

## DETERMINACIÓN DE NANODUREZA Y MODULO DE ELASTICIDAD DE UN ACERO API 5L X65 SOLDADO EN AMBIENTE SUBMARINOS

<sup>1</sup>A. Ballesteros H.<sup>a</sup>, <sup>1</sup>N. Cuadrado L.<sup>b</sup>, <sup>1</sup>J. J. Ruíz M.<sup>a</sup>, <sup>2</sup>J. L. Acevedo D.<sup>a</sup>, <sup>2</sup>F. Macías L.<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Corporación Mexicana de Investigación de Materiales; Saltillo, Coahuila. México.

<sup>b</sup>Fundación CTM Centre Tecnològic; Manresa, Barcelona, España.

[aballesteros@comimsa.com](mailto:aballesteros@comimsa.com), [nuria.cuadrado@ctm.com.es](mailto:nuria.cuadrado@ctm.com.es), [jjorge.ruiz@comimsa.com](mailto:jjorge.ruiz@comimsa.com),

[jacevedo@comimsa.com](mailto:jacevedo@comimsa.com), [fmacias@comimsa.com](mailto:fmacias@comimsa.com)

### Resumen

Las propiedades mecánicas de un acero API 5L-X65, soldado por medio del proceso de soldadura manual por arco (MMAW, por sus siglas en inglés Manual Metal Arc Welding) a 10 y 15 metros de profundidad bajo el mar, ha sido investigado mediante la técnica de indentación instrumentada para determinar la dureza y el modulo de elasticidad, en base a lo estipulado por el método de Oliver-Pharr. Los perfiles de dureza y el modulo de elasticidad se realizaron a lo largo de las tres zonas de la soldadura; metal base (MB), zona afectada por el calor (ZAC) y metal de soldadura (MS), a 1500 y 3500nm de profundidad de indentación. Obteniéndose un análisis comparativo, evaluando el efecto que presenta la profundidad de soldadura sobre estas dos propiedades del material de estudio.

### Introducción

Las condiciones de servicio de las tuberías submarinas son cada vez más exigentes, al requerir materiales con mayor capacidad para operar a grandes profundidades y para soportar altas presiones. Por lo que, el empleo de aceros de alta resistencia y baja aleación han sido usados ampliamente en esta aplicación. Ya que al ser microaleados presentan una excelente resistencia y tenacidad a bajas temperaturas.

Siendo el proceso de soldadura manual por arco (MMAW, por sus siglas en ingles Manual Metal Arc Welding) empleado por excelencia para la unión y reparación de tuberías de conducción. Sin embargo, la aplicación de soldadura trae consigo cambios microestructurales en los materiales que pueden afectar de forma grave las propiedades mecánicas. Investigadores han encontrado que a medida que incrementa la profundidad de reparación se tiene una mayor probabilidad de incurrir en defectos como atrapamiento de gas y problemas de agrietamiento por hidrogeno <sup>[1-5]</sup>.

La medición de dureza, ha sido utilizada históricamente para la caracterización y el control de calidad de los materiales [6-12]. Sin embargo, gracias a los avances tecnológicos es posible generar un sistema de indentación instrumentada, lo cual permite el registro y control de cargas y desplazamientos del indentador [6-13]. Información con la cual es posible determinar parámetros mecánicos como nanodureza, el módulo de elasticidad, la resistencia a la fractura, esfuerzo a la cedencia, esfuerzos residuales [7-17] entre otros. A través del análisis de la curva carga-desplazamiento (P-h).

Este trabajo pretende analizar uniones in situ realizadas a 10 y 15 m por medio de indentación instrumentada, a fin de poder verificar si la presión hidrostática tiene un efecto considerable sobre las propiedades mecánicas (dureza y modulo de elasticidad) de los componentes reparados por soldadura MMAW.

### Procedimiento Experimental

En la Figura 1 se ilustra de forma esquemática la geometría de las placas usadas para la unión por MMAW in situ. Se cortaron 4 placas con dimensiones de 0.2 X 0.1 X 0.00635 m (largo, ancho y espesor, respectivamente), extraídas de una tubería con costura de diámetro de 0.3048 m (12 pulgadas). En la zona de la junta las muestras fueron biseladas a 45° con unión a tope.

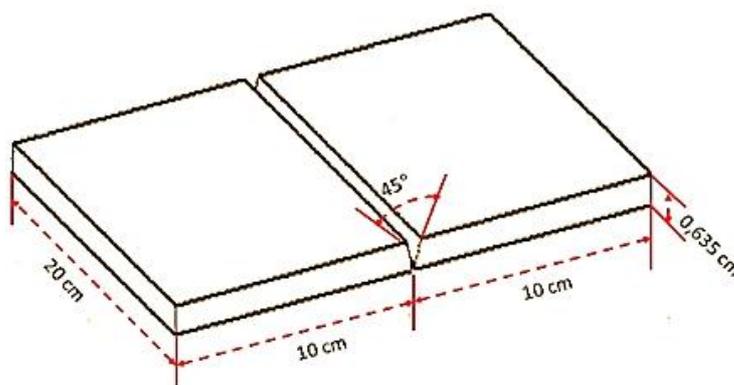


Figura 1 Esquema detallado de las placas a soldar.

Las placas fueron soldadas en el mar a 10 y 15 m de profundidad. Usando los parámetros de operación constantes a fin de no introducir más variables en el sistema, los cuales se enlistan en la Tabla 1. En cada placa de acero fueron colocados dos cordones de soldadura. Empleando electrodos comerciales para uso submarino UW-CS-1 AWS E70XX con un diámetro de 3.2 mm (1/8 in).

Tabla 1 Parámetros de probetas de soldadura.

Cantidad de Probetas	Profundidad (m)	Amperaje (A)	Velocidad de Avance (m/s)
2	10	190	0.00212-0.0017
2	15	190	0.00212-0.0017

Las muestras soldadas fueron cortadas de forma transversal al cordón de soldadura y preparadas metalográficamente. Las dimensiones de la muestra a analizar fueron 4 mm de espesor y 4 cm de largo. Los ensayos de cada una de las probetas fueron realizada mediante el equipo de nanoindentación Nano Indenter XP (MTS), compuesto por una unidad de control y una de nanoindentación. Integrado con un modulo CSM, que permite el registro continuo de la rigidez. Usando un indentador Berkovich de diamante de tres puntas. El desplazamiento y la carga fueron monitoreados de forma continua. Las mediciones fueron realizadas en el metal base (MB), zona afectada por el calor (ZAC) y soldadura. Realizando un promedio de 30 ensayos a 1500 y 3500 nm de profundidad por cada probeta. Con una separación, entre cada indentación, de 250000 nm en dirección X y 50000 nm en dirección Y.

La Tabla 2 muestra los parámetros utilizados en la realización de cada una de las probetas examinadas mediante el equipo de nanoindentación.

Tabla 2 Parámetros utilizados en cada probeta soldada.

Parámetro	Valor	Unidad
Velocidad	10	nm/s
Taza de deformación	0.05	s <sup>-1</sup>
Frecuencia	45	Hz
Profundidad máxima	1500, 3500	nm
Desplazamiento armónico	2	nm

Obtenidas las mediciones de dureza se uso el método propuesto por Oliver-Pharr<sup>[8-10, 13, 15, 18]</sup>, para determinar el modulo de Young, usando las siguientes relaciones:

$$h_c = h_t - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (1)$$

$$A = A(h_c) = 24.56h_c \quad (2)$$

$$H = \frac{P}{A} \quad (3)$$

$$E_{eff} = \frac{\sqrt{\pi} S}{2 \sqrt{A}} \quad (4)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu^2}{E} \quad (5)$$

Donde  $h_c$  es la profundidad de contacto,  $h_t$  la profundidad de indentación total,  $\epsilon$  es una constante geométrica (0.75 para un indentador Berkovich) y  $P_{max}$  la carga máxima del indentador, la cual puede ser calculada directamente de la curva carga-desplazamiento;  $A$  es el área proyectada en la carga;  $E_r$  es el modulo elástico reducido,  $S$  es el modulo de rigidez calculado a partir de la etapa de descarga de la curva carga-desplazamiento,  $E$  es modulo de elasticidad y  $\nu$  el coeficiente de Poisson del material a analizar,  $E_i$  y  $\nu_i$  son el modulo de elasticidad y el coeficiente de Poisson del indentador de diamante.

### Resultados y Discusión

En las Figuras de 1 y 2 se presentan las metalografías obtenidas, después de la aplicación del proceso de soldadura MMAW en un acero API 5L-X65, de las tres zonas de la soldadura. La soldadura (Figura 2a) presenta una estructura de ferrita alotriomórfica en presencia de ferrita widmanstatten en menor proporción, como resultado de la alta velocidad de enfriamiento en esta zona. En la zona afectada por el calor (Figura 2b), se tiene la presencia de ferrita alotriomórfica, algunas pequeñas zonas con ferrita Widmanstatten y trazas de perlita sobre los límites de grano. El metal base (Figura 3) está compuesto de una matriz de ferrita con pequeñas islas de perlita. Microestructura característica de este tipo de aceros estructurales bajo carbono.

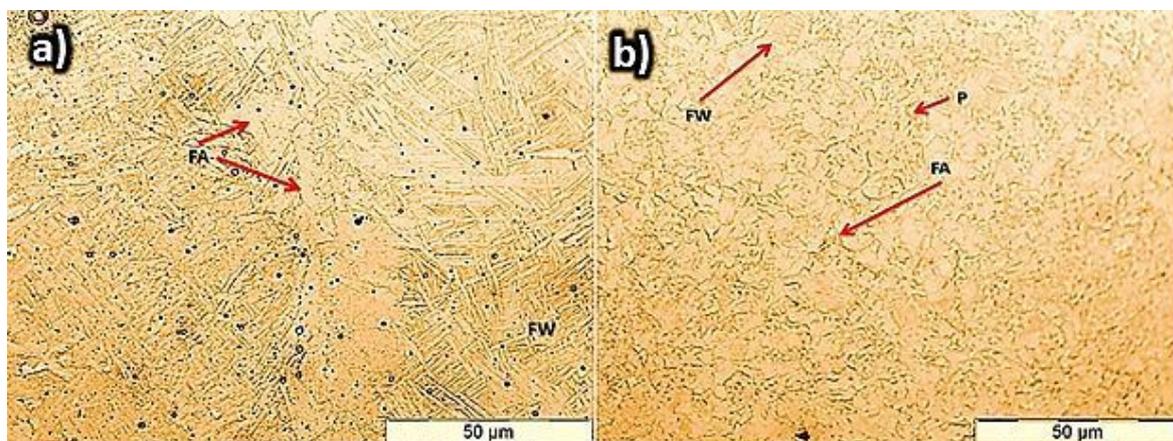


Figura 2. Zonas de soldadura a 100X a) Soldadura; b) ZAC

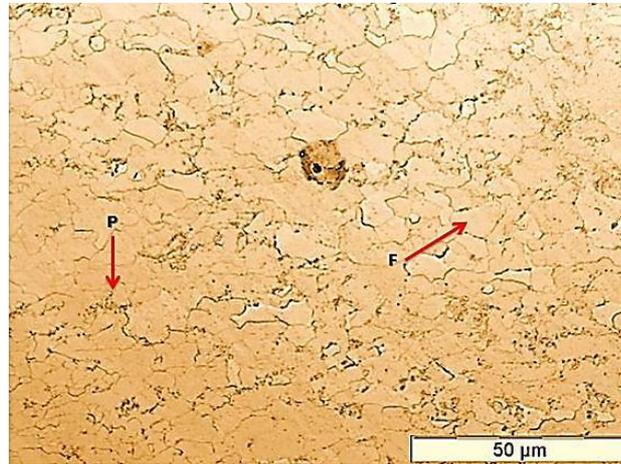


Figura 3. Zona de metal base sin afectar térmicamente

En la Figura 4 se muestran dos indentaciones realizadas sobre el material a 1500 nm (a) y 3500 nm (b). Destacándose en la indentación de 3500 nm una mayor presencia de apilamiento, lo cual, podría traer problemas al momento de realizar las mediciones del área de contacto mediante el método de Oliver-Pharr.

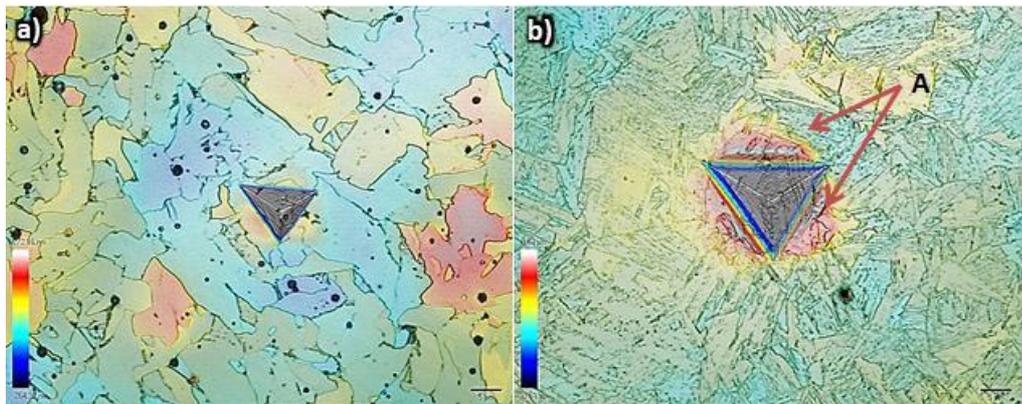


Figura 4. a) Indentación a 1500 nm; b) Indentación a 3500 nm con presencia de apilamiento.

La Figura 5 expone los perfiles de dureza obtenidos para las placas soldadas a 10 metros bajo el mar, indentado a 1500 nm. Observándose, como es que la dureza aumenta en la ZAC, la cual, decae de nuevo en la zona de soldadura a niveles iguales o menores de dureza del MB.

Sin embargo este comportamiento cambia, al realizar indentaciones a 3500 nm, que esto, se atribuye principalmente al exceso de apilamiento que presentan las huellas de las indentaciones de 3500 nm (Figura 4b). Lo que causa, que el método de Oliver-Pharr

sobrestime los valores obtenidos del área de contacto de cada indentación realizada y reproduzca resultados erróneos.

Por lo que se optó por descartar los resultados de las indentaciones de 3500 nm y a realizar el análisis solamente a partir de las indentaciones de 1500 nm, las cuales brindaron resultados más coherentes y cercanos a la realidad.

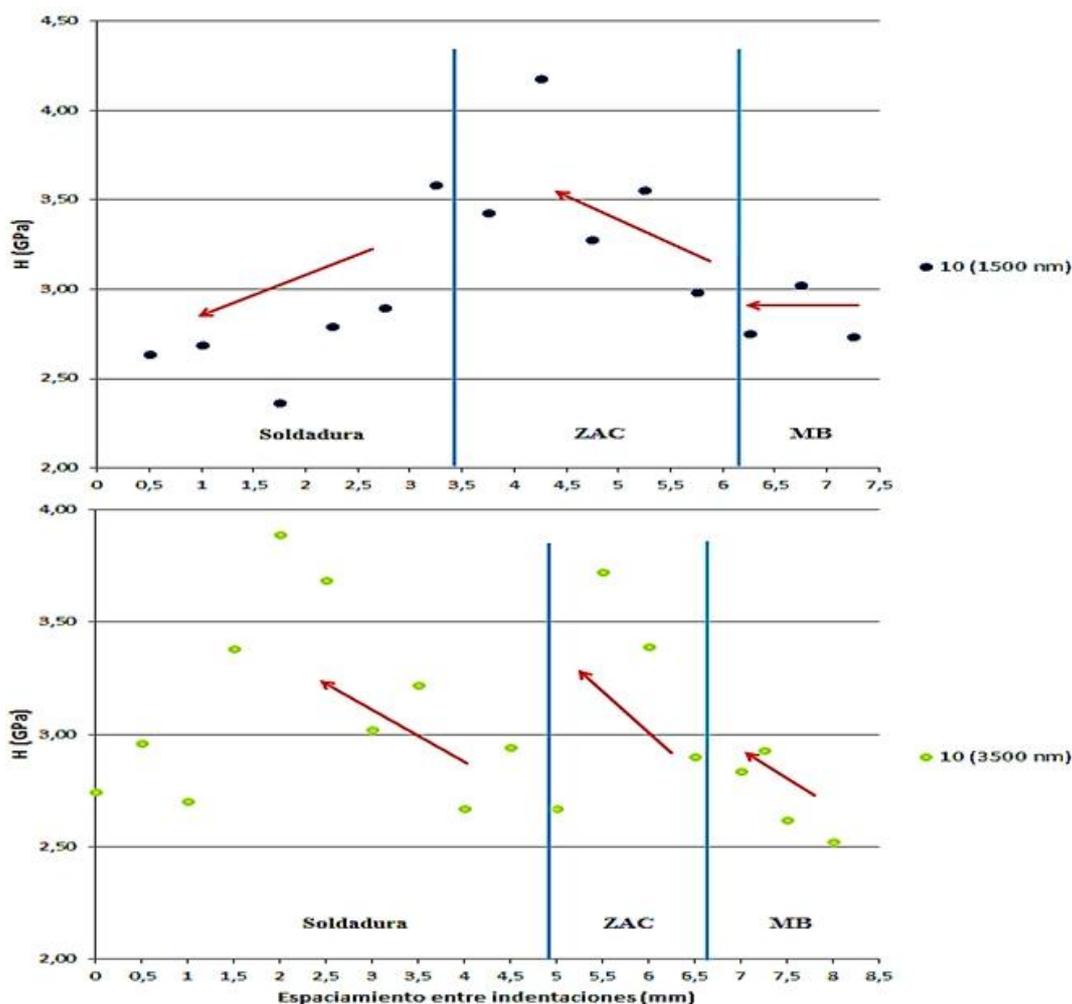


Figura 5. Perfiles de dureza de placas soldadas en mar a 10 metros indentadas a 1500 y 3500 nm.

La Figura 6 muestra un comparativo del perfil de durezas de las placas soldadas a 10 y 15 metros de profundidad del mar, donde se puede observar un comportamiento muy similar de ambas placas soldadas. Donde los valores de dureza para las placas soldadas a 15 metros de profundidad alcanzan valores ligeramente mayores en la ZAC y en la soldadura en comparación a la soldadura realizada a 10 metros.

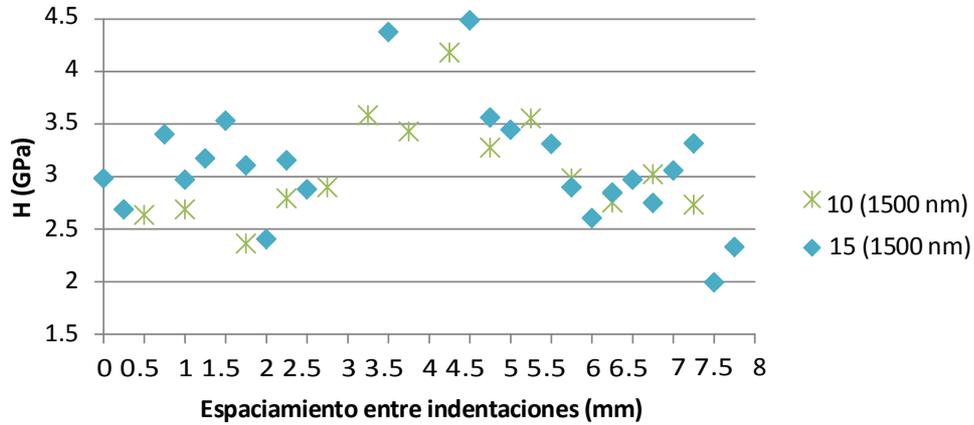


Figura 6. Comparativo de perfiles de durezas en placas soldadas a 10 y 15 metros bajo el mar.

En la Figura 7 se grafica el módulo de elasticidad para las placas soldadas a 10 y 15 metros bajo el mar. Observándose que los datos evaluados en cada profundidad de aplicación de soldadura varían en un rango muy corto, por lo cual se puede considerar como valores constantes.

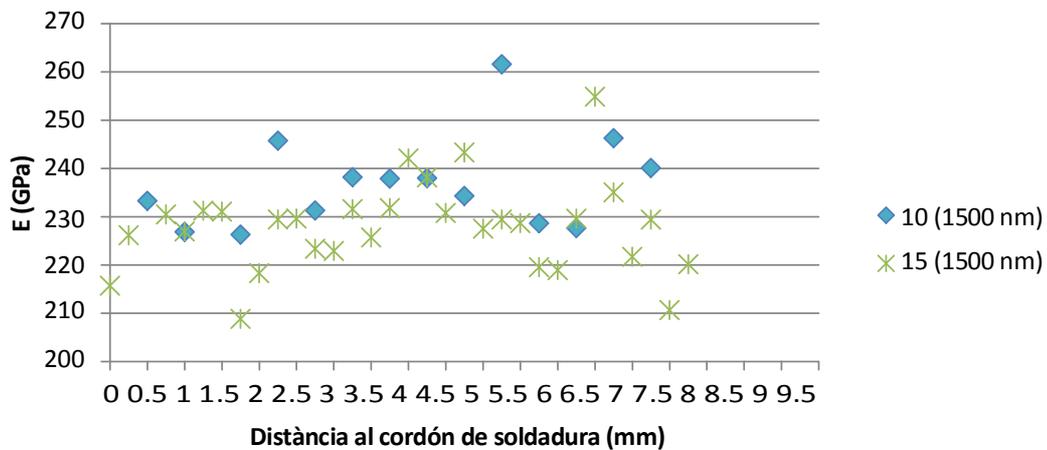


Figura 7. Comparativo del módulo de elasticidad de las placas soldadas a 10 y 15 metros bajo el mar.

En la Tabla 3 se muestra un resumen de los valores promedio de dureza (H) y módulo de elasticidad (E) obtenidos a partir del método de Oliver-Pharr en las tres zonas de la soldadura, de las probetas soldadas a 10 y 15 metros de profundidad del mar y del metal base sin soldar.

Tabla 3 Perfiles de dureza y módulo de elasticidad en placas soldadas en mar a 10 y 15 metros de profundidad.

Muestra	Profundidad máxima de indentación (nm)	Zona	Dureza; H (GPa)	Modulo de elasticidad; E (GPa)
Metal Base	1500	----	$2.18 \pm 0.12$	$221.95 \pm 10.79$
10 metros	1500	MB	$2.88 \pm 0.15$	$243.16 \pm 3.09$
		ZAC	$3.36 \pm 0.45$	$237.99 \pm 11.28$
		MS	$2.83 \pm 0.38$	$233.59 \pm 6.74$
15 metros	1500	MB	$2.73 \pm 0.39$	$227.51 \pm 12.53$
		ZAC	$4.41 \pm 1.02$	$230.28 \pm 6.68$
		MS	$3.05 \pm 0.32$	1.21 7.58

### Conclusiones

La técnica de nanoindentación resulta ser una herramienta eficaz en la determinación de las propiedades mecánicas de los materiales, a cargas bajas para aceros grado API 5L-X65. Ofreciendo la ventaja de poder realizar mediciones en áreas muy localizadas dentro del material.

Los perfiles de dureza de las soldaduras submarinas, muestran un aumento de dureza en la ZAC en comparación al metal base y soldadura. Por lo que, la dureza de la soldadura es muy similar o menor a la que se presenta en el metal base.

La profundidad de soldado no tiene un efecto significativo, sobre los perfiles de durezas ni en el modulo de elasticidad de las soldaduras submarinas de acero API 5L-X65 realizadas a 10 y 15 metros bajo el mar.

El problema de apilamiento del material generado por la carga de indentación en materiales muy blandos, impide la correcta medición de las propiedades mecánicas del material. Ya que ésta está asociada directamente con la medición de la área de contacto.

### Agradecimientos

Agradezco a la Corporación Mexicana de Investigación en Materiales por el apoyo brindado para la realización de esta investigación, contribuyendo con el asesoramiento y la realización de las pruebas de soldadura; a la Fundación CTM por la realización de las pruebas de nanoindentación y a la empresa Tubería Laguna por su contribución al donar el material, sobre el cual, se realizo ésta investigación.

## Referencias

- [1] Yelbay, H; Cam, Ibrahim ; Hakan, C, «Non-destructive determination of residual stress state in steel weldments by Magnetic Barkhausen Noise technique,» NDT&E International, p. 29-33, 2009.
- [2] Cuixiang, Pei; kazuyuki, Demachi, «Numerical Simulation of Residual Stress Measurement with Acoustic Wave,» E-Journal of Advanced Maintenance, vol. 2, pp. 160-167, 2010-2011.
- [3] Duffus, A; Queiroz, A; Perdomo, L; Pereira, E; Quintana, R; Rodríguez, M, «Caracterización Metalográfica de Depósitos de Soldadura Subacuática Mojada,» 06 Noviembre 2008.
- [4] D. Manning, Analysis of Underbead Cracking in Underwater Wet Weldments on A516 Grade 70 Steel, 1998.
- [5] Chin-Hyung, Lee; Kyong-Ho, Chang, «Prediction of residual stresses in high strength carbon steel pipe weld considering solid-state phase transformation effects,» Computers and Structures, pp. 256-265, 2011.
- [6] M. VanLandingham, «Review of Instrumented Indentation,» Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, vol. 108, nº 4, pp. 249-265, 2003. [7] Min-Jea, Choi; Kyung-Woo, Lee; Ju-Young, Kim; Kwang-Ho, Kim; Dongil, Kwon, «Application of Instrumented Indentation Technique to Estimate Strength and Residual Stress,» Recent Advancement of Theory and Practice in Hardness Measurement, pp. 35-40, 19-21 November 2007.
- [8] J. Jae-il, «Estimation of Residual Stress by instrumented Indentation: A Review,» Ceramic Processing Research, vol. 10, nº 3, pp. 391-400, 2009.
- [9] Oliver, W; Pharr, G, «Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology,» Mater, vol. 19, nº 1, pp. 3-20, 2004.
- [10] Frontini, Patricia; Fasce, Laura, «Instrumented Indentation to Characterize Mechanical Behavior of Materials,» 8 CORENDE, pp. 1-8, 2011.
- [11] Oliver, W; Pharr, G, «An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments,» Materials Research Society, vol. 7, nº 6, pp. 1564-1583, 1992.

- [12] Venkatesh, T; Van, Vliet; Giannakopoulos, A; Suresh, S, «Determination of Elasto-Plastic Propeties by Instrumented Sharp Indentation: Guidelines for Property Extraction,» *Scripta Mater*, vol. 42, nº 9, pp. 833-839, 27 Diciembre 1999.
- [13] Zhi-Hui, Xu; Xiaodong, Li, «Residual Stress Determination Using Nanoindentation Technique,» de *Micro and Nano Mechanical Testing of Materials and Devices*, 2008, pp. 139-153.
- [14] Xu, B; Zhao, B; Yue, Z, «Investigation of Residual Stress by the Indentation Method with the Flat Cylindrical Indenter,» *Materials Engineering and Performance*, vol. 15, nº 3, pp. 299-305, 2006.
- [15] Sakharova, N; Prates, P; Oliveira, M; Fernandes, J; Antunes, J, «A Simple Method for Estimation of Residual Stresses by Depth-Sensing Indentation,» *Strain*, pp. 1-13, 2011.
- [16] Huber, N; Heerens, J, «On the Effect of a General Residual Stress State on Indentation and Hardness Testing,» *Acta Materialia*, vol. 56, pp. 6205-6213, 2008.
- [17] Li-na, Zhua; Bin-shi, Xu; Hai-dou, Wang; Cheng-biao, Wanga, «Measurement of residual stress in quenched 1045 steel by the nanoindentation method,» *Materials Characterization*, vol. 61, nº 12, pp. 1359-1362, 2010.
- [18] Meza, J; Franco, E; Farias, M; Buiochi, F; Souza, R; Cruz, J, «Medición del módulo de elasticidad en materiales de ingeniería utilizando la técnica de indentación instrumentada y de ultrasonido,» *Revista de Metalurgia*, vol. 44, nº 1, pp. 52-65, 2008.