



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLAS DE HIDALGO**



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALURGICAS

**PRECIPITACIÓN DE LA FASE SIGMA BAJO LA
APLICACIÓN DE CICLOS TERMICOS EN UN
ACERO INOXIDABLE SUPERDÚPLEX SAF 2507**

**TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE DOCTOR EN
CIENCIAS EN METALURGIA Y CIENCIAS
DE LOS MATERIALES
PRESENTA**

DORIS IVETTE VILLALOBOS VERA

ASESOR

DR. CUAUHTEMOC MALDONADO ZEPEDA

CO-ASESOR

DR. APOLINAR ALBITER HERNANDEZ

Morelia, Mich. Febrero 2011

A

MIS PADRES

DORA y JAIME

INDICE

RESUMEN	1
1. INTRODUCCION	3
1.1 HIPOTESIS.....	4
1.2 OBJETIVOS GENERALES	5
1.3 JUSTIFICACION	5
2. REVISION BIBLIOGRAFICA	6
2.1 DEFINICION DE ACERO INOXIDABLE	6
2.2 CLASIFICACION DE ACEROS INOXIDABLES	7
2.2.1 ACEROS INOXIDABLES FERRITICOS.....	8
2.2.2 ACEROS INOXIDABLES AUSTENITICOS.....	10
2.2.3 ACEROS INOXIDABLES MARTENSITICOS.....	11
2.2.4 ACEROS INOXIDABLES ENDURECIBLES POR PRECIPITACION.....	12
2.3 ACEROS INOXIDABLES DUPLEX.....	14
2.3.1 EL SISTEMA Fe-Cr-Ni-N	18
2.3.2 ELEMENTOS DE ALEACION EN LOS ACEROS INOXIDABLES DUPLEX.....	22
2.3.3 CROMO EQUIVALENTE – NIQUEL EQUIVALENTE ($Cr_{eq}-Ni_{eq}$).....	25
2.3.4 BALANCE MICROESTRUCTURAL FERRITA-AUSTENITA	26
2.3.5 INFLUENCIA DEL NITROGENO	28
2.3.6 REACCIONES DE PRECIPITACION EN LOS AID.....	29
2.3.6.1 NITRUROS DE CROMO (Cr_2N-CrN)	31
2.3.6.2 CARBUROS.....	32
2.3.6.3 FASE CHI - FASE R	32
2.3.6.4 ALFA PRIMA (α')	32
2.3.6.5 FASE SIGMA (σ)	33
2.3.7 PROPIEDADES MECANICAS	34
2.3.8 METALURGIA DE LA SOLDADURA DE LOS ACEROS INOXIDABLES DUPLEX	35
2.3.8.1 MICROESTRUCTURA EN LA UNION SOLDADA DE LOS ACEROS INOXIDABLES DUPLEX	36
2.3.8.2 CICLOS TERMICOS EN LA ZONA AFECTADA TERMICAMENTE.....	38
2.3.8.3 FORMACION DE FERRITA/AUSTENITA EN LA UNION SOLDADA DE ACEROS INOXIDABLES DUPLEX	39
2.3.8.4 INFLUENCIA DEL NITROGENO EN LA UNION SOLDADA.....	40
2.3.8.5 BALANCE FERRITA/AUSTENITA EN LA ZONA AFECTADA TERMICAMENTE Y METAL DE SOLDADURA DE LA UNION SOLDADA DE AID	41
2.4 ACEROS INOXIDABLES SUPERDUPLEX.....	47
2.4.1 INFLUENCIA DE LOS ELEMENTOS DE ALEACION EN LOS ACEROS INOXIDABLES SUPERDUPLEX- BALANCE MICROESTRUCTURAL	48
2.4.2 BALANCE FERRITA/AUSTENITA EN LA SOLDADURA DE LOS ACEROS INOXIDABLES SUPERDUPLEX.....	49
2.4.3 FORMACION DE FASES INTERMETALICAS EN ACEROS INOXIDABLES SUPERDUPLEX	51
2.5 PROCESO DE SOLDADURA POR ARCO ELECTRICO CON ELECTRODO CONSUMIBLE Y PROTECCION GASEOSA.....	53
2.5.1 GAS METAL ARC WELDING -GMAW.....	53
2.6 PROCESO DE SOLDADURA POR ARCO ELECTRICO CON ELECTRODO DE TUNGSTENO Y PROTECCION GASEOSA.....	54
2.6.1 GAS TUNGSTEN ARC WELDING-GTAW.....	54

2.7 PREDICCIÓN DE FERRITA: DIAGRAMA WRC-1992	56
2.8 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL: TÉCNICAS DE MICROSCOPIA	58
2.8.1 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	59
2.8.2 SEÑAL DE ELECTRONES SECUNDARIOS	60
2.8.3 SEÑAL DE RAYOS X	60
2.8.4 SEÑAL DE ELECTRONES PRIMARIOS RETRODISPERSADOS	60
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL	63
3.1 MATERIALES	63
3.2 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL	63
3.3 DIAGRAMAS DE PRECIPITACIÓN DE FASES EN EL AISD SAF 2507	65
3.4 MEDICIÓN DE PORCENTAJE DE FASES	65
3.5 CICLOS TÉRMICOS	66
3.6 PROCEDIMIENTO DE SOLDADURA	67
3.7 MEDICIÓN DE TEMPERATURA	70
3.8 ENSAYO DE RESISTENCIA A LA TENSION	71
3.9 SIMULACIÓN DE CICLOS TÉRMICOS DE SOLDADURA	71
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	77
4.1 MATERIALES	77
4.2 DIAGRAMAS DE FASES EN EL AISD SAF 2507	78
4.3 CICLOS TÉRMICOS	83
4.4 UNIÓN SOLDADA MEDIANTE GTAW	101
4.5 UNIÓN SOLDADA MEDIANTE GMAW	115
5. CONCLUSIONES	148
5.1 CICLOS TÉRMICOS	148
5.2 SOLDADURA GTAW	149
5.3 SOLDADURA GMAW	149
5.4 SIMULACIÓN DE CICLOS TÉRMICOS EN EL GLEELE	150
6. APORTACIÓN	151
7. ÍNDICE DE FIGURAS	152
8. ÍNDICE DE TABLAS	157
9. REFERENCIAS	159

RESUMEN

El acero inoxidable superdúplex es utilizado principalmente en la industria química, petroquímica y del petróleo ya que consiste aproximadamente de 50% ferrita y 50% austenita, lo que permite una combinación de excelentes propiedades mecánicas y una elevada resistencia a la corrosión. Las características y propiedades que ofrecen los aceros inoxidables superdúplex, se deben a los contenidos de Cr, Mo, Ni y N, los cuales también promueven la formación de fase sigma. Esta fase, es significativamente dañina, y por lo tanto, su presencia en los aceros inoxidables superdúplex es indeseable debido a que se forma principalmente por Cr y Mo, lo que provoca una disminución de su resistencia a la corrosión y de sus propiedades mecánicas. La fase sigma se forma en función del tiempo y la temperatura, por lo que el acero inoxidable superdúplex es altamente susceptible a la precipitación de esta fase en el rango de 600 a 950°C aproximadamente.

En este trabajo, se estudió la susceptibilidad de precipitación de la fase sigma del acero inoxidable superdúplex SAF 2507. Como parte inicial, se aplicaron tratamientos térmicos para obtener el rango de temperaturas de formación de la fase sigma en el acero inoxidable superdúplex SAF 2507 y con ayuda del programa termodinámico JMatPro®, se obtuvieron los diagramas de equilibrio, de enfriamiento continuo y de TTT del acero inoxidable superdúplex SAF 2507. Posteriormente, se realizaron uniones multipasadas mediante los procesos GTAW y GMAW para conocer la influencia de los ciclos térmicos de soldadura sobre la precipitación de la fase sigma. Finalmente, se realizaron simulaciones de ciclos térmicos de soldadura mediante el equipo termomecánico Gleeble® para obtener las velocidades de enfriamiento experimentadas en cada una de las uniones soldadas.

La caracterización microestructural de la fase sigma se realizó mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y microscopía de orientación de imagen. Se realizaron también microanálisis de la fase sigma, austenita y ferrita.

Los resultados mostraron que la temperatura de interpasos y la velocidad de enfriamiento en las uniones soldadas mediante GTAW, tienen una influencia significativa sobre la formación de la fase sigma en la zona afectada térmicamente, en donde la fase sigma se observó en los límites de grano ferrita/austenita. Para explicar la precipitación de fase sigma en la zona afectada térmicamente de la unión soldada multipasos mediante GTAW, se propone un modelo de transformación ferrita/sigma en función de los ciclos térmicos de soldadura. En cuanto a las uniones soldadas mediante GMAW, los resultados mostraron que la fase sigma precipita en el metal de soldadura en los límites de grano ferrita/ferrita y ferrita/austenita, mientras que en la zona afectada térmicamente se observa una cantidad no significativa de fase sigma en los límites de grano ferrita/austenita, por lo que fue propuesto un modelo de transformación ferrita/sigma en función de los ciclos térmicos de soldadura experimentados en el metal de soldadura. La aplicación de los procedimientos de soldadura GTAW y GMAW, mostraron que la formación de fase sigma en la zona afectada térmicamente y metal de soldadura es posible cuando se realizan uniones multipasadas del acero inoxidable superdúplex SAF 2507. Sin embargo, los resultados también mostraron que manteniendo una temperatura de interpasos máxima de 150°C en las uniones multipasadas mediante el proceso GTAW, se puede evitar la formación de fase sigma, por lo que este procedimiento es recomendable para realizar uniones multipasadas de acero inoxidable superdúplex SAF 2507 y obtener el balance microestructural de ferrita/austenita sin la presencia de fase sigma.

1. INTRODUCCION

Los aceros inoxidable dúplex son muy utilizados en un amplio rango de aplicaciones, especialmente en la industria petroquímica por su alta resistencia a la corrosión y propiedades mecánicas. Estas aleaciones se basan en el sistema Fe-Cr-C-Ni-N y tienen mejores propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión en comparación con los aceros inoxidable austeníticos y ferríticos. Este incremento en sus propiedades se debe a que los aceros inoxidable dúplex, tienen una microestructura de austenita + ferrita, por lo que la aleación combina las características de cada una de esas dos fases presentes. La fase austenítica confiere a la aleación un aumento en la resistencia al impacto y la fase ferrítica, un aumento en el límite elástico y la resistencia a la corrosión. Las nuevas aleaciones dúplex que han sido introducidas en el mercado recientemente tienen un mayor contenido de elementos de aleación para mejorar sus propiedades mecánicas y de corrosión, por lo que son llamadas superdúplex. Debido a esto, el acero inoxidable superdúplex es muy útil en aplicaciones que requieren de buena resistencia mecánica y de corrosión, tal como en piezas o contenedores en contacto con medios marinos en donde generalmente están involucrados los procesos de soldadura por arco eléctrico.

Uno de los principales problemas de los aceros inoxidable dúplex cuando es soldado, es el cambio microestructural en la zona afectada térmicamente, que ocurre debido a la precipitación de fases intermetálicas que se forman debido a los elementos de aleación, afectando significativamente las propiedades mecánicas y de corrosión. La susceptibilidad a la precipitación de fases intermetálicas aumenta en los aceros inoxidable superdúplex debido al incremento en el contenido de los elementos de aleación como el Cr, Mo, Ni y N en comparación con los aceros inoxidable dúplex. Las fases intermetálicas precipitan en función de la temperatura y el tiempo, por lo que cuando son

soldadas las aleaciones superdúplex, los ciclos térmicos inherentes al proceso de soldadura, pueden promover la formación de estas fases, sobre todo en soldaduras multipasos. La fase intermetálica que podría precipitar por tener el mayor rango de temperatura de transformación en las aleaciones dúplex, es la fase sigma.

La presencia de fase sigma en aceros inoxidable dúplex que han sido sometidos a tratamientos térmicos ha sido ampliamente estudiada, sin embargo, la información sobre la fase sigma como consecuencia de los ciclos térmicos del proceso de soldadura es muy escasa, sobre todo en aceros inoxidable superdúplex debido a que es un material relativamente nuevo que se está incorporando a la aplicación industrial. Por tal motivo, el presente trabajo tiene como objetivo principal el estudio detallado de la precipitación de la fase sigma en la zona afectada térmicamente de una soldadura multipasadas de un acero inoxidable superdúplex SAF 2507, en soldaduras reales y simulaciones con tratamientos térmicos y el equipo termomecánico Gleeble.

1.1 HIPOTESIS

Si la zona afectada térmicamente del primer cordón depositado en una soldadura multipasadas, sufre recalentamientos debido a la deposición subsecuente de los cordones de soldadura, se experimentarán temperaturas dentro rango donde la fase sigma es estable. Si el rango de temperaturas se encuentra entre 900°C-650°C, con un tiempo de permanencia menor a cinco minutos, la fase sigma se formará en los límites de grano ferrita/austenita debido a que los elementos formadores de fase sigma, difundirán en menor cantidad hacia los límites de grano. Sin embargo, si el tiempo de permanencia es mayor a cinco minutos, la fase sigma se formará en los límites de grano ferrita/ferrita y ferrita/austenita debido a que existirá una mayor cantidad de elementos formadores de fase sigma difundiendo hacia los límites de grano.

1.2 OBJETIVOS GENERALES

- Estudiar la precipitación de la fase sigma en la zona afectada térmicamente de un acero inoxidable superdúplex SAF 2507 mediante la aplicación de tratamientos térmicos y simulación de la zona afectada térmicamente utilizando el Gleeble®.
- Investigar el efecto de la precipitación de la fase sigma sobre la microestructura en la zona afectada térmicamente de la unión soldada de un acero inoxidable superdúplex SAF 2507.
- Investigar el rango de temperaturas de precipitación de la fase sigma así como su composición química, morfología y cantidad presente.

1.3 JUSTIFICACION

Los AISD, al tener elevados contenidos de Cr y Mo en comparación a los grados dúplex anteriores, tienen una elevada susceptibilidad a la precipitación de fase sigma cuando son soldados. La fase sigma, por lo tanto, se forma principalmente de Cr y Mo en la zona afectada térmicamente, reduciendo la resistencia a la corrosión y su resistencia mecánica. A pesar de que la precipitación de la fase sigma está en función del tiempo y la temperatura que experimenta la zona afectada térmicamente, no ha sido ampliamente estudiada en uniones multipasadas donde se involucran, inherentemente, los ciclos térmicos del proceso de soldadura que promueven la formación de la fase sigma. Por esta razón, se vuelve de vital importancia, estudiar la precipitación de fase sigma bajo la influencia de los ciclos térmicos de soldadura para obtener un conocimiento más específico sobre su formación.

2. REVISION BIBLIOGRAFICA

2.1 DEFINICION DE ACERO INOXIDABLE

A diferencia de un acero convencional que es una aleación Fe-C, los aceros inoxidable constituyen un grupo de aceros de alta aleación basados en los sistemas Fe-Cr, Fe-Cr-C y Fe-Cr-Ni, los cuales, para ser considerados *inoxidables*, deben contener un mínimo del 10.5% de cromo. Este porcentaje de cromo, promueve la formación de una capa de óxido de cromo (ver Figura 2.1) que protege al acero de la oxidación y la corrosión ⁽¹⁾.

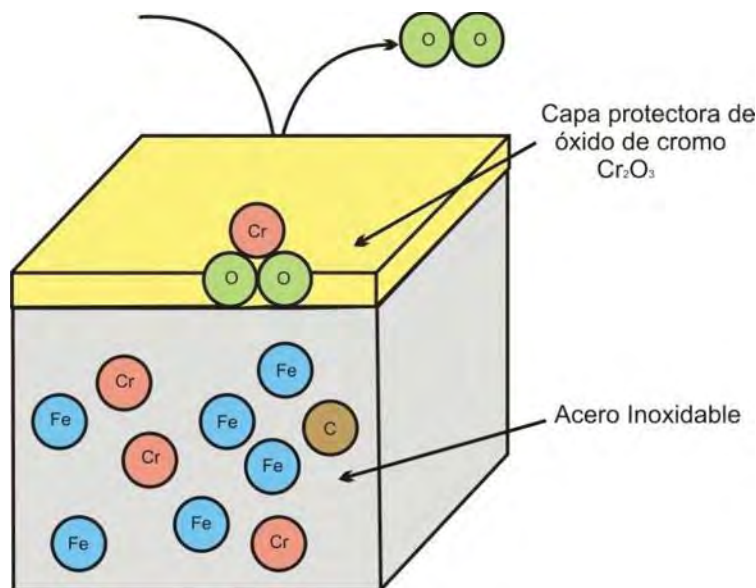


Figura 2.1 Formación de la capa protectora de óxido de cromo en los aceros inoxidables ⁽²⁾.

Los aceros inoxidables son fácilmente formados y soldados, exhiben una transición dúctil-frágil durante la fractura en su condición austenítica y pueden ser producidos dentro de un amplio rango de propiedades térmicas y magnéticas. Sin embargo, su principal desventaja es su alto costo en comparación con los aceros al carbono, aunque si se compara con las superaleaciones, su costo es menor ⁽³⁾.

El relativo alto costo de las aleaciones inoxidables, se debe a la adición de elementos de aleación como el Cr, Mo, Ni y N, los que contribuyen a mejorar las características y propiedades de los aceros inoxidables, por lo que existe una gran variedad de materiales que pueden ser usados en diferentes aplicaciones que involucran a la industria química, petroquímica, del gas y del petróleo, procesamiento de alimentos y plantas generadoras de energía entre otras (1).

2.2 CLASIFICACION DE ACEROS INOXIDABLES

Los aceros inoxidables están clasificados en función de su microestructura predominante. Las tres fases posibles en los aceros inoxidables son la ferrita, austenita y martensita, por lo que existen los aceros inoxidables ferríticos, aceros inoxidables austeníticos y aceros inoxidables martensíticos. Dentro de la clasificación de los aceros inoxidables, se encuentran también los aceros endurecibles por precipitación y los aceros inoxidables dúplex. Los primeros deben su nombre a que forman precipitados mediante un tratamiento térmico de envejecido que incrementa la dureza de la aleación, por lo que se dice que son *endurecibles*. Los segundos son conocidos con el término *dúplex* debido a que su microestructura es bifásica, la cual consiste en ferrita y austenita en proporciones aproximadamente iguales. La clasificación general se muestra en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1 Clasificación de los aceros inoxidables en función de su microestructura predominante (1).

CLASE	
I.	Aceros inoxidables ferríticos
II.	Aceros inoxidables austeníticos
III.	Aceros inoxidables martensíticos
IV.	Endurecibles por precipitación
V.	Aceros inoxidables dúplex

2.2.1 ACEROS INOXIDABLES FERRITICOS

Los aceros inoxidable ferríticos se clasifican así debido a que su fase metalúrgica predominante es la ferrita. Estas aleaciones poseen una buena resistencia a la corrosión causada por esfuerzos, corrosión por picaduras y corrosión por grietas, particularmente en ambientes de cloruro (4) (5) . Son usados en una gran variedad de aplicaciones donde la resistencia a la corrosión es más requerida que las propiedades mecánicas de resistencia, tenacidad y ductilidad (1).

Dependiendo del porcentaje de cromo, los aceros inoxidable ferríticos son usados en distintas aplicaciones industriales. Por ejemplo, los grados con un porcentaje de cromo de 10.5 a 12.5%, se utilizan en sistemas extractores en la industria automotriz, ya que proveen una resistencia a la corrosión mayor a la ofrecida por los aceros al carbono. Los grados al medio y alto cromo (12.5 a 30%) son usados en ambientes de corrosión muy agresivos como en el procesamiento químico e industrias de papel y pulpa, donde la resistencia a la corrosión en un medio severo de oxidación, es requerida (1).

Históricamente, los aceros inoxidable ferríticos habían sido utilizados en aplicaciones que no requerían soldadura, por ejemplo, en paneles automotrices y otras aplicaciones decorativas y de arquitectura. Sin embargo, desde la década de los 80's, su aplicación para el sistema extractor automotriz incrementó considerablemente, lo cual impulsó los estudios de soldabilidad de estas aleaciones ya que los tubos de extracción y conexiones empezaron a ser soldados (1).

En los últimos años se han desarrollado un gran número de aceros inoxidable ferríticos para su uso en ambientes demandantes, tales como plantas químicas,

la industria del papel o refinerías por su elevada resistencia a la corrosión, la cual es similar a la de los aceros inoxidable austeníticos y martensíticos.

Metalúrgicamente, la microestructura del metal de soldadura en estas aleaciones es principalmente ferrítica, a pesar de que la martensita puede estar presente bajo ciertas condiciones, y la precipitación de carburos y nitruros es muy común así como la precipitación de fases fragilizantes, por lo que están limitadas a temperaturas de servicio por debajo de 400°C. Lo principal en la soldabilidad de los aceros inoxidable ferríticos, es mantener una adecuada tenacidad y ductilidad en su condición soldada ⁽¹⁾. La Figura 2.2 muestra la microestructura de un acero inoxidable ferrítico tipo 430.

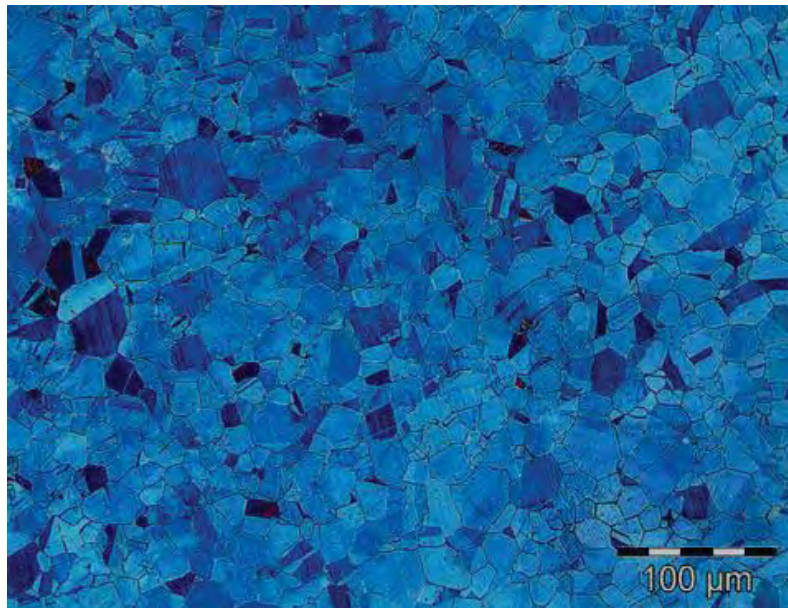


Figura 2.2 Microestructura de un acero inoxidable ferrítico 430 a 100x con una matriz ferrítica y partículas de carburos dispersas (6).

2.2.2 ACEROS INOXIDABLES AUSTENITICOS

Los aceros inoxidables austeníticos representan la mayor parte de los aceros inoxidables. Estas aleaciones son producidas en proporciones mayores que ningún otro grupo debido a que ofrecen una buena resistencia a la corrosión en un amplio rango de ambientes, tienen alta ductilidad a temperatura ambiente y buena resistencia al impacto a temperaturas criogénicas, por lo que su rango de temperaturas de aplicación puede ser de -40°C hasta 760°C (1).

Los aceros inoxidables austeníticos son utilizados en aplicaciones que requieren buena resistencia a la corrosión a elevadas temperaturas o a temperatura ambiente a pesar de que son más caros que los aceros inoxidables martensíticos y los aceros inoxidables ferríticos debido al alto contenido de elementos aleantes. Sin embargo, pueden experimentar ciertos tipos de corrosión como corrosión intragranular, galvánica, y corrosión microbológica, entre otras (7) (8). La microestructura de un acero inoxidable austenítico 304 se muestra en la Figura 2.3.

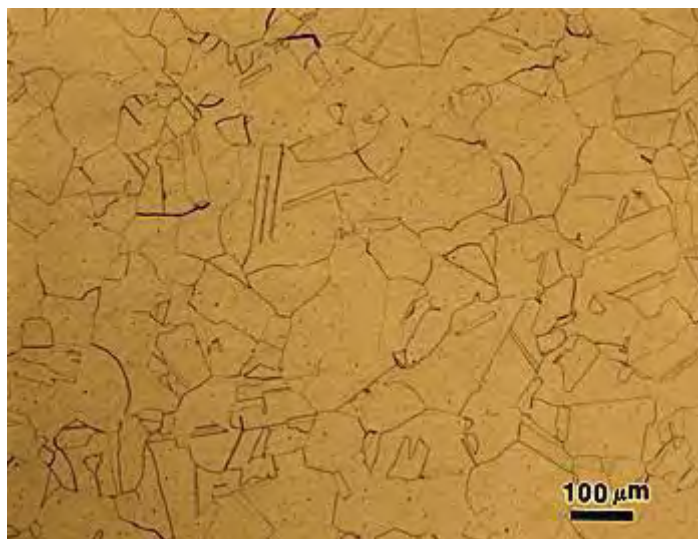


Figura 2.3 Microestructura de un acero inoxidable austenítico 316 con una matriz 100% austenítica (1).

Sin embargo, a pesar de su costo, los aceros inoxidables austeníticos ofrecen ventajas ingenieriles muy distintivas, particularmente con respecto a la maquinabilidad y soldabilidad, que a menudo reducen el costo comparado a otros grupos de aceros inoxidables (1). Metalúrgicamente, la microestructura del metal de soldadura en estas aleaciones es principalmente austenítica aunque a veces puede ser ferrítica, dependiendo de la composición química (1).

2.2.3 ACEROS INOXIDABLES MARTENSITICOS

Los aceros inoxidables martensíticos se basan en el sistema ternario Fe-Cr-C y su microestructura es completamente martensítica que se forma a partir de la austenita cuando es enfriada rápidamente. Son conocidos también como endurecibles al aire, ya que cuando son sacados de un horno después de un tratamiento térmico de austenización, el enfriamiento en aire es lo suficientemente rápido para promover la transformación austenita-martensita (1). El acero inoxidable martensítico se caracteriza por su elevada dureza y por lo tanto, es utilizado en aplicaciones donde se requiere de una elevada resistencia al desgaste. Las aplicaciones más comunes de los aceros inoxidables martensíticos operan a bajas temperaturas relativamente e incluyen álabes de turbinas, hidroturbinas, tuberías y válvulas para refinamiento de petróleo (1). Sin embargo, no son generalmente utilizadas por encima de 650°C debido a que sufren una degradación de la resistencia a la corrosión y de propiedades mecánicas.

En general, la resistencia a la corrosión de las aleaciones martensíticas no es elevada en comparación con los demás grados de aceros inoxidables debido a su bajo contenido de cromo y alto contenido de carbono, lo que las hace menos costosas que los demás grados inoxidables (1). La microestructura de un acero inoxidable martensítico 410 en su condición de temple y revenido se muestra en la Figura 2.4.



Figura 2.4 Microestructura de un acero inoxidable martensítico 410 en su condición de temple y revenido, mostrando una microestructura de ferrita + carburos (1).

2.2.4 ACEROS INOXIDABLES ENDURECIBLES POR PRECIPITACION

Los aceros inoxidables endurecibles por precipitación son aleaciones con una elevada resistencia mecánica debido a reacciones de precipitación y se clasifican en este grupo debido a que contienen elementos que forman finos precipitados cuando son sometidos a tratamientos térmicos y generalmente, la fase martensita es la que les confiere una elevada resistencia mecánica (1).

Estas aleaciones son designadas con el sufijo PH (*Precipitation Hardening*) y pueden ser subclasificados de acuerdo a la microestructura predominante que constituye a la aleación en específico, por lo que se encuentran los aceros inoxidables endurecibles por precipitación austeníticos, semiausteníticos y ferríticos (1).

La temperatura de servicio continuo está limitada a 315°C aproximadamente, aunque algunos grados pueden ser utilizados hasta 650°C. La resistencia a la corrosión de la mayoría de los aceros endurecibles por precipitación es

aproximada a la del acero inoxidable austenítico 304. Encuentran su aplicación en recipientes a presión, instrumentos quirúrgicos, partes de aviones, válvulas, etc., debido a la elevada resistencia mecánica que poseen (1). Su microestructura consta de ferrita y martensita, dependiendo de la composición química. La microestructura de un acero inoxidable endurecible por precipitación se muestra en la Figura 2.5.

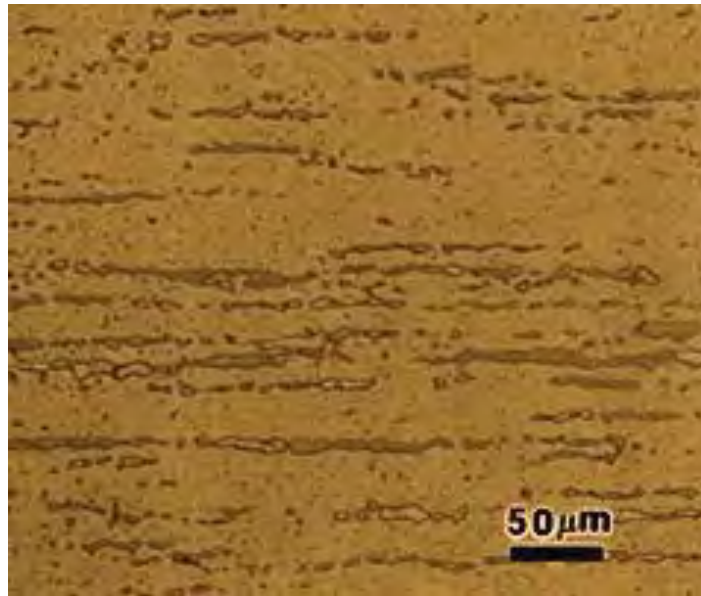


Figura 2.5 Microestructura de un acero inoxidable endurecible por precipitación mostrando una matriz austenítica con martensita y ferrita (1).

Debido a que la mayoría de las aleaciones endurecibles por precipitación son del tipo martensítico, su fabricación es más compleja que la de los demás grados inoxidables y generalmente requieren de un tratamiento térmico especial postsoldadura que consta de una refrigeración inmediatamente después de haber sido soldado. Los requerimientos de procesamiento y bajo volumen de uso, causan que estas aleaciones sean más costosas de aplicar que los demás grados inoxidables (1).

La resistencia a la corrosión de los aceros inoxidables endurecibles por precipitación, parecen depender del tratamiento térmico aplicado, aunque la resistencia a la corrosión en general, es optimizada cuando la aleación se encuentra en su condición de endurecido (9) (10).

2.3 ACEROS INOXIDABLES DUPLEX

Los aceros inoxidables dúplex han sido conocidos desde 1930 (11) y han evolucionado rápidamente desde 1980, lo cual ha sido compilado en artículos que corresponden a conferencias internacionales de aceros inoxidables dúplex durante esa década (1). Los primeros aceros inoxidables dúplex fueron desarrollados con un bajo contenido de carbono, principalmente para aplicaciones donde se requería de una elevada resistencia a la corrosión (12).

Sin embargo, éstos poseen una elevada resistencia mecánica, ventaja adicional que hace de estas aleaciones altamente recomendables para utilizarse en aplicaciones que involucren esfuerzos mecánicos intensos expuestos a ambientes corrosivos que contienen medios químicos agresivos (13). Tienen un comportamiento muy superior a los aceros estructurales en ambientes corrosivos y su resistencia mecánica es comparable (1). Su aplicación es en tuberías conductoras de petróleo y gas, tanto en ambientes marinos como en áreas cercanas al mar. Estas aleaciones son también utilizadas en la industria petroquímica para la producción y transportación de gas crudo así como en aplicaciones en la industria química o plantas recicladoras de agua, etc.

En comparación con los aceros inoxidables austeníticos o aceros inoxidables ferríticos, el uso de los aceros inoxidables dúplex ha incrementado debido a sus excelentes propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión. Por ejemplo, el acero inoxidable austenítico 304, no es recomendable para aplicaciones en

ambientes muy corrosivos debido a que es altamente susceptible a la corrosión por esfuerzos en presencia de cloruros (12).

Por otro lado, grados como el AISI 316L han sido sustituidos por un acero inoxidable dúplex, en aplicaciones donde la resistencia a la corrosión por picaduras bajo esfuerzo y corrosión por picaduras afectan significativamente a los grados austeníticos en servicio (14).

El acero inoxidable dúplex tiene una microestructura bifásica a temperatura ambiente de ferrita y austenita en cantidades aproximadamente iguales y debido a que tienen un alto contenido de ferrita en comparación con los aceros inoxidables austeníticos, son más ferromagnéticos y tienen una elevada conductividad térmica así como una expansión térmica muy baja (1).

El balance microestructural ferrita/austenita juega un papel muy importante en los aceros inoxidables dúplex, ya que la elevada resistencia a la corrosión y buena resistencia mecánica dependerá de este balance. Si la microestructura consiste en un mayor porcentaje de ferrita que de austenita, la aleación tendrá una mayor resistencia a la corrosión pero una menor ductilidad.

Si por el contrario, hay un porcentaje mayor de austenita, la resistencia a la corrosión se ve disminuida pero tendrá una mayor ductilidad. La microestructura de un acero inoxidable dúplex 2205 en su condición de recibido, se muestra en la Figura 2.6.

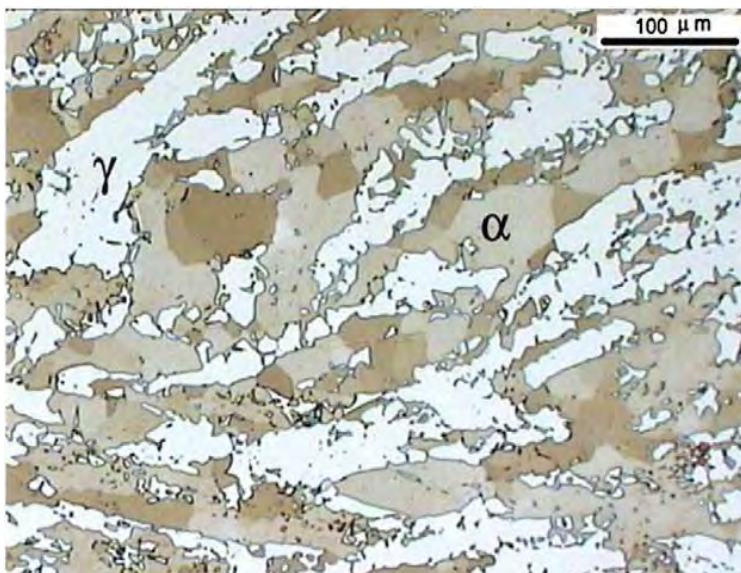


Figura 2.6 Microestructura de un acero inoxidable dúplex 2205 mostrando islas de austenita en una matriz ferrítica (1).

La composición química de la familia de los Aceros Inoxidables Dúplex (AID) se encuentra entre 22-28%*Cr*, 0.5-4.0%*Mo*, 1-8.5%*Ni*, 1-6%*Mn*, 0.6-1%*Si* y 0.05-0.3%*N* (15). La familia de los AID se conocen comercialmente en función del porcentaje de *Cr* y *Ni* que contienen, en donde se encuentra el grado 2205, que contiene 22% y 5% de *Cr* y *Ni* respectivamente. Estos porcentajes de *Cr* y *Ni*, aseguran que la microestructura consista nominalmente en 50% ferrita y 50% austenita (1). Sin embargo, dependiendo del porcentaje de *N*, se puede obtener un porcentaje de ferrita en el rango de 40-45% y 55-60% de austenita (16).

Los elementos de aleación en los aceros inoxidables dúplex son estabilizadores de la ferrita (elementos alfégenos como el *Cr*, *Mo*, *W*, etc) y austenita (elementos gamágenos como el *C*, *Ni*, *N*, etc) (17). Estos elementos de aleación, además de su función como elementos estabilizadores de ferrita y austenita, tienen efectos adicionales sobre la soldabilidad y comportamiento en servicio de los aceros inoxidables superdúplex (1).

La Tabla 2.2 muestra la composición química nominal de las aleaciones dúplex y la Tabla 2.3, la composición química de los materiales de aporte del tipo dúplex.

Tabla 2.2 Composición química nominal de las aleaciones dúplex (18)

Designación UNS	Elementos (% en peso)										
	C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	W	N
S31500	0.030	0.030	0.030	1.40- 2.00	1.20- 2.00	4.25- 5.25	18.0- 19.0	2.50- 3.00	----	----	----
S32304	0.030	0.040	0.040	1.0	2.50	3.0- 5.5	21.5- 24.5	----	0.05- 0.80	----	0.05- 0.20
S32404	0.04	0.010	0.030	1.0	2.0	5.5- 8.5	20.5- 22.5	2.0- 3.0	1.0-2.0	----	0.20
S31803	0.030	0.020	0.030	1.00	2.00	4.50- 6.50	21.0- 23.0	2.50- 3.50	----	----	0.08- 0.20
S32205	0.030	0.020	0.030	1.0	2.0	4.50- 6.50	22.0- 23.0	3.00- 3.50	----	----	0.14- 0.20
S31200	0.030	0.030	0.045	1.00	2.00	5.50- 6.50	24.0- 26.0	1.20- 2.00	----	----	0.14- 0.20
S31260	0.03	0.030	0.030	0.75	1.00	5.50- 7.50	24.0- 26.0	2.50- 3.50	0.20- 0.80	0.10- 0.50	0.10- 0.30
S32550	0.04	0.030	0.04	1.00	1.5	4.50- 8.50	24.0- 27.0	2.9- 3.9	1.50- 2.50	----	0.10- 0.25
S32900	0.08	0.030	0.040	0.75	1.00	2.50- 5.00	23.0- 28.0	1.00- 2.00	----	----	----
S32960	0.03	0.010	0.035	0.60	2.0	3.50- 5.20	25.0- 29.0	1.00- 2.50	----	----	0.15- 0.35
S32520	0.030	0.020	0.035	0.8	1.5	5.5- 8.0	24.0- 26.0	3.0- 5.0	0.50- 3.00	----	0.20- 0.35
S32750	0.030	0.020	0.035	0.8	1.20	6.0- 8.0	24.0- 26.0	3.0- 5.0	0.5	----	0.24- 0.32
S32760	0.03	0.01	0.03	1.0	1.0	6.0- 8.0	24.0- 26.0	3.0- 4.0	0.5-1.0	0.5-1.0	0.2-0.3
S39226	0.030	0.030	0.030	0.75	1.00	5.50- 7.50	24.0- 26.0	2.50- 3.50	0.20- 0.80	0.10- 0.50	0.10- 0.30
S39274	0.030	0.020	0.030	0.80	1.0	6.0- 8.0	24.0- 26.0	2.50- 3.50	0.20- 0.60	1.50- 2.50	0.24- 0.32
S39277	0.025	0.002	0.025	0.80	----	6.5- 8.0	24.0- 26.0	3.0- 4.0	1.2-2.0	0.80- 1.20	0.23- 0.33

Tabla 2.3. Composición química de los materiales de aporte del tipo dúplex (1)

Designación AWS	Elementos (% en peso)										
	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	N	Cu	W
E2209-XX	0.04	0.05- 2.0	0.04	0.03	1.00	21.5- 23.5	8.5-10.5	2.5- 3.5	0.08- 0.20	0.75	----
ER 2209	0.03	0.50- 2.0	0.03	0.03	0.90	21.5- 23.5	7.5-9.5	2.5- 3.5	0.08- 0.20	0.75	----
E2209TX-X	0.04	0.5- 2.0	0.04	0.03	1.0	21.0- 24.0	7.5-10.0	2.5- 4.0	0.08- 0.20	0.5	----
ER2553	0.04	1.5	0.04	0.03	1.0	24- 27.0	4.5-6.5	2.9- 3.9	0.10- 0.25	1.5-2.5	----
E2593-XX	0.04	0.5- 2.5	0.04	0.03	1.00	24.7- 27.0	8.5-11.0	2.9- 3.9	0.08- 0.25	1.5-3.0	----
E2594-XX	0.04	0.5- 2.0	0.04	0.03	1.00	24.0- 27.0	8.0-10.5	3.5- 4.5	0.20- 0.30	0.75	----

2.3.1 EL SISTEMA Fe-Cr-Ni-N

Los aceros inoxidables dúplex están basados en el sistema Fe-Cr-Ni-N y su composición química ha sido ajustada para que la microestructura del metal base consista nominalmente en *50%* ferrita y *50%* austenita (1).

El *hierro* existe en dos formas alotrópicas a temperaturas por debajo de su punto de fusión (1536°C) a presión atmosférica (19). El equilibrio de fases de un sistema binario (o mayor) de hierro depende significativamente de la solubilidad de los elementos de aleación en el hierro BCC o hierro FCC, por lo tanto, las soluciones sólidas en el hierro BCC y hierro FCC son designadas como ferrita y austenita respectivamente (20) .

El *cromo* es añadido principalmente para proveer resistencia a la corrosión en los aceros inoxidables al promover la formación de un óxido de estequiometria (Fe,Cr)₂O₃ sobre la superficie del acero (1). En los aceros inoxidables, actúa como estabilizador de la ferrita y aumenta la resistencia mecánica por medio del mecanismo de endurecimiento por solución sólida sustitucional, como se

puede observar en la Figura 2.7, donde a mayor cantidad de cromo, mayor es el campo alfa. Es también un elemento primario en compuestos intermetálicos, el más común es la fase sigma (σ) que se forma en la mayoría de los aceros inoxidables, sin embargo, existen más probabilidades de que se forme en los aceros inoxidables austeníticos al alto cromo, ferríticos y dúplex. El cromo está presente también en la formación de la fase chi (χ) y las fases intermetálicas tipo Laves. Estas fases tienden a fragilizar la aleación, ya que reducen la tenacidad, ductilidad y resistencia a la corrosión (14). Es un fuerte formador de carburos del tipo $M_{23}C_6$ en donde el cromo es el elemento metálico predominante, encontrándose en la mayoría de los aceros inoxidables. Al combinarse con el nitrógeno forma nitruros siendo el más común el tipo Cr_2N , que ha sido observado tanto en los grados ferríticos como dúplex (21).

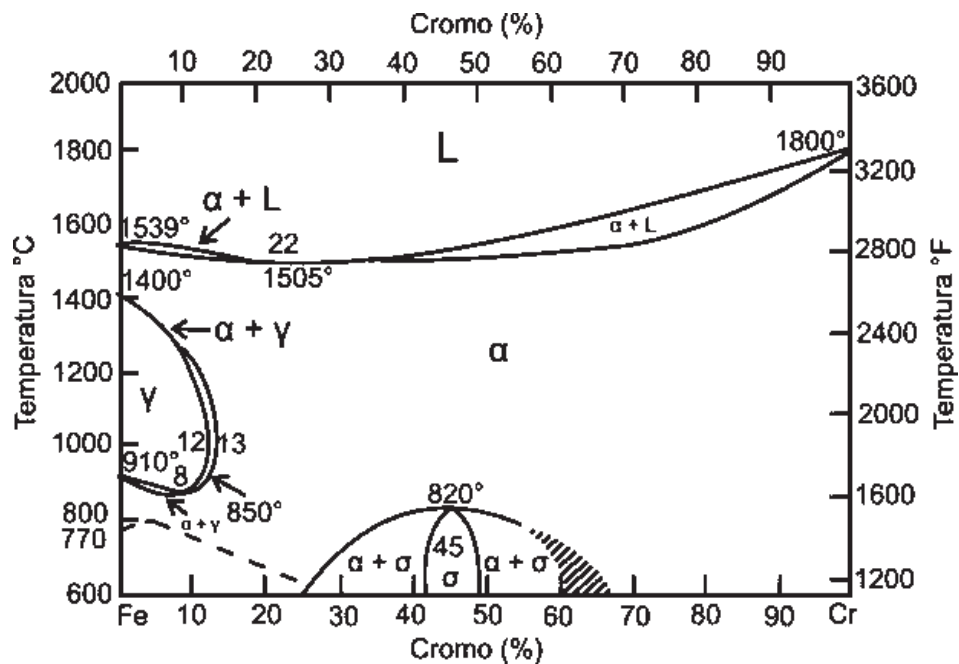


Figura 2.7 Efecto del cromo en el campo de γ y α en los aceros inoxidables (21).

El *níquel* es un elemento estabilizador de la austenita. Con su adición a los aceros inoxidables, el campo gama se expande, por lo que la austenita puede ser estable a temperatura ambiente, como se puede apreciar en la Figura 2.8.

En los aceros inoxidable dúplex, contribuye al control del balance microestructural ferrita/austenita y un porcentaje alrededor de 7%, contribuye significativamente a aumentar la resistencia a la corrosión por grietas (22). Por otra parte, Sakai *et al.* (23) reportaron que el contenido de níquel debe ser mantenido en el rango de 4-8% para aleaciones dúplex con 25%Cr y de 4-7% para aleaciones dúplex con 22%Cr, para obtener una óptima resistencia a la corrosión por picaduras. Si el porcentaje de níquel es mayor que los rangos anteriormente mencionados, el contenido de austenita aumentará significativamente, por lo que existirá un mayor porcentaje de ferrita altamente aleada debido a la partición de los elementos de aleación, la cual transformará en la frágil y quebradiza fase sigma a temperaturas en el rango de 650-950°C aproximadamente (24).

El níquel es un elemento que aumenta la tenacidad y la ductilidad al mismo tiempo que aumenta la resistencia mecánica y la dureza (25); no es un elemento formador de carburos o compuestos intermetálicos, razones por las que es comúnmente encontrado en la mayoría de las aleaciones ferrosas.

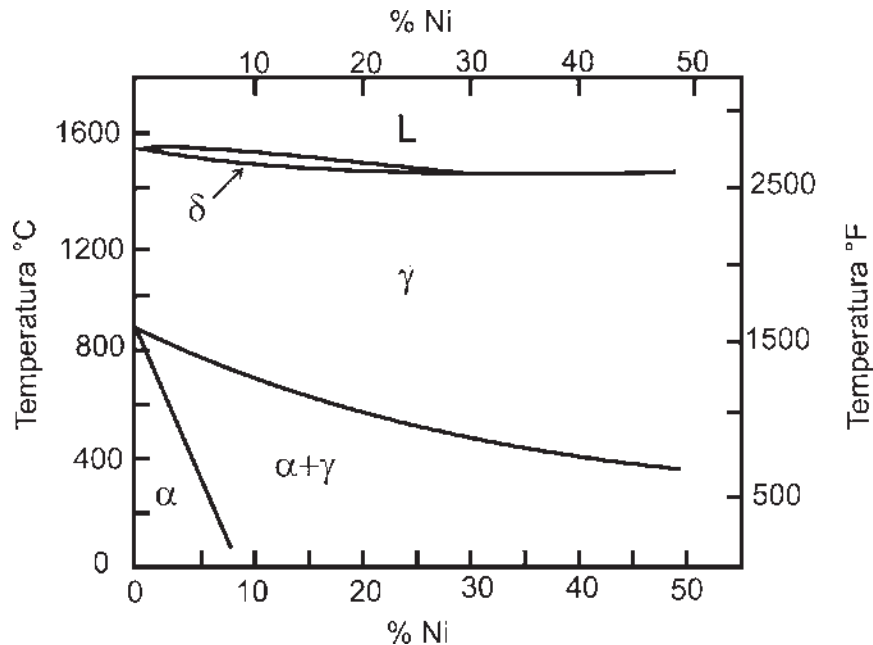


Figura 2.8 Diagrama de equilibrio Fe-Ni (21).

El *nitrógeno* es un potente estabilizador de austenita, aproximadamente 20 veces más potente que el níquel (14). Su efecto en las aleaciones Fe-Cr-Ni puede ser observado en la Figura 2.9. Es adicionado en los aceros inoxidable dúplex para aumentar la resistencia mecánica y principalmente para aumentar la resistencia a la corrosión por picaduras y corrosión por grietas (1), generalmente en el rango de 0.2-0.3% (26). Sin embargo, se ha comprobado su afinidad para formar nitruros de cromo (Cr_2N) en la matriz ferrítica, los cuales pueden tener un efecto adverso sobre la resistencia a la corrosión por picaduras en los AID (14).

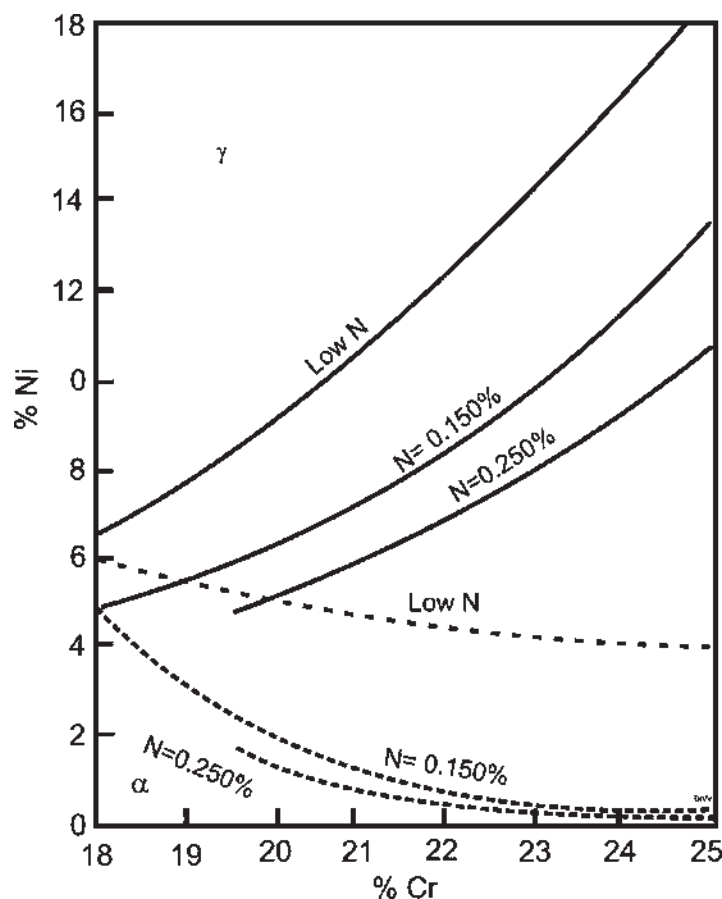


Figura 2.9 Efecto del nitrógeno sobre el límite de fase γ/α en aleaciones Fe-Cr-Ni (21).

2.3.2 ELEMENTOS DE ALEACION EN LOS ACEROS INOXIDABLES DUPLEX

Los elementos de aleación en los aceros inoxidable se adicionan principalmente para mejorar las propiedades mecánicas, la resistencia a la corrosión o controlar la microestructura. En el caso de los aceros inoxidable dúplex, sus excelentes características y propiedades, se deben a los elementos de aleación como el N, Ni, Cr y Mo, los cuales elevan significativamente la resistencia a la corrosión, conservando las propiedades mecánicas que provee la austenita.

El *molibdeno* es un estabilizador de la fase ferrita, lo que se evidencia en el diagrama Fe-Mo de la Figura 2.10, al mismo tiempo que promueve la formación de fase sigma en los aceros inoxidable dúplex (3).

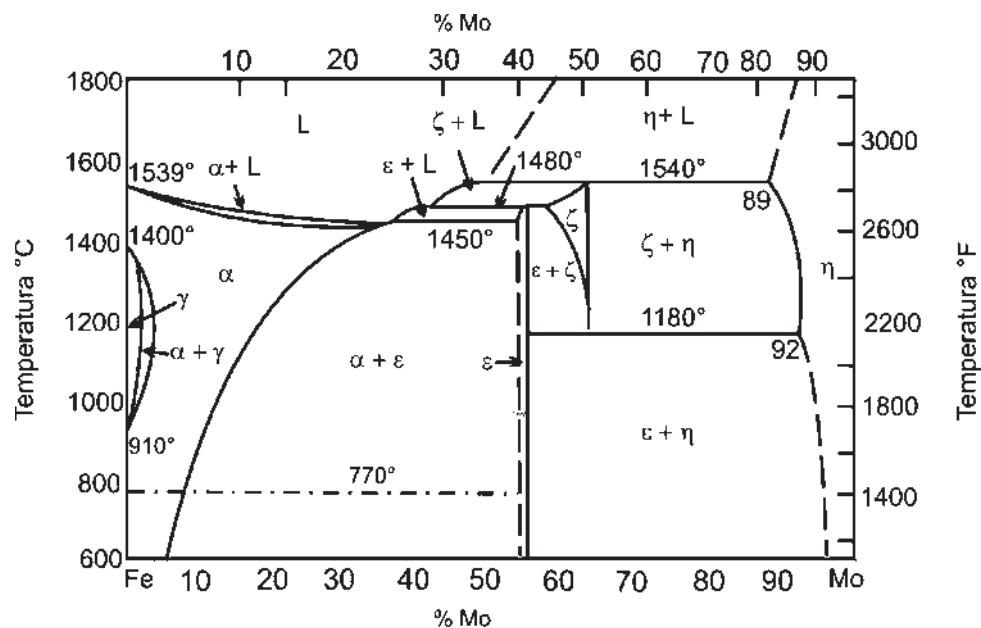


Figura 2.10 Diagrama de equilibrio Fe-Mo (21).

El molibdeno es añadido para aumentar la resistencia a la corrosión por picaduras (1) en un porcentaje mínimo de 4% para aumentar la resistencia a la corrosión por grietas a elevadas temperaturas en ambientes marinos, aunque un porcentaje mayor al 4%, incrementa la susceptibilidad a la formación de fases intermetálicas como la fase sigma y la fase alfa prima en la microestructura (14) debido a que expanden el campo de formación de estas fases, pudiendo existir la precipitación de fase sigma a 1000°C (24). También aumenta la dureza de la aleación y aunque generalmente es añadido para aumentar la resistencia a la corrosión por grietas también es agregado para incrementar la resistencia mecánica a elevadas temperaturas de servicio (25).

El *carbono* es también un potente estabilizador de la austenita, aproximadamente 30 veces más potente que el níquel (25) y su efecto se puede apreciar en la Figura 2.11. La adición de este elemento aumenta la resistencia mecánica mediante el mecanismo de endurecimiento por solución sólida intersticial, particularmente a elevadas temperaturas (1). Este elemento tiene afinidad para formar carburos a lo largo de los límites de grano, lo que causa una mayor susceptibilidad a la corrosión intragranular en los AID (1).

El *manganeso* es un elemento formador de austenita y es muy efectivo para estabilizarla a bajas temperaturas, lo cual puede ser observado en la Figura 2.12. En cuanto a las propiedades mecánicas, el manganeso provee un refuerzo en solución sólida y parece disminuir la fragilidad (1).

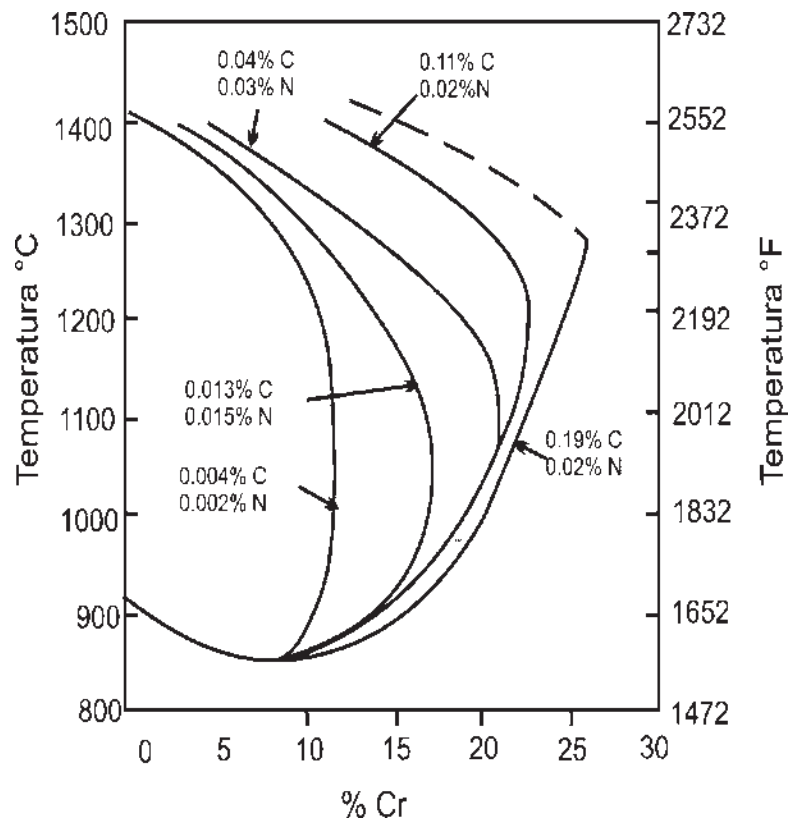


Figura 2.11 Efecto del carbono sobre el campo austenítico (27).

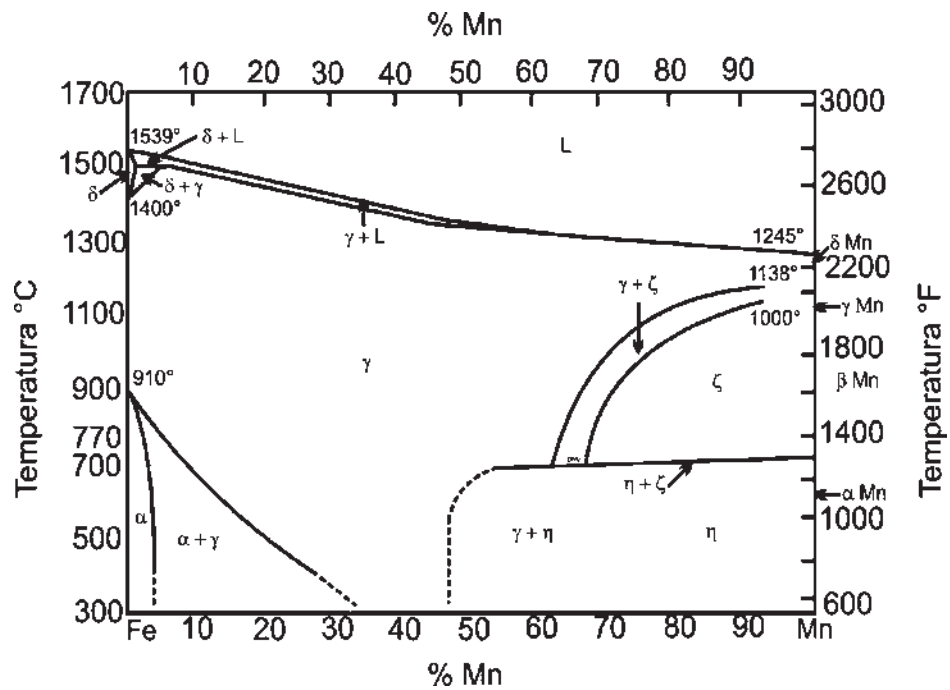


Figura 2.12 Diagrama de equilibrio Fe-Mn (21).

El *silicio* se adiciona a los aceros inoxidable para aumentar la resistencia a la corrosión y su efecto sobre éstos, se muestra en la Figura 2.13. En los aceros inoxidable austeníticos, parece no influenciar el balance de fases, sin embargo, altos niveles parecen promover la formación de ferrita en los aceros inoxidable ferríticos y martensíticos, por lo que en el caso de los aceros inoxidable dúplex, promueve la formación de ferrita (1). Se tiene evidencia de que el silicio expande el rango de composición en la cual se forma la fase sigma (28).

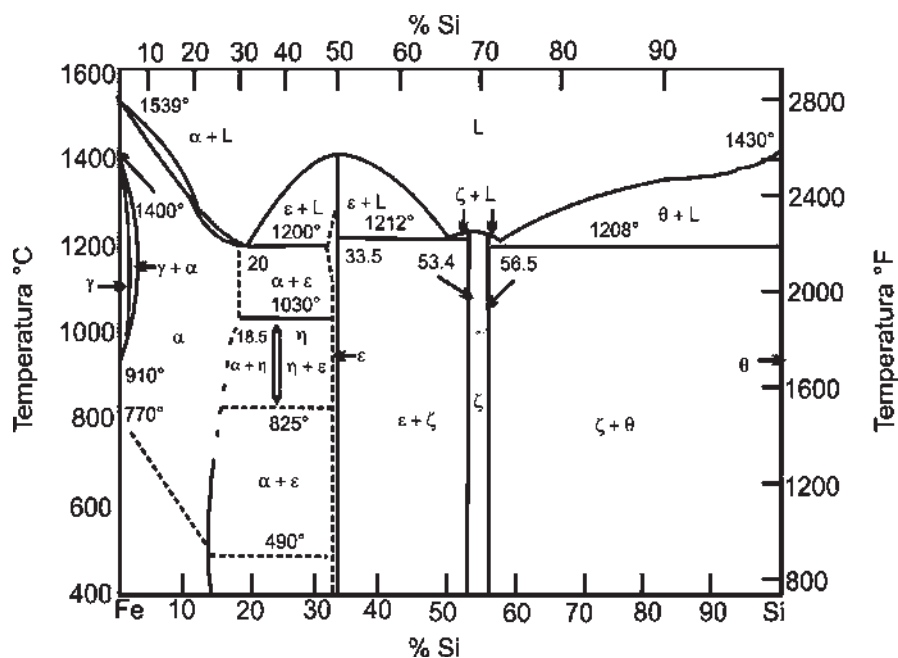


Figura 2.13 Diagrama de equilibrio Fe-Si (21).

2.3.3 CROMO EQUIVALENTE – NIQUEL EQUIVALENTE (Cr_{eq} - Ni_{eq})

El efecto de los elementos de aleación en los aceros inoxidable ha sido comúnmente expresado en términos de *Níquel equivalente* si son estabilizadores de la fase austenita, y *Cromo equivalente*, si son estabilizadores de la fase ferrita.

Aunque este método no es muy certero, existen una gran cantidad de fórmulas empíricas reportadas en la literatura, las cuales han sido desarrolladas a

través de los años (29) y que están en función de los elementos con mayor poder de estabilización de fases. Sin embargo, la más empleada por términos de conveniencia es la propuesta por Shaeffler en 1949 (30) para la mayoría de los aceros inoxidables.

Sin embargo, para los aceros inoxidables dúplex, la ecuación más empleada es la propuesta por Kotecki y Siewert en 1992 (31) debido a que toma en cuenta el porcentaje de nitrógeno presente en la aleación.

Shaeffler (22)

Kotecki y Siewert (23)

2.3.4 BALANCE MICROESTRUCTURAL FERRITA-AUSTENITA

Debido a que los aceros inoxidables dúplex están basados en el sistema Fe-Cr-Ni-N, su composición química ha sido ajustada para obtener un 50% ferrita y 50% austenita. Sin embargo, todos los aceros inoxidables dúplex solidifican básicamente como 100% ferrita y el balance microestructural ferrita/austenita depende de la transformación en estado sólido de ferrita a austenita (1). Para acelerar esta transformación, el nitrógeno es añadido, el cual estabiliza la austenita. A elevadas temperaturas, aproximadamente a 1300°C, la austenita empieza a nuclear y crecer primero en los límites de grano de la ferrita y posteriormente dentro de los granos ferríticos (32). La difusión de los elementos

de aleación ocurre a medida que la transformación ferrita/austenita toma lugar; los elementos alfégenos se concentran en la ferrita y los gamágenos, en la austenita (32). Los aceros inoxidables dúplex tienen un porcentaje mayor de elementos alfégenos que de elementos gamágenos, lo que explica el hecho de que solidifiquen en una matriz 100% ferrítica. La Figura 2.14 indica que las aleaciones cuyo cromo equivalente es aproximadamente 1.85 veces o más su níquel equivalente, solidificarán en 100% ferrita, como lo indica la línea punteada.

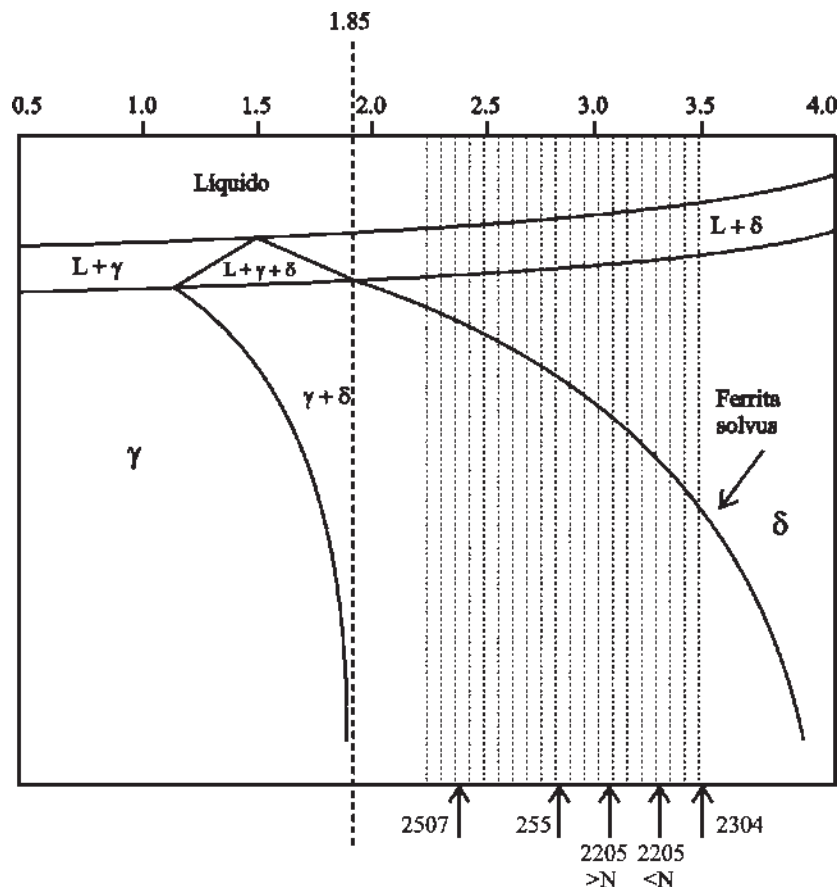


Figura 2.14 Región bifásica a elevada temperatura de los aceros inoxidables dúplex. La línea punteada indica que las aleaciones con Cr_{eq} de 1.85 veces o más su Ni_{eq} , solidificarán en 100% ferrita (1).

Los aceros inoxidables dúplex comerciales generalmente contienen proporciones entre 2.25 y 3.5 de Cr_{eq}/Ni_{eq} (1), por lo que a elevadas temperaturas y por encima de la temperatura solvus de ferrita

(aproximadamente 1400°C), la aleación será 100% ferrita. Las operaciones de revenido y trabajado en caliente de las aleaciones dúplex son realizados por debajo de la temperatura solvus de ferrita, en donde la austenita y la ferrita pueden coexistir en equilibrio. Controlando la temperatura de procesamiento y la velocidad de enfriamiento desde la temperatura solvus, la proporción y la distribución de ferrita y austenita pueden ser controladas en el producto final (1).

2.3.5 INFLUENCIA DEL NITROGENO

El nitrógeno es añadido para mejorar la resistencia mecánica y la resistencia a la corrosión de las aleaciones dúplex modernas. Es un elemento gamágeno y su contenido varía de 0.08 a 0.38% en peso dependiendo del grado de acero inoxidable dúplex (1). Tiene mayor solubilidad en la austenita que en la ferrita, como se puede observar en el diagrama de la Figura 2.15 (1).

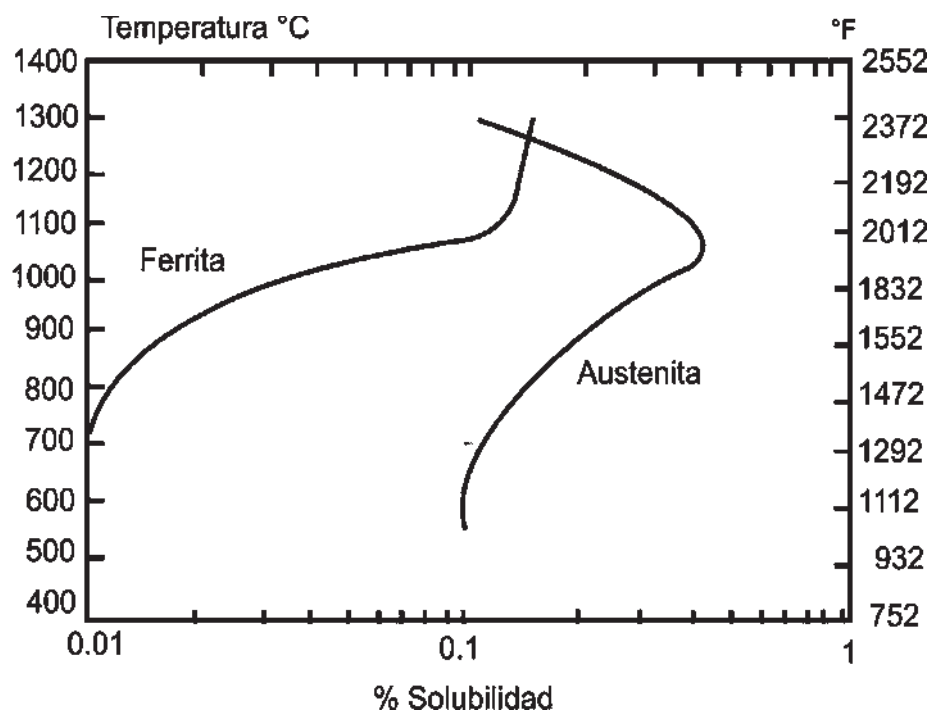


Figura 2.15 Diagrama de solubilidad del nitrógeno en la ferrita y la austenita (1).

La diferencia en solubilidad, tiene importantes implicaciones con respecto a la precipitación de nitruros en la aleación dúplex. Cuando la aleación está balanceada, 50% austenita y 50% ferrita, el contenido de nitrógeno se encuentra concentrado en ambas fases, permaneciendo predominantemente en solución sólida, sin formar ningún tipo de precipitados.

2.3.6 REACCIONES DE PRECIPITACION EN LOS AID

La curvatura de la región bifásica de ferrita/austenita en la Figura 2.16 indica que un mayor porcentaje de austenita se formará a expensas de la ferrita a medida que disminuye la temperatura. Sin embargo, habrá un límite de temperatura en la cual se obtenga la mayor transformación ferrita/austenita debido a la aparición de fases indeseables a partir de la ferrita (1).

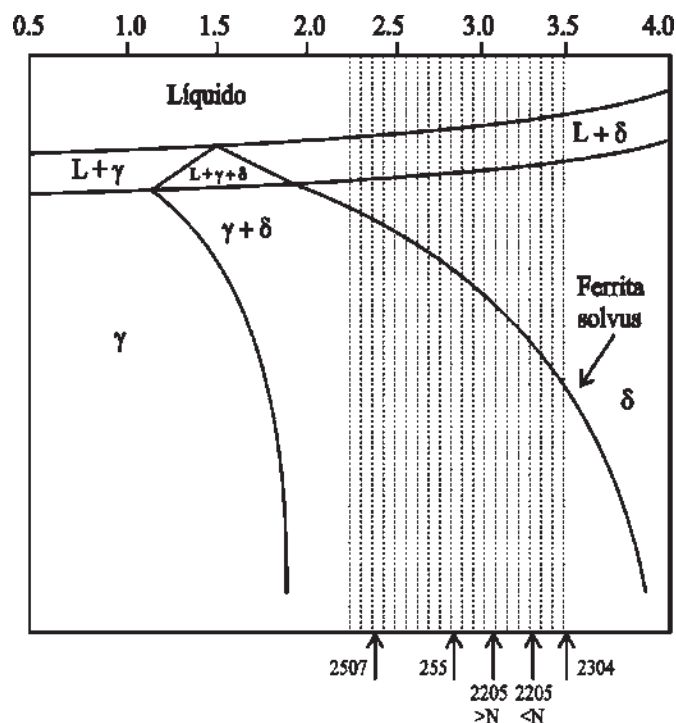


Figura 2.16 Región bifásica a elevada temperatura de los aceros inoxidables dúplex. La región punteada muestra las aleaciones dúplex comerciales (1).

Debido a su composición química, los AID son altamente propensos a la precipitación de fases secundarias en un rango aproximado de 600-1000°C, las cuales incluyen fases intermetálicas como la fase sigma (σ), fase chi (χ), alfa prima (α'), etc.; carburos del tipo M_7C_3 y $M_{23}C_6$, y nitruros del tipo Cr_2N , (1) (33) (34).

Estas reacciones de precipitación, son dependientes del tiempo y la temperatura como se indica esquemáticamente en la Figura 2.17 y la mayoría de ellas, tienden a fragilizar a las aleaciones dúplex, afectando su comportamiento.

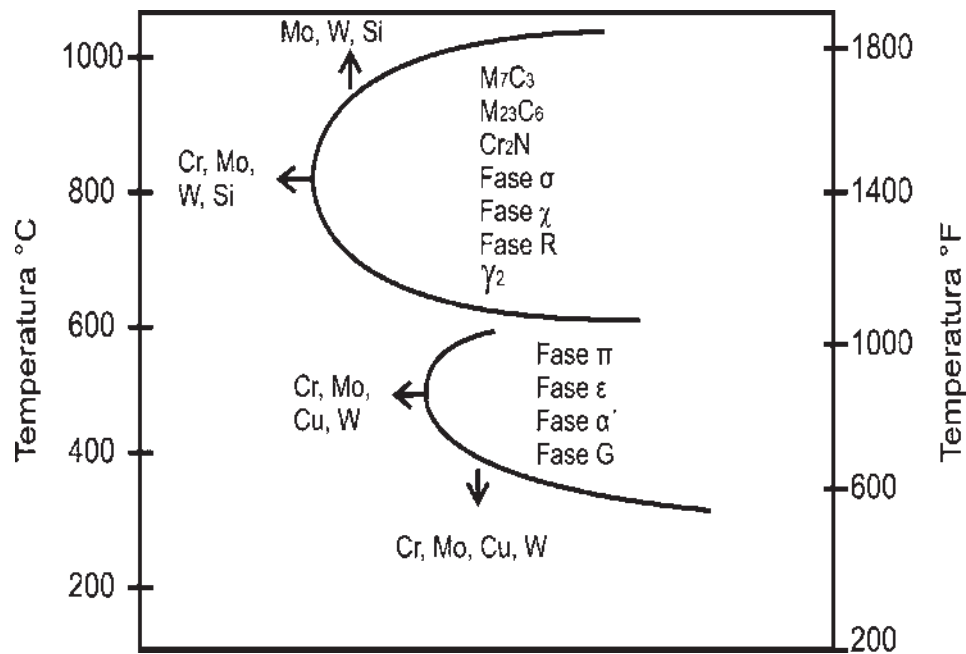


Figura 2.17 Diagrama de precipitación de fases secundarias en los aceros inoxidables dúplex (1).

Las adiciones de cromo, molibdeno y tungsteno tienden a acelerar la formación de las fases intermetálicas, particularmente sigma y chi (1). Dentro de las fases secundarias, se destacan significativamente la fase sigma, la austenita secundaria (γ') y los nitruros de cromo (35), ya que su rango de temperaturas de formación es el más extenso con tiempos de formación cortos.

Sin embargo, se ha demostrado que la fase sigma es la fase más dañina de todas, ya que perjudica significativamente la tenacidad y resistencia a la corrosión en los aceros inoxidables dúplex (14) (36).

2.3.6.1 NITRUROS DE CROMO (Cr_2N - CrN)

La precipitación de nitruros de cromo (Figura 2.18) es causada por la sobresaturación de nitrógeno en la ferrita (14) que se produce durante un enfriamiento rápido en el rango de temperaturas de 700-900°C. Durante el enfriamiento, a través de la región bifásica, existe una competencia entre la formación de austenita primaria y nitruros de cromo. Si la velocidad de enfriamiento es lo suficientemente rápida para retardar la transformación de austenita, entonces la cantidad de nitrógeno en la ferrita excede su límite de solubilidad, promoviendo la precipitación de nitruros de cromo (14).

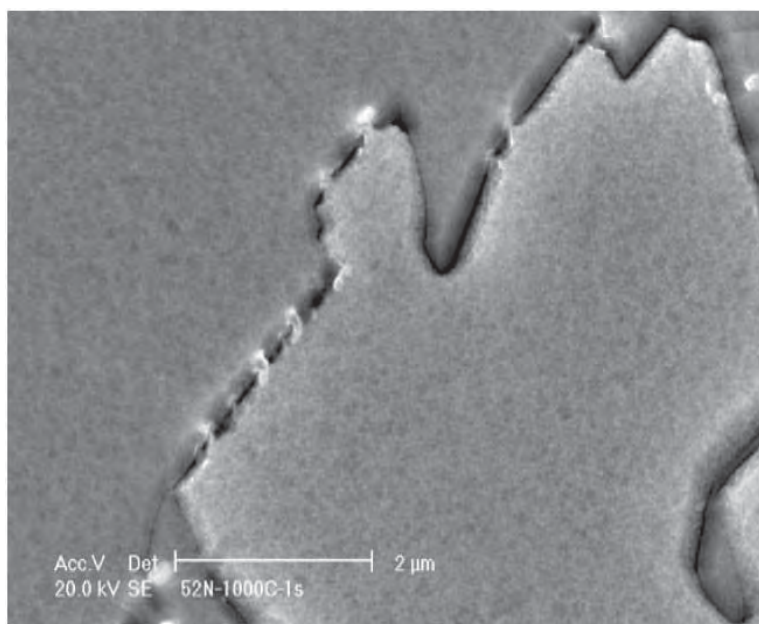


Figura 2.18 Precipitación de nitruros de cromo en los límites de grano ferrita-austenita en un acero inoxidable dúplex 2205 (37).

2.3.6.2 CARBUROS

Los carburos están presentes en las aleaciones dúplex con elevados contenidos de carbono, precipitando predominantemente a lo largo de los límites de grano ferrita/austenita, aunque también se han observado en los límites de grano ferrita/ferrita y austenita/austenita. Precipitan en el rango de temperaturas de 950-1050°C o de 600-950°C dependiendo del tipo de carburo, M_7C_3 o $M_{23}C_6$. Sin embargo, debido a los porcentajes bajos de carbono de las aleaciones dúplex actuales, la formación de carburos es prácticamente nula, especialmente en los grados superdúplex, donde el porcentaje de carbono es menor al 0.03% (14).

2.3.6.3 FASE CHI - FASE R

La fase chi (χ) es una fase intermetálica con altos porcentajes de cromo y molibdeno que se forma en el rango de temperaturas de 700-900°C y está generalmente presente en cantidades más pequeñas en comparación con la fase sigma.

La fase R, también es una fase intermetálica con elevados porcentajes de molibdeno que precipita en el rango de 550-700°C bajo tiempos más prolongados que la fase sigma o la fase chi (14). Tanto la fase chi como la fase R tienen un efecto adverso sobre la tenacidad y la resistencia a la corrosión en las aleaciones dúplex (14).

2.3.6.4 ALFA PRIMA (α')

Esta fase ha sido observada en aleaciones ferríticas y dúplex por debajo de 500°C y por su efecto fragilizante, se le conoce como fragilización a 475°C. Su formación es lenta, por lo que no se encuentra durante la soldadura de las aleaciones dúplex, sin embargo, puede ser encontrada en servicio bajo temperaturas de operación en el rango de 300-500°C (1).

2.3.6.5 FASE SIGMA (σ)

La fase σ es una fase intermetálica de elevada dureza y estructura tetragonal con 30 átomos por celda unitaria (14). Es la fase más prominente de las fases intermetálicas en los AID ya que se forma en el rango de temperaturas de 600-1000°C dependiendo de la composición química de la aleación (38). La precipitación de la fase sigma puede observarse en los aceros inoxidable austeníticos, ferríticos y dúplex afectando significativamente la tenacidad y ductilidad al mismo tiempo que reduce la resistencia a la corrosión debido a que es formada principalmente por cromo y molibdeno (39) (40). Por el rango de temperaturas de formación, la fase sigma se puede esperar como resultado de la aplicación de un tratamiento térmico en los AID, durante servicio o la aplicación de un procedimiento de soldadura (41) (42). Su formación ha sido reportada por Palmer *et al.* (38) en un acero inoxidable dúplex SAF 2205 a partir de 40 segundos a 850°C, incrementando su porcentaje a un 13% en un tiempo de 3600 segundos.

De acuerdo a Nilsson (43), los Aceros Inoxidable Súper Dúplex (AISD) son más susceptibles a la formación de la fase sigma debido al mayor contenido de cromo y molibdeno en comparación con los grados convencionales como resultado del desplazamiento de la curva “C” de la fase sigma hacia la izquierda, indicando tiempos más cortos de formación. Las adiciones de tungsteno y silicio, los cuales son elementos de aleación en las aleaciones superdúplex, incrementan el rango de precipitación de la fase sigma y expande la curva “C” hacia elevadas temperaturas (14). La zona afectada térmicamente de una unión soldada de AID así como el metal de soldadura recalentado, indudablemente tienen áreas que experimentan una permanencia en el rango de temperaturas de formación de la fase sigma (1). La fase sigma se forma mediante la reacción eutectoide ferrita $\rightarrow$ sigma + austenita y precipita preferencialmente en los límites de grano ferrita/austenita creciendo hacia el

interior de la ferrita (44) y su morfología depende de la temperatura a la cual se forme. A temperaturas relativamente bajas entre 600 y 700°C, la fase sigma se encuentra en forma de *clusters*, mientras que a elevadas temperaturas entre 800 y 900°C, está presente en forma de *mariposa* o partículas grandes (45).

Por otra parte, el efecto de los elementos de aleación sobre la precipitación de fase sigma en los AID, fue estudiado y reportado por Maehara *et.al.*, (46), quienes indicaron que el rango de formación de fase sigma, aumenta por los altos contenidos de Cr y Mo que están presentes en la fase ferrita.

2.3.7 PROPIEDADES MECANICAS

Los aceros inoxidable dúplex tienen excelentes propiedades mecánicas, las cuales se listan en la Tabla 2.4. El límite elástico a temperatura ambiente en su condición de recibido es más de dos veces mayor que en un acero inoxidable austenítico que no contiene nitrógeno (Tabla 2.5).

Tabla 2.4 Propiedades mecánicas mínimas para las aleaciones dúplex y superdúplex.

ASTM				
GRADO	UNS No	Límite elástico 0.2% MPa (ksi)	Resistencia a la tensión MPa (ksi)	Elongación en 2" %
2304	S32304	400 (58)	600 (87)	25
2205	S32205	450 (65)	655 (95)	25
2507	S32750	550 (80)	795 (116)	15

Tabla 2.5 Propiedades mecánicas mínimas para las aleaciones austeníticas comerciales.

ASTM				
GRADO	UNS No	Límite elástico 0.2% MPa (ksi)	Resistencia a la tensión MPa (ksi)	Elongación en 2" %
316L	UNS S31600	170 (25)	480 (70)	40
304L	UNS S30400	170 (25)	480 (70)	40

A pesar de la elevada resistencia mecánica de los aceros inoxidable dúplex, estos exhiben una ductilidad y tenacidad, por encima de los aceros al carbono o aceros inoxidable ferríticos. Los aceros inoxidable dúplex tienen una buena tenacidad a bajas temperaturas como -40°C , sin embargo, la ductilidad y tenacidad son menores si se comparan con los aceros inoxidable austeníticos (47).

2.3.8 METALURGIA DE LA SOLDADURA DE LOS ACEROS INOXIDABLES DUPLEX

Gran parte de las aplicaciones actuales de los aceros inoxidable dúplex involucran algún proceso de soldadura y por este motivo, la metalurgia de la soldadura de estas aleaciones, ha sido objeto de estudio. Actualmente, los aceros inoxidable dúplex son desarrollados para tener una buena soldabilidad y buen comportamiento una vez que han sido soldados, sin embargo aún existen aspectos que deben ser tomados en consideración para mantener las características y propiedades que estos materiales ofrecen.

Todos los procesos de soldadura por arco eléctrico pueden ser utilizados para soldar los aceros inoxidable dúplex, sin embargo, los procesos de alto aporte térmico no son recomendados debido a que promueven una velocidad baja de enfriamiento, pudiendo causar la precipitación de fases intermetálicas (48), lo que influye directamente para obtener el balance microestructural de la unión soldada.

2.3.8.1 MICROESTRUCTURA EN LA UNION SOLDADA DE LOS ACEROS INOXIDABLES DUPLEX

La Figura 2.19 representa los cambios microestructurales observados en una unión soldada de un acero inoxidable dúplex simbolizando únicamente la transformación ferrita/austenita y en donde se distinguen cinco regiones:

1. Metal de soldadura
2. Zona parcialmente fundida
3. Zona de crecimiento de grano ferrítico
4. Zona bifásica parcialmente transformada
5. Zona bifásica similar al metal base

Dependiendo del espesor del material base, un alto aporte térmico tiende a causar una velocidad lenta de enfriamiento, promoviendo la precipitación de austenita y de esta manera, balanceando la microestructura final. Sin embargo, de esta misma manera, se puede favorecer la precipitación de fases intermetálicas y el crecimiento de grano, dependiendo de la temperatura pico alcanzada en la zona afectada térmicamente. Por otro lado, un bajo aporte térmico conduce a una velocidad rápida de enfriamiento, con lo que se dificulta la precipitación de austenita por lo que el porcentaje de ferrita es alto. De esta manera, se promueve la precipitación de una gran cantidad de nitruros de cromo en el interior de la ferrita (35), lo que generalmente sucede en la zona del metal de soldadura debido a que la velocidad de enfriamiento en esta zona, es rápida en comparación con la zona afectada térmicamente.

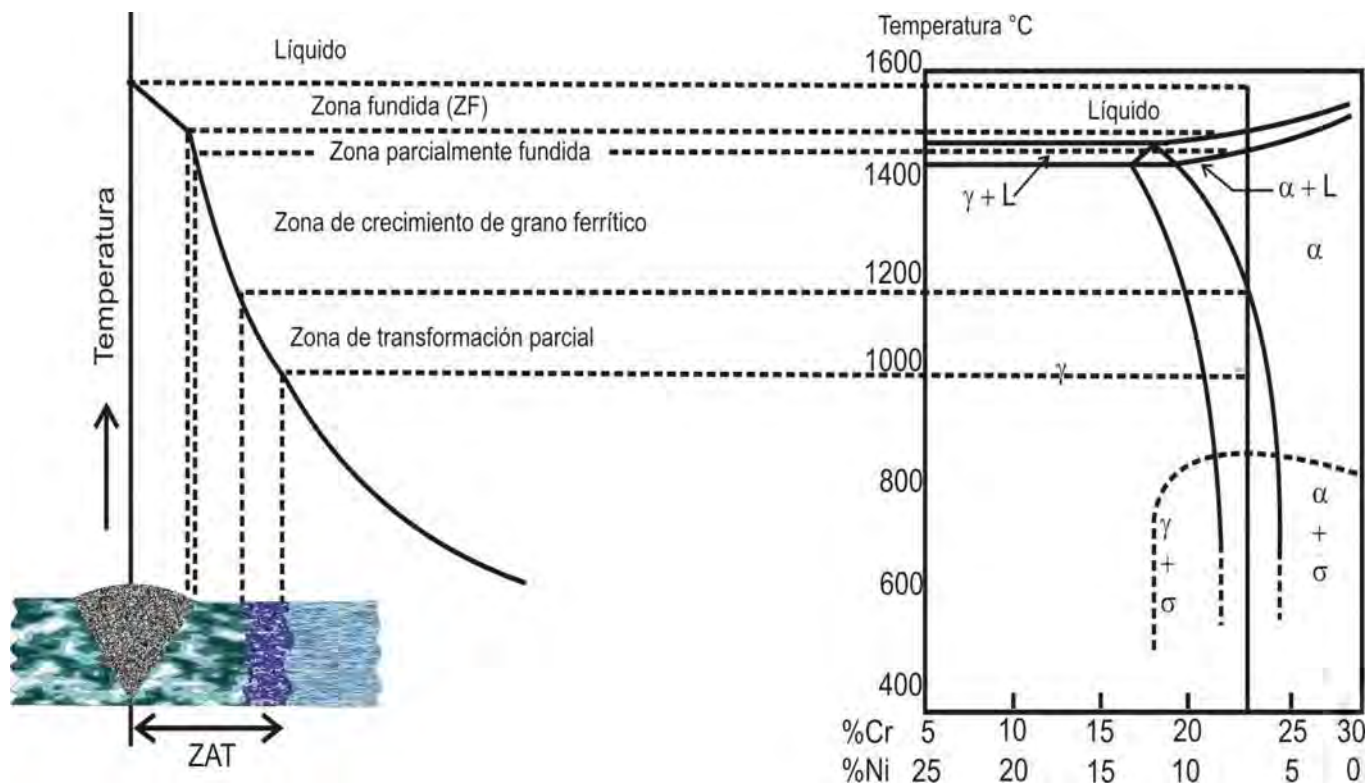


Figura 2.19 Representación de las zonas de la unión soldada de los aceros inoxidables dúplex (35).

La microestructura del metal de soldadura depende significativamente de la composición química del material de aporte y, eventualmente de los ciclos térmicos (35), por esta razón, con el objetivo de facilitar la formación de austenita en el metal de soldadura, generalmente se utilizan materiales de aporte con un contenido de níquel mayor al contenido en el metal base, con lo que se asegura que el contenido de ferrita puede ser mantenido alrededor del 50% a temperatura ambiente (1). La adición de nitrógeno a través del material de aporte o del gas de protección, es otra manera de *controlar* el porcentaje de ferrita en el metal de soldadura.

Sin embargo, el balance microestructural en la zona afectada térmicamente está influenciado directamente por los ciclos térmicos experimentados por el material durante el proceso de soldadura (33). Por lo tanto, los cambios microestructurales que ocurren debido a los ciclos térmicos durante el proceso de soldadura en las zonas de la unión soldada de los aceros inoxidables dúplex, pueden ser disminuidos mediante el *control* de los ciclos térmicos al establecer una temperatura de interpasos y el uso de los metales de aporte adecuados.

2.3.8.2 CICLOS TERMICOS EN LA ZONA AFECTADA TERMICAMENTE

La zona afectada térmicamente adyacente al metal de soldadura puede ser dividida en tres regiones distintas en función del ciclo térmico que experimenta. La figura 2.20 representa un acero inoxidable dúplex que es completamente ferrítico a elevada temperatura.

En la región 1, el metal base es calentado hasta temperaturas cercanas a la temperatura solvus de ferrita. En este rango de temperatura la austenita y los precipitados que estén presentes debido al proceso de fabricación, comenzarán a disolverse hasta que eventualmente, la microestructura es completamente ferrítica. En la región 2, por encima de la temperatura solvus de ferrita, ocurre el crecimiento de los granos ferríticos debido a que no existe ninguna otra fase o precipitados que inhiban dicho crecimiento. Durante el enfriamiento, por debajo de la temperatura solvus de ferrita, en la región 3, la austenita empezará a transformar. Si la velocidad de enfriamiento desde la temperatura solvus de ferrita es lenta, se dará lugar a la transformación ferrita/austenita y a las reacciones de precipitación, contrario a lo que sucede con una velocidad de enfriamiento rápida, en donde sólo se dará lugar a la transformación ferrita/austenita junto a la precipitación de nitruros de cromo dentro de los granos ferríticos y a lo largo de los límites de grano ferríticos (1) (14).

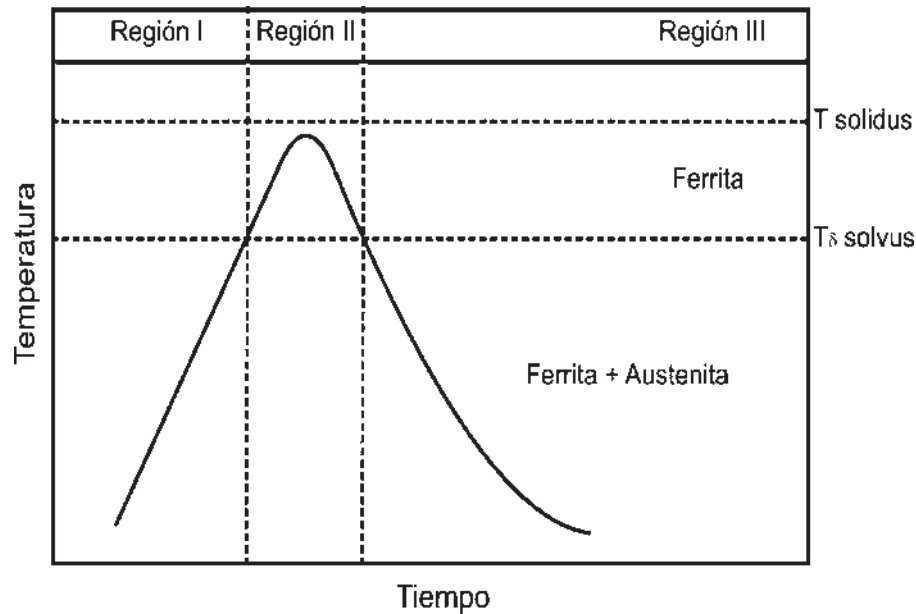


Figura 2.20 Regiones de la zona afectada térmicamente en un acero inoxidable dúplex (1) .

2.3.8.3 FORMACION DE FERRITA/AUSTENITA EN LA UNION SOLDADA DE ACEROS INOXIDABLES DUPLEX

Todas las aleaciones dúplex solidifican en ferrita y son completamente ferríticos al final de la solidificación. Dependiendo de la composición, la ferrita es estable en un rango de temperaturas elevadas antes de que la temperatura se encuentre por debajo de la temperatura solvus de ferrita y la transformación a austenita comience (1). La transformación ferrita-austenita es dependiente de la composición química de la aleación y de la velocidad de enfriamiento. Es esta transformación la que determina el balance final ferrita-austenita y la distribución de la austenita en el metal de soldadura.

La secuencia de transformación de las aleaciones dúplex es como se muestra a continuación:



La solidificación en los aceros inoxidable dúplex comienza con la formación de la fase ferrita aproximadamente a 1380°C. Una vez que el material ha solidificado, aproximadamente a 1350°C, la microestructura presente es completamente ferrítica. En este punto, la ferrita es una fase estable y por debajo de 1350°C, se vuelve inestable, promoviendo la transformación a austenita, las cuales son estables hasta temperatura ambiente.

2.3.8.4 INFLUENCIA DEL NITROGENO EN LA UNION SOLDADA

En las uniones soldadas de aleaciones dúplex, el balance microestructural es altamente dependiente de la difusión, por lo que el nitrógeno es la clave para que la zona afectada térmicamente contenga un porcentaje ferrita/austenita similar o parecido al del metal base (1). El nitrógeno es más soluble en la austenita que en la ferrita por encima de 1040°C y hasta la temperatura solvus de ferrita. Cuando una aleación dúplex está por debajo de la temperatura solvus de ferrita, el nitrógeno se difunde desde la ferrita hasta la austenita. Si el enfriamiento es muy rápido, el nitrógeno no podrá llegar a la austenita, por lo que algún porcentaje de nitrógeno quedará atrapado dentro de la ferrita, precipitando como nitruros de cromo (1).

En el caso de los metales de soldadura y sus zonas afectadas térmicamente, estas zonas son rápidamente enfriadas desde una temperatura cercana a la ferrita solvus, por lo que el porcentaje de ferrita en la zona afectada térmicamente y en el metal de soldadura de las aleaciones dúplex será mucho mayor que en el metal base.

Si el contenido de ferrita es mayor, como en la zona afectada térmicamente o un metal de soldadura bajo condiciones de enfriamiento rápidos, una intensa precipitación de nitruros tomará lugar durante el enfriamiento debido a que el límite de solubilidad es excedido y por lo tanto, el nitrógeno no tiene tiempo suficiente para concentrarse en la austenita, haciéndolo en la ferrita y de esta manera, promoviendo la formación de nitruros.

El metal de soldadura no es la única zona en la cual el nitrógeno juega un papel muy importante, ya que la zona afectada térmicamente también es influenciada por el nitrógeno, lo cual fue estudiado por Lippold *et.al.* (49), quienes realizaron la simulación de una zona afectada térmicamente en una aleación dúplex bajo diferentes velocidades de enfriamiento desde 1300°C, reportando que el porcentaje de ferrita disminuía al disminuir la velocidad de enfriamiento debido a la influencia del nitrógeno.

Por otro lado, la investigación de Ogawa y Koseki (50) referente al efecto de los altos porcentajes de nitrógeno sobre la formación de austenita en el metal de soldadura tuvo una gran influencia en la especificación de las aleaciones dúplex y los metales de aporte. Anteriormente, el estándar ASTM A240 especificaba un rango nitrógeno de 0.08 a 0.20% para un acero inoxidable dúplex UNS 31803. Sin embargo, a partir del año 2000, la modificación de dicha norma establecía que la especificación UNS S31803, cambiaba a UNS S32205 (actualmente conocido como del tipo 2205), en la cual, el rango de nitrógeno también había cambiado de 0.14 a 0.20%.

2.3.8.5 BALANCE FERRITA/AUSTENITA EN LA ZONA AFECTADA TÉRMICAMENTE Y METAL DE SOLDADURA DE LA UNION SOLDADA DE AID

Los ciclos térmicos experimentados durante el proceso de soldadura promueven cambios microestructurales en la zona afectada térmicamente y en el metal de

soldadura en comparación con la microestructura del metal base (51), por lo que el balance ferrita/austenita en las zonas de la unión soldada de los aceros inoxidables dúplex es difícil de obtener, ya que esta zona está controlada por la velocidad de enfriamiento desde la temperatura solvus de ferrita o temperatura pico. Estudios previos (52) (53) (54) indicaron que la microestructura del metal de soldadura está en función de la composición química, la temperatura pico y la velocidad de enfriamiento desde la temperatura pico, ya que en esta zona, la microestructura puede ser controlada por la selección del metal de aporte apropiado y por la velocidad de enfriamiento desde la temperatura pico alcanzada. Sin embargo, la microestructura de la zona afectada térmicamente puede ser controlada únicamente por el aporte térmico y la velocidad de enfriamiento (52) debido a los ciclos térmicos que experimenta. Las transformaciones en estado sólido en la zona afectada térmicamente de los aceros inoxidables dúplex cercana al metal de soldadura, involucran principalmente la disolución de austenita y precipitados durante el calentamiento seguido de la reformación de austenita y reacciones de precipitación durante el enfriamiento a través de la región bifásica en la Figura 2.21.

La cantidad de austenita disuelta es dependiente de la temperatura pico alcanzada. Durante el enfriamiento desde la temperatura pico, la transformación ferrita/austenita que se lleva a cabo, dará como resultado la presencia de austenita como una red continua a lo largo de los límites de grano ferrítico, en forma de placas Widmanstätten fuera de los límites de grano ferríticos y como austenita acicular intragranular (52).

En la zona afectada térmicamente cercana al metal base, la austenita puede crecer continuamente desde islas no disueltas de austenita preexistentes, localizadas generalmente en forma intragranular (51).

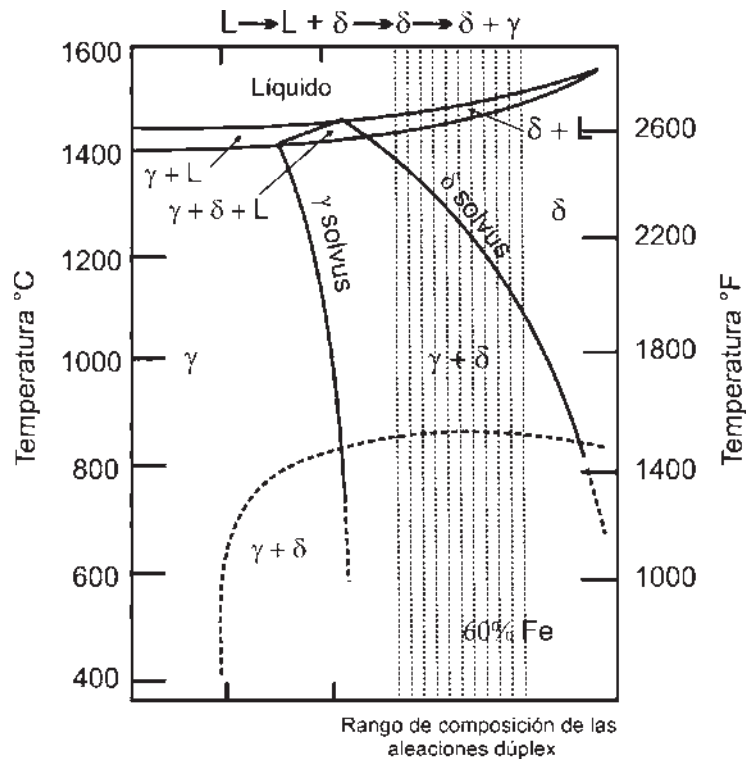


Figura 2.21 Diagrama Cr-Ni que muestra la región bifásica a elevada temperatura que experimentan los aceros inoxidable dúplex (51).

En una unión soldada, la zona afectada térmicamente y el metal de soldadura, son rápidamente enfriados desde una temperatura cerca de la temperatura solvus de ferrita, por lo que existe una tendencia para un mayor porcentaje de ferrita en comparación con el metal base (1).

El crecimiento epitaxial del grano ferrítico en el metal de soldadura de las uniones soldadas de aceros inoxidable dúplex promueve la formación de una estructura de grano columnar, en donde los granos ferríticos se encuentran rodeados por placas de austenita Widmanstätten. Debido al rápido enfriamiento del metal de soldadura, los nitruros de cromo son observados uniformemente dentro de la ferrita y a lo largo de los límites de grano ferríticos (1) (52) (51).

Como es esperado, el balance de fases ferrita/austenita puede ser influenciada significativamente por el recalentamiento subsecuente a elevadas temperaturas durante un proceso de soldadura multipasos o durante un tratamiento térmico post-soldadura, con un porcentaje de austenita que generalmente es incrementado (51).

La microestructura de los AID es completamente ferrítica por encima de la temperatura solvus de ferrita y durante el enfriamiento desde esta temperatura, la transformación ferrita/austenita toma lugar. Así, durante el enfriamiento a partir del campo ferrítico, parte de la ferrita se transforma en austenita primaria (γ_1). En caso de que el enfriamiento sea muy rápido, la formación de γ_1 puede ser perjudicada, obteniéndose una estructura “*metaestable*” con un elevado porcentaje de ferrita. De esta forma, durante el recalentamiento, ya sea por un tratamiento isotérmico o debido al proceso de soldadura, la austenita secundaria (γ_2) precipita a partir de la ferrita (35).

La transformación ferrita/austenita es sumamente importante en los AID para poder obtener el balance final de fases. *Mundt y Hoffmeister* (55) estudiaron el equilibrio de fases ferrita/austenita en aleaciones Fe-Cr-Ni ricas en hierro en el rango de 23-38%Cr y 7-22%Ni a temperaturas entre 1200 y 1350°C. La Figura 2.22 muestra las secciones isotérmicas del diagrama ternario del sistema Fe-Cr-Ni a 1200, 1250, 1300 y 1350°C en donde se observa claramente un incremento de la región bifásica ferrita/austenita al incrementar los contenidos de Cr y Ni. Sin embargo, esta misma región, es disminuida a medida que la temperatura incrementa.

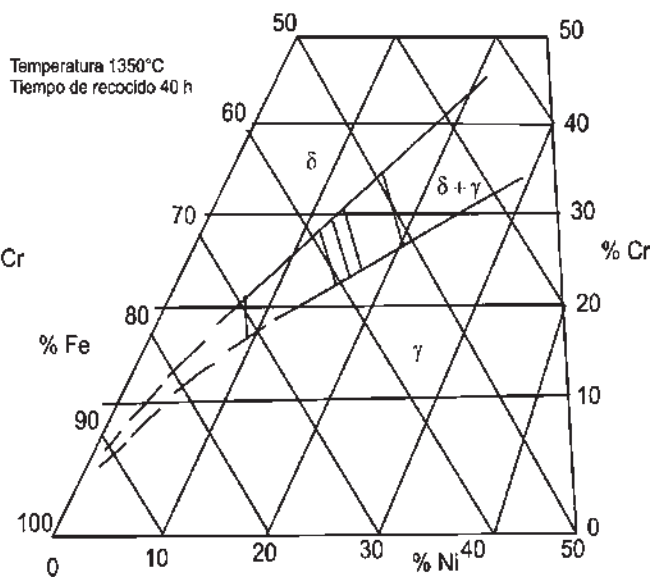
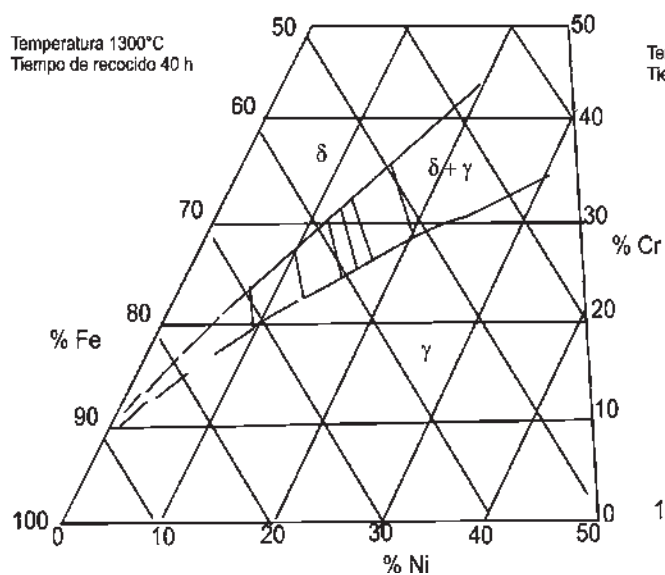
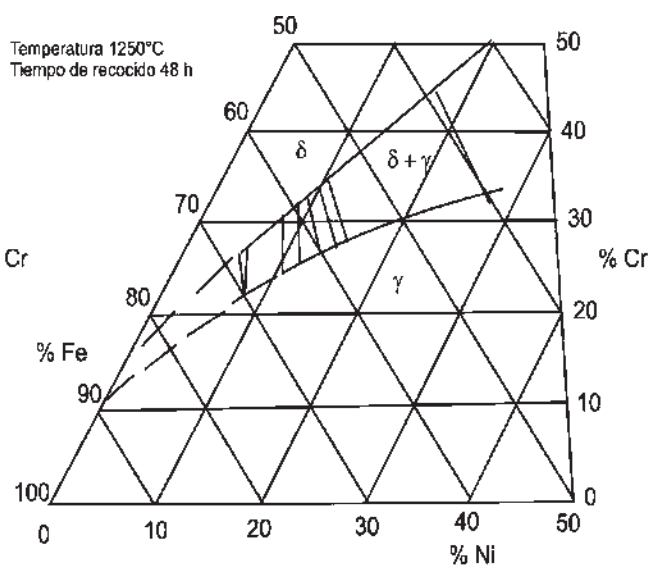
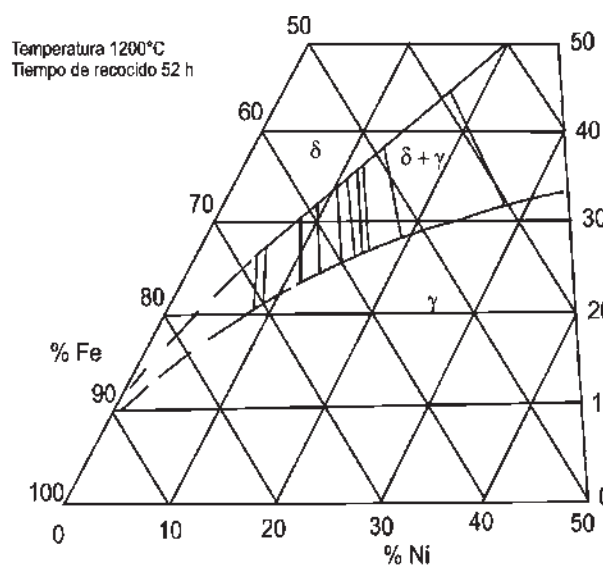


Figura 2.22 Diagrama ternario Fe-Cr-Ni a 1200°C, 1250°C, 1300°C y 1350°C, que muestra la influencia del cromo, níquel y la temperatura. (55)

Mundt y Hoffmeister (56) notaron un efecto significativo del contenido de nitrógeno sobre la temperatura inicial de la transformación ferrita/austenita. La zona del metal de soldadura con un alto porcentaje de nitrógeno generaba una microestructura de austenita Widmanstätten, mientras que con un menor porcentaje de nitrógeno, la austenita se encontraba precipitada solamente en los límites de grano ferrítico, lo que significaba que la transformación ferrita/austenita empezaba a una temperatura muy por debajo de la ferrita solvus. Este estudio demostró que el nitrógeno juega un papel muy importante en la transformación ferrita/austenita (1) (52) (56).

La importancia del nitrógeno sobre la reformación de la austenita fue reportada nuevamente por Hertzman (57), quien realizó un estudio de la reformación de austenita en la zona afectada térmicamente en tres tipos de AID (2304, 2205 y 2507), encontrando que la cantidad de austenita reformada durante el enfriamiento es fuertemente dependiente de la composición química, el tamaño de grano ferrítico y de la velocidad de enfriamiento. La aleación 2304, con el menor contenido de nitrógeno (0.08%) tenía la temperatura más baja de transformación y por lo tanto, la menor cantidad de austenita transformada, caso opuesto a la aleación 2507, con el mayor contenido de nitrógeno (0.24%).

Southwick y Honeycombe (58) reportaron que la transformación ferrita/austenita primaria toma lugar por medio de nucleación y crecimiento en el rango de temperaturas elevadas entre 650-1200°C aproximadamente. La transformación ferrita/austenita secundaria (γ_2) ocurre después de que la estructura dúplex ha sido establecida y ocurre debido a que la fracción de austenita primaria formada durante el enfriamiento inicial es pequeña, lo que ocasiona que la ferrita sea “*inestable*” durante los ciclos de recalentamiento, promoviendo la transformación ferrita/austenita secundaria.

2.4 ACEROS INOXIDABLES SUPERDUPLEX

A pesar de que los aceros inoxidable dúplex han existido desde hace más de 50 años, uno de los principales problemas ha sido obtener el balance microestructural ferrita/austenita en la zona afectada térmicamente cuando son sometidos a procesos de soldadura. Para aminorar este problema, se han realizado modificaciones en la composición química de estas aleaciones al incrementar el contenido de ciertos elementos de aleación. Los aceros inoxidable dúplex que contienen un porcentaje mayor de Cr, Mo, Ni y N en comparación con los demás grados de la familia dúplex, son llamados *aceros inoxidable superdúplex*, los cuales son una modificación del grado 2205 (59).

Debido a las modificaciones en los contenidos de Cr, Mo y N, los aceros inoxidable superdúplex tienen una mayor resistencia a la corrosión por picaduras en comparación con los grados dúplex anteriores. Por esta razón, los aceros inoxidable superdúplex son también identificados en función de su número equivalente de resistencia a la corrosión por picaduras (PREN*), para lo cual, se ha propuesto el uso de una ecuación empírica para conocer dicho valor en función de los elementos de aleación que incrementan la resistencia a la corrosión y que está dado por la siguiente fórmula (18) (60) (61):

$$\text{PREN} = \text{Cr} + 3.3\text{Mo} + 16\text{N}$$

Las aleaciones con un PREN mayor a 40, son consideradas como aceros inoxidable superdúplex, lo que significa que tienen una mayor resistencia a la corrosión que los grados anteriores debido a su elevado contenido de Cr, Mo y N (1), lo que se puede observar en la Tabla 2.6 de la composición química de las aleaciones dúplex y superdúplex.

* Pitting Resistance Equivalent Number (Número equivalente de resistencia a la corrosión por picaduras (18)

Tabla 2.6 Diferencia en composición química en las aleaciones dúplex y superdúplex.

Elementos químicos											
Designación UNS	C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	N	PREN
S32304	0.030	0.040	0.040	1.0	2.50	3.0-5.5	21.5-24.5	----	0.05-0.80	0.05-0.20	22
S32205	0.030	0.020	0.030	1.0	2.0	4.5-6.5	22.0-23.0	3.00-3.50	----	0.14-0.20	34
S32750	0.030	0.020	0.035	0.8	1.20	6.0-8.0	24.0-26.0	3.0-5.0	0.5	0.24-0.32	42

2.4.1 INFLUENCIA DE LOS ELEMENTOS DE ALEACION EN LOS ACEROS INOXIDABLES SUPERDUPLEX- BALANCE MICROESTRUCTURAL

Las elevadas propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión de los aceros inoxidable superdúplex en comparación con los grados dúplex anteriores, se deben a la modificación en su composición química. Esta modificación involucra un incremento en el contenido de Cr, Mo, Ni y N, lo que permite conseguir un balance microestructural estable de ferrita/austenita.

Para que un acero sea considerado inoxidable, debe contener un mínimo de 10.5% de cromo, sin embargo, a medida que el contenido de cromo es incrementado, la resistencia a la corrosión también incrementa. En el caso de los aceros inoxidable superdúplex, es el contenido de cromo el que le confiere su excelente resistencia a la corrosión y el cual es superior en comparación con las demás aleaciones dúplex. El molibdeno también es añadido para mejorar la resistencia a la corrosión en general de los aceros inoxidable superdúplex y, junto al cromo, logra dicha mejora (14).

Sin embargo, debido a que el cromo y el molibdeno son formadores de ferrita, significa que la adición de estos elementos en mayor porcentaje, promoverá la formación de un mayor porcentaje de ferrita y que por lo tanto, la aleación superdúplex no alcanzará el balance microestructural de 50% ferrita y 50%

austenita. Para evitar este desbalance, el contenido de níquel es incrementado para promover la formación de austenita y de esta manera, obtener el balance microestructural ferrita/austenita. El níquel también ayuda a aumentar la tenacidad en la aleación superdúplex, por lo que su adición provee ambos beneficios. El contenido de nitrógeno también es aumentado en una aleación superdúplex para promover la formación de austenita y además, ayuda a mejorar la resistencia a la corrosión (62).

El nitrógeno también ayuda a mejorar la tenacidad y es un excelente endurecedor en solución sólida, por lo que las aleaciones superdúplex gozan de tener una elevada tenacidad y una gran resistencia mecánica al mismo tiempo.

A pesar de que el cromo y el molibdeno son los principales responsables del aumento de la resistencia a la corrosión en las aleaciones superdúplex, también son los responsables de promover la precipitación de fases intermetálicas que afectan significativamente el comportamiento de estas aleaciones. La adición de níquel y nitrógeno no solo ayudan a promover la austenita para obtener el balance microestructural, sino que también son benéficos para retardar la formación de fases intermetálicas, aunque de estos dos elementos el más efectivo en las aleaciones superdúplex es el nitrógeno, ya que retarda la formación de la fase sigma al ser un promotor de austenita.

2.4.2 BALANCE FERRITA/AUSTENITA EN LA SOLDADURA DE LOS ACEROS INOXIDABLES SUPERDUPLEX

Durante un proceso de soldadura por arco eléctrico, la velocidad de enfriamiento no es lo suficientemente lenta para permitir la formación de austenita, lo que conllevaría a un bajo porcentaje de austenita que provocaría una disminución en la ductilidad del metal de soldadura. Para evitar esta

disminución, el metal de aporte debe contener un mínimo de 9% de níquel, además del porcentaje de nitrógeno que éste contenga.

Si bien el incremento en el contenido de nitrógeno en los aceros inoxidable superdúplex es benéfico al promover la formación de austenita y aumentar la resistencia a la corrosión, su contenido está limitado a un máximo de 0.3% (Tabla 2.7) debido a que mayores contenidos producen porosidades cuando son sometidos a procesos de soldadura al mismo tiempo que promoverán un mayor porcentaje de nitruros en el metal de soldadura.

Tabla 2.7 Composición química de los materiales de aporte de aleaciones dúplex y superdúplex (63).

Designaciones		Composición química (% en peso)							Recomendado para
SANDVIK	AWS/ER	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	N	
22.8.3L	2209	<0.020	0.5	1.6	23	9	3.2	0.16	ER 2205
25.10.4L	2594	<0.020	0.3	0.4	25	9.5	4.0	0.25	ER 2507

El uso de materiales de aporte con un elevado contenido de níquel o nitrógeno reduce efectivamente la proporción Cr_{eq}/Ni_{eq} permitiendo que la austenita se forme a elevadas temperaturas ya que la temperatura solvus de ferrita aumenta. También promueve la formación de austenita durante el enfriamiento (1). El precalentamiento y el control de la temperatura de interpasos pueden ayudar a disminuir la velocidad de enfriamiento en la soldadura y de esta manera, permitir la transformación ferrita/austenita.

Una vez que el material de aporte es escogido, el balance ferrita/austenita en la zona afectada térmicamente puede ser controlada mediante los ciclos térmicos. En la soldadura de los aceros inoxidable superdúplex, el aporte térmico del proceso de soldadura, juega un papel muy importante ya que influencía

directamente los ciclos térmicos que va a experimentar el material a ser soldado y por lo tanto, el porcentaje de ferrita en el metal de soldadura y en la zona afectada térmicamente.

Faucher y Gilber (64) estudiaron la soldadura de los aceros inoxidable dúplex y sugirieron un aporte térmico no menor a 1.5 kJ/mm para permitir la formación de austenita. Sin embargo, encontraron que un excesivo aporte térmico, mayor a 3 kJ/mm así como una temperatura de interpasos mayor a 150°C, podía causar la precipitación de fase sigma en la zona afectada térmicamente, afectando la resistencia a la corrosión. Un bajo aporte térmico (<1.5 kJ/mm) causa una velocidad de enfriamiento muy rápida, lo cual no permite la formación de austenita durante el enfriamiento. Por otra parte, un alto aporte térmico (>3 kJ/mm) causa una velocidad de enfriamiento lenta, lo cual permite la formación de austenita durante el enfriamiento, pero al mismo tiempo, promueve la precipitación de fases intermetálicas, como la fase sigma, especialmente en la zona afectada térmicamente y en los metales de soldadura recalentados en el caso de una soldadura multipasos (65).

2.4.3 FORMACION DE FASES INTERMETALICAS EN ACEROS INOXIDABLES SUPERDUPLEX

La formación de fases intermetálicas afecta significativamente la ductilidad, tenacidad y resistencia a la corrosión de las aleaciones superdúplex (65). Debido a su elevado contenido de Cr y Mo, la precipitación de estas fases es inevitable si están expuestas al rango de temperaturas en las que se forman, por lo que están limitadas a un rango de servicio máximo de 300°C (1).

En el caso de los aceros inoxidable superdúplex, por su elevado contenido de Cr, la precipitación de alfa prima debería ser más rápida en comparación con las aleaciones dúplex. Sin embargo, en las aleaciones superdúplex, esta

precipitación se ve retardada debido al elevado contenido de N, lo cual resulta en un bajo porcentaje de ferrita (1).

Sin embargo, en relación a la fase sigma, los elevados contenidos de Cr y Mo aceleran su cinética de formación, lo que los hace más susceptibles a la formación de fase sigma en comparación con los demás grados dúplex. El diagrama de la Figura 2.23 muestra la temperatura y tiempo de precipitación de fases intermetálicas en un acero inoxidable dúplex 2205, en donde se puede observar que la curva de formación de la fase sigma para el acero inoxidable superdúplex 2507 (línea punteada delgada) es desplazada hacia la izquierda, indicando tiempos menores de formación en comparación conl 2205 (línea continua) y 2304 (línea punteada gruesa).

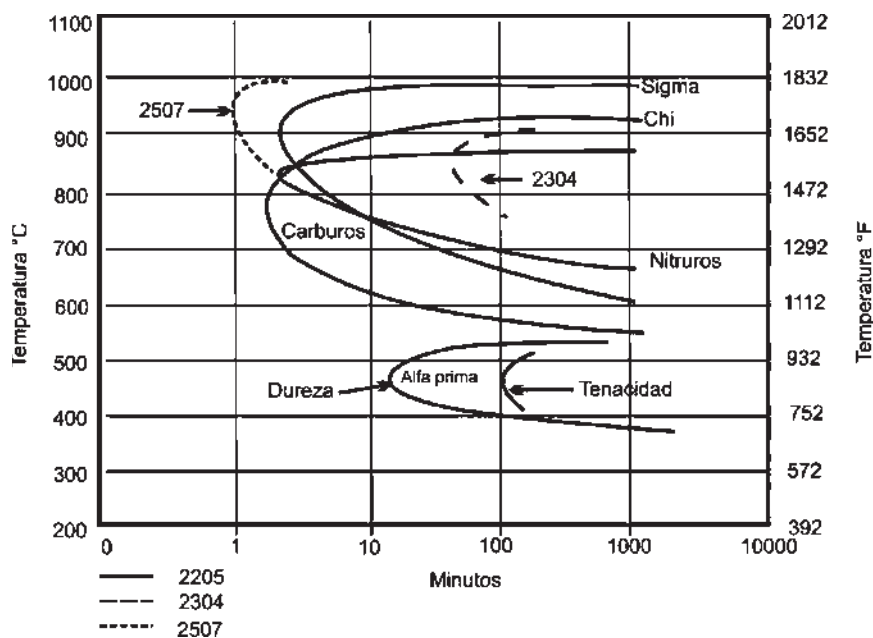


Figura 2.23 Diagrama de precipitación de fases en un acero inoxidable 2205 que muestra las curvas correspondientes a un acero inoxidable dúplex 2304 y acero inoxidable superdúplex 2507 (47).

2.5 PROCESO DE SOLDADURA POR ARCO ELECTRICO CON ELECTRODO CONSUMIBLE Y PROTECCION GASEOSA.

2.5.1 GAS METAL ARC WELDING -GMAW

El proceso de soldadura por arco con electrodo consumible y protección gaseosa (Figura 2.24) se basa en un arco eléctrico que surge entre un alambre-electrodo que se alimenta continuamente y la pieza de trabajo. Dicho proceso se realiza bajo la protección de gas suministrado externamente, el que puede ser inerte, activo o de una mezcla de ambos y que protege a la unión soldada de los efectos dañinos del oxígeno y nitrógeno presentes en el aire (66). Este proceso puede ser operado de manera semiautomática o automática para soldar aceros al carbono, aluminio, aceros inoxidables, aleaciones base níquel, etc., por lo que tiene aplicaciones en los más variados campos de la producción, como pueden ser la industria de construcción de maquinaria, naval, energética, petroquímica, entre otros. Debido a que es un proceso mediante el cual no se genera escoria, por la calidad de los cordones depositados, así como por su fácil manejo de operación, este proceso ha sustituido a la soldadura por arco eléctrico con electrodo revestido y a la soldadura oxiacetilénica.

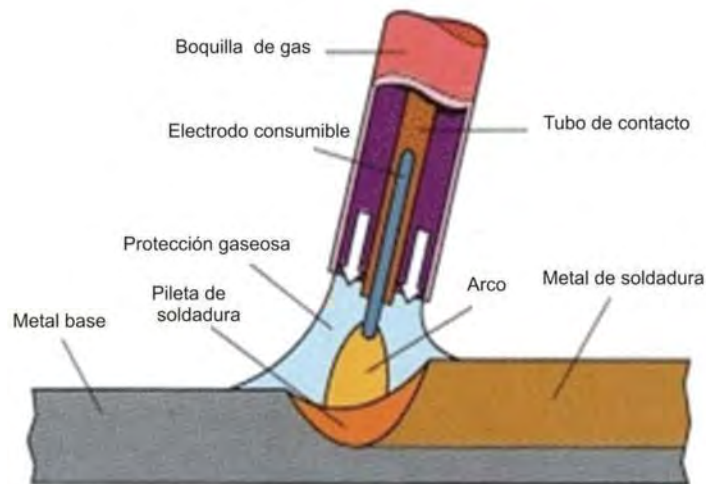


Figura 2.24 Esquematización del proceso GMAW (66)

Las ventajas que ofrece este proceso sobre los demás, es que permite realizar uniones soldadas en cualquier posición por su fácil manejo, se pueden soldar materiales con espesores pequeños de hasta 6 mm y el mantenimiento del equipo es económico en comparación con el costo generado en los demás procesos por arco eléctrico.

El proceso GMAW es considerado un proceso de alto aporte térmico, ya que utiliza valores altos de amperaje y voltaje como 300A-32V, para lograr la fusión del material. En el caso de los aceros inoxidable superdúplex, el uso del proceso GMAW implica la exposición del material a ciclos térmicos que involucran elevadas temperaturas con tiempos prolongados de permanencia. Estas condiciones promoverán diferentes velocidades de enfriamiento desde temperaturas elevadas, mediante lo cual, se puede ocasionar un cambio microestructural en la aleación superdúplex.

2.6 PROCESO DE SOLDADURA POR ARCO ELECTRICO CON ELECTRODO DE TUNGSTENO Y PROTECCION GASEOSA

2.6.1 GAS TUNGSTEN ARC WELDING-GTAW

El proceso de soldadura de arco con electrodo de tungsteno protegido por gas (Figura 2.25) utiliza un electrodo no consumible de aleación de tungsteno fijado a un portaelectrodo para formar un arco eléctrico entre la punta del electrodo y la pieza a soldar. Este proceso puede utilizarse con o sin la adición de material de aporte y emplea un flujo de gas inerte para proteger al electrodo, pileta de soldadura y al metal de soldadura de la contaminación atmosférica (67).

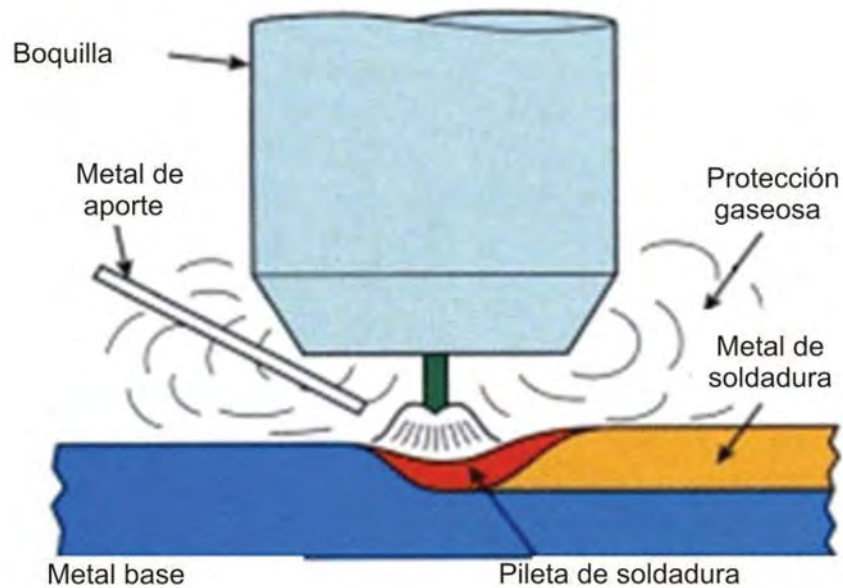


Figura 2.25 Esquematzación del proceso GTAW (67).

Puesto que el proceso GTAW posee las características necesarias para conseguir soldaduras de alta calidad, es ideal para soldar piezas complejas de aplicación en la industria aeroespacial, del petróleo, química, alimenticia, eléctrica y nuclear. Es un proceso enfocado a soldar materiales de espesores menores a 6 mm, por lo que para espesores mayores a 6-8 mm no resulta económico debido a que su tasa de depósito de material de aporte es bajo. Por esta razón, para soldar espesores mayores, generalmente se emplea para realizar el paso de raíz para asegurar un cordón de calidad y penetración completa seguido de los pasos de relleno, en donde se emplea otro proceso de mayor productividad como el GMAW.

Aunque se trata de un proceso manual, se puede automatizar para algunas aplicaciones en serie como el caso de tuberías (GTAW orbital) y fijaciones de placas en intercambiadores de calor. Se puede emplear para soldar la mayoría de las aleaciones existentes, especialmente los aceros inoxidables así como aleaciones de aluminio por su bajo aporte térmico.

A diferencia del proceso GMAW, el proceso GTAW se considera un proceso de bajo aporte térmico debido a que se utilizan valores de amperaje y voltaje bajos (110A-10V) en comparación con los utilizados en el proceso GMAW (300A-30V). Por esta razón, los ciclos térmicos generados en el proceso GTAW, involucran temperaturas y tiempos de permanencia menores que en GMAW, lo que implica un posible cambio microestructural en el acero inoxidable superdúplex al promover diferentes velocidades de enfriamiento desde temperaturas elevadas.

2.7 PREDICCIÓN DE FERRITA: DIAGRAMA WRC-1992

La predicción de la microestructura de la unión soldada de los aceros inoxidables ha sido un tema de gran importancia durante los últimos 75 años, para lo cual se han desarrollado diagramas predictivos y ecuaciones que están basados en la composición química de la aleación de interés (1). En el caso de las aleaciones dúplex, es de gran importancia obtener en la unión soldada un balance microestructural de ferrita – austenita por las siguientes razones:

- 1) Solidifican como 100% ferrita, por lo que la microestructura final tendrá un mayor porcentaje de ferrita dependiendo de la velocidad de enfriamiento, lo que afecta el comportamiento mecánico final de la unión soldada y,
- 2) Debido al porcentaje de ferrita, son susceptibles a la precipitación de fases secundarias debido a la inestabilidad de la ferrita.

Se han desarrollado diagramas predictivos del contenido de ferrita especialmente para las aleaciones dúplex. En 1992, Kotecki y Siewert (68), propusieron un nuevo diagrama para predecir el contenido final de ferrita en aleaciones dúplex y austeníticas.

Actualmente, el diagrama WRC-1992, que se muestra en la Figura 2.26, es el más utilizado para la predicción del contenido de ferrita en uniones soldadas de aleaciones dúplex y austeníticas debido a su alta precisión. En este caso, se calculan el Cr_{eq} y Ni_{eq} del material base y del material de aporte. Posteriormente se trazan las coordenadas correspondientes al Cr_{eq} y Ni_{eq} de ambos materiales y se unen trazando una línea. Debido a que los materiales a unir son de la misma familia dúplex, el punto correspondiente al metal de soldadura se encontrará en la línea trazada entre el material de aporte y el material base. La ubicación específica de este punto dependerá del grado de dilución con que se trabaje. De acuerdo a la literatura, el porcentaje de dilución en el proceso GTAW y GMAW será del 40 al 45% y del 45 al 50% respectivamente (69).

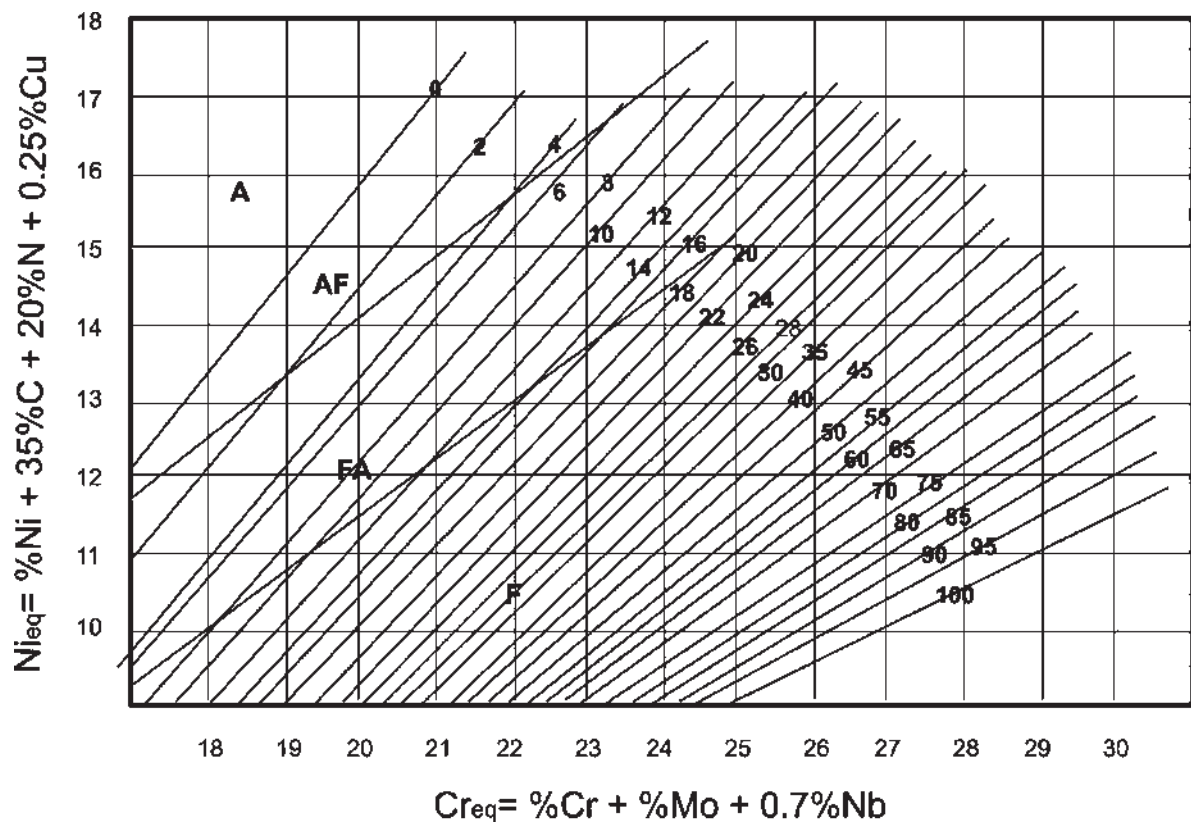


Figura 2.26 Diagrama WRC-1992 (68).

2.8 CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL: TECNICAS DE MICROSCOPIA

Tres tipos de técnicas de microscopía pueden ser distinguidas para la caracterización de materiales, las cuales son la microscopía óptica, la microscopía electrónica de barrido y la microscopía electrónica de transmisión (70). La técnica más antigua es la microscopía óptica, la cual fue utilizada por primera vez por Zacharias and Hans Janssen, Antoni van Leeuwenhoek, Robert Hooke entre otros, cuando lograron fabricar lentes para visualizar objetos pequeños que se encontraban en el orden de las micras, generalmente de tipo biológico (71).

Durante ese periodo, fabricar las lentes y su pulido era considerado un arte, por lo que no cualquiera tenía la capacidad de hacer dicho trabajo. Sin embargo, hasta algún tiempo después de que se tuvo una mejor comprensión sobre el comportamiento de la luz y que las técnicas de producción de lentes fueron mejoradas, el número de aplicaciones creció considerablemente. Las limitaciones de la microscopía óptica se manifestaron al existir un marcado interés de observar objetos más pequeños, los cuales se encontraban en el orden de los angstrom o nanómetros. Esta necesidad, motivó el desarrollo de la microscopía electrónica, logrando un avance significativo en la caracterización de materiales con la invención del microscopio electrónico de barrido y el microscopio electrónico de transmisión (72) (73) (74) (75) (76) (77).

En este trabajo se ocuparon únicamente las técnicas de microscopía óptica y la microscopía electrónica de barrido. Esta sección se enfocará únicamente en la microscopía electrónica de barrido.

2.8.1 MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

El microscopio electrónico de barrido (MEB) se utiliza para la observación y análisis de superficies suministrando información topográfica y morfológica de muestras sólidas orgánicas e inorgánicas. Desde su desarrollo en la década de los 50's, este tipo de microscopios han contribuido al desarrollo de áreas de estudio en la medicina y las ciencias físicas ya que ha permitido a los científicos examinar una vasta variedad de muestras, lo que lo hace uno de los instrumentos más usados actualmente en el campo de la investigación (78) ya que está diseñado para el estudio directo de las superficies de objetos sólidos (79).

El MEB es un instrumento que produce una imagen utilizando un haz de electrones que incide sobre la muestra. Este haz de electrones sigue un patrón vertical a través del microscopio, dirigiéndose hacia la muestra. Una vez que este haz choca con la muestra, existe una interacción de estos electrones con los átomos de la misma, surgiendo señales tales como electrones secundarios, electrones retrodispersados, rayos X característicos, electrones Auger y catodoluminiscencia, que son captadas por un detector. Este detector convierte las señales captadas en señales electrónicas, las cuales son proyectadas en un tubo de rayos catódicos, formándose de esta manera, la imagen (78) .

De todas las señales generadas por la interacción entre el haz de electrones y la muestra, son los electrones secundarios, rayos X y electrones primarios retrodispersados los que son de mayor utilidad ya que cada una, permite obtener las distintas características que posee la muestra, por lo que generalmente, el MEB tiene detectores para este tipo de señales.

2.8.2 SEÑAL DE ELECTRONES SECUNDARIOS

Los electrones secundarios son utilizados para obtener imágenes de la superficie de la muestra, ya que las características de la superficie influyen significativamente en la interacción con los electrones secundarios que son captados por el detector desde cualquier punto de la muestra, por lo que se puede obtener una imagen de “*relieve*”, revelándose de esta manera, la topografía de su superficie (73).

2.8.3 SEÑAL DE RAYOS X

Los rayos X generados por la interacción del haz de electrones sobre la muestra, tienen una energía característica única de cada elemento en la que se originó. Por lo tanto, estas señales son recolectadas por el detector para conocer la composición química elemental de la zona de escaneo y establecer su concentración, lo que se conoce como *microanálisis*, que puede ser cuantitativo o cualitativo (80). Mediante el uso de rayos X, también se pueden realizar mapeos y perfiles lineales. El mapeo consiste en la obtención de la composición química elemental y concentración en un área grande en específico sobre la muestra, mientras que los perfiles se obtienen mediante una línea sobre la muestra, la cual es seguida por el haz de electrones para obtener la composición química elemental y la concentración a lo largo de esa línea (80). La estructura cristalina de un material también puede ser obtenida mediante la difracción de Rayos X.

2.8.4 SEÑAL DE ELECTRONES PRIMARIOS RETRODISPERSADOS

El uso de electrones primarios retrodispersados, también conocido como EBSD* provee una imagen con un contraste que está en función de su composición química elemental y de la topografía de la superficie. La eficiencia de este tipo

*Electron Back Scattered Diffraction, Difracción por electrones retrodispersados.

de electrones es proporcional al número atómico del elemento en la muestra, lo que resulta en una imagen con un gran contraste, en donde se puede observar que a mayor número atómico, la imagen es más clara que la obtenida con un bajo número atómico (80).

La señal de electrones primarios retrodispersados también tiene la característica de permitir la identificación de estructuras cristalinas y por lo tanto, la identificación de fases presentes en la muestra de estudio. En el MEB, la señal de electrones primarios retrodispersados provee de un patrón de difracción, el cual consiste en pares de líneas paralelas, que se intersectan en varios puntos. Estas líneas son conocidas como líneas o bandas de Kikuchi, quien las observó por primera vez en 1928 (80) y las cuales cumplen con la ley de Bragg.

El punto en el que estas líneas se interceptan, representa una dirección cristalográfica única de cada fase/estructura cristalina, lo que se utiliza para identificar las fases presentes en el material bajo estudio utilizando EBSD.

Durante la etapa inicial del desarrollo de identificación de estructuras cristalinas por medio de EBSD, los patrones de difracción se registraban en papel fotográfico (81) y posteriormente, se realizaba la indexación de los patrones de difracción de forma manual para poder compararla con la indexación ya calculada de las estructuras cristalinas. Una vez que se comparaban los datos, se podía lograr la identificación de estructuras cristalinas con certeza, lo cual era una tarea compleja y tardada.

La indexación asistida por computadora de los patrones de difracción fue desarrollada en el periodo de 1982 a 1984 (81) en donde la indexación de los patrones de difracción obtenidos de la muestra, se realizaba de manera

automática mediante el software. Posteriormente, a medida que avanzaron los años, se hicieron grandes mejoras a la identificación “*automática*” de estructuras cristalinas mediante EBSD, siendo la más significativa, el desarrollo de la técnica de OIM®*, mediante la cual, la identificación de fases mediante patrones de difracción generados por electrones primarios retrodispersados es completamente automática y por lo tanto, una tarea menos compleja y tardada que se reduce únicamente a la preparación de la muestra de estudio.

* Orientation Imaging Microscopy, Microscopía de Orientación de Imagen.

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 MATERIALES

Los materiales utilizados en este trabajo fueron el Acero Inoxidable Superdúplex SAF 2507 (AISD SAF 2507) como material base y como materiales de aporte, electrodos del tipo superdúplex y dúplex, con especificación ER 25.10.4L y ER 2209 respectivamente. La composición química típica de cada uno de ellos se muestra en la Tabla 3.1. La diferencia entre los dos materiales de aporte es la cantidad de N, Cr, Ni y Mo que contienen. La composición química asegura que el material tenga una microestructura bifásica de ferrita + austenita a temperatura ambiente al estar balanceados los elementos de aleación, en donde el Cr y Mo que son elementos alfégenos, son los responsables de estabilizar la ferrita y el N, Ni y C, elementos gamágenos, los responsables de estabilizar la austenita (82) .

Tabla 3.1. Rangos de la composición química del AISD SAF 2507 (83) y materiales de aporte ER 25.10.4L (84) y ER 2209 (84).

Designación	Composición química										
	C	Mn	S	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	N	Fe	PREN
SAF 2507	0.030	1.20	0.020	0.80	24-26	6.0-8.0	3.0-5.0	0.50	0.24-0.32	Bal.	42
ER 25.10.4L	0.04	0.5-2.5	0.03	1.00	24.7-27.0	8.5-11.0	2.9-3.9	1.5-3.0	0.08-0.25	Bal.	44
ER 2209	0.03	0.50-2.0	0.03	0.90	21.5-23.5	7.5-9.5	2.5-3.5	0.75	0.08-0.20	Bal.	38

3.2 CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL

La caracterización microestructural fue realizada en el material en su condición de recibido para conocer la microestructura inicial del material, bajo la aplicación de tratamiento térmicos, en su condición de soldadura y bajo la

simulación de la zona afectada térmicamente en el Gleeble ®, todo esto mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

La zona analizada en su condición de soldadura, fue la zona afectada térmicamente correspondiente al primer cordón de soldadura depositado, como se muestra en la Figura 3.1.

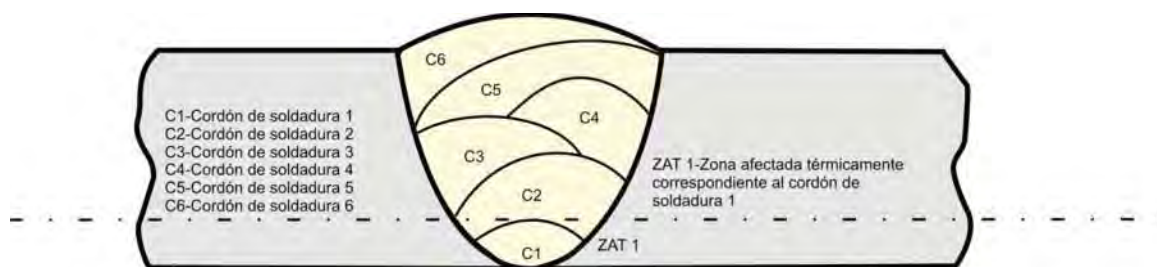


Figura 3.1. Zona analizada correspondiente a la zona afectada térmicamente del primer cordón depositado.

Las probetas para la caracterización por microscopía óptica fueron montadas en baquelita conductiva y fueron preparadas mediante el procedimiento tradicional de lijado y pulido con pasta de diamante de 6, 3 y 1 micras. Para revelar la microestructura del AISD SAF 2507 se utilizó un ataque electrolítico específico para diferenciar las fases ferrita, austenita y sigma en las aleaciones superdúplex que consiste en una solución de hidróxido de sodio, el cual permite la observación tanto en microscopía óptica como en microscopía electrónica de barrido. En microscopía óptica, el ataque confiere una clara diferenciación entre la ferrita, la austenita y la fase sigma mientras que en microscopía electrónica de barrido, confiere una imagen de electrones secundarios con un contraste adecuado para la identificación de las tres fases.

3.3 DIAGRAMAS DE PRECIPITACIÓN DE FASES EN EL AISD SAF 2507

De acuerdo a la composición química, se determinó el diagrama de equilibrio del AISD SAF 2507 utilizando los programas termodinámicos JMatPro® y ThermoCalc®, utilizando la base de datos de la Universidad Estatal de Ohio. Estos programas permiten calcular una amplia variedad de propiedades físicas, químicas y microestructurales para aleaciones que son particularmente utilizadas en la industria. De igual manera, permiten obtener los diagramas de equilibrio, diagramas de enfriamiento continuo y de precipitación de fases presentes en el material en función de la temperatura con los porcentajes estimados de cada una de ellas para poder *estimar* las fases presentes en el material sometido a tratamientos térmicos, en su condición de soldadura y bajo la simulación de la zona afectada térmicamente, todo en función de la temperatura y tiempo de permanencia.

3.4 MEDICION DE PORCENTAJE DE FASES

La medición del porcentaje de fases en el AISD SAF 2507 fue realizada mediante el programa de análisis de imagen SigmaScan®, el cual se basa en la diferencia de contraste en las imágenes para calcular el porcentaje presente de cada fase. Debido al ataque electrolítico utilizado, se obtuvieron imágenes con una clara diferenciación de la ferrita, la austenita y la fase sigma mediante el uso de microscopía óptica, lo que simplificó la medición mediante el programa de análisis de imagen. La medición del porcentaje de fases ayuda a conocer el cambio microestructural en el material bajo cada una de las condiciones experimentales.

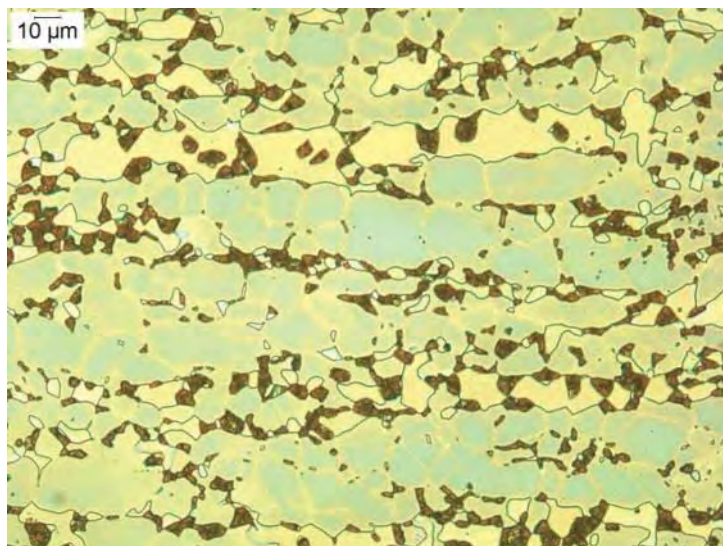


Figura 3.2 Diferenciación de fase sigma (fase obscura), fase austenita (fase clara) y fase ferrita (fase azulada) en un AISD SAF 2507 mediante el ataque electrolítico de NaOH.

3.5 CICLOS TERMICOS

Para facilitar el estudio de la precipitación de la fase sigma y poder obtener el rango de temperaturas de formación y corroborar los diagramas de precipitación obtenidos mediante JMatPro®, se aplicaron ciclos térmicos en piezas de AISD SAF 2507 con dimensiones de 1cm² y espesor de 6 mm, los cuales se realizaron en un horno previamente calibrado. La tabla 3.2 muestra las condiciones de cada ciclo térmico impuesto y la Figura 3.3, la representación gráfica de los ciclos térmicos.

Tabla 3.2 Ciclos térmicos impuestos al AISD SAF 2507.

Muestra/Temperatura								Tiempo de permanencia
A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	
200°C	300°C	400°C	500°C	600°C	700°C	800°C	900°C	20 minutos

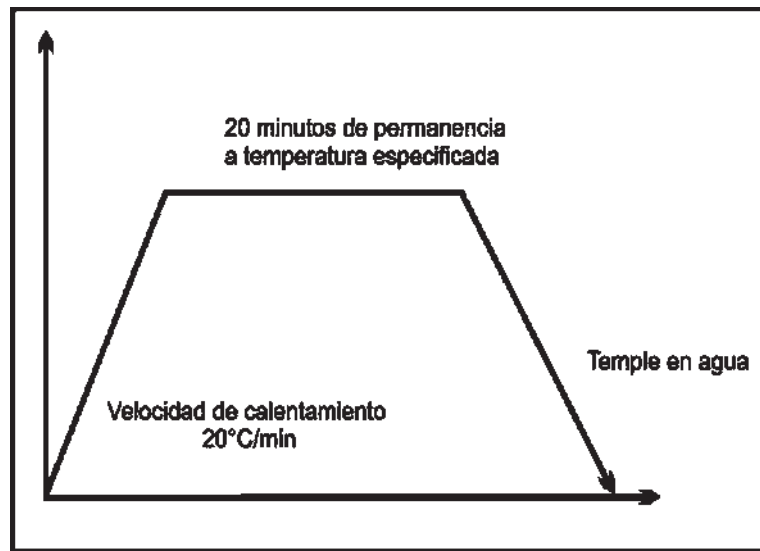


Figura 3.3 Ciclo térmico aplicado a las piezas de acero inoxidable superdúplex.

3.6 PROCEDIMIENTO DE SOLDADURA

Para estudiar la influencia de los ciclos térmicos de soldadura y la velocidad de enfriamiento sobre la precipitación de la fase sigma en la ZAT correspondiente al primer cordón de soldadura depositado en condiciones reales, se realizaron uniones multipasos mediante dos diferentes procesos de soldadura por arco eléctrico GMAW y GTAW, que involucran un alto y bajo aporte térmico respectivamente, lo cual estará en función de las variables de soldadura, que se muestran posteriormente.

Para las uniones soldadas mediante GTAW, se establecieron tres temperaturas de interpasos con el objetivo de conocer la susceptibilidad de formación de la fase sigma en el AISD SAF 2507 en función de los ciclos térmicos de soldadura. Las temperaturas de interpasos se establecieron también debido a que el proceso GTAW provee un aporte térmico menor para lograr la fusión del material y por lo tanto, involucra una velocidad de enfriamiento rápida en comparación con otros procesos de soldadura, como el proceso GMAW, que involucra un alto aporte térmico. Para realizar las uniones soldadas, se seccionaron 6 placas de AISD SAF 2507 de 36 cm x 8 cm y el material de aporte

utilizado fue del tipo superdúplex con especificación ER 25.10.4L. La Figura 3.4 muestra la preparación de las placas a unir, de acuerdo a lo recomendado por el fabricante del AISD SAF 2507 para obtener una penetración completa y la Tabla 3.3 muestra las variables operativas del procedimiento de soldadura.

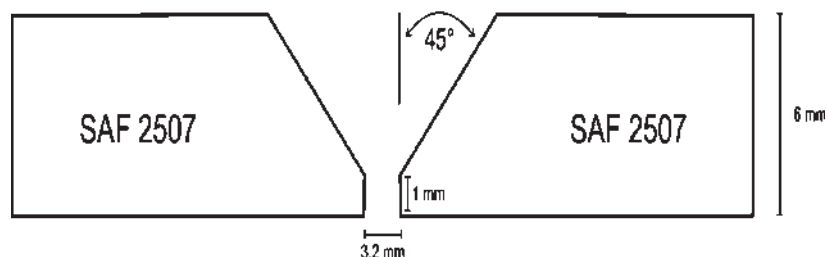


Figura 3.4 Preparación de borde de las placas de acero inoxidable superdúplex.

El proceso de soldadura GMAW aporta una energía mayor - en comparación con el proceso GTAW- para lograr la fusión del material a ser soldado. Debido a esto, la velocidad de enfriamiento en una soldadura multipasos va a ser muy lenta en comparación con una soldadura multipasos realizada mediante el proceso GTAW. Al mismo tiempo, la temperatura de interpasos será elevada, y por lo tanto, se puede encontrar dentro del rango de formación de la fase sigma.

Por esta razón, las uniones soldadas mediante el proceso GMAW fueron realizadas depositando los cordones de soldadura uno inmediatamente después de otro, mediante lo cual se comprobaría la hipótesis establecida en este trabajo sobre la formación de fase sigma en uniones multipasadas.

Para realizar las uniones soldadas, se seccionaron 6 placas de AISD SAF 2507 de 36 cm x 8 cm manteniendo su espesor original (6 mm) y se utilizaron dos materiales de aporte del tipo dúplex y superdúplex con especificación ER 2209 y ER 25.10.4L respectivamente. La preparación de las placas a ser unidas se muestra en la Figura 3.3, de acuerdo a lo recomendado por el fabricante del AISD SAF 2507 para obtener una penetración completa y la Tabla 3.3 muestra

las variables operativas del procedimiento de soldadura. En este caso, se utilizaron tres gases de protección con variaciones en el contenido de nitrógeno para conocer su influencia sobre la susceptibilidad a la formación de la fase sigma en una soldadura multipasos de AISI 304.

Las uniones soldadas mediante GTAW fueron realizadas manualmente por un soldador calificado y las uniones GMAW, mediante la automatización del equipo en donde la antorcha fue colocada en un sistema de desplazamiento con un regulador de velocidad. Las placas a unir fueron sujetadas a una placa disipadora de calor para evitar la deformación de las mismas, como se muestra en la Figura 3.5.

Tabla 3.3. Variables operativas de los procedimientos de soldadura.

GTAW							
Amperaje (A)	Voltaje (V)	Velocidad de avance (mm/s)	Material de aporte	Gas de protección	Flujo de gas de protección (lt/min)	Temperatura de interpasos (°C)	Aporte térmico kJ/mm
110	10	8	ER 25.10.4L	Ar	20	30	
110	10	8	ER 25.10.4L	Ar	20	150	.11
110	10	8	ER 25.10.4L	Ar	20	400	
GMAW							
300	30	3	ER 25.10.4L	Ar	20	500	
300	30	3	ER 25.10.4L	Ar-3%N	20	500	
300	30	3	ER 25.10.4L	Ar-6%N	20	500	2.25
300	30	3	ER 2209	Ar	20	500	
300	30	3	ER 2209	Ar-3%N	20	500	
300	30	3	ER 2209	Ar-6%N	20	500	



Figura 3.5. Placas de acero inoxidable superdúplex sujetadas por una placa disipadora de calor.

3.7 MEDICION DE TEMPERATURA

Los ciclos térmicos en las uniones soldadas fueron obtenidos mediante el uso de termopares tipo K en diferentes zonas de la unión soldada usando el sistema de adquisición de datos LabView®. Se utilizaron cuatro termopares de 1 mm de diámetro, los cuales fueron colocados a la superficie inferior de la placa en diferentes distancias, como se muestra en la Figura 3.6.

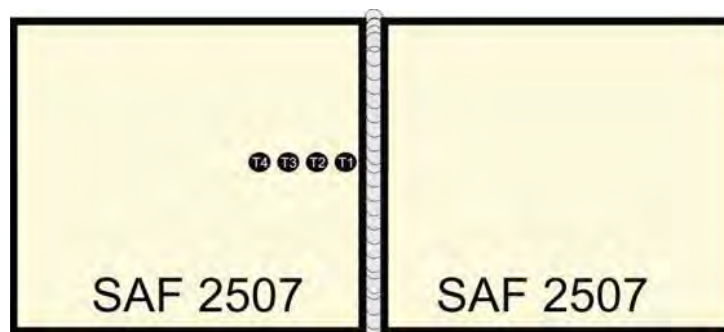


Figura 3.6 Colocación de termopares para la medición de temperaturas en la unión soldada de acero inoxidable superdúplex.

3.8 ENSAYO DE RESISTENCIA A LA TENSION

Para conocer el comportamiento de las uniones soldadas cuando se someten a esfuerzos de tensión, se realizaron ensayos de acuerdo al código ASME IX. La Figura 3.7 muestra las dimensiones de la probeta estándar para realizar los ensayos de acuerdo a la especificación del código.

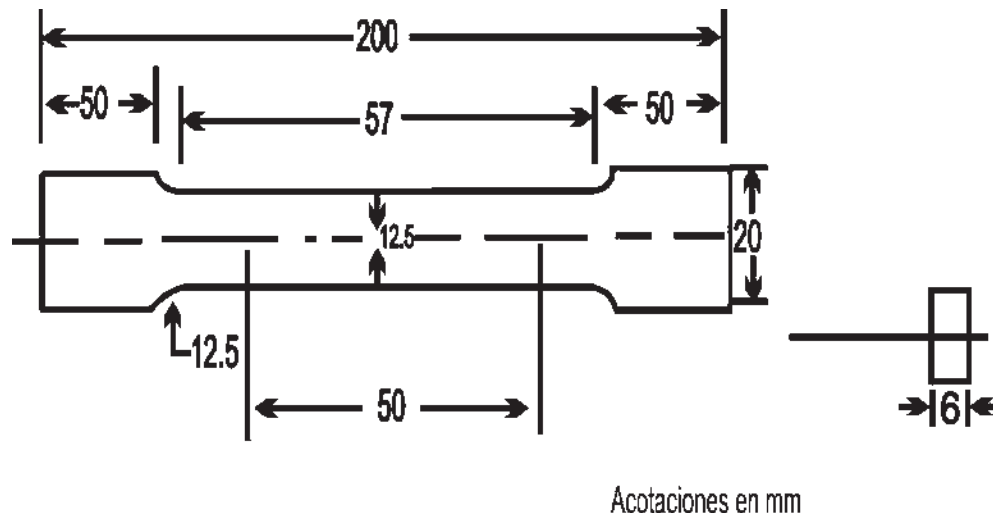


Figura 3.7 Dimensiones de la probeta estándar de tensión de acuerdo al código ASTM E 8/E 8M-08 (85).

3.9 SIMULACION DE CICLOS TERMICOS DE SOLDADURA

Se realizó la simulación de los ciclos térmicos de una soldadura multipasos mediante el uso del equipo Gleeble® 3800 para analizar el cambio microestructural debido a los ciclos térmicos y conocer la susceptibilidad del AISD SAF 2507 para la formación de la fase sigma. De esta manera, se pueden comparar la microestructura de las uniones soldadas con las obtenidas bajo la simulación de los ciclos térmicos de una soldadura multipasos.

En el Gleeble®, el ciclo térmico es medido y controlado por medio de un termopar tipo S, que es soldado a la superficie de la probeta.

La probeta utilizada fue una subprobeta estándar de tensión como la mostrada en la Figura 3.8. El sistema de calentamiento con el que cuenta el Gleeble por efecto Joule, permite obtener velocidades de calentamiento de hasta $20\,000^{\circ}\text{C/s}$, lo que a su vez permite que la velocidad de calentamiento en la simulación del ciclo térmico sea prácticamente instantánea, lo que representa de una manera certera, un ciclo térmico de soldadura real.

El enfriamiento es a través de las piezas de cobre que sujetan a la pieza, permitiendo velocidades de enfriamiento de hasta 100°C/s . La Figura 3.9 muestra a detalle la colocación de las probetas en el Gleeble 3800®.

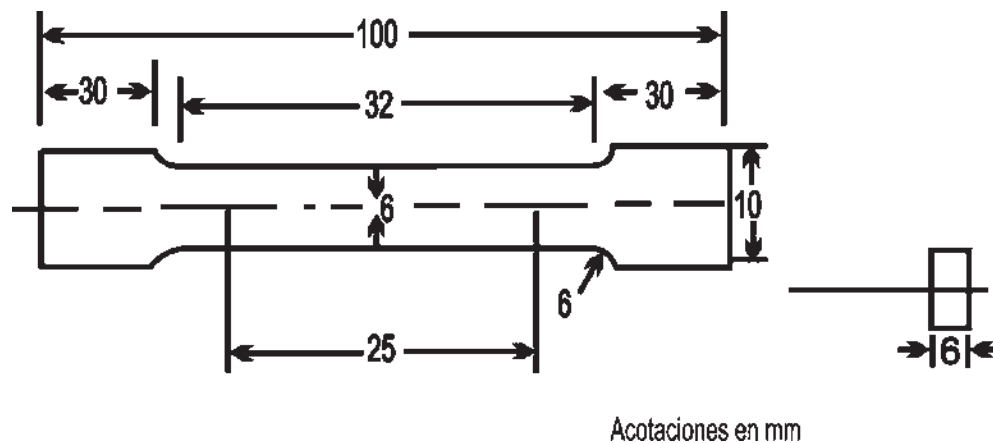


Figura 3.8. Dimensiones de la subprobeta estándar de tensión utilizada para la simulación de los ciclos térmicos en el Gleeble de acuerdo al código ASTM (85).

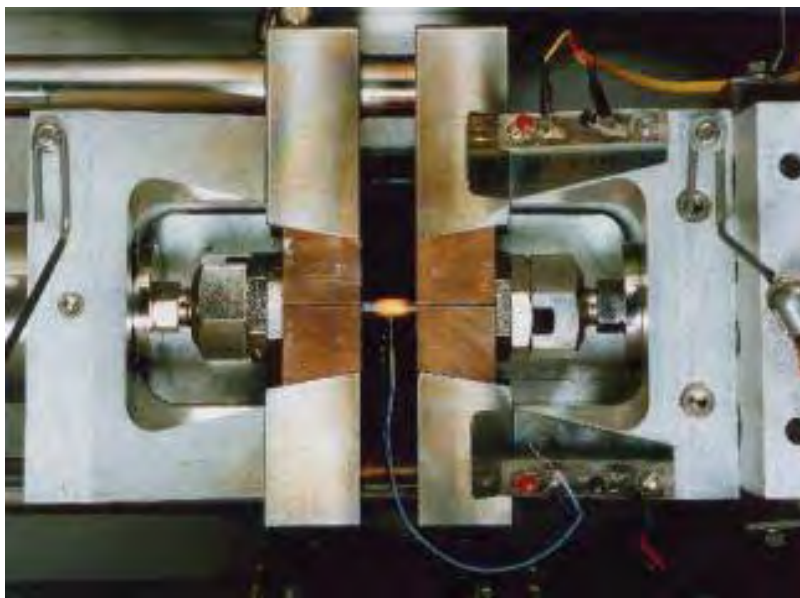


Figura 3.9 Colocación de las probetas en el Gleeble.

Con el objetivo de simular la zona afectada térmicamente de los dos procesos de soldadura con alto aporte térmico como GMAW que involucra una velocidad de enfriamiento lenta y bajo aporte térmico como GTAW que involucra una velocidad de enfriamiento rápida, se establecieron dos condiciones para las probetas a ensayar. En la primera condición se estableció un área de ensayo de 1 cm^2 para simular la zona afectada térmicamente con una velocidad de enfriamiento rápida durante el proceso de soldadura GTAW, lo cual está en base a los datos reportados de la dimensión de la zona afectada térmicamente de un acero inoxidable dúplex SAF 2205 mediante el proceso GTAW (86). Tomando en cuenta estos datos, para simular la zona afectada térmicamente con una velocidad de enfriamiento baja durante el proceso de soldadura GMAW se estableció un área de ensayo de 2 cm^2 .

Inicialmente, se realizó un tratamiento térmico de *ferritización* con distintos tiempos para promover una ferritización completa en la probeta a ensayar antes de someterla a la simulación de los ciclos térmicos de soldadura, los que se muestran en la Tabla 3.4. El ciclo térmico que se aplicó en las muestras de AISD SAF 2507, fue establecido de acuerdo a los cálculos realizados mediante el uso de ecuaciones de transferencia de calor, lo cual concuerda con lo reportado en la literatura (86).

Tabla 3.4 Ciclos térmicos aplicados al AISD SAF 2507.

Muestra	Ciclo de ferritización	Ciclo térmico de soldadura	Velocidad de calentamiento
C1	1300°C-1s	----	350°C/s
C2	1300°C-2s	----	
C3	1300°C-5s	----	
C4	1300-10s-NCR (termopar fundido)	----	
C5	1300-10s	----	
C6	1300-10s	Ciclo térmico experimental 1	
C7	1300-10s	Ciclo térmico experimental 2	
C8	1300-10s	Ciclo térmico experimental 3	
C9	1300-10s	Ciclo térmico simulado	
C10	1300-10s	Ciclo térmico simulado	
C11	1300-10s	Ciclo térmico simulado	
C12	1300-10s	Ciclo térmico simulado	

Para realizar los cálculos necesarios para conocer la temperatura pico y la velocidad de enfriamiento en el rango de 1200-800°C, se utilizan ecuaciones de flujo de calor. Rosenthal (87), fue el primero en considerar que durante un proceso de soldadura, una fuente de calor en movimiento se aplica sobre la pieza de trabajo para lograr su fusión sin sufrir cambios en la distribución de temperatura y geometría del cordón de soldadura con el tiempo.

Para obtener ecuaciones analíticas de flujo de calor, Rosenthal consideró simples suposiciones durante un proceso de soldadura como:

- 1) Flujo de calor estable
- 2) Fuente de calor
- 3) Propiedades térmicas constantes

Sin embargo, investigadores como Easterling y Adams (87), han derivado diferentes soluciones a las ecuaciones de Rosenthal y propuesto ecuaciones más simplificadas. En este trabajo en particular, se utilizaron las ecuaciones de distribución de calor propuestas por Easterling para calcular la temperatura pico, el tiempo de permanencia en el rango de 1200-800°C y la velocidad de enfriamiento de cada una de las soldaduras experimentales.

El rango de 1200-800°C es de gran importancia debido a que es el rango en el que ocurre la transformación ferrita-austenita en los aceros inoxidable superdúplex. Por esta razón, el tiempo de permanencia en este rango va a definir el porcentaje de ferrita que transforma a austenita durante el enfriamiento, por lo que, entre más tiempo, mayor es la cantidad de austenita. Para calcular el tiempo de permanencia en el rango de 1200-800°C, se utilizó la ecuación propuesta por Sieurin y Sandström (88). Por lo tanto, mediante la aplicación de las ecuaciones, se puede calcular la temperatura pico con la

ecuación 1 que experimenta el material a una distancia r de la fuente de calor así como la velocidad de enfriamiento en el rango de 1200-800°C desde la temperatura pico mediante la ecuación (2).

$$Tp - To = \left(\frac{2}{\pi e} \right)^{1/2} \left(\frac{q/v}{d\rho\zeta 2r} \right) \quad 1$$

$$\Delta t_{12/8} = \Delta t_{8/5} \frac{\frac{1}{1073-To} - \frac{1}{1473-To}}{\frac{1}{773-To} - \frac{1}{1073-To}} \quad 2$$

donde q es el calor aportado, v , la velocidad de avance, d , el espesor, ρ , el calor específico, ζ , la densidad, To , la temperatura inicial o de interpasos.

4. RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS

4.1 MATERIALES

La Tabla 4.1 muestra la composición química del material base y materiales de aporte utilizados en este trabajo, la cual corresponde a un Acero Inoxidable Superdúplex SAF 2507 y a los materiales de aporte del tipo dúplex y superdúplex con especificación ER 2209 y ER 25.10.4L respectivamente; de acuerdo a las especificaciones otorgadas por el fabricante. La Figura 4.1 muestra la microestructura bifásica típica del AISD SAF 2507, que consta de islas de austenita (fase clara) sobre una matriz ferrítica (fase oscura).

Tabla 4.1 Composición química del AISD SAF 2507 y metales de aporte en su condición de recibido.

Material	Composición química						
	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N
SAF 2507	0.03	0.407	0.882	5.78	23.40	3.238	0.27
ER 25.10.4L	0.04	0.490	0.509	7.32	21.72	3.009	0.25
ER 2209	0.03	0.457	1.269	7.73	19.98	3.144	0.15



Figura 4.1 Microestructura bifásica de ferrita+austenita del AISD SAF 2507 en su condición de recibido.

4.2 DIAGRAMAS DE FASES EN EL AISD SAF 2507

La Figura 4.2 muestra el diagrama pseudobinario correspondiente al acero inoxidable superdúplex SAF 2507. Para su determinación, se realizaron cálculos termodinámicos mediante el uso del software ThermoCalc®, tomando como base los elementos de aleación mostrados en la Tabla 4.1 para obtener las temperaturas a las cuales toman lugar las fases líquido, ferrita, austenita, sigma, nitruros de cromo y carburos de cromo.

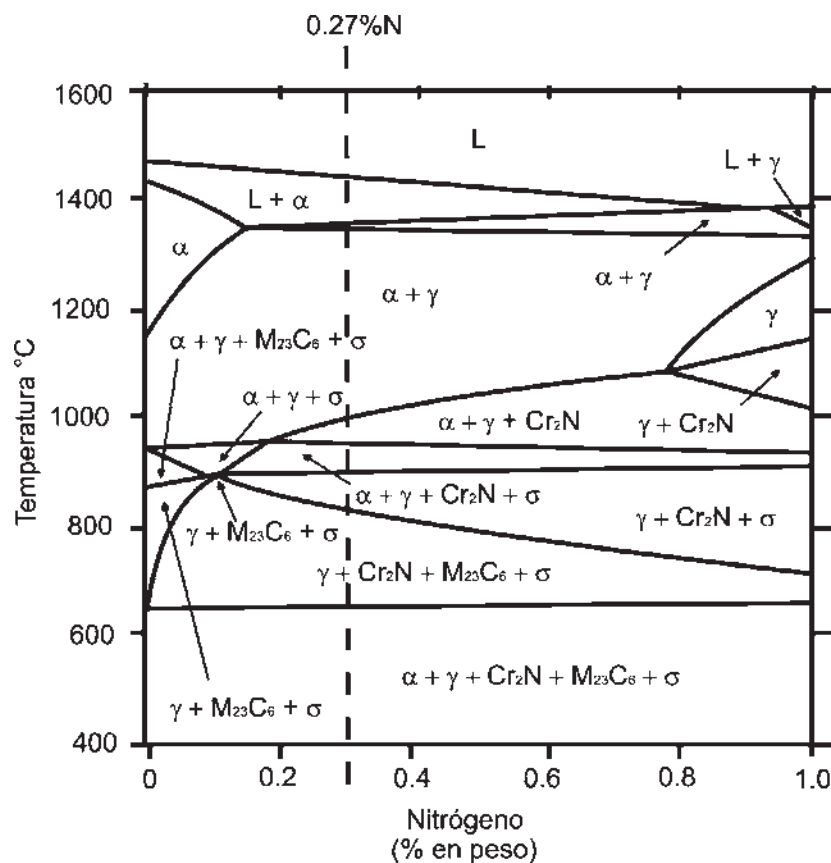


Figura 4.2 Diagrama de equilibrio del AISD SAF 2507. La línea punteada representa el porcentaje de nitrógeno que contiene el AISD SAF 2507 utilizado en esta investigación.

En el diagrama de la Figura 4.2, el porcentaje de nitrógeno fue variado entre 0 y 1%, ya que el porcentaje (0.27%) que contiene la aleación de estudio, está dentro de ese rango y debido a que la diferencia significativa entre el AISD

SAF 2507 y los grados dúplex anteriores, es el porcentaje de nitrógeno, por lo que el nitrógeno es considerado el elemento de aleación que ayuda a la transformación ferrita-austenita durante el enfriamiento (89) (90) (91) (92). Por esta razón, mediante la variación del porcentaje de nitrógeno en el diagrama, se puede observar que las zonas correspondientes al 0.24% de nitrógeno del AISD SAF 2507, son una mezcla de ferrita, austenita, carburos, nitruros y fase sigma en condiciones de equilibrio, lo que será corroborado al aplicar los tratamientos térmicos, procedimiento de soldadura y la simulación de la zona afectada térmicamente.

La Tabla 4.2 muestra las temperaturas de sólidos y líquidos, así como del inicio de precipitación de la fase sigma, austenita, nitruros de cromo y carburos de cromo. Debido a que el AISD SAF 2507 solidifica como ferrita a causa de su composición química, la temperatura de inicio de transformación de ferrita se puede considerar igual a la temperatura de sólidos.

Tabla 4.2 Temperaturas de precipitación de fases del AISD SAF 2507.

Material	Temperatura (°C)		Temperatura de inicio de precipitación (°C)			
	Líquidus	Sólidos	Austenita	Cr ₂ N	M ₂₃ C ₆	Sigma
AISD SAF 2507	1437	1356	1344	999	831	957

Mediante el uso del programa JMatPro®, se obtuvo el diagrama de porcentaje de fases teórico que se muestra en la Figura 4.3 correspondiente al AISD SAF 2507 en función de la temperatura, en donde se puede observar que la ferrita es la fase mayoritaria con un 68%~ a una temperatura de 100°C, junto con la fase sigma con un 16%~, fase chi con un 9%~ y fase austenita en menor cantidad, con un 8%~. Cabe mencionar que el programa JMatPro calcula las fases y porcentajes de fases en condiciones de equilibrio, es decir, tomando en cuenta un enfriamiento lo suficientemente lento para permitir la difusión de los

elementos y consecuentemente, su acomodamiento en la microestructura, por lo que en este diagrama se observa la transformación isotérmica de la fase sigma y de la fase chi.

Fe-0.055C-0.882Mn-0.031P-0.005S-0.407Si-23.4Cr-5.78Ni-3.238Mo-0.278Cu-0.032W-

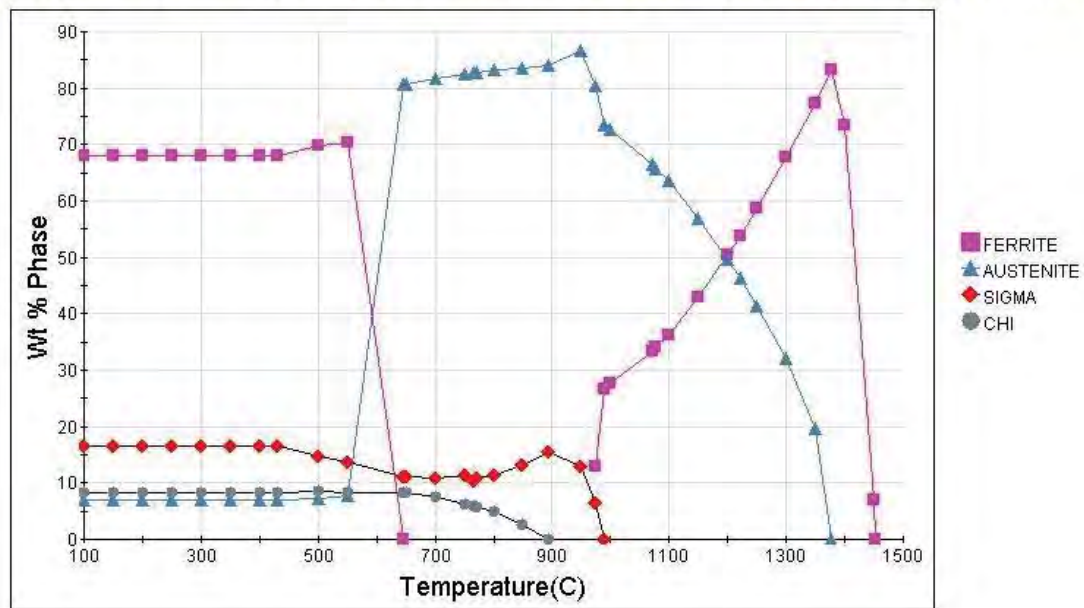


Figura 4.3 Diagrama de porcentaje de fases teórico en condiciones de equilibrio del AISD SAF 2507.

La Figura 4.4 muestra el diagrama de enfriamiento continuo del AISD SAF 2507 en función de la fase sigma y la fase chi, donde se puede observar que esta aleación, desde una temperatura de 1400°C, es susceptible a la precipitación de la fase sigma teniendo una velocidad de enfriamiento de 1°C/s.

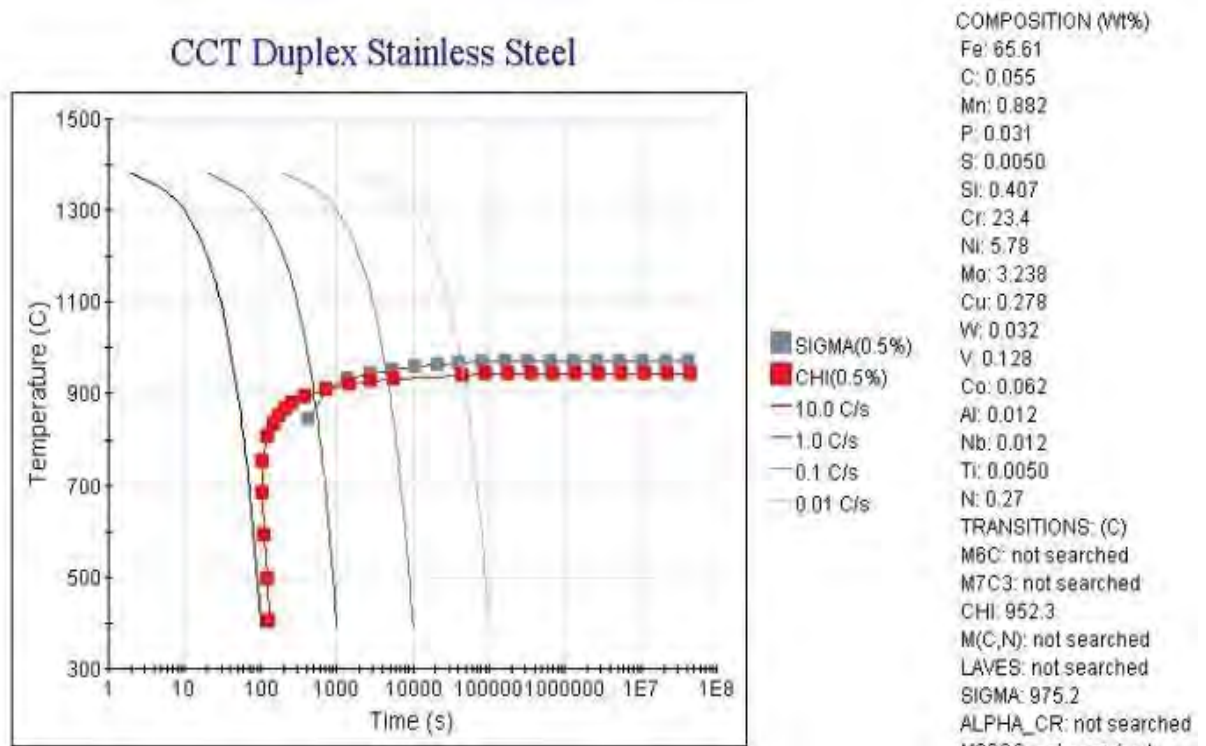


Figura 4.4 Diagrama de enfriamiento continuo del AISD SAF 2507.

La Figura 4.5 muestra el diagrama de tiempo-temperatura-transformación del AISD SAF 2507 en donde se puede observar que la precipitación de la fase sigma ocurre a partir de 90 segundos a 900°C aproximadamente, lo que implica que en una soldadura multipasos, si la temperatura experimentada por la zona afectada térmicamente, es igual a 900°C o aproximada, la fase sigma estará presente en dicha zona.

De acuerdo a la composición química del AISD SAF 2507, los principales elementos de la fase sigma son el Cr, Fe y Mo, en donde el porcentaje presente de cada uno de ellos en la fase sigma formada en condiciones de equilibrio, se muestra en la Figura 4.6, lo que indica que la fase sigma formada a elevadas temperaturas, tendrá la mayor cantidad de Fe (55%~) y Mo (13%~) en el rango de 500-1000°C, mientras que a partir del rango de 100-500°C, el contenido es menor. En cuanto al Cr, éste se encuentra en menor cantidad en el rango de 500-1000°C, mientras que en el rango de 100-500°C, el Cr aumenta su contenido en la fase sigma.

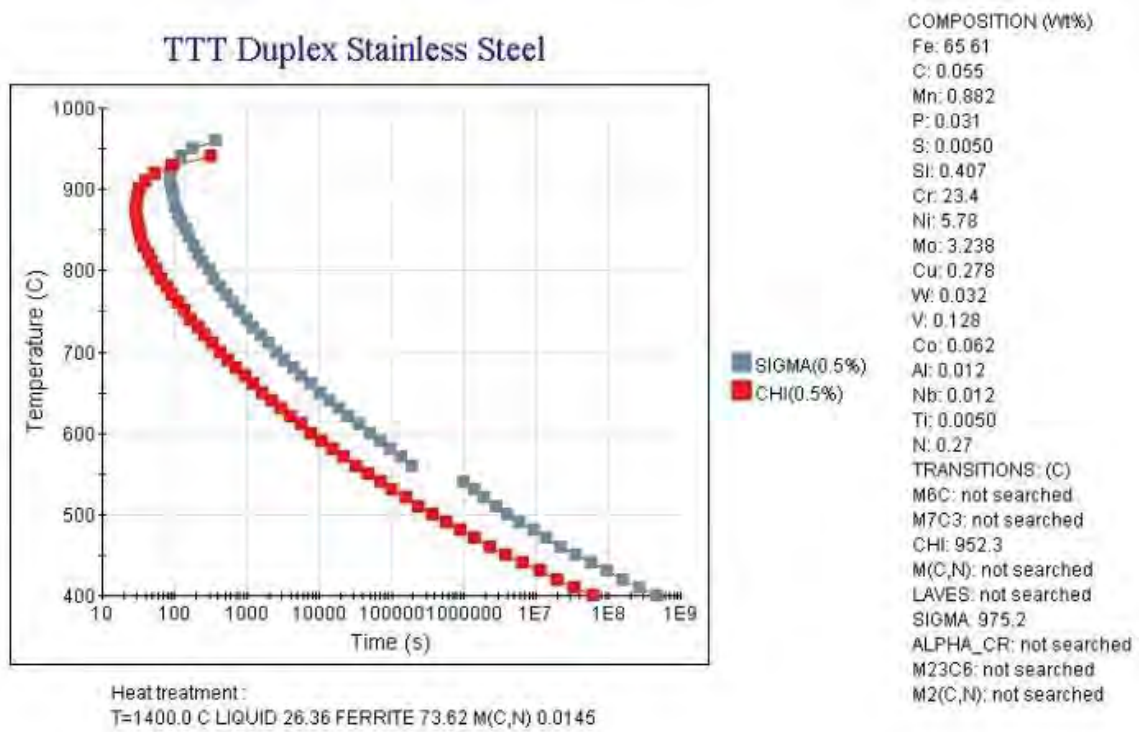


Figura 4.5 Diagrama tiempo-temperatura-transformación del AISD SAF 2507.

Fe-0.055C-0.882Mn-0.031P-0.005S-0.407Si-23.4Cr-5.78Ni-3.238Mo-0.278Cu-0.032W-

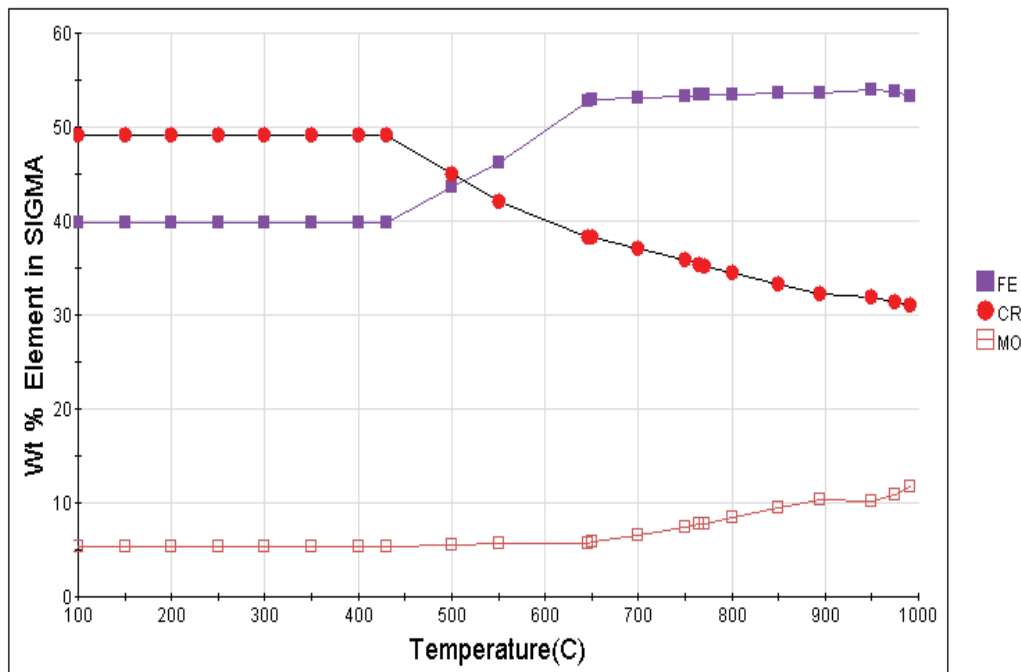


Figura 4.6 Porcentaje de Cr y Mo, principales elementos formadores de la fase sigma en el AISD SAF 2507.

4.3 CICLOS TERMICOS

Se aplicaron los ciclos térmicos a la muestra AISD SAF 2507 en el rango de 200-900°C, lo que fue establecido en función de las temperaturas obtenidas en los diagramas anteriormente citados. En este caso, la precipitación de la fase sigma tuvo lugar únicamente en las muestras sometidas a 800 y 900°C. A pesar de que los altos contenidos de cromo y molibdeno en el AISD SAF 2507 aceleran la cinética de precipitación de la fase sigma, como lo reportaron Stradomsky y Dyja (93) en su investigación sobre la precipitación de fase sigma en las aleaciones dúplex, los resultados mostraron que la fase sigma no se formó, aunque los diagramas de las Figuras 4.2, 4.3 y 4.4 indican que puede precipitar en el rango de 400°C a 950°C.

La Figura 4.7a-f muestra las micrografías de las piezas sometidas en el rango de 200°C a 600°C, en donde se observan únicamente la fase ferrita y la fase austenita.

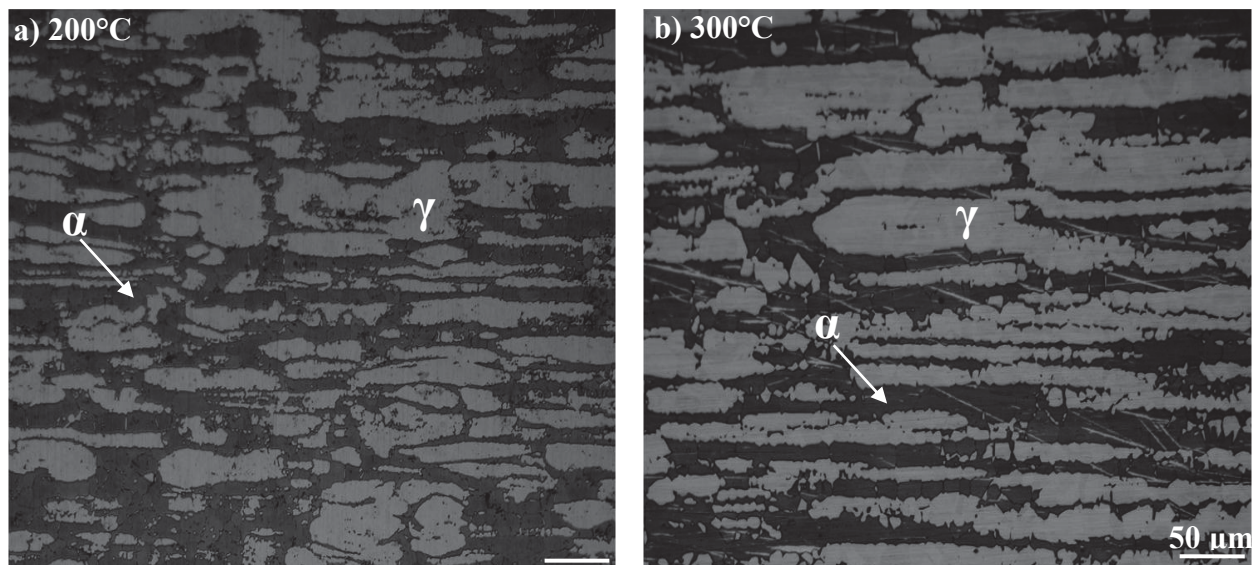
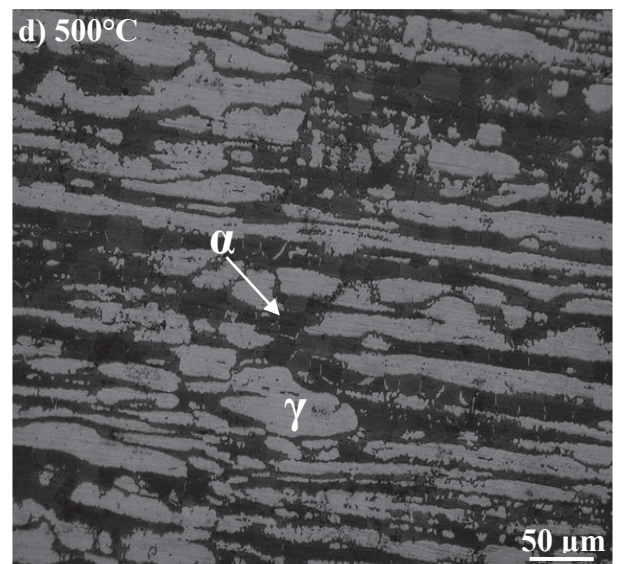
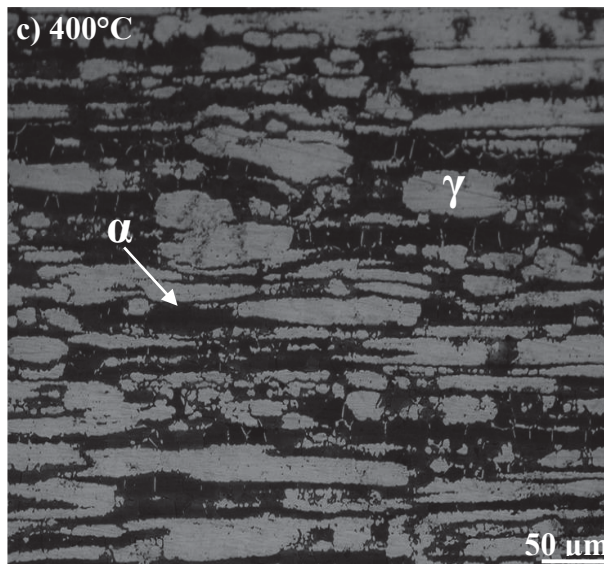
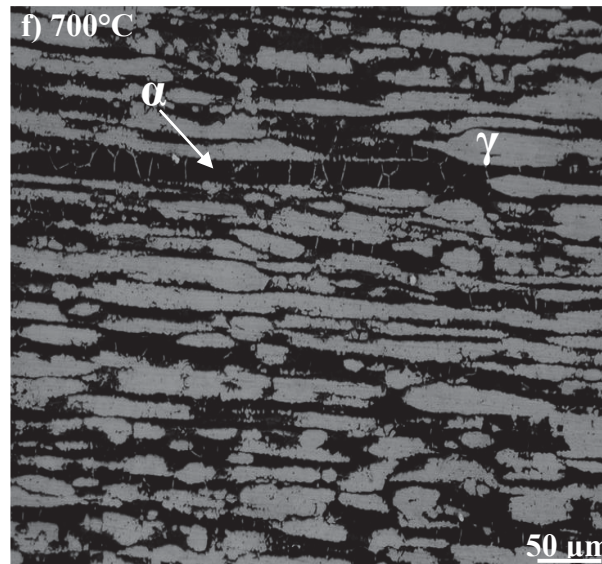
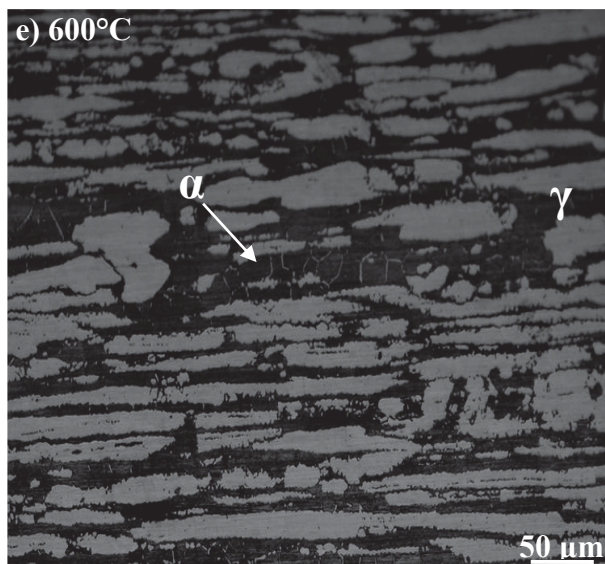


Figura 4.7. Microestructuras correspondientes a los tratamientos térmicos en el rango de 200-700°C del AISD SAF 2507. La fase oscura es la fase ferrita y la fase clara es la fase austenita.

Estos resultados muestran que el tiempo de permanencia a elevadas temperaturas es un factor muy importante en la precipitación de la fase sigma en el AISD SAF 2507. Mateo *et.al* (59) en su investigación sobre la fragilización de las aleaciones dúplex en el rango de 550°C a 700°C con tiempos de permanencia menores a 1 hora, reportaron que la única transformación ocurrida era la formación de alfa prima (α'), sin embargo, a 700°C con 3 horas de permanencia, la fase sigma fue observada en los límites de grano ferrita-austenita, lo que permite suponer que a mayor tiempo de permanencia a elevadas temperaturas, los elementos formadores de la fase sigma se concentran en la ferrita por medio de difusión, promoviendo la precipitación de fase sigma. Por lo tanto, en el rango de 200°C-700°C, los resultados indicaron que la temperatura y el tiempo de permanencia no fueron suficientes para promover la precipitación de fase sigma al no existir la difusión de elementos formadores de esta fase, como el cromo y molibdeno. Para corroborar que no hubo ningún cambio microestructural, las piezas fueron examinadas mediante microscopía electrónica de barrido bajo electrones retrodispersados a 3000x, donde se observó una microestructura bifásica de austenita + ferrita.



Continuación Figura 4.7.



Continuación Figura 4.7.

Aunque Martins y Casteletti (94), en su investigación sobre la formación de fase sigma en un AISD 25%Cr, 7%Ni, 3.4%Mo y 0.25%N, reportaron que el tiempo de incubación para la formación de fase sigma era de alrededor de 5 minutos entre 850°C y 900°C, en este caso en particular, la precipitación de la fase sigma en el AISD SAF 2507, se observó a 800°C y 900°C con un tiempo de permanencia de 20 minutos, obteniendo una microestructura compuesta por ferrita + austenita + fase sigma, como se muestra en las micrografías de la Figura 4.8a-b y lo que será discutido por conveniencia después de reportar todos los resultados, al final de esta sección.

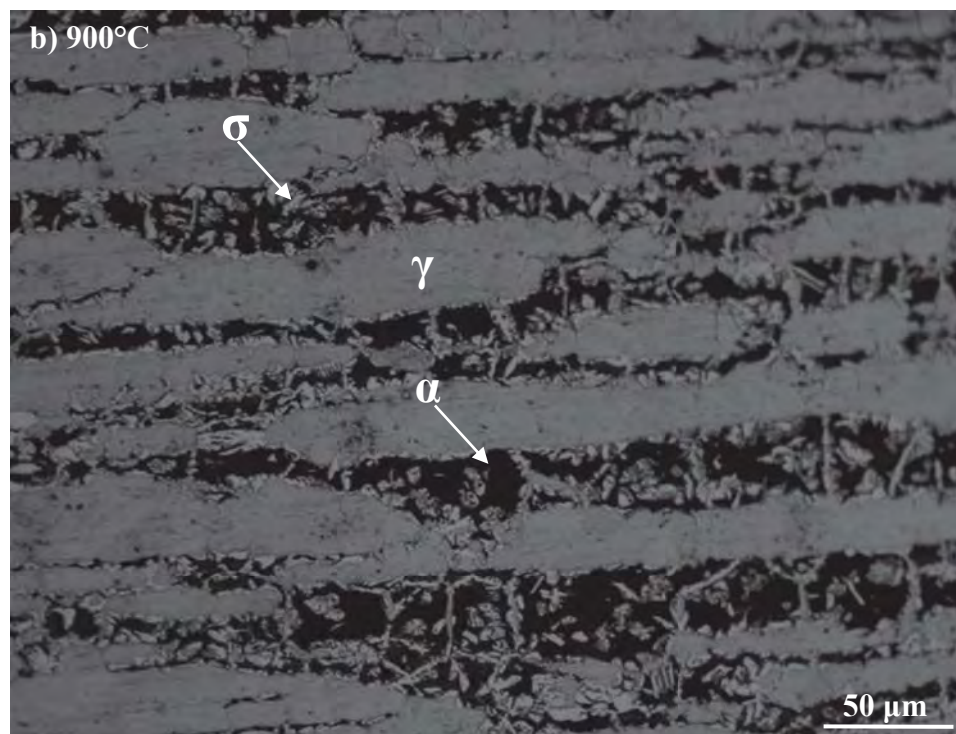
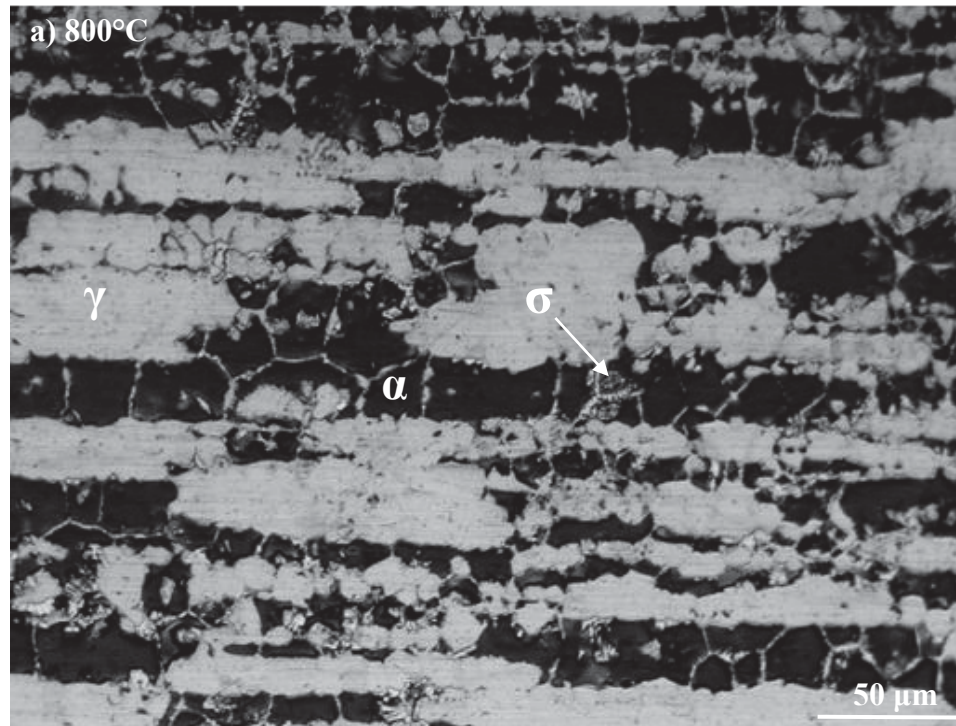


Figura 4.8 Micrografías correspondientes a los tratamientos térmicos de 800°C (a) y 900°C (b). La microestructura consiste en ferrita (fase oscura) + austenita (fase clara) + fase sigma (fase brillante).

El análisis microestructural mostró que la fase sigma nuclea en los límites de grano ferrita-austenita a 800°C, mientras que a 900°C, nuclea en los límites de grano ferrita-austenita y crece hacia el centro del grano ferrítico, lo que ha sido reportado por Stradomski y Dyja (93), llegando a consumir prácticamente toda la fase ferrita; lo que se puede observar en la Figura 4.9.

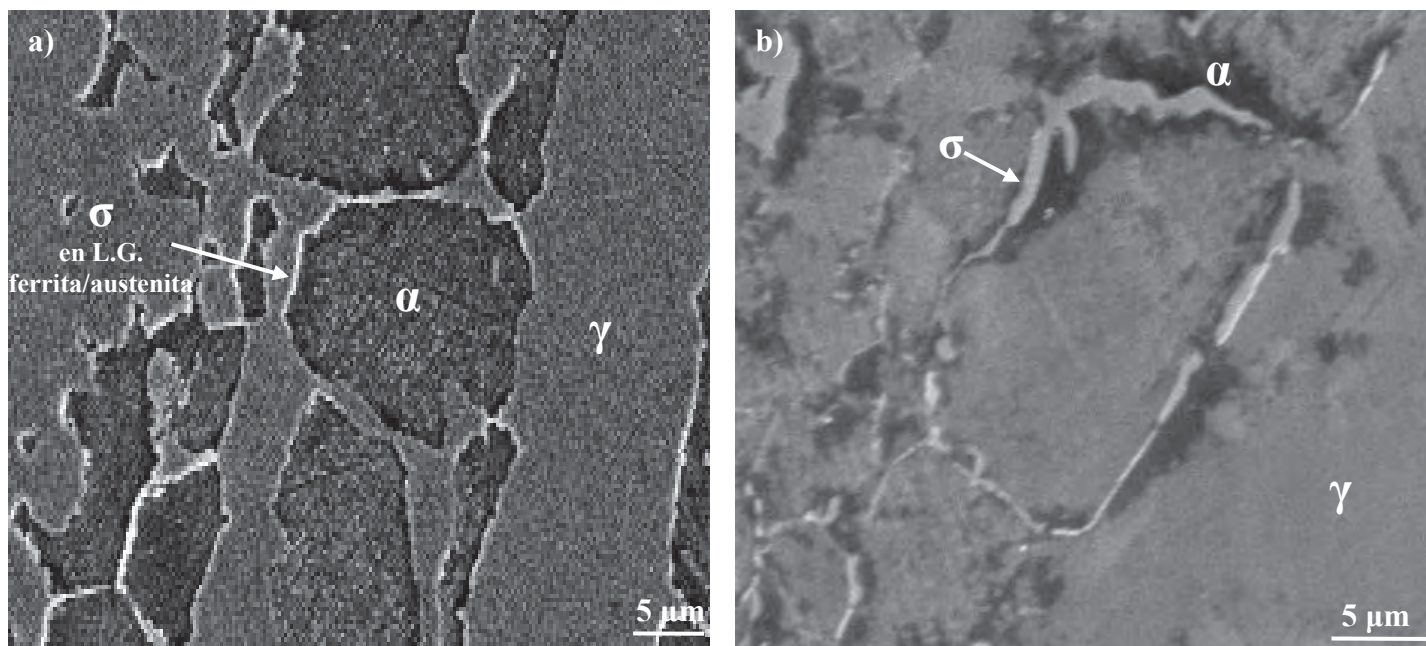


Figura 4.9 Micrografías electrónicas de barrido de las piezas sometidas a 800°C (A) y 900°C (B). La microestructura consiste en ferrita (α) + austenita (γ) + sigma (σ).

El porcentaje de fase sigma en ambas piezas es diferente. A 800°C, el porcentaje obtenido mediante SigmaScan Pro®, fue de 8%, mientras que a 900°C, de 31%. Como puede observarse en la Figura 4.9b, la fase sigma consumió prácticamente todo el grano ferrítico que se encuentra alrededor, a diferencia de la micrografía 4.9a, en donde la fase sigma se encuentra en los límites de grano ferrita/austenita. El comportamiento de precipitación de la fase sigma, en este caso a 800°C y 900°C, muestra que a elevadas temperaturas, el equilibrio microestructural es interrumpido y por lo tanto, el sistema busca un estado de equilibrio a través de la precipitación de fases

intermetálicas, carburos o a través de la pérdida del balance microestructural ferrita-austenita (94). En el caso particular de los aceros inoxidable superdúplex, la fase ferrita es la fase que pierde el equilibrio termodinámico a elevadas temperaturas debido a la difusión de los elementos alfégenos como el Cr y Mo hacia los límites de grano ferrita/ferrita o ferrita/austenita. Esta difusión causa que la ferrita quede empobrecida de elementos alfégenos, pero enriquecida de elementos gamágenos, lo que a su vez promueve la transformación ferrita/austenita.

Además de la diferencia en porcentajes entre la fase sigma formada a 800°C y 900°C, existe una diferencia significativa en su morfología. A 800°C, se observa la morfología de pequeños *clusters*, mientras que a 900°C, la fase sigma se presenta en forma de partículas grandes *aciculares* o en forma de *mariposa*, la cual es larga y compacta (45), como se observa en la Figura 4.10.

La diferencia en la morfología está en función de la temperatura, mediante la cual, se permite una rápida difusión de los átomos de Cr y Mo hacia los límites de grano. A 900°C, la velocidad de difusión es mayor que a 800°C, lo que promueve que una cantidad mayor de átomos de Cr y Mo emigren hacia los límites de grano. Esta migración de átomos ocasiona que la fase sigma tenga un tamaño de partícula mayor a 900°C en comparación con 800°C, por lo que la temperatura es un factor importante para las diferentes morfologías de la fase sigma.

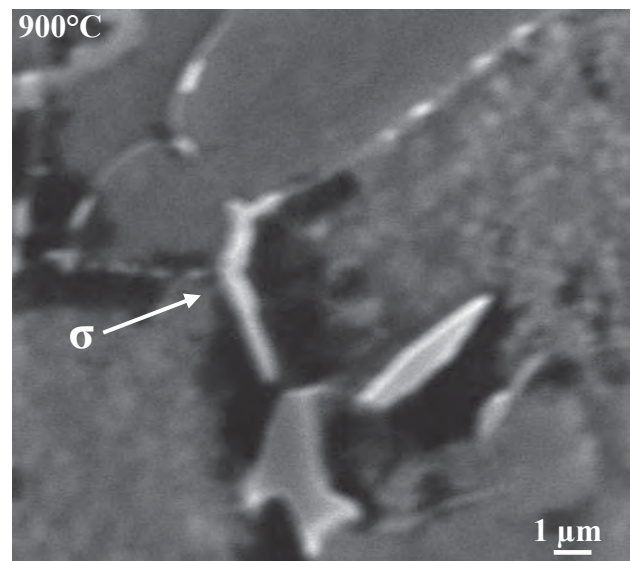
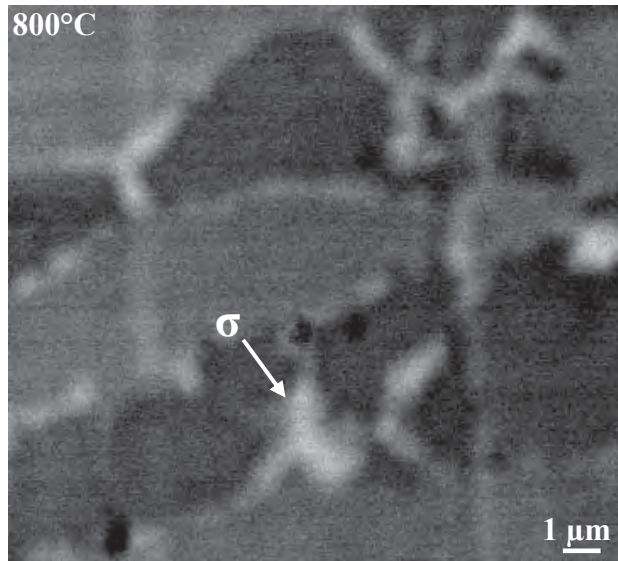


Figura 4.10. Morfología de la fase sigma a 800°C y 900°C en el AISD SAF 2507.

Para corroborar la presencia de la fase sigma en el AISD SAF 2507 a 800°C y 900°C, las muestras fueron sometidas a un análisis mediante electrones retrodispersados, observándose una microestructura de austenita (fase gris) + ferrita (fase obscura) + sigma (fase blanca), como se muestra en la Figura 4.11.

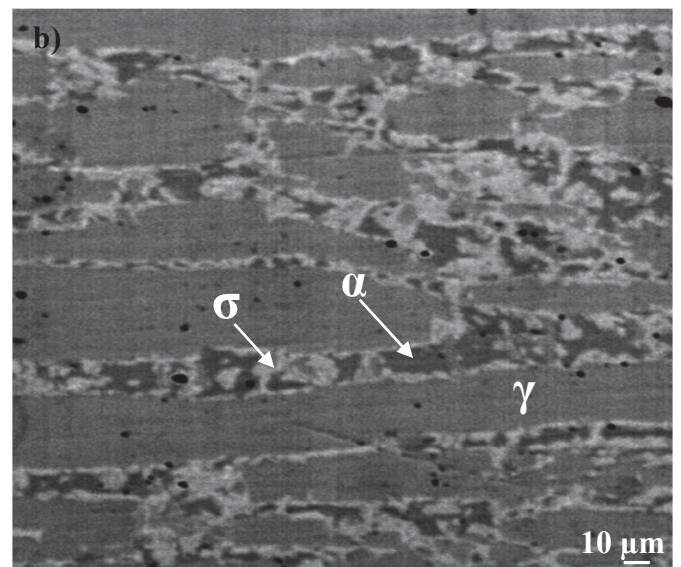
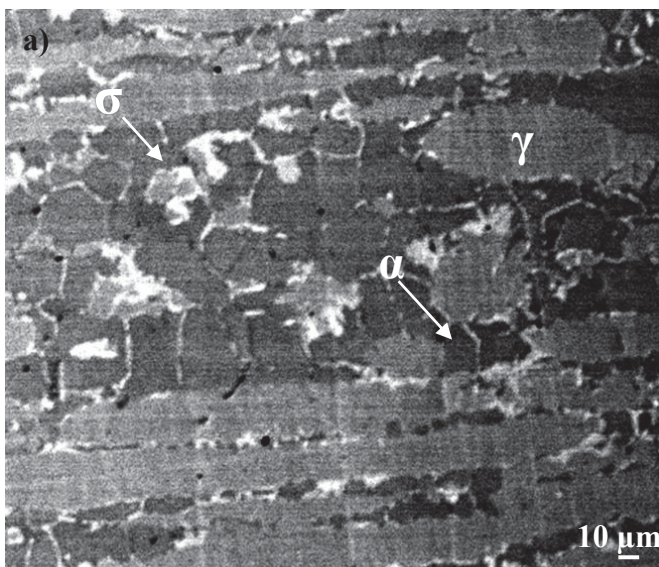


Figura 4.11 Micrografías obtenidas mediante la técnica de electrones retrodispersados de las piezas sometidas a 800°C (a) y 900°C (b).

La microestructura está formada por ferrita (fase obscura) + austenita (fase clara) + sigma (fase brillante).

El crecimiento preferencial de la fase sigma en la ferrita es el resultado de las altas concentraciones de Cr y Mo en la fase ferrita (95) (96) (97), por lo que la fase sigma crece dentro del grano ferrítico debido a que la ferrita se vuelve una fase termodinámicamente inestable a la temperatura en la que se forma la fase sigma. Como resultado de esto, la ferrita se descompone para obtener un estado de equilibrio, lo que es corroborado por investigadores que han reportado que la microestructura en estado de equilibrio en el rango de temperaturas de 650-900°C, es la mezcla de austenita + sigma (62). Sin embargo, esta mezcla dependerá también de la composición química de la aleación, por ejemplo, un elevado contenido de nitrógeno ($>0.35\%$), puede causar que este elemento, se concentre en la ferrita, promoviendo la formación de nitruros de cromo. Por otra parte, un elevado contenido de níquel ($>8\%$), puede ampliar el rango de temperaturas en la cual la fase sigma es estable, existiendo la susceptibilidad de que se forme a temperaturas mayores a 900°C. En ambos casos, el estado de equilibrio puede ser alcanzado mediante las transformaciones anteriormente mencionadas, encontrándose generalmente, una microestructura de austenita + sigma + nitruros de cromo (37).

Para conocer y comparar la composición química de la ferrita y austenita del AISD SAF 2507 en su condición de recibido y de ciclo térmico, se realizaron microanálisis cualitativos en ambas fases, como se muestra en las Figuras 4.12, 4.13 y, cuantitativos en la Tabla 4.3. Como era de esperarse, la composición química de la austenita difiere significativamente de la ferrita debido a los contenidos elevados de los elementos alfégenos como Cr, Mo y Si. Cuando la aleación solidifica, estos elementos se concentran en la ferrita, mientras que los elementos gamágenos como C, Ni y N, se concentran en la austenita, mediante lo cual, se puede corroborar la partición de los elementos de aleación en el AISD SAF 2507 en las fases ferrita y austenita.

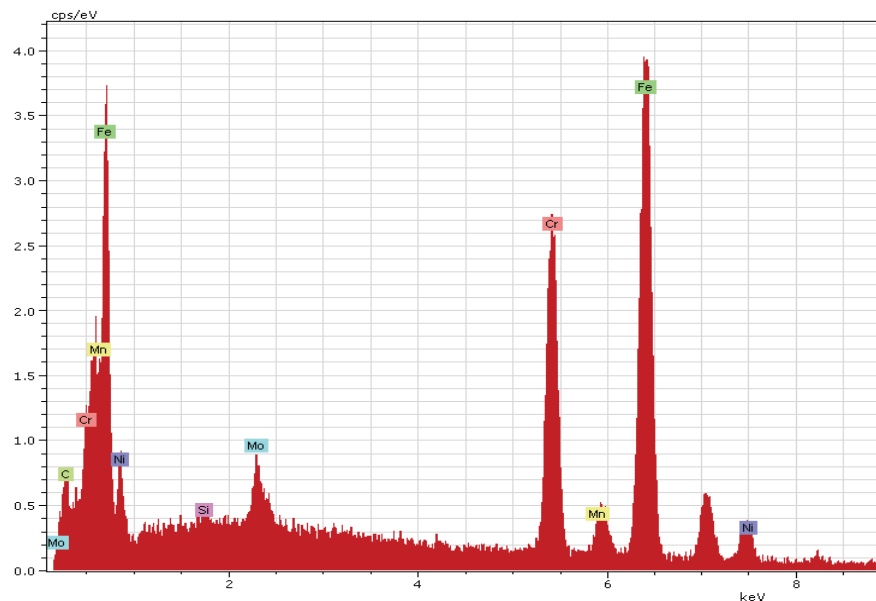


Figura 4.12 Microanálisis cualitativo de la fase austenita en el AISD SAF 2507 en su condición de recibido.

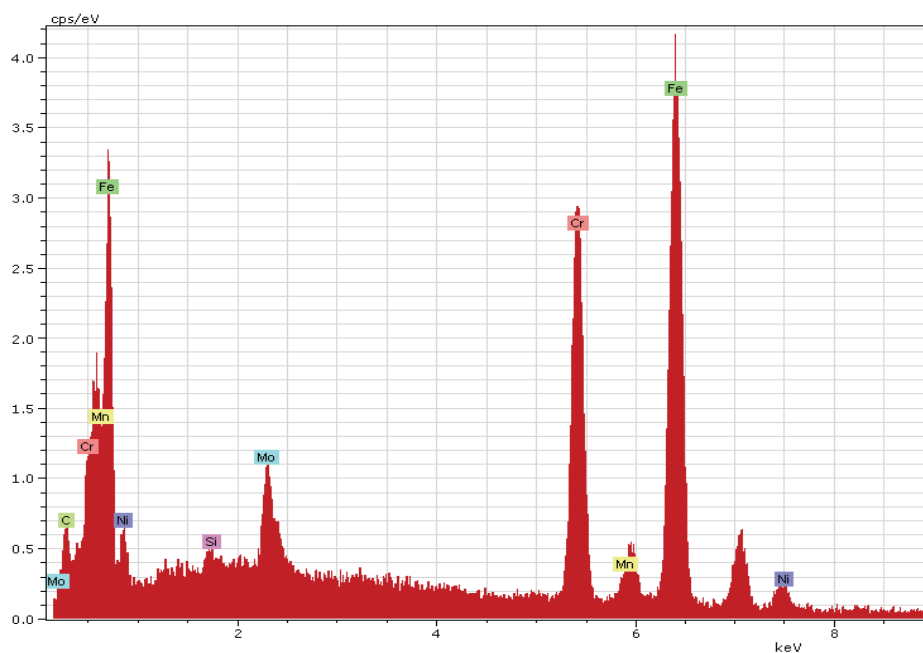


Figura 4.13 Microanálisis cualitativo de la fase ferrita en el AISD SAF 2507 en su condición de recibido.

Tabla 4.3 Composición química obtenida mediante microanálisis cuantitativo de las fases ferrita y austenita en su condición de recibido.

Fase	Elemento (% en peso)						Coeficiente de partición α / γ
	Cr	Mo	Mn	Si	Ni	Fe	
γ	22.3	3.4	1.4	0.2	8.2	63	2.6
α	23	7.4	1.1	0.3	7.5	50	3.5

La Figura 4.14 muestra la microestructura obtenida a 900°C, donde se observa la presencia de la fase sigma. El microanálisis puntual en la Tabla 4.4 muestra una gran cantidad de Cr, Mo y Si concentrados en la fase sigma si se compara con la ferrita y austenita, mediante lo cual se corrobora que los principales elementos formadores de sigma son los elementos promotores de ferrita. Sin embargo, el microanálisis mostró que la fase sigma es también rica en elementos gamágenos como Ni y Mn.

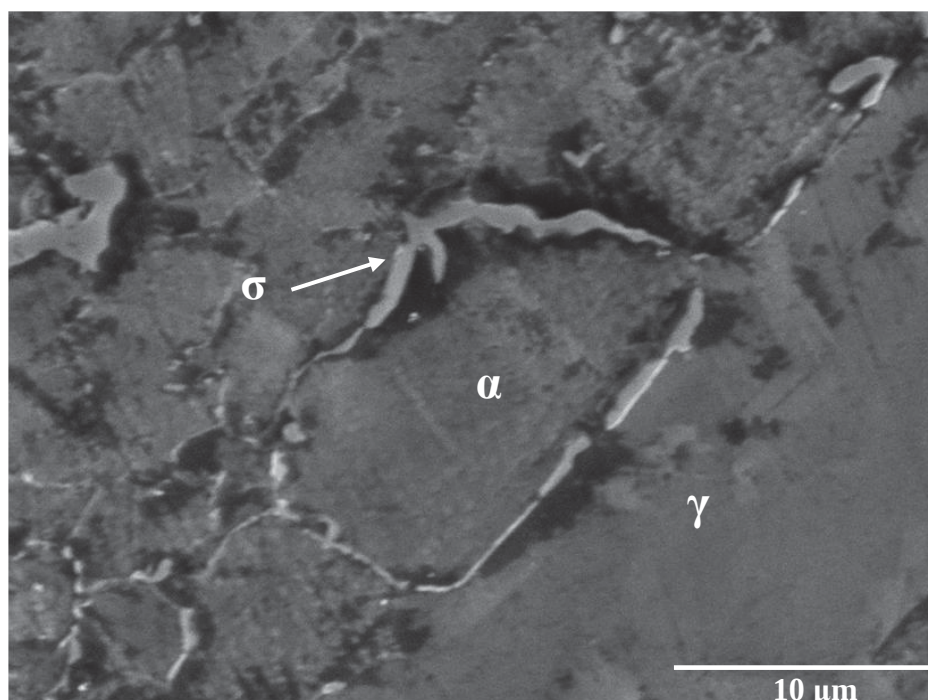


Figura 4.14 Fase sigma observada en el AISD SAF 2507 sometido a 900°C.

Tabla 4.4. Composición química de fases ferrita, austenita y sigma a 900°C.

Fase	Elemento (% en peso)					
	Cr	Mo	Mn	Si	Ni	Fe
γ	21.7	3.8	1.2	0.3	7.9	61.3
α	26.8	4.6	1.5	0.4	4.8	52.5
σ	32.1	6.3	1.2	1.2	7.8	46.8

La composición química de la ferrita (Figura 4.15) y sigma (Figura 4.16) tienen los valores más altos de Cr, Mo y Si en comparación con la austenita (Figura 4.17), lo que sugiere que el crecimiento de la fase sigma no necesita una alta velocidad de difusión de los elementos de aleación sustitucionales, tales como el Cr y Mo.

En este caso, el Cr y Mo se encuentran concentrados en el centro del grano ferrítico, lo que permite que estos elementos no necesiten de una alta velocidad de difusión o tiempo para poder difundir hasta el límite de grano, donde se forma inicialmente la fase sigma. Por esta razón, el porcentaje o cantidad de fase sigma formada, está en función del tiempo, lo cual fue reportado por Huang y Shih (62) en su investigación sobre el efecto de altas temperaturas sobre la precipitación de fase sigma en aceros inoxidables dúplex.

Debido a que la fase sigma forma núcleos en los límites de grano ferrita/ferrita y ferrita/austenita, a medida que incrementa el tiempo de permanencia a elevadas temperaturas, aumenta también la cantidad de fase sigma, creciendo gradualmente a través de la ferrita hasta que, eventualmente, consume el grano ferrítico por completo, lo que se puede observar en las micrografías de la Figura 4.11, en donde a 800°C, la fase sigma se encuentra en los límites de grano ferrita/austenita, mientras que a 900°C, la fase sigma se encuentra en los límites de grano ferrita/austenita y en el centro del grano ferrítico.

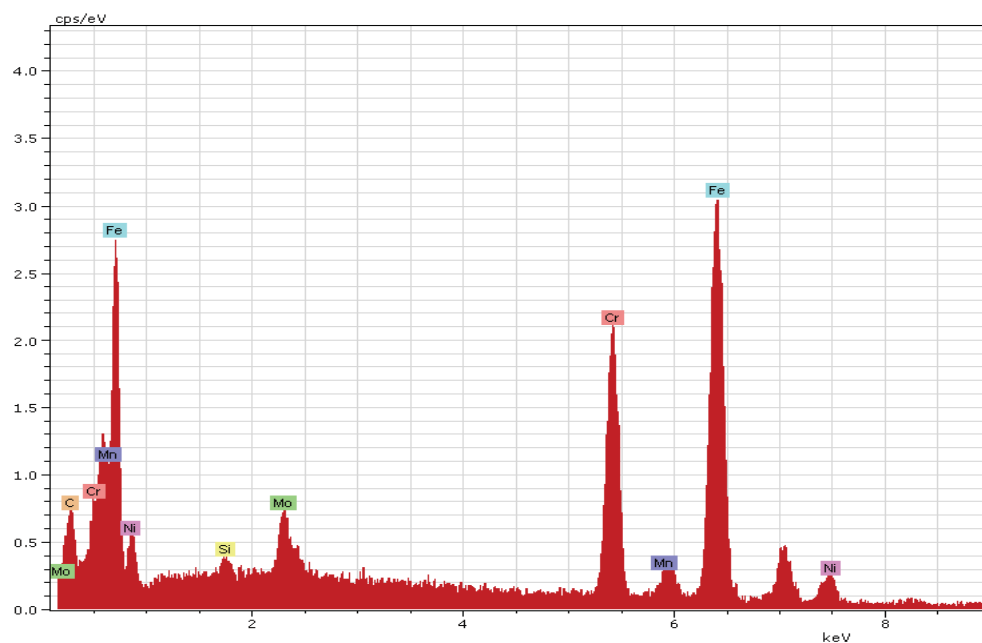


Figura 4.15 Microanálisis cualitativo de la fase ferrita en el AISD SAF 2507 sometido a 900°C.

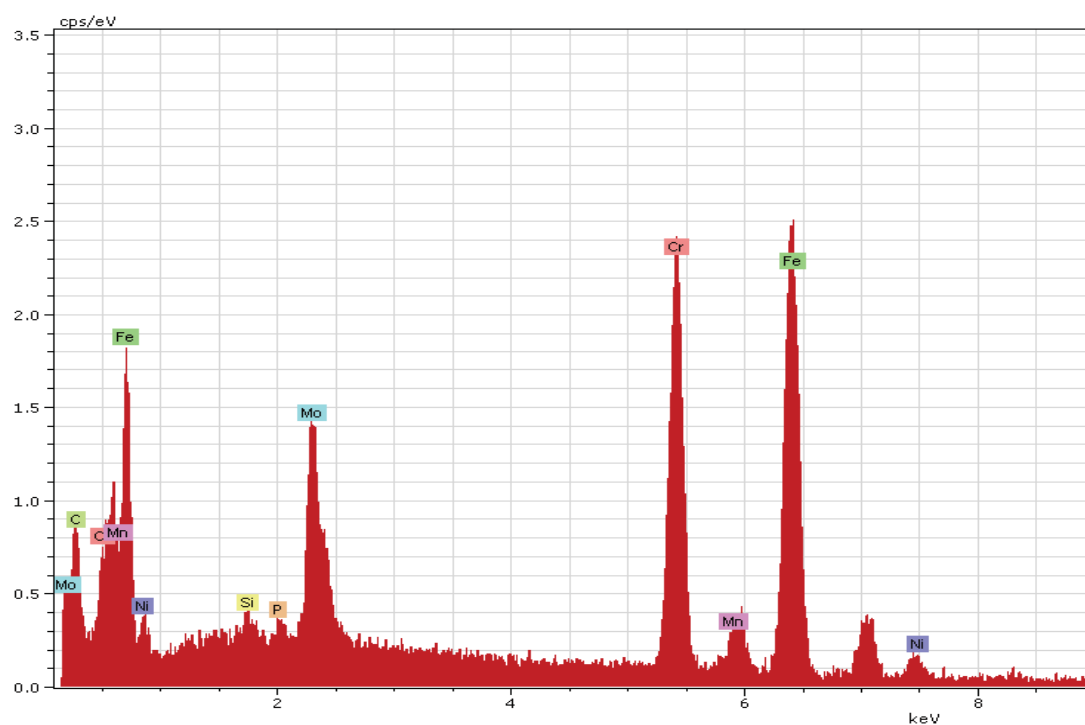


Figura 4.16 Microanálisis cualitativo de la fase sigma en el AISD SAF 2507 sometido a 900°C.

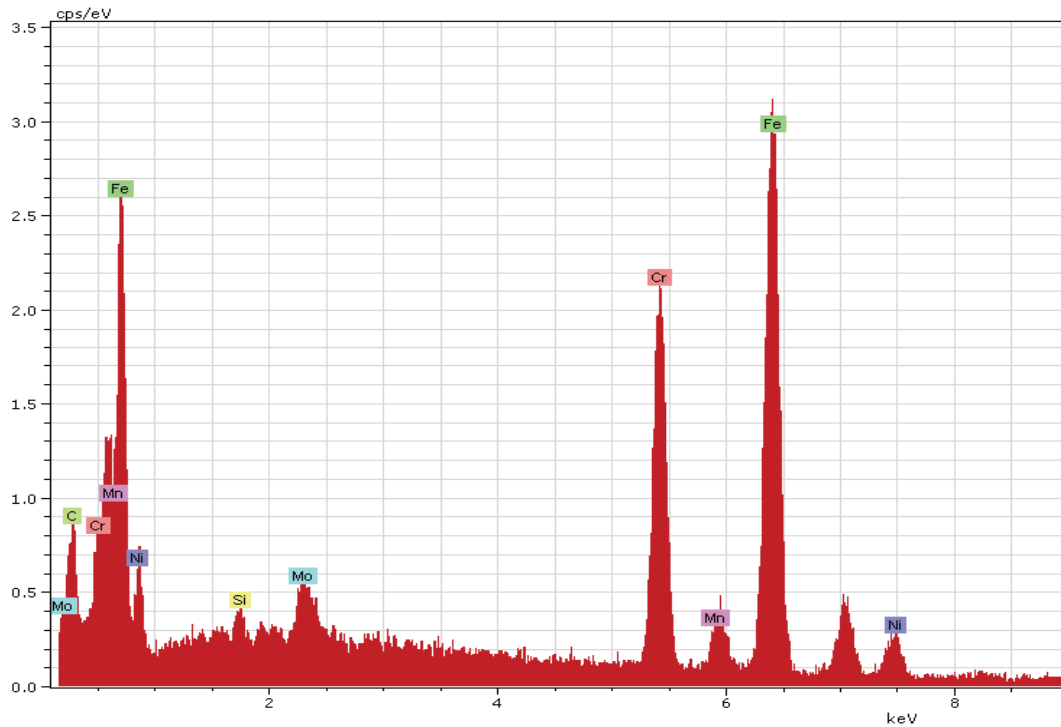


Figura 4.17 Microanálisis cualitativo de la fase austenita en el AISD SAF 2507 sometido a 900°C.

Debido a que la fase sigma se forma de elementos promotores de ferrita, se realizó un mapeo durante el análisis mediante electrones retrodispersados para identificar su composición química y distribución de elementos de aleación. La Figura 4.18 muestra los mapeos realizados a la pieza que fue sometida a 900°C, en donde se observa que en la zona donde se encuentra la fase sigma, se encuentra la concentración de Cr y Mo, los principales elementos formadores de fase sigma.

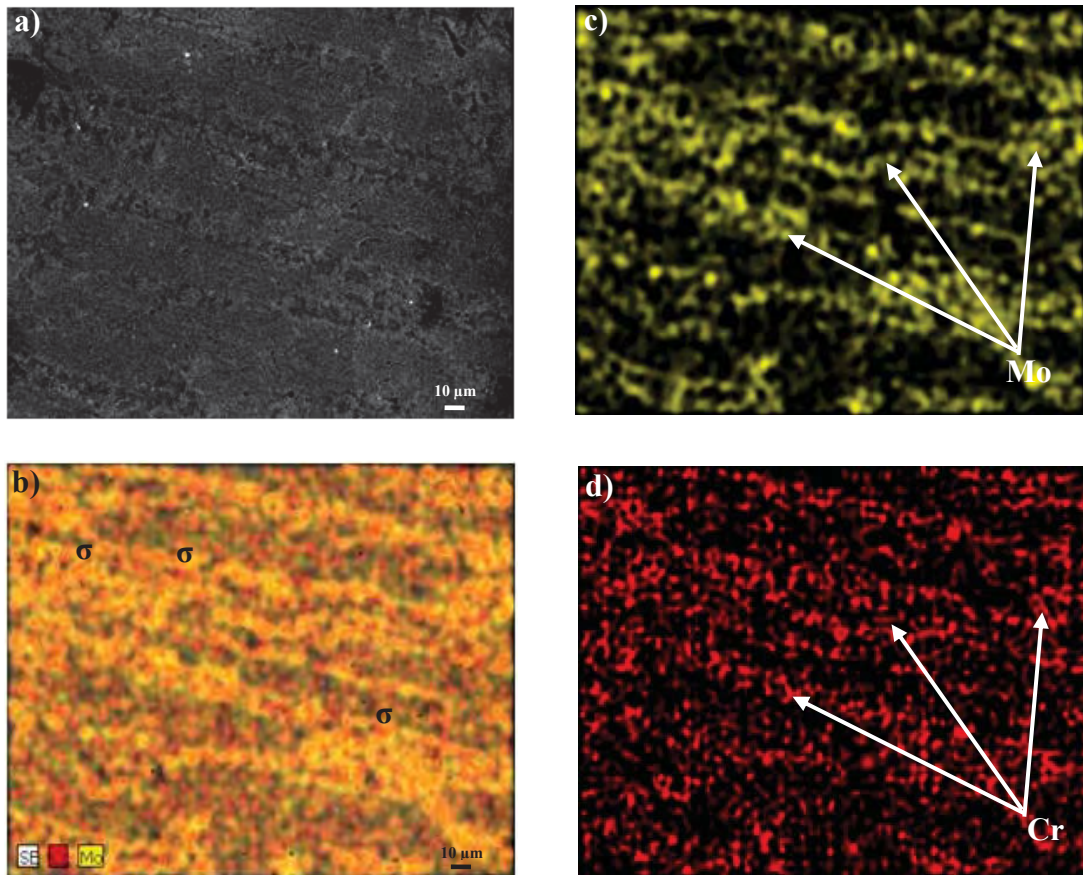


Figura 4.18.a) Imagen de electrones retrodispersados, b) Mapeo del AISD SAF 2507 sometido a 900°C en función de c) Mo y d) Cr.

La formación de la fase sigma también depende de la difusión del Cr, Mo y demás elementos formadores. La difusión de estos elementos, es mayor en la ferrita BCC que en la austenita FCC debido a que la ferrita (0.68) tiene un factor de empaquetamiento menor a la austenita (0.74).

Por otra parte, los diámetros atómicos del Cr (2.54 Å) y Mo (2.78 Å) son menores al parámetro de red de la ferrita (2.8780 Å) y la austenita (3.515 Å), lo que permite la difusión del Cr y Mo conjuntamente.

Durante el enfriamiento, justo después de la solidificación, los elementos promotores de ferrita, se desplazan a través de la fase ferrita y los elementos formadores de austenita, se desplazan hacia la fase austenita.

Tomando en cuenta que la ferrita está formada por una cantidad de elementos alfégenos (Cr, Mo, Si, etc) mayor a los que contiene la austenita, significa que todos los elementos alfégenos, principalmente el Cr y el Mo, se concentran preferencialmente en el centro del grano y no en los límites de grano, como se puede corroborar mediante los microanálisis mostrados en la Tabla 4.5 realizados en los centros y límite de grano ferrita/austenita, lo cual indica que el mayor porcentaje de Cr y Mo, se encuentra en el centro del grano ferrítico y no en el límite de grano ferrita/austenita.

Tabla 4.5 Composición química del centro de grano ferrítico y austenítico y límite de grano ferrita-austenita.

Centro del grano	Composición química (% en peso)					
	Cr	Mo	Mn	Fe	Ni	Si
γ	20.6	2.9	2.3	59.2	10.3	0.25
α	29.4	10.7	1.9	51.9	3.6	0.52
Límite de grano α/γ	14.8	5.3	2.6	63.5	4.7	0.2

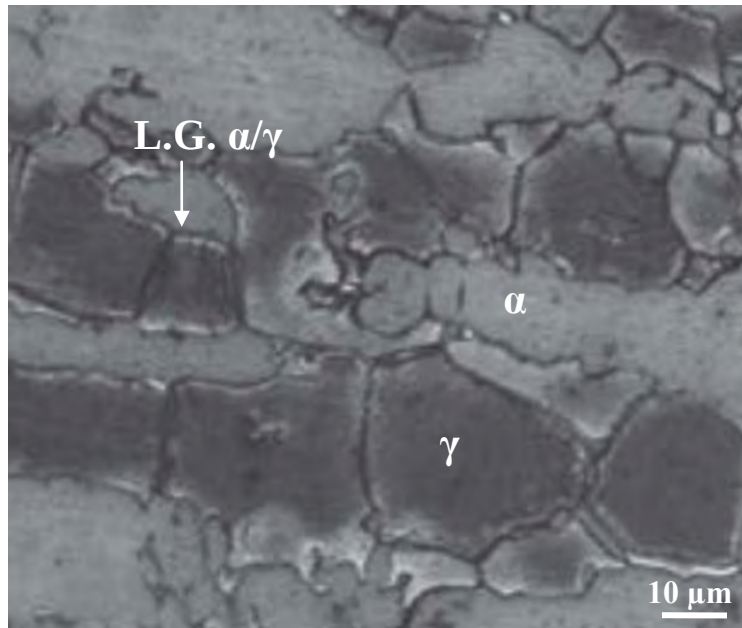
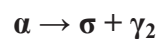


Figura 4.19 Zonas donde se realizaron los microanálisis correspondientes al límite de grano (L.G) ferrita/austenita, centro de grano de ferrita y centro de grano de austenita en su condición de temple.

En el caso de las aleaciones superdúplex, la formación de la fase sigma puede ser descrita mediante la transformación eutectoide de ferrita en fase sigma + austenita secundaria, como se especifica a continuación ⁽⁴⁴⁾:



La fase sigma nuclea en los límites de grano ferrita/austenita y crece hacia el interior del grano ferrítico (39). En algún punto durante el enfriamiento, los límites de grano se vuelven zonas de alta energía, por lo que los elementos que se encuentran en el centro del grano, que son elementos alfégenos, principalmente Cr y Mo, son atraídos hacia los límites de grano debido a que el sistema busca el equilibrio. En este caso, dicho equilibrio se obtendrá cuando el Cr y Mo se posicionen en los límites de grano ferrita/austenita.

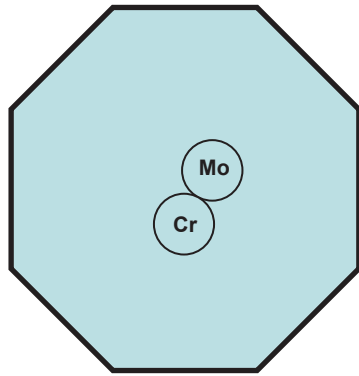
Por lo tanto, estos elementos permanecen *atrapados* en los límites de grano, promoviendo la formación de la fase sigma, en los límites de grano ferrita/ferrita o ferrita/austenita si son sometidos a elevadas temperaturas con tiempos de permanencia largos. Esta transformación *TR1*, ocurre durante el enfriamiento *natural* que tiene el material hasta temperatura ambiente.

Sin embargo, en este trabajo, las piezas de AISD SAF 2507 fueron sometidas a un ciclo térmico seguido de un enfriamiento rápido en agua para *mantener* la microestructura presente a la temperatura especificada del ciclo térmico, por lo que la transformación de la fase sigma no sigue el comportamiento de transformación *TR1*, debido a que en este caso, se forma *isotérmicamente* durante el ciclo térmico aplicado.

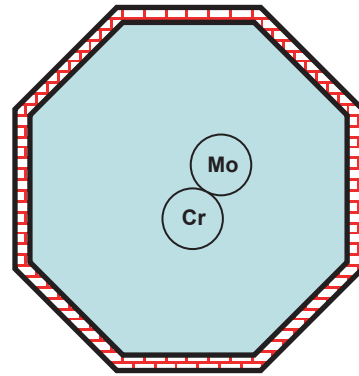
Teóricamente, una explicación sobre el mecanismo de formación de la fase sigma bajo condiciones isotérmicas *IS1*, la cual se muestra en la Figura 4.20, es que durante el calentamiento a 800°C y 900°C, el AISD SAF 2507 incrementa su energía interna debido a las elevadas temperaturas.

Este incremento de energía interna promueve la difusión de átomos en la aleación, moviéndose de un lado a otro y concentrando los elementos alfégenos en la ferrita y los gamágenos en la austenita.

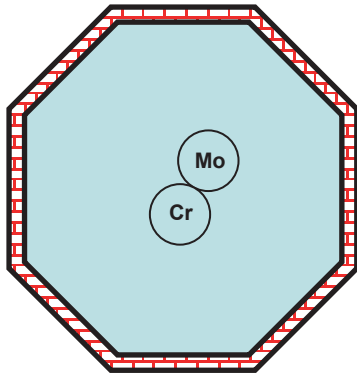
Debido a que los elementos gamágenos y alfégenos son estabilizadores de la fase austenita y ferrita respectivamente, éstos se concentran preferencialmente en el centro de grano, lo que ha sido postulado por Batista y Kuri (98) al estudiar la susceptibilidad a la corrosión por picaduras en aceros inoxidables dúplex. Por lo tanto, es de suponer que los límites de grano ferrita/austenita queden *vacíos* al no existir elementos que acomodar por medio de difusión.



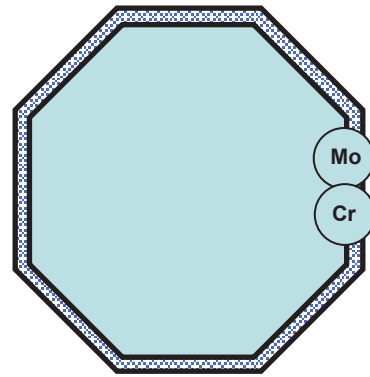
1. Elevada temperatura



2. Límites de grano: zonas de alta energía



3. El sistema busca el equilibrio



4. Equilibrio: formación de fase sigma

Figura 4.20 Esquematización de la formación de la fase sigma en condiciones isotérmicas en un AISD SAF 2507.

Por otro lado, también puede darse el caso de que los pocos átomos que se encuentren ahí, se encuentren excitados. Ambas suposiciones provocarían un acumulamiento de alta energía en los límites de grano ferrita/austenita.

Por lo tanto, llega un momento en donde el *sistema* empieza a buscar el equilibrio para remover esas *zonas de alta energía*, atrayendo los átomos de elementos que se encuentran en el centro del grano ferrítico, es decir, los elementos alfégenos como el Cr y Mo. Estos átomos se acumulan en los límites de grano, formando la fase sigma preferencialmente en los límites de grano ferrita/ferrita, ferrita/austenita o consumiendo completamente la ferrita.

En este momento, el *sistema* ha alcanzado el equilibrio al existir una fase estable, en este caso, la fase sigma. Esta formación, ocasiona la disminución de la energía en los límites de grano ferrita/austenita, por lo que el sistema se encuentra en equilibrio. Posteriormente, con un enfriamiento muy rápido, es posible *congelar* la microestructura que existe en este punto, lo que se realizó mediante el enfriamiento en agua inmediatamente después de haber retirado las muestras del horno donde se realizaron los ciclos térmicos.

4.4 UNION SOLDADA MEDIANTE GTAW

Para examinar el efecto de los ciclos térmicos reales del proceso de soldadura sobre la zona afectada térmicamente y conocer la susceptibilidad a la formación de fase sigma, se emplearon tres temperaturas de interpasos: 25°C (C1), 150°C (C2) y 450°C (C3). La zona de análisis corresponde a la zona afectada térmicamente del primer cordón depositado mediante el proceso de soldadura por arco con electrodo de tungsteno (Gas Tungsten Arc Welding, GTAW).

La microestructura y propiedades del metal de soldadura son generalmente controlados por la composición química del material de aporte mientras que en

la zona afectada térmicamente, se determinan por los ciclos térmicos del proceso de soldadura (99). En una soldadura multipasos, ciertas regiones de la zona afectada térmicamente y del metal de soldadura, están inevitablemente expuestos al rango de temperatura de formación de la fase sigma durante la deposición de los cordones subsecuentes de soldadura, especialmente en la región de la zona afectada térmicamente correspondiente al primer cordón depositado, existiendo una elevada susceptibilidad a la precipitación de esta fase.

Para realizar las uniones soldadas, se depositaron seis cordones de soldadura y la temperatura de cada cordón depositado fue medida mediante termopares. Una vez que el cordón depositado llegaba a la temperatura especificada en cada condición (C1, C2, C3), se aplicaba inmediatamente después el siguiente cordón de soldadura. Durante el proceso de unión, la temperatura pico T_p en el metal de soldadura es superior a la temperatura de fusión T_f del acero inoxidable superdúplex (1483°C), mientras que en la zona afectada térmicamente correspondiente al primer cordón depositado, las temperaturas pico alcanzadas en esa misma zona en función del número de cordones depositados, están dentro del rango de la temperatura de formación de fase sigma (600°C-1000°C), como se corroboró mediante los cálculos de la temperatura máxima en cada punto especificado.

Por esta razón, es de utilidad conocer la temperatura máxima T_m o temperatura pico alcanzada por el material siendo soldado, lo que permite estimar las fases presentes en la zona afectada térmicamente. Para realizar los cálculos necesarios para conocer la temperatura pico y el tiempo de permanencia en el rango de 1200-800°C, se utilizan ecuaciones de flujo de calor. Rosenthal (87), fue el primero en considerar que durante un proceso de soldadura, una fuente de calor en movimiento se aplica sobre la pieza de

trabajo para lograr su fusión sin sufrir cambios en la distribución de temperatura y geometría del cordón de soldadura con el tiempo.

Sin embargo, investigadores como Easterling y Adams (87) han derivado diferentes soluciones a las ecuaciones de Rosenthal y propuesto ecuaciones más simplificadas para la obtención de los cálculos. En este trabajo en particular, se utilizaron las ecuaciones de distribución de calor propuestas por Easterling para calcular la temperatura pico y el tiempo de permanencia en el rango de 100-800°C de cada una de las soldaduras experimentales. Para calcular el tiempo de permanencia en el rango de 1200-800°C, se utilizó la ecuación propuesta por Sieurin y Sandström (100). Por lo tanto, mediante la aplicación de las ecuaciones, se calculó la temperatura pico con la ecuación 4.1 que experimenta el material a una distancia r de la fuente de calor así como el tiempo de permanencia en el rango de 1200-800°C desde la temperatura pico mediante la ecuación 4.2.

$$T_p - T_o = \left(\frac{2}{\pi e} \right)^{1/2} \left(\frac{q/v}{d\rho c 2r} \right) \quad 4.1 \quad (87)$$

$$\Delta t_{12/8} = \Delta t_{8/5} \frac{\frac{1}{1073 - T_o} - \frac{1}{1473 - T_o}}{\frac{1}{773 - T_o} - \frac{1}{1073 - T_o}} \quad 4.2 \quad (87)$$

donde q es el calor aportado, v , la velocidad de avance, d , el espesor, ρ , el calor específico, c , la densidad, T_o , la temperatura inicial o de interpasos.

Debido a que la parte a analizar es la zona afectada térmicamente correspondiente al primer cordón de soldadura depositado, la temperatura pico

fue calculada empleando una distancia r de la fuente de calor en el rango de distancias de 1mm a 50 mm, como se muestra en la Figura 4.21.

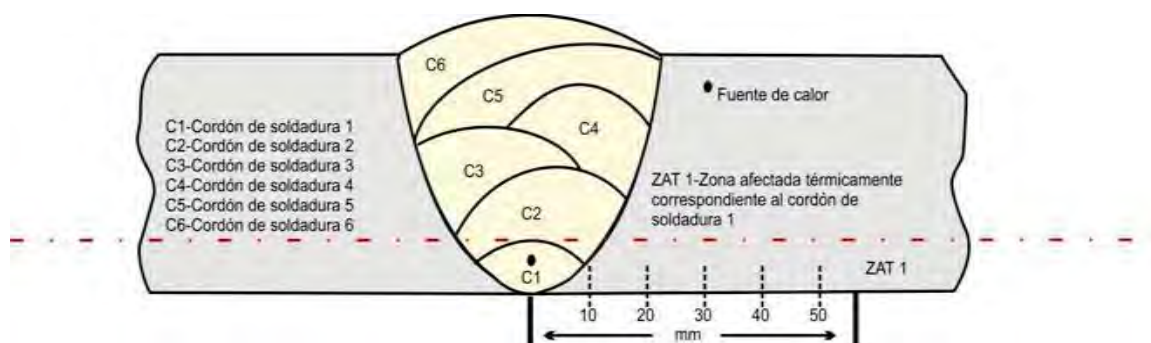


Figura 4.21 Zona analizada y distancia desde la fuente de calor.

Utilizando las variables operativas del proceso de soldadura especificadas en la Tabla 3.4 para obtener el calor aportado y las propiedades físicas mostradas en la Tabla 4.6, se realizaron los cálculos para obtener los ciclos térmicos experimentados por la zona afectada térmicamente en la unión soldada multipasos.

Tabla 4.6. Propiedades físicas del acero inoxidable superdúplex SAF 2507 (101)

Conductividad térmica (λ)	Densidad (ρ)	Calor específico (ρ)
14 J/m°C	7800 kg/m ³	480 J/kg°C

Aplicando la ecuación 4.1, la temperatura pico para la soldadura experimental C1 (25°C) a una distancia de 1 mm desde la fuente de calor, se obtiene la temperatura pico a la distancia de 1mm que se muestra a continuación y las temperaturas pico que se muestran en el gráfico de la Figura 4.21, correspondientes a una distancia máxima de 50 mm:

$$T_p - 25^\circ C = 0.4842 * 2137.78^\circ C$$

$$T_p = 1060^\circ C$$

La Figura 4.22 muestra la gráfica de las temperaturas pico y tiempo de enfriamiento en el rango de 1200-800°C para cada una de las uniones soldadas bajo las tres condiciones en el rango de distancias de 1 mm-50 mm desde la fuente de calor.

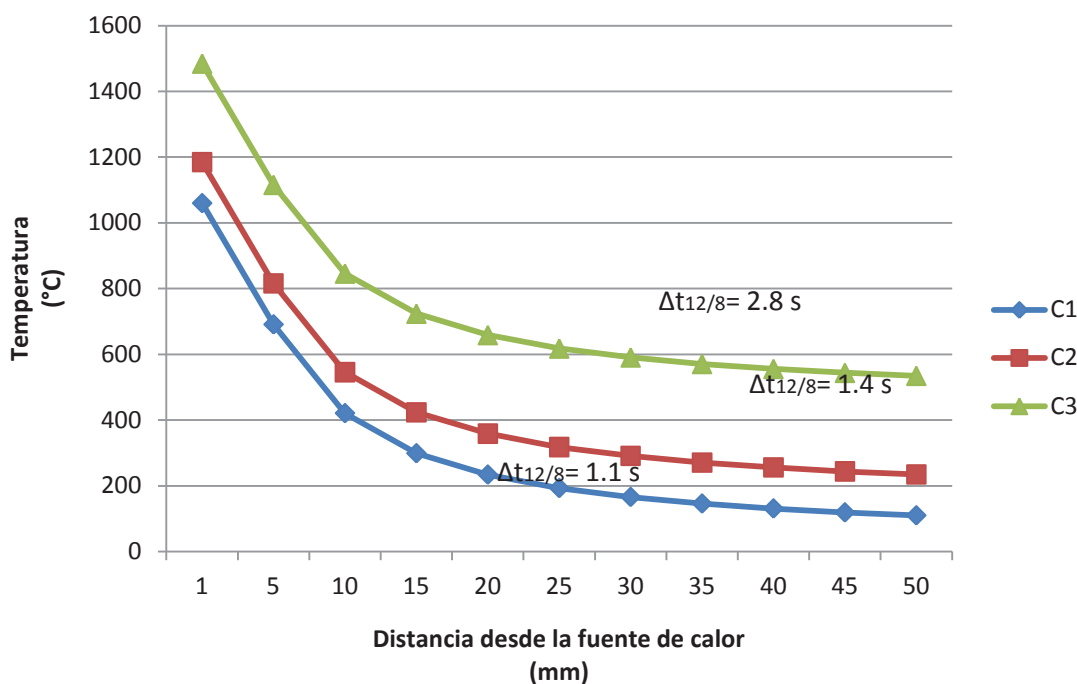


Figura 4.22 Gráfica de ciclos térmicos calculados para el AISD SAF 2507.

De acuerdo con el diagrama WRC-1992 (Figura 4.23), el porcentaje final de ferrita en la unión soldada, se encuentra en el rango de 50-55%, lo cual fue obtenido mediante las coordenadas correspondientes al C_{req} y N_{ieq} del material base. Este rango indica que existe una elevada susceptibilidad a la formación de la fase sigma en la zona afectada térmicamente en función de los ciclos térmicos de los pasos de soldadura depositados debido a la cantidad de ferrita presente que es susceptible a experimentar la transformación a fase sigma.

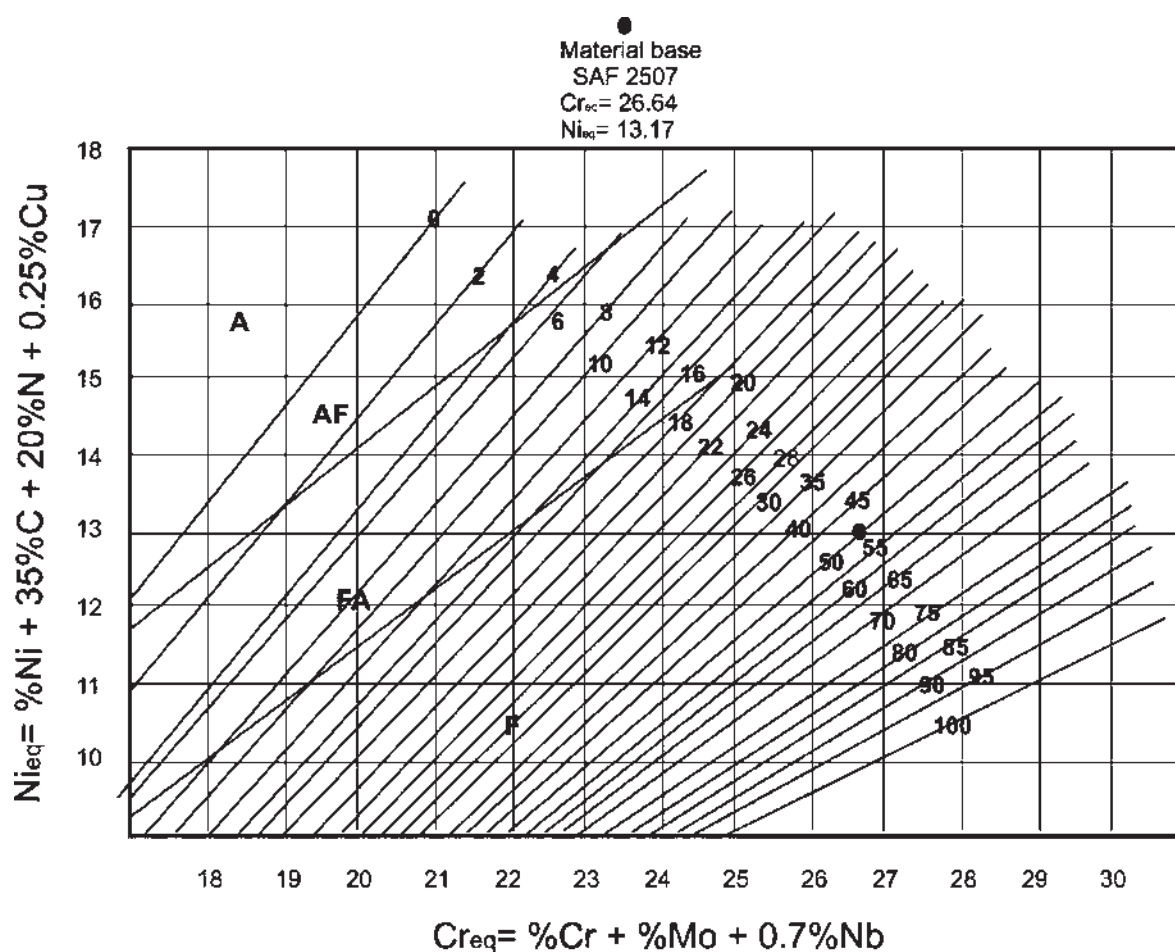


Figura 4.23 Porcentaje de ferrita del AISD SAF 2507 de acuerdo al diagrama WRC-1992.

El análisis microestructural se realizó a una distancia de 10 mm de la fuente de calor debido a que es el área más significativa de la zona afectada térmicamente para observar los cambios microestructurales causados por los ciclos térmicos del proceso de soldadura. Los porcentajes de cada fase presente en las tres uniones soldadas, C1, C2 y C3, se muestran en la Tabla 4.7.

Tabla 4.7. Porcentaje de fases en las uniones experimentales.

Fase	C1 (%)		C2 (%)		C3 (%)		MB (%)
	ZAT	MS	ZAT	MS	ZAT	MS	
Ferrita	51±0.83	57±1.09	57±0.83	67±1	45±0.83	77±1.30	54±0.83
Austenita	49±0.1.30	43±0.83	43±1.14	33±1.14	52.7±0.25	23±0.83	46±0.83
Sigma	--	--	--	--	2.2±0.13	0	--

El material en su condición inicial tiene un balance microestructural de 54% ferrita - 46% austenita. Sin embargo, el porcentaje de ferrita incrementó en la zona afectada térmicamente de la unión C2 (57%) y fue menor en la unión C1 (51%), disminución que se atribuye al recalentamiento de la zona afectada térmicamente debido a la deposición de los pasos de soldadura subsecuentes. Si bien la temperatura de interpasos medida en la unión C1 fue de 25°C, la temperatura pico calculada a 1 mm de la fuente de calor fue de 1060°C aproximadamente de acuerdo al diagrama de la Figura 4.22, lo que implica que la zona afectada térmicamente está sometida a esa temperatura pico en cada paso de soldadura depositado. Tomando en cuenta la temperatura pico calculada, se puede tener una aproximación de la transformación ferrita-austenita a causa del recalentamiento sufrido en esa zona ya que esta transformación toma lugar en estado sólido y en los aceros inoxidables superdúplex, por encima de 1100°C, la austenita empieza a disolverse y su porcentaje final, al solidificar hasta temperatura ambiente, puede ser bajo o completamente nulo dependiendo de la velocidad de enfriamiento (37).

Sin embargo, este comportamiento se aplica únicamente durante la deposición del primer cordón de soldadura, y dicho comportamiento cambia a causa de los recalentamientos por los cordones depositados subsecuentemente, en donde el mantenimiento a las diferentes temperaturas pico promoverá la transformación ferrita-austenita, por lo que se observa la disminución de ferrita en la unión C1.

El mayor porcentaje de ferrita se observó en la unión C2 en la zona afectada térmicamente con 57%. Este incremento, está en relación a la temperatura pico alcanzada en el material y a la transformación austenita-ferrita.

La temperatura pico calculada para C2 fue de 1185°C. A mayor temperatura pico, mayor es la transformación austenita-ferrita durante el calentamiento (1),

ya que a elevadas temperaturas, aproximadamente 1350°C, la microestructura de la aleación superdúplex es aproximadamente 100% ferrítica (37), por lo que la fase mayoritaria será la fase ferrita. La transformación ferrita-austenita ocurre en estado sólido durante el enfriamiento y tomando en cuenta que por encima de 1185°C existe un elevado porcentaje de ferrita, mayor es la cantidad de ferrita que debe transformarse en austenita, por lo que el porcentaje de ferrita en la unión C2 es mayor al porcentaje observado en C1 y también al metal base, transformación que toma lugar al ocurrir la disolución de la austenita, la cual está controlada por la difusión de N en la fase ferrita (99). La Figura 4.24 muestra la microestructura de las uniones soldadas C1 y C2 de la zona afectada térmicamente donde se observan únicamente las fases ferrita y austenita.

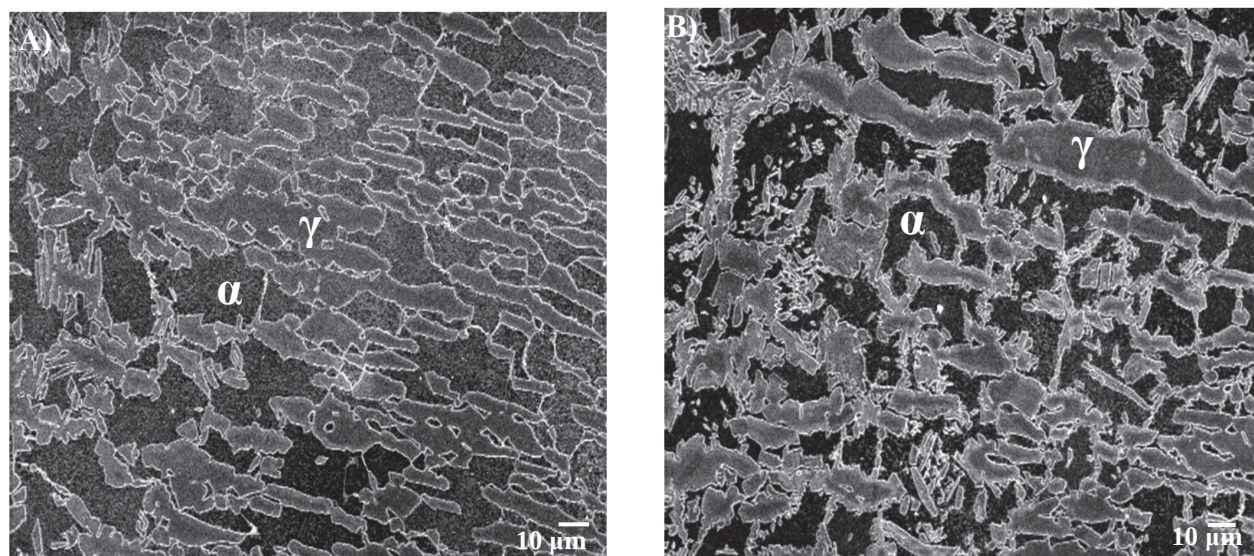


Figura 4.24. Microestructura de la ZAT en las uniones A) C1 y B) C2. La fase oscura corresponde a la fase ferrita y la fase clara, a la fase austenita.

El tiempo calculado de permanencia en el rango de 1200-800°C fue de 1.1 s y una temperatura pico de 1060°C para C1 mientras que para C2, el tiempo de permanencia calculado fue de 1.4 s y una temperatura pico de 1185°C, lo cual indica que el ciclo térmico experimentado en la zona afectada térmicamente, no

es suficiente para promover la precipitación de la fase sigma durante la aplicación del proceso de soldadura GTAW, incluso tomando en consideración los recalentamientos en dicha zona a causa de los cordones depositados, ya que se ha establecido que la fase sigma se forma en el rango de 600-900°C aproximadamente [11], lo cual es corroborado por *Palmer et al.* (38), quien reporta que la fase sigma se forma a 850°C con un tiempo mínimo de 40 segundos, lo que explicaría su ausencia en estas condiciones.

La Figura 4.25 muestra la microestructura de la zona afectada térmicamente de la unión C3 en donde se observa claramente el cambio microestructural en comparación a la microestructura del metal base mostrado en la Figura 4.1. Este cambio microestructural consiste en la presencia de fase sigma en los límites de grano ferrita/austenita y ferrita/ferrita debido a la deposición consecutiva de los cordones con una temperatura de interpasos de 400-450°C. En cuanto al metal de soldadura, únicamente se observaron la fase austenita y fase ferrita.

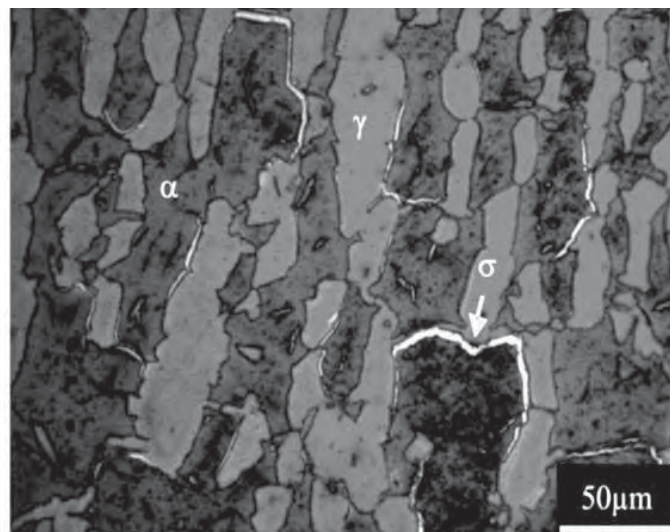


Figura 4.25. Microestructura de la ZAT en la unión soldada C3. La fase oscura corresponde a la fase ferrita, la fase clara a la fase austenita y la fase brillante, corresponde a la fase sigma.

La disminución de la fase ferrita en la zona afectada térmicamente de la unión C3, se debe a que dicha zona experimenta una permanencia de temperaturas por debajo de la línea sólido ($<1350^{\circ}\text{C}$) a consecuencia de los pasos de soldadura depositados. Por lo tanto, existe suficiente tiempo para que tome lugar la transformación ferrita-austenita en la zona afectada térmicamente de la unión C3. Esta transformación de ferrita/austenita está controlada por la difusión del nitrógeno, al igual que la transformación austenita-ferrita que ocurre durante el calentamiento. Por esta razón, ambas transformaciones, se consideran reversibles, tal y como lo reportaron Hemmer y Grong (99) en su propuesta de un modelo matemático para predecir la microestructura de la zona afectada térmicamente de uniones soldadas de acero inoxidable dúplex. Tomando en cuenta el recalentamiento experimentado en la zona afectada térmicamente por los pasos de soldadura, durante el enfriamiento, se promueve de nuevo la transformación ferrita-austenita, siendo la austenita, la fase mayoritaria a temperatura ambiente.

Si bien la disminución de ferrita en la unión C3 se puede atribuir a la precipitación de la fase sigma, no se considera en este caso debido a que el porcentaje presente de fase sigma es pequeño (2.2%) en comparación con el porcentaje remanente de ferrita (45%) y por lo tanto, la disminución de ferrita se atribuye a los recalentamientos a causa de los pasos de soldadura subsecuentes, mediante lo cual, se promueve la transformación ferrita-austenita.

La precipitación de la fase sigma en la zona afectada térmicamente ocurre también debido a los recalentamientos a elevadas temperaturas como lo son las temperaturas pico experimentadas a causa de los pasos de soldadura depositados, ya que se ha reportado que la fase sigma se forma en el rango de $600-950^{\circ}\text{C}$, siendo su precipitación más rápida entre 700 y 900°C (102).

Los resultados indican que la fase ferrita se transforma en austenita y fase sigma mediante la reacción eutectoide ferrita $\rightarrow$ austenita + sigma (1) (102) a causa de los ciclos térmicos generados por el proceso de soldadura GTAW. Debido a que la fase sigma crece a expensas de la ferrita y a que la difusión del nitrógeno en la fase ferrita propicia la transformación ferrita-austenita, la disminución de ferrita es inminente.

La fase sigma precipita en las interfases ferrita-ferrita o ferrita-austenita (1) y los resultados muestran que la fase sigma precipitó en ambas interfases, pero principalmente en la interfase ferrita-ferrita. La fase sigma está compuesta por elementos alfégenos, principalmente por Cr y Mo, y por lo tanto, su formación promueve zonas con bajo contenido de dichos elementos, lo que puede ocasionar una disminución de la resistencia a la corrosión localizada (16).

La Figura 4.26 muestra la fase sigma precipitada en el límite de grano ferrita-austenita en la zona afectada térmicamente de la unión soldada C3. En los microanálisis mostrados en la Tabla 4.8 de las fases ferrita, austenita y sigma, se observa un mayor contenido de Mo en la fase ferrita de la unión C3 en comparación con las uniones C1 y C2, indicando una sobresaturación de Mo en la fase ferrita, lo que promovería la precipitación de fase sigma. Altos contenidos de Cr, Mo y Si se observaron en la fase sigma, en comparación con las fases ferrita y austenita, lo cual es reportado en la literatura (103).

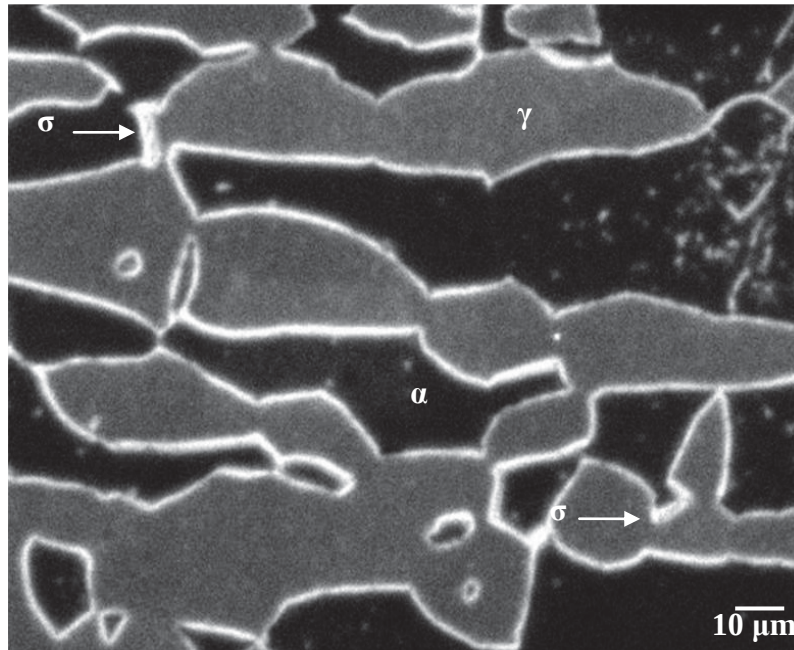


Figura 4.26 Microestructura de la ZAT en la unión soldada C3. La fase oscura corresponde a la fase ferrita, la fase clara a la fase austenita y la fase brillante rodeando los límites de granos ferrita-austenita, corresponde a la fase sigma.

Tabla 4.8. Composición química de las fases ferrita, austenita y sigma en las uniones C1, C2 y C3.

		Cr		Ni		Mo		Mn		Si		Fe	
C1	Fase	ZAT	CS	ZAT	CS	ZAT	CS	ZAT	CS	ZAT	CS	ZAT	CS
	γ	21.8	22.04	6.2	8.4	3.6	3.7	0.7	0.34	0.2	0.29	58.7	56.8
	α	21.8	23.6	6.5	7.0	9.7	8.8	0.6	0.4	0.2	0.3	56.6	54.6
	σ	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
		Cr		Ni		Mo		Mn		Si		Fe	
C2	Fase	ZAT	CS	ZAT	CS	ZAT	CS	ZAT	CS	ZAT	CS	ZAT	CS
	γ	20.3	21.5	7.4	7.5	3.0	3.5	0.6	0.39	0.3	0.32	57.7	54.6
	α	22.0	21.1	5.5	7.9	6.3	7.4	0.49	0.34	0.3	0.34	55.1	52.5
	σ	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
		Cr		Ni		Mo		Mn		Si		Fe	
C3	Fase	ZAT	CS	ZAT	CS	ZAT	CS	ZAT	CS	ZAT	CS	ZAT	CS
	γ	21.7	22.4	8.1	8.6	4.4	4.4	1.4	0.47	0.3	0.29	61.5	56.9
	α	21.8	21.3	6.9	9.2	14.5	14.5	0.9	0.38	0.3	0.28	53.2	52.0
	σ	22.1	--	6.8	--	5.2	--	1.2	--	0.6	--	60	--

En la unión C3, el porcentaje de ferrita es menor (45%) en la zona afectada térmicamente en comparación con lo observado en las uniones C1 (51%) y C2 (57%), lo cual se atribuye a la temperatura de interpasos (400°C-450°C), lo que da lugar a una temperatura pico mayor (1438°C) y a un tiempo de permanencia en el rango de 1200-800 de 2.8 segundos, mayor a las demás uniones, por lo que estas condiciones, promoverán un enfriamiento más lento en esa zona. Como se mencionó anteriormente, la microestructura es aproximadamente 100% ferrita a elevadas temperaturas y debido a que las temperaturas elevadas se experimentan consecutivamente por la deposición consecutiva de los cordones de soldadura, la microestructura al solidificar y enfriar, mantiene un mayor porcentaje de la fase ferrita, lo que aumenta la susceptibilidad a la formación de fase sigma a causa de la deposición consecutiva de los cordones de soldadura, al permanecer a temperaturas dentro del rango de formación de la fase sigma (600-950°C).

Durante la transformación de ferrita a austenita, la ferrita se enriquece de Cr y Mo, volviéndose el sitio preferencial para la formación de la fase sigma (33). La fase sigma se encuentra localizada en los límites de grano ferrita/austenita de la zona afectada térmicamente, aunque el porcentaje de fase sigma en la probeta C3 (2.2%) no es significativamente elevado.

Los resultados obtenidos de la prueba de tensión realizada a las probetas C1 y C3 para conocer la influencia de la fase sigma sobre la resistencia a la tensión, muestran que la probeta C1 tuvo 974 MPa de resistencia última a la tensión y la probeta C3, 950 MPa, como se puede observar en la Figura 4.27.

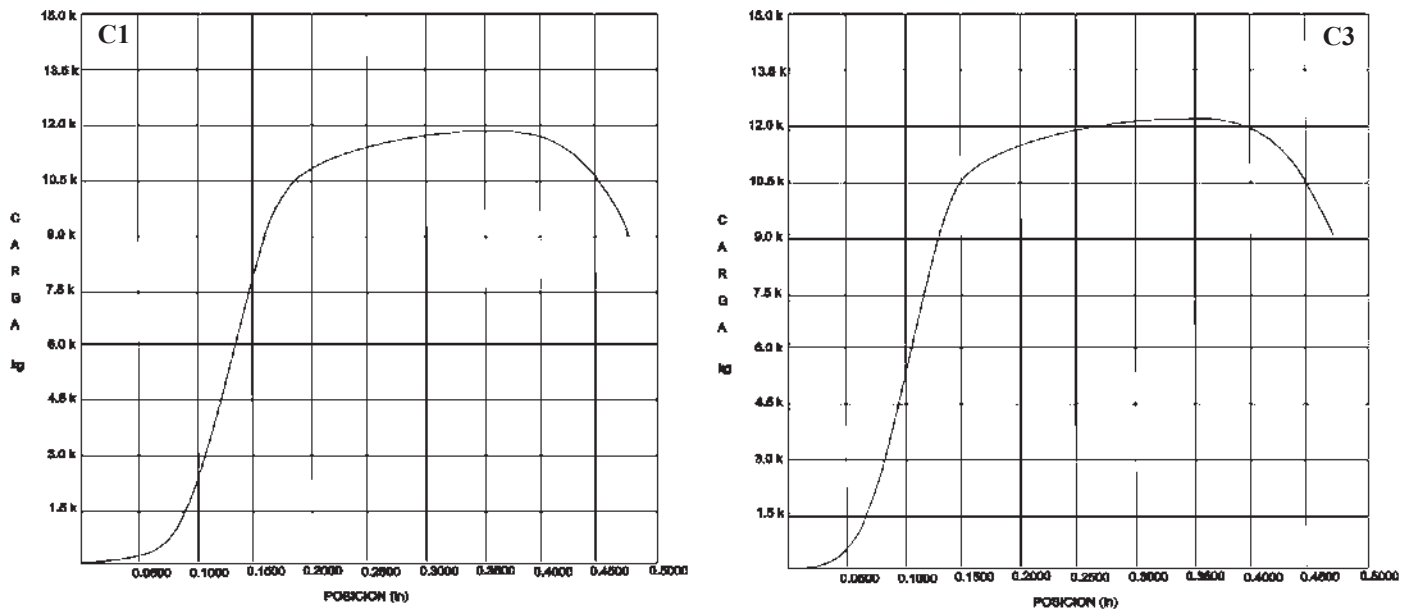


Figura 4.27 Gráfica del ensayo de tensión realizado a la muestra C1 y C3

Los resultados concuerdan con los resultados reportados por SANDVIK para el AISD SAF 2507 en su condición de recibido, el cual tiene un rango de 800 a 1000 MPa de resistencia a la tensión. En las uniones soldadas que fueron sometidas a los ensayos de tensión, se obtuvieron 974 MPa en la unión C1 y 950 MPa en la unión C3.

El balance de fases ferrita-austenita en la unión C1, permitió que la unión soldada tuviera valores de resistencia promedio a los indicados por el fabricante. A pesar de la presencia de fase sigma en la unión C3, ésta no mostró ser una influencia significativa para la disminución de la resistencia a la tensión, lo que se atribuye al pequeño porcentaje de fase sigma, de aproximadamente el 2.5% y al contenido de austenita presente (52%~). La fractura en ambas probetas se presentó en la zona afectada térmicamente y no en el cordón de soldadura, lo que implica que el material de aporte fue el adecuado para soldar el AISD SAF 2507 ya que al tener un alto porcentaje de Ni, promueve la estabilización de fase austenita, aumentando la tenacidad en

la unión soldada y mediante lo cual, la resistencia a la tensión fue apropiada, ya que los valores obtenidos están en el rango establecido por el fabricante.

4.5 UNION SOLDADA MEDIANTE GMAW

Para conocer la susceptibilidad a la formación de la fase sigma del acero inoxidable superdúplex SAF 2507 bajo la aplicación de un alto aporte térmico, se realizó la soldadura de seis placas mediante el proceso de soldadura GMAW utilizando dos materiales de aporte del tipo dúplex con especificaciones SAF 25.10.4L y ER 2209, utilizando tres tipos de gases de protección: Argón, Ar-3%N y Ar-6%N. Los cordones de soldadura fueron depositados inmediatamente después de haberse depositado el anterior para lograr la continuidad a elevadas temperaturas y así conocer el cambio microestructural a causa de los ciclos térmicos del proceso de soldadura. La zona analizada fue la zona afectada térmicamente correspondiente al primer cordón de soldadura depositado, como se muestra en la Figura 4.28.

Para realizar cada unión soldada de acero inoxidable superduplex SAF 2507, fue necesaria la deposición de tres cordones de soldadura. El análisis mediante el diagrama WRC 1992, mostró que el porcentaje final de ferrita en la unión soldada con el material de aporte ER 2209 está en un rango del 20 al 22% mientras que con el material de aporte SAF 25.10.4L, se encuentra en un rango del 24 al 26%, como se puede observar en la Figura 4.29.

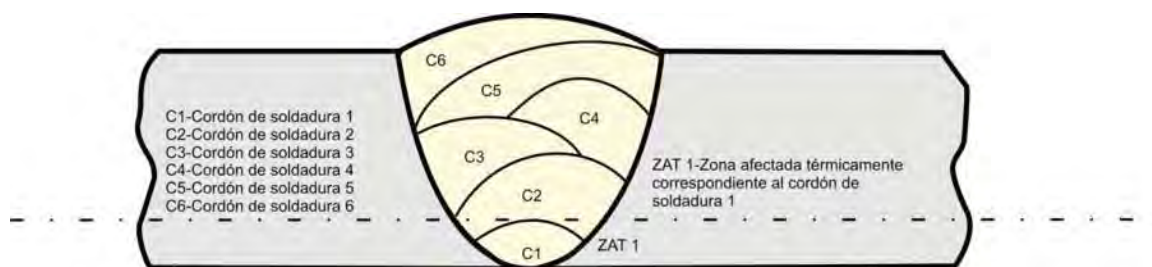


Figura 4.28 Zona analizada correspondiente al primer cordón de soldadura.

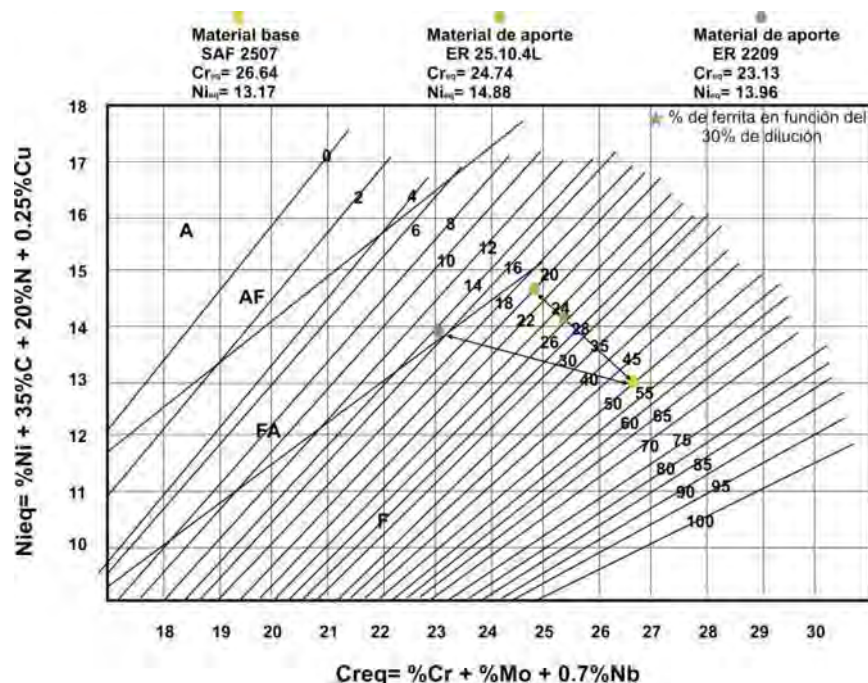
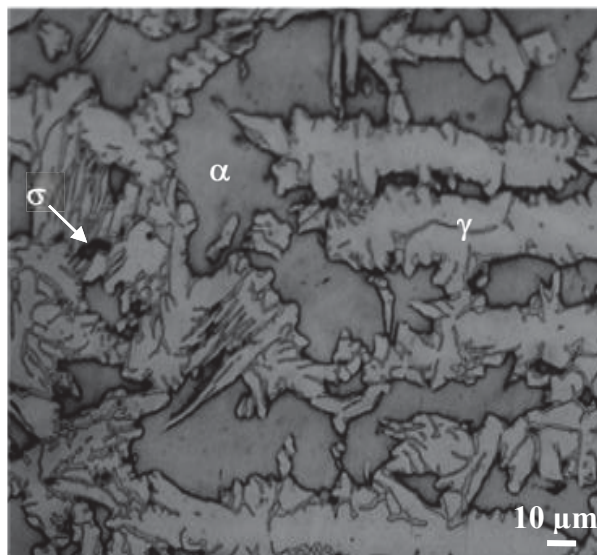
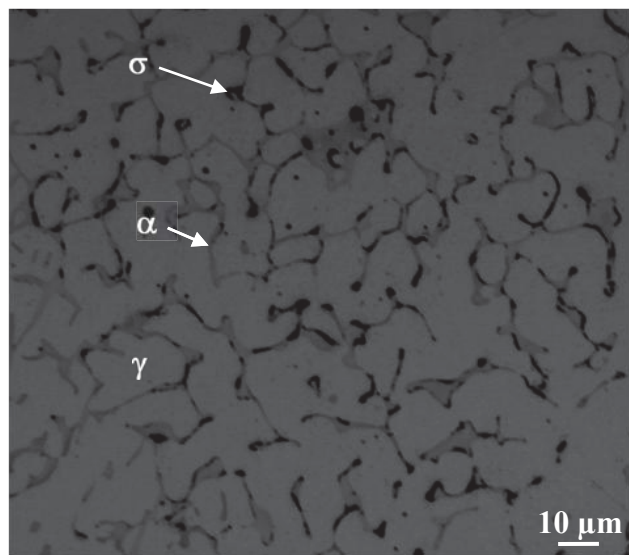


Figura 4.29 Diagrama WRC 1992 con los puntos correspondientes a la aleación SAF 2507 y material de aporte SAF 25.10.4L (32).

La Figura 4.30 muestra la zona afectada térmicamente y el metal de soldadura de cada una de las uniones soldadas S1 (SAF 2507-ER-2209-Ar100%), S2 (SAF 2507-ER 2209-Ar3N), S3 (SAF 2507-ER 2209-Ar6N), S4 (SAF 2507-ER 25.10.4L-Ar100%), S5 (SAF 2507-ER 25.10.4L-Ar3N) y S6 (SAF 2507-ER 25.10.4L-Ar6N) que corresponden al primer cordón depositado, debido a que son las zonas que presentan un mayor cambio microestructural a causa de los ciclos térmicos a los que está expuesto el material por los cordones depositados subsecuentemente que involucran un enfriamiento muy lento. Mediante el empleo del ataque selectivo, fue posible identificar la presencia de fase sigma en las uniones soldadas y en las micrografías se puede observar la presencia de la fase sigma (color negro) y de fase ferrita (color gris) en diferentes cantidades, mientras que la austenita se observa como la fase no atacada de color claro.

S1. SAF 2507-ER 2209-Ar



S2. SAF 2507-ER 2209-Ar3N

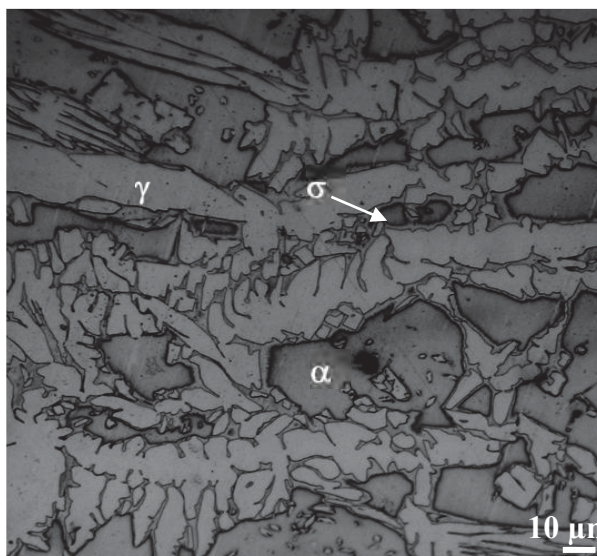
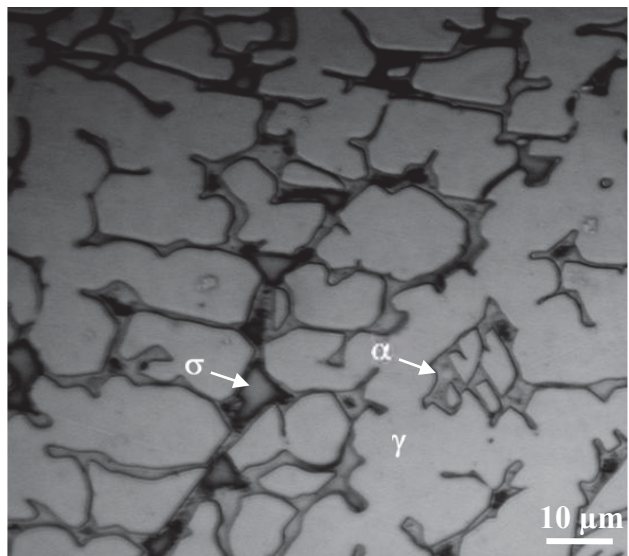
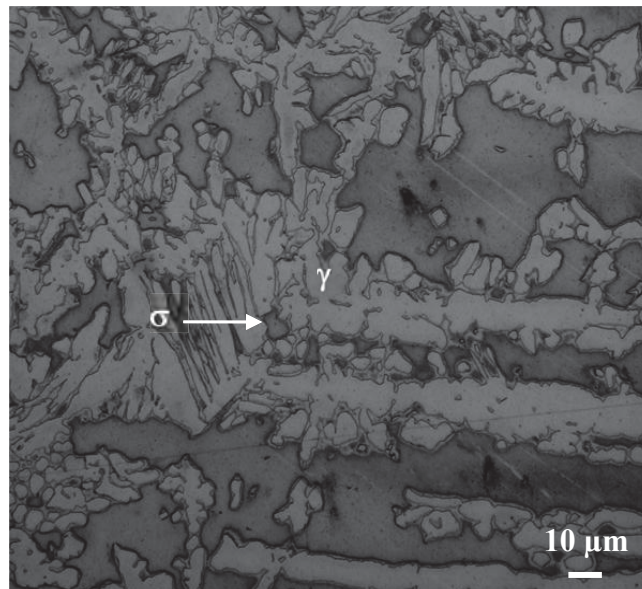
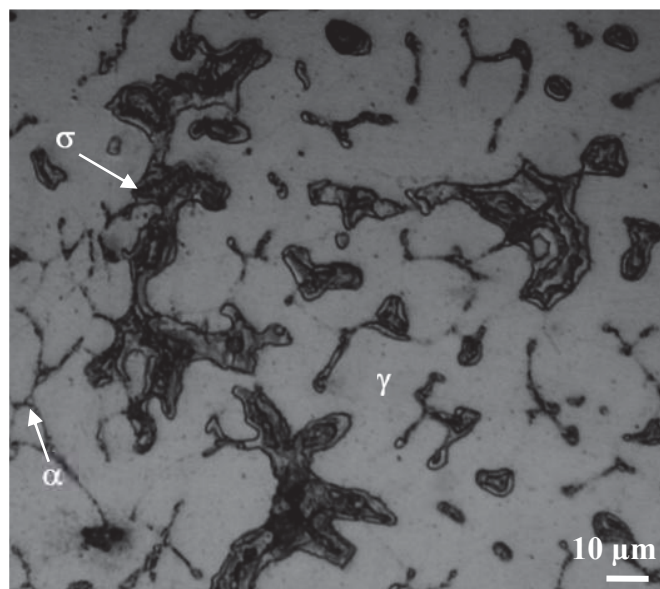
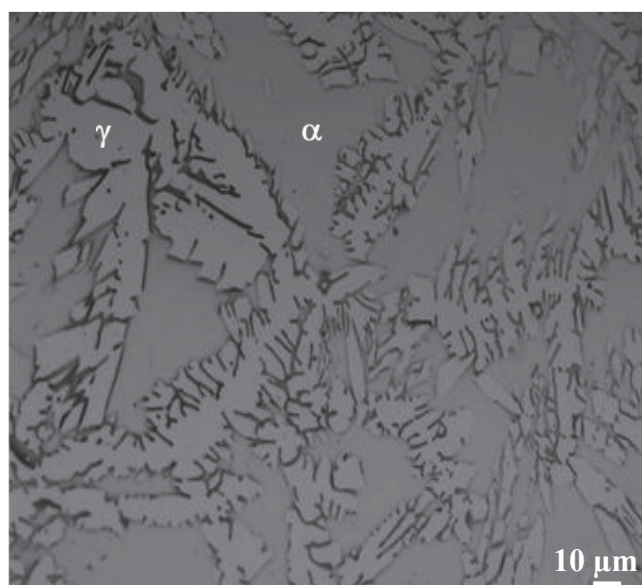
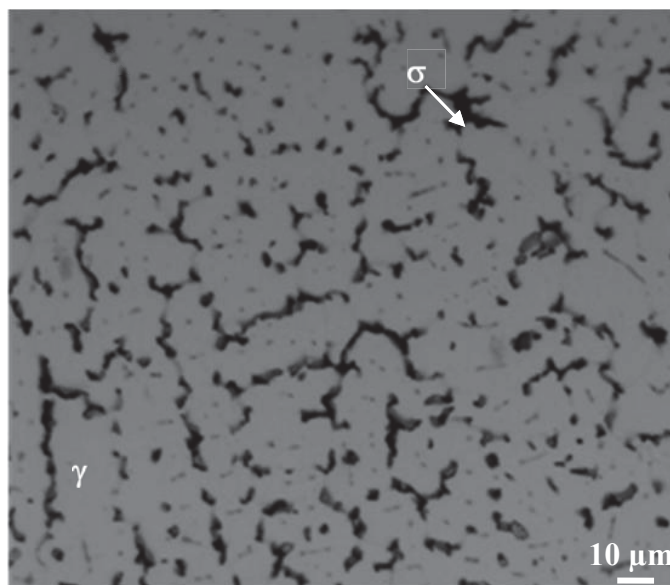


Figura 4.30 Micrografías correspondientes a las uniones soldadas S1, S2, S3, S4, S5 y S6 con sus respectivas zonas afectadas térmicamente. Se observa la presencia de fase ferrita, austenita y sigma

S3. SAF 2507-ER 2209-Ar6N

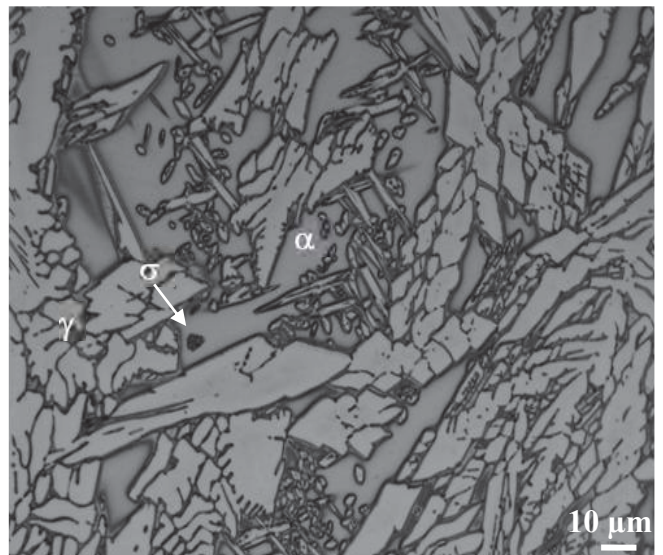
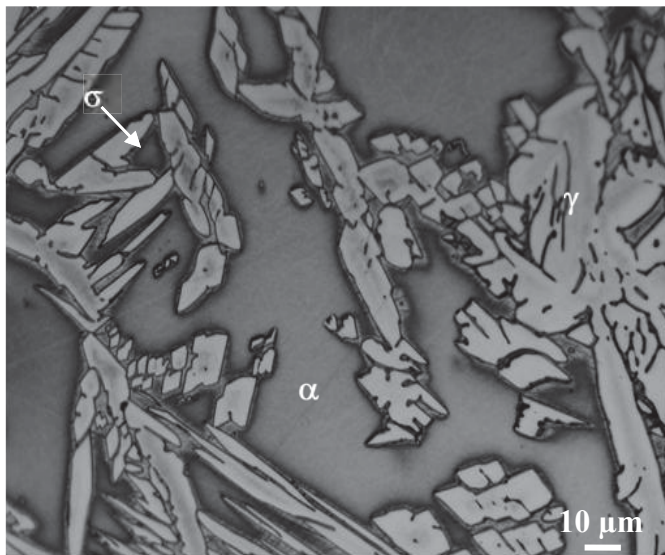


S4. SAF 2507-ER 25.10.4L-Ar

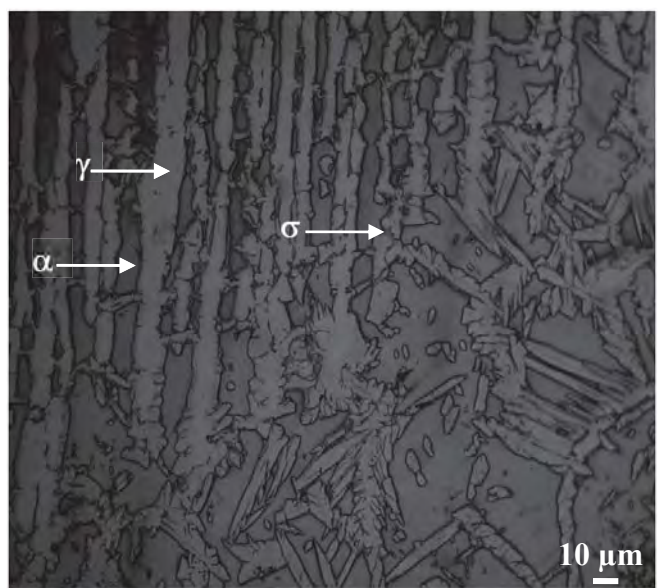
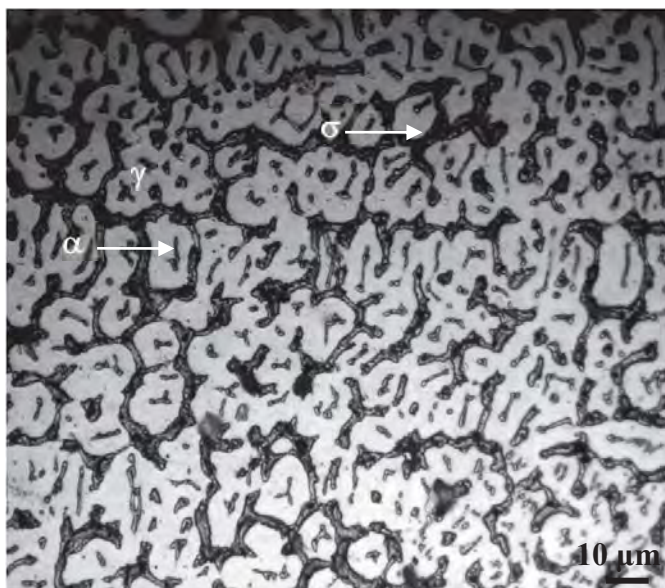


Continuación Figura 4.30

S5. SAF 2507-ER 25.10.4L-Ar3N



S4. SAF 2507-ER 25.10.4L-Ar



Continuación Figura 4.30

La microestructura es diferente en cada una de las uniones soldadas y los valores medidos de fase ferrita no concordaron en su totalidad con los valores calculados mediante el diagrama WRC. Para las uniones S1a, S2a y S3a, el porcentaje de ferrita medido fue de 15, 20 y 0% respectivamente mientras que el valor calculado fue en el rango de 14 a 18% en el diagrama de la Figura 4.22. Para las uniones S4, S5 y S6, los porcentajes medidos de ferrita fueron 0, 22 y 21% respectivamente mientras que el valor calculado fue en el rango de 18 al 20%. Las diferencias entre los valores reales y los valores calculados se atribuyen a que el diagrama WRC 1992, no toma en cuenta los ciclos térmicos experimentados por el material cuando es sometido a un proceso de soldadura multipasadas, mediante lo cual se corrobora que los ciclos térmicos de un proceso de soldadura tienen una influencia significativa sobre la microestructura final del material soldado. Debido a que las uniones fueron soldadas utilizando tres gases de protección, los valores de ferrita muestran también la influencia significativa de éstos sobre la microestructura final de la unión.

En las uniones S1a-S4a y S6a, se puede observar la microestructura de ferrita + austenita, resultado del modo de solidificación de ferrita primaria, en donde la aleación solidificará esencialmente en ferrita y posteriormente transformará a ferrita + austenita, lo que es reportado en la literatura como la microestructura “normal” del metal de soldadura en las aleaciones dúplex (29). Esta microestructura “normal” consiste en granos de ferrita con austenita Widmanstätten precipitada en los límites de grano o dentro del grano. Sin embargo, en este caso, la austenita Widmanstätten, se encuentra en forma de placas mientras que la fase ferrita, en forma de ferrita alotriomórfica. La fase sigma se observa en los límites de grano ferrita-austenita, existiendo zonas en donde la ferrita fue totalmente consumida por la formación de la fase sigma. Las uniones S3 y S4 constan de una matriz prácticamente austenítica con pequeñas y grandes partículas de fase sigma, la cual consumió por completo a

la fase ferrita, de la que se observan sólo pequeñas trazas. Las uniones S5 y S6, constan de grandes placas de austenita Widmanstätten con ferrita alotriomórfica, sin embargo, la unión S5 contiene una pequeña cantidad de fase sigma mientras que la unión S6, contiene mayor cantidad de fase sigma.

En cuanto a la microestructura de la zona afectada térmicamente de las seis uniones, ésta consiste en una matriz ferrítica con islas alargadas de austenita y una pequeña cantidad de fase sigma en los límites de grano ferrita – austenita.

Los resultados del análisis microestructural, muestran que el porcentaje de austenita se mantiene relativamente constante en la zona afectada térmicamente no importando el material de aporte y/o el gas de protección utilizado debido a que la microestructura de la zona afectada térmicamente está afectada por los ciclos térmicos experimentados durante el proceso de soldadura y no por la composición química del material de aporte, como se mencionó anteriormente. Sin embargo, en el metal de soldadura, la austenita tuvo un aumento significativo debido al material de aporte con altos contenidos de Ni y N. En este caso, el porcentaje de fase sigma se ve significativamente influenciado por las diferentes condiciones del proceso de soldadura tanto en la zona afectada térmicamente como en el metal de soldadura.

Tomando en cuenta los ciclos térmicos del proceso de soldadura, el mayor porcentaje de fase sigma se esperaba en la zona afectada térmicamente, sin embargo, los resultados mostraron que el mayor porcentaje se obtuvo en el metal de soldadura. Esto se puede atribuir a los recalentamientos sufridos en el metal de soldadura a causa de la deposición de los cordones subsecuentes. En este caso, el recalentamiento en el metal de soldadura es mayor que en la zona afectada térmicamente debido al elevado aporte térmico propio del proceso GMAW.

Stevens (17), en su investigación sobre la resistencia a la fatiga de la unión soldada de un acero inoxidable dúplex 2205, reportó que durante el ciclo térmico del proceso de soldadura, tanto la zona afectada térmicamente como el metal de aporte, experimentan una transformación 100% ferrítica aproximadamente. Por otra parte, Palmer *et.al.* (38), al realizar observaciones directas del crecimiento y disolución de fase sigma en un acero inoxidable dúplex 2205, reportaron que en la zona afectada térmicamente, se hace evidente el crecimiento de grano, mientras que en el metal de soldadura, se observarán granos columnares con crecimiento epitaxial. Enfriamientos muy rápidos desde la zona 100% ferrítica retardará la reformación de austenita en la zona afectada térmicamente y resultará en una microestructura predominantemente ferrítica debido a que la transformación en estado sólido de ferrita-austenita ocurre durante el enfriamiento, lo cual ha sido reportado por Mee *et.al.* (104) y como se observa en el diagrama de la Figura 4.31. Sin embargo, debido a que en las uniones soldadas el enfriamiento fue muy lento, la fase predominante es la fase austenita, la cual se forma inicialmente en los límites de grano ferrítico y después crece intragranularmente en los granos ferríticos para dar origen a la austenita Widmanstätten, lo que explicaría los porcentajes de ferrita en los metales de soldadura de cada una de las uniones soldadas.

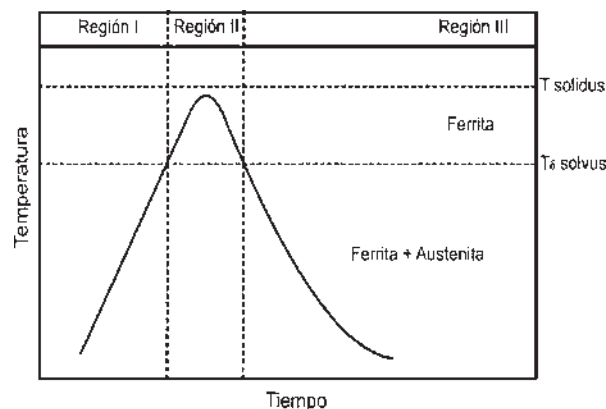


Figura 4.31. Ciclo térmico experimentado por las aleaciones dúplex (1).

El nitrógeno es un factor muy importante en la transformación ferrita-austenita. De acuerdo al Manual de Aceros Inoxidables de la ASM (32), elevados contenidos de nitrógeno incrementan la temperatura a la cual la ferrita empieza la transformación a austenita durante el enfriamiento. Esto permite suponer que la fase austenita empezará a aparecer a elevadas temperaturas por debajo de la temperatura de transformación 100% ferrítica.

Los porcentajes de austenita en la zona del metal de soldadura de cada una de las uniones se muestran en la gráfica de la Figura 4.32, donde se puede apreciar que el porcentaje de austenita es relativamente constante a pesar de la exposición a los ciclos térmicos. Sin embargo, el mayor porcentaje de austenita fue observado en las uniones S4 y S5, cada una con un 76%, lo que se atribuye nitrógeno proveído por el material base (0.27%), el material de aporte (0.2%) y el gas de protección en la unión S5 (Ar-3%N). En este caso, el nitrógeno actúa como un fuerte promotor de la fase austenita durante el enfriamiento en el metal de soldadura, la cual puede seguir transformando desde la ferrita a causa de la deposición de los cordones subsecuentes, lo que permite la continuidad de altas temperaturas que promueven la transformación ferrita-austenita, teniendo al final de la solidificación, un mayor porcentaje de austenita que de ferrita. Contrario a lo que se esperaba, el menor porcentaje de austenita fue observado en las uniones S2 y S3, ya que si bien el material de aporte contiene un porcentaje de nitrógeno suficiente para promover la transformación ferrita-austenita, en este caso, parece indicar que el contenido de nitrógeno no fue el suficiente para que existiera un mayor porcentaje final de austenita que transformara desde la ferrita. El porcentaje de nitrógeno del material de aporte ER 2209 es del 0.15% para las uniones S2 y S3, menor al 0.25% correspondiente al material de aporte ER 25.10.4L utilizado en las uniones S4 y S5. Esta *disminución* en el porcentaje de nitrógeno, parece haber tenido una influencia sobre el porcentaje final de austenita, mediante lo cual, la falta de nitrógeno en el metal de soldadura, no

promovió la transformación ferrita-austenita, existiendo un menor porcentaje de ferrita en las uniones S2 y S3, en comparación con las uniones S4 y S5. Sin embargo, de las 6 uniones realizadas, el menor porcentaje de austenita (65%) se observó en la unión S6 a pesar del elevado porcentaje de nitrógeno proveído por el material base (0.27%), material de aporte (0.25%) y gas de protección (Ar-6%N), lo que es atribuido a la transformación eutectoide de ferrita a fase sigma + austenita secundaria debido a que en la unión S6, la transformación ferrita-austenita pudo haber sido inhibida por la transformación de ferrita-fase sigma a causa de la continua exposición a elevadas temperaturas durante la deposición de los cordones de soldadura subsecuentes.

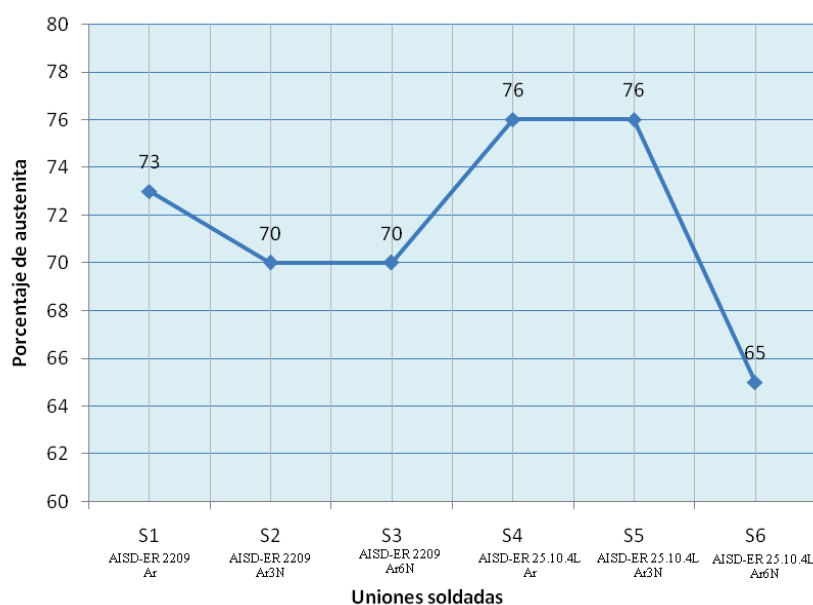


Figura 4.32. Porcentaje de austenita en las uniones soldadas.

La Figura 4.33 muestra los porcentajes de fase sigma en cada una de las uniones soldadas. El mayor porcentaje de fase sigma se observó en la unión S3 con un 30% y en la unión S4 con un 24%, seguidas de las uniones S6, S1 y S2 con un 15%, 12% y 10% respectivamente. El menor porcentaje de fase sigma fue observado en la unión S5 con un 2%.

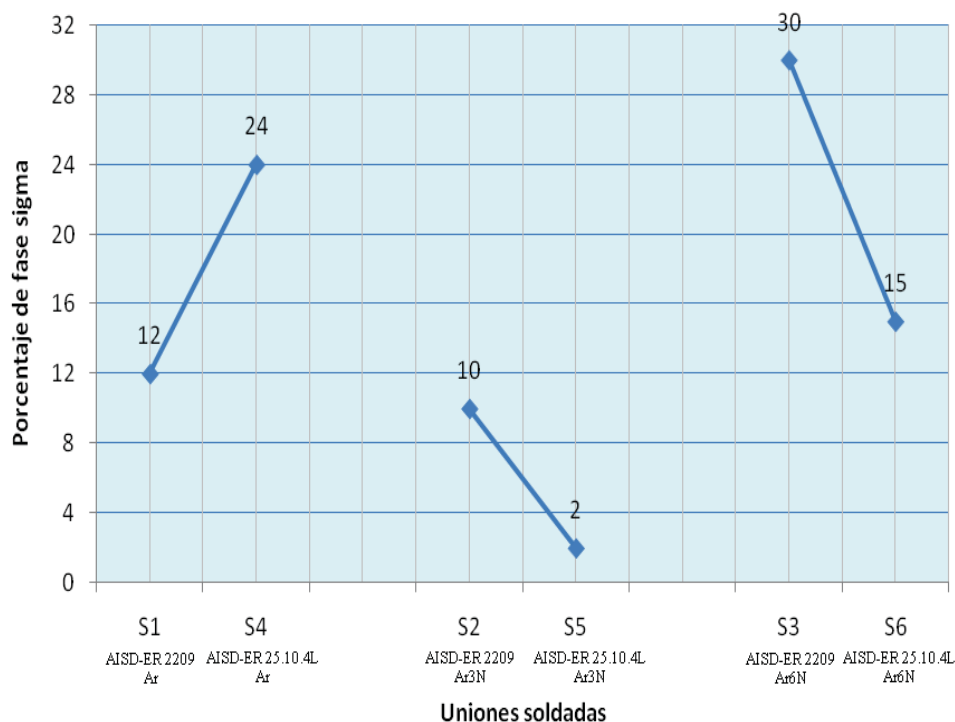


Figura 4.33. Porcentaje de fase sigma en las uniones soldadas

Haciendo una comparación del porcentaje de fase sigma en cada una de las uniones en función del material de aporte y el gas de protección, se observó que la unión S3 fue más susceptible a la formación de la fase sigma que las demás uniones, mostrando que el nitrógeno y el molibdeno promovieron la transformación eutecotoide de ferrita a fase sigma + austenita secundaria a causa de la exposición continua a elevadas temperaturas por cada uno de los cordones depositados subsecuentemente, el nitrógeno en este caso, promovió la transformación ferrita-austenita mientras que el molibdeno promovió la transformación ferrita-fase sigma, por lo que de esta manera, la

microestructura final constó de austenita + fase sigma. El menor porcentaje de fase sigma se observó en la unión S5, en donde el porcentaje de nitrógeno fue lo suficientemente alto para promover la transformación ferrita-austenita e inhibir la transformación ferrita-sigma durante la exposición continua a elevadas temperaturas a causa de los cordones de soldadura depositados subsecuentemente.

Los resultados muestran que el porcentaje de nitrógeno tiene una influencia significativa sobre la precipitación de la fase sigma. En el caso de las uniones soldadas, el nitrógeno es añadido al gas de protección para mantener un alto porcentaje de nitrógeno en la composición final del metal de soldadura de los aceros inoxidable. Sin embargo, Muñoz *et.al.* (105), demostró que mantener dicho porcentaje de nitrógeno en la composición final del metal de soldadura, es muy difícil de mantener debido a corrientes de aire o flujo de gas durante el procedimiento de soldadura. A pesar de esto, el nitrógeno también es añadido para controlar el porcentaje de la fase ferrita en el metal de soldadura, debido a que el nitrógeno es un elemento gamágeno y por lo tanto, promotor de la fase austenita, lo que fue reportado por Erneman *et.al.* (106), en su investigación sobre diferentes métodos para cuantificar el porcentaje de fase sigma en un acero inoxidable austenítico AISI 347.

Como se mencionó anteriormente, los porcentajes de fase austenita fueron relativamente aproximados en las diferentes uniones soldadas aunque con diferentes porcentajes de fase sigma. Mediante estos resultados se muestra que el nitrógeno ayudó a estabilizar la fase austenita en todas las uniones soldadas y al mismo tiempo ayudó a disminuir la susceptibilidad de precipitación de fase sigma en la unión S5 al utilizar el material de aporte ER 25.10.4L y la mezcla de gas de protección de Ar-3%N. Sin embargo, es también observado que a pesar del contenido de nitrógeno en la unión S3, ésta tuvo el mayor porcentaje de fase sigma (30%), lo que implica que el porcentaje de Mo en el material base

(3.238%) y material de aporte (3.144%) fue lo suficientemente alto para promover la transformación de ferrita a fase sigma. Esta aseveración es apoyada por Padilha *et.al.* (103), quienes estudiaron el efecto del molibdeno en la composición química de la fase sigma en tres tipos de aceros inoxidables, concluyendo que bajos porcentajes de molibdeno, son suficientes para promover la precipitación de fase sigma en los aceros inoxidables.

El N, al ser adicionado, ayuda significativamente a que la transformación ferrita-austenita durante el enfriamiento, empiece a una temperatura más cercana a la temperatura de ferritización, donde la microestructura predominante es la fase ferrita. A mayor contenido de N, mayor será la transformación de ferrita-austenita durante el enfriamiento hasta temperatura ambiente (107). Durante este proceso de transformación en estado sólido, el N se acomoda preferencialmente en la fase austenita y en menor cantidad, en la fase ferrita. Si se rebasa el límite de solubilidad del N en la fase ferrita, esta se encarga de “expulsar” el N hacia la matriz predominante, en este caso la austenita o se promueve una sobresaturación de N en la ferrita, causando la formación de nitruros de cromo cuando existe un enfriamiento muy rápido (108) (109). Sin embargo, en el caso de las 6 uniones realizadas, la formación de nitruros de cromo es prácticamente nula debido a que la exposición continua a elevadas temperaturas, promueve una velocidad de enfriamiento lenta, inhibiendo la formación de nitruros de cromo.

La deposición continua de los cordones de soldadura, promueve la exposición continua a elevadas temperaturas del material. El nitrógeno, al tener una difusión mayor que los demás elementos de aleación, es expulsado de la ferrita. Por lo tanto, el proceso de difusión del Cr, Mo y Si, se retrasa, evitando la formación de la fase sigma, por lo que a temperatura ambiente, existe una menor cantidad como la observada en la unión S5.

En el caso de la unión S3, la precipitación de fase sigma fue mayor a pesar de la formación de fase austenita, lo que también se atribuye a que el porcentaje de N (material base 0.27%, material de aporte 0.15% y gas de protección Ar-6%N), fue el necesario para estabilizar la fase austenita sin difundir a la fase ferrita, lo que promueve la difusión de los elementos gamágenos, que forman la fase sigma.

Los resultados anteriores, han mostrado que el N, en combinación con la permanencia a elevadas temperaturas por cada cordón depositado, tiene influencia para promover la formación de fase austenita y también puede influenciar la formación de fase sigma, como se observa en la gráfica de la Figura 4.34, con los porcentajes de ferrita, austenita y fase sigma en cada una de las uniones soldadas.

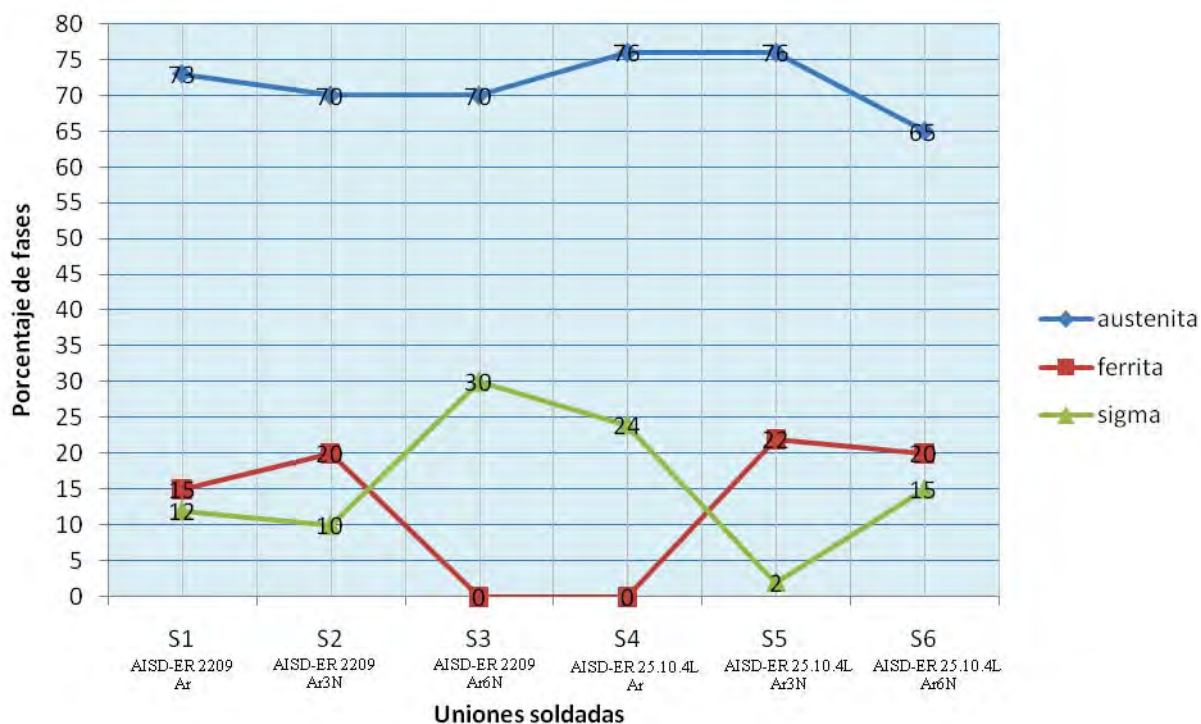


Figura 4.34. Porcentajes de fase sigma, fase ferrita y fase austenita en las uniones soldadas.

Todas las aleaciones dúplex solidifican en ferrita debido a su composición química, por lo que son 100% ferríticas al final de la solidificación y dependen de la transformación parcial de la austenita en el estado sólido para obtener una microestructura balanceada (1) (110) (111), como se muestra en la Figura 2.14. Posteriormente, durante el enfriamiento aparecen las fases secundarias. Los mecanismos de transformación austenita-ferrita, ferrita-austenita, ferrita-fase sigma y ferrita-fase sigma-austenita discutidos anteriormente están en función de la temperatura, el tiempo de permanencia a dicha temperatura y de la velocidad de enfriamiento.

De acuerdo al diagrama mostrado en la Figura 4.35, las aleaciones dúplex son susceptibles a la precipitación de fases secundarias a temperaturas relativamente bajas como las experimentadas durante el proceso de soldadura, sin embargo, dicho diagrama no especifica el tiempo de permanencia necesario ya que dependerá del tipo de aleación, de su composición química y las condiciones de soldadura.

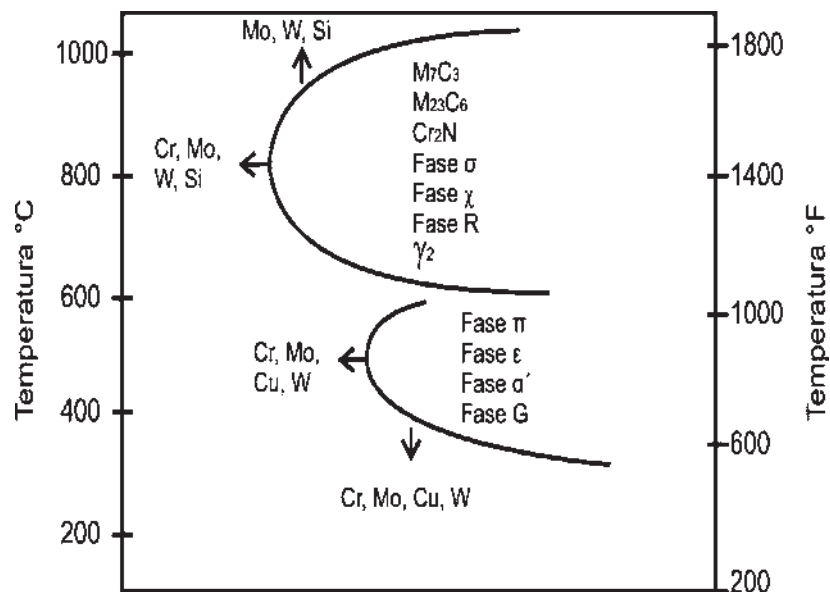


Figura 4.35. Diagrama de precipitación de fases secundarias para las aleaciones dúplex (1).

El análisis microestructural demostró que hubo precipitación de fase sigma en diferentes cantidades, lo cual se atribuye al tiempo de permanencia a elevadas temperaturas en el rango de 400-800°C, a la composición química de la aleación, del material de aporte y del gas de protección.

En el caso de las 6 uniones soldadas, los elementos de aleación del material base y material de aporte, se acomodaron mediante difusión e isotérmicamente en su fase respectiva debido a la exposición continua a elevadas temperaturas a causa de la deposición de los cordones de soldadura subsecuentes; los elementos alfégenos en la fase austenita y los gamágenos en la fase ferrita para posteriormente transformar en fase sigma.

Las Figuras 4.36 y 4.37 muestran las micrografías de las uniones S3 (ER 2209-Ar6N) y S4 (ER 25.10.4L-Ar), las cuales corresponden a las piezas que tuvieron un mayor porcentaje de fase sigma de 30% y 24% respectivamente. Las figuras 4.36a y 4.37a muestran el metal de soldadura con una matriz austenítica y fase sigma en donde el porcentaje de ferrita es aproximadamente de un 1% al 2% cada una. En ambos metales de soldadura (4.36a-b), la fase sigma se encuentra formada dentro de los granos ferríticos en forma de *mariposa* y *clusters*. En la zona afectada térmicamente de la unión S3 (micrografía 4.36b) se observa un 35% de ferrita, un 60% de austenita y un pequeño porcentaje de fase sigma (5%) en los límites de grano ferrita/austenita en forma de pequeños *clusters*. La zona afectada térmicamente de la unión S4 se muestra en la micrografía 4.37b, en donde se puede observar la fase ferrita en un porcentaje de 40%, austenita en un 52% y fase sigma con un 8% aproximadamente a lo largo de los límites de grano ferrita/austenita.

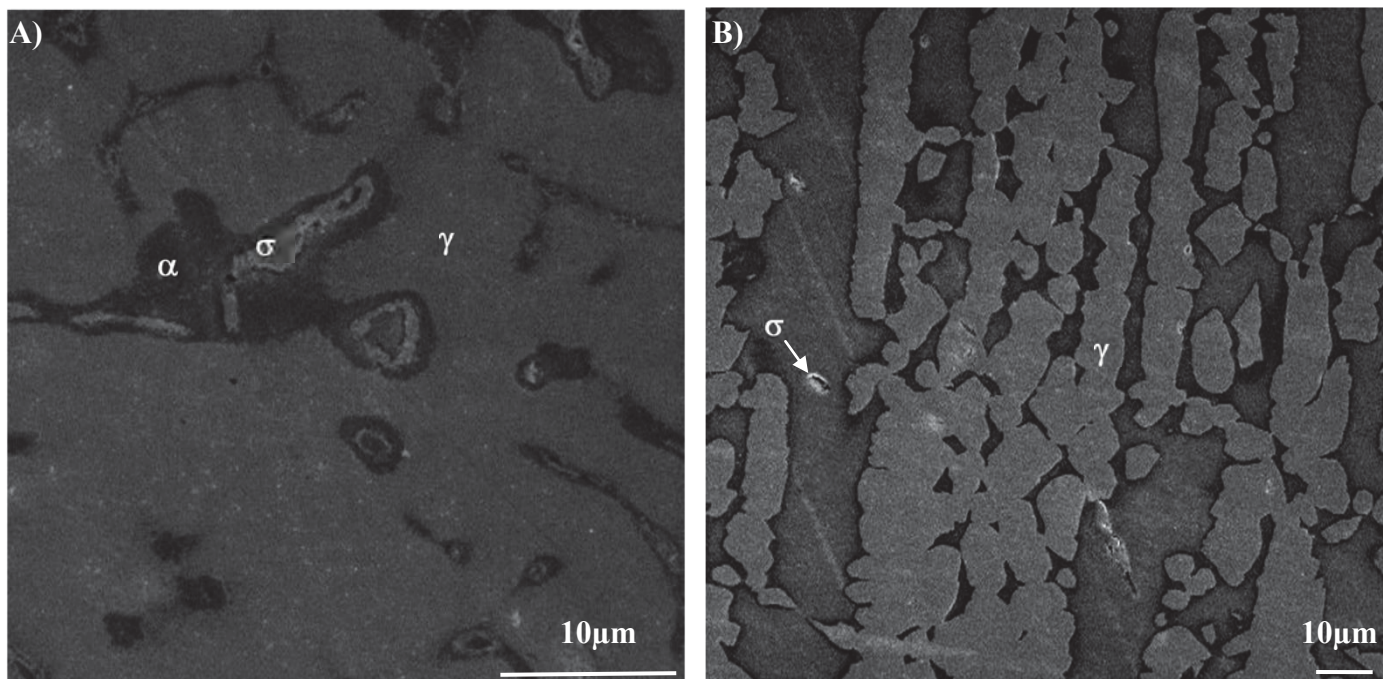


Figura 4.36 Micrografías de la zona afectada térmicamente de la unión S3 (ER 2209-Ar-6N).

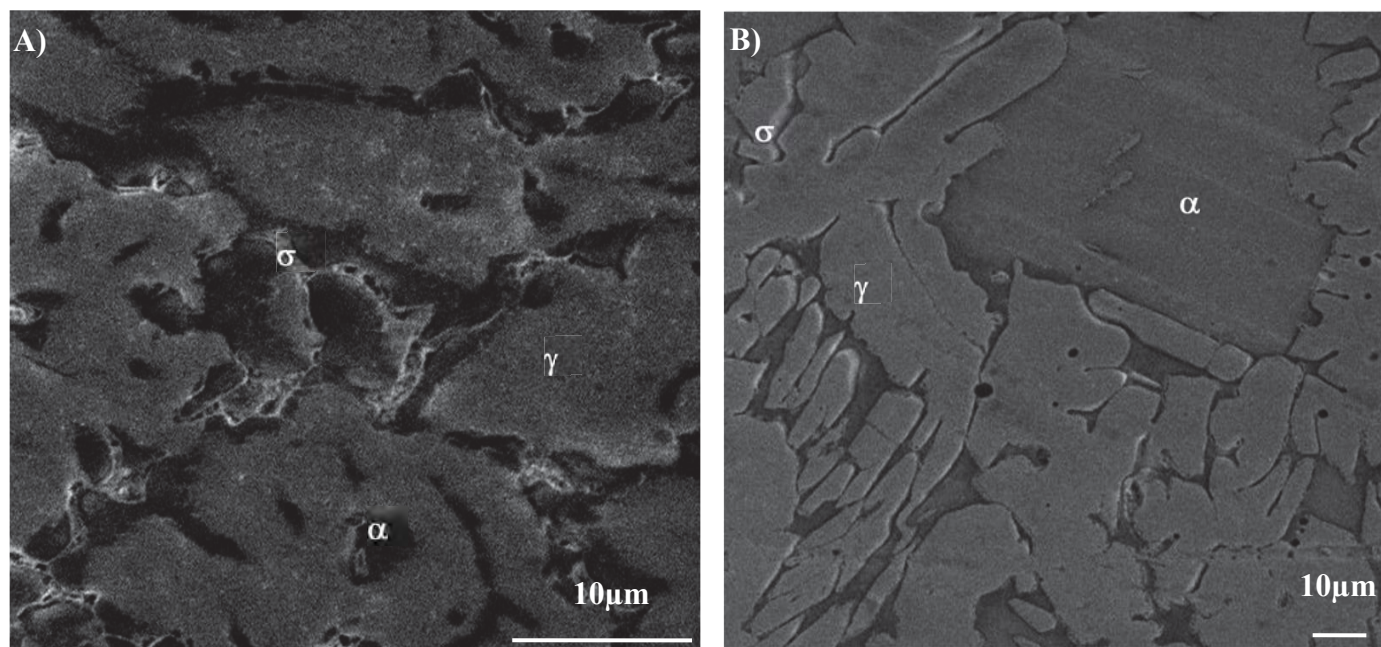


Figura 4.37 Micrografías de la zona afectada térmicamente de la unión S3 (ER 25.10.4L-Ar).

Los microanálisis realizados a las fases ferrita y austenita en su condición inicial se muestran en la Tabla 4.9 así como en su condición de soldadura.

Tabla 4.9. Composición química de fases en las zonas de la unión soldada.

Zona	Fase	C	Cr	Fe	Ni	Mo	Mn	Si	N
METAL BASE	γ	5.01	17.95	49.31	6.11	1.12	1.69	0.43	--
	δ	8.47	24.32	56.80	4.60	2.29	1.88	0.65	--
METAL DE SOLDADURA S3	γ	1.57	20.13	61.50	7.23	2.52	1.17	0.43	--
	δ	2.87	18.20	53.37	7.59	2.85	0.92	0.78	--
	σ	1.57	21.60	59.36	5.15	4.18	0.93	0.65	--
ZAT S3	γ	1.19	21.41	61.03	7.59	2.57	0.82	0.25	--
	δ	1.37	21.61	60.24	5.67	3.33	0.69	0.39	--
	σ	2.49	22.90	57.98	5.61	3.61	0.76	1.13	--
METAL DE SOLDADURA S4	γ	1.21	18.19	64.25	7.27	2.39	0.42	0.69	--
	δ	2.66	16.43	56.49	7.86	2.44	0.40	1.09	--
	σ	2.94	23.25	47.90	5.40	7.46	0.45	1.18	--
ZAT S4	γ	1.11	21.83	58.21	8.28	3.03	0.65	0.44	--
	δ	1.13	20.37	59.68	6.87	2.66	0.66	0.39	--
	σ	1.59	22.56	58.06	8.55	3.27	0.45	0.73	--

Mediante los microanálisis realizados, se lograron identificar las fases presentes en la microestructura de las uniones S3 y S4. La concentración de los elementos alfégenos Cr y Mo es observada en la fase ferrita mientras que la concentración de Ni, elemento gamágeno se observa en la fase austenita. La precipitación preferencial de la fase sigma a partir de la fase ferrita es debido al enriquecimiento de Cr y Mo en la fase ferrita (112). Durante la transformación ferrita-austenita, la fase ferrita se enriquece aún más de Cr y Mo, volviéndose el sitio preferencial para la formación de la fase sigma (113). aunque también puede tener grandes cantidades de Si (114). Esto significa que al formarse la fase sigma, la fase ferrita que se encuentra alrededor de ella, queda empobrecida principalmente de Cr y Mo, lo que reduciría la resistencia a la corrosión de la aleación y por lo tanto, sus propiedades mecánicas (115) (116) (117).

Como resultado de ésto, las aleaciones dúplex son muy susceptibles a la corrosión localizada similar al mecanismo de sensitización en los aceros inoxidables austeníticos, lo cual fue estudiado y propuesto por Elmer *et.al.* (33), en su investigación sobre la observación directa de la formación de fase sigma en aceros inoxidables dúplex mediante el *Synchrotron*. En este caso, la fase sigma observada en las uniones soldadas, tiene la mayor concentración de Cr, Mo y Si en comparación con las fases ferrita y austenita, donde se observa también que la fase ferrita tiene la menor cantidad de Cr, Mo y Si debido a la formación de la fase sigma. La Figura 4.38 muestra un esquema del modelo de transformación propuesto en este trabajo y anteriormente discutido, para la fase sigma bajo los ciclos térmicos del proceso de soldadura multipasos.

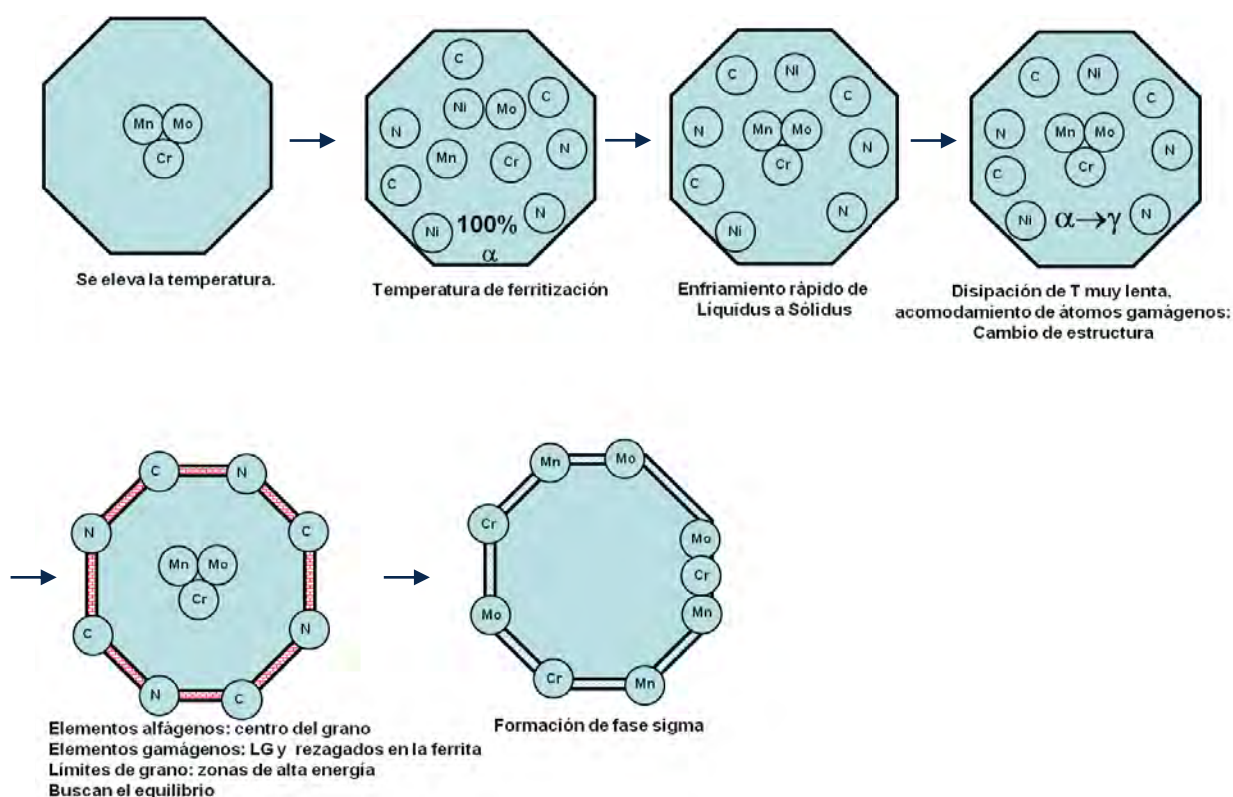


Figura 4.38 Esquemmatización del modelo de transformación de la fase sigma bajo los ciclos térmicos del proceso de soldadura multipasos propuesto en este trabajo.

SIMULACION DE CICLOS TERMICOS MEDIANTE EL GLEEBLE®

Con el objetivo de examinar las velocidades de enfriamiento experimentadas al realizar las uniones soldadas mediante GTAW y GMAW, se realizaron simulaciones de los ciclos térmicos en probetas con dos áreas diferentes de 1cm² y 2cm² para simular el alto y bajo aporte térmico del proceso GMAW y GTAW respectivamente.

Como paso inicial, se realizaron ciclos térmicos de ferritización a 1300°C por 1, 2, 5 y 10 segundos, para obtener el mayor porcentaje de ferrita tal y como sucede en el AISD SAF 2507 cuando es soldado. Los resultados mostraron que la probeta sometida por 10 segundos en cada una de las áreas, fueron las probetas con mayor cantidad de fase ferrita como se muestra en la Figura 4.39.

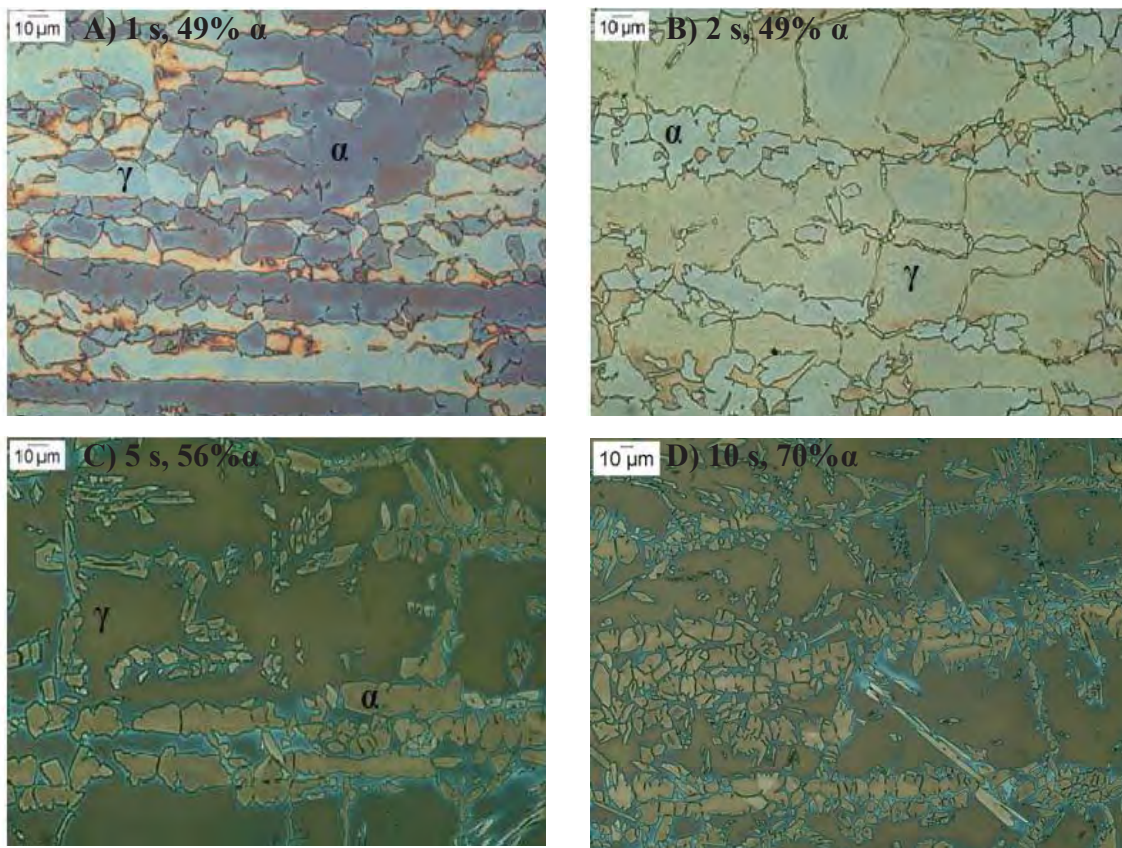


Figura 4.39 Micrografías correspondientes a los ciclos térmicos de ferritización aplicados por 1, 2, 5 y 10 segundos a 1300°C

Sieurin y Sandström (88), en su investigación sobre la reformación de la austenita en la zona afectada térmicamente de un acero inoxidable dúplex 2205, reportaron que la transformación de austenita a ferrita, tiene lugar inicialmente durante el calentamiento, seguido de un crecimiento de grano en la región de ferrita delta y finalmente, de la reformación de la fase austenita durante el enfriamiento. Tomando en cuenta esa aseveración, si el tiempo de permanencia por encima de la ferrita solvus, es relativamente prolongado, la transformación austenita-ferrita es completa, por lo que existe un mayor porcentaje de fase ferrita en estas condiciones, lo que se corroboró al aplicar los ciclos térmicos de ferritización por tiempos de permanencia diferentes, en donde el mayor porcentaje de ferrita fue observado con un tiempo de permanencia de 10 segundos. Debido a que la transformación ferrita-austenita tiene lugar durante el enfriamiento, el porcentaje existente de fase ferrita es significativo. Si el porcentaje de ferrita es aproximadamente el 100% como es de suponerse al someter al material a la temperatura de ferritización, entonces la cantidad de austenita que transforme será escasa, lo que permite mantener el mayor porcentaje de fase ferrita a temperatura ambiente. La velocidad de enfriamiento natural del AISD SAF 2507, mostró que a 1300°C, por 2, 5 y 10 segundos de permanencia, la austenita se reforma en placas de austenita Widmānstatten, mientras que con 1 segundo de permanencia, la austenita se reforma como una combinación de austenita globular e islas de austenita, lo cual es reportado por Lippold y Brandi (37).

Con la obtención de las condiciones ideales para lograr una ferritización de la aleación superdúplex, se realizaron los ciclos térmicos de soldadura para simular la microestructura de la zona afectada térmicamente bajo la aplicación de una soldadura multipasos de seis cordones. Se realizaron tres experimentos para encontrar las condiciones adecuadas para lograr una simulación de los ciclos térmicos de soldadura experimentados por el AISD SAF 2507 al ser sometido a los procesos de soldadura GTAW y GMAW multipasos. La Figura

4.40 muestra únicamente las curvas correspondientes a los ciclos reales en los tres experimentos, de los cuales, la microestructura no fue representativa debido a que no cumplían con los criterios de un ciclo térmico de soldadura.

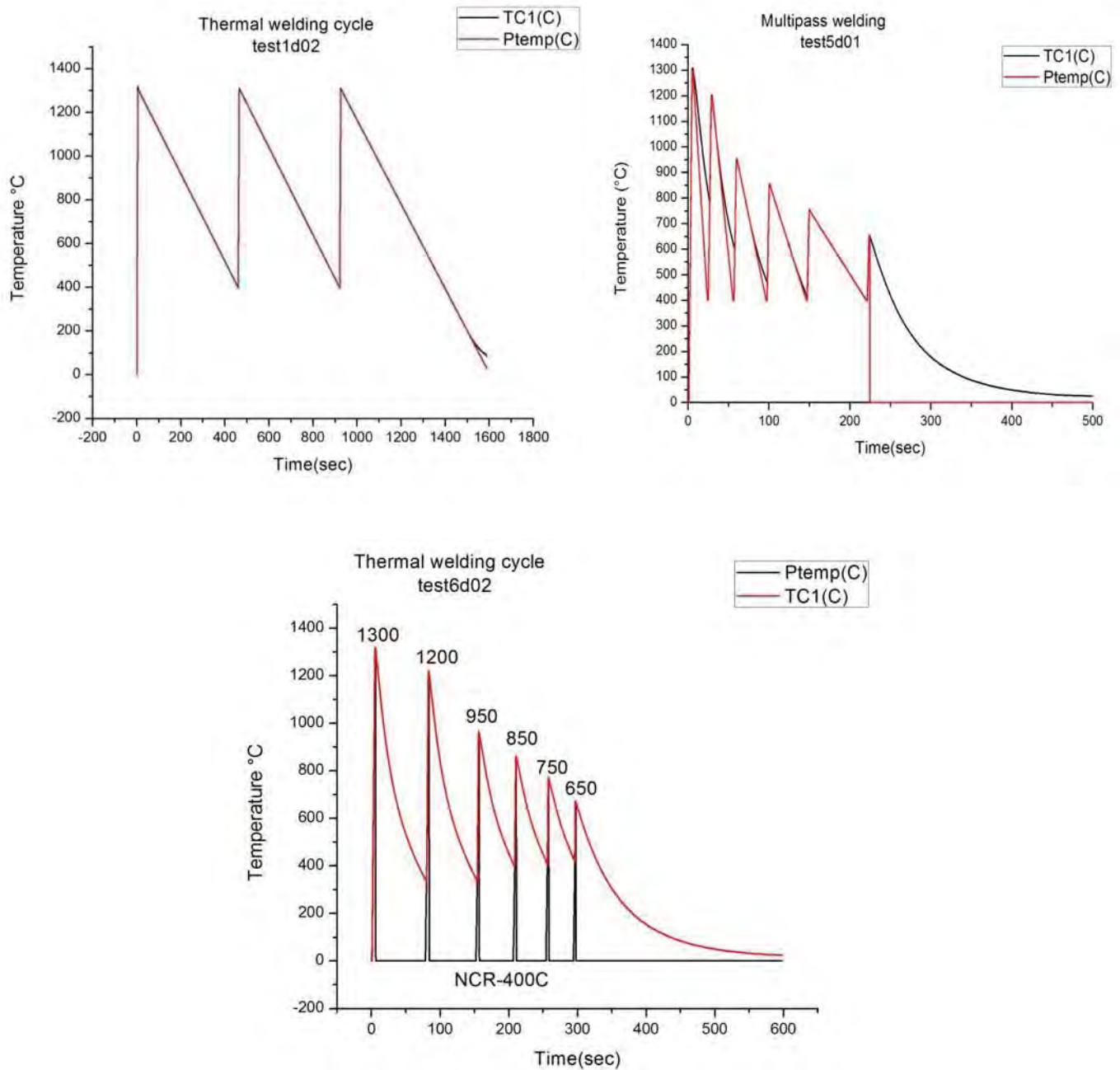


Figura 4.40 Ciclos térmicos experimentales en el Gleeble.

Después de aplicar el ciclo térmico de ferritización por 10 segundos, se aplicó el ciclo térmico que se muestra en la Figura 4.41 para simular la microestructura de la zona afectada térmicamente en un área de 1 cm² para representar el proceso de soldadura GTAW. La microestructura obtenida está formada por bloques de austenita Widmānstatten y austenita Widmānstatten intragranular en la matriz ferrítica, lo que se muestra en la Figura 4.42, sin la presencia de fase sigma. En este caso, la velocidad de enfriamiento fue de 33.3 °C/s, y de acuerdo al diagrama de enfriamiento continuo de la Figura 4.4, la velocidad de enfriamiento mínima para promover la precipitación de la fase sigma, es de 10°C/s. Tomando en cuenta los datos de la Figura 4.4 y los resultados anteriormente mencionados, se puede corroborar que el diagrama obtenido mediante el programa JMatPro®, puede ser utilizado para predecir la precipitación de fase sigma en el AISD SAF 2507 en función de la velocidad de enfriamiento.

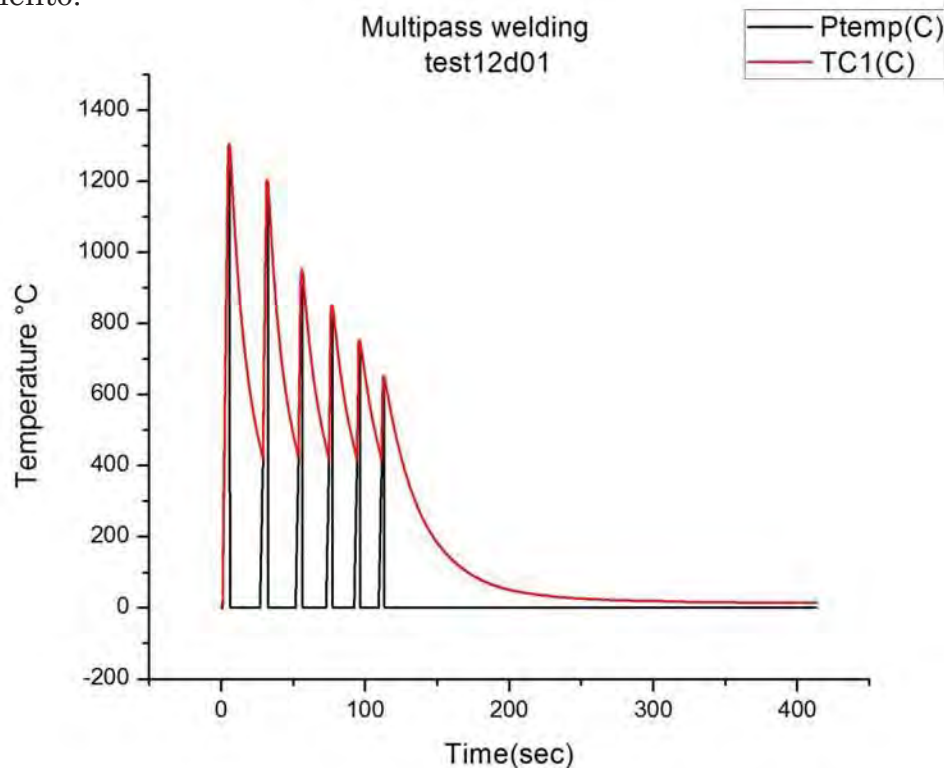


Figura 4.41 Ciclo térmico simulado en el AISD SAF 2507 en un área de 1 cm².

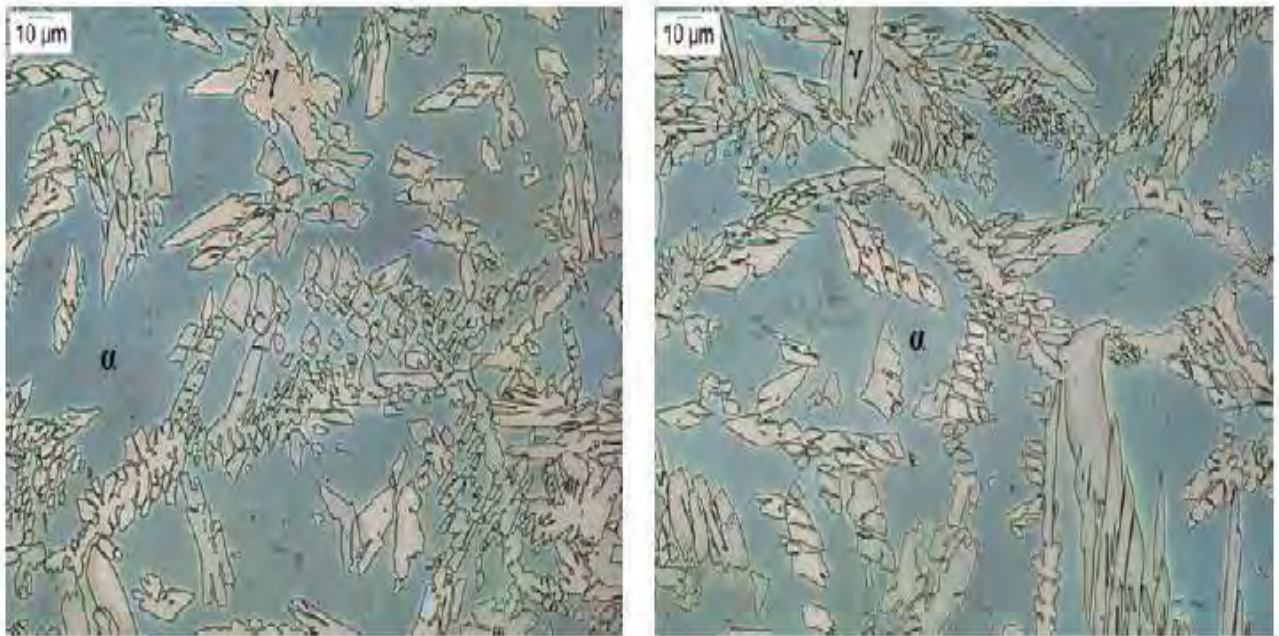


Figura 4.42 Micrografías correspondientes al ciclo térmico mostrado en la Figura 4.41. La microestructura consiste en una matriz ferrítica con bloques de austenita Widmanstätten.

Los resultados mostraron que el ciclo térmico aplicado teniendo una velocidad de enfriamiento de 33.3°C/s , no promueve la formación de la fase sigma a pesar de que la temperatura de interpasos se mantuvo en aproximadamente 400°C con la velocidad de enfriamiento natural del material en un área pequeña (1 cm^2), es decir, dejando que el material llegara a temperatura ambiente por sí solo, lo cual simula la zona afectada térmicamente de una soldadura multipasos por el proceso GTAW. Debido a que la velocidad de enfriamiento de 33.3°C/s se considera una velocidad muy alta de acuerdo al diagrama de la Figura 4.4, la difusión de los elementos alógenos como Cr y Mo, no pueden difundir hacia los límites de grano y por lo tanto, la formación de la fase sigma no es promovida, aunque la temperatura de interpasos fuese de 400°C .

Sin embargo, al aplicar el ciclo térmico de ferritización y posteriormente el mismo ciclo térmico de soldadura pero en un área mayor de 2 cm^2 (Figura 4.43)

para representar la soldadura multipasos por el proceso GMAW, la precipitación de la fase sigma fue observada en los límites de grano ferrita-austenita, como se muestra en la Figura 4.44. En este caso, la velocidad de enfriamiento fue de 11.1 °C/s. De acuerdo al diagrama de la Figura 4.4, la velocidad de enfriamiento mínima para promover la formación de la fase sigma, es de 10°C/s, por lo que el diagrama obtenido por medio del programa JMatPro®, es significativamente confiable para predecir la precipitación de la fase sigma, ya que la velocidad de enfriamiento medida en el AISD SAF 2507, fue de 11.1°C/s.

De acuerdo a la investigación realizada por Magnabosco (118) y demás investigadores (119) (120) sobre la cinética de la precipitación de la fase sigma en aceros inoxidables dúplex, se estableció que la formación de fase sigma está fuertemente relacionada con la descomposición de la ferrita, por lo que la fase sigma nuclea preferencialmente en los límites de grano ferrita-austenita. La razón fundamental por la que la fase sigma crece preferencialmente a partir de la ferrita, es que la ferrita es termodinámicamente metaestable en el rango de temperaturas donde la fase sigma precipita, por lo que la ferrita debe descomponerse para buscar el estado de equilibrio, lo que ha sido reportado por Huang y Shih (62) en su investigación sobre el efecto del nitrógeno sobre la precipitación de fase sigma en aceros inoxidables dúplex.

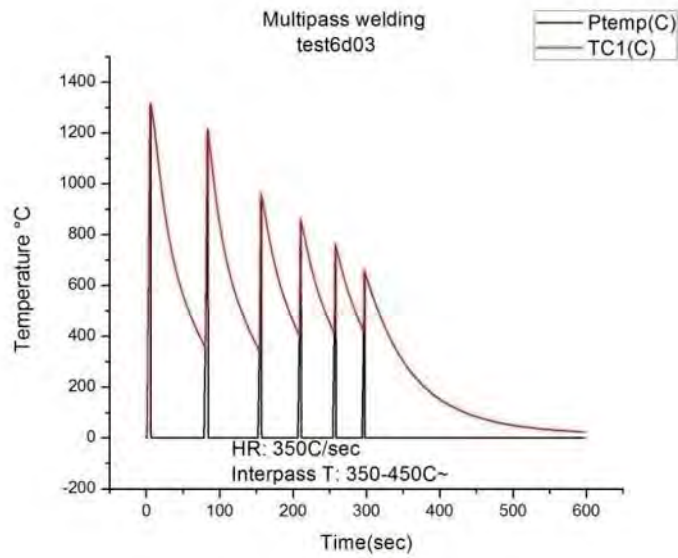


Figura 4.43 Ciclo térmico simulado en el AISD SAF 2507 en un área de 2 cm².

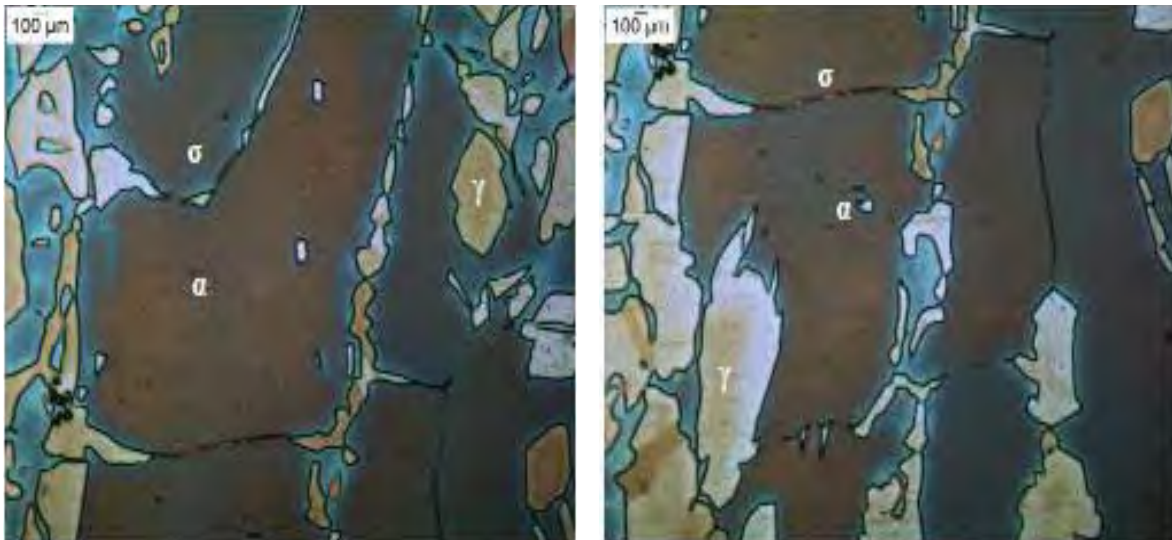


Figura 4.44 Micrografías correspondientes al ciclo térmico mostrado en la Figura 4.43. La microestructura consiste en una matriz ferrítica con bloques de austenita Widmanstätten.

Debido a que la fase sigma precipita a partir de la fase ferrita en los aceros inoxidables superdúplex, es de suponer que a mayor porcentaje de ferrita (promovido por el ciclo térmico de ferritización por 10 segundos), mayor es la susceptibilidad a promover la formación de fase sigma, como lo que se esperaba bajo la aplicación del ciclo térmico en un área de 1 cm². Sin embargo, como se muestra en las Figuras 4.45 (ciclo térmico) y 4.46 (microestructura), la aplicación del ciclo térmico con una permanencia de 10 segundos a la temperatura de ferritización, mostró que la formación de la fase sigma no fue promovida, lo que se atribuye a la velocidad de enfriamiento (33.3°C/s) desde las temperaturas pico alcanzadas y al tiempo de permanencia. El ciclo térmico se aplicó en la probeta de menor área (1 cm²), representando una soldadura por GTAW, lo que implica que la velocidad de enfriamiento de 33.3°C/s en cada uno de los pasos simulados influyó significativamente para evitar la formación de fase sigma.

Una soldadura multipasos puede causar una transformación difusional de ferrita-austenita en las zonas recalentadas si la velocidad de enfriamiento es relativamente lenta, por lo que a pesar de los pasos subsecuentes, la zona sometida a los ciclos térmicos para representar la zona afectada térmicamente experimentó la transformación difusional ferrita-austenita en una forma equilibrada, no dando lugar a la precipitación de fases, como en este caso. La transformación difusional ferrita/austenita bajo la aplicación de ciclos térmicos de soldadura fue observada y reportada por Sieurin y Sandström (88) cuando estudiaron la reformación de la austenita en la zona afectada térmicamente de un acero inoxidable dúplex 2205.

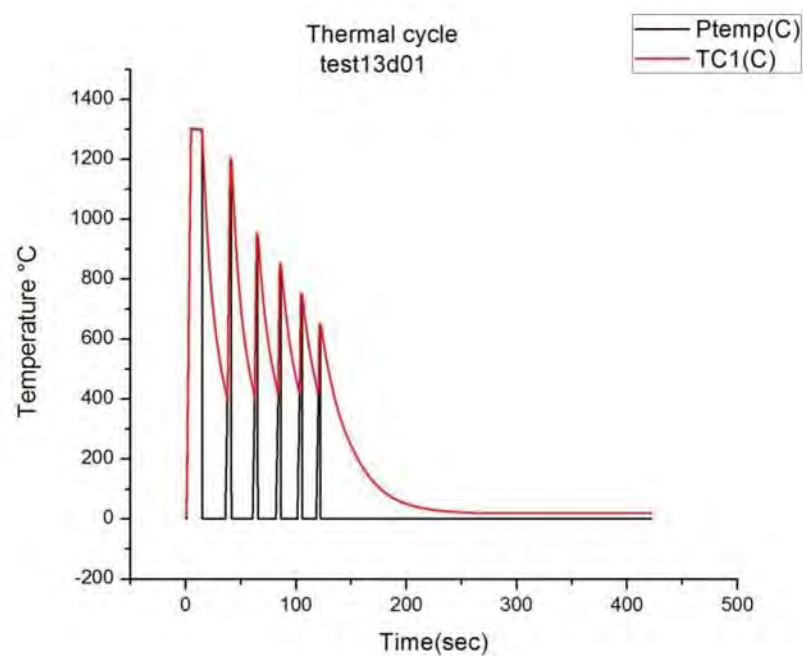


Figura 4.45 Ciclo térmico simulado en el AISD SAF 2507 en un área de 1 cm².

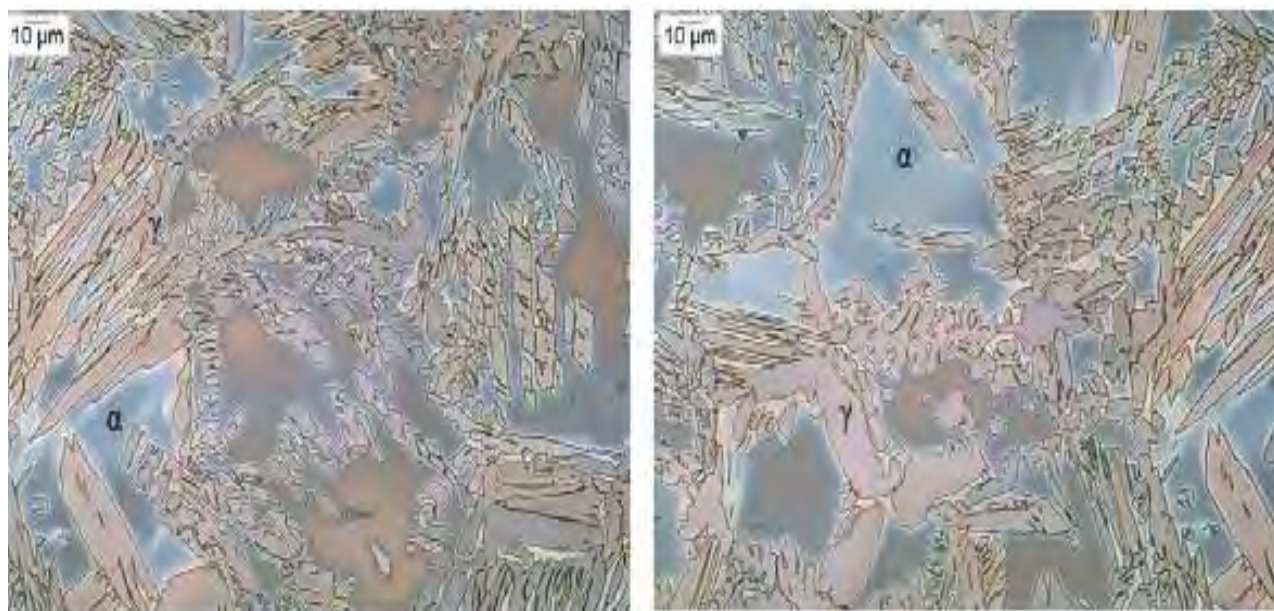


Figura 4.46 Micrografías correspondientes al ciclo térmico mostrado en la Figura 4.45. La microestructura consiste en una matriz ferrítica con bloques de austenita Widmanstätten.

La Figura 4.48 muestra la microestructura obtenida después de aplicar el ciclo térmico de ferritización por 10 segundos en un área de 1 cm² (Figura 4.47), seguido del ciclo térmico representando el proceso GTAW manteniendo la temperatura de interpasos a temperatura ambiente (25°C) y teniendo una velocidad de enfriamiento de 14.16°C/s. La microestructura muestra la fase austenita Widmānstätten en una matriz ferrítica, sin la presencia de fase sigma, con lo cual se confirmó que manteniendo la temperatura de interpasos aproximadamente a 25°C dejando que el material llegara hasta temperatura ambiente por sí solo, es decir, con una velocidad de enfriamiento natural del material, no existen las condiciones necesarias para promover la precipitación de la fase sigma.

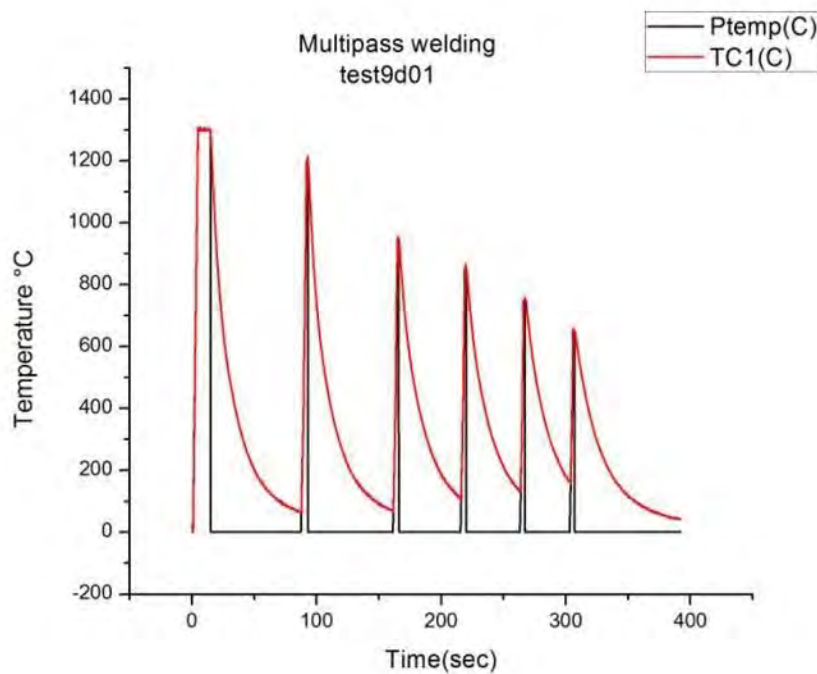


Figura 4.47 Ciclo térmico simulado en el AISD SAF 2507 en un área de 1 cm².

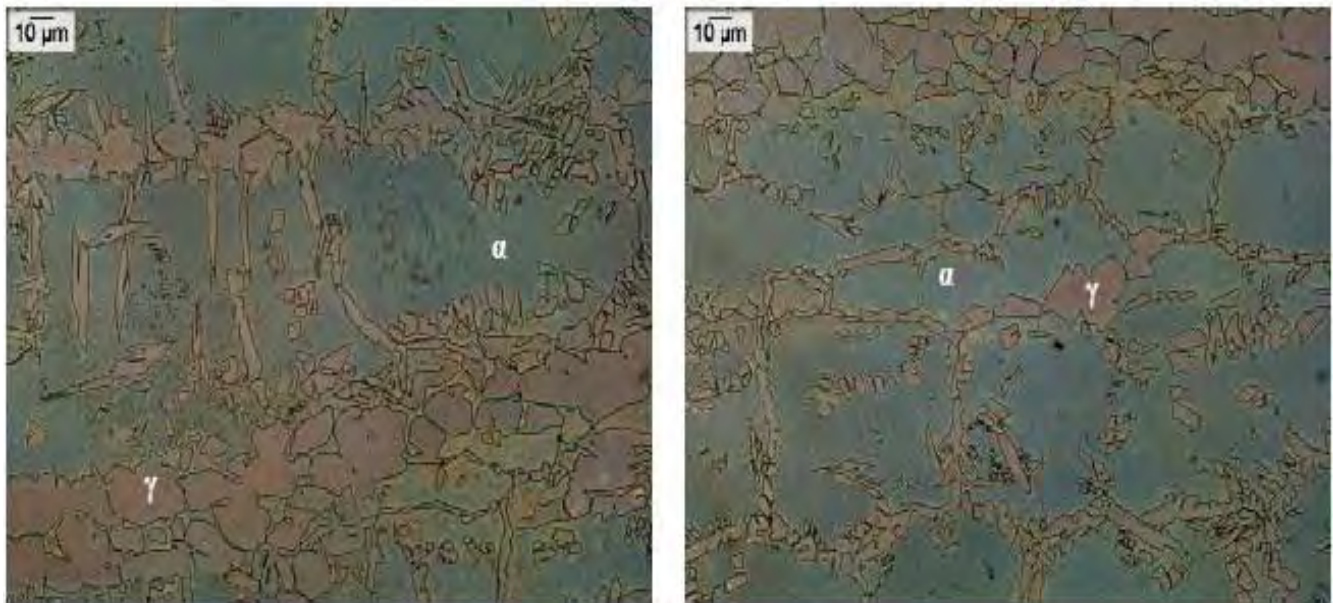


Figura 4.48 Micrografías correspondientes al ciclo térmico mostrado en la Figura 4.47. La microestructura consiste en una matriz ferrítica con bloques de austenita Widmanstätten.

Las Figuras 4.49 y 4.50 muestran el ciclo térmico simulado y la microestructura obtenida después de aplicar el ciclo térmico de ferritización por 10 segundos, seguido del ciclo térmico representando el proceso GMAW (área de 2 cm²) manteniendo la temperatura de interpasos a temperatura ambiente (25°C), en donde se observa la fase austenita Widmanstätten en una matriz ferrítica. En este caso, la velocidad de enfriamiento fue de 33.3°C/s, y mediante lo cual, no se observó la presencia de fase sigma, con lo cual se estableció que manteniendo la temperatura de interpasos aproximadamente a 25°C con una velocidad de enfriamiento natural del material, no existen las condiciones necesarias para promover la precipitación de fase sigma.

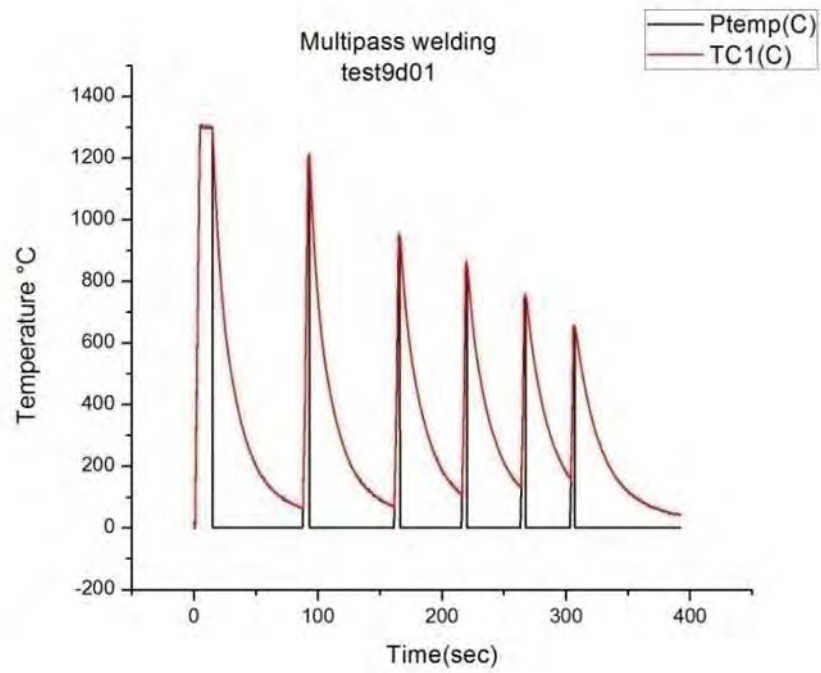


Figura 4.49 Ciclo térmico simulado en el AISD SAF 2507 en un área de 1 cm².

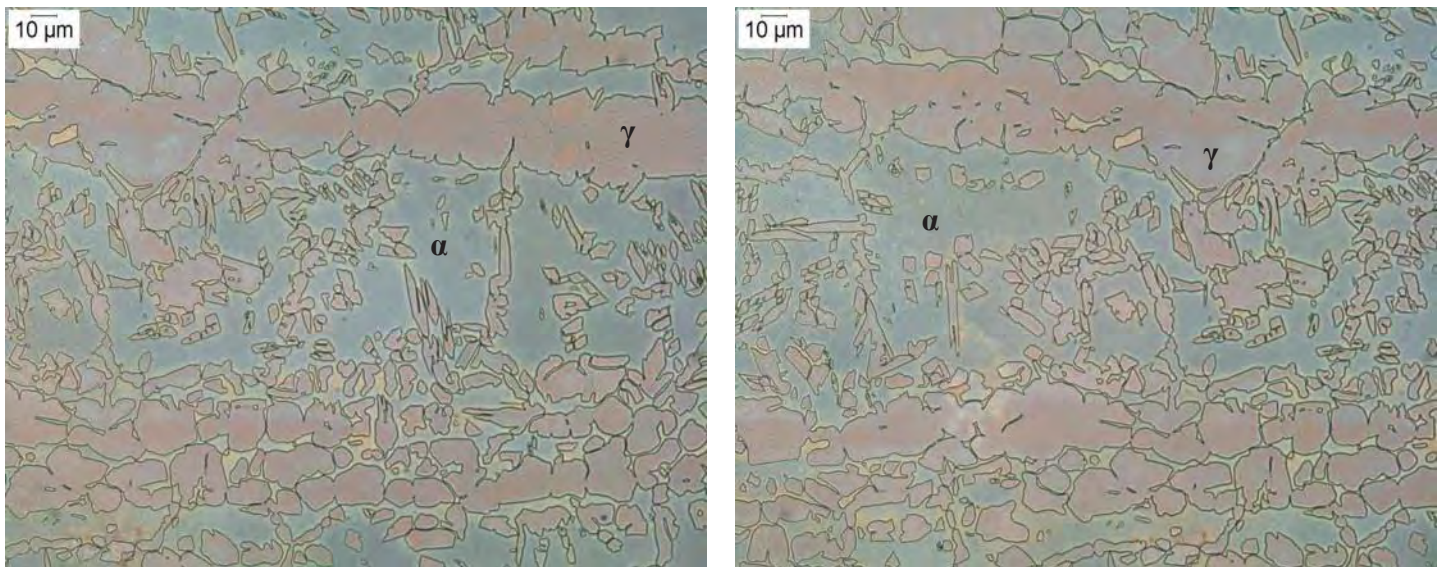


Figura 4.50 Micrografías correspondientes al ciclo térmico mostrado en la Figura 4.49. La microestructura consiste en una matriz ferrítica con bloques de austenita Widmanstätten.

De acuerdo a los resultados microestructurales obtenidos mediante la aplicación de los ciclos térmicos para representar la zona afectada térmicamente de una soldadura multipasos GTAW y GMAW, se observó que la velocidad de enfriamiento es una influencia significativa para la formación de la fase sigma. Una velocidad de enfriamiento alta de 33.3°C/s , como la observada en un área de 1 cm^2 , no permite una difusión suficiente de los elementos alfégenos como Cr y Mo para promover la formación de fase sigma, a diferencia de una velocidad de enfriamiento lenta de 11.1°C/s , observada en un área de 2 cm^2 , en donde dicha velocidad de enfriamiento permitió la difusión de los elementos alfégenos como Cr y Mo, lo cual promueve la formación de la fase sigma en los límites de grano ferrita/ferrita y ferrita/austenita.

Los resultados obtenidos coincidieron con los resultados obtenidos mediante las uniones soldadas reales mediante GTAW y GMAW, en donde las uniones sometidas a temperaturas de interpasos a 25°C , no presentaron la precipitación de fase sigma, mientras que en las uniones sometidas a temperaturas de interpasos de 400°C sí presentaron la precipitación de fase sigma.

Para revalidar que la fase precipitada en los límites de grano en el AISD SAF 2507 tanto en las uniones soldadas como en la zona afectada térmicamente simulada en el Gleeble®, era la fase sigma, las probetas fueron analizadas mediante la técnica de Orientación de Imagen (OIM®).

La información cristalográfica extraída de los patrones de difracción mediante OIM®, mostró que la fase observada en los límites de grano ferrita-austenita corresponde a la fase sigma. El mapeo de la Figura 4.51 corresponde a la probeta en donde se observó la presencia de fase sigma y en donde se muestran las fases identificadas que conciernen a las fases ferrita, austenita y sigma.

En este caso, se observa que la fase sigma en los límites de grano ferrita/austenita, en donde el porcentaje de fase sigma se extiende hacia el centro de los granos ferríticos y en ciertas partes, llega a consumir por completo la ferrita, quedando presente, únicamente la fase sigma. Con estos resultados se sustenta la teoría de que la fase sigma crece a expensas de la fase ferrita.

El patrón de difracción de la fase sigma que se obtuvo mediante el mapeo, se comparó con la información contenida en las cartas de indexación proporcionadas por la base de datos de la OSU, comprobando que las fases presentes corresponden a la fase sigma, fase ferrita y fase austenita sin la presencia de alguna otra fase secundaria, ya que es un método de identificación de fases certero debido a que los patrones de difracción, son únicos de cada fase.

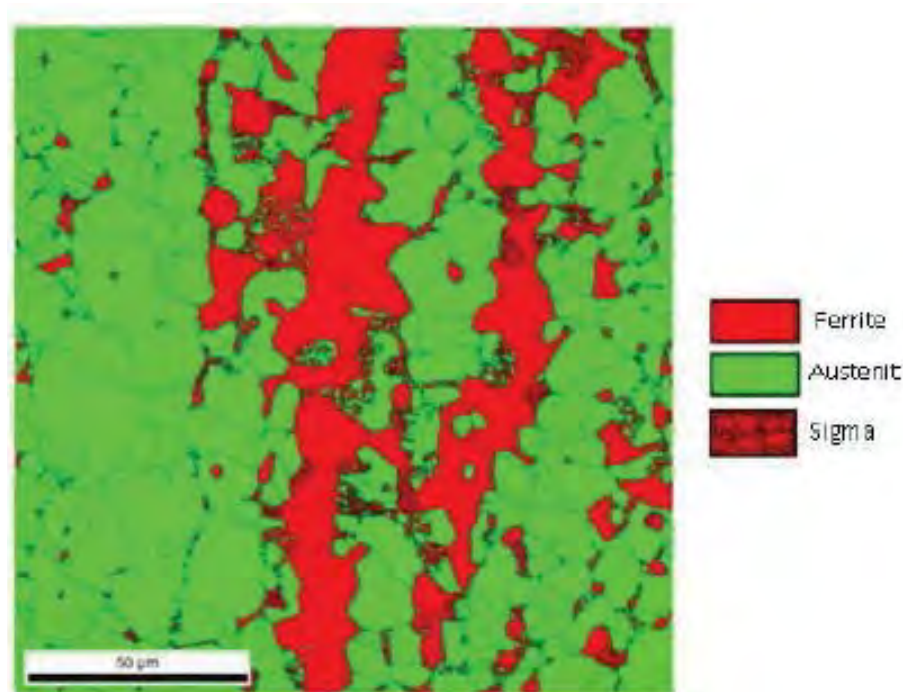


Figura 4.51 Mapeo de fases identificadas mediante la técnica de EBSD, en donde se puede observar la fase ferrita como una red continua de color obscuro, la fase austenita en forma de bloques y la fase sigma como la fase más oscura.

5. CONCLUSIONES

5.1 CICLOS TERMICOS

- La microestructura bifásica de ferrita + austenita del AISD se mantiene aún cuando la aleación es sometida a un tratamiento térmico en un rango de temperatura de 200 a 700°C con una velocidad de calentamiento de 20°C, permanencia de 20 minutos y enfriada rápidamente.
- El AISD sufre una transformación microestructural al experimentar una permanencia de 20 minutos a 800 y 900°C, rango en el que se observa únicamente la precipitación de la fase sigma en los límites de grano ferrita/austenita.
- La fase sigma precipitó a 800 y 900°C, lo cual se comprobó al observar la concentración de Cr y Mo en zonas perfectamente delineadas sobre la microestructura.
- El porcentaje de fase sigma es diferente a 800 y 900°C. A 800°C aún se puede observar una pequeña cantidad de fase ferrita coexistiendo con la fase sigma en la microestructura, mientras que a 900°C, la fase ferrita ha sido prácticamente consumida por la precipitación de fase sigma dejando zonas empobrecida de Cr y Mo principalmente.
- El porcentaje de ferrita tanto en el material base y en condición de ciclo térmico a 200°C con un tiempo de permanencia de 20 minutos, permanece constante. En las muestras sometidas al rango de 300°C - 700°C, la ferrita disminuye y se mantiene relativamente constante. A

temperaturas de 800 y 900°C, la ferrita disminuye significativamente, principalmente a 900°C, debido a la precipitación de la fase sigma.

5.2 SOLDADURA GTAW

1. El porcentaje de ferrita disminuyó en la zona afectada térmicamente y cordón de soldadura en comparación con el porcentaje inicial de la aleación debido a que el enfriamiento lento propició la transformación de ferrita a austenita aunado al porcentaje de nitrógeno presente en la aleación.
2. A pesar de que el proceso GTAW es un proceso de bajo aporte térmico, la precipitación de la fase sigma fue observada en los límites de grano ferrita/austenita en la zona afectada térmicamente al mantener una temperatura de interpasos de 400°C aproximadamente, corroborando que la fase sigma está en función del tiempo y la temperatura a la que es expuesto el acero inoxidable superdúplex SAF 2507.
3. La fase sigma en un porcentaje igual o menor a 2.3%, no tiene una influencia significativa sobre la resistencia a la tensión en la unión soldada del AISD SAF 2507 realizada mediante el proceso GTAW, proveyendo una resistencia a la tensión promedio de acuerdo al rango especificado por el fabricante de la aleación superdúplex, que se encuentra entre 800 y 1000 MPa.

5.3 SOLDADURA GMAW

4. El nitrógeno adicionado mediante el gas de protección utilizado, influyó significativamente el porcentaje de ferrita, ya que disminuyó de 54% (metal base) a un rango de 15-22% y hasta 0% en el metal de soldadura de las diferentes uniones soldadas.

5. La combinación ideal de material de aporte-gas de protección para soldar la aleación SAF 2507 fue la conformada por SAF 25.10.4L – 3N debido a que fue la unión que tuvo menor porcentaje de fase sigma (2%) en comparación con las demás uniones donde se observaron porcentajes en el rango de 10-30%.
6. La combinación material de aporte-gas de protección que no es recomendable para soldar la aleación SAF 2507 fue la conformada por ER 2209-6N debido a que el mayor porcentaje de fase sigma (30%) fue observado, llegando a consumir prácticamente toda la fase ferrita, no existiendo el equilibrio microestructural de ferrita/austenita.

5.4 SIMULACION DE CICLOS TERMICOS EN EL GLEEABLE

1. El mayor porcentaje de ferrita (95%~) en el AISD SAF 2507 se obtiene con una ferritización a 1300°C, el cual aumenta a medida que el tiempo de permanencia a dicha temperatura se incrementa.
2. La fase sigma precipita cuando el AISD SAF 2507 es sometido a la simulación de los ciclos térmicos después de haber experimentado una temperatura de ferritización de 1300°C por 1 segundo, mientras que a 2, 5 y 10 segundos, no se observa su presencia debido a que la velocidad de enfriamiento influencia directamente las transformaciones en estado sólido de ferrita/austenita, ferrita/fase sigma.
3. La velocidad de enfriamiento tiene una influencia significativa sobre la precipitación de la fase sigma en el AISD SAF 2507, ya que los ciclos térmicos aplicados en un área de 1 cm² para simular un procedimiento de bajo aporte térmico como GTAW, promueve una velocidad de enfriamiento de 12°C~, permitiendo la reformación de la fase austenita únicamente, sin promover la precipitación de la fase sigma.

6. APORTACION

La formación de la fase sigma promovida por la exposición a elevadas temperaturas durante servicio en los aceros inoxidable superdúplex, ha sido ampliamente estudiada debido a que son utilizados en diferentes aplicaciones donde han sustituido a los aceros inoxidable austeníticos. Sin embargo, la precipitación de fase sigma promovida por los ciclos térmicos de un proceso de soldadura multipasadas no ha sido considerablemente estudiada a pesar de la elevada susceptibilidad de las aleaciones superdúplex a la formación de fase sigma. Por esta razón, este trabajo aporta un conocimiento sobre la precipitación de fase sigma en uniones multipasadas de acero inoxidable superdúplex en función de los ciclos térmicos de soldadura, donde se involucran más de tres pasos de soldadura. Por otra parte, se aporta la posibilidad de obtener una unión multipasada sin que exista la presencia de fase sigma que inflencie directamente las propiedades finales de la aleación superdúplex.

7. INDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Formación de la capa protectora de óxido de cromo en los aceros inoxidables (2).	6
Figura 2.2 Microestructura de un acero inoxidable ferrítico 430 a 100x con una matriz ferrítica y partículas de carburos dispersas (4).	9
Figura 2.3 Microestructura de un acero inoxidable austenítico 304 con una matriz 100% austenítica (1).....	10
Figura 2.4 Microestructura de un acero inoxidable martensítico 410 en su condición de temple y revenido, mostrando una microestructura de	12
ferrita + carburos (1).....	12
Figura 2.5 Microestructura de un acero inoxidable endurecible por precipitación mostrando una matriz austenítica con martensita y ferrita (1)..	13
Figura 2.6 Microestructura de un acero inoxidable dúplex 2205 mostrando islas de austenita en una matriz ferrítica (1).....	16
Figura 2.7 Efecto del cromo en el campo de γ y α en los aceros inoxidables (14).	19
Figura 2.8 Diagrama de equilibrio Fe-Ni (14).	20
Figura 2.9 Efecto del nitrógeno sobre el límite de fase γ/α en aleaciones Fe-Cr-Ni (14).	21
Figura 2.10 Diagrama de equilibrio Fe-Mo (14).	¡Error! Marcador no definido.
Figura 2.11 Efecto del carbono sobre el campo austenítico (20).	24
Figura 2.12 Diagrama de equilibrio Fe-Mn (14).....	24
Figura 2.13 Diagrama de equilibrio Fe-Si (14).....	25
Figura 2.14 Región bifásica a elevada temperatura de los aceros inoxidables dúplex. La línea punteada indica que las aleaciones con Cr_{eq} de 1.85 veces o más su Ni_{eq} , solidificarán en 100% ferrita (1).	27
Figura 2.15 Diagrama de solubilidad del nitrógeno en la ferrita y la austenita (1).	28
Figura 2.16 Región bifásica a elevada temperatura de los aceros inoxidables dúplex. La región punteada muestra las aleaciones dúplex comerciales (1)....	29
Figura 2.17 Diagrama de precipitación de fases secundarias en los aceros inoxidables dúplex (1).	30
Figura 2.18 Precipitación de nitruros de cromo en los límites de grano ferrita-austenita en un acero inoxidable dúplex 2205 (28).	31
Figura 2.19 Representación de las zonas de la unión soldada de los aceros inoxidables dúplex (27).	37

Figura 2.20 Regiones de la zona afectada térmicamente en un acero inoxidable dúplex (1)	39
Figura 2.21 Diagrama Cr-Ni que muestra la región bifásica a elevada temperatura que experimentan los aceros inoxidables dúplex (39).	43
Figura 2.22 Diagrama ternario Fe-Cr-Ni a 1200°C, 1250°C, 1300°C y 1350°C, que muestra la influencia del cromo, níquel y la temperatura. (43)	45
Figura 2.23 Diagrama de precipitación de fases en un acero inoxidable 2205 que muestra las curvas correspondientes a un acero inoxidable dúplex 2304 y acero inoxidable superdúplex 2507 (35).....	52
Figura 2.24 Esquemización del proceso GMAW (53)	53
Figura 2.25 Esquemización del proceso GTAW (54).	55
Figura 2.26 Diagrama WRC-1992 (55).	57
Figura 3.1. Zona analizada correspondiente a la zona afectada térmicamente del primer cordón depositado.	64
Figura 3.2 Diferenciación de fase sigma (fase oscura), fase austenita (fase clara) y fase ferrita (fase azulada) en un AISD SAF 2507 mediante el ataque electrolítico de NaOH.....	66
Figura 3.3 Ciclo térmico aplicado a las piezas de acero inoxidable superdúplex.	67
Figura 3.5. Placas de acero inoxidable superdúplex sujetadas por una placa disipadora de calor.	70
Figura 3.6 Colocación de termopares para la medición de temperaturas en la unión soldada de acero inoxidable superdúplex.	70
Figura 3.7 Dimensiones de la probeta estándar de tensión de acuerdo al código ASTM E 8/E 8M-08 (72).....	71
Figura 3.8.Dimensiones de la subprobeta estándar de tensión utilizada para la simulación de los ciclos térmicos en el Gleeble de acuerdo al código ASTM (72).	72
Figura 3.9 Colocación de las probetas en el Gleeble.....	73
Figura 4.1 Microestructura bifásica de ferrita+austenita del AISD SAF 2507 en su condición de recibido.	77
Figura 4.2 Diagrama de equilibrio del AISD SAF 2507. La línea punteada representa el porcentaje de nitrógeno que contiene el AISD SAF 2507	78
utilizado en esta investigación.	78
Figura 4.3 Diagrama de porcentaje de fases en condiciones de equilibrio del AISD SAF 2507.....	80
Figura 4.4 Diagrama de enfriamiento continuo del AISD SAF 2507.	81
Figura 4.5 Diagrama tiempo-temperatura-transformación del AISD SAF 2507.	82

Figura 4.6 Porcentaje de Cr y Mo, principales elementos formadores de la fase sigma en el AISD SAF 2507.	82
Figura 4.7. Microestructuras correspondientes a los tratamientos térmicos en el rango de 200-700°C del AISD SAF 2507. La fase oscura es la fase ferrita y la fase clara es la fase austenita.....	83
Figura 4.8 Micrografías correspondientes a los tratamientos térmicos de 800°C (a) y 900°C (b). La microestructura consiste en ferrita (fase oscura) + austenita (fase clara) + fase sigma (fase brillante).	86
Figura 4.9 Micrografías electrónicas de barrido de las piezas sometidas a 800°C (A) y 900°C (B). La microestructura consiste en ferrita (α) + austenita (γ) + sigma (σ).	87
Figura 4.10. Morfología de la fase sigma a 900°C en el AISD SAF 2507.	89
Figura 4.11 Micrografías obtenidas mediante la técnica de electrones retrodispersados de las piezas sometidas a 800°C (a) y 900°C (b).....	89
La microestructura está formada por ferrita (fase oscura)	89
+ austenita (fase clara) + sigma (fase brillante).	89
Figura 4.12 Microanálisis de la fase austenita en el AISD SAF 2507 en su condición de recibido.	91
Figura 4.15 Microanálisis de la fase ferrita en el AISD SAF 2507 sometido a 900°C.	94
Figura 4.16 Microanálisis de la fase sigma en el AISD SAF 2507 sometido a 900°C.	94
Figura 4.17 Microanálisis de la fase austenita en el AISD SAF 2507 sometido a 900°C.	95
Figura 4.18.a) Imagen de electrones retrodispersados, b) Mapeo del AISD SAF 2507 sometido a 900°C en función de c) Mo y d) Cr.	96
Figura 4.19 Zonas donde se realizaron los microanálisis correspondientes al límite de grano (L.G) ferrita/austenita, centro de grano de ferrita y centro de grano de austenita en su condición de temple.	98
Figura 4.20 Esquematización de la formación de la fase sigma en condiciones isotérmicas en un AISD SAF 2507.....	100
Figura 4.21 Zona analizada y distancia desde la fuente de calor.	104
Figura 4.22 Gráfica de ciclos térmicos calculados para el AISD SAF 2507. ...	105
Figura 4.23 Porcentaje de ferrita del AISD SAF 2507 de acuerdo al diagrama WRC-1992.	106
Figura 4.24. Microestructura de la ZAT en las uniones A) C1 y B) C2. La fase oscura corresponde a la fase ferrita y la fase clara, a la fase austenita.	108

Figura 4.25. Microestructura de la ZAT en la unión soldada C3. La fase oscura corresponde a la fase ferrita, la fase clara a la fase austenita y la fase brillante, corresponde a la fase sigma.....	109
Figura 4.26 Microestructura de la ZAT en la unión soldada C3. La fase oscura corresponde a la fase ferrita, la fase clara a la fase austenita y la fase brillante rodeando los límites de granos ferrita-austenita, corresponde a la fase sigma.	112
Figura 4.27 Gráfica del ensayo de tensión realizado a la muestra C1 y C3....	114
Figura 4.28 Zona analizada correspondiente al primer cordón de soldadura.	115
Figura 4.29 Diagrama WRC 1992 con los puntos correspondientes a la aleación SAF 2507 y material de aporte SAF 25.10.4L (25).....	116
Figura 4.30 Micrografías correspondientes a las uniones soldadas S1, S2, S3, S4, S5 y S6 con sus respectivas zonas afectadas térmicamente. Se observa la presencia de fase ferrita, austenita y sigma	117
<i>Continuación Figura 4.30</i>	118
Figura 4.31. Ciclo térmico experimentado por las aleaciones dúplex (1).	122
Figura 4.32. Porcentaje de austenita en las uniones soldadas.	124
Figura 4.33. Porcentaje de fase sigma en las uniones soldadas	125
Figura 4.34. Porcentajes de fase ferrita, austenita y sigma en las uniones soldadas	128
Figura 4.35. Diagrama de precipitación de fases secundarias para las aleaciones dúplex (1).....	129
Figura 4.38 Esquematización del modelo de transformación de la fase sigma bajo los ciclos térmicos del proceso de soldadura multipasos propuesto	133
Figura 4.39 Micrografías correspondientes a los ciclos térmicos de ferritización aplicados por 1, 2, 5 y 10 segundos a 1300°C.....	134
Figura 4.40 Ciclos térmicos experimentales en el Gleeble.....	136
Figura 4.41 Ciclo térmico simulado en el AISD SAF 2507 en un área de 1 cm ²	137
Figura 4.42 Micrografías correspondientes al ciclo térmico mostrado en la Figura 4.41. La microestructura consiste en una matriz ferrítica con bloques de austenita Widmanstätten.....	138
Figura 4.43 Ciclo térmico simulado en el AISD SAF 2507 en un área de 2 cm ²	140
Figura 4.44 Micrografías correspondientes al ciclo térmico mostrado en la Figura 4.43. La microestructura consiste en una matriz ferrítica con bloques de austenita Widmanstätten.....	140

Figura 4.45 Ciclo térmico simulado en el AISD SAF 2507 en un área de 1 cm ²	142
Figura 4.46 Micrografías correspondientes al ciclo térmico mostrado en la Figura 4.45. La microestructura consiste en una matriz ferrítica con	142
bloques de austenita Widmanstätten.	142
Figura 4.47 Ciclo térmico simulado en el AISD SAF 2507 en un área de 1 cm ²	143
Figura 4.48 Micrografías correspondientes al ciclo térmico mostrado en la Figura 4.47. La microestructura consiste en una matriz ferrítica con	144
bloques de austenita Widmanstätten.	144
Figura 4.49 Ciclo térmico simulado en el AISD SAF 2507 en un área de 1 cm ²	145
Figura 4.50 Micrografías correspondientes al ciclo térmico mostrado en la Figura 4.49. La microestructura consiste en una matriz ferrítica con	145
bloques de austenita Widmanstätten.	145
Figura 4.51 Mapeo de fases identificadas mediante la técnica de EBSD, en donde se puede observar la fase ferrita como una red continua de color oscuro, la fase austenita en forma de bloques y la fase sigma..... como la fase más oscura.....	147 147 147

8. INDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Clasificación de los aceros inoxidable en función de su microestructura predominante (1).	7
Tabla 2.2 Composición química nominal de las aleaciones dúplex (11)	17
Tabla 2.3. Composición química de los materiales de aporte del tipo dúplex (1)	18
Tabla 2.4 Propiedades mecánicas mínimas para las aleaciones dúplex y superdúplex.	34
Tabla 2.5 Propiedades mecánicas mínimas para las aleaciones austeníticas comerciales.	34
Tabla 2.6 Diferencia en composición química en las aleaciones dúplex y superdúplex.	48
Tabla 2.7 Composición química de los materiales de aporte de aleaciones dúplex y superdúplex (50).	50
Tabla 3.1. Rangos de la composición química del AISD SAF 2507 (70) y materiales de aporte ER 25.10.4L (71) y ER 2209 (71).	63
Tabla 3.2 Ciclos térmicos impuestos al AISD SAF 2507.	66
Tabla 3.3. Variables operativas de los procedimientos de soldadura.	69
Tabla 3.4 Ciclos térmicos aplicados al AISD SAF 2507.	74
Tabla 4.1 Composición química del AISD SAF 2507 y metales de aporte en su condición de recibido.	77
Tabla 4.2 Temperaturas de precipitación de fases del AISD SAF 2507.	79
Figura 4.13 Microanálisis de la fase ferrita en el AISD SAF 2507 en su condición de recibido.	91
Tabla 4.3 Composición química obtenida mediante microanálisis de las fases ferrita y austenita en su condición de recibido.	92
Tabla 4.4. Composición química de fases ferrita, austenita y sigma a 900°C.	93
Tabla 4.5 Composición química del centro de grano ferrítico y austenítico y límite de grano ferrita-austenita.	97
Tabla 4.6. Propiedades físicas del acero inoxidable superdúplex SAF 2507 (83)	104
Tabla 4.7. Porcentaje de fases en las uniones experimentales.	106
Tabla 4.8. Composición química de las fases ferrita, austenita y sigma en las uniones C1, C2 y C3.	112
Tabla 4.9. Composición química de fases en las zonas de la unión soldada.	132

9. REFERENCIAS

1. **Lippold.** *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*. 2005.
2. **Villalobos, V.D.** *Caracterización de la unión soldada de un AIM AISI 410NiMo con un electrodo no convencional mediante el proceso FCAW*. Morelia : s.n., 2006.
3. *Conf. Proc. Stainless Steel '84, paper 2, p.2.* **Pickering, F.B.** 1984.
4. **Demo, J.J.**, Structure and constitution of wrought ferritic stainless steels, in **Handbook of Stainless Steels**, **D. Peckner and I.M. Bernstein**, eds. McGraw-Hill, New, York. 1977.
5. **Demo, J.J.** 1971 Mechanisms of high temperature embrittlement and loss of corrosion resistance in AISI Type 446 stainless steel, *Corrosion*, 27(12):531.
6. <http://materias.fi.uba.ar/7201/Acerosyfundiciones.pdf>. [En línea]
7. **Peckner, D., Bernstein, I.M.** 1977 **Handbook of Stainless Steels**, McGraw-Hill, New York.
8. **ASM**, 1987. **ASM Metals Handbook**, 10th ed. vol. 13 **Corrosion**, ASM International, Materials Park, OH.
9. **AK Steel**, 2000, **17-4PH Stainless Steel Product Data Bulletin**, AK Steel Corporation, Middleton, OH.
10. **Allegheny, Ludlum.** 2003, **Stainless Steel AL 13-8TM**, Allegheny Ludlum Corporation, Pittsburgh, PA.
11. **Charles, J.** *Super duplex stainless steels: structure and properties*. Francia : Les editions de physique, 1991.
12. *Proceeding of International Conference of Duplex Stainless Steels, paper 21 p.48.* **Perteneder, E., Tosch, J., Reiterer, P., Rabensteiner, G.** The Netherlands : s.n., 1986.
13. *Fabricating Ferritic -Austenitic Stainless Steels, Sandvick Steel Trade Literature, Pamphlet s-51-33 ENG, October also in ASM Metals Handbook, 10th ed. Vol.6 ASM International, Materials Park, OH.* **Larson, B., Lundqvist, B.** 1987.
14. *Secondary austenite formation in DSS welds and its influence on toughness and corrosion.* . **Al-Rumaih, Abdullah Muhammed.** s.l. : The OSU 1997. THESIS.
15. **ASTM.** *Standard test methods, practices, and terminology for chemical analysis of steel products*. s.l. : ASTM, 2007.

16. *Pit Morphology and its relation to microstructure of 850°C aged duplex stainless steel.* **Alonso-Falleiros, N., Magnabosco, R.** s.l. : Corrosion, 2005, Vol. 61 (2).
17. *Fatigue performane and microanalysis of heat treated 2205 duplex stainless steel.* **Stevens, K.J.** s.l. : Materials Science and Technology, 1999, Vol. 15 (8).
18. **Charles, J.** *Duplex stainless steel: Structure and properties.* Francia : Les editions de Physique, 1991.
19. *Inter. Metals Reviews*, 1, p. 21. **Rivlin, V.G., Raynor, G.V.** 1980.
20. *Chromium*, 2nd Edition, p. 77. **Sully, A. H., Brandes, E. A.** 1967.
21. *Handbook of Stainless Steels*, Tomo I, McGraw-Hill, 1977, Capítulo 4-13. **Peckner, D. and Bernstein.**
22. *Metauz Corrosion Industrie*, No. 667, p. 23.1. **Nagano, H., Kudo, T., Inaba, Y., Harada, M.** 1981.
23. *Proceeding of Inter. Conference of Duplex Stainless Steels, The USA, Paper (8201-010)* p.211. **Sakai, J., Matsuchima, I., Kamemura, Y., Tanimura, M., Osuka, T.** 1982.
24. *Proceeding of Inter. Conference of Duplex Stainless Steels, The Netherlands, Paper 34,* p. 126. **Roscoe, C.V., Gradwell, K.J.** 1986.
25. **Linnert, G.E.** *Welding Metallurgy, Carbon and alloy steels.* Middletown, Ohio : AWS, 1965.
26. *Proceeding of Inter. Conference of Duplex Stainless Steels, The USA, Paper 8201-019,* p. 371. **Chance, J., Gradwell, K.J., Coop, W., Roscoe, C.V.** 1982.
27. *Investigations concerning the transformation behavior, notched impact toughness, and susceptibility to intercrystalline corrosion of iron-chromium alloys with chromium contents to 30%.* **Baerlacken, E.**
28. **Kubaschewski, O.** *Iron: Binary Phase Diagrams,* Springer-Verlag, New York. 1982.
29. *Microstructure of Super-Duplex Stainless Steels.* **Sharafi, S.** s.l. : Department of Materials Science and Metallurgy, 1993.
30. **Shaeffler, A.L.** p. 68, s.l. : Metal Progress , 1949, Vol. 56.
31. *WRC-1992 constitution diagrm for stainless steel weld metals: a modification of the WRC-1988 diagram,* *Welding Journal*, 71 (5): 171s-178s. **Kotecki, D.J., Siewert, T.A.**
32. **International, ASM.** *Handbook of Stainless Steels.* s.l. : ASM International, 1994.

33. **Elmer, J.W., Palmer., T.A., Specht, E.D.** Direct observations of sigma phase formation in duplex stainless steels using In-situ Synchrotron X-ray Diffraction.
34. **H.D. Solomon, T.M.Devine, in: R.A. Lura (Ed), Duplex stainless sTeel, American Society for Metals, Metals Park, OH. 1983, PP. 553-572.**
35. *precipitación de fases intermetálicas y austenita secundaria en la zat de una soldadura multipasos de aceros inoxidable duplex.* **Ramírez, A.** s.l. : Tesis de doctorado, Universidad de Sao Paulo, Brasil., 2001.
36. **I. Varol, J. C. Lippold., W.A. Baeslack III: Key Eng. Mater., 1992, 69-70, 217-252.**
37. *The reallionship between chromium nitride and secondary austenite reformation.* **Ramirez, A., Lippold, J.C., Brandi, S.** 2003.
38. *Direct observations of sigma phase growth and dissolution in 2205 duplex stainless steel.* **Palmer., T.A., Elmer, J.W., Babu, S.S., Specht, E.D.**
39. **Villanueva, D.M.E., Junior F.C.P., Plaut, R.L.,Padilha, A.F.**
40. *Effect of sigma phase on pitting corrosion of 22-5 duplex stainless steel.* *British Corrosion Journl*, 1998, 33, 4, *ProQuest Science Journal*, p. 285. **Elshawesh, F., Elahresh, N., Elhoud, A.**
41. *A novel approach to characterizing the corrosion resistance of super duplex stainless steel welds.* *Corrosion*, Dec 2002, 58, 12, *ProQuest Science Journal*, p. 1039. **Turnbull, A., Francis, P. E., Ryan, M.P., Orkney, L.P., et al.**
42. *Determination of isothermal transformation diagrams for sigma phase formation in cast duplex stainless steels CD3MN and CD3MWCuN.* **Kim, Yoon.Jun, Chumbley, L. Scott., Gleeson, Brian.** *Metallurgical and Materials Transactions*, Nov. 2004, 35A, 11, *ProQuest Science Journals*, p. 3377. : s.n.
43. *Superduplex stainless steel 1992(8).* **technology, materials science and.**
44. *Microstructural characterization and the effect of phase transformation on toughness of the UNSS31803 duplex stainless steel aged treated at 850°C.* **Zucato, I.** s.l. : *Materials Research*, 2002, Vol. 5 (3).
45. **Corona, P.** *Corrosion of superduplex stainless steel.* Thesis. s.l. : IMP, 2003.
46. *Effects of alloying elements on sigma phase precipitation in ferritic-austenitic dúplex stainless steels,* *Metal Science*, Vol. 17, pp: 541-547. **Maehara, Y., Ohmori, Y., Murayama, J., Fujino, N., and Kunitake, T.**

47. *Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steel.* **TMR.** s.l. : TMR, 2003.
48. *Welding of duplex stainless steels.* *Key Engineering Materials.* V.69-70, p. 217-252, 1992. **Varol, I., Lippold, J.C., Baeslack III, W.A.**
49. *The influence of composition and microstructure on the HAZ toughness of duplex stainless steels att -20°C.* **Lippold, Varol,.**
50. *Effect of composition profiles on metallurgy and corrosion behavior of duplex stainless steel weld metals.* **Ogawa, T., Koseki, T.** *Welding Journal* REF 11 DE LIPPOLD : s.n.
51. *Microstructure/Property relationships in the weld heat-affected zone of duplex stainless steel.* **Varol, Ilhan.**
52. *The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel.* **Chen, T.H., Weng, K.L., Yang, J.R.**
53. *Conf. Proc. Applications stainless steel '92, The Institute of Metals, Stockholm, Sweden.* **Karlsson, L., Bengtsson, L., Rolander, U., Pak, S.** pp. 335-344 : s.n.
54. *Metall. Mater. Trans. A* 27A (1996) 2169-2208. **Nilsson, J.O., Huhtala, T., Jonsson, P., Karlsson, L., Wilson, A.**
55. *Ferrite-Austenite equilibria in iron-rich iron-chromium-nickel alloys at temperatures between 1200 and 1350°C.* **Mundt, R. Hoffmeister, H.**
56. *Effect of chemical composition and weld thermal cycles on phase transformation and microstructures of ferritic-austenitic steels.* **Mundt, R. Hoffmeister, H.**
57. *An experimental and theoretical study of heat-affected zone austenite reformation in three duplex stainless steels.* **Hertzman.**
58. *Decomposition of ferrite to austenite in 26%Cr-5%Ni stainless steel* pp 253-261. **Honeycombe, Southwick y.**
59. *Embrittlement of a superduplex stainless steel in the range of 550-700°C.* **Otárola, T., Hollner, S., Bonnefois, B., Anglada, M., Coudreuse., L., Mateo, A.**
60. **ASTM.** *Standard practice for castings, iron-chromium-nickel-molybdenum corrosion resistant, duplex (austenitic/ferritic) for general application.* . s.l. : ASTM International, 1999.
61. **Special report no. 31, M. Blair, ed. Steel Founder's Society of America, Crystal Lake, IL, 2001, p. 1-52.**

62. *Effects of nitrogen and high temperature aging on σ phase precipitation of duplex stainless steel.* **HUANG, C.S., SHIH, C.C.** s.l. : Materials Science and Engineering, v.A402, p.p. 66-75., 2005.
63. **SANDVIK.** *Welding Wire-Products.* s.l. : SANDVIK, 2006.
64. *Proceeding of Inter. Conference of duplex stainless steels, The Netherlands, paper 38, p.3.* **Faucheur, D., Gilber, D.** 1986.
65. *Characterization of microstructure, chemical composition, corrosion resistance and toughness of a multipass weld joint of superduplex stainless steel UNS S32750.* **Tavares, S.S.M.** s.l. : Materials Characterization, 2007, Vol. 58.
66. **Tello R., M.** *Manual de GMAW.* Santiago de Qro., Qro. : CIDESI, 2003.
67. **Tello, R., M.** *Manual de GTAW.* Santiago de Qro., Qro. : CIDESI, 2003.
68. *WRC-1992 constitution diagrams for stainless steel welds metals: a modification of the WRC diagram.* **Siewert, Kotecki y.**
69. *Soldabilidad en aceros inoxidables y aceros disímiles.* **López, R. O.** s.l. : Ciencia et Technica, 1984, Vol. 13 (34).
70. **Henk, G. Merkus.** *Particle size measurements, Fundamentals, Practice, Quality.* 2008.
71. **Ruestow, E.G.** *The microscope in the dutch Republic.* s.l. : en el libro de particle size measurements gerkens, The Shaping of Discovery, 1996, Cambridge University Press.
72. *Progress in Microscopy.* **Francon, M.** s.l. : Pergamon Press., 1961 .
73. *A guidebook to microscopical methods.* **Grimstone, A.W., Skaer, R.J.** s.l. : Cambridge University Press., 1972 .
74. **JÄHNE., B.** *Digital Imaging Processing.* s.l. : Springer Verlag, 1993. Vol. 2nd edition.
75. *Introduction to microscopy by means of light, electrons, X-rays or acoustics.* **ROCHOW, T.G., TUCKER, P.A.** s.l. : Plenum Press., 1994, Vol. 2nd.ed.
76. *The image processing handbook.* **RUSS, J.** s.l. : CRC, 1999 , Vol. 3er. ed.
77. **White, G.W.** *Introduction to Microscopy.* s.l. : Butterworths, 1996.
78. <http://www.purdue.edu/rem/rs/sem.htm>. [En línea]
79. <http://mse.iastate.edu/microscopy/highschool.html>. [En línea]

80. **Materials Evaluation and Engineering, Inc.** *Handbook of analytical methods for materials*. Cleveland, OH. : s.n., 2009.
81. **Schwartz, A.J.** *Electron Backscatter diffraction in materials science*. s.l. : Springer, 2000.
82. *Handbook of stainless steel*. **ASM**. s.l. : ASM International, 1997.
83. **ASTM**. A240-91A. *Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications*. s.l. : ASTM International, 2007.
84. **AWS A5.22 Specifications for stainless steel flux cored and metal cored welding electrodes and rods, 2010.**
85. **ASTM**. *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*. s.l. : ASTM International, 2007.
86. *Application of discrete distribution point heat source model to simulate multipass weld thermal cycles in medium thick plates*. **Ramírez, A.J., Brandi, S.D.** s.l. : Science and Technology of Welding and Joiningl. Vol 9, No.1, p. 72-82, 2004.
87. **Easterling, K.** *Introduction to the physical metallurgy of welding, 2nd edition*, . s.l. : Butterworths, 1992.
88. *Austenite reformation in the heat-affected zone of dúplex stainless steel 2205*, *Materials Science and Engineering A*, v.418, p.250-256. **SIEURIN, H., SANDSTRÖM, R.** 2006.
89. *Effect of composition profiles on metallurgy and corrosion behavior of duplex stainless steel weld metals*, *Welding Journal*, 68(5):181s-191s. **Ogawa, T., Koseki, T.**
90. **Orientation relationships associated with austenite formation from ferrite in a coarse-grained duplex stainless steel**. *Metallurgical and Materials Transactions*, Mar 2006, 37A, 3A ProQuest Science Journals, p.939.
91. p.313. **Park, Young-Hwan, Kim, Jong-Wang, Kim, Sun-Koo, Lee, Yong-Deuk, Lee, Zin-Hyoung.** *The critical amount of Nitrogen on the formation of nitrogen gas pores during solidification of 25Cr-7Ni duplex stainless steels*. Jun 2003, 34B, 3 ProQuest Science Journals.
92. *Jose Maria Gomez de Salazar, Alicia Soria. Maria Isabel Barrena. steels., The effect of N addition upon the MIG welding process of duplex*. *Journal of Materials Science*, 2007, 42:4892-4898 : s.n.

93. *Sigma phase precipitation in duplex phase stainless steels*, . **Stradomski, Z., Dyja, D.** Czestochowa University of Technology, Institute of Materials Engineering : s.n.
94. *Heat treatment temperature influence on ASTM A890 GR 6A super duplex stainless steel microstructure*. **Martins, M., Casteletti, L.C.** s.l. : Materials Characterization 55, p. 225-233, 2005.
95. *Effect of Sigma-phase morphology on the properties of duplex stainless steels*. **Pohl, M., Storz, O., Glogowski, T.** s.l. : Micros Microanal11 (Supple.2), 2005.
96. *Effect of tungsten substitution on precipitation retardation and stress corrosion cracking properties of 25%Cr-6%Ni duplex stainless steel*. **Kim, J.S., Ha, T.H., Kim, K.Y.** Corrosion, May 2001, 57, 5, ProQuest Science Journals, p. 452 : s.n.
97. *Metallurgical and Materials Transactions, May 2005, 36A, 5 ProQuest Science Journal, p. 1229*. **Jang, Younghwan, kim, Sangshik, Lee Jehyum.** **Effect of Different Mo constensts on tensile and corrosion behaviors of CD4MCU cast duplex stainless steels.**
98. *Aspects of selective and pitting corrosion in cast duplex stainless steels, Anti-Corrosion Methods and Materials, 2004, 51,3, pg. 205*. **Batista, S.R.F., Kuri, S.E.**
99. *A process model for the heat-affected zone microstructure evolution in duplex stainless steel weldments: Part I. the model, Metallurgical and Materials Transactions, v.30A, n.11, p.2915-2929, Nov. 1999*. **HEMMER, H., GRONG, O.**
100. *Austenite reformation in the heat-affected zone of dúplex stainless steel 2205, Materials Science and Engineering A, v.418, p.250-256, 2006*. **SIEURIN, H., SANDSTRÖM, R.**
101. **Grong, O.** *Metallurgical modeling of welding*. s.l. : The Institute of Materials, 1994.
102. *Evaluation of the low corrosion resistant phase formed during the sigma phase precipitation in duplex stainless steels*. **KOBAYASHI, D.Y., WOLYNEC, S.** s.l. : Materials Research, v.2, n.4, p.239-247,, 1999.
103. **Escriba, D.M., Materna-Morris, E., Plaut, R.L., Padilha, A.F.** *Efeito do Molibdénio na composicao quimica da fase sigma em tres tipos de acos inoxidaveis.*
104. *How to control hydrogen level in super duplex stainless steel weldments using the GTAW of GMAW process. Welding Research Supplement, January, 1999*. **Mee, V., Meelker, H., Schelde, R.**
105. *Effect of Nitrogen in Argon as a Shielding Gas on Tungsten Inert Gas Welds of Duplex Stainless Steels. Corrosion, 2005, 61(7)*. **Igual Muñoz, A, García Antón J., Guiñón, J.L., Pérez Herranz, V.**

106. *Quantitative metallography of sigma phase precipitates in AISI 347 stainless steel – a comparison between different methods. Materials Science and Technology*, 2004, 20(10). **Erneman, J., Nylöf, L., Nilsson, J.O., Andrén, H.O.**
107. *Soldadura de un acero inoxidable dúplex 2205 por el proceso de soldadura GTAW. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 2006, 26(1). **Ramirez, A., Cerpa, S., Mejias G., León, J., Quintero, A.**
108. *Mechanical properties of duplex stainless steel laser joints. Amigó, V., Bonache, V.* 20 (5), s.l. : Welding International., 2006.
109. **Glownia, J., Kalandyk, B., Hiibner, K.** Delta ferrite predictions for cast duplex steels with high nitrogen content. *Mater Character* 2001 y 47:149.
110. **S. Atamert and E.J.E.King:** "super Duplex stainless steels" *mater sci. technol.* 1992, 8, 896-911.
111. **A.D. Hope, S. Atamert, and J.E.King** in *Fatigue 90*, 155-160 y 1990, Edgbaston, Birmingham, **Mateirals and Component Engineering Publications.**
112. *Effects of solution treatment and continuous cooling on sigma phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel. Materials Science and Engineering*, 2001, A311. **Chen, T.H., Yang, J.R.**
113. *Influence of sigma phase on mechanical properties and corrosion resistance of duplex stainless steels. Corrosion Science*, 1999, 41. **López, N., Cid, M., Puiggali, M.**
114. *Defining the limits of application of duplex stainless steel coupled to carbon steel in oilfield environments. Corrosion*, 2001, 57(2). **Griffiths, A., Tumbull, A.**
115. *Evaluation of the low corrosion resistan phase formed during the sigma phase precipitation in duplex stainless steels. Kobayashi, D.Y., Woly nec, S.* *Materials Research*, Vol. 2 No. 4. 239-247, 1999. : s.n.
116. *Br. Corrosion J.*, v.27., n.3 p. 219-232. 1992. **Potgieter, J.H.**
117. **Francis, R. Br. Corrosion J.**, v.27 n4 p 319-320, 1992.
118. *Kinetics of sigma phase formation in duplex stainless steel. Magnabosco, R.* s.l. : *Materials Research*, 2009, Vol. 12 (3).
119. **Y.S. Ahn, J.P., Kang, Mater. Sci. Technol.** 16 (2000) 382-387.
120. **M.E. Wilms, V.J.Gadgil, J.M. Krougman, B.H. Kolster, Mater. High Temp.** 3 (1991) 160-166.

