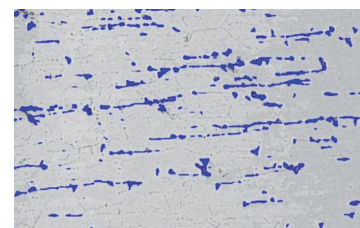


Estudio de la fragilización de un acero inoxidable austenítico AISI 304h con 15 años de servicio expuesto a elevada temperatura



Study of embrittlement in austenitic stainless steel AISI 304h with 15 years in service exposed high temperature

Franklin Acevedo¹ y Laura Sáenz²

¹ Universidad de Carabobo.

² Universidad de las Fuerzas Armadas. Departamento Ciencias de la Energía/Mecánica.

DOI: <http://dx.doi.org/10.6036/8665> | Recibido: 27/01/2017 • Evaluando: 17/05/2017 • Aceptado: 17/10/2017

ABSTRACT

• The purpose of this study is to obtain a model to predict the impact toughness of austenitic stainless steel AISI 304H exposed to high temperature, in order to define the degree of embrittlement resulting from its metallurgical degradation due to Sigma/Chi phase precipitation. The studied element corresponds to a 60 inches diameter pipe associated to the top system of a regenerator that operates continuously at 1300 °F in a Catalytic Cracking plant of an Oil Refinery with 15 years in service. Twelve samples were taken along the studied pipe, taking a sample for each component of the pipeline, a sample for each mitred elbow and a sample for each straight section, of which 3 test-pieces were made per sample, for a universe of 36 test-pieces, complying with the dimensions defined in the ASTM E23-90. The chemical composition of the steel was determined by a portable analyzer based on materials' positive identification, the microstructure of the steel was observed by optical microscopy, the precipitate was sized to determine the shape factor and analyze its grouping, as well as the quantification of the Sigma phase precipitation using a digital image analyzer. The Vickers hardness measurement was performed on site. It was established that knowing the precipitate's amount and form, its grouping and hardness, the impact toughness of stainless steel is predicted, which provides an important tool for the study of mechanical integrity of components made of stainless steel AISI 304H exposed to continuous operation at elevated temperature. The metallurgical degradation of stainless steel due to Sigma/Chi phase precipitation presents a logarithmic behavior indicating that the impact toughness presents a sharp decrease in function of the acceleration of the deterioration, that is to say, it loses the ability to plastic deformation and therefore a high probability of occurrence of a fragile failure in operationally critical systems, therefore it should be monitored routinely and rigorously in the industrial field, highlighting its importance of monitoring through an "in situ" methodology based on non-destructive tests.

• **Key Words:** stainless steel, 304h grade, Sigma phases, intermetallic phase, embrittlement, impact toughness.

RESUMEN

El presente estudio está dirigido a obtener un modelo para predecir la tenacidad de impacto del acero inoxidable austenítico AISI 304H expuesto a elevada temperatura, de manera de definir el grado de fragilización producto de su degradación metalúrgica debido a la precipitación de fase Sigma/Chi. El elemento estudiado corresponde a una tubería de 60 pulgadas de diámetro asociado

al sistema de tope de un regenerador que opera continuamente en 1300 °F en una planta de Craqueo Catalítico de una planta de refinación de petróleo con 15 años en servicio. Se tomaron 12 muestras a lo largo de la tubería estudiada, tomando una muestra por cada componente de la tubería, una muestra para cada codo mitrado y una muestra para cada tramo recto, de los cuales se fabricaron 3 probetas por muestra, para un universo de 36 probetas, cumpliendo con las dimensiones definidas en la norma ASTM E 23-90. Se determinó la composición química del acero mediante un analizador portátil basado en identificación positiva de materiales, se observó la microestructura del acero mediante Microscopía Óptica, se dimensionó el precipitado para determinar el factor de forma y analizar su agrupación, así como también la cuantificación de la precipitación de fase sigma mediante un analizador de imágenes digital. Se realizó la medición de dureza Vickers en sitio. Se estableció que conociendo la cantidad y forma del precipitado, su agrupación y la dureza, se predice la tenacidad de impacto del acero inoxidable, lo que proporciona una herramienta valiosa para el estudio de integridad mecánica de componentes fabricados de acero inoxidable AISI 304H y que están expuestos a operación continua a elevada temperatura. La degradación metalúrgica del acero inoxidable debido a la precipitación de fase Sigma/Chi, presenta un comportamiento logarítmico indicando que la tenacidad de impacto presenta una disminución brusca en función a la aceleración del deterioro, es decir pierde la capacidad de deformarse plásticamente y por ende una alta probabilidad de ocurrencia de una falla frágil en sistemas operacionalmente críticos, por tanto debe ser monitoreada rutinaria y rigurosamente en el ámbito industrial, resaltando su importancia de monitorear mediante una metodología "in situ" basados en ensayos no destructivos.

• **Palabras Claves:** acero inoxidable, 304 H, fases Sigma, fase intermetálica, fragilización, tenacidad de impacto.

1. INTRODUCCIÓN

En las plantas de Craqueo Catalítico Fluidizado, se utiliza acero inoxidable AISI 304H para aplicaciones cuya temperatura es 1300 °F (704°C), condición que propicia la precipitación de fases secundarias en el acero y amerita que sea monitoreada a través de métodos destructivos, debido a la fragilización del material. Los métodos establecidos exigen la evaluación de la energía absorbida para una muestra soldada al componente a estudiar, sin embargo de acuerdo a Acevedo y Sáenz[1], se demuestra que componentes fabricados de acero inoxidable AISI 304H que operan en elevadas

temperaturas con tiempo en servicio idénticos pueden tener diferentes grados de precipitación de fase Sigma/Chi, por otra parte, el monitoreo de la precipitación de fase Sigma/Chi mediante el uso de probetas no necesariamente representa la zona más crítica del sistema, de allí la necesidad de utilizar un perfil de las réplicas metalográficas a lo largo de la tubería o recipiente que permita determinar la zona de mayor precipitación de estas fases.

La fragilización por fase Sigma fue estudiada por Hau et al[2] en materiales extraídos de plantas de Craqueo Catalítico Fluidizado, donde se determinó que la formación de fase Sigma es un proceso de envejecimiento que ocurre en el AISI 304H y otros aceros inoxidables austeníticos expuestos a temperatura de 1300°F, formándose una cantidad significativa durante la primera corrida de las plantas (Menor a 4 años), este aspecto difiere de la teoría clásica de transformación de la α ferrita por la fase σ debido a la difusión del cromo, para las condiciones de 1300°F (704°C). Sourmail [3] realizó un modelo de predicción y los comparó con el diagrama PTT (Precipitación-Temperatura-Tiempo) realizado por Minami et al [4], tal y como se muestra en la Figura 1.

Fundamentalmente, el grado de precipitación de la fase Sigma (σ) en el acero inoxidable AISI 304H depende de los siguientes factores:

- Temperatura (T)
- Composición química del acero (Q)
- Tiempo (t)

Resumiéndose en lo siguiente:

$$\sigma = f(T, Q, t) \quad (1)$$

Un estudio presentado por Calmunger et al[5] concluye que la iniciación y propagación de la fractura en aceros inoxidables austeníticos es muy local, y se comportan diferentemente en esos materiales a elevada temperatura debido a las diferentes composiciones químicas afectando nucleación, crecimiento y forma de los precipitados. La cantidad y forma tienen efecto importante en la energía absorbida donde la forma de aguja propicia una baja tenacidad de impacto. Otro estudio presentado por Chih-Chun Hsieh et al[6] indica que la fase σ puede incrementar la dureza y disminuir la tenacidad de impacto, así como también la deformación ingenieril. La fase σ , se origina por la transformación de la ferrita (δ ferrita a fase σ). Cuando la ferrita se transforma en σ , la fase σ precipita en la región de alta concentración de cromo en la

δ -ferrita. La fase σ puede precipitar en la γ -austenita cuando no se tiene δ -ferrita. La precipitación en γ -austenita, fue estudiada por Padilha et al[7] donde se determinó que la precipitación en la austenita fue muy lenta a miles de horas de envejecimiento.

La predicción de la precipitación de la fase Sigma puede establecerse su comportamiento en condiciones ideales de temperatura y composición química del acero, sin embargo en la práctica, se tienen condiciones diferentes, como por ejemplo: la confección de componentes de tuberías que requieren laminado o trabajo en frío, lo cual afecta la precipitación de fase Sigma. Abe et al. [9] indicaron claramente el efecto del laminado en frío en la precipitación de fase Sigma en un acero Fe-10Cr-30Mn envejecido a 650°C, concluyendo que la laminación en frío promueve la precipitación de fase Sigma. El tamaño de grano es más pequeño a medida que aumenta el radio de la laminación en frío y por ende una mayor densidad de fase Sigma, recordando que la fase Sigma nuclea en los límites de grano. Por lo anterior, se podría indicar que la precipitación de la fase Sigma depende de: Temperatura (T), Composición química del acero (Q), Tiempo (t) y Trabajo en frío (CW). Resumiéndose en lo siguiente:

$$\sigma = f(T, Q, t, CW) \quad (2)$$

Por esta razón, la práctica recomendada es monitorear con probetas soldadas en los componentes, para hacer pruebas destructivas y determinar las pérdidas de propiedades con respecto al tiempo. Hau et al[2] definieron un criterio de reemplazo: el valor promedio de un juego de 3 muestras no debe ser menor de 20 J, pero ningún valor particular menor a 13 J. Estos ensayos destructivos (Intrusivos) a lo largo de un sistema en busca de la zona de mayor precipitación, representaría un costo elevado y problemas logísticos para colocar nuevamente el sistema en servicio, de manera que se necesita un modelo que permita predecir la tenacidad al impacto del material de cada componente del sistema a evaluar basado en herramientas no destructivas que permita la toma de decisión para el reemplazo según el umbral definido. Es por ello, que el objetivo del presente estudio es obtener ese modelo para predecir la capacidad de absorber energía del acero inoxidable austenítico AISI 304H de manera de estimar su grado de fragilización producto de su degradación metalúrgica debido a la precipitación de fase Sigma/Chi.

2. MATERIAL Y MÉTODOS

2.1. MATERIAL-ANÁLISIS DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL MATERIAL

El material utilizado proviene de una tubería fabricada de acero inoxidable austenítico ANSI 304H que operó en condiciones de temperatura de 1300 °F (704 °C) asociada al sistema de tope del Regenerador de una planta de Craqueo Catalítico Fluidizado de una Refinería, la cual cuenta con una sección de 15 años de operación y otra sección con 13 años de operación. En la tubería, se tomaron 12 muestras, una en cada elemento que conforma la tubería, es decir al menos una muestra para cada codo mitrado y una muestra para cada tramo recto, de los cuales se fabricaron 3 probetas, para totalizar un universo de 36 probetas, cumpliendo con las dimensiones definidas en la norma ASTM E 23-90. El tramo inferior presenta antecedente de falla catastrófica, cuyo análisis de falla, determinó la degradación metalúrgica por precipitación de la fase Sigma en el acero inoxidable. La configuración de la tubería se muestra en la Figura 2.

La identificación positiva de materiales se realizó a través de un ePMI marca Oxford, modelo PMI Master Pro.

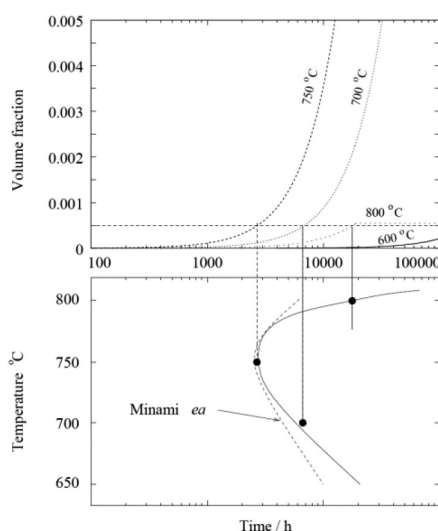


Figura 1: Diagrama PTT de fase Sigma en 304H por Minami[4] vs Predicción por Sourmail[3]

2.2. MICROSCOPIA ÓPTICA

Las muestras fueron preparadas metalográficamente por el método convencional de desbaste grueso, medio y fino respectivamente para luego ser pulida por la pulidora metalográfica. El reactivo de ataque utilizado fue 45 gramos de KOH en 60 ml de agua, tal y como lo describe en la ASTM E 407. Las muestras fueron observadas al microscopio marca Buehler modelo Viewmet.

Posteriormente, se utilizó un analizador de imágenes para cuantificar el área de precipitados en la muestra en imágenes a 100x con una calibración de 0.85470 $\mu\text{m}/\text{Pixel}$, así mismo se utilizó el software IMAGEJ para medir la longitud y área de cada precipitado, tomando aleatoriamente un total de 15 precipitados por muestra.

2.3. ENSAYO DE IMPACTO

Las probetas de impacto Charpy en V, fueron mecanizadas en tornos automáticos, cumpliendo con las dimensiones definidas en la norma ASTM E 23-90[10]. Se fabricaron 3 probetas para ensayo de cada muestra extraída, totalizando 36 probetas 10x10x55 mm, tal y como se muestra en la Figura 3. Las probetas fueron impactadas a temperatura de laboratorio (70°F).

2.4. ENSAYO DE DUREZA

Se realizó medición de dureza utilizando un durómetro Vickers, con un indentador punta de diamante de 300 gr y un tiempo de penetración de 15 segundos, según NORMA E384[11]. Se tomó tres mediciones por muestra, de manera de determinar la dureza promedio.

3. RESULTADOS

3.1. ANÁLISIS DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL MATERIAL

El equipo utilizado es un Epmi marca Oxford, modelo PMI Master Pro, el cual es un analizador portátil, necesario para medir la composición química del acero de la tubería "in situ", por tanto presenta resultados indicativos. El resultado de la identificación positiva de materiales se muestra en la Tabla N°1, confirmando que el material en estudio es un acero inoxidable austenítico AISI 304 H. Los valores obtenidos del metal base están en el límite inferior, sin embargo aun en el rango permisible. Es importante

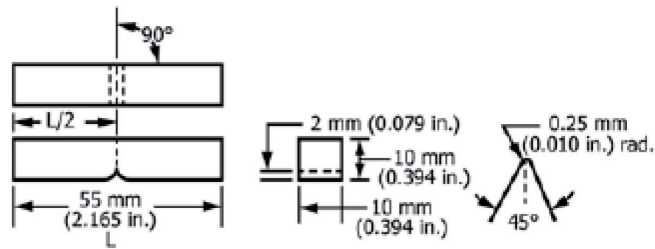


Figura 3. Dimensiones de probetas Charpy (ASTM E-23)

Material	Elementos químicos (%) en peso			
	C	Cr	Ni	S
Según norma ASTM A312 [12]	0,04-0,10	18,0-20,0	8,0-11	0,03
Metal base	0,04	18,31	8,21	0,017

Tabla 1: Resultado de ensayo de identificación positiva

resaltar que el material estuvo en operación por 15 años, y en función a su degradación metalúrgica en altas temperaturas, el carbono migra parcialmente para formar elementos nocivos como carburos y en el caso como el cromo, éste migra parcialmente para formar fase Sigma/Chi.

3.2. MICROSCOPIA ÓPTICA

La microestructura del acero ANSI 304 H se observó por microscopía óptica a 100X, es austenítica y se observan en las muestras N°2, N°4, N°6, N°8 y N°10 de la tubería en las figuras N° 4, N°5, N°6, N° 7 y N° 8 respectivamente. Se estudió la morfología y dimensionamiento de las partículas (Color azul) de las fases Sigma y Chi, debido a que estas fases propician la fragilización del acero inoxidable.

La cuantificación de la fase Sigma, se determinó mediante un perfil en el espesor de la muestra de 0,5 pulgadas, desde la cara externa hasta la cara interna, obteniéndose en 8 de las 12 muestras (66%), la precipitación de fase Sigma fue mayor en la cara externa que la interna, indicando que las metalografías realizadas externamente en el componente permiten una buena aproximación de la precipitación. En la Tabla 2, se muestra el resultado promedio en el perfil de cuantificación de fase Sigma.

Es importante acotar que aunque se tenga un porcentaje de precipitación similar, como es el caso del promedio entre la muestra 8 y 10, con 5,57% y 5,06 % respectivamente, se tiene una morfología de precipitados completamente diferente que evidentemente afectará en el resultado de la tenacidad por impacto. La figura N°9 muestra el comportamiento de la fase Sigma determinada en la cara externa de la tubería con respecto a la tenacidad de impacto, se observa una clara disminución de la tenacidad de impacto respecto al crecimiento de la fase Sigma, a excepción del

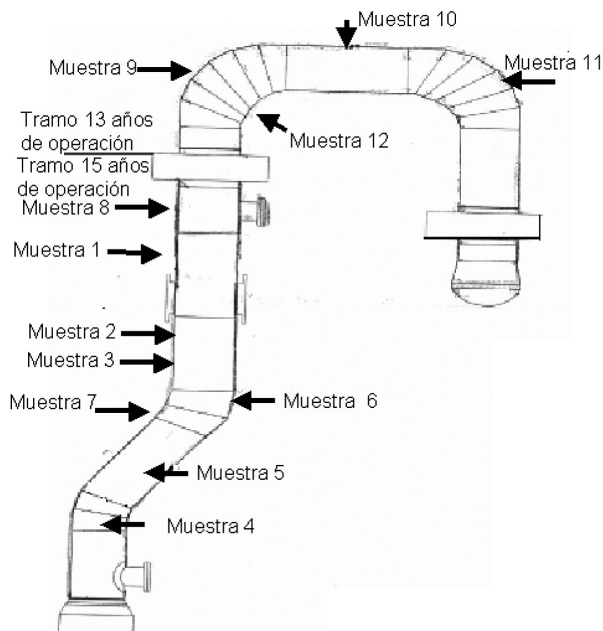


Figura 2: Ubicación de muestras según configuración de tubería

Muestra	Precipitación Fase Sigma(%)		
	Cara Externa	Cara Interna	Promedio
1	6,78	6,08	6,52
2	4,40	2,62	3,30
3	4,15	6,90	4,89
4	3,82	3,49	3,36
5	5,50	3,79	4,72
6	5,15	7,01	6,30
7	7,54	5,53	6,38
8	6,36	5,78	5,57
9	8,62	4,44	5,19
10	5,75	5,24	5,06
11	6,80	4,14	5,19
12	6,74	7,44	6,87

Tabla 2. Precipitación de fase Sigma en cara externa e interna

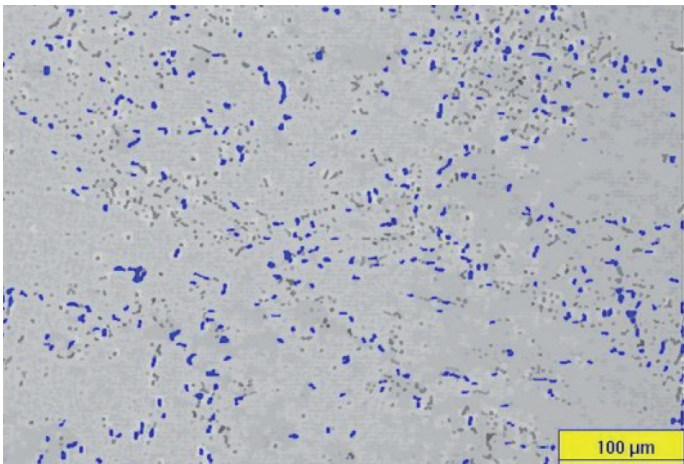


Figura 4: Micrografía 100X de muestra 2

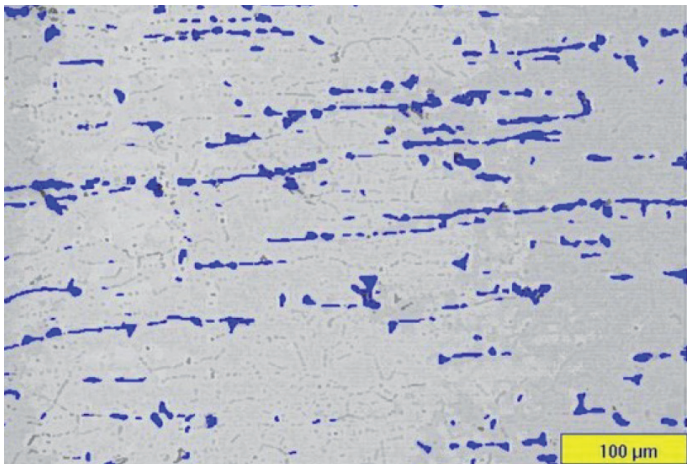


Figura 7: Micrografía 100X de muestra 8

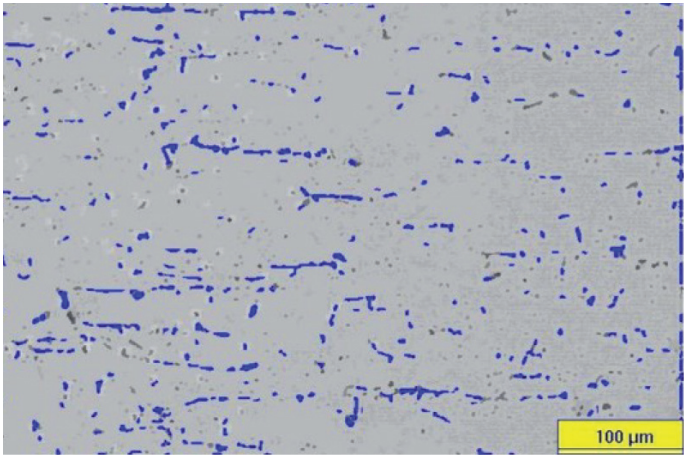


Figura 5: Micrografía 100X de muestra 4

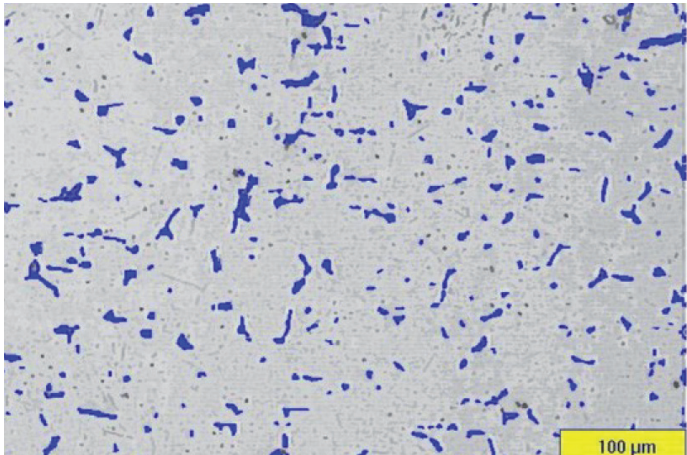


Figura 8: Micrografía 100X de muestra 10

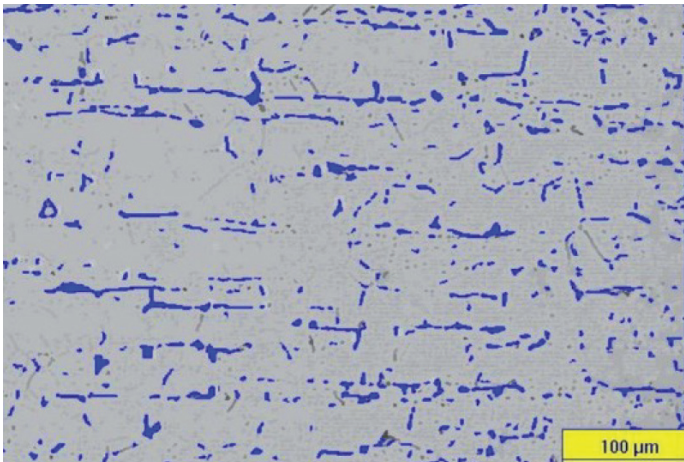


Figura 6: Micrografía 100X de muestra 6

resultado de la muestra 9, que tiene 8,62% de fase Sigma con una elevada energía de 70,37 J, esto indica que existen otros factores que impactan la tenacidad de impacto de material. A medida que aumenta la precipitación de fase Sigma, por ser una fase muy dura, el acero reduce la tenacidad de impacto y pierde la capacidad de deformarse plásticamente, fragilizándose.

Con respecto a la forma del precipitado, se utilizó el software IMAGEJ para medir la longitud y área de cada precipitado, tomando un total de 15 precipitados por muestra. La medición de la partícula se realizó considerando un rectángulo, tomando como longitud, el lado de mayor dimensión y el área que representa la zona medida. En la tabla N°3, se muestra el resultado del análisis dimensional a las partículas de cada muestra.

La tabla N°3, indica que el tamaño de partícula es variable a lo largo de la tubería, siendo la muestra 8 con los precipitados más alargados y la muestra 2 con los precipitados más cortos, tendiendo una relación de 5,64, es decir, el precipitado de la muestra 8 es 5,64 veces más largo que el precipitado de la muestra 2, ahora bien, de este análisis se puede determinar un ancho promedio de partícula, si se divide el área entre la longitud, tal y como se muestra en la Ecuación 3:

A= Área/L

(3)

Donde:
A: Ancho calculado de partícula (µm)
Área: Área promedio de partícula (µm²)
L: Largo promedio de partícula (µm)

Muestra	Largo(µm)	Área(µm²)
1	15,46	117,66
2	6,08	28,54
3	15,60	137,63
4	21,7	54,79
5	17,68	135,15
6	26,67	117,66
7	18,63	78,46
8	34,32	120,05
9	16,33	123,63
10	16,84	181,95
11	17,39	119,56
12	9,48	50,89

Tabla 3: Análisis Dimensional de las partículas

Asimismo, si se divide ancho calculado entre el largo de la partícula, se determina un factor de forma FF de precipitado, el cual es importante para analizar de manera eficiente el alargamiento de la partícula y permite observar de manera sencilla la morfología del precipitado:

$$FF = A/L \tag{4}$$

Donde:
FF: Factor de forma de precipitado (Adimensional)
A: Ancho calculado de partícula (μm)
L: Largo promedio de partícula (μm)

En la Tabla 4, se puede observar los resultados del cálculo tanto del ancho de partícula como el factor de forma del precipitado:

El factor de forma (FF) indica un alargamiento excesivo en las muestras 4, 6 y 8, siendo máxima en la ubicación de la muestra 8, por ser el valor más pequeño, donde el ancho de partícula es 0,1 veces el largo, y extrayendo estas tres muestras, el promedio del factor de forma de las restantes 9, es de aproximadamente 0,5, por lo que en general, el largo es el doble que el ancho de la partícula para el componente en estudio. Un aspecto interesante observado en las micrografías, está asociado a la agrupación de los precipitados, que adicional a su morfología, especialmente su largo, se destacan por ejemplo en las muestras 4, 6 y 8, mostradas en las figuras N° 5, 6 y 7 respectivamente, que presentan una agrupación que propicia una extensa zona muy dura que afecta la tenacidad de impacto del material (fragilización), en la tabla N°5, se indica la condición de agrupación de precipitados de las muestras.

El alargamiento de partícula muestra un notable comportamiento a la disminución de la tenacidad de impacto a medida que el largo del precipitado es mayor o su forma tipo "aguja". La partícula al ser alargada y muy delgada facilita el plano de la fractura y el crecimiento de microgrietas desde el punto de vista de la mecánica de la fractura. En la figura N°10, se muestra el comportamiento de la tenacidad de impacto respecto al largo de la partícula.

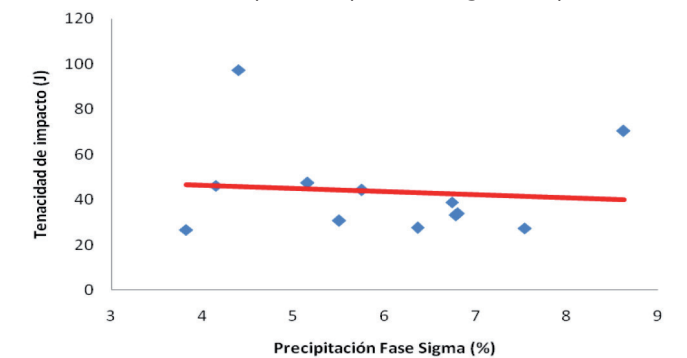


Figura 9: Precipitación de fase Sigma en la cara externa vs Tenacidad de Impacto

Muestra	Largo(μm)	Ancho(μm)	Factor de Forma
1	15,46	7,61	0,49
2	6,08	4,70	0,77
3	15,60	8,82	0,57
4	21,77	2,52	0,11
5	17,68	7,64	0,43
6	26,67	4,41	0,17
7	18,63	4,21	0,23
8	34,32	3,50	0,10
9	16,33	7,57	0,46
10	16,84	10,80	0,64
11	17,39	6,88	0,40
12	9,48	5,37	0,57

Tabla 4: Ancho calculado de partícula/factor de forma del precipitado

Muestra	AGRUPADO
1	SI
2	NO
3	NO
4	SI
5	NO
6	SI
7	NO
8	SI
9	NO
10	NO
11	NO
12	NO

Tabla 5: Agrupación de precipitados

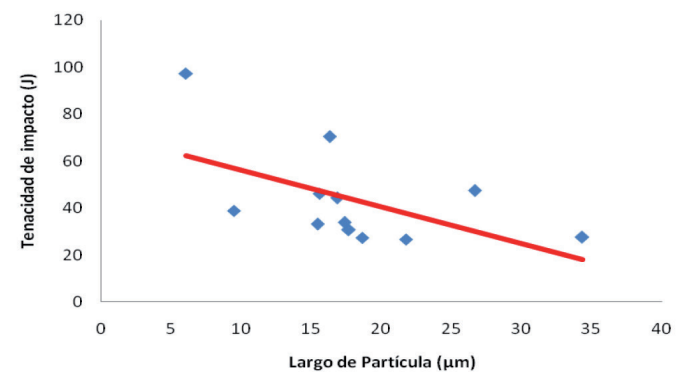


Figura 10: Tenacidad de impacto vs largo de partícula

El comportamiento del factor de forma se muestra en la Figura 11, a medida que la relación ancho y largo sea mayor, la tenacidad de impacto será mayor, es decir para partículas más largas, se tienen un comportamiento a la disminución de la energía absorbida.

3.3. ENSAYO DE IMPACTO

Se realizó ensayo Charpy para determinar la tenacidad de impacto, siendo este ensayo el que define el criterio de aceptación y rechazo para tuberías o recipientes a presión fabricados en acero inoxidable que presenten fragilización por fase Sigma según Hau et al[2], permitiendo estimar el efecto general de las partículas o fases intermetálicas. En la tabla N°6, se muestra el resultado promedio para un juego de 3 probetas por cada muestra.

Basados en los resultados obtenidos, el menor valor de una probeta de los ensayos Charpy fue de 24,6 J en la muestra 7 y el promedio más bajo se determinó en la muestra 4. El umbral de reemplazo es 20 J para un juego de 3 probetas, estando el valor de las muestras 4, 7 y 8 entre los valores cercanos al umbral, de manera que los resultados indican que la tubería puede seguir operando, sin embargo la tubería presentó una falla en servicio

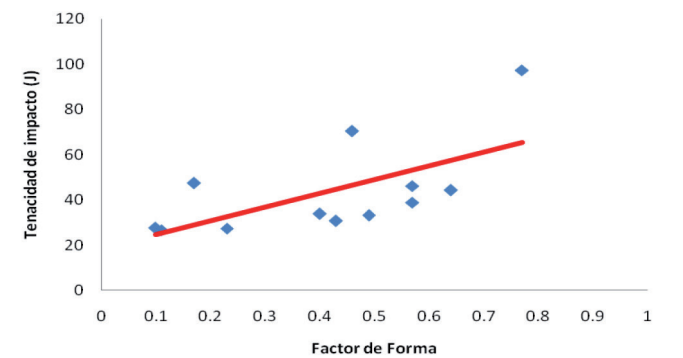


Figura 11: Tenacidad de Impacto vs factor de forma

Muestra	Ensayo Charpy (J) Promedio
1	33,13
2	97,33
3	46,13
4	26,73
5	30,63
6	47,37
7	27,40
8	27,60
9	70,37
10	44,33
11	33,87
12	38,90

Tabla 6: Resultado de ensayo Charpy



Figura 12.Resultado de ensayo de líquidos penetrantes en tubería

detectada en zona cercana a la muestra N° 8 (agrietamiento del 80% de su diámetro, mostrado en el ensayo de líquidos penetrantes realizado en dicha zona-ver figura N°12), ésta no presentó el punto de mayor precipitación de fase Sigma, pero sí presentó el factor de forma más bajo, es decir la partícula más larga y delgada de todo el estudio, que en adición a su agrupación, indica que la forma de la partícula y su agrupación impacta altamente en la disminución de la tenacidad de impacto.

3.4. ENSAYO DE DUREZA

Se realizaron tres mediciones de dureza Vickers por muestra, resultados en Tabla 7.

La mayor dureza puntual fue de 231 VH en la muestra 4 y en promedio se obtuvo valores sobre 210 VH en los puntos 4, 8, 10 y 12. En la Figura 13, se puede observar los resultados de dureza y su comportamiento respecto a la tenacidad de impacto, aunque están muy dispersos, por la naturaleza del ensayo, se evidencia un comportamiento a la disminución de la energía absorbida a medida que crece la dureza.

Muestra	Dureza Vickers (P=300gr) Promedio
1	203
2	195
3	205
4	217
5	203
6	209
7	197
8	210
9	207
10	210
11	204
12	218

Tabla 7: Resultados de la medición de dureza

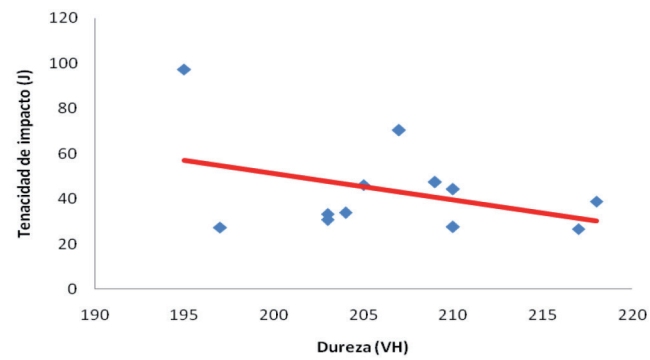


Figura 13: Tenacidad de impacto vs dureza

4. DISCUSIÓN

En diferentes grados de precipitación de fase Sigma/Chi a lo largo de la tubería, se presentan morfologías de los precipitados diferentes, especialmente en forma alargada, tipo aguja, similar a las muestras 4, 6 y 8, a diferencia de las muestras extraídas 2 y 10, cuyos precipitados son equiaxiales. La diferencia en la forma del precipitado y su agrupación propicia una propagación de la fractura distinta a lo largo de la tubería estudiada y por ende una tenacidad de impacto variable aun cuando el área o porcentaje del precipitado sean similares. Debido a la naturaleza del precipitado, por ser muy duros, promueven una zona de fragilización, que puede llevar a la fractura del componente en servicio. El factor de forma permite evaluar la configuración del precipitado eficientemente y suministra al analista, información valiosa para el entendimiento del fenómeno, siendo fundamental para estructurar la problemática y su seguimiento en el ámbito de integridad mecánica.

Entonces, la tenacidad al impacto, el cual es la medición global para determinar el grado de fragilización del acero, depende de la precipitación de fase Sigma/Chi, el largo y ancho del precipitado planteado como factor de forma, su agrupación y dureza del material. Se resume en lo siguiente:

$$E=f(FF,Ag,VH,\sigma)$$

7

- Donde:
- E= Energía Absorbida (J)
- FF=Factor de forma
- Ag=Agrupación de partículas
- VH= Dureza Vickers (VH)
- σ =Fase Sigma (%)

El comportamiento observado en las gráficas obtenidas, evidencia que la tenacidad de impacto disminuye con la disminución del factor de forma, con el crecimiento de la dureza y aumento de la precipitación de fase Sigma/Chi, además disminuye donde se observa agrupación de partículas, permitiendo obtener la siguiente relación adimensional representando la rata de daño por fragilización:

$$RD\approx \frac{FF*VHo}{VHf*Ag*\sigma}$$

8

- Donde:
- RD= Rata de daño por fragilización (Adimensional)
- FF=Factor de forma
- Ag=Agrupación de partículas
- VHo= Dureza Vickers material nuevo (VH)
- VHf= Dureza Vickers material degradado(VH)
- σ =Fase Sigma(%)

La variable agrupación (Ag), se considera una constante, la cual será 10 para aquellas partículas que se consideren agrupadas como es el caso de las muestras 1, 4, 6 y 8, y será 8 para aquellas partículas que no se considera que presenta precipitados agrupados.

La tenacidad de impacto del acero inoxidable AISI 304H en condición original es 122 J, y calculando la rata de daño por fragilización según los resultados de las variables antes descritas, se obtiene un comportamiento logarítmico (ver Figura 14) se presenta una caída brusca en función al deterioro, perdiendo la capacidad de deformarse plásticamente y por ende una alta probabilidad de ocurrencia de una falla frágil en sistemas operacionalmente críticos, se recomienda para el ámbito industrial, debe monitorearse rutinaria y rigurosamente con una metodología "in situ" basados en ensayos no destructivos.

El comportamiento establecido en la figura N°14, corresponde al siguiente modelo:

$$E = E_0 + 15,42 * \ln[RD] \quad (9)$$

Donde:

E= Tenacidad de Impacto(J)

E₀= Tenacidad de Impacto del material nuevo(J)

RD= Rata de daño por fragilización

El modelo presenta un factor R² de 68,9%. En la figura N°15, se presenta el comportamiento real contra el calculado mediante el modelo propuesto, observándose la aplicabilidad de la herramienta para realizar la predicción para el monitoreo de integridad del acero inoxidable AISI 304H en condiciones de fragilización por fase Sigma/Chi.

Finalmente, el artículo presenta un método mediante ensayos no destructivos aplicados "in situ" a temperatura ambiente, con un tiempo de ejecución corto sin implicar acciones intrusivas sobre el elemento en estudio, predecir mediante el modelo propuesto, la tenacidad de impacto del acero según el siguiente esquema:

1. Validar composición química del acero mediante un analizador portátil basado en identificación positiva de materiales.

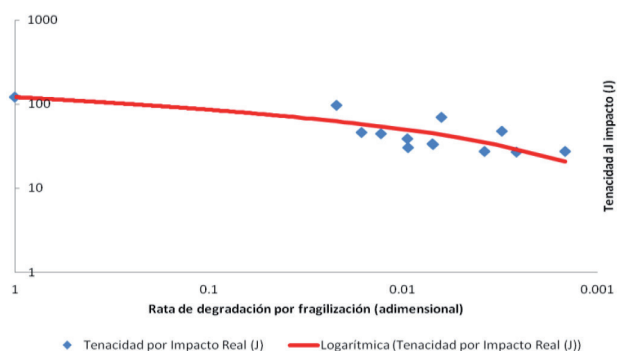


Figura 14: Comportamiento de la Tenacidad al Impacto (J) en escala log-log

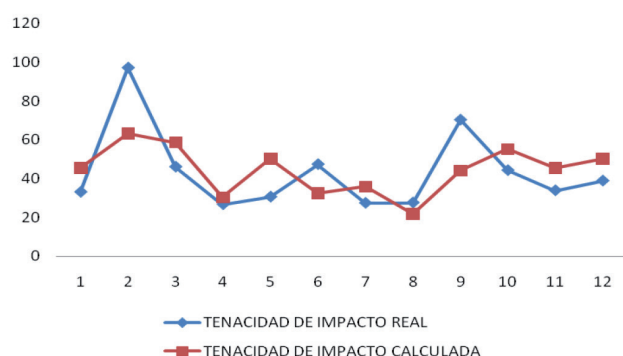


Figura 15: Tenacidad de Impacto Real vs Calculada

2. Realizar réplica metalográfica en la cara externa del componente a evaluar para determinar porcentaje de fase Sigma mediante Microscopía Óptica.
3. Dimensionar el precipitado para determinar el factor de forma y analizar su agrupación mediante un analizador de imágenes digital.
4. Realizar medición de dureza Vickers en sitio.
5. Aplicar modelo de predicción para estimar el grado de fragilización.

5. CONCLUSIONES

Grados de precipitación de fase Sigma/Chi similares pueden presentar morfologías de partículas diferentes, siendo más críticos cuando se forman de manera alargada, tipo aguja, lo que propicia una propagación de la fractura distinta y por ende una tenacidad de impacto variable.

El factor de forma y la agrupación del precipitado permite evaluar su configuración eficientemente y suministra al analista, información valiosa para el entendimiento del fenómeno y condición de integridad para el mecanismo de fragilización del AISI 304H en elevada temperatura.

La tenacidad de impacto disminuye con la disminución del factor de forma, con el crecimiento de la dureza y aumento de la precipitación de fase Sigma/Chi, además disminuye donde se observa agrupación de partículas, permitiendo obtener una rata de daño por fragilización.

El 66% de las muestras, indican una mayor precipitación de la fase Sigma/Chi ocurre en la cara externa respecto a la interna, indicando que la toma de metalografías externamente en el componente a evaluar, permite una buena aproximación para el grado de precipitación de fase Sigma/Chi.

La degradación metalúrgica del acero inoxidable debido a la precipitación de fase Sigma/Chi, presenta un comportamiento logarítmico indicando una disminución brusca de su capacidad de deformarse plásticamente en función al deterioro, por tanto debe ser monitoreada rutinariamente y rigurosamente en el ámbito industrial.

El modelo propuesto basado en la cantidad y forma del precipitado, su agrupación y la dureza permite predecir la tenacidad de impacto con un R² del 68,9%, siendo posible la predicción basado en ensayos no destructivos aplicados "in situ" a temperatura ambiente, con un tiempo de ejecución corto sin implicar acciones intrusivas sobre el elemento en estudio.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Acevedo F., Sáenz L. Fragilización de aceros inoxidables austeníticos expuestos a elevada temperatura. Latincorr 2016 Conference and Expo Ciudad de México, México, Nace N°LAC16-8799.
- [2] Hau J., Seijas A. Sigma Phase Embrittlement of stainless steel in FCC Service. NACE 61st Annual Conference & Exposition, 2006, ISBN: 06578-2006-CP, pp.2-10.
- [3] Sourmail T., Bhadeshia, H. A neural network model of the creep strength of austenitic stainless steel, Cambridge University, 2002.
- [4] Minami Y., Kimura H., Ihara Y. "Microstructural Changes in Austenitic Stainless Steels during Long-Term Aging. Mater.Sci.Tech, 1986. DOI: <https://doi.org/10.1179/026708386790219697>
- [5] Calmunger M., Chai G., Johansson S., Moverare J. Influence of high temperature ageing on the toughness of advanced heat resistant materials. 13th International Conference on Fracture. 2013. Beijing, China.
- [6] Chih-Chun H., Weite W. "Overview of Intermetallic Sigma (σ) Phase Precipitation in Stainless Steels". International Scholarly Research Network, ISRN Metallurgy, Volume 2012, DOI: <https://doi.org/10.5402/2012/732471>.
- [7] Padilha A., Rios P. "Decomposition of austenite in austenitic stainless steels," ISIJ International, vol. 42, 2002. DOI: <https://doi.org/10.2355/isijinternational.42.325>
- [8] Abe F., Arki H., y Noda T., "Discontinuous precipitation of - phase during recrystallization in cold rolled Fe-10Cr-30Mn austenite," Materials Sciences and Technology, vol. 4, 1988. DOI: <https://doi.org/10.1179/mst.1988.4.10.885>
- [9] ASTM E23, Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials, ASTM, 2014.
- [10] ASTM E384, Standard Test Method for microindentation Hardness of Materials, ASTM, 2017.
- [11] ASTM A312, Standard Specification for seamless and welded austenitic stainless steel pipes, ASTM, 2002.

AGRADECIMIENTOS

El presente estudio se ha realizado con el apoyo de PDVSA INTEVEP, en especial al Ing. Erik Rodríguez y a PDVSA Refinería El Palito.