

UCLV
Universidad Central
"Marta Abreu" de Las Villas



MFC
Facultad de Matemática
Física y Computación

Departamento de
Física

TRABAJO DE DIPLOMA

Título: Transformaciones de fase en las uniones soldadas simuladas de los aceros inoxidables dúplex

Autor del trabajo: Gustavo Betancourt Portal

Tutor del trabajo: Eduardo Valencia Morales

Santa Clara, junio de 2018
Copyright©UCLV

Este documento es Propiedad Patrimonial de la Universidad Central “Marta Abreu” de Las Villas, y se encuentra depositado en los fondos de la Biblioteca Universitaria “Chiqui Gómez Lubian” subordinada a la Dirección de Información Científico Técnica de la mencionada casa de altos estudios.

Se autoriza su utilización bajo la licencia siguiente:

Atribución- No Comercial- Compartir Igual



Para cualquier información contacte con:

Dirección de Información Científico Técnica. Universidad Central “Marta Abreu” de Las Villas. Carretera a Camajuaní. Km 5½. Santa Clara. Villa Clara. Cuba. CP. 54 830

Teléfonos.: +53 01 42281503-1419

Dedicatoria

Este trabajo está dedicado a todos los científicos que con su consagrado esfuerzo han hecho y siguen haciendo de la ciencia una profesión digna y respetable.

Lo dedico, además, a todos los profesionales de la ciencia en Cuba que se esfuerzan, a pesar de las adversidades, para honrar su profesión y su trabajo y llevar a la ciencia hasta el lugar que le corresponde en nuestra sociedad.

Y finalmente, lo dedico a aquellos que me han ayudado a llegar hasta donde estoy y que seguro me seguirán ayudando incondicionalmente a seguir adelante.

Pensamiento

“La mayoría de las ideas fundamentales de la ciencia son esencialmente sencillas y, por regla general pueden ser expresadas en un lenguaje comprensible para todos.”

Albert Einstein

Agradecimientos

Hay tantas personas a las que les quiero agradecer que no podría mencionarlos a todos por sus nombres es por esto que agradeceré de manera general a tres grandes grupos a los que les debo todo:

En primer lugar, agradezco a toda mi familia por haberme ayudado a cumplir mis metas y por exhortarme a esforzarme cada vez más, tanto en el ámbito profesional como personal.

Le doy las gracias a todos mis compañeros y amigos que durante años me han ayudado y acompañado para superar los obstáculos que se me han presentado en el camino.

Y, finalmente, le doy las gracias a todos los profesores que de una forma u otra han intervenido en el proceso de mi formación como profesional y en especial a los que integran el departamento de física de la Universidad Central “Marta Abreu” de Las Villas.

Resumen

Se simulan zonas de influencia térmica (HAZ) en un acero inoxidable dúplex SAF 2205 con diferentes velocidades de enfriamiento. La microestructura y las propiedades de estas regiones se estudian con microscopía óptica (MO) y electrónica (MET). Las fases presentes (austenita γ y ferrita δ) en cada HAZ se cuantifican tomando en consideración las diferentes formas morfológicas de γ . Además, se calculan los principales parámetros de cada forma morfológica para las diferentes velocidades de enfriamiento. Esto permite establecer una ley de mezclas donde la tensión de fluencia obtenida para los respectivos valores de dureza está en correspondencia con la tensión de fluencia experimental. Además, la fracción de nitruros de cromo registrados con el MET permite justificar los perfiles de microdureza de la ferrítica y su influencia en la resistencia a la corrosión en la HAZ para diferentes tiempos de enfriamiento.

Palabras claves

Aceros inoxidables dúplex, zona de influencia térmica, ciclos térmicos, soldadura simulada.

Abstract

The heated effected zones (HAZs) in a duplex stainless steel SAF 2205 were simulated for different cooling times. The microstructure and properties of these regions were studied with optical and electronic microscopy. The phases (austenite γ and ferrite δ) in each HAZs microstructure were quantified taking into account the different austenite morphological forms. Also, the major microstructural parameters of each morphological form were calculated at the different cooling rates. This allows to establish a mixture law where the yield strength obtained from the hardness values is corresponded with the experimental yield strength. Furthermore, the chromium nitride fractions recorded in TEM allowed justifying the microhardness profiles in the ferrite matrix influencing in the pitting corrosion resistance in these HAZs at the different cooling times.

Key Words

Duplex stainless steel, heated affected zone, thermal cycle, simulated weld.

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN	- 1 -
CAPÍTULO I: ANTECEDENTES	- 4 -
1.1 INTRODUCCIÓN AL CAPÍTULO	- 4 -
1.2 FORMACIÓN DE LA AUSTENITA	- 4 -
1.3 FORMACIÓN DE LOS NITRUROS DE CROMO	- 7 -
CAPÍTULO II: MATERIALES Y MÉTODOS	- 10 -
2.1 MATERIALES UTILIZADOS Y PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	- 10 -
2.2 SIMULACIÓN DE LA SOLDADURA Y EXPERIMENTACIÓN	- 11 -
2.3 CUANTIFICACIÓN DE LAS FASES Y FORMAS MORFOLÓGICAS.	- 12 -
2.3.1 Cálculo de la fracción de austenita y sus diferentes morfologías	- 13 -
2.3.2 Determinación del ancho medio de la GBA	- 18 -
2.3.3 Determinación del Radio Medio de IGA	- 19 -
2.3.4 Determinación del ancho y la longitud de los listones de WA	- 20 -
2.3.5 Determinación del tamaño de grano ferrítico	- 21 -
CAPÍTULO III: RESULTADOS Y DISCUSIÓN	- 24 -
3.1 OBSERVACIONES	- 24 -
3.2 CONTEO DE LAS FASES SEGÚN SUS FORMAS MORFOLÓGICAS EN LAS HAZ	- 24 -
3.3 ANÁLISIS DE LA DUREZA DEL DSS SAF 2205	- 29 -
3.4 ANÁLISIS DE UN PRECIPITADO DE IGA EN EL MET	- 33 -
3.5 NITRUROS DE CROMO	- 34 -
CONCLUSIONES	- 37 -
RECOMENDACIONES	- 39 -
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	
ANEXO A: AJUSTE DE LA ESCALA EN EL FIJI 1.51N	
ANEXO B: PROCESO PAR RECTIFICAR LA CLASIFICACIÓN DE LAS FASES Y MORFOLOGÍAS EN LA HAZ	

INDICE DE ABREVIATURAS

γ : Fase austenita (hierro γ)

δ : Fase ferrita (hierro δ)

$\Delta t_{12/8}$: Tiempo de enfriamiento entre 1200 y 800 °C

$\Delta t_{8/5}$: Tiempo de enfriamiento entre 800 y 500 °C

$\Delta t_{12/5}$: Tiempo de enfriamiento entre 1200 y 500 °C

ξ_{IGA} : Fracción de austenita intragranular respecto a la austenita total

ξ_{GBA} : Fracción de austenita frontera de grano respecto a la austenita total

ξ_{WA} : Fracción de austenita Widmanstätten respecto a la austenita total

σ : Fase intermetálica sigma

χ : Fase intermetálica chi

A_{GBA} : Ancho medio de la austenita alotriomórfica frontera de grano

A_{WA} : Ancho medio de los listones de austenita Widmanstätten

Cr: Cromo (elemento químico)

D: Coeficiente de difusión

d: tamaño medio de grano ferrítico (diámetro medio)

DSS: Acero inoxidable dúplex (por sus siglas en inglés: Duplex Stainless Steel)

GBA: Austenita frontera de grano (por sus siglas en inglés: Grain Boundary Austenite)

HAZ: Zona de influencia térmica (por sus siglas en inglés: Heated Affected Zone)

HV: Dureza Vickers

IGA: Austenita intragranular (por sus siglas en inglés: Intra-Granular Austenite)

k: Coeficiente térmico

l_{WA} : longitud de los listones de austenita Widmanstätten

Mn: Manganeso (elemento químico)

MO: Microscopio óptico

Mo: Molibdeno (elemento químico)

N: Nitrógeno (elemento químico)

Ni: Níquel (elemento químico)

Q: Aporte de calor por unidad de longitud

R: Constante universal de los gases

R_{IGA} : Radio medio de los precipitados de austenita intragranular

RO: Relación de orientación

T: Temperatura

t: Tiempo

TEM: Microscopio electrónico de transmisión

TS: Tensión máxima de deformación (por sus siglas en inglés: Tensile Strength)

v: Velocidad de enfriamiento

WA: Austenita Widmanstätten (por sus siglas en inglés: Widmanstätten)

X: Distancias difusivas de un elemento químico dado

YS: Tensión de fluencia (por sus siglas en inglés: Yield Strength)

INTRODUCCIÓN

Desde hace más de 80 años se vienen estudiando los aceros inoxidable dúplex (DSS por sus siglas en inglés), los cuales han superado a los clásicos aceros austeníticos en un gran número de aplicaciones. Estas aleaciones son, en la actualidad, muy usadas ya que representan una solución eficiente ante los problemas de corrosión en numerosos procesos industriales [1]–[4]. A lo largo de los años un gran número de compañías, alrededor del mundo, han usado exitosamente aceros dúplex y súper-dúplex para la construcción de conductos y recipientes que trabajan expuestos a condiciones de alta temperatura y presión [2], [5].

Estos aceros deben su nombre (dúplex) a que están compuestos por dos fases, austenita (γ) y ferrita (δ), que por lo general tienen la misma proporción (50/50). La dualidad de fase convierte a los DSSs en una mezcla que exhibe mayor dureza y viabilidad que los aceros austeníticos y una resistencia superior a la de los aceros ferríticos. Los aceros dúplex modernos aparecieron y alcanzaron un gran auge con el incremento de las industrias de ultramar, en especial de las plataformas petroleras, ya que estas requieren de un acero inoxidable que resista las condiciones de ambientes altamente agresivos [1], [2], a lo que se le sumó, la escasez de níquel (Ni) y sus altos precios que contribuyeron a que los DSSs se abrieran camino sobre los aceros austeníticos [2]–[4].

Los DSSs tienen una alta resistencia a la corrosión por picadura (pitting) y se muestran especialmente resistente al ataque de los medios que contienen cloruros [2], [3], [5]. Pero, su buena soldabilidad es una de las características más importantes de este material ya que le confiere importante lugar en las aplicaciones industriales [1], [2], [4]. Los procesos de soldadura provocan un calentamiento repentino del material lo que trae consigo un cambio en la estructura y en las propiedades tanto del cordón como de las zonas aledañas [6]–[10].

En las zonas afectadas térmicamente (HAZ por sus siglas en inglés) por los procesos de soldadura, la distribución y las fracciones volumétricas de las fases δ y γ cambia en dependencia de los ciclos térmicos a los que son sometidos [11]–[13]. Para los mayores aportes de calor, en estas regiones, se obtiene una considerable cantidad de austenita tras el proceso de ferritización que tiene lugar por el calentamiento, pero, para los menores calores de entrada la cantidad de austenita baja considerablemente y aparecen

precipitados como los nitruros [8], [10], [14], [15]. Al mismo tiempo, la estructura resultante en la HAZ es mucho más compleja que la estructura inicial del acero ya que exhibe una composición morfológica de las fases que es el resultado de distintos mecanismos de formación que tienen lugar en diferentes momentos durante el enfriamiento. Estos cambios en la estructura modifican considerablemente las propiedades mecánicas y corrosivas de los DSSs, lo que se interpreta como una pérdida de las propiedades del material base a causa del uso de la soldadura [6], [15]–[18].

Precisamente, la necesidad de conocer el vínculo que existe entre las propiedades de la HAZ y su microestructura, con vista a realizar mejoras en los procedimientos de soldadura industrial y garantizar un comportamiento adecuado en el servicio, especialmente en aplicaciones de gran responsabilidad como son instalaciones de plataformas marinas (offshore), es lo que justifica la presente investigación donde el problema científico consiste en determinar detalladamente la composición morfológica de la microestructura de los DSSs en las HAZ tras un proceso de soldadura.

El objetivo general de esta investigación es realizar un conteo de fases según sus formas morfológicas propias dentro de las HAZs simuladas para diferentes tiempos de enfriamiento (calores de entrada) en un acero inoxidable dúplex SAF 2205 (UNS 31803) en el cual se obtengan las respectivas fracciones volumétricas y parámetros asociados a las diferentes estructuras que influyen sobre las propiedades mecánicas y corrosivas del acero en estas regiones.

Para dar cumplimiento al objetivo general se plantean los siguientes objetivos específicos:

- Obtener, a través del análisis y el procesamiento de imágenes de microscopía óptica de la HAZ en el DSS SAF 2205, las fracciones volumétricas de cada fase según su forma morfológica y el comportamiento de estos valores ante la velocidad de enfriamiento.
- Determinar las dimensiones características de las estructuras más significativas dentro de la HAZ para diferentes tiempos de enfriamiento.
- Realizar ensayos de microdureza a cada una de las fases según su morfología en la HAZ.

- Obtener, a partir de ensayos de tracción, los valores de la tensión de fluencia (yield strength) y tensión máxima de deformación (tensile strengths) en las HAZ simuladas para diferentes aportes de calor.
- Vincular las propiedades del DSS SAF 2205 en las HAZ con las características microestructurales de esta región.

Para exponer los elementos que motivaron a esta investigación y describir adecuadamente los procedimientos y los resultados de la misma, la presente tesis se compone de la siguiente manera:

Introducción: en la que se ofrecen elementos que facilitan la identificación del problema científico y se dan a conocer algunos de los elementos que justifican esta investigación y los objetivos que con ella se persiguen.

Capítulo 1: se exponen conceptos relacionados con el tema y se realiza una descripción de las transformaciones que ocurren en las HAZs durante la soldadura (o simulación de la misma) según la bibliografía consultada.

Capítulo 2: se describe el material utilizado, la preparación de las muestras y los experimentos a los que se somete el DSS SAF 2205. Al mismo tiempo se ofrece detalladamente el proceso de análisis que se realiza a las imágenes de microscopía óptica tomadas de la HAZ.

Capítulo 3: se dan a conocer los resultados de las mediciones experimentales y los datos obtenidos tras el procesamiento de las imágenes ópticas. Además, se realiza una discusión sobre los comportamientos de los valores que fueron medidos y las causas de dichos comportamientos.

En las secciones posteriores al tercer capítulo se dan a conocer las conclusiones a las cuales se arribó durante el proceso investigativo, se emiten recomendaciones para estudios posteriores, se enumera la bibliografía a la que se hizo referencia en esta tesis y se muestran algunos anexos vinculados con el tema tratado.

CAPÍTULO I: ANTECEDENTES

1.1 INTRODUCCIÓN AL CAPÍTULO

El equilibrio de fase de los DSSs se logra por un balance de los elementos de aleación cromo (Cr) y níquel (Ni), además de que poseen entre un 2 y un 3 % de molibdeno (Mo) y una reducida cantidad de nitrógeno (N). Debido a que la proporción de fase está relacionada con la temperatura, durante los ciclos térmicos producidos por los procesos de soldadura la proporción de fase cambia tanto en el cordón como en las HAZs. Cuando la temperatura se eleva por encima de los 1200 °C la austenita (γ) se disuelve llegando a tener una fracción mínima que puede resultar en la total ferritización en dependencia de la composición química del acero [6], [19], [20].

Durante el mantenimiento a temperatura pico o enfriamiento lento hasta los 1200 °C se incrementa el tamaño del grano ferrítico (δ). El tamaño del grano δ está relacionado directamente con el aporte de calor y un incremento del mismo favorece el aumento de las dimensiones del grano [19], lo que según la relación de Hall-Petch es detrimental para la tenacidad del acero [21].

La disolución de la austenita y las fases secundarias producto del calentamiento trae consigo una sobresaturación de nitrógeno en la ferrita y al producirse el enfriamiento comienza una competencia entre la precipitación de los nitruros de cromo (Cr_2N y CrN) y la austenita [14].

1.2 FORMACIÓN DE LA AUSTENITA

La precipitación de la austenita tiene lugar una vez comience el descenso de la temperatura por debajo de los 1200 °C en la HAZ. Según sea la velocidad de enfriamiento, la austenita puede tener diferentes morfologías de acuerdo a la cinética de nucleación y crecimiento de esta fase. La reformación de la austenita necesita de la participación de los elementos austenitizadores, siendo el nitrógeno el que desempeña el papel fundamental para las altas velocidades de enfriamiento mientras que para las bajas velocidades de enfriamiento además del N habrá participación de los elementos sustitucionales de aleación (Ni, Cr, Mn) [8], [22]. Por otra parte, algunos estudios [12], [19] han revelado que la cantidad de austenita reformada en las HAZs tras un proceso de soldadura está directamente relacionada con el calor suministrado durante el proceso, y a

altos aportes de calor se le asocian bajas velocidades de enfriamiento de acuerdo con la expresión:

$$\frac{Q}{d} = k * \left(\Delta t_{\frac{8}{5}} \right)^{1/2} \quad 1$$

Donde Q (J/mm) es el calor suministrado por unidad de longitud, d (mm) el espesor de la muestra, k es el coeficiente térmico de los DSSs ($k = 25.52 \text{ J/mm}^2\text{s}^{1/2}$) y $\Delta t_{8/5}$ (s) es el tiempo que demora el enfriamiento desde 800 °C hasta 500 °C, por lo que entre mayor sea el calor Q mayor será el tiempo $\Delta t_{8/5}$ y a su vez menor será la velocidad de enfriamiento [12], [19].

La prolongación del tiempo $\Delta t_{8/5}$ favorece la formación de la austenita debido a que la difusión de los elementos estabilizadores de la γ -fase (Ni y N) se refuerza, lo que trae aparejado que la cantidad de austenita reformada se incremente [6], [8], [12], [19]–[21], [23]. Si bien una lenta velocidad de enfriamiento propicia una favorable cantidad de austenita, también promueve la precipitación de fases secundarias intermetálicas perjudiciales como la sigma (σ) y la chi (χ) fases [11], [24], [25]. También se ha podido observar que entre mayor sea el contenido de N y Ni para un mismo calor de entrada mayor será la cantidad de austenita reformada [8], [12].

Según Hsieh y col. [12] la fracción de austenita reformada se puede determinar a partir de las fracciones de los elementos estabilizadores de la γ -fase y la velocidad de enfriamiento por medio de la ecuación:

$$\gamma(\%) = 320.5 \cdot N(\%) + 11.2 \cdot Ni(\%) + 14.1 \cdot \log \Delta t_{\frac{8}{5}} - 107.1 \quad 2$$

donde $\gamma(\%)$ es el porcentaje de austenita reformada y $N(\%)$ y $Ni(\%)$ son los porcentajes de nitrógeno y níquel respectivamente. Según la expresión 2 el nitrógeno tiene mayor incidencia en la reformación de la austenita que el níquel, esto se debe a que el coeficiente de difusión del N a altas temperaturas es mayor que el del Ni por lo que su difusión es mucho más rápida [12].

A las más altas temperaturas, la austenita comienza a formarse en las fronteras de grano ferrítico constituyendo lo que se conoce como austenita frontera de grano alotriomórfica (GBA por sus siglas en inglés). La GBA se forma en las interfaces δ/δ por nucleación y

crecimiento favorecido por la difusión a largo alcance del nitrógeno a temperaturas elevadas y presenta una superficie generalmente irregular. A partir del diagrama CCT (Continuous Cooling Transformation) de Solomon y Devine [26, p. 553], algunos autores como Wang y col. [23] han planteado que cuando la velocidad de enfriamiento es muy lenta para temperaturas elevadas la austenita que se forma es mayormente GBA.

Como la GBA precipita de forma reconstructiva entre las fronteras de grano ferrítico no se ha insistido en buscar una Relación de Orientación (RO) preferencial para esta morfología [22], aunque se conoce que la misma tiene una RO específica con uno de los granos δ . Cuando la GBA tiene una RO con el grano ferrítico cercana a las RO de Kurdjumov–Sachs (K-S) [27, pp. 325–343]:

$$(111)_\gamma // (\bar{1}\bar{1}0)_\delta$$

$$[\bar{1}10]_\gamma // [\bar{1}11]_\delta$$

o a las de Nishiyama–Wassermann (N-W) [28, p. 638], [29]:

$$(111)_\gamma // (\bar{1}\bar{1}0)_\delta$$

$$[\bar{1}01]_\gamma // [001]_\delta$$

la nucleación de otra forma de austenita se ve favorecida debido a que se requiere una menor energía para que tenga lugar este proceso. Cuando esto ocurre aparece la austenita Widmanstätten (WA por sus siglas en inglés) la cual crece a partir de la austenita alotriomórfica adoptando una forma alargada que penetra en la ferrita [8]. Sin embargo, algunos estudios han revelado que la RO que presentan las agujas de WA no son exactamente las de K-S sino que tienen cierta desviación que va desde 1.2° a 3° en la raíz del listón y de 4° a 9° en el final del mismo [30].

La WA se presenta como listones o placas que suelen aparecer en grupos o colonias que crecen de forma paralela y lo hacen generalmente a partir de la GBA formando un ángulo grande con el plano de la frontera y su crecimiento ocurre en la dirección de la línea invariante de transformación [30], [31]. También existe la WA intragranular dentro del grano δ donde los efectos de relieve pueden ser explicados por mecanismos difusivos a través de los peldaños (ledges) [31].

Según Ohmori y col. [31], los listones de WA pueden comenzar a formarse a partir de temperaturas cercanas a los 1000 °C y estas tienen una superficie con un relieve predominantemente plano. También este autor plantea que la WA que se forma a bajas temperaturas tiende a fragmentarse con facilidad debido a un proceso de interdifusión de los elementos de aleación. Este proceso de fragmentación es el resultado de la migración de la interface por la interdifusión que se establece entre la fase producto y la fase paterna y no afecta al relieve plano que inicialmente tiene el precipitado en su interface externa [31].

Además de las morfologías alotriomórfica y Widmanstätten, la clasificación morfológica de Dubé señala la existencia de la morfología acicular intragranular [32, p. 752]. La austenita intragranular (IGA por sus siglas en inglés) se forma en el interior del grano ferrítico. Según Karlsson y Bo [8] esta morfología es la tercera en formarse y abunda en las regiones donde hay nitruros, además, las zonas libres de nitruros cercanas a la GBA y a la WA y las zonas donde la presencia de IGA es escasa tienden a coincidir.

La IGA presenta, en algunas ocasiones, una RO aleatoria con la matriz ferrítica, pero la mayoría tiene RO próxima a las de K-S. La RO de la IGA está determinada por la combinación de la composición, la velocidad de enfriamiento y la disponibilidad de nitruros en los sitios de nucleación de forma tal que: para enfriamientos lentos la nucleación tendrá lugar a altas temperaturas donde las fuerzas motrices son menores lo que debe favorecer una RO específica; por otro lado, para velocidades de enfriamiento bajas los nitruros favorecerán relaciones de orientación especiales entre la ferrita, la austenita y los nitruros; y para las altas velocidades de enfriamiento y dependiendo de la composición del acero se formará la IGA a bajas temperaturas las cuales tienden a tener una RO aleatoria con la matriz ferrítica [8].

1.3 FORMACIÓN DE LOS NITRUROS DE CROMO

Un rápido enfriamiento de la HAZ trae consigo la aparición de abundantes nitruros por lo que se asume que la velocidad de enfriamiento influye en la formación de los nitruros de cromo Cr_2N y CrN que precipitan a partir de la ferrita sobresaturada en N usando como mecanismo la nucleación y crecimiento [12], [14]. Este proceso de nucleación tiene lugar en las zonas de dislocaciones, inclusiones, fronteras de granos y en las interfaces δ/γ [14].

El Cr_2N precipita por debajo de los 900 °C, mientras el CrN precipita debajo de los 1100 °C si se suprime la formación de austenita y Cr_2N [33].

Entre mayor sea el contenido de nitrógeno del acero mayor será la sobresaturación de la matriz cuando se llegue a la total ferritización y mayor será también la densidad de los nitruros precipitados [34], por lo que otro elemento que determina la formación de los nitruros es el contenido de nitrógeno del DSS. Teniendo en cuenta que el N se disuelve fácilmente en la austenita, entonces, también se puede ver que la precipitación de los nitruros de cromo está relacionada con la precipitación de la austenita, o sea, entre mayor sea la cantidad de austenita precipitada menor será la cantidad de nitruros [10], [20]. Según Brytan y Niagaj [35], la permanencia del DSS a temperaturas de formación de los nitruros por tiempos relativamente largos favorece la formación de los nitruros de cromo tanto en la matriz ferrítica como en la interface δ/γ causando la reducción del contenido de Cr en las zonas adyacentes.

El Cr_2N tiene forma de vástago o bastón que tiende a incrementar su tamaño cuando disminuye la velocidad de enfriamiento [8], [10] y presenta una estructura trigonal cuya RO predominante con la matriz ferrítica es:

$$(110)_{\delta} // (0001)_{\text{Cr}_2\text{N}}$$

$$[\bar{1}11]_{\delta} // [\bar{1}101]_{\text{Cr}_2\text{N}}$$

Lo que significa que los planos más compactos de ambas fases son paralelos entre sí y los átomos metálicos de la estructura trigonal del Cr_2N forman una sub-celda hexagonal a través de la cual se expresan las RO del nitruro con la matriz ferrítica siendo la RO de Burgers [36] la que más se ajusta a este caso [10], [37].

En el caso del CrN la estructura que presenta es cúbica y su RO con la matriz ferrítica es:

$$(011)_{\text{CrN}} // (1\bar{1}0)_{\delta}$$

$$[110]_{\text{CrN}} // [111]_{\delta}$$

Este nitruro precipita de manera adyacente a los Cr_2N formando una delgada película o un fino listón [10].

Se ha podido observar que la presencia de los nitruros de cromo afecta negativamente la resistencia a la corrosión en la HAZ y algunos autores consideran que la corrosión por picadura (pitting) es inducida por estos precipitados [20], [38]. La formación de Cr_2N y CrN causa la reducción del contenido de cromo en las zonas aledañas al precipitado por lo que se dice que en estas regiones el material es más propenso a la corrosión. De manera similar otros autores como Nilsson, Karlsson y Andersson [39] consideran que en el caso de las partículas de IGA la susceptibilidad que presenta la fase a la picadura se puede basar en el bajo contenido de Cr, Mo y N que presentan.

Debido al complejo proceso de transformaciones que tienen lugar en la HAZ durante el proceso de soldadura, el cual depende en gran medida de factores como la temperatura pico, permanencia a altas temperaturas, velocidad de enfriamiento, química de la aleación, grado de impurezas, deformación plástica, etc., se obtiene como resultado una compleja estructura en la que se pueden encontrar diferentes tamaños de grano y diferentes morfologías con distinta dispersión y composición de fase austenítica, haciendo muy difícil determinar algunas propiedades como son la tenacidad y la resistencia a la corrosión por los métodos tradicionales.

CAPÍTULO II: MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 MATERIALES UTILIZADOS Y PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

El material usado en esta investigación fue el acero inoxidable estándar dúplex SAF 2205 (UNS 31803) [40] perteneciente a un tubo de 200 mm de diámetro exterior y con pared de espesor igual a 8.15 mm cuya composición química se muestra en la Tabla I.

Tabla I: Composición química del DSS SAF 2205; %

Elementos	C	Cr	Ni	Mo	Mn	P	S	Si	Cu	N	Fe
SAF 2205	0.026	22.6	5.23	3.2	0.85	0.025	0.004	0.49	0.13	0.11-0.12	Bal.

Muestras longitudinales y transversales a la dirección del laminado fueron pulidas mecánicamente con pasta de diamante hasta 0.3 μm . Después, se atacaron electrolíticamente con una solución al 30 % de KOH (hidróxido de potasio) a 6 V por 20 s para luego ser analizadas con un microscopio óptico (MO) ZEISS Axioplan2 Imaging [41] y un microscopio electrónico de barrido (SEM por sus siglas en inglés) JSM-6510LV JEOL [42], [43] operado a 20 kV.

Antes de la simulación se analizaron las muestras y se obtuvo que la microestructura inicial de este acero se presenta con una estructura típica de granos γ alargados (fase blanca) según la dirección de laminación embebidos en una matriz ferrítica (zona oscura) y se aprecia que pequeñas islas de austenita aparecen en el interior de la ferrita donde se distancian más los granos austeníticos (Figura 1).

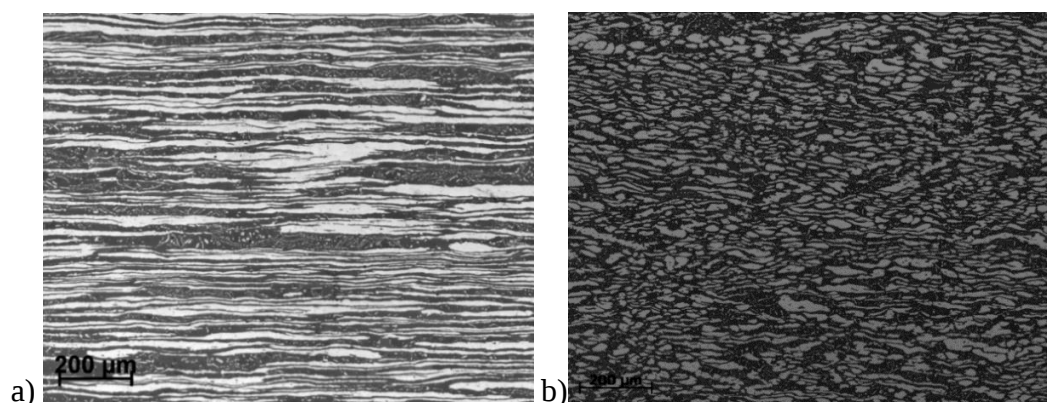


Figura 1: Micrografía óptica del DSS SAF 2205 en su estado de entrega (a) en la dirección del laminado y (b) en la dirección transversal al mismo.

Este DSS SAF 2205 presenta las siguientes propiedades físicas:

- Conductividad térmica (λ) = 0,22 J/(s cm °C)
- Calor específico (c) = 0,68 J/ (g °C)
- Densidad (ρ) = 7,8 g/cm³

2.2 SIMULACIÓN DE LA SOLDADURA Y EXPERIMENTACIÓN

Se utilizó el simulador termo-mecánico Gleeble 3800 [44] para simular la HAZ de la soldadura y los ciclos térmicos se seleccionaron partiendo de una temperatura de solubilización (1350° C). Para la simulación se utilizó el modelo teórico de transferencia de calor de Rosenthal-Rykalin 2D [1] donde se considera el movimiento de una fuente de calor en forma de línea, con longitud igual al espesor de la chapa, que se aplica a la soldadura de placas de pequeños espesores relativos, en la que se considera que el flujo de calor solo ocurre en dos dimensiones (Figura 2). En esta solución generalmente se asume que la soldadura se realiza en una sola pasada de penetración completa.



Figura 2: Flujo de calor en dos dimensiones considerado en el modelo de Rosenthal-Rykalin 2D [1], [45].

Los ciclos térmicos programados en el simulador termo-mecánico para 10 mm de espesor, en correspondencia con el modelo de Rosenthal-Rykalin 2D, se muestran esquemáticamente en la figura 3. Las muestras se calentaron a partir de 25 °C a una velocidad de 350 °C/s hasta una temperatura pico de 1350 °C donde se mantuvieron por 2 s y luego se enfriaron a varias velocidades de enfriamiento hasta 500 °C seguido por un enfriamiento brusco en agua para simular diferentes calores de entrada.

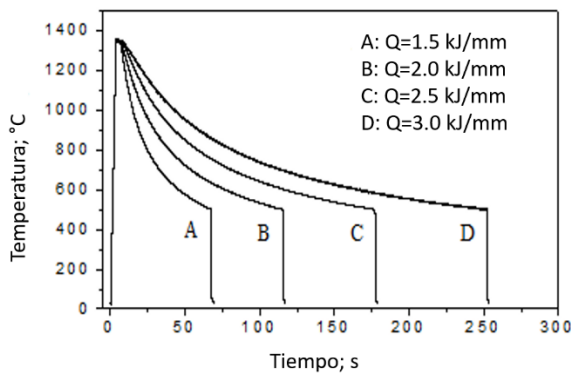


Figura 3: Ciclos térmicos programados en Gleeble para simular diferentes calores de entrada.

Se llevaron a cabo ensayos mecánicos de tracción en una máquina de tracción universal INSTRON 5985 [46] a una velocidad de 3 mm/s a temperatura ambiente y las probetas se diseñaron, según la dirección longitudinal del laminado, con una zona reducida (3 mm) en la HAZ para garantizar la rotura en esa porción (Figura 4).

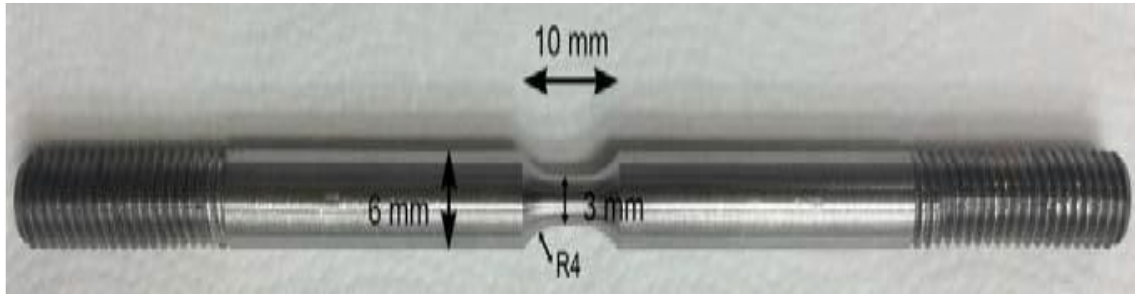


Figura 4: Probetas subdimensionadas para los ensayos de tracción

Se llevaron a cabo exámenes de microdureza en las secciones transversales de las muestras en la HAZ para lo cual se cortaron discos que fueron finamente pulidos. A partir de estas muestras se determinó la microdureza Vickers (HV) [47] en las diferentes morfologías de la austenita y en los granos de ferrita usando dos cargas, 0.01 kg (HV_{0.01}) y 0.025 kg (HV_{0.025}), las cuales se aplicaron durante 10 s.

Se realizó un análisis de la estructura interna en un microscopio electrónico de transmisión (MET) JEOL 2010 [48] operado a 200 kV. Las láminas finas para su observación en el MET se prepararon por pulidos electrolíticos en un Tenupol 5 [49] a 0° C con 20 V, y cuyo electrolito estaba compuesto por 10 % de ácido perclórico y 90 % de alcohol etílico.

2.3 CUANTIFICACIÓN DE LAS FASES Y FORMAS MORFOLÓGICAS.

Las imágenes amplificadas a 200X fueron sometidas a un procesamiento digital en el software Fiji 1.51 (disponible en <http://imagej.nih.gov/ij>). En este sentido se corrigió la iluminación para mejorar el brillo y contraste, se aplicaron también filtros para la reducción del ruido y la identificación de contornos de grano.

Para llevar a cabo el conteo en la HAZ, se tuvo en cuenta, primeramente, la identificación de las fases (γ y δ) de acuerdo a la forma en que las mismas se distribuyen en el material, siendo más abundante la ferrita que conforma la matriz de color oscuro y la austenita, de color más claro, la que presenta una menor proporción y una morfología más variada

(Figura 5). La clasificación de las morfologías de la austenita se hizo teniendo en cuenta las características propias de cada una.

Se determinaron las fronteras de los granos ferríticos las cuales se identifican con facilidad debido a que están cubiertas por GBA y con posterioridad se identificó la WA. La selección de la WA se realizó siguiendo el criterio de crecimiento según la dirección de la línea invariante de la transformación para cada grano de ferrita, considerando a éstos como monocristales orientados de forma aleatoria en la aleación. Una vez identificadas la GBA y la WA el resto se consideró austenita IGA ya que no se registra la existencia de austenita parcialmente transformada.

2.3.1 CÁLCULO DE LA FRACCIÓN DE AUSTENITA Y SUS DIFERENTES MORFOLOGÍAS

Una vez que se tuvo la imagen en condiciones óptimas se ajustó la escala a 1.9 pixeles/ μm (ANEXO A). Se trazaron líneas a mano alzada por el centro de la GBA las cuales se guardaron en el ROI Manager (ctrl+T) para su posterior uso (Figura 5).

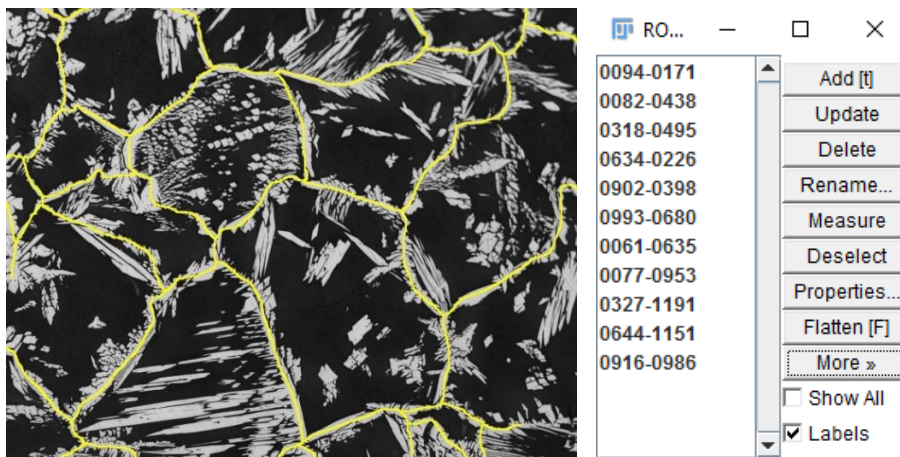


Figura 5: Fronteras de los granos ferríticos (líneas de color amarillo) y ROI Manager donde fueron guardadas.

Se duplicó la imagen inicial ('Image\Duplicate' o ctrl+shift+D) y se llevó a binario el duplicado, de este modo no se perdió la imagen inicial. A esta nueva imagen binaria se le llamó "total" y también se le hizo un duplicado que se llamó "total-1" (Figura 6).



Figura 6: Copia binaria de la imagen inicial (“total”) y su duplicado (“total-1”).

A continuación, se seleccionaron todas las líneas que se guardaron en el ROI Manager y se modificaron sus propiedades otorgándole un ancho de 4 píxeles (en la ventana “ROI Manager”: Properties) (Figura 7).

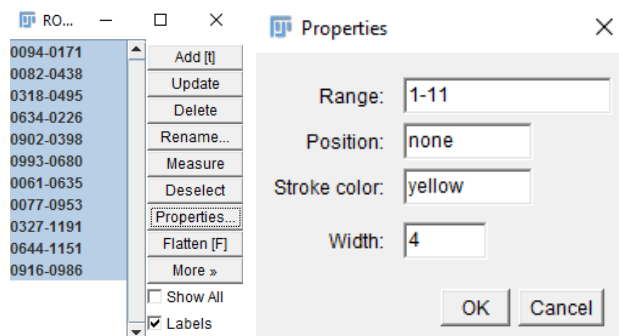


Figura 7: Cambio de propiedades de las líneas guardadas en el ROI Manager.

Se seleccionó el color negro en las opciones de colorear y luego se dibujaron estas líneas en la imagen “total-1” (Figura 8), esto se hizo para garantizar que la frontera fuera continua y poder utilizar la opción ‘Analyze Particles’ para extraerla.

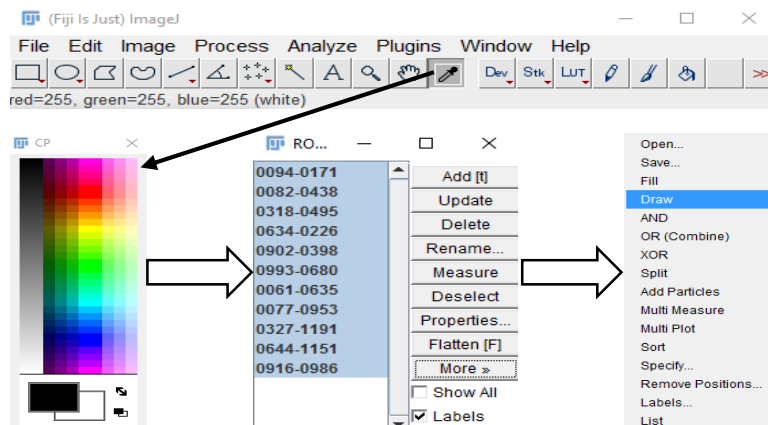


Figura 8: Procedimiento para dibujar las fronteras de forma permanente sobre la imagen “total-1”.

Una vez realizado este procedimiento se usó la opción ‘Analyze Particles’ estableciendo como condiciones que se contaran las partículas de todos los tamaños (Size: 0-Infinity) que no estuvieran ligadas al borde de la imagen (Exclude on edges) sin tener en cuenta su razón de aspecto (Circularity: 0-1) y pidiendo que se mostraran las partículas contadas (Show: Masks); el resto de las condiciones se dejaron sin marcar (Figura 9).

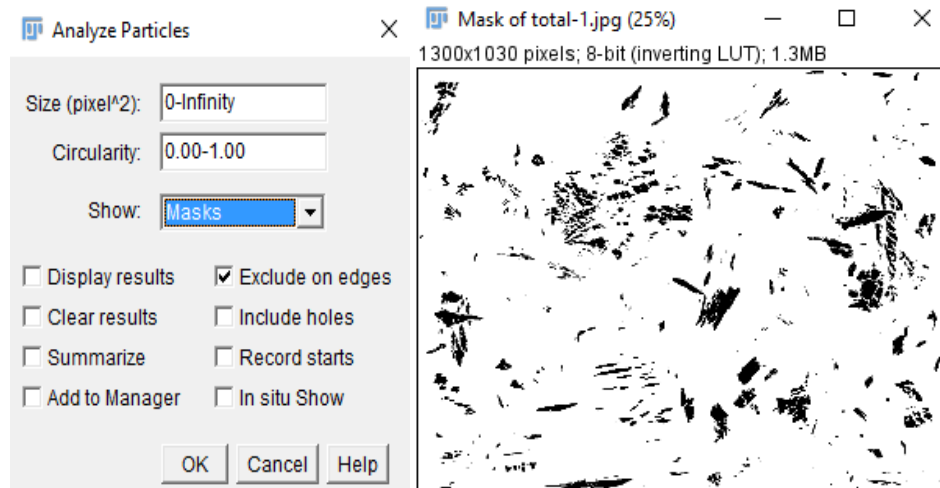


Figura 9: Procedimiento para extraer la frontera, las agujas de WA ligadas a ella y todas las partículas que tocan el borde de la imagen.

A continuación, se usó la herramienta de ‘Image Calculator’ (‘Process\Image Calculator’) se le sustrajo a “total” la imagen “Mask of total-1” y se obtuvo como resultado la imagen “Result of total” (Figura 10).

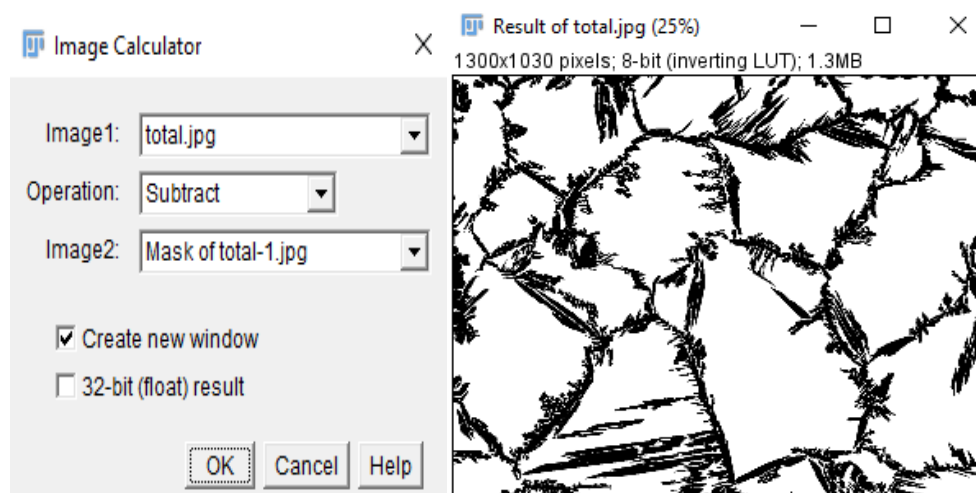


Figura 10: Procedimiento para extraer de “total” lo que está en “Mask of total-1”.

En “Result of total” se muestra todo lo que pertenece a “total” que no está en “Mask of total-1”. En “Result of total” se borró de forma manual todo lo que no correspondía a la GBA y se guardó la imagen como “frontera” (Figura 11).

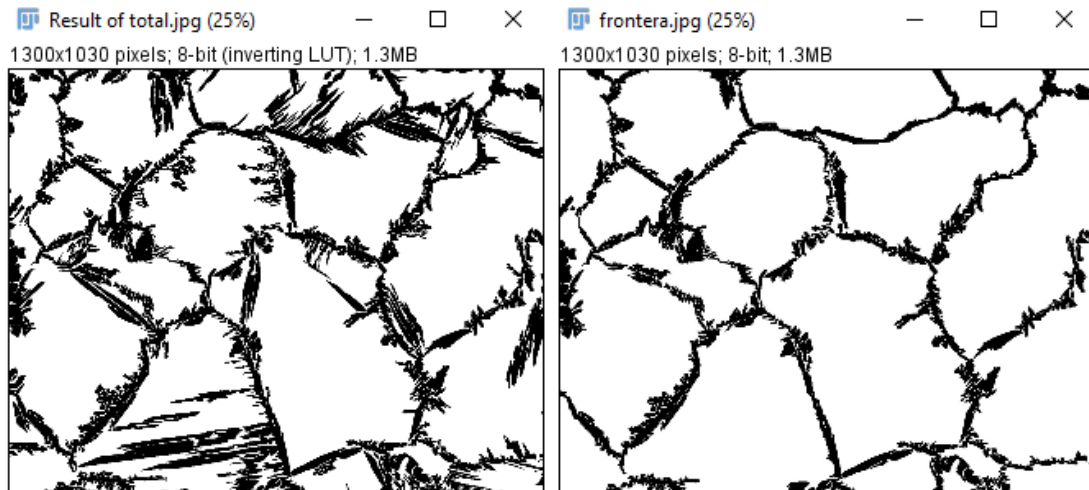


Figura 11: Antes y después de borrar todo lo que no es GBA en “Result of total” (Separación de la GBA).

Se cerraron las ventanas “total-1” y de “Mask of total-1” con el objetivo de limpiar el área de trabajo.

Se le extrajo a “total” la imagen “frontera” y se obtuvo “Result of total” (esto no representa ninguna contradicción con la imagen “Result of total” que se trabajó anteriormente porque ya no se llama así, al guardarla se le llamó “frontera”). A continuación, se duplicó “Result of total” obteniéndose “Result of total-1” (Figura 12).



Figura 12: Imagen binaria de la WA y la IGA y su duplicado

Se seleccionó “Result of total” y se le quitó lo que correspondía a la WA y se guardó la imagen como “WMt”. Seguidamente se le extrajo a “Result of total-1” la imagen “WMt” y se guardó como “intragranular” (Figura 13).

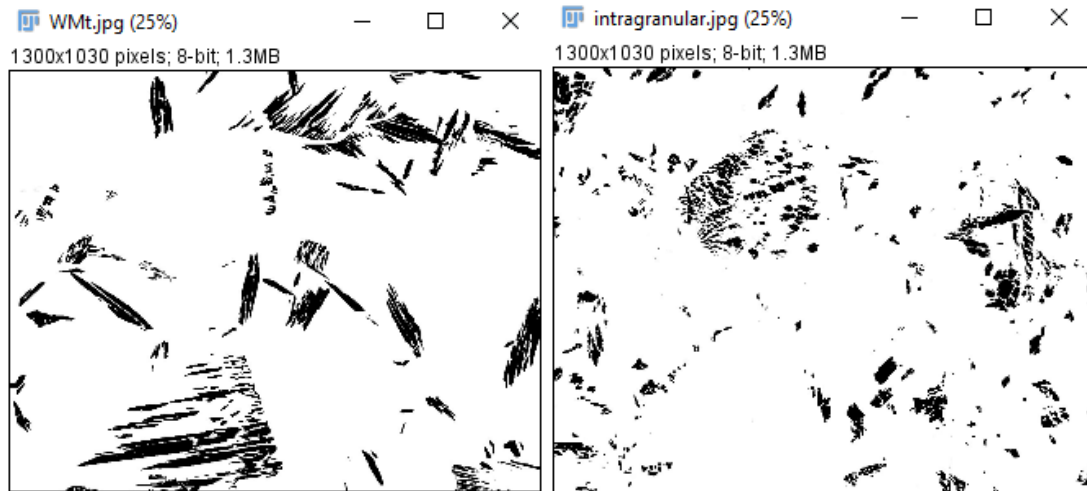


Figura 13: Imágenes binarias de la WA y la IGA respectivamente.

Se cerró la ventana “Result of total-1” y se realizó una revisión de las fases y estructuras clasificadas por separado comparándolas con la imagen original (ANEXO B).

Para obtener los datos buscados de las imágenes se usó la opción ‘Analyze Particles’. Primero, en ‘Analyze\Set Measurements’ se seleccionaron las magnitudes a medir, para este caso solo se obtuvo el área (‘Area’) y la fracción de área (‘Area fraction’) con cuatro lugares decimales (‘Decimal places (0-9): 4’). Seguidamente se seleccionaron una a una las imágenes binarias y se ejecutó el comando ‘Analyze Particles’ para cada una de ellas. En la ventana ‘Analyze Particles’ se precisó que se contaran todas las partículas de cualquier tamaño (‘Size: 0-Infinity’) independiente de su razón de aspecto (‘Circularity: 0-1’) (en este caso no fue necesario pedir que mostrara una imagen de lo que había sido cuantificado porque se analizó todo lo que contenía cada foto (‘Show: Nothing’) y se marcó solo la opción de ‘Summarize’ (Figura 14).

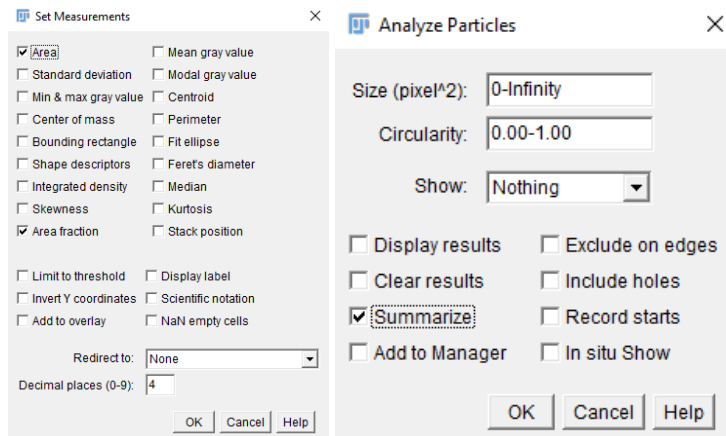


Figura 14: Procedimiento para obtener los datos buscados a través de la opción ‘Analyze Particles’

Los datos pertenecientes a cada imagen se fueron incorporando ordenadamente en la ventana “Summary” (Figura 15) la cual fue guardada una vez finalizó el conteo.

The image shows the 'Summary' window in ImageJ, which displays a table of analysis results. The table has five columns: 'Slice', 'Count', 'Total Area', 'Average Size', and '%Area'. The data is as follows:

Slice	Count	Total Area	Average Size	%Area
total.jpg	845	118280.3331	139.9767	31.8889
intragranular.jpg	710	28245.4293	39.7823	7.6151
frontera.jpg	54	51297.5068	949.9538	13.8300
WwMt.jpg	304	38737.3960	127.4256	10.4438

The value 51297.5068 in the 'Total Area' column for 'frontera.jpg' is highlighted with a red rectangle.

Figura 15: Ventana donde aparecen los resultados de las imágenes analizadas. El cuadro rojo encierra el valor del área total que ocupa la GBA (μm^2).

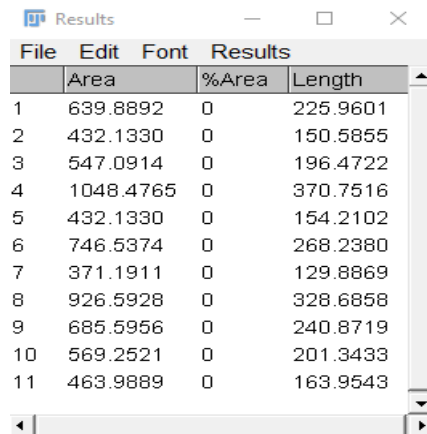
2.3.2 DETERMINACIÓN DEL ANCHO MEDIO DE LA GBA

Se obtuvo un estimado del ancho medio de la GBA haciendo uso de la siguiente metodología. Se consideró una frontera uniforme de ancho fijo (ancho medio) cuya longitud es igual a la suma de todos los segmentos que conforma la GBA real. Cuando se hicieron las mediciones correspondientes para obtener las fracciones de austenita y sus diferentes morfologías también se obtuvieron las áreas correspondientes en micrómetros cuadrados por lo que ya se obtuvo el dato del área total de la frontera tal como se muestra en la figura 15.

La longitud del listón se obtuvo usando la opción ‘Measure’ en la ventana del ‘ROI Manager’. Para realizar este cálculo se seleccionaron, en la ventana “ROI Manager”, todas las líneas que se trazaron por el medio de la frontera y luego se seleccionó la opción ‘Measure’. La imagen que se muestra en la figura 16 corresponde a la tabla que nos

proporcionó el software con los datos correspondientes a las líneas analizadas. Luego, se sumaron todas las longitudes y se obtuvo la longitud total de la frontera.

Finalmente, según esta idealización de la distribución superficial de la GBA, se pudo determinar su ancho medio dividiendo el área total representada por esta entre la longitud total de la frontera de los granos ferríticos.



File	Area	%Area	Length
1	639.8892	0	225.9601
2	432.1330	0	150.5855
3	547.0914	0	196.4722
4	1048.4765	0	370.7516
5	432.1330	0	154.2102
6	746.5374	0	268.2380
7	371.1911	0	129.8869
8	926.5928	0	328.6858
9	685.5956	0	240.8719
10	569.2521	0	201.3433
11	463.9889	0	163.9543

Figura 16: Datos correspondientes a líneas que se usaron para identificar la GBA.

2.3.3 DETERMINACIÓN DEL RADIO MEDIO DE IGA

Para determinar el radio medio de los precipitados de austenita intragranular se usó la opción ‘Analyze Particles’. Primeramente, se seleccionó la imagen binaria de los precipitados intragranulares a la que se le llamó anteriormente “intragranular”. A continuación, se seleccionó en ‘Analyze\Set Measurements’ la magnitud ‘Area’ y luego usando la opción ‘Analyze Particles’ se calculó la superficie de cada uno de los precipitados y se pidieron los datos correspondientes a cada partícula (‘Display Results’). En esta medición no se tuvieron en cuenta las partículas que estaban ligadas al borde de la foto (‘Exclude on edges’) porque considerarlas traería falsos valores a las estadísticas (Figura 17).

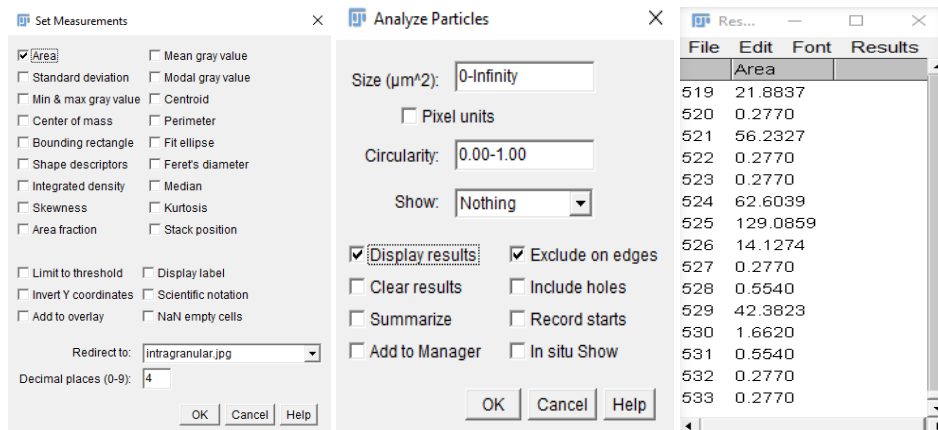


Figura 17: Procedimiento para obtener las áreas correspondientes a las partículas de austenita intragranular.

Luego de tener los valores correspondientes al área de cada partícula se asumió que las mismas tienen forma circular, siendo esto un modelo idealizado de la realidad.

Se conoce que el área de un círculo es: $A = \pi \cdot r^2$ de donde se obtiene que:

$$r = \sqrt{A / \pi} \quad 3$$

Luego usando la expresión 3 y el software Excel se determinó el radio de cada uno de los precipitados de IGA y de esta forma se obtuvo el valor medio correspondiente para cada micrografía.

2.3.4 DETERMINACIÓN DEL ANCHO Y LA LONGITUD DE LOS LISTONES DE WA

Para determinar la longitud y el ancho de los listones de WA se escogieron un grupo de imágenes en las cuales se identificaron claramente las familias de agujas. Se seleccionaron en cada foto los granos en los cuales las agujas aparecían bien definidas y se veían claramente su origen y su final. Seguidamente, se midieron los anchos y las longitudes de los listones seleccionados usando la línea recta que aparece entre las herramientas de trazado de la barra de herramientas de la ventana principal. Los segmentos de medición se guardaron cuidadosamente en el 'ROI Manager' (ctrl+T) y al finalizar se seleccionaron todos los segmentos guardados y se utilizó la opción 'Measure' de la ventana "ROI Manager". La imagen que se muestra en las figuras 18 y 19 corresponde a una ilustración del procedimiento descrito anteriormente y la ventana "Result" contiene las longitudes de los segmentos que describen las longitudes y los

anchos de las agujas de WA los cuales fueron analizados posteriormente con ayuda de Excel.

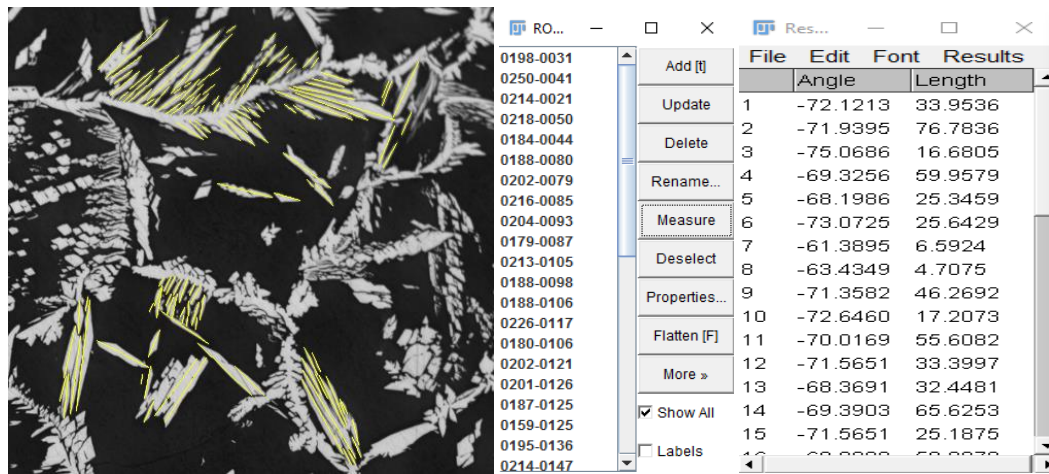


Figura 18: Proceso de obtención de las longitudes de las agujas de WA.

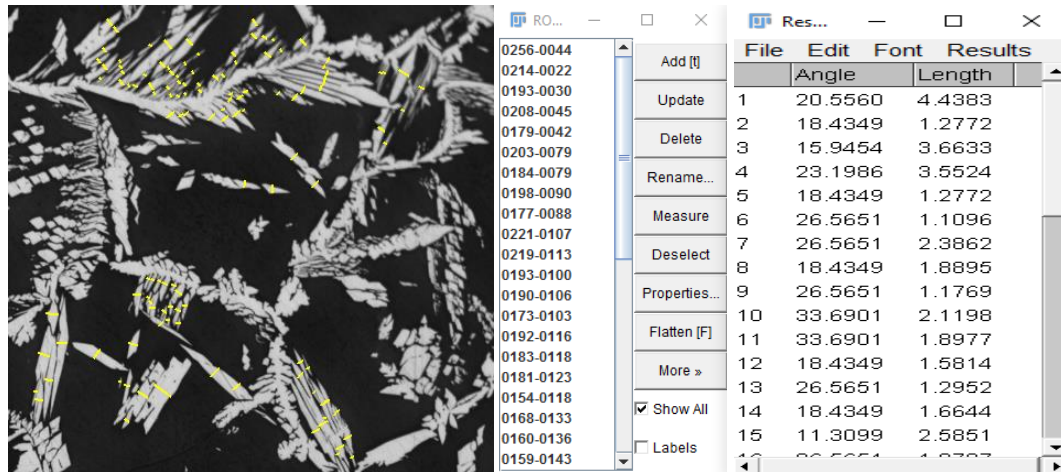


Figura 19: Proceso de obtención de los anchos de las agujas de WA.

2.3.5 DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO FERRÍTICO

El tamaño de grano ferrítico (diámetro medio) se determinó por el método de las líneas interceptadas, el cual es usado comúnmente para este tipo de mediciones [13], [38], [50], [51]. Para esto se usaron imágenes de menor aumento (Figura 20), en las que aparecen un gran número de granos para lograr tener una estadística fuerte y en las cuales se identifican claramente las fronteras de los granos ferríticos. Se ajustó la escala a 0.95 pixeles/ μm (ANEXO A) como correspondía para la imagen que se muestra en la figura 20.

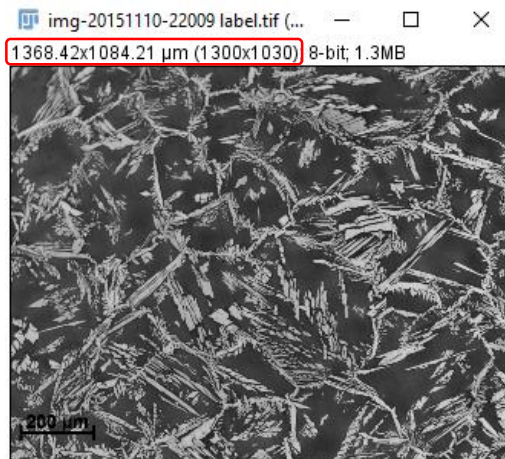


Figura 20: Imagen de una HAZ con una escala correspondiente a 0.95 pixeles/μm. El cuadro rojo señala las dimensiones de la foto.

A continuación, se trazaron líneas horizontales y verticales por toda la imagen haciendo uso de la opción 'Grid' ('Analyze\Tools\Grid'). Esta opción dibuja líneas, puntos, círculos, etc. Aquí se puede escoger el tipo de rejilla que se quiere, en este caso se escogieron líneas ('Grid type: Lines') de color verde ('Color: Green') y el tamaño de los cuadrados 15000 μm² ('Area per point: 15000 μm²') para que la cantidad de líneas total fuera 20. Además, se puede regular el espesor de las líneas ('Blod'), se pueden centrar en la imagen ('Center grid on image') y se pueden ubicar aleatoriamente ('Random offset') (Figura 21).

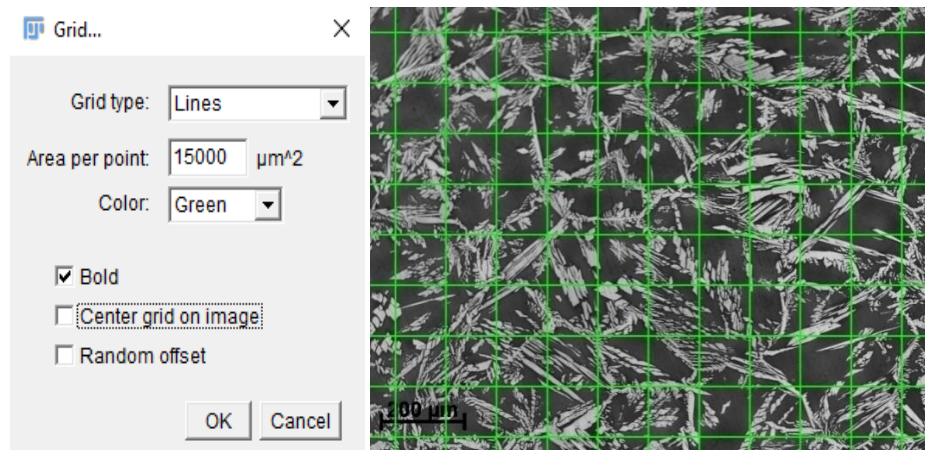


Figura 21: Proceso de colocación de la rejilla para la determinación del tamaño de grano ferrítico

Para conocer la longitud de las líneas de la rejilla se conoce que las mismas van de un lado a otro de la foto y son perpendiculares a sus límites, de donde se infiere que las líneas tendrán las mismas dimensiones que los bordes de la imagen, valores que se muestran en la parte superior izquierda de la ventana que contiene la foto tanto en pixeles como en micrómetros (Figura 20). Luego, multiplicando la cantidad de líneas horizontales por el

ancho de la foto y la cantidad de líneas verticales por el alto de la misma y posteriormente sumando estos valores se obtuvo la longitud total de las líneas que conforman la rejilla.

El conteo de las intersecciones entre las líneas dibujadas sobre la imagen y las fronteras de los granos ferríticos se realizó usando la herramienta 'Multi-point'. Con esta herramienta se colocaron puntos en los lugares de las intersecciones y estos son enumerados progresivamente, de esta manera cuando se finalizó el conteo solo se tomó el número correspondiente al último punto el cual indica la cantidad de sitios marcados (Figura 22).

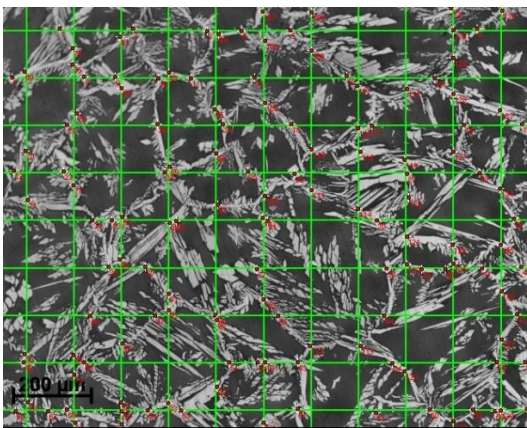


Figura 22: Selección de las intersecciones entre la rejilla y las fronteras de los granos ferríticos.

Finalmente se dividió la longitud total de las líneas entre la cantidad de intersecciones que se contaron y se obtuvo el tamaño medio de grano ferrítico.

CAPÍTULO III: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 OBSERVACIONES

Para la cuantificación de los distintos tipos de austenita reformada durante el enfriamiento, y tener un criterio estadístico al respecto, se seleccionaron para cada aporte de calor 30 micrografías ópticas con un mismo aumento (200X), en donde puede apreciarse para todos los aportes de calor (o diferentes velocidades de enfriamiento) la existencia de las tres morfologías de austenita (GBA, WA e IGA), por lo que las velocidades de enfriamiento en estos casos no han sido extremas (ni muy lentas, ni muy elevadas). La temperatura pico de 1350° C durante 2s disolvió la austenita inicial prácticamente en su totalidad pues no se aprecia en las micrografías la austenita parcialmente transformada. Además, el ataque con 30 % de KOH no reveló ninguna fase intermetálica y los eventos de nucleación de la WA y una menor fracción de IGA parecen obedecer a mecanismos simpatéticos, de fragmentación de la WA asumiendo un modelo desplazativo-difusivo.

El hecho de realizar el conteo de la WA en aproximadamente 200 granos ferríticos orientados aleatoriamente para cada aporte de calor minimizó la incertidumbre de considerar como IGA a listones o agujas de WA que hayan sido cortadas normal a su dirección de crecimiento en los planos de las micrografías. También teniendo en cuenta una determinada razón de aspecto en las partículas de austenita (mayor que 0.5) se consideró como IGA a posibles fragmentos de agujas o listones de WA que surgieron a menor temperatura y que debido a la baja partición de los elementos de aleación se fragmentaron.

3.2 CONTEO DE LAS FASES SEGÚN SUS FORMAS MORFOLÓGICAS EN LAS HAZ

La figura 23 muestra imágenes que han sido procesadas con el software Fiji 1.51n. A la izquierda, se muestran imágenes de microscopía óptica donde aparecen representadas las diferentes fases y estructuras que aparecen en la HAZ simulada en el acero dúplex SAF 2205 para diferentes velocidades de enfriamiento o calores de entrada (a-d) y a la derecha, se marcaron en colores las diferentes formas morfológicas de γ (a'-d'). La WA y la IGA son las que se presentan en color azul y rojo respetivamente mientras que la GBA se

muestra en gris con bordes amarillos. La Tabla II muestra las fracciones de austenita con sus diferentes morfologías para diferentes velocidades de enfriamiento ($v_{8/5}$ K/s). Por otro lado, la Tabla III contiene la información sobre otros parámetros microestructurales que caracterizan a las diferentes estructuras en la HAZ de acuerdo a los diferentes calores de entrada.

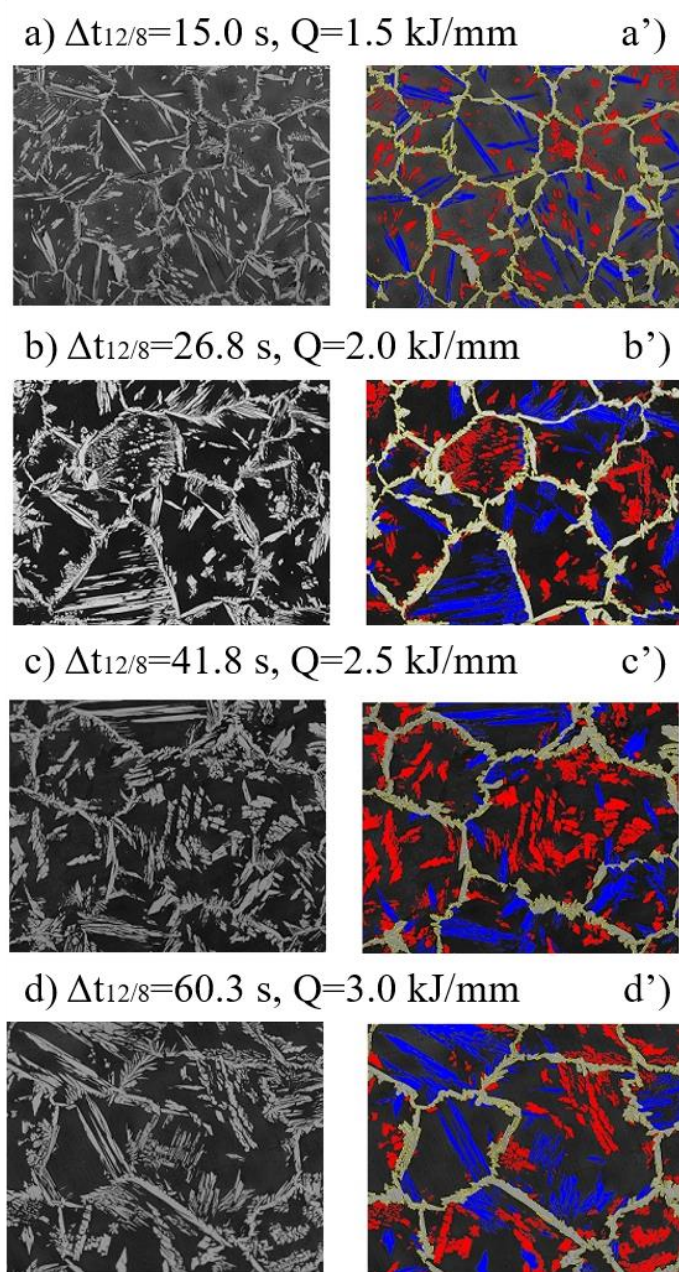


Figura 23: A la izquierda, imágenes ópticas de las HAZs simuladas in el DSS SAF 2205 con diferentes velocidades de enfriamiento (tiempo de enfriamiento entre 1200 °C y 800 °C) o calores de entrada Q (a-d). A la derecha, las imágenes procesadas con el Fiji (a'-d'), donde el fondo oscuro se corresponde a δ , el azul y el rojo resaltan a la WA y a la IGA respectivamente y con el color gris y los bordes amarillos se señala la GBA.

Tabla II: Fracciones de austenita y ferrita tomando en consideración las diferentes formas morfológicas de cada fase (δ , IGA, GBA, WA) para diferentes calores de entrada (Q) o velocidades de enfriamiento ($v_{8/5}$). ξ_{IGA} , ξ_{GBA} , y ξ_{WA} son las fracciones de IGA, GBA y WA con respecto al volumen total de austenita.

Q kJ/mm	$v_{8/5}$ K/s	$\Delta t_{8/5}$ s	γ %	δ %	IGA %	GBA %	WA %	ξ_{IGA} %	ξ_{GBA} %	ξ_{WA} %
1.5	7.1	42.5	28.2 ± 0.3	71.8 ± 0.3	8.9 ± 0.2	14.0 ± 0.4	5.3 ± 0.2	31.4 ± 0.8	49.7 ± 1.1	19.0 ± 0.8
2	4.0	75.5	32.4 ± 0.3	67.6 ± 0.3	9.0 ± 0.3	15.8 ± 0.4	7.6 ± 0.4	27.7 ± 1.0	48.8 ± 1.2	23.5 ± 1.2
2.5	2.5	117.9	34.2 ± 0.3	65.8 ± 0.3	10.0 ± 0.4	16.0 ± 0.5	8.2 ± 0.2	29.3 ± 1.0	46.7 ± 1.2	23.9 ± 0.6
3	1.8	169.8	34.6 ± 0.4	65.4 ± 0.4	11.9 ± 0.5	13.6 ± 0.5	9.0 ± 0.5	34.7 ± 1.4	39.1 ± 1.2	26.2 ± 1.6

Tabla III: Algunos parámetros que caracterizan a la HAZ para diferentes velocidades de enfriamiento ($v_{8/5}$) o calores de entrada (Q). Tamaño medio del grano δ (d), ancho medio de la GBA (A_{GBA}), Longitud media de las agujas de WA (l_{WA}), Radio medio de la IGA (R_{IGA}) y ancho medio de los listones de WA (A_{WA}).

Q kJ/mm	$v_{8/5}$ K/s	$\Delta t_{8/5}$ s	d μm	A_{GBA} μm	l_{WA} μm	R_{IGA} μm	A_{WA} μm
1.5	7.1	42.5	104.6 ± 4.9	8.9 ± 0.2	28.5 ± 2.6	2.10 ± 0.03	3.1 ± 0.2
2	4.0	75.5	136.3 ± 4.4	13.2 ± 0.3	32.2 ± 2.3	2.62 ± 0.03	4.2 ± 0.3
2.5	2.5	117.9	160.8 ± 6.4	14.4 ± 0.4	33.3 ± 1.9	2.77 ± 0.03	4.2 ± 0.3
3	1.8	169.8	184.5 ± 6.7	14.1 ± 0.5	36.4 ± 2.5	3.07 ± 0.03	4.3 ± 0.4

La Figura 24 muestra la evolución de las fracciones volumétricas de la ferrita y de la austenita reformada en la HAZ con diferentes tiempos de enfriamiento, y cómo la fracción volumétrica de γ depende de las tres formas morfológicas (GBA, IGA y WA) para los diferentes tiempos de enfriamiento.

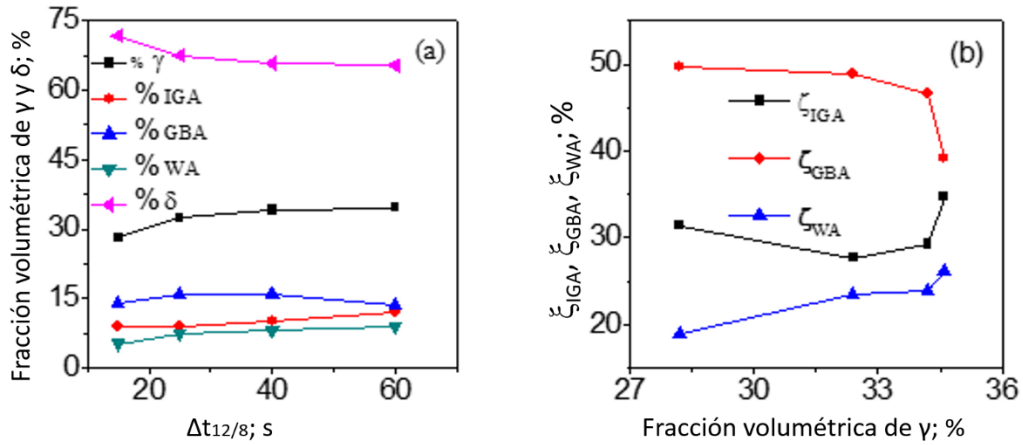


Figure 24: (a) Fracción volumétrica de la ferrita y de la austenita reformada y sus morfologías para diferentes tiempos de enfriamiento $\Delta t_{12/8}$. (b) Fracción volumétrica de las diferentes formas morfológicas de la austenita con respecto al total de γ para diferentes fracciones de γ (diferentes tiempos de enfriamiento $\Delta t_{12/8}$).

El hecho de que la IGA se concentre y abunde en los granos donde la WA no está ampliamente representada, tal como se muestra en la figura 23, demuestra que la IGA se forma a las más bajas temperaturas una vez que haya terminado el proceso de nucleación de la WA.

La tabla II y la figura 24 muestran que la fracción de austenita reformada crece a medida que se incrementa el tiempo de enfriamiento de acuerdo con lo que se plantea en la literatura [6], [8], [19]–[21], [23]. Al mismo tiempo, el incremento de la fracción de austenita es más lento cuando se aumenta el tiempo de enfriamiento. Esto puede estar dado por el rápido decrecimiento de la sobresaturación del nitrógeno en esta aleación (0.11-0.12 %) y la reducción de los sitios favorable para la nucleación a las más bajas temperaturas. Los valores obtenidos para las fracciones de austenita reformada para cada tiempo de enfriamiento ($\Delta t_{8/5}$) no cumplen con la ecuación 2 dada por Hsieh y col. [12] en la que se vincula la cantidad de austenita reformada con los contenidos de los elementos austenitizadores Ni y N.

Por otro lado, la cuantificación de las fracciones volumétricas de las tres formas morfológicas de la austenita muestra una significativa desviación con respecto a las fracciones consideradas por otros autores en estudios anteriores a este [6], [19], [20].

Es notable el crecimiento de la fracción de austenita intragranular (Tabla II y Figura 24), pero sin un apreciable crecimiento en sus tamaños medios (Tabla III), lo que indica que

para estas velocidades de enfriamiento aún no se ha logrado la total partición de los elementos sustitucionales entre ambas fases pues no se aprecia la etapa de coalescencia donde ya finalizó la etapa de nucleación y crecimiento de las mismas.

Para todas las velocidades de enfriamiento ensayadas ($\Delta t_{8/5}$ entre 42 y 170 s) la morfología de austenita predominante es la GBA (Figura 24 a y b) y este predominio fue mayor para las más altas velocidades de enfriamiento usadas en este estudio mientras que tiende a reducirse para los mayores aportes de calor. El incremento de la IGA fue mayor que el incremento de la fracción de WA para los procesos de enfriamiento más lentos, como una consecuencia de la posible fragmentación de los listones de WA [52], mientras que la fracción de GBA muestra un máximo entre 80s y 118s para el intervalo de tiempo $\Delta t_{8/5}$, ó 30s y 40s para el $\Delta t_{12/8}$.

La figura 24 b muestra que la ξ_{GBA} disminuye para altas fracciones de austenita, ξ_{IGA} decrece por valores de $\Delta t_{12/8}$ cercanos a 25 s y se incrementa significativamente para los mayores tiempos de enfriamiento (mayores fracciones de austenita). También en la Figura 24 b se puede apreciar que a medida que aumenta la cantidad de austenita total reformada los valores de ξ_{IGA} , ξ_{GBA} , y ξ_{WA} tienden a acercarse entre sí.

La Tabla III muestra un incremento en el tamaño medio de grano de δ con el incremento de los tiempos de enfriamiento lo que trae aparejado un incremento en la longitud media de los listones de WA. Este incremento en el tamaño del grano ferrítico está dado básicamente por los correspondientes tiempos de enfriamiento entre las temperaturas 1350° C y 1200° C ya que las velocidades de calentamiento y los tiempos de permanencia a la temperatura pico fueron los mismos para todas las simulaciones de soldadura llevadas a cabo.

Por otro lado, en la tabla III el ancho medio de la GBA se incrementa significativamente para las más bajas velocidades de enfriamiento (entre $\Delta t_{8/5}=40$ s y $\Delta t_{8/5}=75$ s), mientras, que para los mayores tiempos de enfriamiento el ancho medio de la GBA no manifiesta apreciables cambios. El ancho medio de los listones de WA también tuvo un comportamiento similar ya que no tiene una variación significativa para las menores velocidades de enfriamiento. El radio medio de las partículas IGA experimenta un pequeño y monótono crecimiento con el aumento de los tiempos de enfriamiento.

3.3 ANÁLISIS DE LA DUREZA DEL DSS SAF 2205

La microdureza ($HV_{0.01}$ and $HV_{0.025}$) de las diferentes formas morfológicas de la austenita y la matriz ferrítica se muestra en la figura 25 para los correspondientes tiempos de enfriamiento ensayados en la simulación de la HAZ en el DSS SAF 2205.

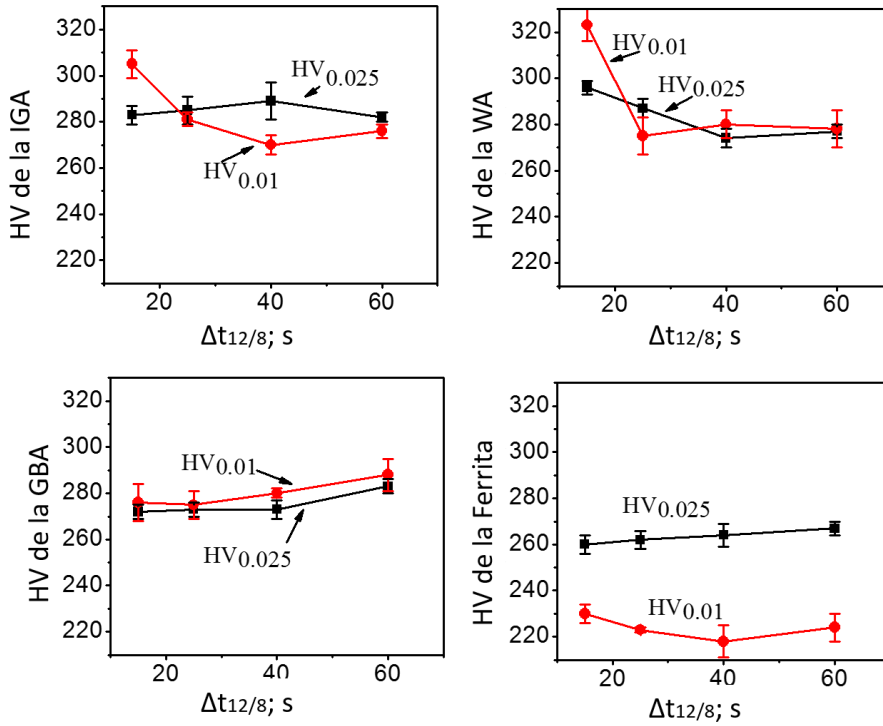


Figure 25: $HV_{0.01}$ y $HV_{0.025}$ correspondientes a las diferentes morfologías de austenita reformada y a la ferrita para los tiempos de enfriamiento ensayados en la simulación de la HAZ en el DSS SAF 2205.

La figura 26 (a) muestra las tensiones de fluencia (yield strength) en MPa de las zonas de influencia térmica del DSS SAF 2205 calculados a partir de los valores de microdureza que se determinaron usando las cargas 0.01 kg y 0.025 kg respectivamente. La determinación de esta propiedad mecánica (YS_{HV}) se llevó a cabo a través de la utilización de la ley de las mezclas incluyendo los valores de las microdurezas ensayadas para cada forma morfológica y las fracciones volumétricas correspondientes (Ecuación 4) [53], [54].

$$YS_{HV} = \left[\sum_j \left(\frac{\overline{HV}}{3} \right)_j \gamma_j \right] + \left(\frac{\overline{HV}}{3} \right)_\delta \delta ; \text{MPa} \quad 4$$

donde γ_j es la fracción volumétrica de las diferentes formas morfológicas de la austenita y δ es la fracción de ferrita que aparecen en la tabla II.

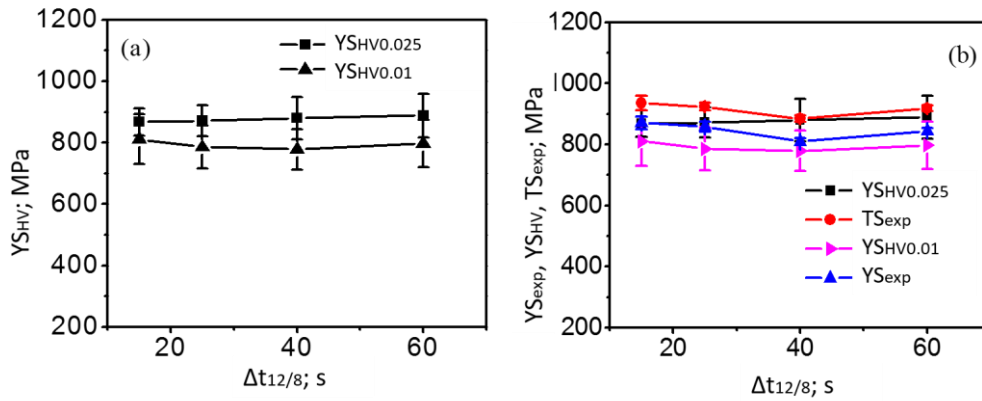


Figure 26: (a) Tensión de fluencia ($YS_{HV0.01}$ and $YS_{HV0.025}$) de las HAZs simuladas en el DSS SAF 2205 para los diferentes tiempos de enfriamiento ensayados. (b) comparación entre las tensiones de fluencias calculadas ($YS_{HV0.01}$ and $YS_{HV0.025}$) y los valores determinados experimentalmente de la tensión de fluencia (Y_{Sexp}) y el valor límite de la tensión de deformación (tensile strengths, T_{Sexp}).

Numerosos análisis teóricos se han realizado para relacionar la tensión de fluencia con la dureza [53], [55]–[58], pero la relación empírica entre un tercio de la dureza y la tensión de fluencia ($HV \cong 3YS$) es ampliamente usada en la literatura [59]–[61]. Esto significa que el endurecimiento por deformación puede ser inducido por la indentación y un tercio del valor de la dureza solo representa la resistencia después del endurecimiento. La tabla IV contiene resultados convincentes que validan la relación $HV \cong 3YS$ ya que la razón entre la dureza y la tensión de fluencia es aproximadamente igual a tres para las dos cargas aplicadas usando similar ley de mezclas que relaciona las diferentes formas morfológicas de la austenita y las matriz ferrítica (Ecuación 4).

Tabla IV: Razón entre la dureza y la tensión de fluencia para los diferentes tiempos de enfriamiento correspondientes las HAZs simuladas en el DSS SAF 2205. Las microdurezas medidas se obtuvieron con dos cargas (0.01 kg y 0.025 kg respectivamente).

HV _{0.01}		HV _{0.025}	
Δt _{12/8} ; s	$\{[\sum_j (\overline{HV})_j \gamma_j] + (\overline{HV})_\delta \delta\} / Y_{Sexp}$	Δt _{12/8} ; s	$\{[\sum_j (\overline{HV})_j \gamma_j] + (\overline{HV})_\delta \delta\} / Y_{Sexp}$
15	2.8	15	3
25	2.8	25	3.1
40	2.9	40	3.2
60	2.8	60	3.1

$(\overline{HV})_j$ es el valor medio de la microdureza de la forma morfológica j en MPa (j es IGA, GBA, WA y ferrita).

Y_{Sexp} es el valor experimental de la tensión de fluencia en MPa.

La figura 26 (b) muestra los valores de $YS_{HV0.01}$ y $YS_{HV0.025}$ calculados a partir de los valores de microdureza obtenidos y se comparan con los valores experimentales de YS_{exp} y TS_{exp} para los diferentes tiempos de enfriamientos correspondientes a las HAZs simuladas en el DSS SAF 2205.

De acuerdo con las figuras 25 y 26, la correspondencia entre los valores calculados por medio de la ecuación 4 y los valores experimentales de la tensión de fluencia, constituye una evidencia convincente de la fiabilidad de las fracciones volumétricas de las fases según sus morfologías en las HAZs, obtenidas con el procesamiento de las imágenes ópticas. Como se indicó anteriormente, la ecuación 4 toma en cuenta los valores de dureza correspondientes a cada forma morfológica de la austenita y la matriz ferrítica. Aquí se puede notar que, dentro de la incertidumbre de la experimentación, las dos cargas usadas para el análisis de la dureza pueden representar con muy buena aproximación las propiedades intrínsecas del material relacionadas con la tensión de fluencia. En este sentido, las morfologías de las indentaciones resultaron tener, en la mayoría de las mediciones, forma cuadrada con bordes rectos (morfología pile-up), y en pocas, los bordes no fueron rectos y se curvaron ligeramente hacia el centro de la indentación (morfología sink-in) [53]. La dureza en los materiales con morfología “pile-up” en sus huellas, puede reforzarse significativamente cuando se produce la indentación, por consiguiente, la dureza y la resistencia seguirán aproximadamente la relación de la tercera parte [53].

Los valores de tensiones obtenidos en la ecuación 4 usando la carga de 0.025 kg para medir la dureza, estuvieron entre la YS_{exp} y la TS_{exp} . Por otro lado, los valores de tensión calculados usando la carga de 0.01 kg fueron siempre ligeramente menores que los de YS_{exp} (Figura 26). Como se puede ver en la figura 25, la dureza de la ferrita fue siempre menor para las menores cargas. Este resultado está en desacuerdo con lo reportado por Zhang y col. [53], donde se establece que con el incremento del valor de la carga decrece la microdureza en la misma fase.

La dureza $HV_{0.01}$ correspondiente a la IGA fue mayor para los menores tiempos de enfriamiento, mientras que la dureza de esta misma forma morfológica medida con la carga más grande ($HV_{0.025}$) mostró una variación muy pequeña para los tiempos de enfriamiento ensayados. Al mismo tiempo, para períodos de enfriamiento mayores, los

valores de dureza usando las dos cargas fueron similares para la IGA. Esto puede estar influenciado por la abundancia de las partículas pequeñas en las HAZs que se enfriaron con mayor rapidez, ya que, producto a su pequeño tamaño, en la medición de la microdureza se manifiestan fuertemente los efectos de cercanía a la frontera entre las fases (IGA/ δ). Como la dureza en las partículas de IGA de mayor tamaño no muestra cambios significativos (los efectos de la cercanía a la frontera del precipitado son imperceptibles) para los diferentes tiempos de enfriamiento, entonces, aproximadamente la misma dureza en esta fase debe ser el resultado de similares contenidos de nitrógeno y elementos sustitucionales que permanecieron inmóviles para los tiempos de enfriamientos ensayados.

En estos ensayos, usando las dos cargas, fue posible confirmar que la mayor microdureza corresponde a la WA para los menores tiempos de enfriamiento, mientras que la GBA mostró un pequeño incremento en su dureza para los mayores tiempos de enfriamiento. La matriz ferrítica no experimentó cambios significativos en la dureza, solo un pequeño incremento fue reportado para el mayor tiempo de enfriamiento, mostrando que, la fracción volumétrica de los precipitados de nitruros fue pequeña, lo que se corresponde con los relativamente moderados contenidos de nitrógeno en este acero. Para todas las mediciones e independientemente de las formas morfológicas de la austenita, los valores de dureza para esta fase fueron siempre mayores que los registrados en la ferrita para los diferentes tiempos de enfriamientos, revelando el fuerte efecto que causa el nitrógeno disuelto en la austenita sobre el endurecimiento.

Para los mayores tiempos de enfriamiento, ($\Delta t_{12/8}=60s$ o $\Delta t_{8/5}=170s$), otros rasgos llamativos pueden ser observados en las imágenes de MET en las HAZs de este DSS. Esto se muestra en la figura 27 donde las estructuras de dislocaciones en los pequeños granos de ferrita se encuentran entrecruzados (cross-stitch form). Esta estructura de dislocación podría proveer soporte firme para sugerir la inmovilización de las dislocaciones en estos pequeños granos δ aumentando su resistencia.

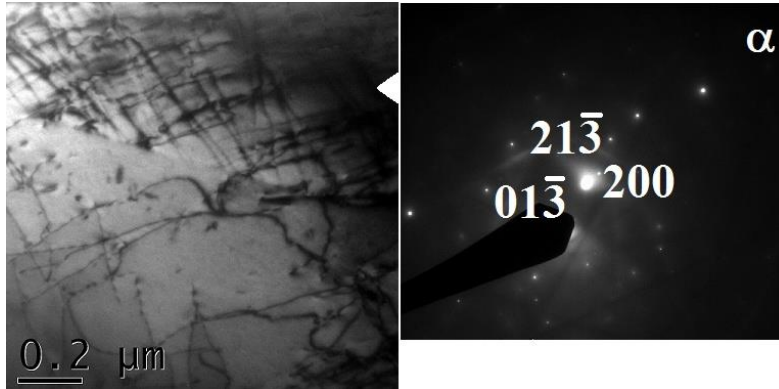


Figure 27: Estructura de dislocación en los granos de ferrita correspondientes a la HAZ simulada del DSS SAF 2205 para los enfriamientos más lentos ($\Delta t_{12/8}=60$ s).

3.4 ANÁLISIS DE UN PRECIPITADO DE IGA EN EL MET

Muestras en forma de discos finos, tomadas de la HAZ con menor tiempo de enfriamiento ($\Delta t_{12/8}=15$ s) fueron analizadas en el MET. Numerosas partículas de IGA correspondientes a aproximadamente veinte granos de ferrita seleccionados aleatoriamente fueron observadas con diferentes orientaciones cristalográficas. A partir de aquí, se pudo constatar el predominio de fronteras con relaciones de orientación específicas en estas pequeñas partículas de IGA (o listones de WA fragmentados).

La figura 28 muestra una de estas pequeñas partículas intragranulares correspondientes a la HAZ del DSS SAF 2205 donde el $\Delta t_{12/8}$ fue 15s (el menor tiempo de enfriamiento). En esta figura la misma partícula fue observada con dos inclinaciones diferentes. La imagen BF (campo claro), en la figura 28 (a), fue tomada con una orientación del haz incidente paralelo a $[0\bar{1}1]_{\delta}$ mientras que en la figura 28 (b) esta partícula fue observada con una orientación edge-on. De acuerdo con [62] y las observaciones en el MET, este precipitado de IGA, exhibe una faceta principal, la que se denota como plano de hábito (HP), y varias facetas aledañas donde una interface curva entre el HP y la cara principal de la faceta es frecuentemente observada. Esta pequeña partícula (aproximadamente $2.5 \mu\text{m}$ de longitud y $0.9 \mu\text{m}$ de ancho) parece haber nucleado dentro del complejo entramado de dislocaciones de la matriz. Un conjunto de dislocaciones con un espaciado que va desde 9nm hasta 12nm puede ser observado en la faceta principal de esta partícula acomodando el desencaje entre las redes cristalográficas de δ y γ . Los patrones de difracción de ambas fases, obtenidos con la misma inclinación, muestran que el precipitado de IGA tiene una relación de orientación cercana a la de N-W ($[\bar{2}11]_{\gamma} // [0\bar{1}1]_{\delta}$) con la ferrita. Por lo tanto,

esta pequeña partícula de austenita tiene una RO específica con la matriz ferrítica. Es razonable asumir que los precipitados que recién se forman poseen una interface coherente o semicoherente con la matriz. Como sugiere [63], cuando la estructura cristalina del precipitado y la fase matriz son diferente, la formación de cada interface requiere que la orientación de la red del precipitado soporte una relación de orientación especial y específica con la matriz. La baja energía asociada a la relación de orientación de las redes cristalinas de ambas fases (δ y γ) opera continuamente durante el proceso de crecimiento del precipitado, a menos que algún proceso de recrystalización y/o deformación la destruya [63].

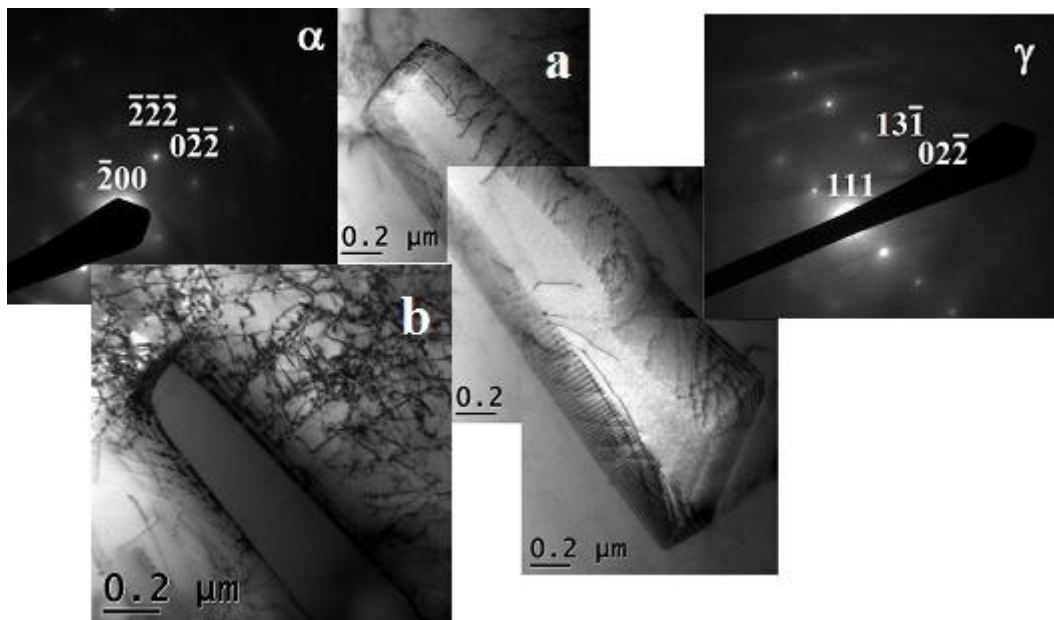


Figure 28: (a) imagen BF (campo claro) de una partícula de IGA. Las dislocaciones de desencaje pueden ser observadas en la cara principal (inclinación 1.1°), (b) la misma partícula de IGA mostrando la faceta principal y el entramado de dislocaciones en la matriz (inclinación 6.3°). Los patrones de difracción de la austenita y la ferrita obtenidos con la misma inclinación.

3.5 NITRUROS DE CROMO

Después de analizar cuidadosamente 20 granos diferentes con el MET en las muestras con forma de disco extraídas de la HAZ simulada con la más alta velocidad de enfriamiento ($\Delta t_{12/8}=15\text{s}$) solo 4 de estos granos mostraron escasos precipitados de Cr_2N . Esto puede ser observado en figura 29, donde todas las agujas de Cr_2N están orientadas aproximadamente en la misma dirección dentro de cada grano. Al mismo tiempo se

registra que estas agujas tienen un tamaño que va desde 200nm hasta 400nm y el espaciado entre ellas es menor que 0.2 μm .

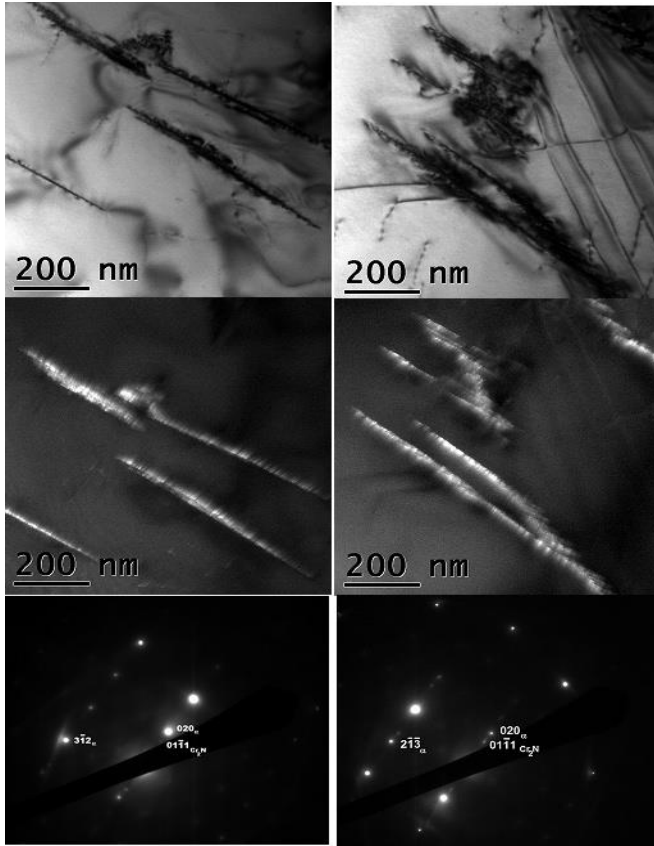


Figure 29: Campo claro, campo oscuro y patrón de difracción del Cr_2N en dos zonas de la matriz ferrítica correspondientes a un $\Delta t_{12/8}=15\text{s}$. El campo oscuro fue obtenido con los haces difractados $g=(0-11-1)$ y $(01-11)$ respectivamente.

Con el objetivo de indagar en la influencia de los nitruros en las propiedades corrosivas de este DSS SAF 2205, fueron calculadas las distancias difusivas (X) del cromo y el nitrógeno en la matriz ferrítica durante el enfriamiento continuo entre 1200 °C y 500 °C para las velocidades de enfriamiento ensayadas. La ecuación usada para este cálculo, acorde con Liao [10] es:

$$X = \left\{ \int_{t_i}^{t_f} D(T) dt \right\}^{1/2} \quad 4$$

donde $t_f - t_i$ es el tiempo de enfriamiento entre 1200 °C y 500 °C y $D(T)$ es el coeficiente de difusión que puede ser expresado como:

$$D(T) = D_0 e^{-\frac{Q}{RT}} \quad 5$$

con $D_0=2.3 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ y $Q=239 \text{ kJ/mol}$ para el Cr, y $D_0=1.13 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ y $Q=83(1-\frac{14.03}{T})$ kJ/mol para el N respectivamente [10], [64]. La temperatura T en la ecuación 5 puede ser representada como $T = T_0 - vt$, donde T_0 (K) es la temperatura inicial a partir de la cual se comienza a enfriar, y v (K/s) es la velocidad de enfriamiento media entre t_f-t_i .

La tabla V contiene la distancia difusiva de los átomos de Cr y N en la matriz ferrítica durante un enfriamiento continuo entre las temperaturas 1200° C y 500° C calculados a través de las expresiones 4 y 5.

Tabla V: Distancias difusivas de los átomos de Cr y N en la matriz ferrítica durante el enfriamiento continuo entre 1200° C and 500° C .

Q; kJ/mm	1.5	2	2.5	3
$\Delta t_{8/5}$; s	42.5	75.5	117.9	169.8
$\Delta t_{12/5}$; s	56.9	101.1	158	227.6
V; K/s	12.3	6.9	4.4	3.1
X para el Cr; μm	2.1	2.8	3.4	4.1
X para el N; μm	139	186	232	278

Los datos contenidos en la Tabla V sugieren que el cromo se puede mover distancias en un orden superior a la distancia media que existe entre los nitruros. Esto implica que el empobrecimiento en cromo que se genera en las zonas aledañas a los nitruros tras su precipitación no tiene por qué permanecer en estas condiciones ya que el movimiento de los átomos de N y Cr puede homogenizar la composición química de la matriz y eliminar este empobrecimiento relativo con respecto a las regiones más alejadas de los precipitados de Cr_2N . De esta forma la corrosión por picadura (pitting) en estas estructuras (HAZ) debe estar asociada a factores como pares galvánicos entre las fases, desencaje de las mismas, estructura de defectos, etc.

CONCLUSIONES

El estudio realizado al acero inoxidable estándar dúplex SAF 2205 aportó nuevos elementos que permiten ampliar los conocimientos sobre este material y sus propiedades y el vínculo que estas tienen con la compleja estructura presente en las zonas afectadas térmicamente (HAZ) por los procesos de soldadura. El procesamiento de las imágenes de microscopía óptica y de microscopía electrónica de transmisión y barrido unido a los ensayos de tracción y microdureza llevados a cabo permitió arribar a las siguientes conclusiones:

1. Para los tiempos de enfriamiento ensayados se corroboró que la fracción volumétrica de austenita reformada en la zona de influencia térmica, tras la simulación de la soldadura, aumenta paulatinamente con el aumento del tiempo de enfriamiento (aumento del calor de entrada). Al mismo tiempo que este aumento es menos significativo para los mayores aportes de calor.
2. La forma morfológica de la austenita más representada es la austenita alotriomórfica de frontera de grano seguida de la austenita intragranular y finalmente la menos abundante es la austenita Widmanstätten, al mismo tiempo que sus fracciones con respecto al total de austenita reformada tienden a aproximarse cuando se incrementan los tiempos de enfriamiento.
3. El tamaño de grano ferrítico aumentó con el aumento del calor de entrada, y su crecimiento está asociado al tiempo de enfriamiento desde la temperatura pico (1350 °C) y los 1200 °C (temperatura de formación de la austenita) ya que la velocidad de calentamiento y la permanencia a la temperatura pico fueron los mismos para todas las simulaciones.
4. La tensión de fluencia (YS_{HV}) está relacionada con la tercera parte de la dureza tomando en consideración los aportes de cada fase según sus morfologías evidenciada por la bien establecida ley de mezcla que toma en cuenta las durezas y fracciones de todas las fases con sus propias morfologías. Se destaca la morfología de pile-up en las indentaciones para ambas cargas ensayadas lo que permitió relacionar los ensayos de dureza con los ensayos de resistencia.
5. La baja densidad de nitruros observados y corroborados por los perfiles de dureza en la ferrita para todos los tiempos de enfriamiento ensayados puso de manifiesto

la relativa resistencia a la picadura (pitting) de estas estructuras afectadas térmicamente para las velocidades de enfriamiento programadas.

RECOMENDACIONES

Desarrollar esta misma metodología en aceros súper-dúplex y lean dúplex para analizar la influencia del nitrógeno en las transformaciones de fase que tendrán lugar en las HAZ de estas aleaciones simuladas en similares condiciones de enfriamiento.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] A. Juan and A. Pozo, “PROGRAMA DE CIENCIA SIN FRONTERAS CAPES-Brasil Relatoría Técnica Título : Simulación física y numérica de soldadura en aceros inoxidables dúplex,” 2016.
- [2] S. M. Guzmán, “Fabricación y caracterización microestructural de un acero inoxidable dúplex grado 2205,” INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL DE MEXICO, 2007.
- [3] D. López González, “RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DE ACEROS INOXIDABLES DE ÚLTIMA GENERACIÓN EN MEDIOS QUE CONTIENEN CLORUROS Y MEZCLAS CLORURO-FLUORURO,” UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID, 1998.
- [4] M. A. Quintero Parra, “ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO INOXIDABLE DUPLEX SAF 2205 SOLDADO POR ARCO DE PLASMA A TRAVES DE LA TECNICA ‘OJO DE CERRADURA’ Presentado,” Universidad Central de Venezuela, 2002.
- [5] J. C. Lazaro Giraldo, “ESTUDIO DE LA RESISTENCIA A LA CORROSION Y MICROESTRUCTURA EN LA SOLDADURA DEL ACERO DUPLEX 2205,” UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA DE LIMA, PERU, 2010.
- [6] V. Muthupandi, P. B. Srini, S. K. Seshadri, and S. Sundaresan, “Effect of weld metal chemistry and heat input on the structure and properties of duplex stainless steel welds,” vol. 358, pp. 9–16, 2003.
- [7] A. Vinoth Jebaraj, L. Ajaykumar, C. R. Deepak, and K. V. V. Aditya, “Weldability, machinability and surfacing of commercial duplex stainless steel AISI2205 for marine applications – A recent review,” *Journal of Advanced Research*, vol. 8, no. 3. 2017.
- [8] L. Karlsson and J. Bo, “Orientation relationships of intragranular austenite in duplex stainless steel weld metals,” vol. 19, no. 4, pp. 318–323, 2014.
- [9] Z. Zhang, H. Jing, L. Xu, Y. Han, L. Zhao, and J. Zhang, “Influence of microstructure and elemental partitioning on pitting corrosion resistance of

duplex stainless steel welding joints,” *Appl. Surf. Sci.*, 2017.

- [10] J. Liao, “Nitride Precipitation in Weld HAZs of a Duplex Stainless Steel,” *ISIJ Int.*, vol. 41, no. 5, pp. 460–467, 2001.
- [11] L. Karlsson, L. Bengtsson, U. Rolander, and S. Pak, *Applications of Stainless Steel*. Stockholm, Sweden, 1992.
- [12] R. Hsieh, H. Liou, and Y. Pan, “Effects of Cooling Time and Alloying Elements on the Microstructure of the Gleeble-Simulated Heat-Affected Zone of 22 % Cr Duplex Stainless Steels,” vol. 10, no. October, pp. 526–536, 2001.
- [13] S. Atamert and J. E. King, “Super duplex stainless steels Part 1 Heat affected zone microstructures,” vol. 8, no. October, 1992.
- [14] J. Ramirez, J. C. Lippold, and S. D. Brandi, “The relationship between chromium nitride and secondary austenite precipitation in duplex stainless steels,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 34, no. 8, pp. 1575–1597, 2003.
- [15] Z. Zhang, H. Jing, L. Xu, Y. Han, and L. Zhao, “Investigation on microstructure evolution and properties of duplex stainless steel joint multi-pass welded by using different methods,” *Mater. Des.*, vol. 109, 2016.
- [16] S. Jana, “Effect of heat input on the HAZ properties of two duplex stainless steels,” vol. 33, pp. 247–261, 1992.
- [17] B. Of, T. H. E. Polish, A. Of, and T. Sciences, “Phase transformations contributing to the properties of modern steels,” vol. 58, no. 2, pp. 255–265, 2010.
- [18] I. Tylek and K. Kuchta, “MECHANICAL PROPERTIES OF STRUCTURAL STAINLESS STEELS,” 2014.
- [19] Y. Yang, B. Yan, J. Li, and J. Wang, “The effect of large heat input on the microstructure and corrosion behaviour of simulated heat affected zone in 2205 duplex stainless steel,” *Corros. Sci.*, vol. 53, no. 11, pp. 3756–3763, 2011.
- [20] H. Liou, R. Hsieh, and W. Tsai, “Microstructure and pitting corrosion in simulated heat-affected zones of duplex stainless steels,” vol. 74, pp. 33–42,

2002.

- [21] H. Sieurin and R. Sandström, "Austenite reformation in the heat-affected zone of duplex stainless steel 2205," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 418, no. 1–2, pp. 250–256, 2006.
- [22] J. W. A. Menezes, H. Abreu, S. Kundu, H. K. D. H. Bhadeshia, and P. M. Kelly, "Widmanstätten austenite in Crystallography of Widmanstätten duplex stainless steel weld metal," vol. 14, no. 1, pp. 4–10, 2009.
- [23] S. Wang, P. Chiu, J. Yang, and J. Fang, "Gamma (γ) phase transformation in pulsed GTAW weld metal of duplex stainless steel," vol. 420, pp. 26–33, 2006.
- [24] S. Hertzman, B. Lehtinen, and E. Symniotis-Barradal, *Applications of Stainless Steel*. Stockholm, Sweden, 1992.
- [25] T. Thorvaldsson, E. Eriksson, J. Kutka, and A. Salwén, *Stainless Steel*. Göteborg, Sweden: Institute of Metals, 1984.
- [26] H. D. Solomon and T. M. Devine, *Duplex Stainless Steel*. OH: Metals Park, 1983.
- [27] G. V. Kurdjumov and G. Sachs, "Zeitschrift für Physik A Hadrons Nuclei," 1930.
- [28] Z. Nishiyama, "Sci. Rep. Res. Inst. Tôhoku Univ.," vol. 23, p. 638, 1934.
- [29] G. Wassermann, "Arch. Eisenhüttenwes.," vol. 16, p. 647, 1933.
- [30] C. H. Shek, C. Dong, J. K. L. Lai, and K. W. Wong, "Early-stage Widmanstätten growth of the gamma phase in a duplex steel," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 31, pp. 15–19, 2000.
- [31] Y. Ohmori, K. Nakai, H. Ohtsubo, and Y. Isshiki, "Mechanism of Widmanstätten Austenite Formation in a δ - γ Duplex Phase Stainless Steel," *ISIJ Int.*, vol. 35, no. 8, pp. 969–975, Aug. 1995.
- [32] J. W. Christian, *The Theory of Transformations in Metals and Alloys*, 3rd ed. UK, 2002.
- [33] S. Hertzman, W. Roberts, and M. Lindinmo, *Duplex Stainless Steels '86*.

Nederland: Nederlands Instituut voor Lastechniek, 1986.

- [34] H. Kokawa, E. Tsory, and T. H. North, "Duplex Stainless Steel Weld Metal," *ISIJ Int.*, vol. 35, no. 10, pp. 1277–1283, 1995.
- [35] Z. Brytan and J. Niagaj, "Effect of Isothermal Heat Treatment at 650 , 750 and 850 C on the Microstructures of Lean Duplex Stainless Steel S32101 Welds," vol. 40, no. 5, pp. 874–885, 2013.
- [36] W. G. Burgers, "On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium," *Physica*, vol. 1, no. 7–12, pp. 561–586, May 1934.
- [37] A. J. Ramirez, S. D. Brandi, and J. C. Lippold, "Secondary austenite and chromium nitride precipitation in simulated heat affected zones of duplex stainless steels," vol. 9, no. 4, pp. 301–314, 2004.
- [38] P. D. Southwick and R. W. K. Honeycombe, "Decomposition of ferrite to austenite in {26Cr 5Ni} stainless steel," *Met. Sci.*, vol. 7, no. July, pp. 253–261, 1980.
- [39] J. Nilsson, L. Karlsson, and J. Andersson, "Secondary austenite formation and its relation to pitting corrosion in duplex stainless steel \ Neld 11 1etal," vol. 11, no. March, pp. 276–283, 1995.
- [40] "Acero Inoxidable Duplex 2205 | SAF 2205 | UNS S31803." [Online]. Available: <http://megamex.com/span/acero-inoxidable-duplex-2205.html>. [Accessed: 04-Jun-2018].
- [41] C. Zeiss Microscopy DC, "Axioplan 2 imaging and Axiophot 2 Universal Microscopes."
- [42] "Scanning Electron Microscope."
- [43] S. Tan, "User Guide to Operating the JSM-6510LV SEM."
- [44] "Gleeble Systems: The Standard for Thermal-Mechanical Simulators."
- [45] I. Hrivnak, *Theory of weldability of metals and alloys*. Amsterdam, London, New York., 1992.

- [46] “Instron 5980 Series - Instron.” [Online]. Available: <http://www.instron.us/en-us/products/testing-systems/universal-testing-systems/electromechanical/5900/5980-floor-model>. [Accessed: 04-Jun-2018].
- [47] “ENSAYO DE MATERIALES.”
- [48] “JEOL JEM 2010 TRAINING TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPE USER MANUAL,” 2009.
- [49] TenuPol-, “Automatic electrolytic thinning of specimens for transmission electron microscopy.”
- [50] S. S. Brenner, M. K. Miller, and W. A. Soffa, “Temp, °c,” no. c, p. 36, 1982.
- [51] S. Kumar, “Hardness , Tensile And Wear Behaviour of A Nonconventional Austenitic Stainless Steel Upon Sensitization Hardness , Tensile And Wear Behaviour of A Nonconventional Austenitic Stainless Steel Upon Sensitization,” 2014.
- [52] Y. Ohmorl, K. Nakai, H. Ohtsubo, and Y. Isshiki, “Mechanism of widmanstatten austenite formation in a d/y duplex phase stainless steel,” *ISIJ Int.*, vol. 35, no. 8, pp. 969–975, 1995.
- [53] P. Zhang, S. X. Li, and Z. F. Zhang, “General relationship between strength and hardness,” vol. 529, pp. 62–73, 2011.
- [54] P. U. H. Horvath, B. Tabernig, E. Werner, “Microstructures and yield strength of nitrogen alloyed super duplex steels,” 1997.
- [55] TABOR and D., “The hardness and strength of metals,” *J. Inst. Met.*, vol. 79, p. 1, 1951.
- [56] A. G. Atkins and D. Tabor, “Plastic indentation in metals with cones,” *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 13, no. 3, pp. 149–164, Jun. 1965.
- [57] J. R. Cahoon, W. H. Broughton, and A. R. Kutzak, “The determination of yield strength from hardness measurements,” *Metall. Trans.*, vol. 2, no. 7, pp. 1979–1983.
- [58] N. Hirota, F. Yin, T. Azuma, and T. Inoue, “Yield stress of duplex stainless steel

- specimens estimated using a compound Hall–Petch equation,” *Sci. Technol. Adv. Mater.*, vol. 11, no. 2, p. 025004, Feb. 2010.
- [59] X. H. An, S. D. Wu, Z. F. Zhang, R. B. Figueiredo, N. Gao, and T. G. Langdon, “Evolution of microstructural homogeneity in copper processed by high-pressure torsion,” *Scr. Mater.*, vol. 63, no. 5, pp. 560–563, Sep. 2010.
- [60] P. G. Sanders, C. J. Youngdahl, and J. R. Weertman, “The strength of nanocrystalline metals with and without flaws,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 234–236, pp. 77–82, Aug. 1997.
- [61] L. Lu, R. Schwaiger, Z. W. Shan, M. Dao, K. Lu, and S. Suresh, “Nano-sized twins induce high rate sensitivity of flow stress in pure copper,” *Acta Mater.*, vol. 53, no. 7, pp. 2169–2179, Apr. 2005.
- [62] J. Du, F. Mompiau, and W.-Z. Zhang, “A TEM study of the crystallography of lath-shaped austenite precipitates in a duplex stainless steel,” *J. Mater. Sci.*, vol. 52, no. 19, pp. 11688–11700, Oct. 2017.
- [63] H. I. Aaronson, M. Enamoto, and J. K. Lee, *Mechanisms of diffusional phase transformations in metals and alloys*. Florida: Taylor & Francis Group, 2010.
- [64] JIM, Ed., *Metal Data Book*, 3rd ed. Tokyo: Maruzen, 1993.

ANEXO A: AJUSTE DE LA ESCALA EN EL FIJI 1.51N

Para realizar el ajuste de la escala, primero hay que utilizar una imagen que posea la barra de escala y trazar sobre ella una línea recta que una los extremos del segmento de la escala. Luego se abre la opción ‘Set Scale’ (‘Analyze\ Set Scale’), en la ventana que se abrirá aparecerá la longitud en pixeles de la línea que se trazó sobre la foto (‘Distance in pixels: 190’) y se introduce el resto de la información que nos ofrece la escala: distancia conocida (‘Known distance: 100’); razón de aspecto de los pixeles (‘Pixel aspect ratio: 1.0’) y unidades de medida (‘Unit of length: μm ’, como el teclado no tiene el símbolo “ μ ” en su lugar se escribe una “u”). Si se va a trabajar con varias imágenes que tienen las mismas dimensiones se marca la opción ‘Global’ y así no habrá que ajustar la escala para cada una de las fotos que se analicen.



Figura A: Procedimiento para ajustar la escala.

ANEXO B: PROCESO PAR RECTIFICAR LA CLASIFICACIÓN DE LAS FASES Y MORFOLOGÍAS EN LA HAZ

Es importante realizar una revisión de las estructuras clasificadas, para ello recomendamos generar una copia de la imagen original en la que aparezcan resaltadas las diferentes fases y las formas morfológicas de la austenita con diferentes colores y que esta se compare cuidadosamente con la imagen original. Para ello sugerimos el siguiente procedimiento.

Si durante el procedimiento se nombraron las imágenes binarias acorde a como se ha descrito en el sub-epígrafe 2.3.1 y se han guardado “total”, “frontera”, “WMt” e “intragranular” en formato .jpg se puede usar el ‘Macros’ que aparece a continuación (es necesario solo tener abiertas las ventanas de las imágenes que se van a utilizar y haber cerrado el ‘ROI Manager’ antes de ejecutar este ‘Macro’).

1. selectWindow("frontera.jpg");
2. run("Create Selection");
3. roiManager("Add");
4. roiManager("Select", 0);
5. roiManager("Rename", "front");
6. roiManager("Set Color", "yellow");
7. roiManager("Set Line Width", 0);
8. selectWindow("WMt.jpg");
9. run("Create Selection");
10. roiManager("Add");
11. roiManager("Select", 1);
12. roiManager("Rename", "wmt");
13. roiManager("Set Fill Color", "blue");
14. selectWindow("intragranular.jpg");
15. run("Create Selection");
16. roiManager("Add");
17. roiManager("Select", 2);
18. roiManager("Rename", "intg");
19. roiManager("Set Fill Color", "red");

Al terminar la compilación se abrirá una ventana de ‘ROI Manager’ con tres elementos. Luego se selecciona la imagen sobre la cual se van a superponer las estructuras coloreadas (imagen original), seguidamente, se va a la ventana del ‘ROI Manager’ y se marca ‘show all’ y se desmarca la opción ‘Labels’. Luego, se da clic en la opción ‘Flatten [F]’ en la ventana ‘ROI Manager’ y se abrirá una ventana que contiene una copia de la imagen original con las estructuras en colores tal como se muestra a continuación:

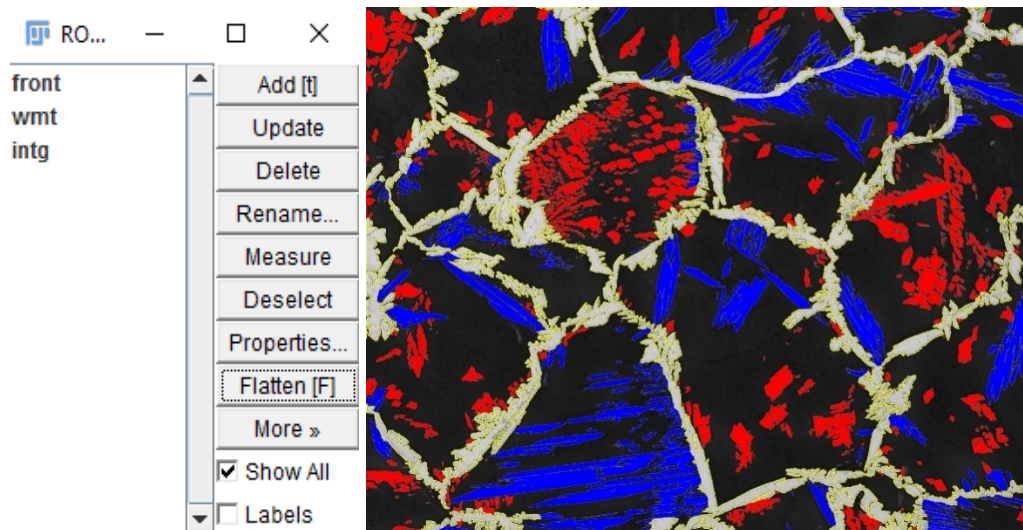


Figura B: ROI Manager donde se guardan las estructuras de GBA, WA y IGA coloreadas y duplicado de la imagen original que se genera a partir del mismo.

Si se encuentra que se ha cometido algún error se corrige cuidadosamente y se concluye guardando los cambios para no perder información.