

ESTUDIO DE LA ROTURA DE UN CONJUNTO DE ARANDELAS

G. Atxaga, A. Pelayo y A. M. Irisarri

FUNDACIÓN INASMET. Mikeletegi Pasealekua 2, 20009 San Sebastián

Resumen. En el presente trabajo se analizan las causas de la rotura de un conjunto de arandelas, fabricadas en un acero inoxidable de endurecimiento por precipitación de la calidad 17-7 PH, UNS S17700. Estas arandelas se rompieron en un ambiente marino y a una temperatura ambiente sensiblemente elevada. Se comprobó que las grietas presentaba una morfología intergranular que se atribuyó a una fragilización por hidrógeno captado durante la operación de decapado ácido, hipótesis confirmada por la aplicación de un tratamiento de deshidrogenado que permitió su salida incrementando notablemente la ductilidad del material y variando la morfología de las fracturas.

Abstract. This paper analyses the failure of a set of washers, broken in service in a seawater environment and a high temperature. These parts were manufactured using a 17-7 PH, UNS S17700 precipitation hardening stainless steel. The morphology of the cracks was intergranular and it was attributed to hydrogen embrittlement due to the hydrogen that entered into the steel during the acid pickling. This hypothesis was confirmed by baking the samples to remove this hydrogen. This action increased significantly the ductility of the steel and modified the morphology of the fractures.

1. INTRODUCCIÓN

Los fallos de estructuras y componentes a menudo se deben a agrietamientos inducidos, o ayudados, por el medioambiente en que operan. La corrosión bajo tensión (CBT) y la corrosión fatiga (CF) son los más habituales seguidos de la fragilización por hidrógeno (HE) [1]. Existen otros mecanismos de fallo en los cuales el medio de trabajo también juega un papel importante pero su número es apreciablemente menor que el de los antes citados. Entre estos últimos se incluyen la fragilización por metal líquido, como es el caso del acero fragilizado por la presencia de cobre líquido cuya gravedad reside en el hecho de que ocasiona una rotura prácticamente instantánea, con unas consecuencias que suelen ser catastróficas, [2] o la fragilización inducida por metal sólido. El número de fallos atribuidos a agrietamientos inducidos por el medioambiente varían de una industria a otra, siendo más frecuentes en las industrias químicas y nucleares.

Las causas más habituales de la aparición de este tipo de fallos parecen ser la selección incorrecta de los materiales o del tratamiento térmico, un pobre diseño, y las condiciones medioambientales “imprevistas”. En este último término se deben incluir el no considerar el rango completo de condiciones de operación, tales como los arranques y paradas, que pueden suponer unas sollicitaciones más duras que las encontradas en servicio habitualmente, y la rotura, aplicación deficiente o mantenimiento inadecuado de las capas protectoras [3].

La fragilización por hidrógeno de los metales es un fenómeno viejo, frecuentemente encontrado, y en

muchas ocasiones mal comprendido. Se considera que se produce por un crecimiento subcrítico de la grieta, provocando a menudo roturas retardadas en el tiempo en los componentes que no se hallan sometidos a la aplicación de tensiones externas. Restan aún muchos problemas por resolver, comenzando por lograr una definición básica de este fenómeno, identificar sus fuentes, controlar sus efectos y prevenir su aparición [4].

De acuerdo con ASM Handbook la fragilización por hidrógeno se define como un proceso que provoca una disminución de la tenacidad y la ductilidad de un metal debido a la presencia de hidrógeno atómico. Se distinguen dos tipos de fragilizaciones por hidrógeno, la que tiene su origen en la captación de hidrógeno por el metal fundido, que queda sobresaturado en hidrógeno tras la solidificación, y la que resulta de la absorción de hidrógeno por el metal sólido, durante los tratamientos térmicos a temperatura elevada o de los recubrimientos electroquímicos o en servicio por reacciones de corrosión, protección catódica o por la operación bajo una alta presión de hidrógeno [5].

Sin embargo, para el presente trabajo tiene mayor interés el diferenciar entre las roturas cuyo origen se halla en las condiciones agresivas de servicio del componente y aquellas otras en que el hidrógeno que fragiliza el material y provoca el fallo se introdujo en el metal durante las operaciones de fabricación del componente. La primera de estas situaciones resulta evidente y se asocia con la selección de un material inapropiado para operar en las severas condiciones de servicio. En el segundo supuesto, la selección del material puede ser correcta pero no así su proceso de

fabricación lo que conduce a que un componente que, poseyendo la calidad adecuada no debía fallar, se rompa. Estas roturas retardadas en el tiempo se deben al hidrógeno atómico que permanece en el acero, tras haberse introducido en el curso de los procesos de fusión, recubrimiento, mecanizado con lubricantes de base hidrocarburos, decapado o soldadura [4]. En el primer caso el responsable del fallo es el diseñador del equipo por una incorrecta selección de materiales. En el segundo, la culpa recae sobre el fabricante del componente que ha originado la rotura por una deficiente calidad del mismo.

Los aceros inoxidables endurecibles por precipitación (PH) son aleaciones hierro-carbono-cromo-níquel que se caracterizan por su elevada resistencia, obtenida por el endurecimiento por precipitación de una matriz martensítica o austenítica que se logra con uno o más de los siguientes elementos; cobre, aluminio, titanio, niobio y molibdeno. Estos aceros pueden clasificarse en tres grupos; martensíticos, semiausteníticos y austeníticos. La clasificación se basa en las diferencias existentes entre las temperaturas de inicio y de final de la transformación martensítica de unos y otros y el comportamiento resultante en el enfriamiento desde una temperatura de solubilización adecuada [6].

El objetivo de este trabajo no es describir los diversos tipos de aceros endurecibles por precipitación por lo que no se insistirá en ese punto. Sin embargo, se debe recalcar que el grupo de los aceros semiausteníticos, a los cuales pertenece el 17-7PH objeto del presente estudio, poseen una composición controlada para que la temperatura de inicio de la transformación martensítica se sitúe por debajo de la ambiente, siendo por tanto predominantemente austeníticos tras el enfriamiento desde la temperatura de solubilización, poseyendo una elevada ductilidad y siendo fácilmente conformados en esa condición. Una vez finalizadas estas operaciones la transformación de la austenita en martensita se logra por la aplicación de un tratamiento de desestabilización que eleva las temperaturas de inicio y final de transformación, al provocar la precipitación de carbono y elementos de aleación desde la solución sólida sobresaturada.

Cuando la desestabilización se efectúa a temperatura baja (730-760° C) se consigue que la temperatura de final de la transformación se sitúe próxima a la ambiente con lo que se logra que la transformación en martensita sea completa. Por el contrario, si se elige una temperatura más alta (930-955° C) la precipitación de carbono es menor, lo que supone que la temperatura de final de la transformación se mantiene por debajo de cero. Ello obliga a enfriar el acero en estas condiciones para completar la transformación. La ventaja de este último método se halla en el mayor contenido en carbono que posee la martensita, lo que le confiere una mayor dureza. También se puede provocar la transformación aplicando una deformación en frío. En cualquier caso, se aplica un tratamiento en el margen de temperaturas de 455 a 565° C, durante 1 a 3 horas

para endurecer la microestructura martensítica así formada [6].

El objetivo del presente trabajo es analizar las causas de la rotura de un conjunto de arandelas fabricadas en un acero inoxidable endurecible por precipitación mde la calidad 17-7PH UNS17700. Estas arandelas se rompieron en servicio, en condiciones muy agresivas, de ambiente marino y temperatura elevada, superior incluso a los 50° C.

2. TÉCNICA EXPERIMENTAL

Se recibieron un conjunto de arandelas de diferentes tamaños, rotas en servicio, que habían sido fabricadas por un proveedor, que se designará como K en este trabajo. El primer paso en el estudio consistió en una observación visual, y con la ayuda de un microscopio estereoscópico, de las superficies de fractura y las grietas secundarias presentes. Se optó por efectuar una observación de la mitad de las superficies de fractura en el microscopio electrónico de barrido y, como este examen puso de manifiesto un acusado deterioro, que dificultaba la identificación de las facetas presentes, se optó por abrir completamente las grietas secundarias, pensando que éstas no habrían sufrido tanto daño en la manipulación de las piezas, posterior a la rotura.

Asimismo, se decidió efectuar un análisis químico de una muestra de cada uno de los tamaños con el fin de comprobar si la composición del acero utilizado se ajustaba a los requerimientos de la solicitada 17-7PH UNS17700, y se extrajo una probeta metalográfica de las otras mitades de las muestras, incluyendo en ellas las superficies de fractura, para su observación en el microscopio óptico y, caso de considerarlo necesario, en el electrónico de barrido.

Este estudio apuntó, como se comenta en el apartado de resultados, dos posibles hipótesis; corrosión bajo tensión provocada por las agresivas condiciones de servicio, defendida por el fabricante de las arandelas, o fragilización por el hidrógeno captado durante el decapado ácido de las arandelas. Al objeto de poder determinar cual de estas dos hipótesis era la correcta, se solicitó el estudio de un segundo conjunto de las mismas arandelas, que habían permanecido en el almacén, en unas condiciones medioambientales controladas. Algunas de estas arandelas se rompieron en el laboratorio, en condiciones controladas, para analizar el mecanismo de fallo, en tanto el resto se sometió a un tratamiento de deshidrogenado a 220° C, para permitir la salida del hidrógeno que pudiera aún permanecer atrapado en el acero. Estas arandelas, una vez tratadas, se rompieron también en el laboratorio, y sus superficies de fractura se analizaron en el microscopio electrónico de barrido. Adicionalmente, se efectuó un estudio totalmente similar sobre otras arandelas fabricadas por un segundo proveedor que será designado como R, a lo largo del presente trabajo.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El análisis químico de las arandelas de los distintos tamaños reveló la existencia de apreciables diferencias de composición entre las mismas, apuntando a una falta de homogeneidad del material. Además, en dos de ellas el contenido en carbono rebasó ligeramente el máximo admitido para la calidad UNS17700. Por otra parte, se detecta la presencia de pequeños porcentajes de titanio y niobio, 0.08% y 0.02% respectivamente, elementos no incluidos en la composición normalizada de este acero.

El examen de las probetas metalográficas confirma el carácter intergranular de las fracturas, detectado en la observación de las superficies de fractura y las grietas secundarias en el microscopio electrónico de barrido, que se comenta posteriormente. Incluso en las zonas interiores se encuentran juntas de grano que se hallan perfectamente delimitadas, indicando que el material se encuentra fragilizado. Asimismo se aprecian unas inclusiones de tonalidad naranja que corresponden a carburos de titanio, elemento que no entra a formar parte de la composición normalizada de este acero pero que, como se ha comentado, se halla presente en un pequeño porcentaje, formando, probablemente, todo él estos carburos y fijando parte del carbono.

El ataque metalográfico permite detectar la existencia de algunas bandas de ferrita en las arandelas de mayor diámetro, fase que no debería presente en este tipo de acero, en la matriz martensítica. La hipótesis más probable atribuye la aparición de esta fase a una acusada segregación de los elementos de aleación que ha conducido a la existencia de zonas empobrecidas en los mismos. La micrografía de la figura 1 ofrece un ejemplo de esta microestructura.

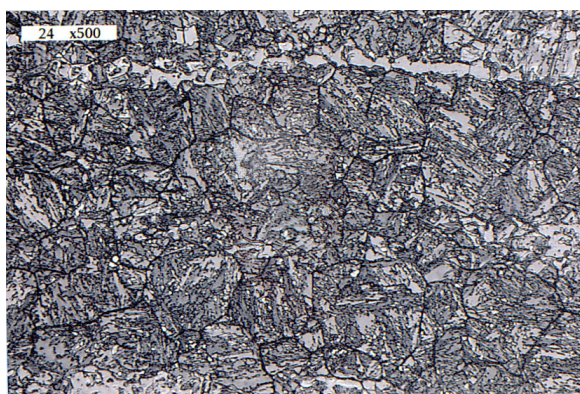


Fig. 1. Microestructura que presenta la arandela de mayor tamaño de la referencia K.

Por el contrario, las arandelas de menor tamaño exhiben un apreciable contenido en austenita, que no se ha transformado en el curso del tratamiento de

desestabilización, indicando que éste no ha logrado su objetivo.

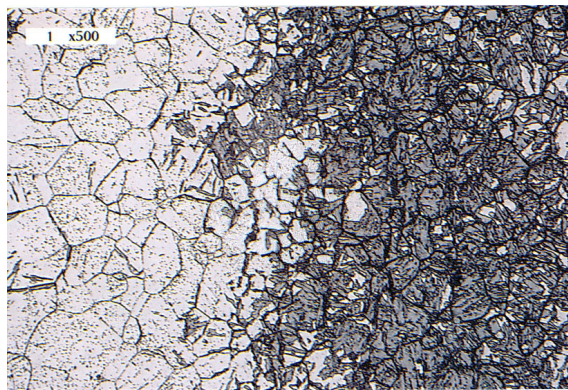


Fig. 2. Microestructura que presenta la arandela de menor tamaño de la referencia K.

Tanto las diferencias en la composición química, con algunas muestras no cumpliendo totalmente la norma, como las diferencias microestructurales con presencia de ferrita o austenita en algunas de ellas, apuntan a un pobre control de calidad en el proceso de fabricación de las arandelas pero no revelan los orígenes del fallo que es el objetivo perseguido con este trabajo.

El examen en el microscopio electrónico de barrido de las superficies de fractura y, posteriormente, de las grietas secundarias, sí aporta una información que ayuda en esta labor. En primer lugar, se debe señalar que las superficies de fractura se hallaban bastante deterioradas, con claros marcas de choques y roces o suciedad depositada que enmascaraban si no borraban totalmente las facetas que pudieran hallarse presentes en las mismas. Por este motivo, para intentar superar esta dificultad se optó por abrir completamente las grietas secundarias permitiendo la observación de sus labios en el microscopio electrónico.

Esta observación reveló el carácter intergranular de la fractura, apuntando a los mecanismos que producen este tipo de fracturas como responsables del fallo. En las micrografías de la figuras 3 y 4, a mayores aumentos, se puede comprobar la validez de este comentario. Existen diversos mecanismos que pueden provocar la aparición de roturas intergranulares pero, considerando las condiciones de operación de las arandelas y su proceso de fabricación, la corrosión bajo tensión en el medio marino en que deben operar las arandelas o la fragilización por el hidrógeno captado en el curso de la operación de decapado y no eliminado posteriormente parecen las hipótesis más probables.

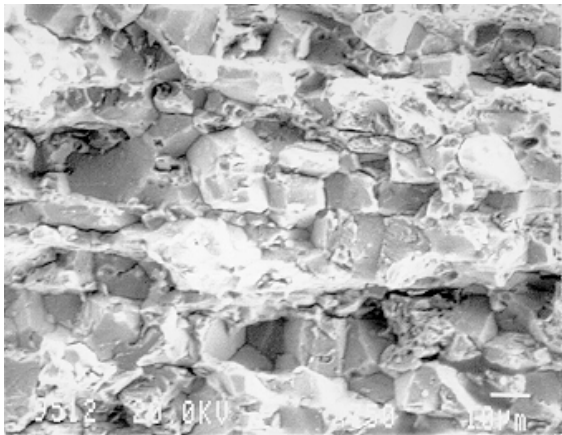


Fig. 3. Micrografía de los labios de una grieta secundaria de una arandela de la referencia K.

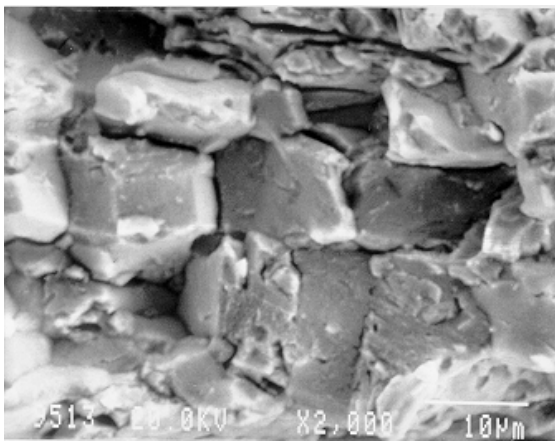


Fig. 4 Detalle a mayores aumentos de la anterior.

La primera de estas hipótesis era la defendida por los fabricantes de las arandelas en tanto que los autores del presente trabajo se inclinaban por la segunda. Con el fin de profundizar en el estudio e intentar obtener una información adicional que permitiera descartar una de ellas, se solicitó el envío de más muestras de arandelas, pertenecientes a la misma partida pero que, contrariamente a éstas, no habían entrado nunca en servicio y se habían mantenido siempre en el almacén, en condiciones medioambientales inertes. Además, juntamente con estas muestras, se recibieron otras que habían sido fabricadas por el proveedor que ha sido referenciado como R.

Algunas de estas arandelas se sometieron a un ensayo de doblado hasta la rotura o hasta un ángulo de 180° en su estado de recepción (referencias KS y RS), en tanto que las restantes fueron tratadas a 220° C, durante 12 horas para permitir la salida del hidrógeno que pudiera hallarse aún en el acero (referencias KT y RT). También estas muestras, una vez tratadas, fueron sometidas a un ensayo de doblado en tres puntos. En la figura 5 se puede observar el estado en que quedaron

las distintas muestras tras el ensayo de doblado. Todas estas muestras fueron examinadas en el microscopio electrónico de barrido para analizar las posibles diferencias existentes entre los modos de fractura de unas y otras.

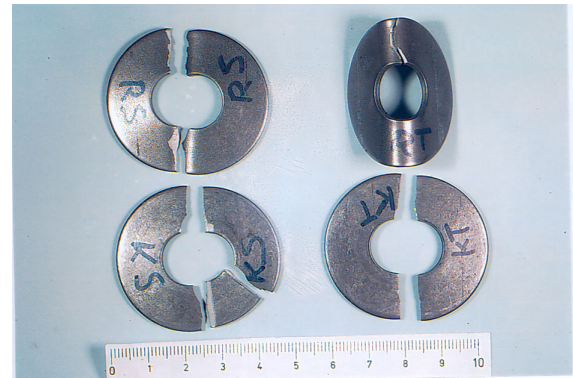


Fig. 5. Aspecto general que mostraban las arandelas de las distintas referencias tras el ensayo de doblado.

De este estudio se pueden extraer las siguientes conclusiones. El material en estado de recepción de la referencia K (KS), rompe con una morfología frágil, en varios pedazos, tras haber doblado tan sólo un ángulo mínimo. El estudio fractográfico revela una topografía típica de una fractura intergranular, similar a la exhibida por el material roto en servicio. Esto supone un apoyo a la hipótesis formulada atribuyendo el fallo a la fragilización causada por el hidrógeno captado en el curso del decapado y en contra de la que lo asocia a un fenómeno de corrosión bajo tensión provocado por las condiciones de operación de las arandelas. Efectivamente, en el supuesto de que el fallo se debiera a este último fenómeno, las arandelas que han permanecido todo el tiempo en un ambiente inerte no deberían presentar esta fractura intergranular sino que deberían mostrar un comportamiento dúctil y tenaz.

Las muestras de esta misma referencia sometidas a tratamiento de deshidrogenado (KT) rompen en dos pedazos tras doblar un ángulo apreciable, con un aspecto sensiblemente menos frágil. La observación de las superficies de fractura de estas muestras en el microscopio electrónico de barrido permite ofrecer una explicación a esta diferencia de comportamiento. Estas fracturas presentan las cúpulas dúctiles, propias de la actuación de un mecanismo de coalescencia de microcavidades, junto con algunas áreas localizadas de clivaje, lo que indica que se ha producido un cambio en el mecanismo responsable del fallo, que ha pasado de uno frágil, de tipo intergranular, a otro de tipo intergranular. Esto supone un nuevo apoyo a la hipótesis defendida puesto que el material es capaz de ofrecer un comportamiento dúctil, siempre y cuando el proceso de producción sea suficientemente cuidadoso. En la figura 6 presenta se una micrografía obtenida en una de estas muestras.

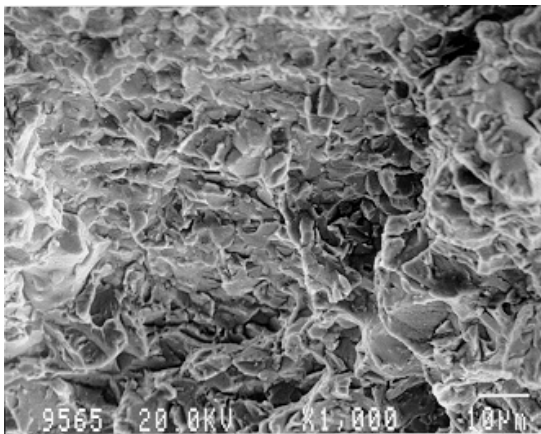


Fig. 6. Fractura transgranular en una muestra de la referencia K sometida a tratamiento de deshidrogenado (KT).

Como se ha comentado previamente se ha efectuado un estudio similar sobre las muestras suministradas por otro proveedor (referencia R). Las muestras de esta referencia que fueron ensayadas en estado de recepción (RS), rompieron en dos pedazos, tras haber doblado un ángulo apreciable. El aspecto de la rotura es menos frágil que el exhibido por la referencia K en su estado de recepción, asemejándose más al de dicha referencia tras el tratamiento de deshidrogenado. Este resultado apunta hacia que este material había sido sometido a este tipo de tratamiento con anterioridad a su entrega. El examen en el microscopio electrónico de barrido confirma esta hipótesis puesto que ofrece una morfología dúctil, incluso en mayor medida que la presentada por la muestra de la referencia K tratada. La micrografía de la figura 7 permite comprobar la similitud existente entre esta muestra y la de la referencia K tratada que se exhibe en la figura 6., y, asimismo, las diferencias existentes en el aspecto de la fractura entre esta muestra y las piezas rotas en servicio de la referencia K (figuras 3 y 4) resultan evidentes, apoyando la hipótesis de que una de ellas (referencia K) no ha recibido tratamiento de deshidrogenado, presentando un comportamiento frágil, en tanto que el aspecto dúctil de las otras se asocia con la aplicación de dicho tratamiento.

Finalmente, las muestras de esta referencia R que han sido sometidas a tratamiento de deshidrogenado (RT) no rompen en el ensayo de doblado y sólo se observa un agrietamiento tras haber doblado aproximadamente 180°. Este resultado apunta a que incluso en el caso de este material, que ofrece un comportamiento satisfactorio, un tratamiento de deshidrogenado más prolongado, tras el proceso de decapado, ejercería un efecto beneficioso. Sin embargo, un tratamiento más largo supone un mayor coste de tiempo y de dinero, motivo por el cual se debe alcanzar un compromiso entre el deseo de optimizar al máximo las prestaciones

del material y el aumento en el gasto de producción que ello conlleva.

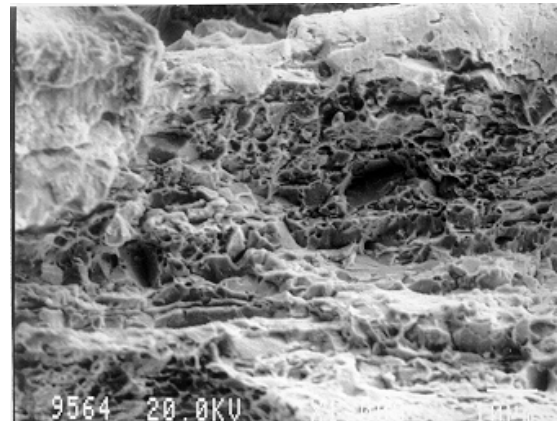


Fig. 7. Fractura dúctil en una muestra de la referencia R en estado bruto de recepción (RS). Cúpulas dúctiles

A la vista de los resultados de los ensayos de doblado efectuados sobre las distintas muestras y del análisis realizado en el microscopio electrónico de barrido de sus superficies de fractura, la hipótesis que atribuye el fallo a la fragilización por hidrógeno gana fuerza. A continuación se señalan varios puntos a favor de la misma. En primer lugar, la morfología de las fracturas de las arandelas que han fallado en servicio y las de la referencia K, que habían permanecido en el almacén y han sido ensayadas en el laboratorio (medios inertes ambos) es prácticamente idéntica. Si el fallo se hubiera ocasionado por corrosión bajo tensión, provocada por el ambiente agresivo de trabajo, éstas últimas no deberían haber mostrado una morfología frágil, ya que no se han hallado expuestas a esas condiciones agresivas.

En segundo, la aplicación del tratamiento de deshidrogenado incrementa de forma notable el ángulo de doblado antes de la rotura y la morfología de la fractura se transforma de una frágil e intergranular en otra de tipo dúctil por coalescencia de microcavidades. Esto demuestra que tampoco se puede atribuir el fallo a un carácter frágil del acero utilizado (segunda hipótesis del fabricante de las arandelas para justificar su fallo), puesto que éste es capaz de ofrecer un comportamiento suficientemente dúctil si el proceso de fabricación es correcto y se aplica un control del mismo adecuado.

Un apoyo adicional en este sentido lo ofrece la caracterización de las arandelas del proveedor R, fabricadas con el mismo tipo de acero, puesto que éstas ofrecen un comportamiento suficientemente dúctil en su estado de recepción. Si el acero fuera incapaz de mostrar este tipo de comportamiento ni las muestras que han sido deshidrogenadas de la referencia K, ni las que han sido ensayadas en cualquiera de los dos estados (bruto de suministro y deshidrogenadas) hubieran sido capaces de doblar un ángulo apreciable

(en el caso de las muestras de la referencia R tratadas hasta 180° sin que se produjera su rotura) sin haber sufrido el fallo.

Se considera por tanto que la ausencia de tratamiento de deshidrogenado, tras el proceso de decapado ácido, permitiendo que este elemento permanezca en el acero, fragilizándolo es la responsable del fallo. Si a ello se unen algunos otros aspectos observados en la composición química o la microestructura del acero se puede afirmar que el control de calidad del proceso de fabricación es deficiente.

4. CONCLUSIONES

- a) La rotura de las arandelas se ha producido por un mecanismo de fragilización por hidrógeno, asociado con la captación de este elemento durante la operación de decapado ácido y el no haber sido eliminado posteriormente por la aplicación de un tratamiento de deshidrogenado.
- b) Esta hipótesis se ve reforzada por el hecho de que otras muestras de la misma partida que habían permanecido en el almacén y fueron ensayadas en el laboratorio, no habiendo sido por tanto expuestas al ambiente agresivo de servicio, mostraron también un comportamiento frágil y una morfología de fractura intergranular totalmente similar.
- c) Sin embargo, cuando algunas de estas muestras se someten a un tratamiento de deshidrogenado a 220° C durante 12 horas, el comportamiento del material se hace apreciablemente más dúctil y el mecanismo de fallo se transforma de uno de tipo intergranular a otro dúctil de coalescencia de microcavidades.
- d) Las muestras suministradas por el proveedor R, en estado de recepción, sin haber sido sometidas a tratamiento de deshidrogenado, exhiben un comportamiento dúctil, similar al mostrado por las de la referencia K, tras la aplicación de dicho tratamiento.
- e) Estos resultados permiten descartar la hipótesis defendida por el fabricante de las arandelas que atribuía el fallo de las mismas a la corrosión bajo tensión asociada a las agresivas condiciones de operación a que se hallan sometidas. De haber sido cierta esta hipótesis, las muestras que han permanecido en el almacén y ensayado en el laboratorio (ambientes no corrosivos ambos) no deberían haber sufrido una rotura frágil y si este tipo de fractura es propio del acero utilizado, las muestras deshidrogenadas deberían haber fallado también de modo frágil. La conclusión en favor de un fallo debido a fragilización por hidrógeno resulta, por tanto, evidente.
- f) Las arandelas de la referencia K pertenecientes a la misma partida presentan notables diferencias de composición de unas a otras. Además, el contenido en carbono de algunas de ellas rebasa ligeramente el máximo admitido para la calidad UNS 17700.
- g) También se observan apreciables diferencias microestructurales entre unas y otras arandelas, mostrando las de mayor tamaño algunas bandas de ferrita, fase que no debería hallarse presente en este tipo de acero, en tanto que en las más grandes se observa la existencia de una amplia zona de austenita sin transformar, apuntando a que el tratamiento térmico aplicado ha resultado inadecuado para conseguir desestabilizar esta fase y provocar su transformación en martensita.
- h) Aunque las diferencias de composición o en la microestructura entre unas y otras muestras no ha influido en el fallo en servicio de las arandelas apuntan hacia un pobre control del proceso de fabricación de las mismas. Este pobre control ha supuesto de que las muestras examinadas no hubieran recibido un tratamiento térmico de deshidrogenado tras la aplicación del decapado ácido, omisión que se considera responsable del fallo en servicio de las arandelas.

REFERENCIAS

- [1] Lynch S. P. "Failures of structures and components by environmentally assisted cracking" Eng. Fail. Anal. 1, pp. 77-90 (1994).
- [2] Failure analysis and prevention. ASM Handbook, Vol. 11, ASM International. (1986)
- [3] Lynch S. P "Failures of engineering components due to environmentally assisted cracking" Practical Failure Analysis, 3, (5),pp. 33-42 (2003).
- [4] Raymond L. "Evaluation of hydrogen embrittlement" ASM Handbook Vol. 13 Corrosion, pp. 283-284, (1987)
- [5] Glossary of Terms. ASM Handbook Vol. 13 Corrosion, pp. 1 - 14 (1987).
- [6] Metallurgy and properties of wrought stainless steels. Stainless Steels, pp. 34-35, ASM International (1994).