



UNIVERSIDAD MICHOCANA  
DE SAN  
NICOLAS DE HIDALGO

## Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales

Cuerpo Académico Consolidado CA-105: Ingeniería y Tecnología de Metales, Cerámicos y Aleaciones

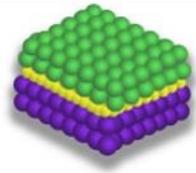


INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN  
METALURGIA Y MATERIALES

### **Análisis del efecto microestructural en el agrietamiento por hidrógeno en uniones soldadas por SAW de acero API 5L-X70.**

D.C. ROMO MENDOZA; E. HURTADO DELGADO; A. REYES VALDÉS

Corporación Mexicana de Investigación en Materiales, Posgrado, Saltillo, Coahuila, México.

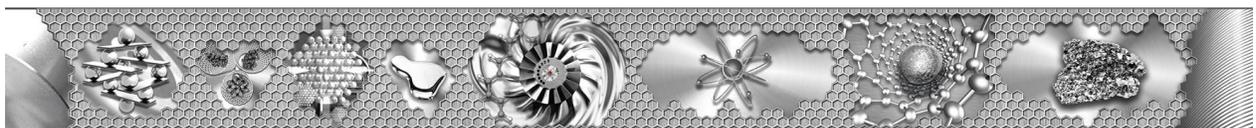


FORO DE INGENIERÍA E INVESTIGACIÓN EN MATERIALES. VOL. 13 (2016) 1-8

Editores: E.A. Aguilar, E. Bedolla, C.A. León

© Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la UMSNH  
Morelia, MÉXICO.

ISSN 2448-6892





---

## **Análisis del efecto microestructural en el agrietamiento por hidrógeno en uniones soldadas por SAW de acero API 5L-X70.**

D.C. ROMO MENDOZA; E. HURTADO DELGADO; A. REYES VALDÉS

Corporación Mexicana de Investigación en Materiales, Posgrado, Saltillo, Coahuila, México.

---

### **Introducción**

Los aceros API son utilizados para la transportación de petróleo y gas, sin embargo se encuentran en constante contacto con ambientes que contienen  $H_2S$ , el cual afecta el funcionamiento de las tuberías por el fenómeno conocido como daño por hidrogeno. Éste es un término utilizado para referirse a una variedad de fenómenos destructivos, por ejemplo, SSC (agrietamiento bajo esfuerzos en un ambiente de  $H_2S$ ), agrietamiento inducido por hidrógeno en la dirección del esfuerzo (SOHIC, por sus siglas en inglés), agrietamiento inducido por hidrógeno (HIC, por sus siglas en inglés) (1) (2); ellos provocan la pérdida de las propiedades mecánicas debido a la difusión e interacción con el hidrógeno, ya que es absorbido por el metal de forma atómica (H) o iónica ( $H^+$ ), y se acomoda en defectos tales como: inclusiones, límites de grano, vacancias, granos sometidos a esfuerzos residuales o aplicados, dislocaciones y alrededor de precipitados, dando como resultado la formación de hidrógeno molecular, provocando fragilización, ampollamiento y en algunos casos el agrietamiento del material (2) (3).

Las tuberías utilizadas para el transporte de petróleo y gas son fabricadas por diversos procesos de soldadura eléctrica siendo el más utilizado el proceso de soldadura por arco sumergido (SAW, por sus siglas en inglés), en donde el metal de aporte y el metal base son fundidos por la formación de un arco eléctrico, el cual está sumergido en un fundente que sirve para proteger el charco de soldadura del ambiente (4). Sin embargo, debido a que el material a unir por algún proceso de soldadura lleva cambios microestructurales, los cuales tienen impacto en las propiedades de la unión soldada, es necesario estudiar las microestructuras que son susceptibles al daño por hidrógeno, como lo son la martensita y la bainita (5).

En el presente trabajo se estudió el efecto del SSC en una unión soldada de un acero API 5L-X70 por medio de un proceso SAW, en el cual se analizó la microestructura resultante, y su influencia en el comportamiento y propagación de la grieta formada, como resultado de la exposición a un



ambiente amargo y un esfuerzo aplicado a las muestras estudiadas, con el fin de entender el mecanismo de daño por hidrógeno en las uniones soldadas.

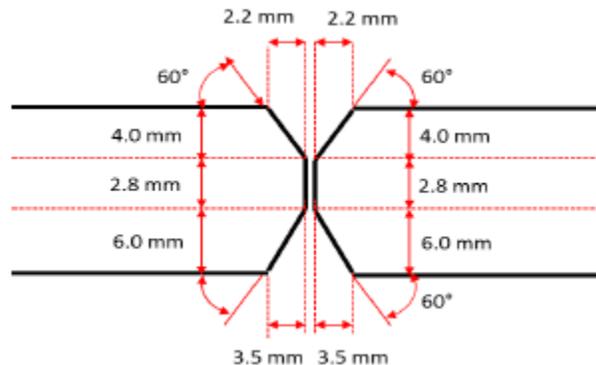
## Metodología

El material utilizado fue un API 5L- X70, la composición química del material se muestra en la Tabla 1, la cual fue realizada por medio de espectrometría de emisión óptica.

**Tabla 1.** Composición química de un acero API 5L-X70.

Acero API 5L X-70	%C	%S	%Mn	%P	%Si	%Cr	%Ni	%Mo	%Cu	%V	%Nb	%Ti	%W
	0.07	<0.002	1.50	0.005	0.28	0.19	<0.04	0.22	0.014	0.040	0.68	0.009	<0.002

Para llevar a cabo el proceso de soldadura SAW el material se preparó con un bisel en doble V, y posteriormente la formación de los cupones de soldadura, las dimensiones utilizadas y la forma de unión de los cupones se muestran en la Figura 1.



**Figura 1.** Diseño en doble V.

El proceso de soldadura por arco sumergido se realizó por medio de un proceso semiautomático con equipo marca Miller. Los parámetros establecidos se muestran en la Tabla 2, en donde se utilizaron valores diferentes uno para el bisel chico y otro para el bisel grande. El metal de aporte utilizado fue EM13K-H8, el cual es un electrodo de medio manganeso, utilizado para un proceso SAW, como indica la especificación A 5.17 de la AWS (6), y el fundente utilizado fue marca lincolweld-761; tanto el fundente como el metal de aporte se encuentran especificados en la norma AWS como F7A2-EM13K.H8 (6).

**Tabla 2.** Parámetros de soldadura.

Cupón	Bisel chico		
	Amperaje	Voltaje	Velocidad de avance
V1	620	29	33IPM
	Bisel grande		
	Amperaje	Voltaje	Velocidad de avance
	735	34	33IPM
Cupón 15	Bisel chico		
	Amperaje	Voltaje	Velocidad de avance
	650	29	27IPM
	Bisel grande		
	Amperaje	Voltaje	Velocidad de avance
	599	31	31IPM

Por cada cupón se extrajeron 2 muestras, que tienen una dimensión de 12.7 cm de largo por 1.2 cm de ancho, y se adecuan a un dispositivo para corrosión bajo esfuerzos. Dicho dispositivo se diseñó conforme a la norma ASTM G39, que es utilizado para llevar a cabo el procedimiento B (NACE Standard Bent-Beam Test) de la ANSI/NACE Standard TM0177-96 (7). A las muestras se aplicó un rango de deflexión que va desde 0.2 mm (para las muestras V1-2 y 15-2) – 0.4 mm (para muestras V1-1 y 15-1). La medida de la deflexión se realizó por medio de un indicador de caratula micrométrico.

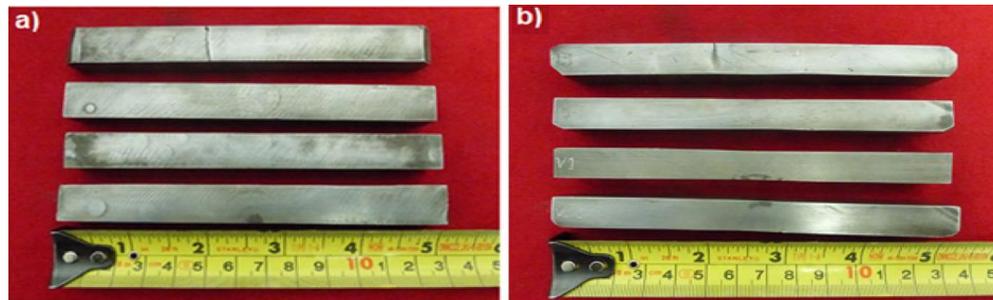
La prueba de agrietamiento por hidrógeno se realizó conforme a la norma NACE-TM0284-96 (7). El cual es un procedimiento que establece un método de prueba para evaluar la resistencia al agrietamiento por hidrógeno en aceros utilizados para ductos y tanques de presión.

Para la realización de la prueba las muestras deben ser desengrasadas con una solución adecuada y enjuagadas, para ello se utilizó acetona. Una vez terminado el paso de limpieza, las muestras fueron colocadas en un reactor sellado, en donde se utiliza la solución A especificada en la normativa NACE-TM0284-96 (7), la cual consiste de agua, cloruro de sodio y ácido acético saturado con H<sub>2</sub>S. Como primer paso para llevar el procedimiento se debe dar una purga con nitrógeno por al menos una hora en un rango de 100 cm<sup>3</sup>/min por litro. La solución de la prueba consistió de 250.00 gramos de NaCl y 25.00 gramos de CH<sub>3</sub>COOH y 4725 ml de agua destilada. El pH inicial fue 2.7 +/- 0.1. Una vez terminada la purga de nitrógeno, el H<sub>2</sub>S (gas) se burbujeo a través de la solución por 60 minutos, después de eso, una presión positiva del gas del H<sub>2</sub>S debió ser mantenida en un rango de flujo de gas constante para asegurar que la solución está saturada de H<sub>2</sub>S. Las probetas fueron expuestas por 72 horas al H<sub>2</sub>S.

Una vez extraídas las muestras se llevan a una serie de pasos para su análisis por medio de microscopía óptica y electrónica de barrido. Las muestras fueron cortadas, desbastadas con lijas



de carburo de silicio que van desde el tamaño de grano 120 hasta 600 (FEPA), y finalmente un pulido empleando pasta de diamante de  $3\mu\text{m}$  y  $0.25\mu\text{m}$ . Posteriormente las muestras fueron atacadas utilizando una solución de nital al 5% con el fin de poder observar la microestructura.

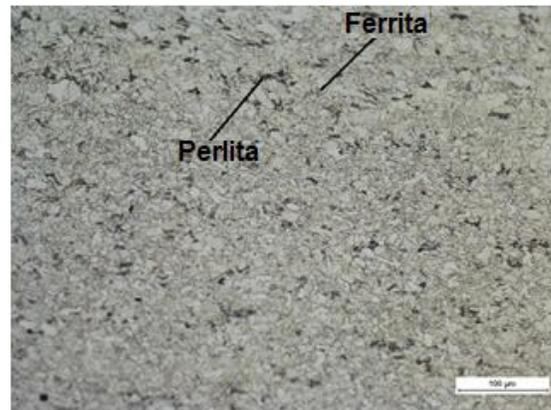


**Figura 2.** Muestras después de la exposición al  $\text{H}_2\text{S}$ , en los cuales la fotografía de las muestras de frente (a) y de perfil (b).

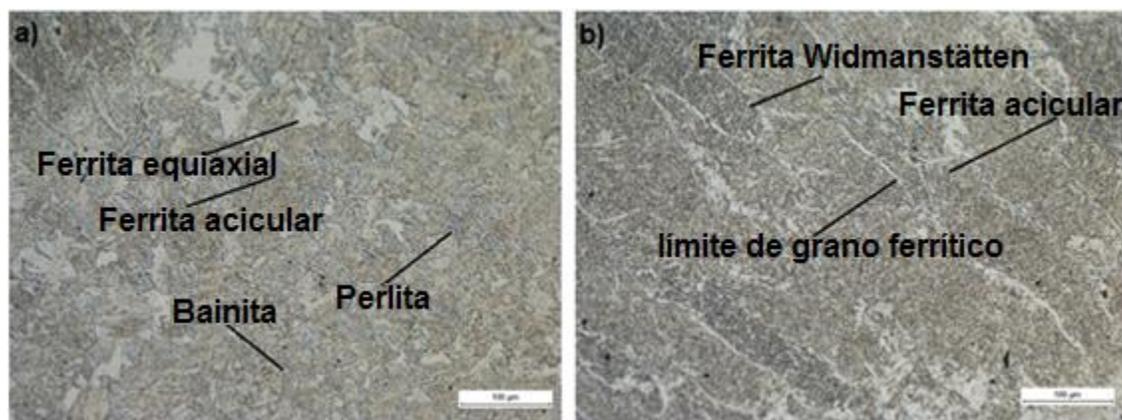
## Resultados y Discusión

### *Microscopía óptica del metal base y soldadura.*

Los resultados obtenidos referentes a la microestructura del metal base se muestran en la Figura 3, en donde se presenta una matriz ferrítica y perlítica, mientras el material soldado tiene una diversidad de microestructuras tanto en la zona afectada por el calor (ZAC) y la zona de fusión (ZF) como se puede observar en la Figura 4, en la ZAC se obtuvo una zona conformada por ferrita acicular, ferrita equiaxial, ferrita-bainita y perlita, mientras que la ZF está conformada por ferrita acicular, límites de grano ferrítico y ferrita Widmanstätten. Como es notorio en ambas zonas una de las fases predominantes es la ferrita acicular, donde en la región de soldadura consiste en una disposición bastante caótica de placas de ferrita en muchas direcciones dentro de algún grano austenítico dado (8).



**Figura 3.** Microestructura de un acero API X-70 a 200X.



**Figura 4.** Microestructura en la soldadura a) microestructura en la zona afectada por el calor a 200X b) microestructura en la zona de fusión a 200X.

### *Daño por hidrógeno*

Una vez que las muestras fueron expuestas al  $H_2S$ , se prepararon metalúrgicamente para un análisis en el microscopio óptico. La Figura 2 muestra los resultados después de la prueba en donde el espécimen 15-1 revela una grieta que casi fractura la muestra, mientras que todos los demás especímenes tienen ampollamiento superficial el cual es formado cuando la grieta cerca de la superficie no puede propagarse hacia el interior del acero (9).

La Tabla 3 muestra los resultados de las pruebas de agrietamiento por hidrógeno donde se encuentran las medidas de las grietas tanto su longitud como su ancho. La muestra V1-1 tiene el resultado mayor que consta de una grieta de 7.31 mm de longitud y un ancho de grieta de 1.34 mm, mientras que la muestra con menor tamaño de grieta es la 15-2 con una longitud de 0.52 mm y un ancho de 0.017 mm. En cuanto a los resultados de ampollamiento la muestra con mayor



número de ampollas es la V1-1 la cual consta de 5 ampollas que tienen un tamaño entre 4.25 mm y 3.14 mm, y la muestra con menos ampollas es la 15-1 la cual contiene 1 ampolla que mide entre 2.98 mm y 1.23 mm.

**Tabla 3.** Resultados del tamaño de grieta y numero de ampollas en las muestras.

DIMENSIONES DE ESPECIMENES (15ME0569)				
Especimen	Sección	Grietas		Cantidad y tamaño de ampollas
		Long (a) mm	Ancho (b) mm	
15 - 1	762	3.27	0.17	1 Ampolla 2.98 - 1.23 mm
	763	0.00	0.00	
	764	1.29	0.071	
15-2	765	5	0.52	3 Ampollas 4.98 - 3.23 mm
	766	0.00	0.00	
	767	0.52	0.017	
V1 - 1	768	4.45	0.22	5 Ampollas 4.25 - 3.14 mm
	769	7.31	1.34	
	770	3.94	0.089	
V1 - 2	771	6.53	0.74	4 Ampollas 6.09 - 2.44 mm
	772	0.00	0.00	
	773	0.00	0.00	

Estos resultados son debido a que a las muestras V1-1 y 15-1 obtuvieron una deflexión de 0.40 mm a comparación de las otras dos muestras que contienen una deflexión de 0.20 mm. Entre más sea el esfuerzo aplicado mayor será la concentración de hidrógeno en el material, sin embargo, la muestra 15-1 presentó una relajación debido a la macrogrieta presente, por lo tanto no se presentó un mayor número de ampollas, ni una longitud y ancho de grieta mayor.

#### *Microscopia óptica del agrietamiento por hidrógeno*

La Figura 5 demuestra la presencia de grietas en el acero, en donde dichas grietas tienen un comportamiento representativo de HIC y de SSC, todas las muestras expuestas al H<sub>2</sub>S mostraron un comportamiento igual de agrietamiento.



**Figura 5.** Agrietamiento por hidrógeno con aspecto escalonado, 100X.

Algunos autores han reportado que el comportamiento de la grieta en forma escalonada es representativo de un proceso de HIC (2) (5), mientras un comportamiento transgranular e intergranular de la grieta y la unión de 2 grietas o más son representativos a un proceso de SSC, ya que este proceso se puede presentar de 2 tipos (10). Un comportamiento mixto puede observarse en la Figura 6, donde la propagación de la grieta va de forma transgranular a intergranular, la presencia de las grietas se presentó de la misma forma en todas las muestras. Se observa la presencia de una fase bainítica, la cual es una microestructura dura y muy susceptible a sufrir el daño por hidrógeno (11).

La presencia de la fase bainítica en el material se encuentra presente en la parte cercana a la superficie, debido a los procesos de enfriamiento en donde lo más cercano a la superficie es lo primero en enfriarse en comparación al núcleo del material. Carneiro, mostró que una microestructura como la bainita/martensita tiene el mejor desempeño con respecto a la susceptibilidad del HIC y SSC (5).

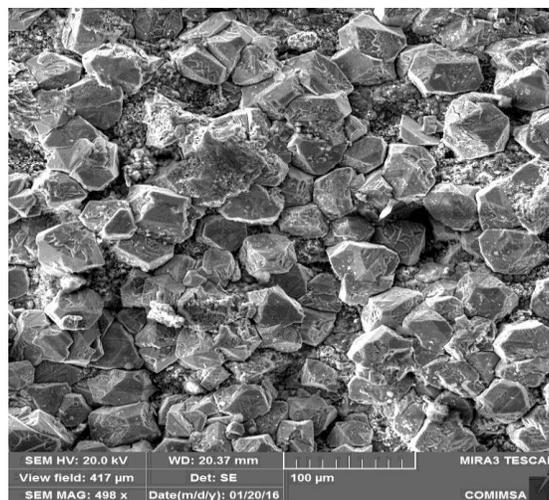


**Figura 6.** Comportamiento del agrietamiento por hidrógeno, 200X.



### *Microscopía electrónica de barrido*

Se analizó la fractura resultante de la muestra 15-1 Figura 7, los resultados obtenidos corresponden a una fractura frágil, la cual ocurre sin una deformación plástica y por propagación rápida de una grieta, la fractura de la muestra es causada debido a que se produjo una corrosión intergranular en la cual el medio corrosivo entró al material produciendo así la fractura. Se ha reportado que la segregación de hidrógeno cerca de los límites de grano puede dar lugar al aumento de movimiento de dislocaciones alrededor del límite de grano. Como resultado, la fractura puede pasar alrededor del límite de grano debido a una cantidad más alta de hidrógeno que produce un debilitamiento en esta región. En segundo lugar, el hidrógeno facilita el deslizamiento planar mediante la reducción de la interacción de las dislocaciones. Éste fenómeno puede incrementar el fenómeno de apilamiento que conduce al inicio del daño. Éste mecanismo es también responsable de la fractura frágil debido a la pérdida de ductilidad (9).



**Figura 7.** Imagen por medio del MEB de la muestra facturada 15-1 en la cual es evidente la presencia de una fractura frágil.

### **Conclusiones**

Las uniones de soldadura sometidas al agrietamiento por hidrógeno son resistentes al daño por hidrógeno, atribuido por la presencia de la ferrita acicular tanto en la zona de fusión como en la zona afectada por el calor, mientras que el metal base fue más susceptible al daño por hidrógeno debido a la presencia de una fase bainítica, dando lugar a la nucleación y crecimiento de grietas.



Entre más deflexión se aplique a la muestra aumenta la cantidad de ampollamiento y agrietamiento del material, debido a que se generan esfuerzos donde puede quedarse atrapado el hidrógeno.

## Referencias

1. Angus, Garrett R. *Hydrogen Induced Damage in Pipeline Steels*. . Angus, Garrett R. 2014.
2. Timmis, P. F. *Solutions to hydrogen attack in steels*. 1997.
3. *The use of permeation technique to predict critical concentration of H<sub>2</sub> for cracking*. Coudreuse, L and Charles, J. 10/11, 1987, Corrosion Science, Vol. 27, págs. 1169-1181.
4. Technology, Hobart Institute of Welding. *Welding guide*. Ohio, USA : s.n., 2013.
5. Beidokhti, B., Dolati, A. y Koukabi, A.H. Effects of alloying elements and microstructure on the susceptibility of the welded HSLA steel to hydrogen-induced cracking and sulfide stress cracking. Theran : Materials science & engineering, 2008, págs. 167-173.
6. American Society of Mechanical Engineers. *Specification for carbon steel electrodes and fluxes for submerged arc welding*. . s.l. : AWS.
7. NACE INTERNATIONAL THE CORROSION SOCIETY. Laboratory testing of metals for resistance to sulfide stress cracking and stress corrosion cracking in H<sub>2</sub>S environments. 1996.
8. *Transformation behavior and microstructural characteristics of acicular ferrite in linepipe steels*. Young Min Kim, Hakcheol Lee, Nack J. Kim. Republica de corea : Material science & engineering, 2008, págs. 361-370.
9. *The mechanism of failure by hydrogen induced cracking in an acidic environment for API 5L X70 pipeline steel*. M.A. Mohtadi-Bonab\*, J.A. Szpunar, R. Basu, M. Eskandari. Saskatchewan, Canada : Hydrogen energy, 2015.
10. *Relationship between hydrogen-induced cracking and type I sulfide stress cracking of high-strength linepipe steel*. Wan Keun Kim, Hwan Gyo Jung, Gyu Tae Park, Seong Ung Koh, Kyoo Young Kim. Republica de corea : ScienceDirect, 2010.
11. Urube Pérez, Iván, Velosa Pacheco, Aldrin Belisario y Zabala Capacho, Luis Eduardo. *Fundamentos del daño por hidrógeno en los aceros*. Cali, Colombia : El hombre y la maquina, 2011.
12. Nace International the Corrosion Society. . Evaluation of Pipeline and Pressure Vessel Steels for Resistance to Hydrogen-Induced Cracking. s.l. : ANSI.