

## Degradación de la tenacidad al impacto durante el envejecimiento acelerado de soldadura en acero microaleado<sup>(\*)</sup>

B. Vargas-Arista\*, J.M. Hallen\*\*, A. Albiter\*\*\* y C. Ángeles-Chávez\*\*\*

### Resumen

Se evaluó, mediante el ensayo de impacto Charpy, fractografía y microscopía electrónica de transmisión el efecto del envejecimiento acelerado sobre la tenacidad y fractura de la soldadura en tubería de acero API5L-X52. El envejecimiento se realizó a 250 °C por 1.000 h, con control cada 100 h. Los resultados de impacto indicaron una disminución en la energía de fractura y tenacidad al impacto en función del tiempo del envejecimiento, los cuales se evidenciaron mediante fractografía, por la reducción en la fracción volumétrica de microhuecos por fractura dúctil con el tiempo, favoreciendo la fractura frágil por clivaje transgranular. Sin embargo, a 500 h, se observó la fracción volumétrica mínima debido al pico del envejecimiento. El análisis microestructural evidenció la precipitación de nanocarburos de hierro transgranulares en las muestras envejecidas, la cual se relaciono con la pérdida de tenacidad y cambio en el comportamiento dúctil a frágil, confirmado por fractografía.

### Palabras clave

Soldadura; Envejecimiento acelerado; Tenacidad; Precipitación; Acero microaleado.

## Degradation of impact fracture during accelerated aging of weld metal on microalloyed steel

### Abstract

The effect of accelerated aging on the toughness and fracture of the longitudinal weld metal of an API5L-X52 linepipe steel was evaluated by Charpy V-notch impact test, fracture analysis and transmission electron microscopy. Aging was performed at 250 °C for 100 to 1000 h. The impact results indicated a significant reduction in the fracture energy and impact toughness as a function of aging time, which were achieved by the scanning electron microscope fractographs that showed a decrease in the vol fraction of microvoids by Charpy ductile failure with the aging time, which favored the brittle fracture by transgranular cleavage. The minimum vol fraction of microvoids was reached at 500 h due to the peak-aged. The microstructural analysis indicated the precipitation of transgranular iron nanocarbitides in the aged specimens, which was related to the deterioration of toughness and change in the ductile to brittle behavior.

### Keywords

Weld metal; Accelerated aging; Toughness; Precipitation; Microalloyed steel.

## 1. INTRODUCCIÓN

La tubería API 5L se utiliza para el transporte de petróleo crudo, hidrocarburos y gas natural, en la industria petrolera. Esta tubería presenta unión soldada longitudinalmente obtenida mediante el proceso de soldadura por arco sumergido. La tubería se fabrica de acero microaleado con niobio, titanio, vanadio y bajo carbono (<0,1 % peso), por medio del proceso de laminado controlado termomecánicamente (TMCP),

resultando una adecuada resistencia, tenacidad y soldabilidad debido al refinamiento de grano y al endurecimiento, por precipitación de carbo-nitruros de Nb-Ti con diferente tamaño y morfología, durante el laminado, enfriamiento y enrollado<sup>[1-3]</sup>.

Por otro lado, el acero de las tuberías y todos los materiales sufren un proceso de envejecimiento natural que se ve acelerado debido a la exposición prolongada a temperatura de operación (entre 25 y 70 °C)<sup>[4]</sup> y presiones variables de operación. Estas condiciones

(\*) Trabajo recibido el día de 18 de septiembre de 2007 y aceptado en su forma final el día 24 de junio de 2008.

\* Corporación Mexicana de Investigación en Materiales, Posgrado en Tecnología de la Soldadura Industrial, Ciencia y Tecnología No. 790, Colonia Saltillo 400, Saltillo, Coahuila, México, C.P. 25290, Fax 01 (844) 416 77 12.

\*\* Departamento de Ingeniería Metalúrgica, IPN-ESIQIE, Laboratorios Pesados de Metalurgia, UPALM Zacatenco, 07738 México, D.F.

\*\*\* Instituto Mexicano del Petróleo, Eje Central Lázaro Cárdenas No. 152 Col. San Bartolo Atepehuacan, México D. F. 07730.

de operación originan cambios en la microestructura, propiedades mecánicas (límite elástico, dureza, ductilidad, tenacidad), tipo de fractura, y probabilidad de fallo después de varios años de servicio<sup>[5 y 6]</sup>. Este proceso se describe por dos factores: el pico del envejecimiento asociado con la máxima resistencia y precipitación de carburos que interactúan con las dislocaciones originando un endurecimiento por precipitación<sup>[4]</sup> y el sobre-envejecimiento relacionado con la disminución en resistencia y engrosamiento de carburos con tiempos largos del envejecimiento<sup>[7]</sup>.

Existen pocos trabajos relacionados con el envejecimiento en las aleaciones ferrosas, particularmente en la unión soldada de tubería API 5L, para poder entender las causas y efectos del envejecimiento sobre el comportamiento a fractura, degradación de las propiedades mecánicas y microestructura. El acero de baja resistencia JIS-SM490YB (0,17 % peso C), utilizado en estructuras soldadas, mostró susceptibilidad al envejecimiento a 250 °C durante 1 h, resultando un deterioro en su tenacidad. Este tratamiento es equivalente a 2 años del envejecimiento natural del acero<sup>[8]</sup>. Un segundo caso, es el acero microaleado X60 envejecido a 600 °C durante 1 a 9 min, presentando una disminución del 45 % en la energía absorbida Charpy, a 1 min del envejecimiento artificial. Las fracturas Charpy mostraron una fractura mixta tipo frágil y dúctil<sup>[9]</sup>. Un tercer caso, es la tubería de acero 17GS que transporto petróleo durante 30 años de servicio, mostrando una disminución del 40 % en la energía Charpy a 25 °C<sup>[10]</sup>.

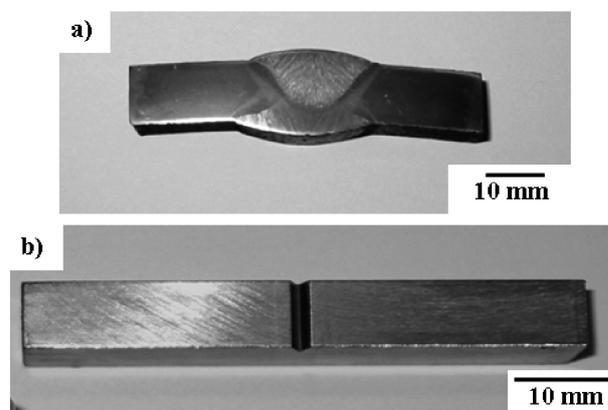
Algunos estudios sobre acero al carbono indican que el envejecimiento artificial inducido por tratamiento térmico puede realizarse desde 100 a 350 °C<sup>[5 y 6]</sup> para acelerar el envejecimiento natural a temperatura de servicio por tiempos prolongados. Ya que la mayoría de la tubería utilizada para el transporte de hidrocarburo se fabrica con acero de baja resistencia y tiene una vida en servicio superior a 20 años, se decidió acelerar los efectos del envejecimiento natural por medio de calentamiento a 250 °C, para estudiar los cambios por tiempos prolongados, producidos por el envejecimiento natural en el comportamiento de fractura de la soldadura, en la unión soldada del acero microaleado.

El propósito de este trabajo fue determinar los efectos del envejecimiento acelerado a 250 °C por diferentes tiempos, sobre la tenacidad y tipo de fractura de la soldadura longitudinal en tubería de acero API 5L X52. Los resultados permitirán establecer las bases metalúrgicas para entender la degradación de las propiedades mecánicas y fractura en la tubería envejecida, naturalmente, durante más de 20 años de servicio.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Las muestras de unión soldada mostradas en la figura 1 a) se obtuvieron de tubería nueva API 5L X52 calidad PSL1, con un espesor de 9.5 mm y diámetro nominal de 914 mm. La unión soldada longitudinalmente se obtuvo por el proceso de soldadura por arco sumergido por ambas caras (SAW), con preparación de bordes en X a 45°, electrodo de acero de baja aleación, posición fija y usando procedimiento de soldadura calificado por API 1104<sup>[11]</sup>. La composición química de la soldadura cumplió con la norma AWS A5.1<sup>[12]</sup> y los datos se muestran en la tabla I.

Para caracterizar la soldadura se mecanizaron probetas de resiliencia Charpy tipo A (Fig. 1b)) reducidas,



**Figura 1.** Fotografías de: a) muestra de unión soldada y b) probeta de impacto Charpy V.

*Figure 1. Photographs of specimen of: a) weldment and b) Charpy impact.*

*Tabla I. Composición química (% peso) de la soldadura*

*Table I. Chemical composition of the longitudinal weld metal (Weight percent)*

Material	C	Mn	Si	Nb	Ti	V	P	S
Soldadura	0,046	1,14	0,27	0,050	0,020	0,030	0,021	0,010

sección rectangular, orientación transversal, espesor calibrado de 7.5 mm, ancho de 10 mm, largo de 55 mm y entalla en V a 45° localizada en la línea central de la soldadura. Las probetas se envejecieron artificialmente a 250 +/- 5 °C en un rango de tiempo del envejecimiento de 0 a 1.000 h. El envejecimiento se realizó utilizando un horno de resistencias Carbolite con controlador digital.

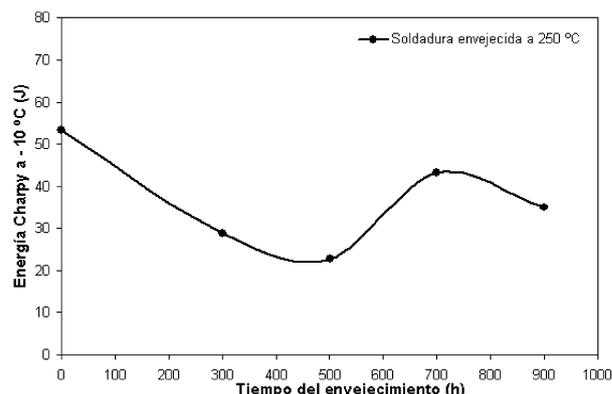
Los ensayos de resiliencia Charpy V se efectuaron en una maquina de impacto tipo péndulo C Otto Wolpert-Werke tipo PW 30/15K (294 J), a -10 °C y por triplicado para cada condición del envejecimiento, de acuerdo con la norma ASTM E-23 [13]. Los valores de energía Charpy se compararon con la norma NRF-001-PEMEX-2007 [14]. La fractografía de las fracturas por impacto se realizó en el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) JEOL 6300 Japan Electron Optics Ltd. Tokio. Las fractografías se obtuvieron con señal de electrones secundarios, 20 kV, 220 µA y distancia de trabajo de 15 mm.

Para el análisis microestructural por MET (microscopía electrónica de transmisión), las muestras de unión soldada envejecidas a 250 °C por diferentes tiempos, fueron adelgazadas. De las laminillas se obtuvieron discos delgados de soldadura con un diámetro de 3 mm, espesor de 50 µm y perforación central muy fina mediante un electropulidor de doble jet (modelo 110, E. A. Fischione Instruments Inc., Export, PA). Para el ataque electroquímico se utilizó una solución compuesta por 70 % CH<sub>3</sub>OH (metanol) y 30 % HNO<sub>3</sub> (ácido nítrico) a una temperatura entre 55 +/- 5 °C durante la operación. La caracterización morfológica y química de las fases presentes, se realizó mediante el microscopio electrónico de transmisión JEOL JEM-2000FX-II de 200 kV de aceleración. Las imágenes se obtuvieron usando la técnica de campo claro y el análisis químico se realizó por espectroscopia de dispersión de energía (EDS).

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Ensayo de impacto Charpy V

La variación de la energía absorbida Charpy, en función del tiempo del envejecimiento a 250 °C, para la soldadura se ilustra en la figura 2. El efecto que tuvo el envejecimiento acelerado consistió en una disminución significativa en la energía de fractura conforme el tiempo transcurrió, tal como se observa en la gráfica de la figura 2, obteniéndose la disminución mínima de energía a un tiempo de envejecimiento de 500 h. Este mínimo fue obtenido como consecuencia del pico del envejecimiento, atribuido al endurecimiento por



**Figura 2.** Gráfica de energía de fractura Charpy vs. tiempo para la soldadura envejecida a 250 °C.

*Figure 2.* Plot of Charpy energy vs. aging time for weld metal aged at 250 °C.

precipitación de nanopartículas de cementita (Fe<sub>3</sub>C) transgranular[4]. Posteriormente, con tiempos mayores de 500 h, se observó un incremento en la energía Charpy, que puede ser explicado como resultado de la condición de sobre-envejecimiento, debido al engrosamiento de la fase cementita[7].

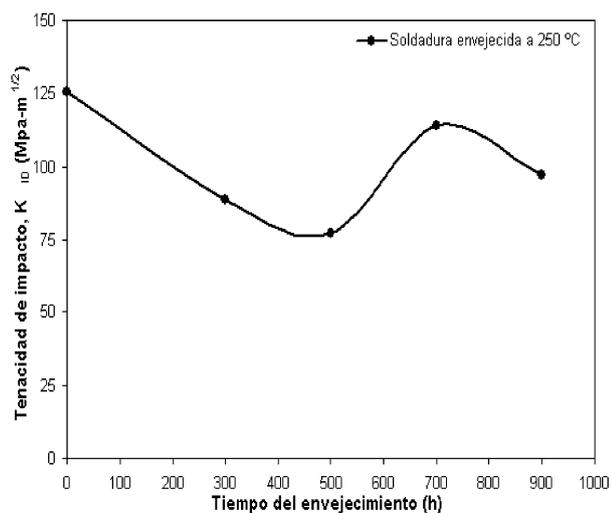
De los resultados obtenidos, la soldadura mostró una disminución del 58 % en la energía Charpy a 500 h, con respecto a la muestra inicial sin envejecimiento. Así, la soldadura envejecida absorbió menor cantidad de energía. Por lo tanto, la energía de fractura fue fuertemente susceptible al fenómeno del envejecimiento. Un caso similar fue obtenido por Garcés[9], que encontró una disminución en la energía de fractura para un acero microaleado envejecido artificialmente.

#### 3.2. Tenacidad al impacto

En la figura 3 se muestran los resultados obtenidos respecto al cambio de la tenacidad al impacto ( $K_{ID}$ ) con el tiempo para la soldadura envejecida a 250 °C. Como puede verse el comportamiento es similar al obtenido en la energía de fractura, anteriormente descrito. Esto se debió a que el  $K_{ID}$  es directamente proporcional a la energía, como se puede ver en la ecuación de Rolfe, Novak y Barsom[9].

$$(K_{ID}/\sigma_y)^2 = (5/\sigma_y) [CVN - (\sigma_y/20)] \quad (1)$$

donde:  $K_{ID}$  = Tenacidad al impacto (MPa m<sup>1/2</sup>)  
 $\sigma_y$  = Esfuerzo de fluencia (MPa) [4]  
 CVN = Energía absorbida por impacto (J)



**Figura 3.** Gráfica de tenacidad al impacto vs. tiempo para la soldadura envejecida a 250 °C.

*Figure 3.* Plot of impact toughness vs. aging time for weld metal aged at 250 °C.

El efecto del envejecimiento acelerado fue una reducción considerable en la tenacidad al impacto con el aumento del tiempo. Nuevamente, a 500 h de envejecimiento se obtuvo el valor mínimo de la tenacidad al impacto, calculado en un 26 % comparado con la condición estándar. Este comportamiento indicó, claramente, su susceptibilidad al envejecimiento ayudando a la soldadura a presentar una fractura frágil. Como ejemplo, Saucedo<sup>[15]</sup> obtuvo una reducción drástica de la tenacidad en un acero envejecido isotérmicamente.

### 3.3. Fractura

La reducción en la tenacidad al impacto y energía Charpy se confirmó mediante el análisis fractográfico de las superficies fracturadas por impacto de la soldadura envejecida a 250 °C. Las superficies mostraron fractura mixta compuesta, principalmente, por fractura frágil por clivaje transgranular con facetas bien definidas y fractura dúctil con morfología de redes de microhuecos intergranulares pequeños, los cuales presentaron un cambio significativo en su cantidad, producido como consecuencia del envejecimiento artificial. Por tanto, el efecto del envejecimiento sobre las fracturas produjo una disminución apreciable en la cantidad de microhuecos a través de la superficie, con el aumento del tiempo.

Las figuras 4 a), b), c) y d) muestran las fractografías obtenidas por MEB de las fracturas de soldadu-

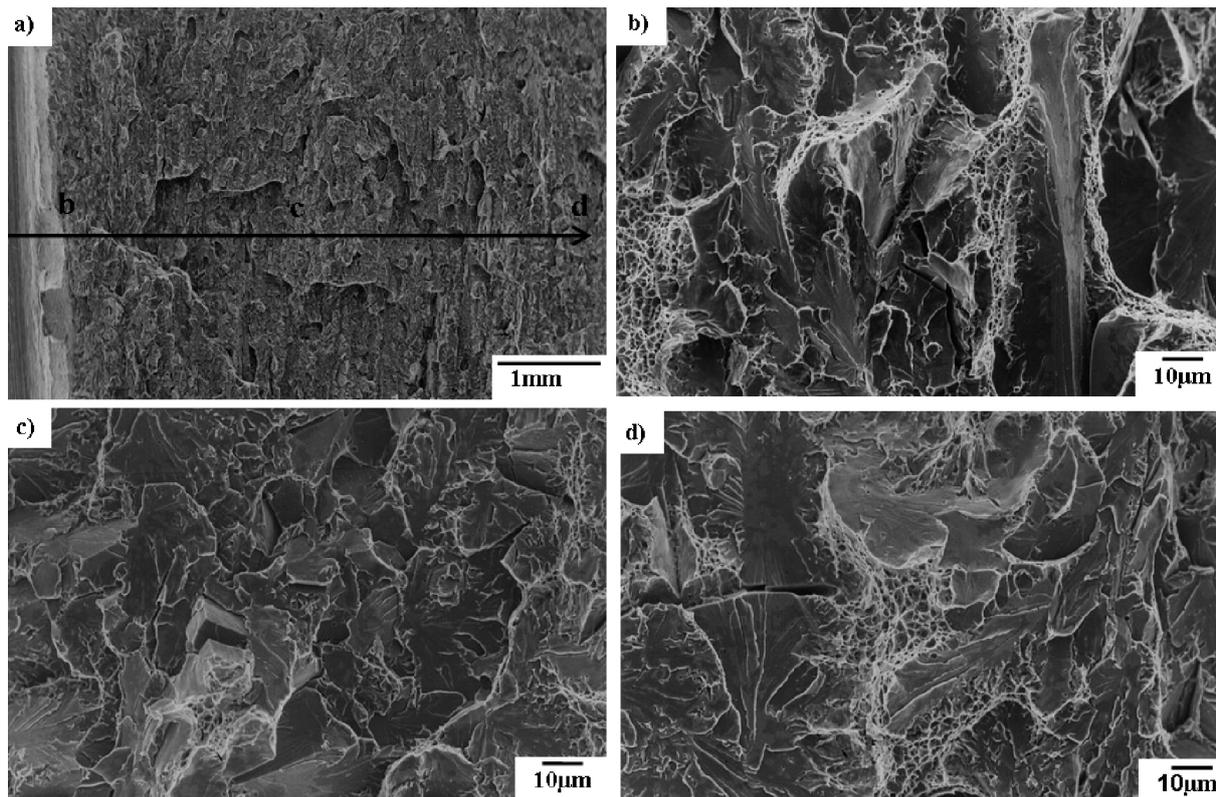
ra envejecida a 500 h, la cual presentó una superficie plana con agrietamiento secundario (Fig. 4 a)) con línea de propagación de grieta de izquierda (inicio de fractura) a derecha (final de fractura). El inicio de la superficie mostró fractura combinada tipo frágil y dúctil, compuesta, en su mayoría, por fractura frágil con facetas largas de clivaje y mínima cantidad de microhuecos pequeños en los límites de faceta (Fig. 4 b)). A la mitad de la superficie se encontró una fractura frágil por clivaje transgranular con facetas definidas y patrones de río (Fig. 4 c)). Hacia el final de la superficie se observó fractura frágil y dúctil con facetas definidas y microhuecos intergranulares (Fig. 4d)). Las características fractográficas observadas anteriormente son generadas, típicamente, por la precipitación de carburos<sup>[4]</sup>. Por ejemplo, Homma<sup>[8]</sup> encontró una fractura por clivaje en un acero estructural envejecido.

La cantidad de los microhuecos fue cuantificada como la fracción volumétrica de microhuecos de fractura dúctil Charpy en función del tiempo del envejecimiento, tal como se ilustra en la figura 5. La gráfica, claramente, muestra una disminución en la fracción volumétrica de microhuecos conforme el tiempo aumentó, en comparación con la condición inicial. Cualitativamente, la disminución de microhuecos puede apreciarse, fácilmente, en las fractografías obtenidas por MEB de las fracturas de la soldadura envejecida por diferentes tiempos, en el inicio (Figs. 6 a), b) y c)) y en la mitad de la superficie de fractura (Figs. 7 a), b) y c)).

La mínima fracción volumétrica de microhuecos, se alcanzó a 500 h, relacionada con el 26 % de disminución en la tenacidad al impacto localizada en el pico del envejecimiento, resultando una reducción del 53 % en fracción volumétrica de microhuecos, en comparación con la muestra original. Posteriormente, a tiempos mayores a 500 h, se encontró un ligero incremento en la fracción volumétrica de microhuecos, como resultado del incremento en la energía de fractura con el sobre-envejecimiento.

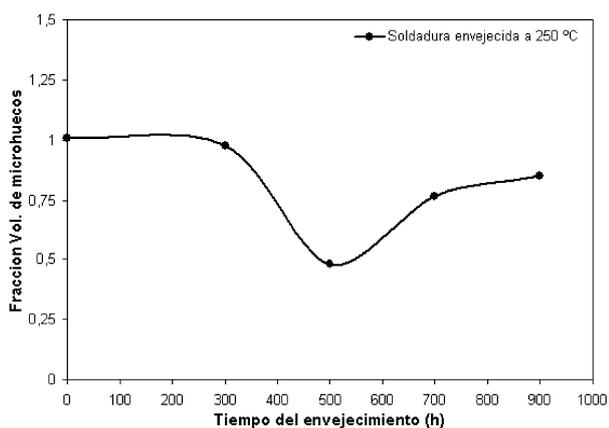
### 3.4. Estudio microestructural

Análisis de MET realizado en las muestras envejecidas, reveló la precipitación dispersa fina de nanopartículas transgranulares, semiredondas, finas (10 a 20 nm) y conteniendo Fe-C detectados por microanálisis EDS (Figs. 8 a) y b)). Estos nanoprecipitados mostraron nucleación preferencial e interacciones con las dislocaciones en grano ferrítico, como se observa en la imagen de la figura 8 a). La precipitación de estas nanopartículas induce el endurecimiento de la soldadura reflejando la pérdida drástica de la energía de



**Figura 4.** Fractografías de las fracturas por impacto de soldadura envejecida a 500 h: a) superficie general, b) c) y d) fracturas frágiles con facetas de clivaje y microhuecos intergranulares con diferente cantidad.

*Figure 4. Fractography of impact fractured specimens for weld metal aged for 500 h: a) general surface, b), c) and d) brittle failures showing cleavage facets and intergranular microvoids showing different amount.*



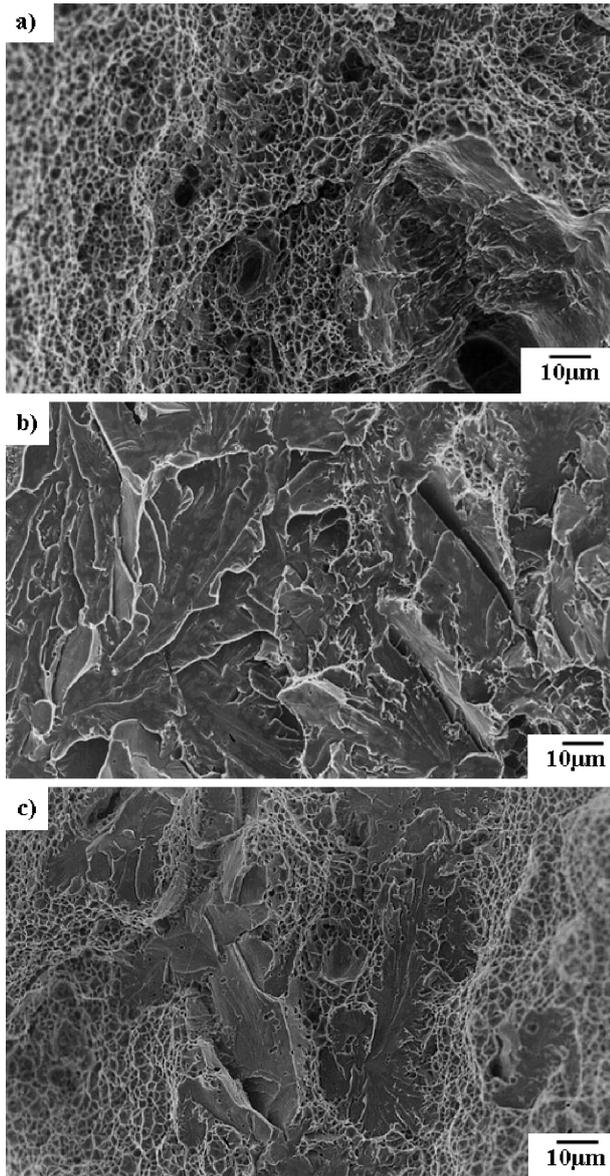
**Figura 5.** Gráfica de fracción Vol. de microhuecos vs. tiempo para las fracturas por impacto de soldadura envejecida a 250 °C.

*Figure 5. Plot of vol fraction of microvoids of ductile fracture Charpy vs. aging time from impact fractured specimens for weld metal aged at 250 °C.*

fractura, tenacidad al impacto y cambio en el comportamiento dúctil a frágil. El mecanismo de endurecimiento observado es conocido como dispersión de Ashby-Orowan<sup>[1]</sup> y se describe a continuación. La dispersión fina de nanopartículas con nucleación heterogénea y precipitación en las dislocaciones de los alrededores origina mayor número de obstáculos e interacciones fuertes, bloqueando y retardando el movimiento de las dislocaciones, resultando un incremento de resistencia. El análisis cuantitativo del incremento de la densidad de nanopartículas en función del tiempo del envejecimiento fue estudiado por Vargas *et al.*<sup>[4]</sup>.

### 3.5. Resumen

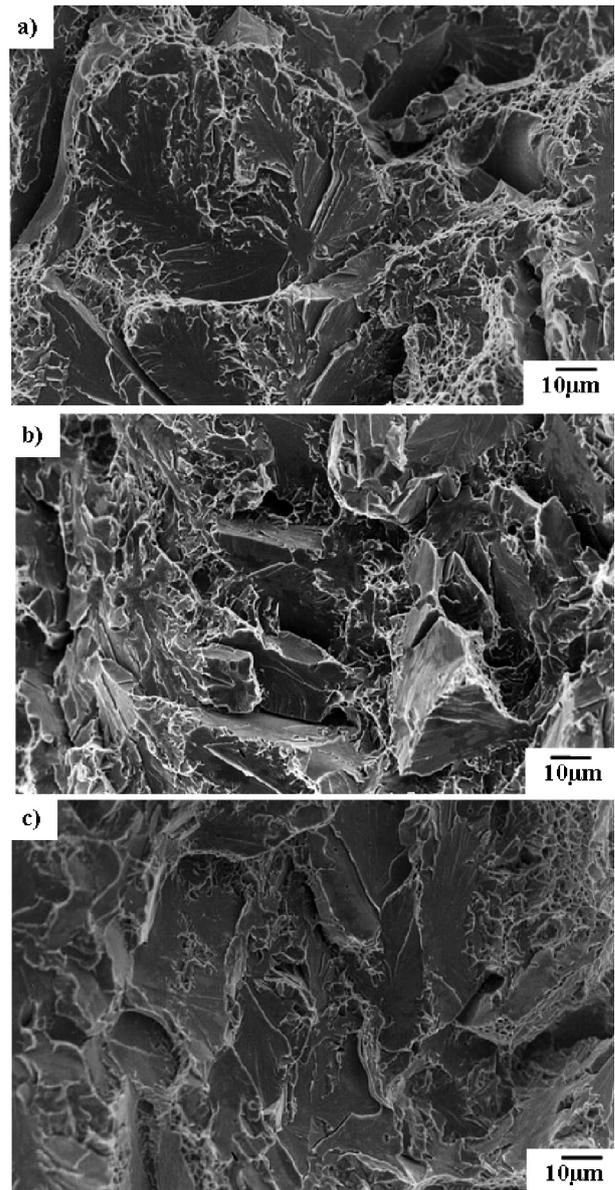
El comportamiento de fractura por impacto, de la soldadura envejecida a 250 °C por diferentes tiempos, presentó una degradación en la tenacidad al impacto y energía absorbida Charpy, lo cual se atribuyó



**Figura 6.** Fractografías de las fracturas de soldadura en el inicio de superficie de fractura: a) condición inicial con microhuecos pequeños, b) envejecimiento a 500 h con facetas de clivaje y mínima cantidad de microhuecos y c) envejecimiento a 900 h, con clivaje y mayor cantidad de microhuecos.

*Figure 6. Fractography of impact fractured specimens for weld metal at initiation fracture: a) initial condition showing small microvoids, b) aging at 500 h exhibiting cleavage facets and minimum amount of microvoids and c) aging at 900 h showing cleavage and larger amount of microvoids.*

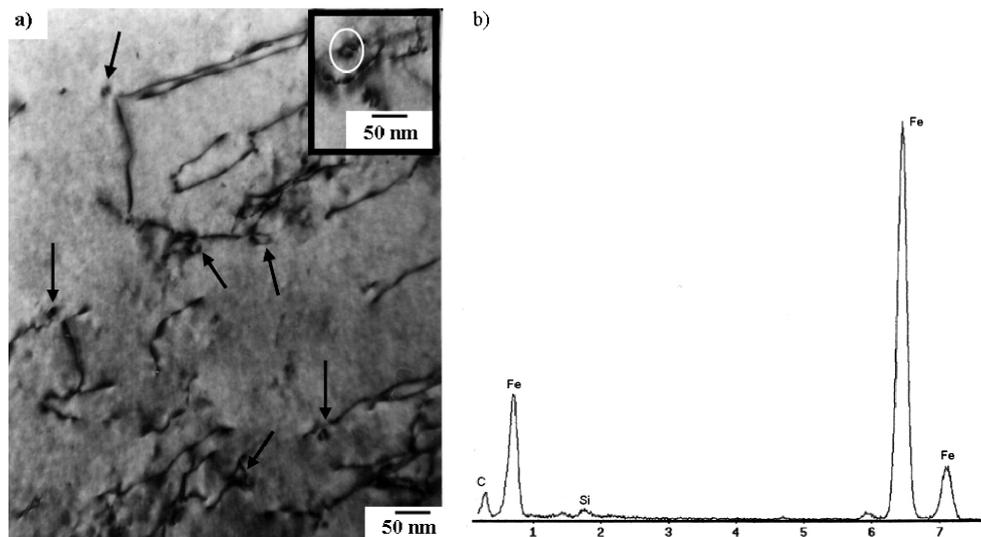
a un cambio del modo de fractura dúctil a frágil, es decir, la reducción en la fracción volumétrica de microhuecos de fractura dúctil, favoreciendo la fractura



**Figura 7.** Fractografías de las fracturas de soldadura en la mitad de superficie de fractura: a) muestra original, b) envejecimiento a 500 h y c) envejecimiento a 900 h, con facetas de clivaje y microhuecos en diferente cantidad.

*Figure 7. Fractography of impact fractured specimens for weld metal at middle fracture: a) original condition, b) aging at 500 h and c) aging at 900 h showing cleavage facets and microvoids with different amount.*

frágil por clivaje transgranular. Esta pérdida de tenacidad se relacionó con la precipitación de carburos de hierro transgranulares con el tiempo del envejecimiento. Este comportamiento hizo que la soldadura haya presentado reducciones, del 26 % en la tenacidad al impacto, 58 % en la energía de fractura y 53 %



**Figura 8.** Imagen de campo claro obtenida por MET de la soldadura envejecida a 500 h: a) precipitación de nanopartículas finas mostrando interacciones en las dislocaciones y b) espectro EDS de partícula conteniendo Fe-C.

*Figure 8. TEM bright field image obtained from the weld metal peak-aged for 500 h: a) precipitation of fine nanoparticles showing dislocation interactions, and b) microanalysis by EDS at Fe-C containing nanoparticle.*

en la fracción volumétrica de microhuecos en el pico del envejecimiento a 500 h, tomando como base la muestra estándar.

Los resultados del envejecimiento acelerado sugieren que durante el envejecimiento natural a temperatura de servicio (25 a 70 °C), de la soldadura longitudinal en tubería API 5L, la tenacidad disminuye con la fractura frágil por clivaje transgranular y precipitación de carburos de hierro; después de tiempos prolongados de servicio, la tenacidad ligeramente mejora en conjunto con la fractura dúctil.

#### 4. CONCLUSIONES

La soldadura fue susceptible al envejecimiento acelerado a 250 °C, afectando su comportamiento de fractura por impacto con cambios drásticos. La tenacidad al impacto al igual que la energía de fractura se deterioró con el tiempo del envejecimiento, lo cual se asoció con la reducción en la fracción volumétrica de microhuecos de fractura dúctil, presencia de fractura frágil por clivaje transgranular y precipitación de carburos de hierro. La evolución del envejecimiento artificial causó una pérdida de la tenacidad al impacto, energía Charpy y fracción volumétrica de microhuecos, con la mayor caída en el pico del envejecimiento a 500 h. El sobre-envejecimiento se

encontró con tiempos prolongados de permanencia mayores a 500 h, resultando un ligero incremento en la tenacidad, energía Charpy y microhuecos.

#### Agradecimientos

Los autores agradecen al convenio de desarrollo tecnológico PEP-IPN, Instituto Mexicano del Petróleo y CONACYT por el apoyo financiero.

#### REFERENCIAS

- [1] T. Gladman, *The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels*, 1ª edición, Ed. The Institute of Materials, Londres, Reino Unido, 1997, pp. 185-211.
- [2] L.E. Collins, M. Kostic, T. Lawrence, R. Mackenzie y N. Townley, *International Pipeline Conference, Vol. 1*, Calgary, Alberta, Canada, 2000, ASME, EE. UU., 2000, pp. 185-191.
- [3] U. Sharma y D.G. Ivey, *International Pipeline Conference, Vol. 1*, Calgary, Alberta, Canada, 2000, ASME, EE. UU., 2000, pp. 193-201.
- [4] B. Vargas-Arista, A. Albitar, C. Angeles-Chavez y J.M. Hallen, *Metall. Mater. Trans. A* 37 (2006) 2.683-2.690.

- [5] J. Apraiz-Barreiro, *Tratamientos Térmicos de los Aceros*, 8ª edición, Ed. Dossatt, Madrid, España, 1981, pp. 311-315.
- [6] G. Krauss, *Heat Treatment and Processing Principles*. ASM, Materials Park OH, EE. UU., 1990, pp. 125-130.
- [7] B. Vargas-Arista, J.M. Hallen y A. Albiter, *Mater. Charact.* 58 (2007) 721-729.
- [8] K. Homma, C. Miki y H. Yang, *Eng. Fract. Mech.* 59 (1998) 17- 28.
- [9] Y. C. Garcés y L.A. Sáenz, IBEROMET-8, *Congreso Iberoamericano en Metalurgia y Materiales*, Vol. 1, Quito, Ecuador, 2004, Escuela Politécnica Nacional, pp. 478-486.
- [10] S.O. Kotrechko, A.Y. Krasowsky, Y.Y. Meshkov y V.M. Torop, *Int. J. Pres. Ves. Pip.* 81 (2004) 337-344.
- [11] *Welding of Pipelines and Related Facilities*, 20th Ed., API Standard 1104, American Petroleum Institute, Washington D.C., 2005, pp. 3-15.
- [12] *Specification for Carbon Steel Electrodes for Shielded Metal Arc Welding*, AWS A5.1., American Welding Society, Miami, FL, 2004, pp. 2-4.
- [13] *Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials*, ASTM Standard E-23, ASTM, West Conshohocken, PA, 2006, pp. 2-8.
- [14] *Tubería de Acero Para Recolección y Transporte de Hidrocarburos*, NRF-001-PEMEX-2007, Petróleos Mexicanos, México, D. F., 2007, pp. 16-21.
- [15] M. L. Saucedo-Muñoz, S.I. Komazaki, T. Hashida, T. Shoji y V.M. López-Hirata, *Rev. Metal. Madrid* 39 (2003) 378-386.