocolos deficientes de mantenimiento e inspección, se recomienda implementar un plan de inspección basado en riesgo (Risk based Inspection – RBI). El mismo se debe implementar tanto para la pieza bajo estudio como para los restantes componentes que intervienen en el proceso de producción de LDPE. Esto permitirá:

- Confeccionar un plan de inspección específico (frecuencia y actividades) para cada componente.
- Evaluar las medidas correctivas y de mantenimiento requeridas.
- Conocer en dónde se encuentra cada componente en su ciclo de vida útil.

## 9. BIBLIOGRAFIA

- [1] Richard G. Budynas, J. Keith Nisbett (2012). *Diseño en ingeniería mecánica de Shigley* (9ª edición). México: Mc Graw Hill.
- [2] V. I. Feodosiev (1988). *Resistencia de materiales* (3ª edición). URSS: Mir.
- [3] George Odian (2004). *Principles of polymerization* (4ª edición). EE.UU: John Wiley & Sons.
- [4] Andrew J. Peacock (2000). *Handbook of polyethylene. Structures, properties and applications*. EE.UU: Marcel Dekker, Inc.
- [5] Kenneth S. Whiteley (2011). *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Reino Unido: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- [6] Bertucco, G. Vetter (2001). *High Pressure Process Technology: Fundamentals and Applications* (1ª edición, volumen 9ª). Holanda: Elsevier
- [7] Ian L. Spain, Jac Paauwe (1977). *High Pressure Technology. Volume II: Applications and Processes*. EE.UU: Marcel Dekker, Inc.
- [8] D. A. Skoog, F. J. Holler, S. R. Crouch (2008). *Principios de análisis instrumental* (6ª edición), Mexico: Cengage Learning.
- [9] Michael C. Gibson (2008). *Determination of Residual Stress Distributions in Autofrettaged Thick-Walled Cylinders*. Reino Unido: Cranfield University, Defence college of management and technology engineering system department.
- [10] Ubaldo Grassini (2014) *Advanced Analyses of Let-Down Valves to Improve LDPE Plant Performance*. ASME 2014 Pressure Vessels and Piping Conference.
- [11] Simon X. Zhang, Nolan K. Read, W. Harmon Ray (1996). Runaway phenomena in low-density polyethylene autoclave reactors. American Institute of Chemical Engineers (AIChE).
- [12] Paolo Lazzarin, Paolo Livieri (1997). Different solutions for stress and strain fields in autofrettaged thick-walled cylinders. Elsevier.



- [13] J.H.Faupel (1960). *Some considerations of the mechanics and design limitations of autofrettage*. Elsevier.
- [14] API 618 (2007). *Reciprocating Compressors for Petroleum, Chemical, and Gas Industry Services*
- [15] ASTM E-1444 (2005). *Standard Practice for Magnetic Particle Testing*.
- [16] ASTM E-3 (2001). *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens*.
- [17] Versalis (2018). *Versalis proprietary process technologies available for licensing: LDPE High Pressure technologies*.  
[http://www.versalis.eni.com/irj/go/km/docs/versalis/Contenuti%20Versalis/IT/Documenti/La%20nostra%20offerta/Licensing/Polietilene/ESE\\_Tecnica\\_LDPE\\_180214.pdf](http://www.versalis.eni.com/irj/go/km/docs/versalis/Contenuti%20Versalis/IT/Documenti/La%20nostra%20offerta/Licensing/Polietilene/ESE_Tecnica_LDPE_180214.pdf)
- [18] Emilio Turmo Sierra (1999). *NTP 510: Válvulas de seguridad: selección*.  
[http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/FichasTecnicas/NTP/Ficheros/501a600/ntp\\_510.pdf](http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/FichasTecnicas/NTP/Ficheros/501a600/ntp_510.pdf)
- [19] Struers (2019). *Products for Metallographic preparation*.  
[http://www.struers.com/default.asp?top\\_id=5&main\\_id=19&sub\\_id=22&doc\\_id=86](http://www.struers.com/default.asp?top_id=5&main_id=19&sub_id=22&doc_id=86)
- [20] Adolfo Martínez Orellana (2010). *Microanálisis por dispersión de energía de rayos X*.  
<http://www.uma.es/sme/nueva/Documentos/EDXS.pdf>
- [21] UNMdP (2018). *Equipamiento del Laboratorio de Microscopía Electrónica*.  
<http://www.mdp.edu.ar/microscopia/equipamiento.htm>
- [22] Magnaflux (2018). *Consumables for Magnetic Particle Inspection*.  
[http://www.magnaflux.com/Products/MagneticParticleInspection/MaterialsVisible\(Magnavis\)/WhiteContrastPaint/MagnavisWhiteContrastPaint/tabid/150/Default.aspx](http://www.magnaflux.com/Products/MagneticParticleInspection/MaterialsVisible(Magnavis)/WhiteContrastPaint/MagnavisWhiteContrastPaint/tabid/150/Default.aspx)
- [23] Dr. Ing. Briimmer, Andreas Kötter (2005). 4th Conference of the EFRC. *Pulsation Study for two 2,250 bar Hyper Compressors -Measurement, Theory, Measures-*. [http://www.ft.mb.tu-dortmund.de/cms/Medienpool/Dokumente/Publikationen/21\\_pulsation\\_study\\_for\\_two\\_2250\\_bar\\_hyper\\_compressors.pdf](http://www.ft.mb.tu-dortmund.de/cms/Medienpool/Dokumente/Publikationen/21_pulsation_study_for_two_2250_bar_hyper_compressors.pdf)

- [24] Comdiflex. *Juntas lenticulares – juntas de gran integridad para aplicaciones críticas con alta temperatura y presión*. <http://www.comdiflex.com/es/descargas/comdiflex-catalogo-tecnico-de-juntas-lenticulares.pdf>
- [25] A. M. Cervantes, S. Tonelli, A. Brandolin, J. A. Bandoni and L. T. Biegler (2002). *Large-Scale Dynamic Optimization for Grade Transitions in a Low Density Polyethylene Plant*. <http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/download?doi=10.1.1.20.8442&rep=rep1&type=pdf>
- [26] Amin Almasi(2009). *International Journal of Mechanical and Mechatronics Engineering. Pulsation Suppression Device Design for Reciprocating Compressor*. <http://waset.org/publications/5458/pulsation-suppression-device-design-for-reciprocating-compressor>
- [27] James D. Tison, Alan S. Pyle, K.E. Atkins (2004). *Gas Machinery Conference in Albuquerque, New Mexico. Understanding the pulsation and vibration control concepts in the new API 618 Fifth Edition*. [http://www.engdyn.com/images/uploads/92-understanding\\_the\\_pulsation\\_and\\_vibration\\_control\\_concepts\\_-\\_api\\_618\\_paper\\_jdt\\_kea\\_asp.pdf](http://www.engdyn.com/images/uploads/92-understanding_the_pulsation_and_vibration_control_concepts_-_api_618_paper_jdt_kea_asp.pdf)
- [28] W.W. von Nimitz (1982). *International Compressor Engineering Conference. Pulsation and Vibration Control Requirements in the Design of Reciprocating Compressor and Pump Installations*. <http://docs.lib.purdue.edu/cgi/viewcontent.cgi?article=1404&context=icec>
- [29] Van Der Sjoerd HemStanislaus Martinus Petrus MutsersGeert Imelda Valerie Bonte (2004). *Patente: Tubular polymerisation reactor for the preparation of polyethylene*. <http://www.google.com/patents/WO2005065818A1?cl=en>
- [30] Otto BerbeeJohn KeatingGerrit HommersomLarry MorseWerner Zschoch (2010). *Patente: Low density polyethylene (ldpe) tubular reactor for peroxide initiator injection*. <http://www.google.com/patents/WO2010091151A1?cl=en>

## **ANEXOS**

### **ANEXO I: Teoría de falla de la energía de distorsión para materiales dúctiles (Criterio de von Mises)**

La teoría de la energía de deformación máxima predice que la falla por fluencia ocurre cuando la energía de deformación total por unidad de volumen alcanza o excede la energía de deformación por unidad de volumen correspondiente a la resistencia a la fluencia en tensión o en compresión del mismo material.

La misma se originó en base a las experiencias prácticas donde se comprobó que los materiales dúctiles sometidos a esfuerzos hidrostáticos (esfuerzos principales iguales) presentan resistencias a la fluencia que exceden en gran medida los valores que resultan del ensayo de tensión simple. Por lo tanto, se postuló que la fluencia no era un fenómeno de tensión o compresión simple, sino más bien, que estaba relacionada de alguna manera con la distorsión angular del elemento esforzado.

Para comprender la teoría, se debe observar la Figura I.1a), en la cual se presenta un volumen unitario sometido a un estado tensional tridimensional ( $\sigma_{3D}$ ). Se seleccionó un conjunto de ejes de referencia (ejes principales) de forma tal que las tensiones sean normales principales y se las denominó  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  y  $\sigma_3$ . El estado tensional tridimensional ( $\sigma_{3D}$ ) se representa de la siguiente forma:

$$\sigma_{3D} = \begin{pmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{pmatrix}$$

Como se postuló anteriormente, está demostrado que los esfuerzos hidrostáticos ( $\sigma_{prom}$ ) no comprometen en la integridad de la pieza, por lo que se procedió a “desacoplar” del estado tensional de partida (Figura I.1a)) el tensor hidrostático ( $\sigma_H$ ).

$$\sigma_H = \begin{pmatrix} \sigma_{prom} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{prom} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{prom} \end{pmatrix}$$

Siendo la fórmula de  $\sigma_{prom}$  la siguiente:

$$\sigma_{prom} = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3} \quad a)$$

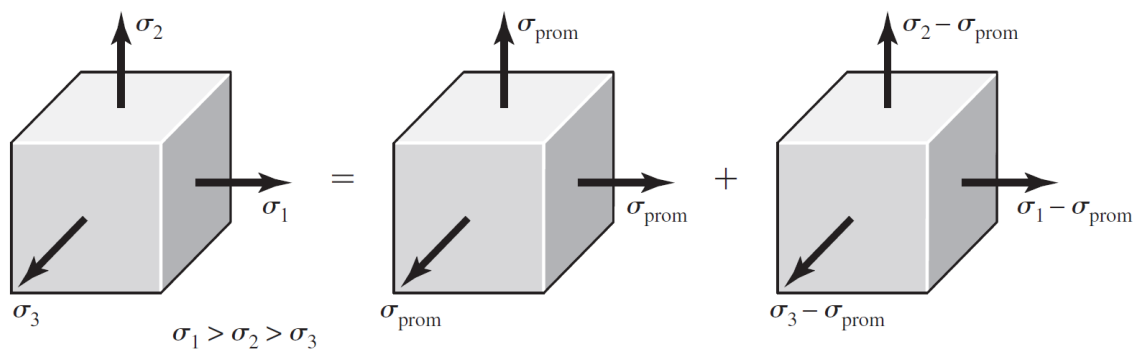
El estado tensional presentado en la Figura I.1b) es el correspondiente al tensor hidrostático, debido a los esfuerzos  $\sigma_{prom}$  que actúan en cada una de las direcciones principales. Dicho tensor es el responsable de los cambios de volumen que experimenta el volumen unitario.

Por último, en la Figura I.1 c) se aprecia el tensor resultante ( $\sigma_S$ ) de restar al estado tensional tridimensional el tensor hidrostático, es decir:

$$\sigma_S = \sigma_{3D} - \sigma_H$$

$$\sigma_S = \begin{pmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} \sigma_{prom} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{prom} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{prom} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_1 - \sigma_{prom} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 - \sigma_{prom} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 - \sigma_{prom} \end{pmatrix}$$

Siendo dicho tensor el responsable de la distorsión angular pura que experimenta el volumen unitario.



a) Esfuerzos triaxiales

b) Componente hidrostático

c) Componente de distorsión

**Figura I.1** a) Elemento con esfuerzos triaxiales; este elemento experimenta cambio de volumen y distorsión angular. b) Elemento sometido a tensión hidrostática que sólo experimenta cambio de volumen. c) Elemento con distorsión angular sin cambio de volumen.

La energía de deformación por volumen unitario es:

$$u = \frac{1}{2}(\varepsilon_1\sigma_1 + \varepsilon_2\sigma_2 + \varepsilon_3\sigma_3) \quad \text{b)}$$

Y al proceder a reemplazar las deformaciones normales:

$$\begin{aligned} \varepsilon_1 &= \frac{1}{E} [\sigma_1 - \nu(\sigma_2 + \sigma_3)] \\ \varepsilon_2 &= \frac{1}{E} [\sigma_2 - \nu(\sigma_1 + \sigma_3)] \\ \varepsilon_3 &= \frac{1}{E} [\sigma_3 - \nu(\sigma_2 + \sigma_1)] \end{aligned} \quad \text{c)}$$

Se llega a:

$$u = \frac{1}{2E} [\sigma_1^2 + \sigma_2^2 + \sigma_3^2 - 2\nu(\sigma_1\sigma_2 + \sigma_2\sigma_3 + \sigma_1\sigma_3)] \quad \text{d)}$$

La energía de deformación para producir solo un cambio de volumen ( $u_v$ ) se obtiene al sustituir las tensiones  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  y  $\sigma_3$  por  $\sigma_{prom}$ . El resultado es:

$$u_v = \frac{3\sigma_{prom}^2}{2E} (1 - 2\nu) \quad \text{e)}$$

Se sustituye el cuadrado de a) en la ecuación e) y se simplifica la expresión hasta obtener:

$$u_v = \frac{1 - 2\nu}{6E} [\sigma_1^2 + \sigma_2^2 + \sigma_3^2 + 2(\sigma_1\sigma_2 + \sigma_2\sigma_3 + \sigma_1\sigma_3)] \quad \text{f)}$$

Luego, la energía de distorsión se obtiene al restar de la energía de deformación total, la energía de cambio de volumen, es decir d) – f):

$$u_d = u - u_v$$

$$u_d = \frac{1 + \nu}{3E} \left[ \frac{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2}{2} \right] \quad \text{g)}$$

Analizando el ensayo de tracción simple durante la fluencia, se tiene que  $\sigma_1 = \sigma_y$  y  $\sigma_2 = \sigma_3 = 0$  y por lo tanto la energía de distorsión es la siguiente:

$$u_d = \frac{1 + \nu}{3E} \sigma_y^2 \quad \text{h)}$$

Para el caso general de esfuerzos dado por g), se predice que ocurrirá fluencia si la energía de distorsión alcanza o supera h), es decir:

$$\frac{1 + \nu}{3E} \left[ \frac{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2}{2} \right] \geq \frac{1 + \nu}{3E} \sigma_y^2$$

$$\sqrt{\left[ \frac{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2}{2} \right]} \geq \sigma_y \quad \text{i)}$$

Por lo tanto, el lado izquierdo de la ecuación i) puede considerarse como una tensión equivalente, efectiva o de comparación del estado total de esfuerzos dado por  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  y  $\sigma_3$ . Dicha tensión se denomina tensión de Von Mises ( $\sigma'$ ) en honor al investigador que contribuyó en la elaboración de la teoría.

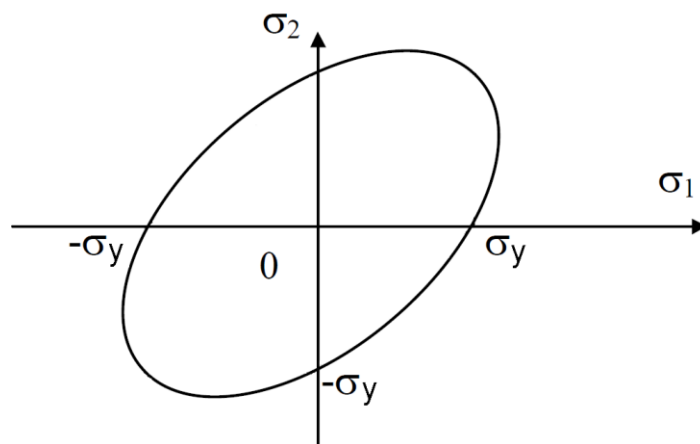
Cuando el sistema de referencia no es el de ejes principales, la tensión de Von Mises es la siguiente:

$$\sqrt{\left[ \frac{(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_x)^2 + 6(\tau_{xy}^2 + \tau_{yz}^2 + \tau_{zx}^2)}{2} \right]} = \sigma' \quad \text{j)}$$

La representación gráfica de este criterio, para el caso de un esfuerzo plano cuando  $\sigma_1 = \sigma_A$ ,  $\sigma_2 = \sigma_B$  y  $\sigma_3 = 0$ , viene dada por:

$$\sqrt{(\sigma_A - \sigma_B)^2 + \sigma_B^2 + \sigma_A^2} = \sigma' \quad \text{k)}$$

La ecuación k) es una elipse rotada en el plano con  $\sigma' = \sigma_y$  como se muestra en la *Figura II.2*.

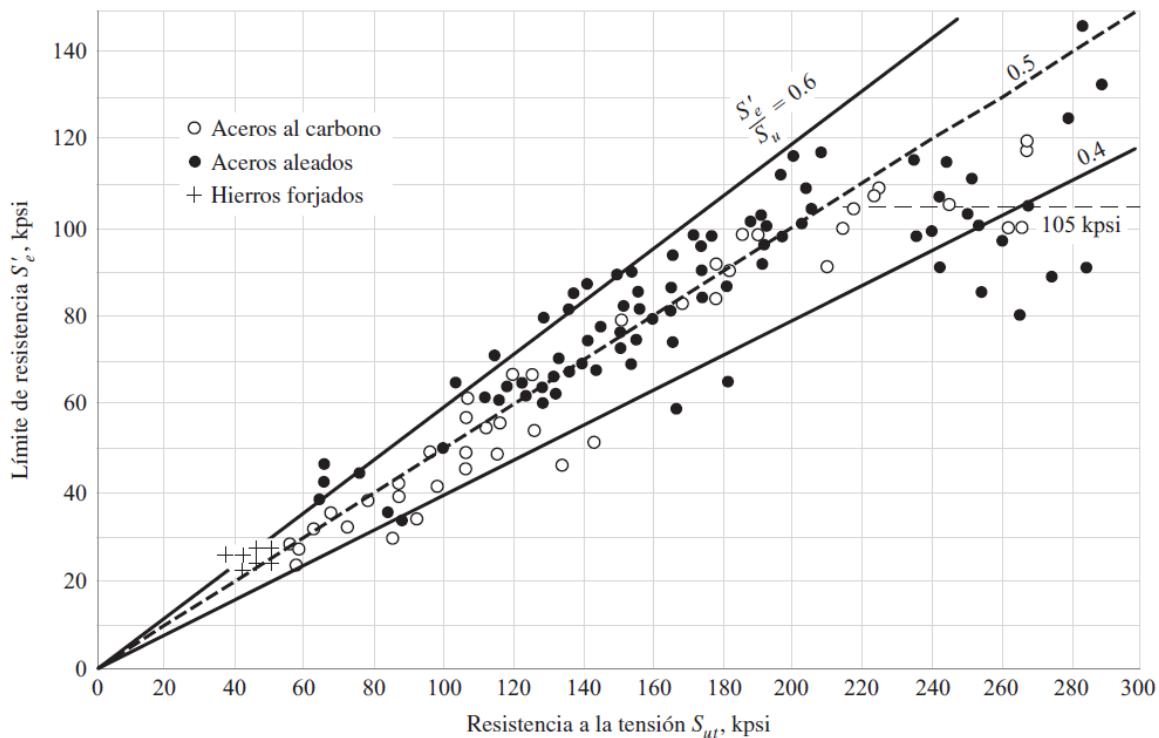


**Figura II.2** Representación gráfica de falla por fluencia según el criterio de máxima energía de distorsión para un estado plano de tensiones.

## **ANEXO II: Límite de resistencia a la fatiga ( $\sigma_e$ )**

En la actualidad, la determinación de los límites de resistencia a la fatiga mediante ensayos es una rutina, aunque resulta un procedimiento extenso.

Para el diseño preliminar y de prototipos, así como para algunos análisis de falla, se requiere un método rápido para estimar los límites de resistencia. Existen grandes cantidades de datos en la literatura técnica sobre los resultados de ensayos con viga rotativa y de ensayos a la tensión simple de muestras tomadas de la misma barra o lingote. En la Figura II.1 se presentan algunos de estos datos en un gráfico. La gráfica parece sugerir que el límite de resistencia ( $\sigma_e$ ) varía desde aproximadamente 40 hasta 60 por ciento de la resistencia a la tensión ( $\sigma_u$ ) para aceros, y hasta alrededor de 210 kpsi (1450MPa). Comenzando en alrededor de  $\sigma_u=210$ kpsi (1450MPa), la tendencia se nivela, como lo sugiere la línea horizontal discontinua en  $\sigma_e=105$  kpsi (724 MPa).



**Figura II.1** Gráfica de límites de resistencia a la fatiga contra resistencias a la tensión de resultados de ensayos reales de un gran número de hierros forjados y aceros aleados.



En el caso de los aceros, al simplificar la observación de la Figura II.1, se estimará el límite de resistencia como:

$$\sigma_e = \begin{cases} 0,5\sigma_u & \text{cuando } \sigma_u < 1400\text{MPa} \\ 700\text{MPa} & \text{cuando } \sigma_u \geq 1400\text{MPa} \end{cases}$$

Donde  $\sigma_u$  es la resistencia a la tensión a la rotura mínima.

### **ANEXO III: Criterio de falla por fatiga de Goodman modificado**

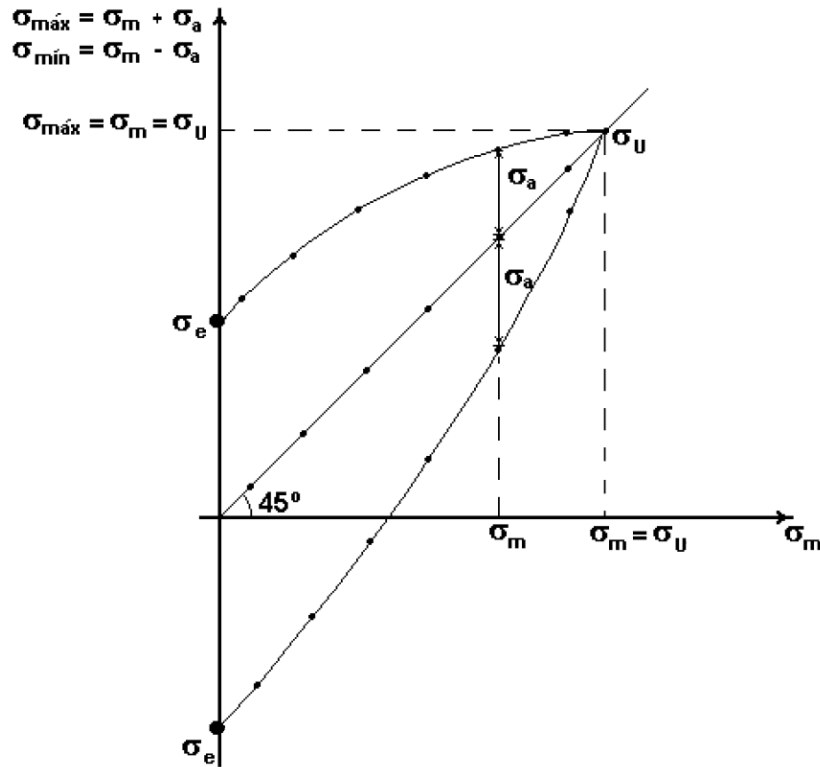
El criterio de falla por fatiga de Goodman modificado surge como una mejora al método de las curvas de Wöhler (diagramas S-N), dado que este último se vuelve obsoleto cuando el esfuerzo medio aplicado no es nulo.

El método propuesto se basa en utilizar el diagrama de la Figura III.1, el cual se ha construido en función de los resultados de los ensayos de la siguiente manera:

1. Se elige un valor de  $\sigma_m$  y  $\sigma_a$ .
2. Si la pieza no se rompe al número ciclos seleccionado, se aumenta el valor de  $\sigma_a$  hasta que lo haga.

Si la pieza se rompe, se disminuye el valor de  $\sigma_a$  hasta que la pieza no rompa.

3. Se grafican los puntos  $\sigma_m$  en abscisa y en ordenadas los  $\sigma_{max} = \sigma_m + \sigma_a$  y  $\sigma_{min} = \sigma_m - \sigma_a$ , con el máximo valor de  $\sigma_a$  que no produce la rotura de la pieza en la cantidad de ciclos seleccionada previamente.
4. Se eligen distintos  $\sigma_m$  y se repite el procedimiento.
5. Se construye la curva de falla.

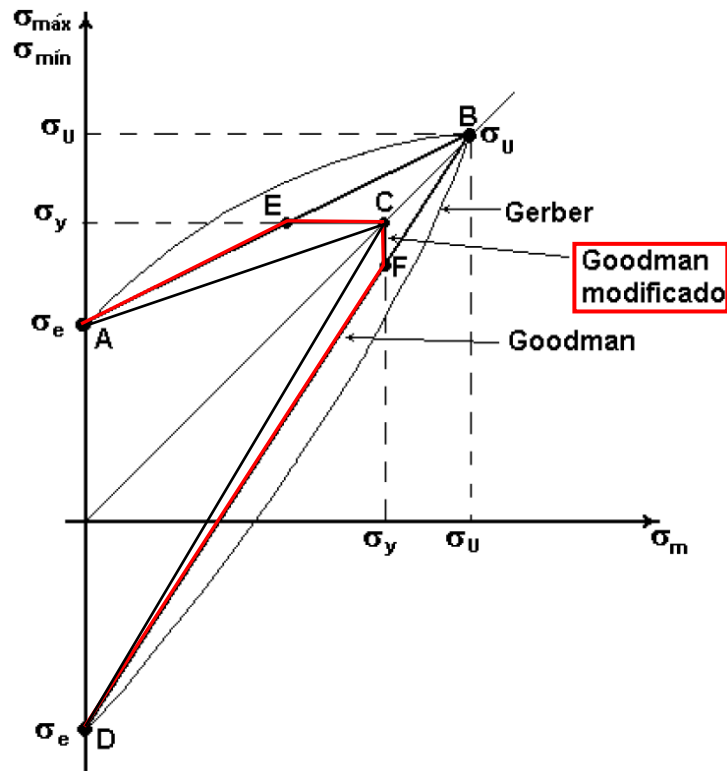


**Figura III.1** Representación gráfica de datos experimentales de falla ante solicitaciones fluctuantes con tensión media no nula.

Este gráfico puede trazarse para la cantidad de ciclos deseados. En el presente estudio se trabajó con el valor de  $10^6$  ciclos, dado que es valor que define el límite de vida infinita a la fatiga.

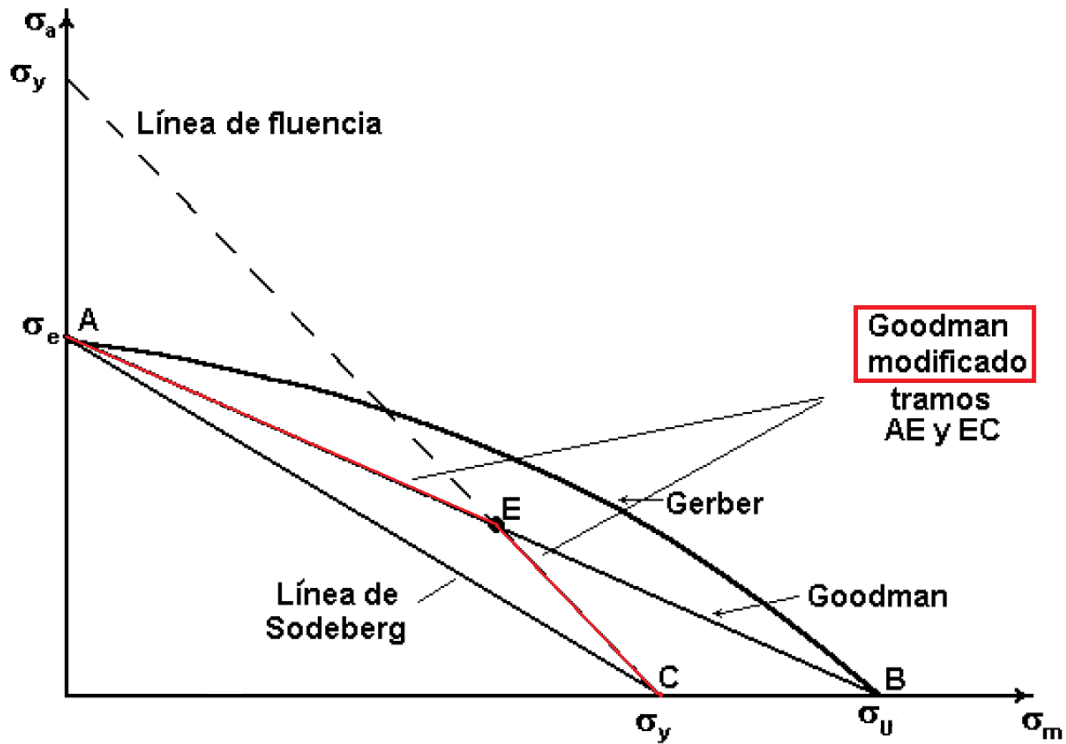
Con el fin del análisis y diseño otros investigadores proponen estudiar o considerar el diagrama de diferentes maneras (Figura III.2):

- Gerber: Utiliza la curva de falla ya vista. Permite el ajuste más fino del diseño pero su aplicación práctica es complicada.
- Goodman: Linealiza el diagrama simplificándolo. El área de utilización es la encerrada por los puntos A-B-D.
- Sodeberg: Linealiza el diagrama entre los puntos A, C y D. Es el más conservativo y el más fácil de utilizar.
- Goodman modificado: Además de la linealización, limita las tensiones al límite elástico, siendo el área de utilización la encerrada por los puntos A-E-C-F-D.



**Figura III.2** Criterios de falla por fatiga de diferentes autores, basados en la combinación de tensión media y alterna.

Haciendo un cambio de ejes, se puede presentar la información de manera más práctica para el cálculo. Esta representación se corresponde con los Diagramas de Haigh, en este caso para el límite de vida finita ( $N_c$  ciclos) (Figura III.3).



**Figura III.3** Diagrama de Haigh con los enfoques de diferentes autores, correspondiente a la cantidad de ciclos asociado a vida infinita a la fatiga.

Luego, ingresando al diagrama con una tensión alterna y una tensión media, se puede determinar si la pieza tendrá vida infinita para esas condiciones de sollicitación o si “estadísticamente” fallará.

Los puntos que se ubiquen en cercanías de los límites que marcan una región segura (tanto dentro como fuera de la misma) deben interpretarse cuidadosamente, dado que las curvas están elaboradas en base interpolaciones y por la tanto existe una dispersión de los valores.