



UNIVERSIDAD DE CARABOBO  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



# **Identificación de Fases en la Microestructura Mediante Microscopia Electrónica de Transmisión a un Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 Sometido a un Tratamiento Térmico de Envejecimiento a una Temperatura de 900°C entre 0,1 y 0,4 Horas**

Proyecto de grado presentado ante la ilustre Universidad de Carabobo para  
optar al título de Ingeniero Mecánico

Br. Figueroa P., Felipe A.

Br. Garrido G., José L.

Bárbula, Noviembre 2010



UNIVERSIDAD DE CARABOBO  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
ESCUELA DE INGENIERÍA MECÁNICA



# Identificación de Fases en la Microestructura Mediante Microscopia Electrónica de Transmisión a un Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 Sometido a un Tratamiento Térmico de Envejecimiento a una Temperatura de 900°C entre 0,1 y 0,4 Horas

**Tutor académico:**  
Prof. Alberto Mejías. *Ing. MSc.*

**Autores:**  
Br. Figueroa P., Felipe A.  
Br. Garrido G., José L.

Bárbula, 28 de Octubre de 2010

# Agradecimientos

---

A nuestros padres, por ser los dadores de espíritu, fe y entusiasmo de estos seres humanos que de ahora en adelante darán lo mejor de si para siempre hacerlos sonreír y sentir orgullosos.

A nuestros hermanos, por estar siempre ahí guiándonos por el camino de la sabiduría y mas por sobre todas las cosas por existir.

Al Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas de la UDO (IIBCAUDO), por su paciencia e incondicional apoyo en los momentos de nuestra metamorfosis como ingenieros.

A la Ing. Gelín Mejías y al Prof. Amado Quintero, pertenecientes al Laboratorio de Microscopía Electrónica de la Universidad Central de Venezuela, que con su significativa deferencia nos brindaron de su tiempo y enseñanza tras cada consulta llena de luz y confianza.

A Yosmary Pérez, José Luis Prin y Etzel Guerra, amigos únicos, ejemplos de superación e intelecto. Por ser los guías ante el emprendimiento de este largo camino.

A la Profesora Laura Saéñz, icono de sabiduría y ejemplos incólumes de pedagogía y enseñanza de nuestra adorada Alma Mater.

A la Licenciada Damarys Soto del Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología del Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas por el aporte de sus conocimientos y toda la amplia gama de dudas esclarecidas.

Al Centro Cultural Eladio Alemán Sucre (CCEAS), por el apoyo incondicional para obtener los revelados y poder convertir una ilusión en venturosa realidad.

***Felipe Andrés Figueroa Pérez y José Luis Garrido Galán***

# Dedicatorias

---

A *Virginia Pérez*, que ha dado todo el apoyo en mi para desarrollarme como ser humano y profesional, aportando sabiduría, felicidad, amor y sobretodo la vida. Gracias a tí soy la persona de hoy en día y por ti seguiré alcanzando metas.

A *Eugenia Valiente*, más que una hermana, es un ejemplo a seguir en mi vida, un patrón por el que debo construir mi futuro, para lograr sueños inalcanzables tal como ella lo está realizando.

A *Andrea Farina*, una pequeñita persona pero con un alma infinito, que le ha dado sentido a mi vida y la ha llenado de felicidades. Quiero ser para ti algo mas que un tío, un padrino, quiero ser aquella persona que admiras y deseas llegar a ser.

A mi abuela *Victoria Pérez*, un ser ejemplar, luchador, la persona que nos ha formando a todos paso a paso. Nos ha enseñado que la vida no tiene límites.

A *José Garrido*, compañero de tesis que ha estado conmigo a lo largo de toda la carrera universitaria, enfrentando juntos todos los obstáculos y haber logrado la meta: ser Ingenieros Mecánicos.

A *Libia de Garrido*, ha brindado el apoyo suficiente para darnos ánimo para seguir adelante con nuestro propósito y lograr nuestra gran meta. Por recibirme cuando permanecía en su casa no como un huésped, sino como un hijo mas.

A *Mariana Rojas y familia*, que me han brindado un apoyo total a lo largo de mi carrera y de mi vida personal, enseñándome a enfrentar y superar los retos que la vida impone, dando su soporte incondicional en cualquier momento.

A *Cesar Arias*, más que un amigo incondicional, es un hermano que me ha acompañado toda mi vida, brindando alegrías y apoyo para todo momento.

A todos aquellos compañeros universitarios que han estado conmigo a lo largo de la carrera, y que han estado tan atentos en el desarrollo del presente trabajo de grado.

***Felipe Andrés Figueroa Pérez***

A *Dios*, esencia universal que al darle forma a mi existencia me hizo comprender lo infinito de su magnificencia.

A *Aníbal y Libia*, seres únicos, inmortales y mágicos. Dadores de vida, sabiduría y sobretodo amor. A ellos les dedico lo que recorrí, recorro y recorreré a través de este efímero y a la vez maravilloso camino que llamamos vida.

A *Aníbal Martín*, mi piedra de toque, héroe de mis metas y guía de mis sueños. Prometeo incansable que me socorre en mis momentos de oscuridad, a él le dedico mi carrera y el resto de los logros que en un futuro espero alcanzar.

A toda la familia Garrido y Galán, almas perseverantes, capaces y sólidas. Modelo indiscutible de que no existen barreras que limiten nuestros pensamientos.

A *Katty*, ser que siempre estuvo en esos momentos de mi carrera en los que mas se necesita sentir el calor de una mano amiga así como el prudente consejo de aquellos que solo desean lo mejor para ti.

A *Alfonzo, Wilmer, Virginia y Felipe* por enseñarme a comprender el significado de la palabra amistad, por conocerlos y sobre todo por saber que puedo contar ustedes.

A los que realmente saben que son mis amigos, porque tal cual como ellos lo piensan y sienten de igual forma mi mente y corazón alberga los mismo para con ellos.

***José Luis Garrido Galán***

# Índice General

---

Índice General.....	i
Índice de Figuras .....	iv
Índice de Tablas.....	vii
RESUMEN.....	xi
Introducción.....	1
CAPÍTULO 1.....	5
1.1. Situación Problemática.....	5
1.2. Objetivos.....	8
1.2.1. Objetivo General.....	8
1.2.2. Objetivos Específicos.....	9
1.2. Justificación.....	9
1.4. Alcance.....	10
1.5. Limitaciones.....	11
CAPÍTULO 2.....	13
2.1. Antecedentes.....	13
2.2. Bases Teóricas.....	17
2.2.1. El Material.....	17
2.2.1.1. Los Aceros Inoxidables.....	17
2.2.1.2. Los Aceros Dúplex.....	19
2.2.1.2.1. Composiciones.....	20
2.2.1.2.2. Propiedades Generales.....	23
2.2.1.2.1.1. Microestructura.....	23
2.2.1.2.1.2. Propiedades Físicas.....	26
2.2.1.2.1.3. Propiedades Mecánicas.....	26
2.2.1.2.1.4. Maquinabilidad.....	27
2.2.1.2.1.5. Resistencia a la Corrosión.....	27
2.2.1.2.1.6. Fragilización Térmica.....	27

2.3. Tratamiento Térmico.....	28
2.3.1. Tratamiento Térmico por Envejecimiento.....	28
2.4. Diagramas TTT.....	30
2.4.1. Comportamiento General.....	30
2.4.2. Formación de Fases Intermetálicas.....	32
2.4.4.2.1 Fase Sigma.....	32
2.4.4.2.2 Fase Chi.....	32
2.4.4.2.3 Carburos.....	35
2.4.4.2.4 Nitruros de Cromo.....	35
2.4.4.2.5 Fase R.....	36
2.4.4.2.6 Fase Alfa Prima.....	36
2.5 Microscopía Electrónica.....	37
2.5.1. Microscopía Óptica.....	37
2.5.2. Microscopía Electrónica de Barrido.....	38
2.5.3. Microscopía Electrónica de Transmisión.....	39
2.5.4. Patrón de Difracción mediante MET.....	40
2.5.5. Cristalografía.....	44
CAPÍTULO 3.....	53
3.1. Nivel de la Investigación.....	53
3.2. Diseño de la Investigación.....	54
3.3. Población y Muestra.....	54
3.4. Técnicas e Instrumentos de Recolección de Datos.....	55
3.5. Caracterización del Material de Estudio.....	55
3.5.1. Composición del Material Usado.....	56
3.6. Tratamiento Térmico.....	56
3.6.1. Solubilización.....	57
3.6.2. Temple.....	58
3.6.3. Envejecimiento.....	58
3.7. Estudio Metalográfico.....	59
3.7.1. Preparación de las Muestras.....	59
3.7.1.1. Corte.....	59
3.7.1.2. Desbaste Grueso y Fino.....	60
3.7.1.3. Pulido.....	61
3.7.1.4. Ataque Químico.....	62
3.7.1.5. Electro-pulido.....	62
3.8. Identificación de las Fases Cristalográficas.....	63
3.8.1. Microscopía Óptica.....	63
3.8.2. Microscopía Electrónica de Barrido.....	63
3.8.3. Espectroscopia por Difracción de Energía de Rayos X.....	64
3.8.4. Microscopia Electrónica de Transmisión.....	65
3.8.5. Patrón de Difracción por Haz de Electrones.....	65
3.8.5.1. Obtención de la Constante de Cámara Calibrada.....	66
3.8.5.2. Indexación de los Patrones de Difracción.....	67

CAPÍTULO 4.....	73
4.1.- Microscopía Óptica.....	73
4.2.- Microscopía Electrónica de Barrido.....	76
4.3.- Microscopía Electrónica de Transmisión.....	95
4.3.1.- Preparación de los Foils.....	95
4.3.2.- Electro-Pulido por doble inyección.....	96
4.3.3.- Análisis cualitativo mediante el microscopio electrónico de transmisión.....	99
4.3.3.1.- Acero dúplex SAF 2507 en estado original.....	99
4.3.3.2.- Acero dúplex SAF 2507 en estado solubilizado.....	102
4.3.3.3.- Acero dúplex SAF 2507 sometido a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900°C por 0,1 horas.....	104
4.3.3.4.- Acero dúplex SAF 2507 sometido a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900°C por 0,2 horas.....	108
4.3.3.5.- Acero dúplex SAF 2507 sometido a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900°C por 0,3 horas.....	111
4.3.3.6.- Acero dúplex SAF 2507 sometido a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900°C por 0,4 horas.....	114
4.3.4.- Análisis de la microestructura mediante patrón de difracción por haz de electrones.....	117
4.3.4.1.- Calibración de la constante de cámara.....	117
4.3.4.1.1.- Cálculos para patrón de oro L=1,2m.....	119
4.3.4.1.2.- Cálculos para patrón de oro L=0,8m.....	121
4.3.4.2.- Indexación de los patrones de difracción.....	124
4.3.4.2.1.- Indexación de estructura cúbica.....	127
4.3.4.2.1.- Indexación de estructura tetragonal.....	137
CAPÍTULO 5.....	147
5.1.- Conclusiones.....	147
5.2.- Recomendaciones.....	150
Referencias	
Bibliográficas.....	153

# Índice de Figuras

---

---

## CAPÍTULO 1

- 1.1.- Diagrama isotérmico por precipitación de un acero inoxidable dúplex 2507..... 7

## CAPÍTULO 2

- 2.1.- Tipos de aceros inoxidables en función del contenido en Cromo y Níquel..... 18
- 2.2.- Diagrama TTT para algunos dúplex..... 35
- 2.3.- Esquema de un espécimen policristalino con varios granos separados con matrices atómicas idénticas en diferentes orientaciones..... 41
- 2.4.- Patrón de difracción de un espécimen poli-cristalino..... 41
- 2.5.- Proyección de un patrón de difracción mediante un MET..... 42
- 2.6.- Matriz con los puntos atómicos..... 45
- 2.7.- Ángulos  $\alpha$ ,  $\beta$  y  $\gamma$  entre los ejes X, Y y Z..... 46

## CAPÍTULO 3

- 3.1.- Diagrama Temperatura-Tiempo-Transformación (TTT) durante el tratamiento térmico de envejecimiento..... 57
- 3.2.- Diagrama Temperatura-Tiempo-Transformación (TTT) durante el tratamiento térmico de envejecimiento..... 59
- 3.3.- Tipos de Estructuras cristalinas en los patrones de difracción..... 69
- 3.4.- PDF# 09-0050. Fase Sigma (Fe-Cr-Mo)..... 70

## CAPÍTULO 4

4.1.- Análisis de muestras mediante microscopía óptica a 500x....	74
4.2.- Micrografías obtenidas mediante MEB para las diferentes condiciones térmicas.....	78
4.3.- Composición química de la fase ferrita ( $\alpha$ ) y austenita ( $\gamma$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra en su condición original.....	79
4.4.- Composición química de la fase ferrita ( $\alpha$ ) y austenita ( $\gamma$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra en su condición solubilizada.....	81
4.5.- Composición química de la fase ferrita ( $\alpha$ ), austenita ( $\gamma$ ) y fase sigma ( $\sigma$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra envejecida a 900°C por 0,1 horas.....	83
4.6.- Composición química de la fase Chi ( $\chi$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra envejecida a 900°C por 0,1 horas.....	85
4.7.- Composición química de la fase ferrita ( $\alpha$ ), austenita ( $\gamma$ ) y fase sigma ( $\sigma$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra envejecida a 900°C por 0,2 horas.....	88
4.8.- Composición química de la fase ferrita ( $\alpha$ ), austenita ( $\gamma$ ) y fase sigma ( $\sigma$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra envejecida a 900°C por 0,3 horas.....	90
4.9.- Composición química de la fase ferrita ( $\alpha$ ), austenita ( $\gamma$ ) y fase sigma ( $\sigma$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra envejecida a 900°C por 0,4 horas.....	92
4.10.- Imágenes de foils a varias condiciones de calibración del Tenupul-5 mediante un Microscopio Óptico con una magnificación de 50X.....	98
4.11.- Micrografías del Acero Inoxidable Dúplex 2507 en estado original.....	100
4.12.- Micrografías del Acero Inoxidable Dúplex 2507 en estado solubilizado.....	102
4.13.- Micrografías del acero inoxidable dúplex SAF 2507 sometidas a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900 °C por 0,1 horas.....	105
4.14.- Micrografías del acero inoxidable dúplex SAF 2507 sometidas a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900 °C por 0,2 horas.....	108
4.15.- Micrografías del acero inoxidable dúplex SAF 2507 sometidas a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900 °C por 0,3 horas.....	111
4.16.- Micrografías del acero inoxidable dúplex SAF 2507 sometidas a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900 °C por 0,4 horas.....	114

4.17.- Patrón de Oro para calibrar las constantes de cámara utilizadas en el análisis de los foils del Acero Dúplex SAF 2507.....	118
4.18.- Patrones de Difracción para cada fase observada durante el MET.....	124
4.19.- Vectores $R_1$ , $R_2$ y $R_3$ correspondientes a cada patrón de difracción de estructura cúbica, junto con los ángulos $\phi_1$ y $\phi_2$ .....	127
4.20.- PDF# 23-0298. Austenita ( $\gamma$ ).....	129
4.21.- PDF# 06-0696. Ferrita ( $\alpha$ ).....	131
4.22.- Vectores $R_1$ , $R_2$ y $R_3$ correspondientes a cada patrón de difracción de estructura cúbica.....	138
4.23.- PDF# 09-0050. Fase Sigma ( $\sigma$ ).....	140

# Índice de Tablas

---

## CAPÍTULO 2

2.1.- Composiciones químicas de algunos aceros inoxidables dúplex y austeníticos.....	21
2.2.- Aplicaciones en el área industrial del Acero Dúplex SAF 2507..	22
2.3.- Características generales de los precipitados de los aceros inoxidables dúplex.....	33
2.4.- Longitudes de Onda de Electrones ( $\lambda$ ) para cada Voltaje de Aceleración (V) del MET.....	44
2.5.- Sistemas cristalográficos.....	46
2.6.- Redes de Bravais de las estructuras cristalográficas.....	47
2.7.- Ecuaciones para el cálculo de las distancias interplanares para cada sistema cristalino.....	49
2.8.- Posibles valores de la reflexión de h, k y l.....	50
2.9.- Planos de Difracción permitidos para cada Estructura Cristalina.....	51

## CAPÍTULO 3

3.1.- Composición Química del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507.....	56
3.2.- Tipos de Estructuras cristalinas en los patrones de difracción...	69

## CAPÍTULO 4

4.1.- Composición química (% en peso) de las fases observadas en el acero inoxidable dúplex en su condición original y solubilizada.....	81
4.2.- Composición química (% en peso) de las fases observadas en el acero inoxidable dúplex en su condición envejecida a 900°C por 0,1 horas.....	86
4.3.- Composición química (% en peso) de las fases observadas en el acero inoxidable dúplex en su condición envejecida a	

900°C por 0,2 horas.....	89
4.4.- Composición química (% en peso) de las fases observadas en el acero inoxidable dúplex en su condición envejecida a 900°C por 0,3 horas.....	91
4.5.- Composición química (% en peso) de las fases observadas en el acero inoxidable dúplex en su condición envejecida a 900°C por 0,4 horas.....	93
4.6.- Voltajes obtenidos mediante la temperatura con una rata de flujo de 48.....	97
4.7.- Longitud de los radios del patrón de Oro para cada longitud de cámara.....	118
4.8.- Datos del MET y del patrón de Oro (L=1,2m).....	119
4.9.- Relaciones paramétricas del patrón de Oro (L=1,2m).....	119
4.10.- Índices de Miller h, k, y l para cada anillo del patrón de Oro (L=1,2m).....	120
4.11.- Distancias interplanares $d_{hkl}$ para cada anillo del patrón de Oro (L=1,2m).....	120
4.12.- Valores de $\lambda \times L$ para cada anillo del patrón de Oro (L = 1,2m).....	121
4.13.- Relaciones paramétricas del patrón de Oro (L = 0,8m).....	122
4.14.- Índices de Miller h, k, y l para cada anillo del patrón de oro (L = 0,8m).....	122
4.15.- Distancias interplanares $d_{hkl}$ para cada anillo del patrón de oro (L = 0,8m).....	123
4.16.- Valores de $\lambda \times L$ para cada anillo del Patrón de Oro (L = 0,8).....	123
4.17.- Datos del patrón de difracción de la Figura 4.3.10 (a).....	128
4.18.- Datos del patrón de difracción de la Figura 4.3.10 (b).....	128
4.19.- Datos del patrón de difracción de la Figura 4.3.10 (c).....	128
4.20.- Distancias interplanares obtenidas mediante la ecuación (2) para el patrón de la Figura 4.3.10 (a) (L = 1,2m).....	129
4.21.- Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 23-0298.....	130
4.22.- Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 06-0696.....	131
4.23.- Distancias interplanares obtenidas mediante la ecuación (2) para el patrón de la Figura 4.3.10 (b) (L = 1,2m).....	133
4.24.- Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 06-0696.....	133
4.25.- Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 23-0298.....	134
4.26.- Distancias interplanares obtenidas para el patrón de la Figura 4.3.9 (d).....	135
4.27.- Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del	136

PDF# 06-0696.....	
4.28.- Datos del patrón de difracción de la Figura 4.3.13 (a).....	139
4.29.- Datos del patrón de difracción de la Figura 4.3.13 (b).....	139
4.30.- Datos del patrón de difracción de la Figura 4.3.13 (c).....	139
4.31.- Distancias interplanares obtenidas mediante la ecuación (2) para el patrón de la Figura 4.3.13 (a) ( $L = 1,2m$ ).....	139
4.32.- Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 09-0050.....	140
4.33.- Distancias interplanares obtenidas mediante la ecuación (2) para el patrón de la Figura 4.3.13 (b) ( $L = 1,2m$ ).....	142
4.34.- Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 09-0050.....	142
4.35.- Distancias interplanares obtenidas mediante la ecuación (2) para el patrón de la Figura 4.3.13 (c) ( $L = 1,2m$ ).....	143
4.36.- Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 09-0050.....	144



# Resumen

---

---

En el siguiente trabajo de investigación se tiene como objetivo la identificación de fases en la microestructura del acero inoxidable dúplex SAF 2507, sometido a un tratamiento térmico de envejecimiento a una temperatura de 900°C entre 0,1 y 0,4 horas. Se contará con equipos óptico para la identificación de las fases como lo son el microscopio electrónico de barrido (MEB), el espectroscopio por difracción de energía de rayos X (EDX) y el microscopio electrónico de transmisión (MET). La finalidad de esta investigación consiste en identificar la presencia de fases en la microestructura del material perjudiciales para la misma utilizando los equipos anteriormente mencionados, ya que le producen fragilidad y le disminuye resistencias de las propiedades mecánicas al material. Para esto se utilizarán muestras del acero, las cuales pasaron por un proceso de mecanizado para la obtención de las probetas, en donde posteriormente sufrirán de una preparación basada en un tratamiento térmico que consta de 3 etapas: solubilización a 1100°C durante una hora, temple hasta alcanzar la temperatura ambiente y el envejecimiento hasta una temperatura de 900°C en tiempos entre 0,1 y 0,4 horas, tiempos ubicados por el diagrama TTT de dicho material. Luego de esto las probetas pasan por un proceso de corte, desbaste y pulido sobre la sección transversal de la probeta. Sobre esta se le aplicará un ataque químico con bisulfito de sodio, ácido clorhídrico y agua destilada. Esto tiene como finalidad resaltar las fases importantes en la microestructura del material. Posteriormente a dicha preparación, se procederá a realidad el estudio bajo el microscopio electrónico de barrido (MEB), luego con el espectroscopio por difracción de rayos X (EDX) se identificarán las fases principales, y por último se realizará la observación con el microscopio electrónico de transmisión (MET), con esto se identificará todas las fases que se encuentren en el material.

**PALABRAS CLAVE:** acero dúplex, microscopía electrónica, microestructura, tratamiento térmico, fase sigma, preparación metalográfica.

# Introducción

---

---

Los aceros inoxidables dúplex presentan una estructura de dos fases: la austenita ( $\gamma$ ) y la ferrita ( $\alpha$ ). Uno de los más comunes es el SAF 2507, siendo el que presenta un mejor comportamiento en cuanto a sus propiedades mecánicas dada su composición de aproximadamente 25% de cromo, 7% de níquel, 4% de molibdeno, 0,03% de carbono y un 0,28% de nitrógeno. De acuerdo a los usos en los cuales es empleado el acero SAF 2507, sus propiedades pueden ser mejoradas al someterse a una diversidad de tratamientos térmicos, como por ejemplo el endurecimiento por precipitación, también conocido como envejecimiento. Sin embargo, durante los cambios de fase que surgen bajo dicho tratamiento térmico, pueden aparecer fases fragilizantes tales como *sigma* ( $\sigma$ ) y *chi* ( $\chi$ ), que perjudican al material, reduciéndole notablemente algunas de sus propiedades mecánicas.

Para estudiar las fases presentes en un acero dúplex SAF 2507 bajo las condiciones de tratamiento térmico por envejecimiento, y así corroborar la presencia de fases fragilizantes tales como *sigma* ( $\sigma$ ) y *chi* ( $\chi$ ), en el presente trabajo de grado se utilizó microscopía óptica (MO), espectrografía por difracción de rayos X (DRX), mediante la microscopía electrónica de barrido (MEB) y difracción de patrones por haz de electrones utilizando la microscopía

electrónica de transmisión (MET). Con estos análisis se puede obtener resultados confiables sobre la presencia de dichas fases sobre el material.

Este trabajo de investigación está estructurado de la siguiente manera:

**Capítulo 1: El Problema.** En este capítulo se explica el planteamiento del problema; además se presentan los objetivos que se formulan para lograr dicho propósito, así como también la justificación Limitaciones, Delimitación y/o Alcances del problema.

**Capítulo 2: Marco Teórico.** En este capítulo se presentan los antecedentes de la investigación y todos aquellos fundamentos teóricos necesarios para la realización de este trabajo especial de grado.

**Capítulo 3: Marco Metodológico.** Este capítulo plantea el nivel de la investigación y la metodología a seguir durante el desarrollo del proyecto. Se presenta de forma detallada el procedimiento requerido para cumplir con las etapas propuestas.

**Capítulo 4: Resultados y Discusión.** Este capítulo contiene todos los cálculos realizados y los resultados obtenidos para cumplir con el objetivo general y los objetivos específicos de este trabajo especial de grado, realizando a su vez un análisis de los resultados y estableciendo comparaciones con algunos autores de trabajos similares al caso de estudio.

**Capítulo 5: Conclusiones y Recomendaciones.** Este capítulo se establece todas las interpretaciones de los resultados obtenidos, que cumplen con los objetivos general y específico. A su vez, en las recomendaciones

proporcionan sugerencias de mejora en el método de estudio, y planteamientos para futuras investigaciones referentes al tema.

**Referencias Bibliográficas.** En esta parte se consigue toda la bibliografía que fue investigada para la realización del presente trabajo de grado, incluyendo libros, revistas electrónicas e impresas, manuales, páginas web, entre otros.

# CAPÍTULO 1

## *El Problema*

---

---

### 1.1. SITUACIÓN PROBLEMÁTICA

En la actualidad los aceros inoxidable constituyen uno de los principales materiales de uso industrial en todo el planeta, dadas sus excelentes cualidades anticorrosivas por citar sólo una de sus principales características. Debido a esto, en el mercado pueden encontrarse una amplia gama de aceros, resultando de especial interés los aceros inoxidable con alta resistencia a la corrosión en ambientes adversos, entre los que se encuentran los aceros dúplex. A pesar de su elevado costo, este tipo de acero prolonga la vida útil de estructuras y piezas, adicional a las disminuciones en tiempos de inspección y reparación, sin mencionar los proporcionales decrementos en los costes de mantenimiento en sus áreas de utilización (UC3M, 2008a).

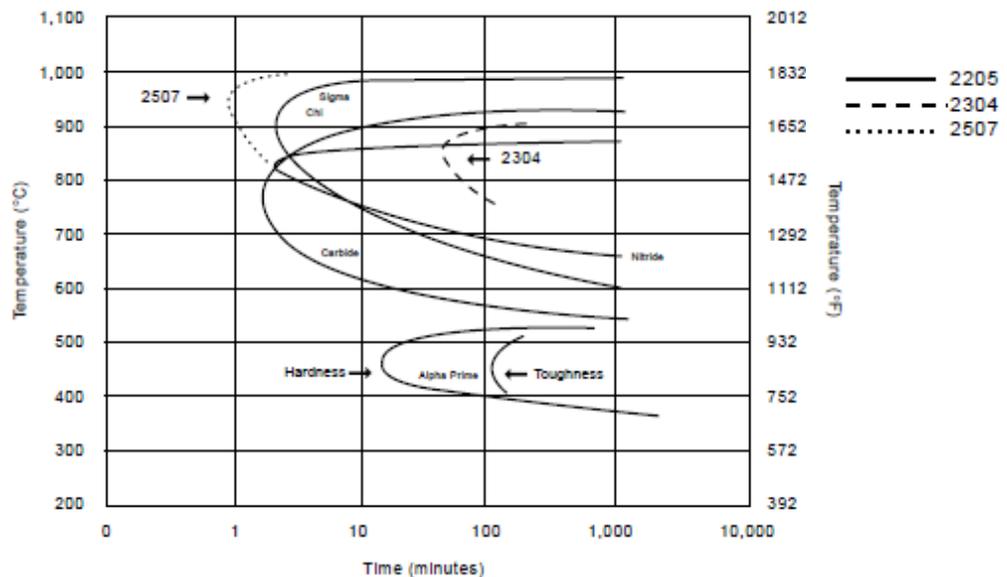
Los aceros inoxidable dúplex presentan una estructura de dos fases: la austenita ( $\gamma$ ) y la ferrita ( $\alpha$ ). La austenita aporta un alto grado de resistencia a la corrosión y ductilidad, adicional a un incremento de la tenacidad, mientras que la ferrita ( $\alpha$ ) contribuye a mejorar la resistencia a la tracción y dureza del material, generando en conjunto propiedades mecánicas superiores en comparación a otros tipos de aceros inoxidable (Sáenz *et al.*, 2007).

Ahora bien, entre los materiales dúplex se encuentra el acero inoxidable SAF 2507 (Sandvik, 2008), también conocido como S32750 según la ASTM, siendo el que presenta un mejor comportamiento en cuanto a sus propiedades mecánicas dada su composición de aproximadamente 25% de cromo, 7% de níquel, 4% de molibdeno, 0,03% de carbono y un 0,28% de nitrógeno. La formación de este acero ocurre de la solidificación del hierro delta, en el metal líquido entre un rango de temperatura que comprende los 1440°C y 1490°C, seguida de la precipitación por nucleación y crecimiento a 1200°C de austenita en estado sólido. Cuando existe un enfriamiento rápido, entre los 1200°C y 800°C la precipitación de la austenita es suprimida y se forman nitruros de cromo en la matriz férrica (Sáenz *et al.*, 2007).

Se puede agregar, que este tipo de acero presenta una alta ductilidad y resistencia al impacto a temperaturas ambiente y bajo cero, alta resistencia a la abrasión, erosión y cavitación, así como también, resistencia sobre una amplia gama de agentes químicos; siendo utilizado frecuentemente en procesos químicos, petroquímicos, equipos y construcciones para agua marina, reactores y en proceso involucrados con el ramo alimenticio (Claudel, 2006).

De acuerdo a los usos en los cuales es empleado el acero SAF 2507, sus propiedades pueden ser mejoradas al someterse a una diversidad de tratamientos térmicos. El endurecimiento por precipitación, también conocido como envejecimiento, es un tratamiento térmico, que para el caso de estudio será evaluado a una temperatura de 900°C, valor por debajo de la temperatura recomendada según la bibliografía para este tipo de ensayos. Dicha temperatura se alcanzará bajo tiempos de 0,1; 0,2; 0,3 y 0,4 horas en diferentes muestras del material.

La secuencia de cambios de fase que se establecen debido al envejecimiento puede esquematizarse inicialmente con la presencia de ferrita ( $\alpha$ ) y austenita ( $\gamma$ ). *Posteriormente*, a medida que se incrementan los tiempos del tratamiento térmico de endurecimiento por precipitación aparecen las fases fragilizantes llamadas *sigma* ( $\sigma$ ) y *chi* ( $\chi$ ), las cuales son fases secundarias no deseadas que perjudican el material, reduciéndole considerablemente la resistencia a la corrosión y aportándole fragilidad (Vidal, 2008). Estas aparecen entre los 650°C y 950°C a partir de periodos de menos de 3 horas bajo tratamiento térmico, como consecuencia de la inestabilidad de la ferrita, debido a la disminución de su presencia en el material, para conceder el paso a la formación de las fases anteriormente mencionadas, tal como se muestra en la figura 1.1 (Claudel, 2006).



**Figura 1.1.-** Diagrama isotérmico por precipitación de un acero inoxidable dúplex 2507 (Claudel, 2006).

En este orden de ideas, de las diversas técnicas para la identificación de la microestructura cristalina de estos sistemas, usualmente se utilizan: El difractograma de rayos X (DRX) (Flórez *et al.*, 2006), la microscopía electrónica de barrido (MEB), la espectroscopia por difracción de energía de rayos X (EDX) y la microscopía electrónica de transmisión (TEM). Cabe a destacar que a través de la microscopía electrónica de barrido (MEB) y bajo análisis mediante la espectroscopia por difracción de energía de rayos X (EDX) se identifica la composición química de la fase y no es sino mediante el uso de la microscopia electrónica de transmisión (MET), que se obtienen los patrones de difracción para identificar las fases correspondientes. Dada las condiciones ya mencionadas, se elige a la última técnica para la realización de los análisis a la microestructura de estudio, dado que la TEM es un recurso diseñado para la observación de estructuras diminutas que pueden llegar a medir valores por debajo de los  $1 \times 10^{-4}$   $\mu\text{m}$ , a través del uso de electrones como fuente de luz, reduciendo la longitud de onda, y por ende, incrementando considerablemente la resolución de la pieza. De acuerdo a la información recopilada y al tratamiento térmico a la cual va a ser sometido el material bajo tiempos específicos a una determinada temperatura, ¿Cuál será la microestructura final del acero inoxidable dúplex SAF 2507 y que fases estarán presentes en ellas para la condiciones planteadas?

## **1.2. OBJETIVOS**

### **1.2.1. OBJETIVO GENERAL**

Identificar las fases en la microestructura mediante microscopía electrónica de transmisión a un acero inoxidable dúplex SAF 2507 sometido a un tratamiento térmico de envejecimiento a una temperatura de 900°C con tiempos entre 0,1 y 0,4 horas.

### 1.2.1. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Identificar las fases presentes en la microestructura del acero inoxidable dúplex SAF 2507 mediante microscopía óptica.
- Analizar las probetas del acero inoxidable dúplex SAF 2507 mediante microscopía electrónica de barrido.
- Caracterizar al acero inoxidable dúplex SAF 2507 mediante análisis e identificación de fases presentes con espectroscopia por difracción de energía de rayos X.
- Analizar probetas mediante microscopía electrónica de transmisión.
- Observar los patrones de difracción del acero inoxidable dúplex SAF 2507 mediante la identificación de fases correspondientes en la microestructura mediante el uso de la microscopía electrónica de transmisión.

### 1.3. JUSTIFICACIÓN

Esta investigación tiene gran relevancia a nivel científico e industrial, ya que se estarían estudiando los patrones cristalográficos de un acero inoxidable dúplex SAF 2507 actualmente utilizados en el mercado nacional e internacional, especialmente en la industria petrolera, petroquímica y alimenticia (Sáenz *et al.*, 2007). A su vez, es importante resaltar que el presente trabajo especial de grado se encuentra dentro de la línea de investigación del comportamiento mecánico de los materiales.

Indudablemente la importancia del trabajo no depende sólo de las propiedades del material, sino de las reales condiciones al que se someta el mismo. Tales condiciones pueden variar extensamente, haciendo uso de diferentes tipos de tratamientos térmicos y los tiempos a los que éstos son

realizados. Para este trabajo se escogió un endurecimiento por precipitación a una temperatura de 900°C con tiempos comprendidos entre 0,1 y 0,4 horas, donde se pueda utilizar la información analizada para una aplicación importante que contribuya para una mejor selección de su uso en el parque industrial, aportando un beneficio considerable, debido a que este tipo de acero duplica el valor de la tensión de fluencia y tanto sus propiedades mecánicas como la resistencia a la corrosión muestran ser muy elevadas.

Igualmente, esta investigación presenta un aporte metodológico ya que se establecerá una estrategia para la identificación de fases en la microestructura envejecida, ofreciendo una ejemplificación para el desarrollo de nuevos estudios de patrones cristalográficos. Desde el punto de vista teórico es de gran relevancia para la Universidad de Carabobo, permitiendo así ampliar los conocimientos referentes al acero inoxidable dúplex SAF 2507, su incorporación dentro del programa de estudio y de los procesos donde sea aplicable, área que puede resultar de gran interés para futuras investigaciones a realizarse tanto en ésta como en otras prestigiosas casas de estudios.

#### **1.4. ALCANCE**

Con ayuda de la microscopía electrónica de transmisión y mediante los métodos de análisis de imágenes con excelente resolución, se determinará la estructura mono-cristalina con la captura y estudio del patrón cristalográfico del acero inoxidable dúplex SAF 2507, explorando la microestructura con haces de electrones y registrando la intensidad de los electrones transmitidos por la muestra, determinando a partir de los fenómenos de dispersión de electrones en el interior de la misma las fases que la componen. Sabiendo que la óptica del MET puede ser usada para generar imágenes de la intensidad del electrón emergente de la muestra. Por ejemplo, las variaciones

de la intensidad de la difracción del electrón alrededor de la muestra, llamada difracción de contraste, son útiles para generar imágenes de defectos como dislocaciones, interfases y fases secundarias, con la cual se espera mediante los estudios necesarios y uso de otras herramientas microscópicas, la identificación, obtención de porcentajes y caracterización de fases presentes con todo el conocimiento desarrollado, así como cambios microestructurales, dentro de unos valores de tiempo mostrados en la figura 1.1, comprendidos entre 0,1 y 0,4 horas tiempos suficientemente apropiados para la identificación de las fases iniciales austeníticas ( $\gamma$ ) y ferríticas ( $\alpha$ ), así como también, debería existir el comienzo de la formación de la fases *sigma* ( $\sigma$ ) y *chi* ( $\chi$ ), tanto como su desarrollo, logrando de esta manera obtener la información acerca la capacidad que posee el material para no endurecerse.

## 1.5. LIMITACIONES

Entre las limitantes más importantes para el desarrollo de esta investigación se pueden considerar la no disponibilidad de equipos dentro del laboratorio para la preparación metalográfica de las muestras, así como también la presencia de soporte técnico durante todo el proceso. Otro factor significativo es considerado la disposición económica para el pago de servicios de corte de muestras, servicios/horas del uso de microscopía electrónica de barrido (MEB) y microscopía electrónica de transmisión (MET), incluyendo la disponibilidad de los laboratorios donde se encuentren los mismos.



# CAPÍTULO 2

## *Marco Teórico*

---

---

### 2.1. ANTECEDENTES

Sáenz L. (2007a), realizó una investigación sobre el estudio de la fragilización del acero inoxidable dúplex SAF 2205 envejecido. Este tuvo como objetivo general someter a dicho acero a un tratamiento térmico de envejecimiento a una temperatura de 850°C durante tiempos de permanencia de 48 y 54 minutos y 1, 12 y 24 horas. En base a los resultados obtenidos se concluye que, de las condiciones estudiadas, la de 6 horas presenta los valores más altos de esfuerzos en la microestructura del material y se encuentra presente la fase *sigma* ( $\sigma$ ), la cual, tiende a endurecer y fragilizar el material por su alto contenido de cromo. Este antecedente presenta similitud con la investigación que se va a llevar a cabo, en la metodología para la realización de los tratamientos térmicos, los distintos análisis de fases y del patrón cristalográfico presente en la microestructura. La diferencia básica es que en el presente trabajo se utilizó un acero inoxidable dúplex SAF 2507 y adicional a un ensayo de espectroscopia por difracción de energía de rayos X (EDX), el acero será analizado mediante microscopía electrónica de transmisión (MET). Adicionalmente la temperatura y los tiempos de estudio a

la cual será sometido el acero son diferentes comparado con este trabajo de investigación.

Sáenz L. (2007b), realizó una investigación sobre el estudio de un acero inoxidable dúplex SAF 2507 sometido a un tratamiento térmico de envejecimiento a una temperatura de 850 °C por tiempos entre 1 hora y 48 horas. El objetivo de este trabajo fue dar una visión global y ofrecer una metodología para desarrollar el estudio de la microestructura y superficie de fractura del material por medio de microscopía óptica y electrónica de barrido (MEB). Entre las principales conclusiones obtenidas en los diferentes ensayos mecánicos preliminares y posteriores se aprecian cambios en la microestructura y la presencia de fase *sigma* ( $\sigma$ ), provocando la disminución de la tenacidad y la ductilidad, así como también incrementando la dureza. Dichos cambios en las propiedades mecánicas del material se producen como consecuencia de la aplicación del endurecimiento por precipitación y con el estudio de las microestructuras presentes en el material, haciendo que el mismo fragilice. Su parecido con el presente trabajo de investigación en desarrollo se trata de dar una metodología para la consecución de proyectos de investigación de fases presentes en la microestructura del material. La diferencia con esta nueva investigación es la reducción entre los tiempos de estudio, con el fin de obtener el patrón cristalográfico, por medio de una MET, del material a 900°C, los cuales son ideales para la aparición de fases secundarias.

Amadou P. (2005), realizó una investigación sobre la fragilización de aceros dúplex. El objetivo de este trabajo fue estudiar la influencia de los tratamientos térmicos sobre las propiedades mecánicas de un acero dúplex SAF. El estudio se realizó mediante tratamientos térmicos de 600°C a 750°C en tiempos de 15 minutos, 1 y 3 horas. Luego se realizó un ensayo denominado *Small Punch Test*, que permite obtener una estimación del límite

elástico, de la resistencia mecánica, y de la deflexión máxima. Después se utilizó ensayos de nanoindentaciones para obtener las durezas de la fase de austenita y ferrita del acero. Las observaciones de la microestructura se realizaron mediante un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB). Dado los resultados de esta investigación se concluyó que en algunas de las probetas sometidas a tratamiento térmico a 750°C en un tiempo de 1 hora, da el tiempo suficiente a las fases perjudiciales presentes en el material para poder formarse, sin embargo tuvieron limitaciones de visualización a causa del MEB. Otra conclusión fue que a medida que se aumentaba la temperatura, la fragilidad se incrementaba. En comparación con el estudio presente, este fue sometido solo a tratamiento térmico de envejecimiento al mismo acero dúplex a una única temperatura de 900°C en tiempos menores, y para un mejor resultado del patrón cristalográfico se utilizará el MET además del MEB.

Laizhu J. (2008), realizó una investigación sobre el efecto del envejecimiento en las precipitaciones y la energía de impacto del acero inoxidable dúplex 2101. El objetivo de este trabajo fue estudiar las propiedades mecánicas a un acero inoxidable dúplex 2101. El estudio se realizó mediante tratamientos térmicos de envejecimiento a 700°C y temperaturas mayores a esta. Luego se observaron las muestras obtenidas por difracción de rayos X. Los resultados de esta investigación mostraron que la energía de impacto fue disminuyendo gradualmente durante el tratamiento térmico. Sin embargo, al llegar a los 700°C y pasarlos, dicha energía empezó a incrementarse. La morfología de la microestructura, a medida que aumentaba la temperatura, paso de ser fractura fibrosa a ser fractura intergranular. También se logró observar por difracción de rayos X que debido a la precipitación del  $Cr_2N$ , también se disminuyó la capacidad de absorción de energía de impacto del material. Este estudio lleva consigo, el estudio del efecto del envejecimiento al dúplex 2507, a una temperatura mayor, en donde los resultados serán observados por medio del MET.

Michalska J. (2005), realizó una investigación sobre el análisis cualitativo y cuantitativo de las fases  $\sigma$  y  $\chi$  en el acero inoxidable dúplex 2205. El objetivo de este trabajo fue determinar el análisis cualitativo y cuantitativo de las precipitaciones después del envejecimiento al acero inoxidable dúplex 2205 a unas temperaturas comprendidas de 600°C a 900°C. Estos procesos implican la precipitación de la austenita, y de las fases  $\sigma$  y  $\chi$ , fases que se ubicaron en los límites de grano y en el interior del grano ferrítico. Los resultados de esta investigación indicaron que dos elementos, los cuales son el Cr y el Mo enriqueciendo a las fases  $\sigma$  y  $\chi$ , fueron encontrados también precipitados en la interfase austeno-ferrítica y dentro de la fase ferrítica. A medida que el envejecimiento fue aumentando, se iban desarrollando partículas más gruesas. En comparación del estudio presente, se focaliza el estudio de las fases presentes al acero inoxidable dúplex 2507, al mismo tratamiento térmico de envejecimiento, pero en este caso, solamente a la temperatura de 900°C, dando una orientación de donde pueden ubicarse las fases secundarias que precipitan

## 2.2. BASES TEÓRICAS

### 2.2.1. EL MATERIAL

#### 2.2.1.1. LOS ACEROS INOXIDABLES

Son aceros que poseen un elevado contenido en cromo (mayor del 10,5%), lo cual potencia la formación de una capa pasiva estable, con óxido de cromo como uno de sus elementos principales, que protege su superficie de la corrosión. Dicha capa pasiva se vuelve a reconstruir cuando se la daña, si el ambiente es suficientemente oxidante, manteniendo una protección permanente del acero (Cabrera *et al.*, 2002). El níquel también es un elemento de aleación importante en muchos de estos aceros, a los que confiere un aumento en la resistencia a la corrosión y en la tenacidad.

Los aceros inoxidable se clasifican, dependiendo de la composición química y de sus fases presentes así como de sus porcentajes, en (Cabrera *et al.*, 2002):

- Austeníticos: De composición básica de 18% de cromo y 8% de níquel, son los más comúnmente utilizados (entre el 50 y el 70% de la producción total de aceros inoxidable), dentro de los austeníticos el AISI 304 es el más común.

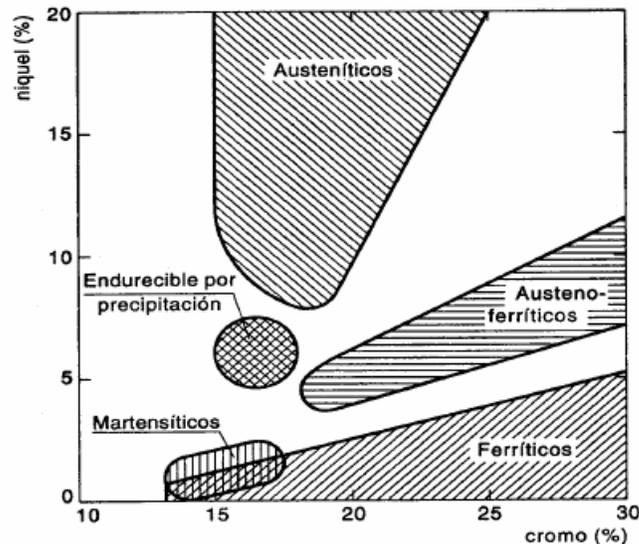
- Ferríticos: Contienen básicamente cromo en porcentajes que varían entre 15% y 20% con un bajo contenido de carbono y nada de níquel. Son menos dúctiles que los austeníticos y presentan menor soldabilidad. El más utilizado de los ferríticos es el AISI 430 que contiene 17% de cromo y como máximo 0,12% de carbono.

- **Martensíticos:** Tienen un relativamente alto contenido de carbono (0,1 a 1,2%) comparado a otros aceros inoxidable. Contienen básicamente cromo entre 12 y 18%. Pueden someterse a un tratamiento de temple para dar un estructura martensítica de elevada dureza y baja ductilidad.

- **Dúplex o austenítico-ferríticos:** Son bifásicos, con proporciones similares de austenita y ferrita, y así combinan las ventajas de las dos fases. La composición típica es 22% de cromo y 5% de níquel.

- **Endurecibles por precipitación:** Su composición suele ser 17% de cromo y 7% de níquel más pequeñas cantidades de elementos como Al, Cu, Ti y Mo que hacen posible el tratamiento de envejecimiento. Tienen una gran resistencia a temperaturas elevadas.

El porcentaje de los elementos de aleación y su variación cambia la proporción de las fases presentes, lo cual da lugar a diferentes tipos de aceros inoxidable, tal como se puede observar en la figura 2.1.



**Figura 2.1.-** Tipos de aceros inoxidable en función del contenido en Cromo y Níquel (Wahabi, 2003).

### 2.2.1.2. LOS ACEROS DÚPLEX

Los dúplex o los austeno-ferríticos son aceros inoxidable que se caracterizan por presentar una estructura bifásica, de ferrita ( $\alpha$ ) y austenita ( $\gamma$ ), aproximadamente en las mismas proporciones. Más concretamente, se trata por lo general de una matriz ferrítica ( $\alpha$ ) en la que se encuentra dispersada la austenita ( $\gamma$ ).

El origen de los aceros dúplex se puede situar en Francia en 1933 por un error durante la fabricación de una colada de acero inoxidable austenítico. Ahora existen una gran variedad de tipos de dúplex disponibles comercialmente. El contenido de carbono de estos aceros es bajo, mientras que los contenidos en Cr y Ni se encuentran alrededor de 18-30 y 4-8% respectivamente. La evolución de los dúplex ha favorecido la reducción de la cantidad de níquel reemplazado por el nitrógeno. Así, según el porcentaje de N, se pueden distinguir tres generaciones de dúplex: la primera generación con un contenido en N inferior a 0,1%; la segunda corresponde a 0,1 - 0,2% de N; y la tercera alcanza porcentajes de N entre 0,2 - 0,3% (Cabrera *et al.*, 2002). Los dúplex contienen otros elementos de aleación como Fe, Mo, Cu, Si, Mn, P, S y C.

Según el porcentaje de los elementos de aleación del dúplex, varían cada una de las proporciones de austenita ( $\gamma$ ) y ferrita ( $\alpha$ ) que se forman y las propiedades del material. La lista que se presenta a continuación tiene el papel de ofrecer las características y propiedades de cada uno de los elementos de aleación presentes en un dúplex (Houska, 2008).

- **Cromo:** Estabiliza la ferrita ( $\alpha$ ). Un mínimo de 10,5% es necesario para establecer una capa pasivante de cromo para proteger el acero de la

corrosión atmosférica. Cuanto existe una mayor cantidad de cromo, más resistente es el acero frente a la corrosión pero también promueve la formación de fases intermetálicas.

El cromo aumenta también la resistencia a la oxidación a elevadas temperaturas.

- **Molibdeno:** Estabiliza la ferrita ( $\alpha$ ). Actúa como soporte al cromo en la resistencia a la corrosión. Cuando hay como mínimo 18% de cromo, es mejor añadir molibdeno porque es tres veces más efectivo que una adición de cromo para la resistencia a la corrosión por picaduras y en resquicio.

Cuanto más molibdeno hay, más fácil es formar fases intermetálicas.

- **Nitrógeno:** Estabiliza la austenita ( $\gamma$ ). Aumenta la resistencia a la corrosión por picaduras y en resquicio, la resistencia mecánica y la dureza. Retarda la formación de fases intermetálicas. En los dúplex, el nitrógeno es añadido casi siempre hasta su límite de solubilidad.

- **Níquel:** Estabiliza la austenita ( $\gamma$ ). Retarda la formación de fases intermetálicas pero es mucho menos efectivo que el nitrógeno. En los dúplex se produce una sinergia entre las dos fases existentes porque exhiben una combinación óptima de las propiedades de los austeníticos y de los ferríticos. Así, combinan muy buenas propiedades mecánicas y una elevada resistencia a la corrosión en ambientes agresivos.

#### 2.2.1.2.1. COMPOSICIONES

En la tabla 2.1 se comparan las composiciones químicas de algunos aceros inoxidable dúplex y austeníticos. Hay que destacar el reducido contenido en níquel que presentan los dúplex, hecho de suma importancia dado el elevado precio de este elemento, lo que les convierte en materiales realmente competitivos en precio con respecto a los austeníticos equivalentes.

En la citada tabla se comparan propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión. Se puede observar que los dúplex presentan un límite elástico en torno al doble del de la austenita clásica, lo que implica una nueva reducción en el coste, dado que espesores menores permitirán alcanzar niveles equivalentes de resistencia, con el consiguiente ahorro de material.

En cuanto a la resistencia a la corrosión, los dúplex presentan valores de PREN tan elevados como pueden llegar a ser los de la austenita más aleadas, pero con un grado de aleación mucho menor. El índice PREN, que corresponde al resultado de  $(\%Cr) + 3,3 (\%Mo) + 16 (\%N)$ , es un valor comúnmente aceptado para expresar el grado de resistencia a la corrosión por picaduras, ya que éste depende directamente de los contenidos de cromo, molibdeno y nitrógeno. En la tabla 2.1 se muestra las composiciones químicas de algunos aceros inoxidable dúplex y austeníticos.

**Tabla 2.1.-** Composiciones químicas de algunos aceros inoxidable dúplex y austeníticos.

<b>SAF</b>	<b>EN</b>	<b>Cr (%)</b>	<b>Ni (%)</b>	<b>Mo (%)</b>	<b>N (%)</b>	<b>A80 (%)</b>	<b>PREN</b>
<b>304L</b>	<i>EN 1.4306</i>	18	10	—	—	45	>18
<b>316L</b>	<i>EN 1.4404</i>	17	11	2	—	40	>23
<b>317L</b>	<i>EN 1.4406</i>	17	11,5	2,2	0,12	40	>26
<b>904L</b>	<i>EN 1.4539</i>	20	25	4,2	—	35	>33
<b>2304</b>	<i>EN 1.4362</i>	23	4	—	0,10	20	>24
<b>2205</b>	<i>EN 1.4462</i>	22	5,5	3	0,16	20	>34
<b>2507</b>	<i>EN 1.4410</i>	25	7	3,5	0,25	15	>40

En función de los rangos composicionales, podemos establecer tres grupos principales en los aceros inoxidable dúplex:

a) Dúplex SAF 2304: Constituye la aleación dúplex más básica. No incluyen al Mo en su composición, por lo que sus ventajas económicas son

mayores. Presenta una resistencia a la corrosión similar a la del 316L, pero con las propiedades mecánicas típicas de los dúplex.

b) Dúplex SAF 2205: Se trata del acero inoxidable dúplex más comúnmente empleado. Consiste en una matriz ferrítica con granos austeníticos bien elongados.

c) Dúplex SAF 2507: Mejor conocido como súper-dúplex, posee una excelente resistencia a la corrosión, a picaduras, y a la corrosión hasta en sus condiciones más extremas, como a temperaturas por debajo de 0°C. Tiene un bajo coeficiente de expansión térmica y una mayor conductividad calórica con respecto a los austeníticos. A su vez, presenta alta ductilidad, resistencia al impacto, alta resistencia a abrasión, erosión y cavitación.

En la tabla 2.2 se muestra las diversas aplicaciones para el cual este acero es utilizado en el área industrial:

**Tabla 2.2.-** Aplicaciones en el área industrial del Acero Dúplex SAF 2507 (Langley, 2007).

PROCESOS	APLICACIONES
<b>Procesos Químicos</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Procesos ácido-nítricos.</li> <li>- Producción de polipropileno.</li> <li>- Producción de PVC.</li> <li>- Evaporadores caústicas.</li> <li>- Manejo de ácidos orgánicos y medios clorurados.</li> </ul>
<b>Construcciones Marítimas</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Hélices y ejes.</li> <li>- Bombas.</li> <li>- Tornillos.</li> <li>- Válvulas.</li> </ul>

Continuación Tabla 2.2.

<b>Petroquímicas</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- <b>Bombas.</b></li> <li>- <b>Válvulas.</b></li> <li>- <b>Tuberías.</b></li> <li>- <b>Plataformas marítimas.</b></li> <li>- <b>Tanques para cargueros químicos</b></li> </ul>
<b>Control de Población</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Ventiladores y bombas.</li> <li>- Deshumidificadores.</li> <li>- Plantas de desalinización.</li> </ul>
<b>Procesadoras de Papel</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Procesos de blanqueamiento.</li> <li>- Precipitadores.</li> </ul>
<b>Alimentos</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Centrífugas para el procesamiento de la caña de azúcar.</li> <li>- Procesamiento de maíz.</li> </ul>
<b>Industrias</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Intercambiador de calor para generación de energía</li> </ul>
<b>Ingeniería Civil</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Tratamiento de aguas residuales.</li> <li>- Construcción de puentes y pasarelas (armado de hormigón)</li> </ul>

## 2.2.1.2.2. PROPIEDADES GENERALES

### 2.2.1.2.1.1. MICROESTRUCTURA

#### Ferrita y austenita

Las fracciones de ferrita y austenita dependen de la temperatura para una misma composición química. Durante el enfriamiento, una creciente cantidad de ferrita se transforma en austenita secundaria. En el caso de enfriamiento lento, este fenómeno ocurre por desplazamiento de los límites de

grano, precipitando pequeños granos de austenita acicular. A más bajas temperaturas, es decir por debajo de 650°C, la austenita precipita isotérmicamente, dando una estructura Widmanstätten. Finalmente precipitan los carburos, nitruros y otras fases intermetálicas que permiten la formación de la austenita debido a la variación local de cromo y molibdeno (Cabrera *et al.*, 2002).

Generalmente es aceptado que se debe tener entre el 30 y el 70% de ferrita para obtener las características más favorables de los dúplex. Sin embargo, los aceros inoxidable dúplex más comúnmente utilizados tienen cantidades iguales de ferrita ( $\alpha$ ) y austenita ( $\gamma$ ), con cantidades levemente mayores de austenita ( $\gamma$ ) para obtener una mayor tenacidad y procesabilidad, ya que esta es más dúctil que la ferrita ( $\alpha$ ).

La ferrita ( $\alpha$ ) es una estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC). Es magnética, tiene un buen límite elástico pero es relativamente frágil. Esta fase es rica en cromo y molibdeno pero tiene una solubilidad muy baja para los elementos intersticiales de aleación tal como el carbono y el nitrógeno (Claudel, 2006).

La austenita ( $\gamma$ ) es una fase de estructura cúbica centrada en las caras (FCC). Debe su estabilidad a ciertos elementos tales como el nitrógeno, el níquel y el manganeso. Es una fase amagnética, muy dúctil, se endurece fácilmente por los tratamientos mecánicos y tiene un bajo límite elástico. En resumen la austenita exhibe buenas propiedades mecánicas con facilidad de fabricación (Claudel, 2006).

Aparte de las fases de ferrita y austenita, después de los tratamientos térmicos, una gran variedad de fases secundarias no deseadas suelen

formarse en el rango de temperatura de 300°C a 1000°C. Eso es esencialmente una consecuencia de la inestabilidad de la ferrita.

Los aceros inoxidable dúplex, como su propio nombre indica, están constituidos por una microestructura dual austenita-ferrita, encontrándose ambas fases en una relación que generalmente es 50/50, pero que puede llegar a ser 40/60 o incluso 30/70 y viceversa. Este carácter bifásico es el que concede a los dúplex su notable combinación de propiedades. La optimización de la composición química junto con los tratamientos térmicos adecuados permitirá obtener el comportamiento más interesante de estos materiales.

La solidificación de los dúplex ocurre en el campo ferrítico, y es durante el proceso de enfriamiento cuando una parte de la ferrita se transforma en austenita. La microestructura dúplex lleva implícita la presencia de dos fases con composiciones químicas diferentes: la ferrita se encuentra lógicamente enriquecida en elementos con carácter alfégeno (tales como cromo, molibdeno o silicio), mientras que la austenita lo estará en elementos gammágenos (nitrógeno, níquel, carbono, etc.).

Los dúplex presentan una alta tendencia a la precipitación de compuestos intermetálicos (como fase  $\sigma$ ,  $\chi$ , nitruros, carburos, cromuros, etc.) por tratamientos térmicos a temperaturas comprendidas entre 300 y 1000°C. Este hecho es debido al elevado contenido de los dúplex en elementos que favorecen la citada precipitación, como son el cromo y el molibdeno. Además, y dado que dichos elementos se concentran principalmente en la ferrita, esta fase será especialmente susceptible a tal transformación. Estos precipitados tienen efectos perjudiciales tanto en las propiedades mecánicas como en las de resistencia a la corrosión (Claudel, 2006). Es por ello que estos materiales

son preferiblemente aplicables únicamente a temperaturas desde 250°C a 300°C.

#### **2.2.1.2.1.2. PROPIEDADES FÍSICAS**

Estos materiales presentan un bajo coeficiente de expansión térmica, lo que permite que sean susceptibles de aplicarse en condiciones en las existan ciclos térmicos.

La conductividad térmica de los dúplex es mayor que la de los austeníticos, lo que asociado a su bajo coeficiente de expansión térmica y la posible reducción en el espesor (debido a su mayor resistencia mecánica), hace que estas aleaciones puedan ser utilizadas en intercambiadores de calor (Del Campo, 2003).

El fuerte comportamiento magnético, dado por la presencia de un 50% de ferrita, permite el empleo de sujeciones magnéticas durante el mecanizado.

#### **2.2.1.2.1.3. PROPIEDADES MECÁNICAS**

Como ya se ha indicado, el comportamiento a tracción de los dúplex es notablemente superior al de los austeníticos, especialmente en lo que al límite elástico se refiere. En lo que respecta a la resistencia al impacto, el comportamiento de los dúplex es intermedio entre el de los inoxidables austeníticos y el de los ferríticos. La tenacidad es satisfactoria hasta temperaturas de -60°C. Sin embargo, la presencia de precipitados es muy perjudicial para esta propiedad, por cuanto se hace necesario vigilar que tanto la composición química como los tratamientos térmicos sean los adecuados (Del Campo, 2003).

#### **2.2.1.2.1.4. MAQUINABILIDAD**

La maquinabilidad de los dúplex está influenciada por dos propiedades: el bajo alargamiento asociado a la estructura dúplex es favorable en el proceso de mecanizado; sin embargo, las elevadas propiedades mecánicas implican un mayor desgaste de herramienta. Se ha determinado que, para niveles de azufre equivalentes (menores de 0.010%), los dúplex se comportan mejor en operaciones de taladrado que los AISI 316L (Del Campo, 2003).

#### **2.2.1.2.1.5. RESISTENCIA A LA CORROSIÓN**

La presencia de austenita confiere a los aceros dúplex una gran resistencia a todas las formas de corrosión, incluso por fatiga y abrasión.

Tienen una elevada resistencia a la corrosión bajo tensión en medios contaminados con cloruros y a la corrosión por picaduras debido a la fase ferrítica (Cabrera *et al.*, 2002).

#### **2.2.1.2.1.6. FRAGILIZACIÓN TÉRMICA**

El mayor inconveniente de los aceros dúplex es que tienen dos rangos de temperaturas de fragilización que limitan su utilización (Gutiérrez *et al.*, 1999).

Dependiendo de la composición química y de las condiciones de tratamiento térmico, varios compuestos intermetálicos pueden precipitar en la ferrita ( $\alpha$ ), preferentemente en el rango de temperaturas de 600°C a 1000°C. La fase que se observa más habitualmente es la fase sigma ( $\sigma$ ), la cual es

conocida por sus efectos perjudiciales en las propiedades mecánicas, especialmente en la ductilidad y la tenacidad.

Al igual que en los aceros ferríticos, la ferrita de los aceros dúplex puede ser fragilizada por tratamiento térmico entre 300 y 550°C, debido a la descomposición espinodal de la ferrita.

### **2.3. TRATAMIENTO TERMICO**

Para nuestro caso en estudio se realizará un tratamiento térmico de envejecimiento, en donde las cuatro etapas más importantes en este proceso se resumen a:

- Solubilización: Se calienta la aleación hasta la temperatura de solubilidad haciendo que la estructura bifásica pase a monofásica.
- Temple: Enfriamiento brusco manteniéndose la estructura monofásica.
- Acritud: Proceso en el que tiene lugar la deformación plástica que frena las dislocaciones, aumentando la resistencia del material.
- Envejecimiento: Se calienta el material a una temperatura menor que la de solubilización, produciéndose un endurecimiento, si nos excedemos en el tiempo de calentado se produce el efecto contrario.

#### **2.3.1. TRATAMIENTO TÉRMICO POR ENVEJECIMIENTO**

También conocido por endurecimiento por precipitación, es el proceso en el cual varían las propiedades de los metales sin cambiar sensiblemente su microestructura. Se produce al variar la solubilidad del carbono en el hierro en función de la temperatura. Con un enfriamiento rápido desde 650°C a 700°C

en los aceros de bajo contenido en carbono, la separación de carbono en forma de cementita ternaria puede ser retrasada, dando lugar, como resultado, a la disolución sólida sobresaturada. Al pasar el tiempo el carbono tiende a separarse de la disolución. La velocidad de difusión del carbono a temperatura ambiente es suficiente para que éste se desprenda en forma de cementita ternaria después de una permanencia prolongada en ella. Al mismo tiempo, después del temple aumentan la dureza y resistencia a la tracción y empeoran las características de plasticidad y resiliencia. Pese al bajo contenido de carbono, el aumento de la dureza del acero puede alcanzar el 50%. Este aumento de dureza causada por la descomposición de la disolución sobresaturada, recibe el nombre de solidificación por dispersión. Además del acero, esta puede advertirse en una serie de otras aleaciones en las cuales la solubilidad de un elemento en el otro varía en función de la temperatura (Solaá, 1991).

Si la variación de la dureza, la resistencia a la tracción y la plasticidad se dan a temperatura ambiente o una semejante de envejecimiento se llama natural.

Pero cuando este proceso transcurre a elevada temperatura se llama envejecimiento artificial. Al ascender la temperatura de calentamiento aumenta la velocidad de los procesos de difusión que ocurren en el envejecimiento, lo cual reduce considerablemente el tiempo que dura este.

El envejecimiento por deformación (mecánico) se produce después de la deformación plástica en frío. Por esta razón, muchos aceros al carbono se someten a los ensayos para determinar su capacidad de envejecimiento por deformación.

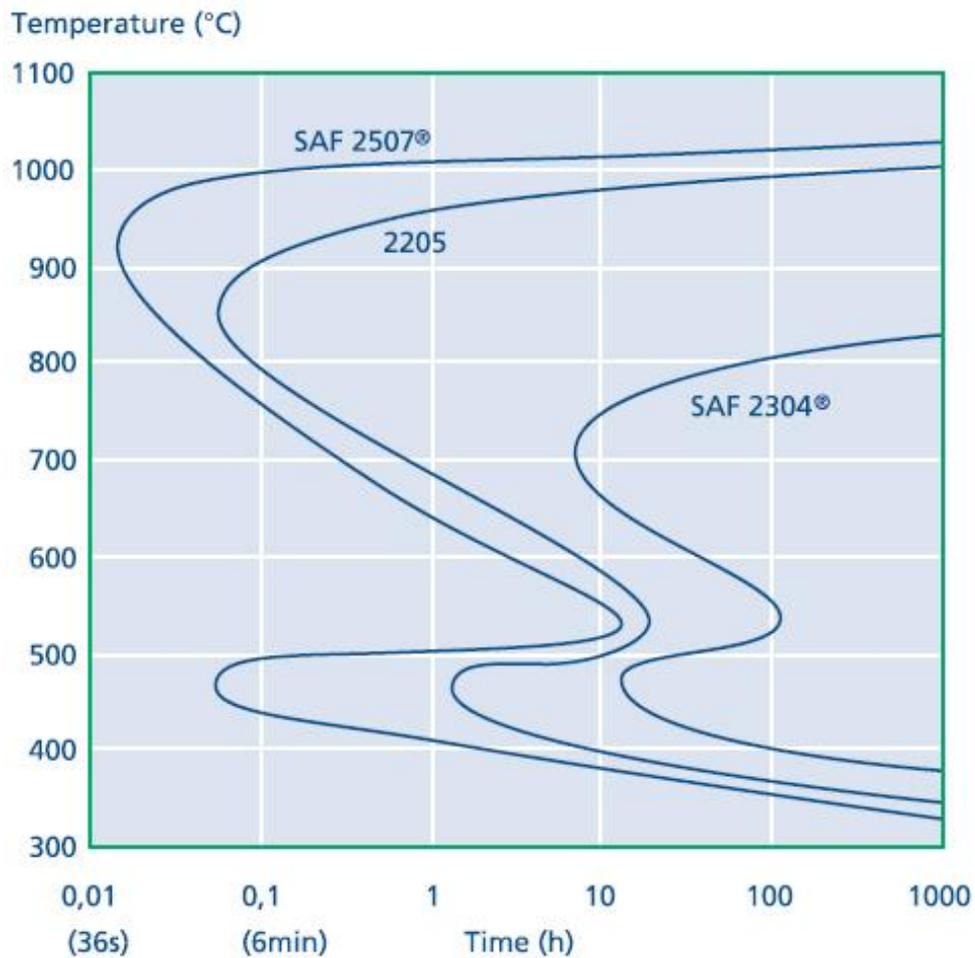
## 2.4. DIAGRAMAS TTT (entre 300°C y 1000°C). TEMPERATURA - TIEMPO - TRANSFORMACIÓN

### 2.4.1. COMPORTAMIENTO GENERAL

Los aceros inoxidable dúplex, en función de su composición química, pueden experimentar importantes cambios en su microestructura al ser sometidos a tratamientos térmicos, tanto isotérmicos como anisotérmicos. La mayoría de estas transformaciones ocurren en la fase ferrita, debidas principalmente al tiempo de que las velocidades de difusión de los diferentes elementos de aleación en esta fase son del orden de 100 veces más rápidas que los correspondientes valores en la austenita (Del Campo, 2003). Además, dado que la ferrita se encuentra enriquecida en cromo y molibdeno, elementos que promueven la formación de compuestos intermetálicos, dicha transformación se ve aún más favorecida (Del Campo, 2003).

Los compuestos intermetálicos que pueden originarse durante los tratamientos térmicos, tales como la fase sigma, carburos, nitruros,  $\alpha'$ , etc., ejercen una notable influencia tanto sobre las propiedades mecánicas como sobre la resistencia a la corrosión. En la mayoría de los casos, dicha influencia suele ser perjudicial, dado que implican la fragilización del material así como una disminución en la resistencia a la corrosión. En consecuencia, los diagramas Temperatura - Tiempo - Transformación (diagramas TTT) se convierten en una herramienta muy útil a la hora de juzgar la mayor o menor tendencia de un dúplex a la aparición de compuestos intermetálicos. En la figura 2.2 se puede observar el aspecto característico de los diagramas TTT para los dúplex clásicos. Para cualquiera de las aleaciones dúplex encontramos que el diagrama puede dividirse en dos zonas: una zona a temperaturas relativamente bajas (entre 300 y 600°C) y otra zona para

temperaturas más elevadas (entre 600 y 1050°C). Por encima de 1050°C encontramos un campo de temperaturas en el que coexisten, únicamente, austenita y ferrita. En general estos diagramas son conservativos, dado que muestran el tiempo necesario para que aparezcan los precipitados, lo que no implica que las propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión comiencen a verse afectadas.



**Figura 2.2.-** Diagrama TTT para algunos dúplex (AvestaPolarit, 2002).

La composición química de las aleaciones dúplex es un factor determinante en la susceptibilidad a la precipitación de compuestos intermetálicos. La composición determina el tiempo necesario para que una

transformación se produzca, así como la magnitud de la misma. Las morfologías que presentan los diferentes precipitados son equivalentes para todos los inoxidables dúplex, aunque sí presentan pequeñas diferencias composicionales de una aleación a otra. Las transformaciones que ocurren por debajo y por encima de 600°C son muy diferentes, como se verá más adelante, sin embargo la naturaleza de las mismas es independiente de la composición química.

#### **2.4.2. FORMACIÓN DE FASES INTERMETÁLICAS**

La disminución de las propiedades de los aceros inoxidables dúplex durante su conformado, especialmente durante la soldadura y/o tratamiento térmico, está generalmente asociada a posibles transformaciones de la fase ferrítica con la temperatura, que dan lugar a la aparición de fases frágiles. Además estas fases también perjudican a la resistencia a la corrosión.

Las transformaciones ocurren en la ferrita porque la difusión de los elementos de aleación es del orden de cien veces más rápida que lo que ocurre en la austenita. La ferrita se enriquece en cromo y molibdeno, los cuales promueven la formación de fases intermetálicas. Las solubilidades en la ferrita de los elementos como el N, C, W y Cu, caen rápidamente al disminuir la temperatura, lo que incrementa la posibilidad de precipitación durante el tratamiento térmico si éste no se hace correctamente (Claudel, 2006).

Las fases intermetálicas que se pueden formar en los aceros dúplex y súper-dúplex, de manera general, son:

A temperatura elevada: la fase *sigma* ( $\sigma$ ), la fase *chi* ( $\chi$ ), los carburos  $M_7C_3$  y  $M_{23}C_6$ , los nitruros de cromo CrN y  $Cr_2N$ , la austenita secundaria  $\gamma'$ .

A temperaturas más bajas: la fase R, la alfa prima  $\alpha'$ , la fase  $\pi$ , la fase  $\epsilon$ , la fase  $\epsilon$  y la fase G.

En la tabla 2.2 se muestran algunas características de los precipitados que pueden encontrarse en los inoxidables dúplex.

**Tabla 2.3.-** Características generales de los precipitados de los aceros inoxidables dúplex.  
(Del Campo, 2003)

Fase	Fórmula	%Cr	%Ní	%Mo	Rango Temp. °C
$\sigma$	Fe-Cr-Mo	30	4	7	650-1000
$\gamma'$	-	-	-	-	600-900
<b>Carburos</b>	$M_{23}C_6$ y $M_7C_3$	58	2.5	12	650-1050
<b>Nitruros</b>	$Cr_2N$ y CrN	72	6	15	700-950
<b>Nitruros <math>\pi</math></b>	$Fe_7Mo_{13}N_4$	35	3	34	550-600
$\chi$	$Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$	25	3	14	700-900
<b>R</b>	$Fe_2Mo$	25	6	35	550-700
$\epsilon$	Rico en Cu	-	-	-	500
$\alpha'$	-	65	2.5	13	300-550
<b>G</b>	-	25	25	4	300-400

La fase *sigma* ( $\sigma$ ), *chi* ( $\chi$ ), alfa prima ( $\alpha'$ ), los carburos y los nitruros son fases perjudiciales que se pueden formar muy rápidamente (menos de tres horas) a ciertas temperaturas, debido a sus contenidos de Cr, Mo y adiciones

de Cu (Claudel, 2006). Por lo tanto, los tratamientos térmicos requeridos para el procesamiento y la fabricación, al igual que los ciclos térmicos sufridos en servicio o por la soldadura, deben tener en cuenta la cinética de la formación de estas fases para asegurarse que la resistencia a la corrosión y las características mecánicas deseadas serán obtenidas.

La descripción de cada una de estas fases, destaca sus aportes y debilidades, tal como se presenta a continuación:

#### **2.4.2.1. FASE SIGMA (Fe-Cr-Mo)**

Es una fase intermetálica muy dura y frágil que contiene de 14% a 90 % de cromo, de hecho se forma en aceros inoxidable con altos porcentajes de cromo y molibdeno. Es la fase que aparece más habitualmente; la misma puede formarse muy rápidamente y en gran cantidad según las temperaturas de recocido y enfriamiento. Por ejemplo en el súper-dúplex la descomposición de ferrita ( $\alpha$ ) en sigma ( $\sigma$ ) puede tomar dos minutos a 900°C. Precipita preferentemente en las interfases ferrita/austenita y ferrita/ferrita y luego en la ferrita. Su formación depende del tiempo y de la temperatura. En general aparece a temperaturas entre 600 y 1000°C. Tiene una estructura tetragonal. Perjudica mucho a la tenacidad de los aceros, la ductilidad a temperatura ambiente y elevada, y a la resistencia a la corrosión. Aumenta la dureza y la tensión de fluencia (Claudel, 2006).

#### **2.4.2.2. FASE CHI (Fe<sub>36</sub>Cr<sub>12</sub>Mo<sub>10</sub>)**

La fase *chi* ( $\chi$ ) tiene características similares a la fase sigma; se forma en los inoxidable con mucho molibdeno (más que en la fase *sigma*), y nuclea preferentemente en los bordes de grano ferrita/austenita y ferrita/ferrita,

creciendo después en la ferrita ( $\alpha$ ). Se forma entre 700 y 900 °C. Tiene una estructura BCC, cúbica centrada en el cuerpo, tal como la ferrita ( $\alpha$ ) en la cual precipita. Aparece frecuentemente junto a la fase *sigma* ( $\sigma$ ). Esta fase perjudica a la resistencia a la corrosión por picaduras, la tenacidad y la dureza del acero (Claudel, 2006).

### **2.4.2.3. CARBUROS**

Existen dos tipos de carburos,  $M_7C_3$  y  $M_{23}C_6$  formándose en el caso de aceros con bajos contenidos de N y relativamente altos contenidos de carbono (para el dúplex 2507 contiene solo 0,012%, es menos propenso a formar carburos). Pero solamente uno puede precipitar a las temperaturas de los tratamientos térmicos de estudio del presente trabajo de grado. El carburo  $M_{23}C_6$  tiene una estructura FCC, se forma entre 650 y 950°C y aparece en principio en los límites de las fases ferrita/austenita (Claudel, 2006).

### **2.4.2.4 NITRUROS DE CROMO ( $Cr_2N$ )**

Su precipitación es debido a la cantidad creciente de nitrógeno como elemento de aleación en los dúplex. Tiene una estructura trigonal (se puede representar por una celda hexagonal) y precipita dentro de la ferrita. Hay dos maneras de formar los nitruros. La primera es un enfriamiento desde una temperatura de recocido superior a 1040°C. En efecto, a una temperatura tan elevada se encuentra una gran cantidad de nitrógeno solubilizado en la ferrita. Pero durante el enfriamiento su solubilidad cae bruscamente. La ferrita deviene saturada en nitrógeno, lo que provoca la precipitación de  $Cr_2N$  en los bordes de granos e intergranularmente en forma de agujas pequeñas siguiendo determinadas direcciones cristalográficas. La segunda manera es por un recocido isotérmico entre 600 y 1000°C; así los nitruros precipitan en

los bordes de granos y sobre los defectos cristalinos. Pero cuando los contenidos de N y otros elementos de aleación aumentan, baja la temperatura de formación de los nitruros. Tal como la fase sigma, perjudican a la tenacidad de los aceros, la ductilidad a temperaturas ambiente y elevada, y a la resistencia a la corrosión (Claudel, 2006).

#### **2.4.2.5. FASE R (APROXIMADAMENTE 31% FE, 25% CR, 6% NI, 34% MO Y 4% SI)**

Tiende a aparecer después de exposiciones de varias horas a relativamente bajas temperaturas (550-650°C). Tiene una estructura trigonal (que se puede representar por una celda hexagonal), es una fase rica en molibdeno y precipita en los límites ferrita/austenita y luego dentro de la ferrita. Aumenta la dureza, pero disminuye la resistencia a la corrosión por picaduras y su tenacidad (Claudel, 2006).

#### **2.4.2.6. FASE ALFA PRIMA**

Esta fase es responsable de una fragilización que suele ocurrir en aceros ferríticos y dúplex a temperaturas por debajo de 500°C. La ferrita puede endurecerse por tratamiento térmico, debido a la precipitación de fases intermetálicas y por el enriquecimiento en cromo de la ferrita. Esta fase se separa espontáneamente en zonas alternadas enriquecidas o empobrecidas en Cr. La ferrita así formada es denominada fase alfa prima. Después la estructura es formada por la ferrita  $\alpha$  rica en hierro y la ferrita  $\alpha'$  rica en cromo (Claudel, 2006).

La fase  $\alpha'$  se puede formar de dos maneras:

En un acero con un contenido elevado de cromo y a temperaturas relativamente elevadas: por nucleación y crecimiento.

En un acero con poco cromo y a temperatura baja: la reacción llamada descomposición espinodal.

Causa una importante pérdida de tenacidad a temperatura ambiente en aceros inoxidable, después de largas exposiciones a temperaturas centradas en el rango de 475°C; este comportamiento se conoce como “fragilización a 475°C” (Claudel, 2006).

De las fases citadas, la fase  $\sigma$  tiene una gran influencia en la tenacidad y en la corrosión del material, es la más perjudicial y por eso la más importante. En el vocabulario de la industria, es muy común hacer referencia a todas las fases intermetálicas como “fase sigma” (sin importar cuál es la fase presente) porque la formación de todas las fases intermetálicas es perjudicial. (Claudel, 2006).

## **2.5. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA**

### **2.5.1. MICROSCOPIA ÓPTICA**

Es una técnica realizada mediante la interacción de luz con la materia y la formación de la imagen de un objeto a través de lentes. Los lentes son de material cristalino convexos con una distancia focal corta. Cada uno de ellos puede aumentar un objeto aproximadamente 15 veces, llegando hasta un máximo de 2000X. Un microscopio óptico está compuesto de 2 sistemas de lentes: objetivo y ocular, montados en los extremos opuestos de un tubo

cerrado, con el fin de aumentar un objeto lo necesario y lograr un enfoque nítido.

### **2.5.2. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO**

La microscopía electrónica de barrido (MEB) es una técnica para la obtención de imágenes de superficies con alta resolución. El MEB utiliza electrones para la obtención de imágenes de igual forma que el microscopio óptico utiliza luz visible. Las ventajas del MEB frente a la microscopía óptica son, entre otras, una mayor capacidad de magnificación (hasta 100.000X) y mayor profundidad de campo.

Un haz de electrones barre la superficie de la muestra, y los electrones que emite la muestra dan como resultado la imagen de la superficie. Para obtener la imagen se utiliza principalmente los electrones secundarios, que permiten trabajar con mayor resolución en el estudio microestructural de superficies. Por otra parte, el contraste en las imágenes que se forman mediante la detección de electrones retrodispersados está basado en el número atómico, resolviendo de este modo las variaciones de composición a nivel microscópico a la vez que proporciona información microestructural.

Esta técnica de microscopio electrónico de barrido también equipado con una espectrometría de energía dispersiva (EDS) de rayos X y muestra un micro-analizador de etapas. La técnica se localiza, mide el tamaño, y determina cuantitativamente la mayor química de las partículas de 1 a 300 micras. La salida de datos incluyen el tamaño de las partículas relaciones frente a la micro constituyentes.

### 2.5.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN

La microscopía electrónica de transmisión (MET) se ha convertido en la primera herramienta para la caracterización microestructural de los materiales. En la práctica, los patrones de difracción medidos por métodos de rayos X son más cuantitativos que los patrones de difracción por electrones, pero éstos tienen una importante ventaja sobre los rayos X; los electrones pueden ser enfocados muy fácilmente. La técnica principal del MET se basa en irradiar un haz de electrones de densidad y corriente uniforme, cuya energía se encuentra entre 100 a 200 kV. Estos electrones producen diversos fenómenos como emisión de luz para generar una imagen referente a la naturaleza de la muestra que se desea examinar. También, la difracción de los electrones obtiene información acerca la estructura cristalina y con la emisión de los rayos X característicos se conoce la composición elemental de la muestra. Una potente energía de electrones enfocados sobre una capa ultra delgada de una muestra permite visualizar imágenes cuyas resoluciones oscilan entre 1 y 2 Angstroms. En comparación con el microscopio electrónico de barrido, este tiene una mejor resolución espacial, y está capacitado para proporcionar medidas analíticas adicionales, siempre y cuando las muestras estén debidamente preparadas (Fultz *et al.*, 2008).

Para que se produzca la transmisión de electrones a través de la muestra es necesario que ésta sea delgada, es decir, transparente a los electrones. Es recomendable no utilizar muestras de más de 100 nm de grosor ya que cuanto menor sea el espesor de la muestra mejor calidad de micrografías se puede obtener (Carrascosa, 2009).

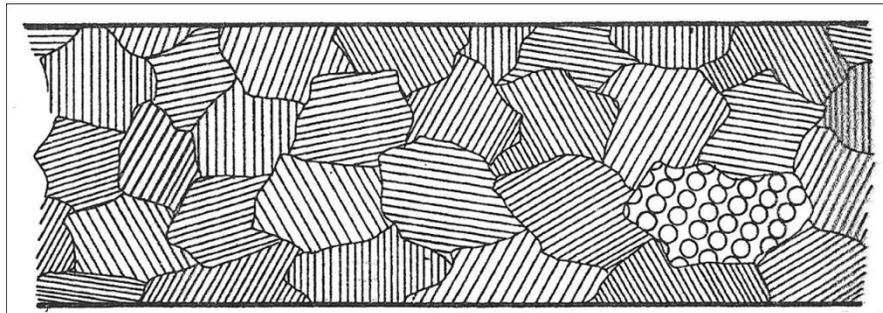
A pesar de que a la MET se requiere más tiempo que cualquier otro método analítico, la riqueza de la información obtenida de los análisis es

impresionante. Los electrones muestran características tanto de onda como de partícula. Cuando se atiende a su comportamiento ondulatorio se pueden observar variaciones tanto en la amplitud como en la fase de la onda al atravesar la muestra y ambos tipos de variación dan lugar al contraste en la micrografía. (Se define el contraste como diferencias en intensidad entre dos zonas adyacentes). Así, en MET se hace una distinción fundamental entre contraste de amplitud y de fase. En la mayoría de situaciones ambos tipos contribuyen a la formación de la imagen pero uno de ellos tiende a dominar (*Carrascosa, 2009*).

#### **2.5.4. PATRÓN DE DIFRACCIÓN MEDIANTE MET**

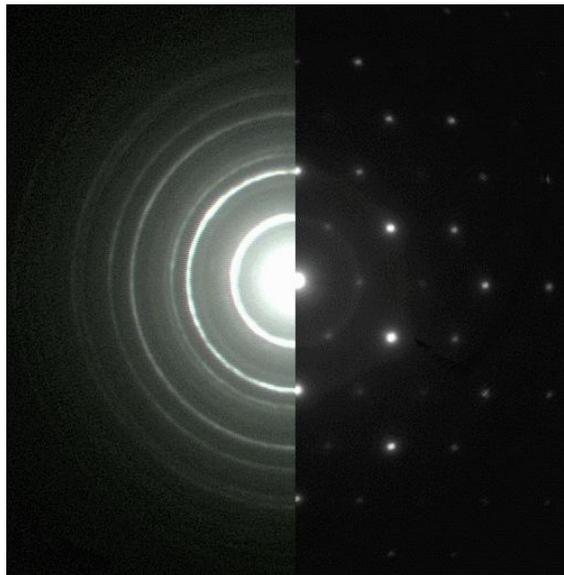
En la microscopía electrónica de transmisión no solo se puede obtener micrografías de la muestra de alta resolución, también es posible caracterizar las fases cristalográficas, la forma, dimensión y posición de la morfología de las micro-partículas encontradas en la muestras de cualquier morfología como tejidos, metálico, sintético o natural, mediante los patrones de difracción (*Beeston et al., 1990*).

El patrón de difracción de un espécimen cristalino es una reproducción de la estructura periódica o una matriz del mismo. Si este es mono-cristalino, el patrón estará formado de una matriz de puntos con uno central con mayor incidencia denominado haz transmitido. De acuerdo con la orientación con que haya sido tomado el patrón, la matriz podrá salir de frente o lateral, debido a que ella está formada en tres dimensiones. En caso de ser un espécimen poli-cristalino, estos poseen el mismo orden atómico, pero con diferentes orientaciones el uno con el otro, como se muestra en la figura 2.3.



**Figura 2.3.-** Esquema de un espécimen policristalino con varios granos separados con matrices atómicas idénticas en diferentes orientaciones (Beeston *et al.*, 1990).

En lugar de ser con una matriz de puntos como el espécimen monocristalino, estos consisten básicamente una serie de anillos concéntricos partiendo de un punto principal, que este caso sería el haz transmitido. En la figura 2.4 se muestra una imagen seccionada compuesta por micrográficas de espécimen poli y otro mono-cristalino respectivamente, con el fin de tener una comparación cualitativa de ellas con respecto a lo mencionado anteriormente.



**Figura 2.4.-** Patrón de difracción de un espécimen poli-cristalino (izquierda) y mono-cristalino (derecha) (The Australian National University, 2009).

Los electrones son acelerados mediante electrostática potenciada en el MET con el fin de incrementar la longitud de onda antes de que esta interactúe con la muestra de estudio. Una vez que el haz de electrones tiene contacto con la muestra, este pasa a través de la estructura periódica del solido cristalino que actúa como una rejilla de difracción, dispersando los electrones de una manera predecible. Esta dispersión tiene resultante del patrón de difracción, en donde, a partir de ella, es posible deducir el tipo de microestructura cristalina, y mediante el proceso de indexación de la misma, hasta la fase a la que esta corresponde (Beeston *et al.*, 1990).

En la figura 2.5 se observa el proceso realizado por un MET para lograr la obtención del patrón de difracción de un material:

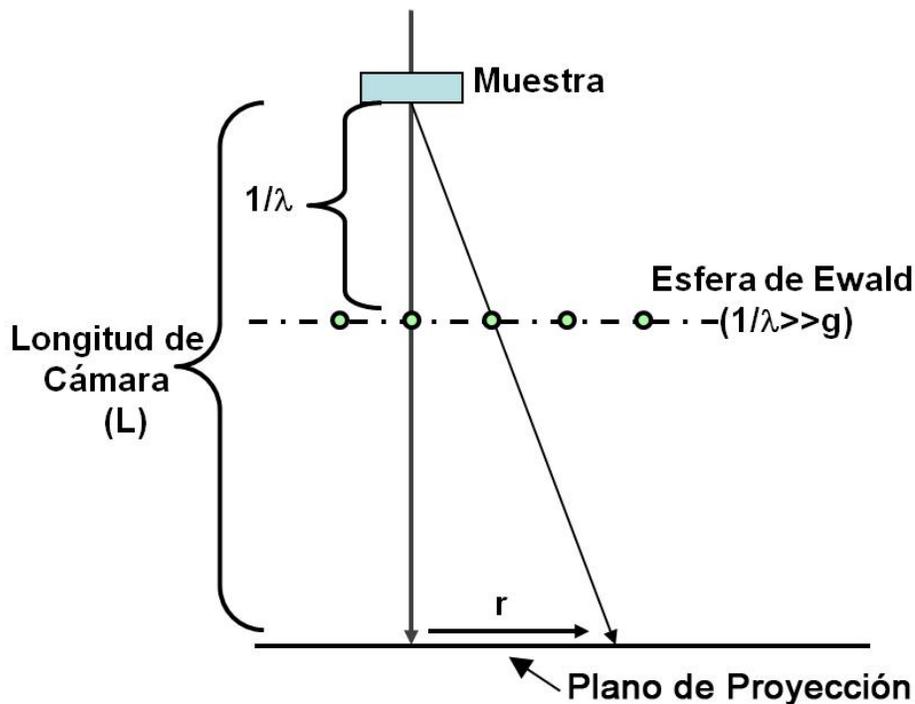


Figura 2.5.- Proyección de un patrón de difracción mediante un MET (Beeston *et al.*, 1990).

Donde:

L: Longitud de cámara que existe entre la muestra y el plano de proyección.

$\lambda$ : Longitud de onda del haz de electrones producido.

g: Esfera de Ewald o distancia interplanar  $d_{hkl}$ .

R: Distancia entre los puntos con respecto al haz transmitido (en caso de ser mono-cristalino) o el radio de los anillos en caso de ser poli-cristalino.

Observando la figura 2.3, y haciendo relaciones de triángulo obtenemos la siguiente ecuación:

$$\frac{1/\lambda}{g} = \frac{L}{r} \quad (1)$$

Sabiendo que g es igual  $d_{hkl}$ , despejamos y obtenemos lo siguiente:

$$d_{hkl} = \frac{\lambda \times L}{R} \quad (2)$$

La ecuación 2 será utilidad para calcular las distancias interplanares de los patrones de difracción que serán obtenidos en el análisis del acero dúplex 2507.

En la tabla 2.4 se muestran las longitudes de onda ( $\lambda$ ) del haz transmitido para algunos voltajes de aceleración (V) con los que trabaja el Microscopio Electrónico de Transmisión MET:

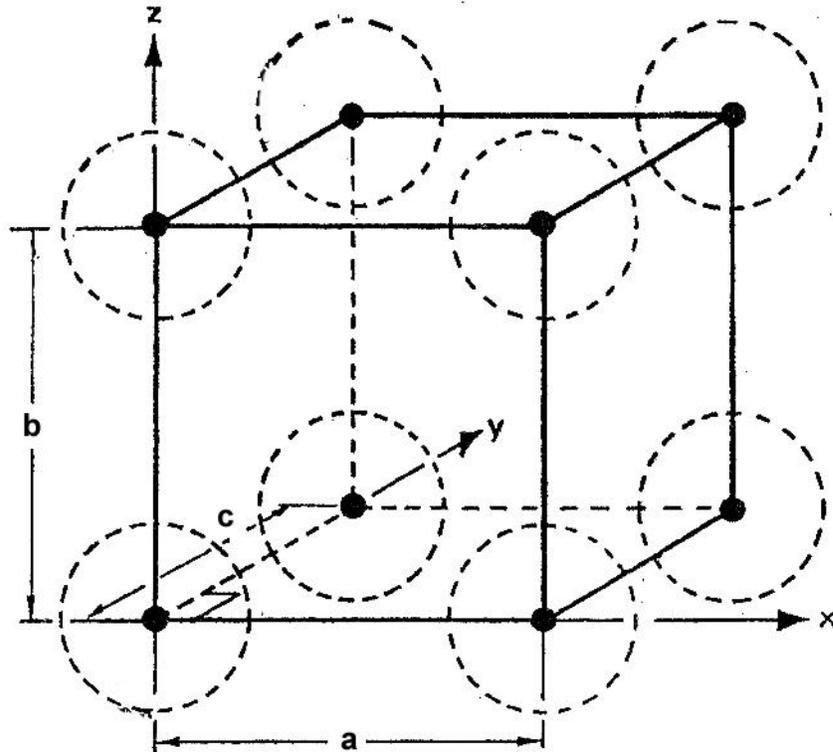
**Tabla 2.4.-** Longitudes de Onda de Electrones ( $\lambda$ ) para cada Voltaje de Aceleración (V) del MET (Beeston *et al.*, 1990).

<b>Voltaje de Aceleración (kV)</b>	<b>Longitud de Onda Relativa (nm)</b>
20	0,00859
30	0,00698
40	0,00602
50	0,00536
60	0,00487
70	0,00448
80	0,00418
90	0,00392
100	0,00370
200	0,00251
300	0,00197
400	0,00164
500	0,00142
600	0,00126
700	0,00113
800	0,00103
900	0,00094
1000	0,00087
2000	0,00050
3000	0,00028

### 2.5.5. CRISTALOGRAFÍA

Considerando una matriz, o una estructura cristalina como es mayormente conocido, posee distancias atómicas ubicadas en los 3 ejes mayores, los cuales son X, Y y Z, dichas distancias están denominadas como

a, b y c. Esta matriz se muestra en la figura 2.7, en donde los puntos atómicos están representados en las esquinas de la celda unitaria, formando así una figura de tres dimensiones.



**Figura 2.6.-** Matriz con los puntos atómicos (Beeston *et al.*, 1990).

De acuerdo a la posición de los ejes, estos pueden formar otras matrices tras modificarse los ángulos ubicados entre ellos, como se muestra en la figura 2.8:

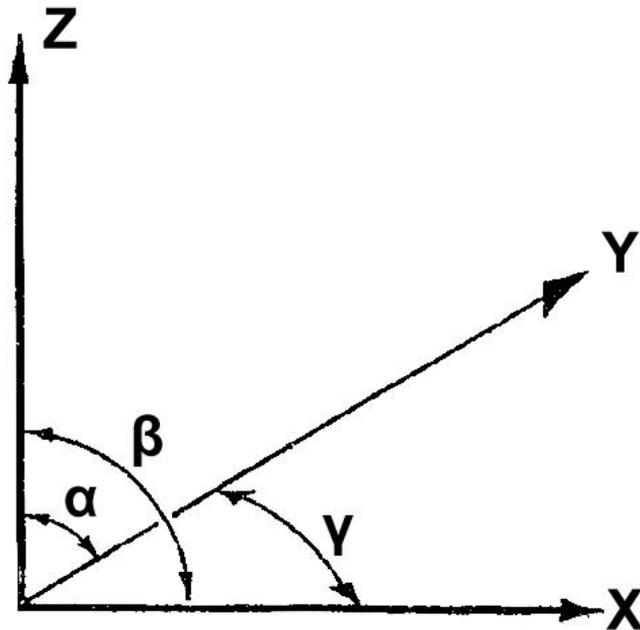


Figura 2.7.- Ángulos  $\alpha$ ,  $\beta$  y  $\gamma$  entre los ejes X, Y y Z (Beeston *et al.*, 1990).

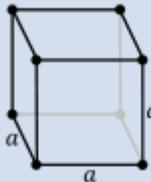
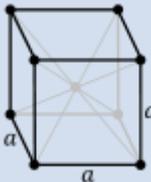
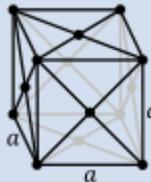
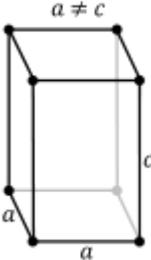
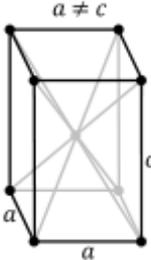
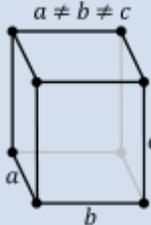
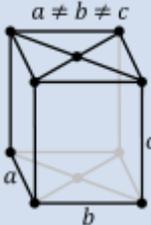
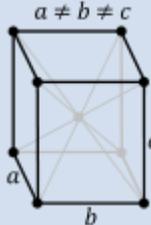
Existen varios sistemas de matrices que son característicos de acuerdo a las longitudes de  $a$ ,  $b$  y  $c$ , así como también de los ángulos ubicados entre los ejes X, Y y Z, tal como se muestra en la tabla 2.5:

Tabla 2.5.- Sistemas cristalográficos (Beeston *et al.*, 1990).

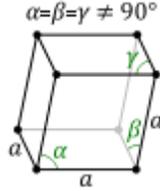
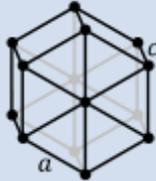
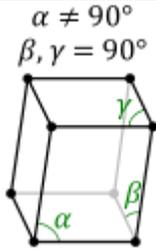
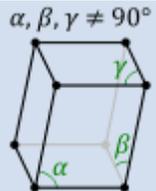
Sistema Cristalográfico	Distancias de Red	Ángulos entre Ejes
Cúbica	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Tetragonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Ortorrómbica	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Romboédrico	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma < 120^\circ \neq 90^\circ$
Hexagonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ; \gamma = 120^\circ$
Monoclínico	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$
Triclínico	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$

Sin embargo, es necesario resaltar que para cada uno de los sistemas cristalinos de la tabla 2.5, poseen variaciones de acuerdo a la ubicación en la celda de los átomos o moléculas que forman el sólido cristalino, denominados puntos reticulares (Edington, 1985). En la tabla 2.6 se presenta una lista de todos los sistemas cristalinos.

**Tabla 2.6.-** Redes de Bravais de las estructuras cristalográficas (Beeston *et al.*, 1990).

Sistema Cristalino	Redes de Bravais			
Cúbica				
	Simple o primitivo	Centrada en el cuerpo	Centrada en las caras	
Tetragonal				
	Simple	Centrada en el cuerpo		
Ortorrómbica				
	Simple o primitivo	Centrada en 2 caras	Centrada en el cuerpo	Centrada en las caras

Continuación Tabla 2.6.

**Romboédrico****Simple o primitivo****Hexagonal****Simple o primitivo****Monoclínico****Simple o primitivo****Centrada en 2 caras****Triclínico****Simple o primitivo**

Toda estructura cristalina posee planos reticulares, formados por los átomos ubicados en el, en donde, estos resultan muy útiles para conocer la orientación cristalográfica del material. Para conocer la geometría de dicho plano se utilizan los índices de Miller, estos están definidos como los recíprocos de las intersecciones del plano con los ejes X, Y y Z de los tres planos no paralelos de la red de Bravais. Estos cruces forman unas aristas, siendo estas, las longitudes unitarias que sirven para obtener las dimensiones

de dichos planos. Las letras mayormente utilizados para denotar los índices de Miller son  $h$ ,  $k$  y  $l$ , los cuales representan la distancia de un origen predeterminado con los puntos de intersección formados por el plano reticular y los ejes X, Y y Z respectivamente. Es necesario que dichos índices sean números enteros para su denotación, para lograr eso, los resultados obtenidos en fracciones se multiplican por su mínimo común múltiplo de los tres números. Los índices  $h$ ,  $k$  y  $l$ , se pueden denotar de varias maneras: en caso de ser un plano en particular estos estarán encerrados en paréntesis, en caso de mencionar mas de un plano, siendo estos familia del mismo tipo, se denotan encerrados en corchetes. La familia de planos es referido a aquellos que tengan la misma orientación, sean paralelos entre si y estén distanciados en medidas iguales, esta última es conocida como la distancia interplanar  $d_{hkl}$ , explicada anteriormente en la figura 2.6. Cada estructura cristalina, existe una ecuación para obtener el valor de sus respectivas distancias interplanares, tal como se indica en la tabla 2.7:

**Tabla 2.7.-** Ecuaciones para el cálculo de las distancias interplanares  $d_{hkl}$  para cada sistema cristalino (Beeston *et al.*, 1990).

Sistema Cristalino	Distancia Interplanar $d_{hkl}$ del Plano (hkl)
Cúbica	$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)}{a^2} \quad (3)$
Tetragonal	$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2)}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (4)$
Ortorrómbica	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (5)$
Hexagonal	$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left( \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (6)$

Continuación. Tabla 2.7.

<b>Romboédrica</b>	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2} \left\{ \frac{(1 + \cos \alpha)[(h^2 + k^2 + l^2) - (1 - \tan^2 \alpha/2)(hk + kl + lh)]}{(1 + \cos \alpha - 2\cos^2 \alpha)} \right\}$	(7)
<b>Monoclínica</b>	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2} \left( \frac{h^2}{\sin^2 \beta} \right) + \frac{k^2}{b^2} + \frac{1}{c^2} \left( \frac{l^2}{\sin^2 \beta} \right) - \frac{2hl \cos \beta}{ac \sin^2 \beta}$	(8)
<b>Triclínica</b>	Ver Andrews, K. W., D. J. Dyson and S. R. Keown, 1971, Interpretation of Electron Diffraction Patterns (Hilger & Watts, London).	

Al utilizar una de las ecuaciones de la tabla 2.7, de acuerdo al tipo de estructura cristalina que posea la fase a analizar, siempre quedan como incógnitas los índices de Miller  $h$ ,  $k$ , y  $l$  (Edington, 1985). Por lo general, al ser despejadas todas en la misma ecuación, debe cumplirse una restricción, la cual se muestra en la tabla 2.8:

Tabla 2.8.- Posibles valores de la reflexión de  $h$ ,  $k$  y  $l$  (Edington, 1985).

<b>Estructura Cristalina</b>	<b>Índices despejados de la Tabla 2.7.</b>	<b>Posibles Valores de la reflexión de <math>h</math>, <math>k</math> y <math>l</math></b>
<b>Cúbica Simple (SC)</b>	$h^2 + k^2 + l^2 =$	Todos los números primos excepto el 7 y el 15.
<b>Cúbica Centrada en las Caras (FCC)</b>	$h^2 + k^2 + l^2 =$	3, 4, 8, 11, 12, 16, 19, 20.
<b>Cúbica Centrada en el Cuerpo (BCC)</b>	$h^2 + k^2 + l^2 =$	2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20.
<b>Estructura de Diamante</b>	$h^2 + k^2 + l^2 =$	22, 8, 11, 16, 19.
<b>Tetragonal</b>	$h^2 + k^2 =$	1, 2, 4, 5, 8, 9, 10, 13, 16, 17, 18, 20.
<b>Hexagonal</b>	$h^2 + hk + k^2 =$	1, 3, 4, 7, 9, 12, 13, 16, 19.

Los números enteros mostrados en la tabla 2.8, cada uno corresponde a unos índices de Miller  $h$ ,  $k$  y  $l$  en particular, los cuales se muestran en la tabla 2.9:

**Tabla 2.9.-** Planos de Difracción permitidos para cada Estructura Cristalina (Edington, 1985).

$h^2 + k^2 + l^2$	Cúbica				Hexagonal	
	Simple	FCC	BCC	Diamante	$h^2 + hk + k^2$	$hk$
1	100				1	10
2	110	...	110		2	
3	111	111	...	111	3	11
4	200	200	200		4	20
5	210				5	
6	211	...	211		6	
7					7	21
8	220	220	220	220	8	
9	300, 221				9	30
10	310	310	...		10	
11	311	311	...	311	11	
12	222	222	222		12	22
13	320				13	31
14	321	...	321		14	
15					15	
16	400	400	400	400	16	40
17	410, 322				17	
18	411, 330	...	411, 330		18	
19	331	331	...	331	19	32
20	420	420	420		20	
21	421				21	41
22	332	...	332		22	

Continuación Tabla 2.9.

<b>23</b>					<b>23</b>	
<b>24</b>	422	422	422	422	<b>24</b>	
<b>25</b>	500, 430				<b>25</b>	50
<b>26</b>	510, 431	...	510, 431		<b>26</b>	
<b>27</b>	511, 330	511, 330	...	511, 330	<b>27</b>	33
<b>28</b>					<b>28</b>	42
<b>29</b>	520, 432				<b>29</b>	
<b>30</b>	521	...	521		<b>30</b>	
<b>31</b>					<b>31</b>	51
<b>32</b>	440	440	440	440	<b>32</b>	
<b>33</b>	522, 441				<b>33</b>	
<b>34</b>	530, 433	...	530, 433		<b>34</b>	
<b>35</b>	531	531	...	531	<b>35</b>	
<b>36</b>	600, 442	600, 442	600, 442		<b>36</b>	60
<b>37</b>	610				<b>37</b>	43
<b>38</b>	611, 532	...	611, 532		<b>38</b>	
<b>39</b>					<b>39</b>	52
<b>40</b>	620	620	620	620	<b>40</b>	
<b>41</b>	621, 540				<b>41</b>	
<b>42</b>	541	...	541		<b>42</b>	
<b>43</b>	533	533	...	533	<b>43</b>	61
<b>44</b>	622	622	622		<b>44</b>	
<b>45</b>	630, 542				<b>45</b>	
<b>46</b>	631	...	631		<b>46</b>	
<b>47</b>					<b>47</b>	
<b>48</b>	444	444	444	444	<b>48</b>	44
<b>49</b>	700, 632				<b>49</b>	70, 53

# CAPÍTULO 3

## *Marco Metodológico*

---

---

En el presente capítulo se menciona y describe el procedimiento que abarcó la metodología utilizada durante el desarrollo de esta investigación, teniendo como finalidad estudiar las fases cristalográficas presentes en un acero inoxidable dúplex SAF 2507, sometido a un tratamiento térmico de envejecimiento bajo una específica temperatura a diferentes tiempos. El procedimiento mencionado a se obtuvo siguiendo una secuencia de pasos durante todo el desarrollo de la investigación experimental, tales como:

- Tratamientos térmicos.
- Estudio y preparación metalográfica.
- Microscopía Óptica.
- Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).
- Microscopía Electrónica de Transmisión.

### 3.1. NIVEL DE LA INVESTIGACIÓN

Estudiando detalladamente la situación incierta, los objetivos, la teoría fundamental y naturaleza de la investigación, se obtiene con certeza que ésta es pionera en este campo ya que no se conoce lo suficiente sobre este tema. Con este avance la ingeniería aportó nuevas tendencias, conocimientos y desarrollo al campo de la ciencia, para encontrar las condiciones térmicas de evitar el agotamiento de la dureza, la cual puede causar la falla prematura de estos aceros.

### 3.2. DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN

Lo primordial en esta investigación se basó en un diseño experimental para el estudio de las fases cristalográficas del acero inoxidable dúplex SAF 2507, partiendo de la preparación de probetas, también aportándole propiedades mecánicas bajo tratamientos térmicos que aumentaron o disminuyeron sus propiedades. El documento mejoró los conocimientos sobre la cinética de precipitación de fases peligrosas intermetálicas que tienen un efecto perjudicial sobre la dureza de inoxidable dúplex acero. Además, una comparación entre la edición de diferentes técnicas realizadas para su análisis.

### 3.3. POBLACIÓN Y MUESTRA

Dentro de la presente investigación se requirió la utilización de seis probetas de acero dúplex SAF 2507, por cada estado y tiempo en estudio, obtenidas del ensayo de tracción de las mismas, en donde, a cada probeta se le extrajeron cinco muestras de  $0,8 \pm 0,1$  (mm), para al final de la preparación metalográfica obtener el troquelado de siete (07) *foils* por cada muestra,

dando una población total de 210 *foils*, los cuales, fueron manipulados para su posterior observación y estudio en el MET. Para el caso de la microscopía electrónica de barrido y la óptica, la cantidad de muestras requeridas para su estudio, fue de 6 muestras (para ambas microscopías), obtenidas de la misma probeta de un espesor no tan delgado como requeridas por el MET, para su posterior preparación.

### **3.4. TÉCNICAS E INSTRUMENTOS DE RECOLECCIÓN DE DATOS**

La recolección de datos fue sumamente dependiente del procedimiento con la cual las probetas fueron preparadas, de acuerdo a la situación problemática que originó la investigación y los objetivos planteados. Por lo tanto, para la recolección de datos, fue más que necesario contar como técnica de investigación, la recopilación de textos bibliográficos, publicaciones en revistas tanto digitales como impresas y manuales referentes al tema.

En cuanto a los instrumentos que fueron utilizados para la recolección de datos, se realizaron tablas para la obtención de los datos y el uso de equipos de análisis visual y computarizado, tales como microscopio óptico, electrónico de barrido, electrónico de transmisión, un software de diseño, un analizador de patrones de difracción, otro de dibujo y cualquiera que fuese necesario para la indexación de los patrones cristalográficos.

### **3.5. CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL DE ESTUDIO**

Esta caracterización se refirió a la información obtenida del material, a través de los estudios del mismo, simplemente caracterizándolo desde su composición química, hasta la composición de las fases cristalográficas que pueden producirse en la microestructura cuando ésta se sometió a una

exposición de ambientes extremos, como fue el tratamiento térmico. Para lograr una caracterización específica del material, fue necesario seguir los pasos que se describen a continuación:

### 3.5.1. COMPOSICIÓN DEL MATERIAL USADO

El material usado es un acero inoxidable Dúplex SAF 2507, cuya composición química es la siguiente:

**Tabla 3.1.-** Composición Química del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 (*Sandvik, 2008*).

Nombre	Composición Química (%)									
	Cr	Ni	Mo	C	N	C max	Si max	Mn max	P max	S max
<b>SAF 2507</b>	25	7	4	0,03	0,23	0,030	0,8	1,2	0,035	0,015

El material fue suministrado en barras cilíndricas (tochos), cuyo proceso de fabricación y dimensiones originales se desconocen, ya que este material fue previamente utilizado en una investigación, en donde se les fue aplicado el tratamiento térmico correspondiente a nuestra investigación.

### 3.6. TRATAMIENTO TÉRMICO

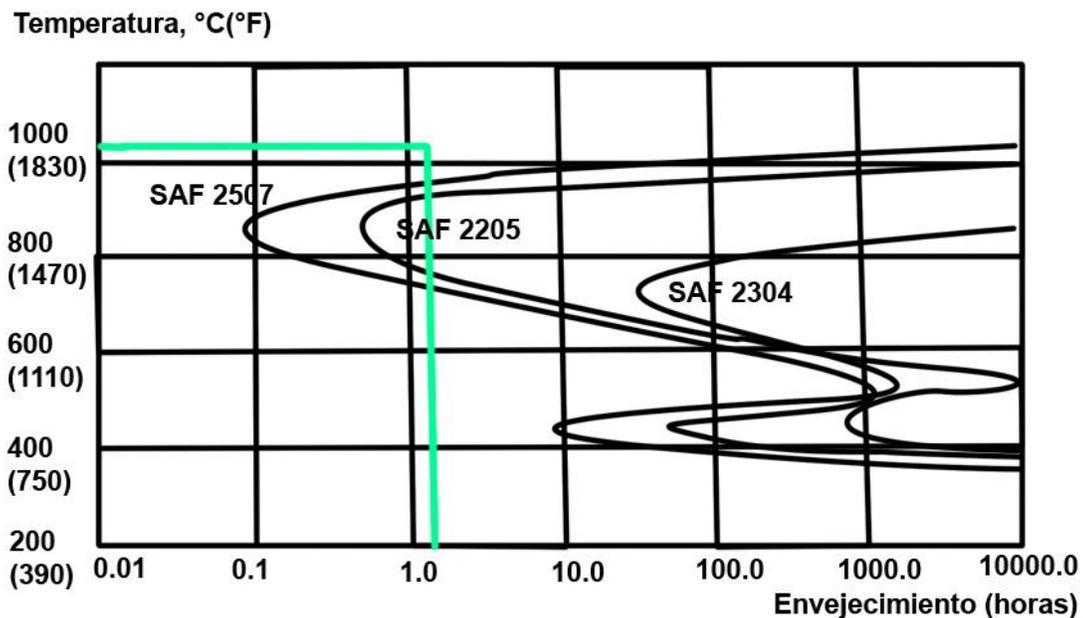
Para el desarrollo de esta investigación se contaron con probetas que habían sido tratadas térmicamente por endurecimiento por precipitación, mejor conocido como envejecimiento. Este proceso constó de tres etapas, las cuales son: solubilización, templado en agua y envejecimiento.

Éstas tuvieron como finalidad homogenizar la microestructura original y hacer que precipitaran los diferentes compuestos intermetálicos presentes

dentro de la microestructura y se iniciara un proceso de transformación de nuevas fases.

### 3.6.1. SOLUBILIZACIÓN

El propósito de ésta, fue la solubilización de la microestructura a 1100°C durante un periodo de 1, 5 horas. Las muestras se colocaron dentro de un horno hasta obtener la temperatura previamente señalada. Una vez alcanzado los 1100°C, las muestras se dejaron dentro del horno por 1,5 horas para garantizar la homogenización del material. Para fijar la temperatura se utilizó el diagrama que se muestra en la figura 3.1.



**Figura 3.1.-** Diagrama Temperatura-Tiempo-Transformación (TTT) durante el tratamiento térmico de envejecimiento (*Plaza, 2007*).

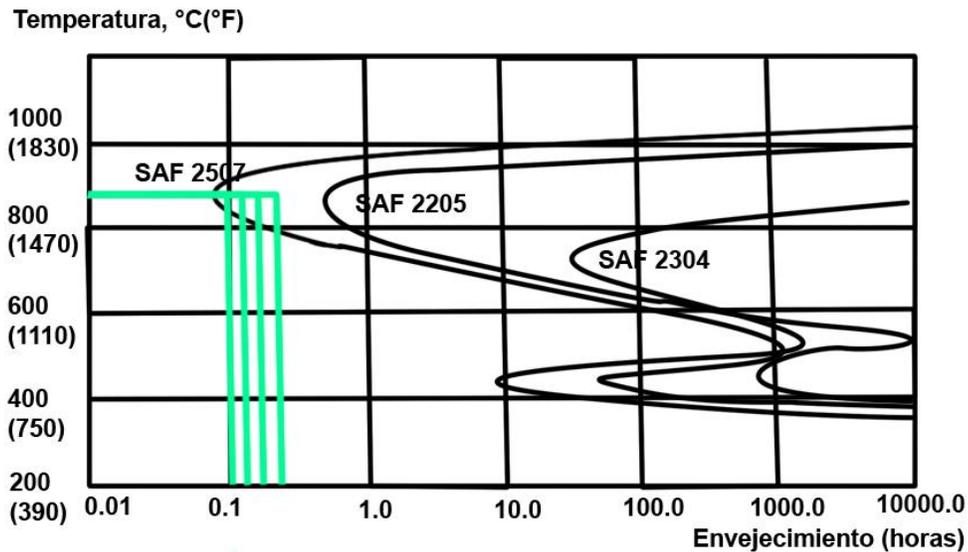
### 3.6.2. TEMPLE

Luego de haber sido sometidas a la solubilización las probetas de acero fueron retiradas del horno con las respectivas pinzas metálicas para dicho procedimiento, para luego ser sumergidas en un recipiente con agua a temperatura ambiente ( $T_{atm} = 25^{\circ}C$ ). Esto se hizo para lograr disminuir su temperatura bruscamente y así mantener la estructura que se logró en el primer paso del proceso.

### 3.6.3. ENVEJECIMIENTO

Después del temple y obtener la homogenización del material y el alivio de tensiones presentes, se colocaron nuevamente probetas las en el horno, pero esta vez para ser llevadas a  $900^{\circ}C$ . Cabe destacar, que no se mantuvo el mismo tiempo dentro del horno para todas las probetas, ya que se agruparon solo cuatro muestras para así obtener las distintas condiciones requeridas de envejecimiento, para nuestro caso, se mantendrían dentro del horno 0,1; 0,2; 0,3 y 0,4 horas respectivamente antes de ser extraídas.

Se trabajó con tiempos muy bajos, ya que en trabajos de investigación anteriores y de acuerdo al diagrama TTT, existe la posibilidad de presenciar el crecimiento de la fase *sigma* ( $\sigma$ ) y una fase que aparece por un intervalo de tiempo pequeño, la cual, es la fase *chi* ( $\chi$ ), fases perjudiciales importantes para el análisis de la estructura cristalográfica del material. En el diagrama de la figura 3.2 muestra la ubicación de los diferentes tiempos de este envejecimiento.



**Figura 3.2.-** Diagrama Temperatura-Tiempo-Transformación (TTT) durante el tratamiento térmico de envejecimiento (Plaza, 2007).

### 3.7. ESTUDIO METALGRÁFICO

#### 3.7.1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

##### 3.7.1.1. CORTE

De las probetas obtenidas en el ensayo de tracción, se tomó la condición original y la solubilizada, luego de haber realizado el tratamiento térmico a las otras cuatro muestras de acuerdo a los diferentes tiempos de envejecimiento correspondiente para cada una, se realizó un corte transversal a todas las probetas, con una máquina de electroerosión de corte por hilo. Para no correr el riesgo de calentar el material y que lograrse cambiar la historia térmica del acero estudiado. Durante este proceso se utilizó la inyección de fluido refrigerante (agua desmineralizada), para lubricar la muestra y enfriar el material. Para el caso de las muestras requeridas en microscopía óptica y electrónica de barrido se obtuvieron cortes de  $12 \pm 0,1$  mm de espesor,

mientras para el caso de las muestras vistas en transmisión se obtuvieron cortes de  $0,8 \pm 0,1$  mm de espesor.

### **3.7.1.2. DESBASTE GRUESO Y FINO**

Después de ser cortadas dichas muestras, se les realizó un proceso de desbaste específico, de acuerdo al microscopio electrónico a la cual iban a ser sometidas. El equipo utilizado para el desbaste de las muestras es una desbastadora marca Buehler, modelo Posiher Ecomet II Grinder. Este es una rueda giratoria que se cubre con la lija con la que se desea realizar el desbaste al material, y constantemente aplica un fluido abrasivo, siendo en este caso agua, con el fin de evitar el calentamiento del material y causar algún cambio en sus propiedades mecánica o sus fases.

Para el caso de las muestras requeridas para microscopía óptica y barrido, se realizó un proceso de desbaste grueso y luego uno fino, utilizando papeles de lija de agua especiales para aceros marca Klingspor. La muestra fue sometida desde la lija con tamaño de grano de 320, pasando luego por la de 400, 600, 1200, 1500, hasta llegar a 2000. Esto es con el fin de ir reduciendo las líneas dejadas por las lijas anteriores hasta poder obtener una superficie lo más lisa posible con apariencia de espejo.

Para el caso de las muestras requeridas para el análisis en el MET se les aplico un desbaste grueso. Debido a la dificultad de la manipulación de estas con respecto a la rueda giratoria, estas se pegaron sobre una superficie plana de un objeto cilíndrico de mayor diámetro que las muestras, con el fin de poder tener una óptima manipulación de las mismas, y evitando así deformidades geométricas. Una vez hecho esto, las muestras fueron sometidas a los papeles de lija cuyos tamaños de granos estaban

comprendidos entre 320, 400, hasta llegar a 600, desbastando el área transversal de la probeta y así eliminar las mínimas rebabas e irregularidades ocasionadas por el corte del material, obteniendo así una superficie lo más lisa posible hasta llegar un espesor de 50  $\mu\text{m}$ , medidos con la ayuda de un micrómetro de exteriores digital marca Mitutoyo modelo Digimatic. Realizado todo el proceso de desbaste, para separar las superficies adheridas de la muestra con el cilindro de mayor diámetro, ambas fueron sumergidas en un recipiente hermético lleno de acetona, dejándolas reposar por un lapso de 24 horas. Una vez transcurrido el tiempo, se retiraron ambas piezas del recipiente, en donde, la acetona actuó para disolver las partículas de pegamento ubicadas entre las superficies, facilitando la separación de las mismas.

### **3.7.1.3. PULIDO**

Se utilizó solo para las muestras a visualizar en la microscopía óptica y MEB, para el pulido se implementaron un paño micro-cloth y otro billiard, los cuales, se fijaban en un plato que se sujetaban a la pulidora marca Buehler y las probetas se apoyaban por la cara que se deseaba preparar aplicándosele una solución de agua destilada de partículas de alúmina en suspensión (partículas de 7,5  $\mu\text{m}$ ) hasta alcanzar la condición espejo de la superficie. Debido a que las partículas de alúmina en suspensión son muy duras y bastante gruesas, no se podía apoyar mucho sobre la probeta. Esto se debe a que las partículas pueden incrustarse en la misma. También se utilizaba agua para enfriar la probeta y arrastrar las partículas de abrasivo y de material eliminadas en el proceso.

#### 3.7.1.4. ATAQUE QUÍMICO

Ya que la finalidad de la investigación fue identificar las fases presentes en la microestructura del material (austenita, ferrita, fase *sigma*, fase *chi*), las probetas a visualizar en la microscopía óptica y MEB, fueron sometidas a un ataque químico compuesto por una solución de 1 gr de bisulfito de sodio ( $Na_2S_2O_5$ ), 15 ml de ácido clorhídrico ( $HCl$ ) al 37% y 50 ml de agua destilada. Este ataque hizo que reaccionen las fases presentes en el material y así tener una mayor facilidad para diferenciarlas a través del microscopio.

#### 3.7.1.5. ELECTRO-PULIDO

Para las muestras de estudio en el MET, fue necesario seguir modificando metalográficamente las muestras. Para el estudio en el microscopio se necesitan *foils* de 3mm de diámetro. Estos fueron obtenidos mediante un proceso de troquelado a las muestras. Cada foil fue sometido a un electro-pulido de doble inyección mediante una electro-pulidora marca Struers modelo TenuPol-5. La función de este es que se comporte como una celda electrolítica, el cual, hace que el reactivo se comporte como un líquido abrasivo, mientras que este anodiza el material llegando en pequeños chorros puliendo por ambos lados del *foil* simultáneamente hasta obtener la mínima perforación ubicada en el centro del mismo. El pulido se realiza cuando se aplica el flujo del reactivo sobre la superficie de ambas caras del foil a cierta temperatura, voltaje, intensidad de corriente y flujo. Para aceros austenítico-ferríticos ricos en cromo y molibdeno el reactivo a usar estuvo compuesto con 95% de Ácido Acético y 5% de Ácido Perclórico (Thompson-Russel *et al*, 1977). Tan pronto como el adelgazamiento se obtiene, la máquina se detuvo, la corriente se interrumpió, y un sonido indicó que el foil debe ser retirado y ser sumergido en un baño de etanol y luego en agua

destilada, manteniéndolo con movimientos circulares dentro del medio por un lapso de un minuto en cada uno, para así poder detener ataque químico. Luego se procedió a establecerse en un pedazo de papel de filtro, donde se seca en un par de segundos y el *foil* se encuentra listo para el diagnóstico previo (obtención de zonas provechosas para su estudio) en el MET, de haberse obtenido una superficie idónea para su estudio, se coloca en un porta-muestras especial para *foils* previamente identificado para cada condición de tiempo, el cual se llevó a vacío para mantener las condiciones óptimas obtenidas de toda su preparación metalográfica.

### **3.8. IDENTIFICACIÓN DE LAS FASES CRISTALOGRÁFICAS**

#### **3.8.1. MICROSCOPIA ÓPTICA**

Las muestras preparadas metalográficamente y atacadas por químicamente fueron observadas bajo un microscopio óptico marca UNION con ocular de 10X y objetivos de 10X, 20X, 40X y 100X, con la finalidad de ver las fases presentes en la microestructura del material. Para nuestro caso se esperaba identificar la matriz austenítica y ferrítica, así como también, la posible formación de precipitados y/o otras fases presentes. Cabe destacar que estos aumentos sirven solamente de una caracterización cualitativa hipotética de las fases cristalográficas presentes del material.

#### **3.8.2. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO**

Para una mejor observación, se realizó mediante un microscopio electrónico de barrido (MEB) marca Hitachi, modelo S-800, localizado en el Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas (IIBCAUDO). En esta técnica de obtención de micrografías de superficies con alta

resolución se utilizaron electrones para la obtención de las imágenes de igual forma que el microscopio óptico utilizó luz visible. El MEB nos brindó una mayor capacidad de magnificación (hasta 200.000x) utilizando un haz de electrones que barrió la superficie de la muestra y los electrones que emitió la misma dieron como resultado una imagen clara de las fases dentro de la microestructura (ferrita, austenita, sigma y chi). Para obtener unas micrografías claras el técnico buscó implementar el uso de electrones secundarios, que permitieron trabajar con una mayor magnificación de 3000X (apreciación de una micromarca de 5  $\mu\text{m}$ ) y resolución en el estudio de nuestras superficies. Por otra parte, el contraste en las imágenes que se formó mediante la detección de electrones retrodispersados, alcanzó a resolver y cuantificar la composición química con ayuda de la Espectroscopia de Dispersión de Energía de Rayos X (EDX), las variaciones de composición a varios niveles microscópicos, permitiendo así tener más información de las fases presentes antes de observar, analizar e identificar en los *foils* con el microscopio electrónico de transmisión (MET), proporcionando información micrográfica necesaria para cumplir con los objetivos específicos del trabajo.

### **3.8.3. ESPECTROSCOPIA POR DIFRACCIÓN DE ENERGÍA DE RAYOS X**

Para éste ensayo se utilizó con un detector de EDX marca Quantax, modelo 200, que tiene incorporado el MEB. Para todo el conjunto de muestras analizadas, las micrografías obtenidas por medio de los electrones secundarios y la distribución (mapeo) de los átomos que conforman la aleación, sobre las áreas estudiadas, proyectaron una diversidad de morfologías para cada una de sus composiciones. Este procedimiento nos permitió obtener la composición química de cada una de las fases presentes en el material junto a la capacidad de identificar y diferenciar las fases

austenita ( $\gamma$ ), la ferrita ( $\alpha$ ) y cualquier otra fase secundaria en caso de aparecer (Plaza, 2007).

#### **3.8.4. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN**

Después de obtener los *foils* preparados correctamente para su observación en el MET. Se procedió a la búsqueda e identificación de fases tanto originales como secundarias dentro del material mediante un microscopio electrónico de transmisión de haz de electrones marca Hitachi, modelo H-600 localizado en el Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas (IIBCAUDO). Tras la justa presunción de fases intermetálicas presentes, fue necesario aparte de su captura micrográfica, constatarlas con la obtención de los patrones de difracción respectivos para la identificación y análisis posterior de los mismos, durante el análisis fueron identificadas presuntas fases intermetálicas perjudiciales correspondientes y se observó el proceso de transformación de las mismas para cada uno de las *foils* estudiados en sus diferentes etapas de originalidad, exposición a la solubilización y al tratamiento térmico, alcanzando solamente éstos resultados por el uso de la microscopía electrónica de transmisión. Debido a que posee un rango de operación entre 2 y 5 Angstroms, mientras con el uso de otras microscopías se encuentran por encima de los 30 y 40 Angstroms, esto no quiere decir que éstas sean inferiores, solo que son utilizadas para otros tipos de ensayos específicos.

#### **3.8.5. PATRÓN DE DIFRACCIÓN POR HAZ DE ELECTRONES**

Una identificación fiable de las fases presentes en la microestructura del acero dúplex SAF 2507 es a través del patrón de difracción de los mismos,

para obtener así los índices de Miller y la estructura correspondiente según la red de Bravais (Edington, 1985).

### **3.8.5.1. OBTENCIÓN DE LA CONSTANTE DE CÁMARA CALIBRADA**

Lo principal antes de haber realizado la búsqueda de los patrones de difracción de las fases presentes en el material para cada una de las condiciones de envejecimiento, fue conocer los valores de las constantes de cámara calibradas, debido que se tiene un mínimo pero significativo margen de error existente de la longitud de cámara y la longitud de onda relativa (teóricas) del microscopio, con respecto a los valores reales a los que deben ser tomados para posteriores cálculos, dicha disparidad podría haber sido causada por el ángulo de incidencia del haz transmitido o las inestabilidades existentes dentro del circuito electrónico del microscopio. Estas constantes de cámara calibradas se obtienen a través de patrones de estructuras policristalinas ya conocidas como el oro (Au), silicio (Si) o aluminio (Al) evaporado. Siendo utilizado para nuestro caso de estudio el resultado de la calibración de un patrón de Oro (Au) para cada una de las longitudes de cámara con que fueron tomados los patrones de difracción en el MET y que posteriormente se calibraron. Esto se realizó de la siguiente manera (González, 2008):

1. Medir cada uno de los radios de los anillos de la estructura, empezando por el más cercano al haz transmitido hasta el más alejado del mismo, denotándose como  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_4$  y  $R_5$  respectivamente.
2. Conocer la longitud de cámara (L) y el voltaje de aceleración (V) a la cual trabaja el MET. Con dicho voltaje se busca la longitud de onda de electrones ( $\lambda$ ) en la tabla 2.4.

3. Ya que el Oro (Au) posee una estructura poli-cristalina que cristaliza en el sistema FCC para generar el patrón de anillos, el parámetro de red correspondiente es de  $a = 4,070\text{Å}$  (Beeston *et al*, 1990).
4. Sacar la relaciones paramétricas de  $(R_n/R_1)^2$  para los n anillos medidos en cada patrón de Oro (González, 2008). Dicho valor se redondea al entero mas cercano, como se puede observar en el siguiente ejemplo:

$$\left(R_3/R_1\right)^2 = \frac{21,0477}{12,7261} = 1,67 \approx 2$$

5. Pasar a fracción los valores obtenidos del paso 4, procurando que tanto el divisor y dividiendo posibles valores de  $h^2 + k^2 + l^2$  para una estructura cristalina FCC (González, 2008), como se muestra en la tabla 2.8 del capítulo 2. A continuación se muestra un ejemplo de lo antes mencionado:

$$\left(R_3/R_1\right)^2 = 2 = \frac{6}{3} \leftarrow \text{NO SON POSIBLES VALORES DE } h^2 + k^2 + l^2$$

$$\left(R_3/R_1\right)^2 = 2 = \frac{8}{4} \leftarrow \text{SI SON POSIBLES VALORES DE } h^2 + k^2 + l^2$$

Hay que tener en cuenta que para todos los  $R_1$  contemplados en cada fracción, este debe tener el mismo valor para que así se cumpla una coherencia entra cada anillo del patrón (González, 2008).

6. De acuerdo a los resultados obtenidos del paso anterior se procede a asignar los índices de Miller respectivos de la tabla 2.8, a cada uno de dichos valores de la fracción, refiriéndose específicamente al dividendo y divisor (González, 2008), como se muestra con el siguiente ejemplo:

$$R_3/R_1 = \frac{8}{4} = \frac{(2\ 2\ 0)}{(2\ 0\ 0)}$$

7. Una vez obtenido los índices de Miller de cada anillo, calcular las distancias interplanares  $d_{hkl}$  de cada uno de ellos despejándola de la ecuación (3) ubicada en la tabla 2.7 del capítulo 2, utilizando los índices de Miller  $h$ ,  $k$ , y  $l$  obtenidos en el paso anterior para cada anillo (González, 2008).
8. Calcular las constantes de cámara calibradas para cada anillo, despejándolas de la ecuación (2), quedando de la siguiente manera:

$$\lambda \times L = d_{hkl} \times R \quad (9)$$

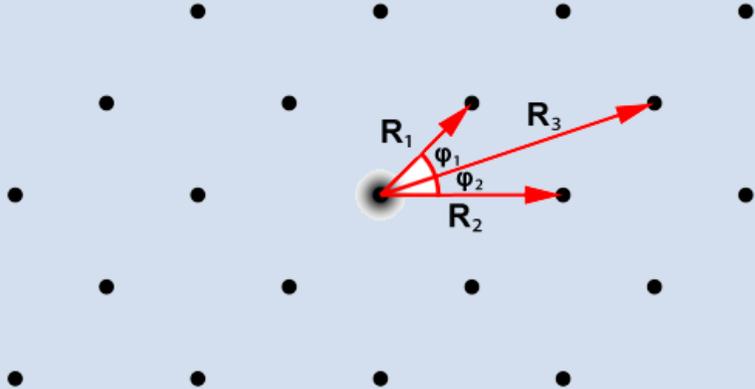
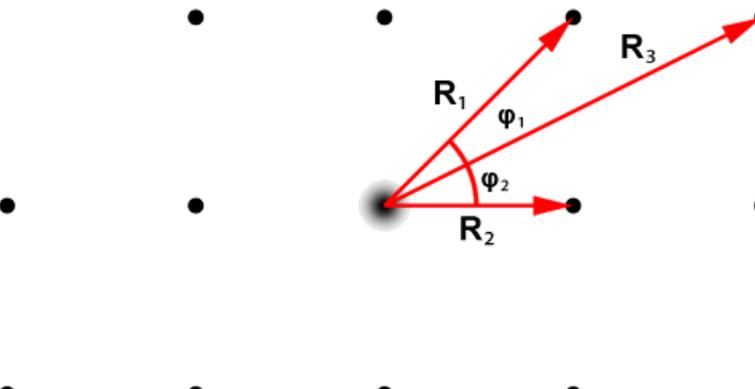
9. Después de haber obtenido los valores del paso anterior para los 5 anillos, realizar un promedio de ellos con el fin de obtener la constante de cámara calibrada que fue utilizada para la indexación de cada uno de los patrones de difracción del acero dúplex SAF 2507.

### 3.8.5.2. INDEXACIÓN DE LOS PATRONES DE DIFRACCIÓN

Para cada condición de tiempo del material se obtuvo un patrón de difracción de cada fase presente, sin embargo, para conocer la estructura cristalina y los índices de Miller  $h$ ,  $k$  y  $l$  de las fases presentes en cada envejecimiento fue necesario indexar dichos patrones. Para lograr esto se siguieron los siguientes pasos:

1. Reconocer la estructura cristalina a la que pertenece el patrón de difracción. En la tabla 3.2 se muestra las dos redes más comunes en los patrones de difracción:

**Tabla 3.2.-** Tipos de Estructuras cristalinas en los patrones de difracción (Edington, 1985).

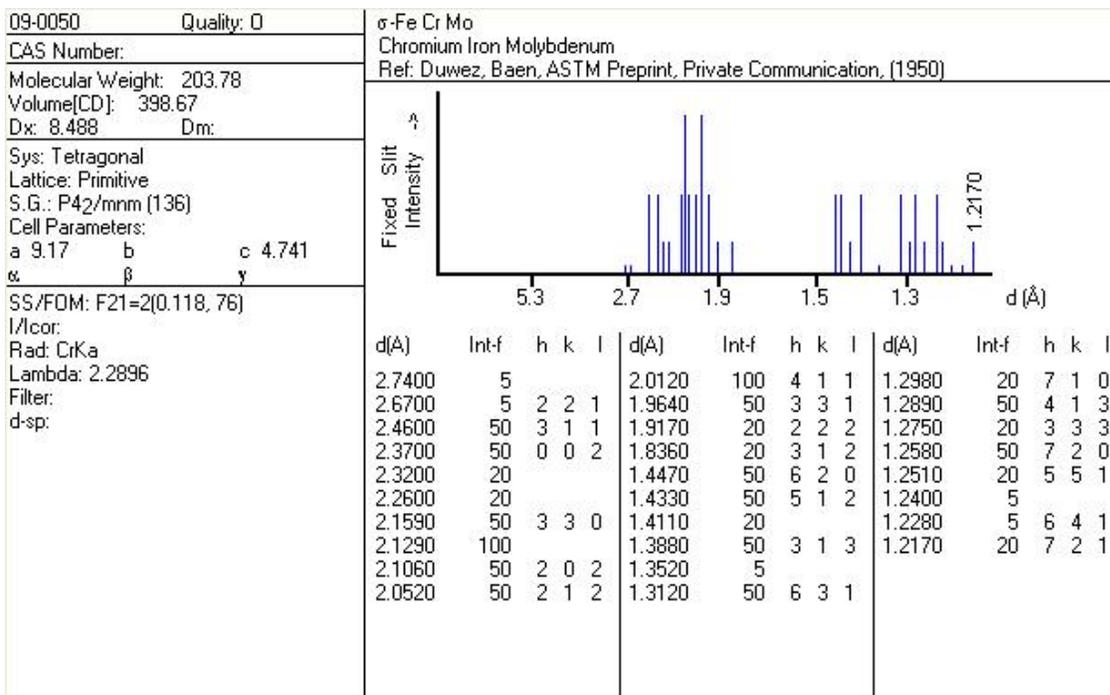
Tipos de Redes	Red Bidimensional
<p><b>Estructura Cúbica</b>  <math>R_1 = R_2 = R_3</math></p>	
<p><b>Red Tetragonal</b>  <math>R_1 \neq R_2 = R_3</math></p>	

2. Medir las distancias  $R_1$ ,  $R_2$ , y  $R_3$ , así como también los ángulos  $\varphi_1$  y  $\varphi_2$ , tal como se observan en la tabla 3.3.
3. Utilizar la ecuación (2) para conseguir las distancias interplanares  $d_1$ ,  $d_2$ , y  $d_3$  de cada uno de los vectores  $R_1$ ,  $R_2$ , y  $R_3$  respectivamente, utilizando la constante de cámara calibrada ( $\lambda \times L$ ) obtenida en la

indexación del patrón de Oro de acuerdo a la longitud de cámara utilizada para la obtención del patrón de difracción.

- Con las distancias interplanares obtenidas del patrón y de acuerdo a la estructura cristalina que posee, se identifica cualitativamente a que fase posiblemente correspondería mediante el software PCPDFWIN versión 2.1, el cual guarda una base de de datos denominada Powder Diffraction Files (PDF) de las estructuras cristalinas de todas las fases primarias, secundarias y precipitados que se han registrado a lo largo de la historia de la microscopia. En la siguiente figura se muestra la ficha para identificar a la fase sigma ( $\sigma$ ):

**Figura 3.4.-** PDF# 09-0050. Fase Sigma ( $\sigma$ ) (Fe-Cr-Mo) (PCPDFWIN 2.1, 2000).



- Con las distancias interplanares  $d_1$ ,  $d_2$ , y  $d_3$  obtenidas en el paso 3, ubicar los valores mas aproximados que se encuentran en la ficha para 2 de ellos, siendo uno el vector mas corto ( $R_1$  ó  $R_2$ ) y el otro sería el vector  $R_1$ ,  $R_3$ . Por ejemplo, si se obtuvo para una estructura cúbica,

posiblemente austenita ( $\gamma$ ), que  $d_1 = 1,425\text{\AA}$ , el valor mas cercano ubicado en el PDF# 09-0050 (figura 3.4), vendría siendo  $1,433\text{\AA}$ , ya que el valor  $1,4110\text{\AA}$  se encuentra mas distanciado que el primero. Una vez realizado esto, se le asigna los índices de Miller que corresponden a las 2 distancias interplanares escogidas en la ficha como los índices  $h$ ,  $k$ , y  $l$  respectivos a cada vector del patrón de difracción.

- Una vez obtenido los índices de Miller para 2 vectores, se calcula los índices para el tercer vector ( $R_1$  ó  $R_2$ ) mediante la siguiente ecuación:

$$(h_3, k_3, l_3) = (h_1, k_1, l_1) + (h_2, k_2, l_2) = (h_1 + h_2, k_1 + k_2, l_1 + l_2) \quad (10)$$

Separando cada índice en una ecuación para facilitar el despeje de los índices incógnitas quedaría de la siguiente manera:

$$h_3 = h_1 + h_2 \quad (11)$$

$$k_3 = k_1 + k_2 \quad (12)$$

$$l_3 = l_1 + l_2 \quad (13)$$

- Una vez obtenido el valor de los índices de Miller correspondientes al tercer vector calculado, calcular mediante una de las ecuaciones de la tabla 2.7, el valor de la distancia interplanar respectiva, utilizando el parámetro de red respectivo para el presente espécimen cristalino.
- Calcular la constante de cámara para el tercer vector despejándola de la ecuación (9), siendo  $d$  la distancia interplanar obtenida en el paso anterior y  $R$  la longitud del vector correspondiente obtenido en el paso

2. Este valor debe tener una aproximación al valor de la constante de cámara calibrada obtenida en el patrón de Oro, de ser así, se corrobora con certeza que la estructura cristalina corresponde a la fase que se escogió, de lo contrario se debe calcular con los valores de otra ficha PDF.

# CAPÍTULO 4

## *Resultados y Discusión*

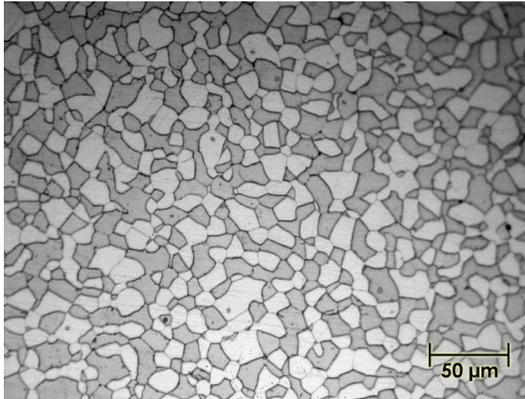
---

---

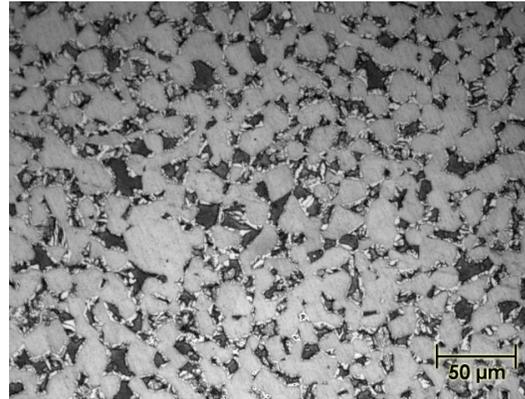
En el presente capítulo se describen los resultados obtenidos durante la metodología de esta investigación, especificando el procedimiento pertinente para el desarrollo de los mismos. A continuación se muestran dichos resultados.

### **4.1 MICROSCOPIA ÓPTICA**

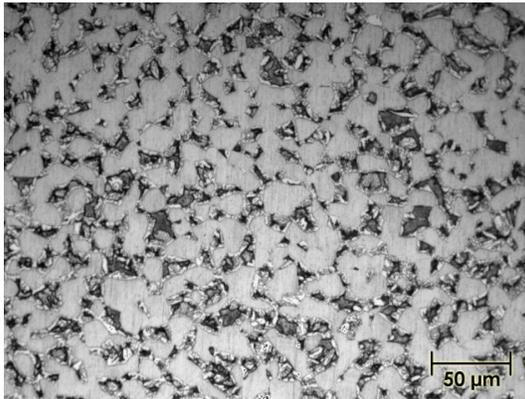
Las muestras obtenidas mediante el tratamiento térmico fueron analizadas en un microscopio óptico marca OLYMPUS, modelo GX51, adaptado a una cámara digital CCD marca HITACHI modelo KP-M1AN, con el fin de observar los límites de granos y compararlas entre sí. A continuación se muestran imágenes a través del microscopio óptico de las muestras de acero dúplex SAF 2507:



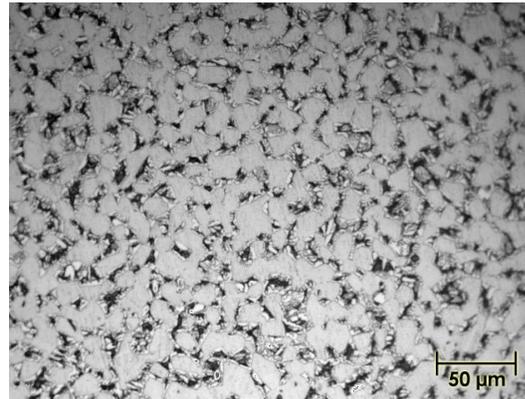
**(a)** Con tratamiento térmico de solubilización a 1100°C por 1,5 horas.



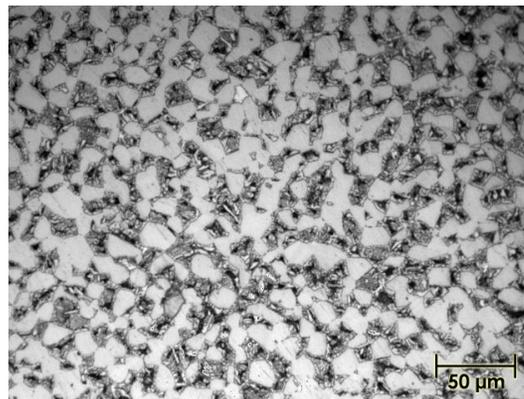
**(b)** Con tratamiento térmico de envejecimiento a 900°C por 0,1 horas.



**(c)** Con tratamiento térmico de envejecimiento a 900°C por 0,2 horas.



**(d)** Con tratamiento térmico de envejecimiento a 900°C por 0,3 horas.



**(e)** Con tratamiento térmico de envejecimiento a 900°C por 0,4 horas.

**Figura 4.1.-** Análisis de muestras mediante microscopía óptica a 500x.

La Figura 4.1 (a) corresponde a una muestra con un tratamiento térmico de solubilización, en donde se observan presentes las fases austenítica ( $\gamma$ ) y ferrítica ( $\alpha$ ), con una interfase  $\gamma/\alpha$  bien definida. De acuerdo a las tonalidades presentes en la micrografía, la zona más oscura por análisis cualitativo se podría definir como la fase ferrítica ( $\alpha$ ), mientras que la clara vendría siendo austenita ( $\gamma$ ) (Fargas, 2009). También se pueden observar rayas diagonales, producto de su preparación metalográfica.

La Figura 4.1 (b) pertenece a una muestra con un tratamiento térmico de envejecimiento 0,1 horas. Se observa un decrecimiento notable de la fase oscura denominada anteriormente como ferrita ( $\alpha$ ), debido a que una parte de ella sufre una transformación para dar lugar a la austenita secundaria ( $\gamma'$ ). Sin embargo en la interfase  $\gamma/\alpha$  se aprecia otra fase más clara que las anteriormente mencionadas. Debido a su ubicación y tonalidad con respecto a la austenita ( $\gamma$ ) y ferrita ( $\alpha$ ), esta podría ser *sigma* ( $\sigma$ ) ya que ésta siempre se forma en la interfase  $\gamma/\alpha$ , debido a que su alta cantidad de Cr y Mo produce una descomposición de la fase ferrítica ( $\alpha$ ) (Russel *et al.*, 2005).

La Figura 4.1 (c) corresponde a una muestra con un tratamiento térmico de envejecimiento de 0,2 horas, se aprecia una mayor descomposición de la fase ferrítica ( $\alpha$ ), mientras que la fase *sigma* ( $\sigma$ ), siendo esta la zona blanquecina, continúa en crecimiento, tanto en tamaño como en cantidad, esto se debe al aumento del tiempo de envejecimiento (Badji *et al.*, 2008). Igualmente la fase austenítica ( $\gamma$ ) sigue siendo la más abundante dentro de la estructura del material. Las rayas diagonales formadas por la preparación metalográfica se muestran en menor acentuación que las de la Figura 4.1 (b).

En la Figura 4.1 (d) corresponde a una muestra con un tratamiento térmico de envejecimiento de 0,3 horas. En esta micrografía se muestra una ferrita ( $\alpha$ ) mas descompuesta que las anteriores, en donde, la fase austenita ( $\gamma$ ) logra abarcar mas espacio en la estructura. La fase *sigma* ( $\sigma$ ) mantiene una proporción muy similar a la condición de tiempo anterior.

En la Figura 4.1 (e) corresponde a una muestra con un tratamiento térmico de envejecimiento de 0,4 horas. En esta micrografía se puede apreciar que existe una transformación de la fase ferrítica ( $\alpha$ ) y *sigma* ( $\sigma$ ), formando otra fase de mayor proporción. Esta fase podría ser austenita secundaria ( $\gamma'$ ) debido a que tanto ferrita ( $\alpha$ ) como *sigma* ( $\sigma$ ), después de un determinado tiempo de envejecimiento, una cantidad relativa de ellas sufren una transformación dando lugar a la austenita secundaria ( $\gamma'$ ) (Badji *et al.*, 2008).

## 4.2. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Se realizó este análisis en toda la microestructura de las muestras preparadas metalográficamente del SAF 2507, para obtener información de las fases presentes y poder visualizar los posibles cambios en la microestructura, inducidos durante la realización del tratamiento térmico de envejecimiento. La microscopía electrónica de barrido (MEB) más que una técnica de obtención de imágenes de superficies de alta resolución, nos demostró poseer una mayor nitidez con respecto a todas las capas visualizadas con una magnificación superior al área de estudio.

Un haz de electrones barrió la superficie de las muestras proporcionando que los electrones emitidos por las mismas se capturaran y se obtuviesen distintas micrografías de la superficie. Para esto se utilizaron

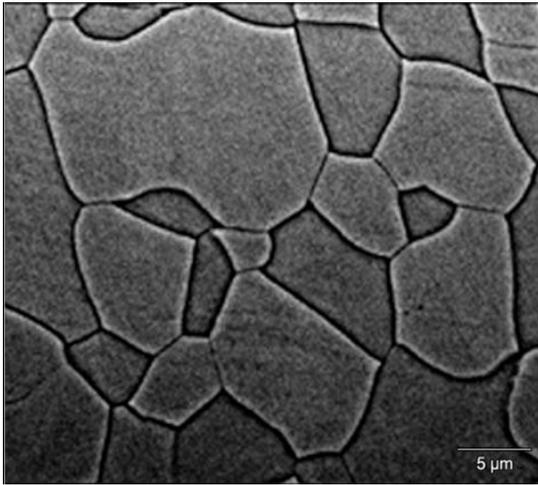
principalmente los electrones secundarios, que permitieron trabajar con mayor resolución en el estudio micrográfico de superficies. Por otra parte, se realizó un microanálisis químico puntual utilizando la espectroscopia por difracción de rayos X (EDX), obteniéndose la composición química elemental de las fases constitutivas y los precipitados presentes en las muestras originales, solubilizadas y envejecidas del acero inoxidable SAF 2507, siendo exportada dicha data a una serie de tablas ordenadas por su composición química con contenido neto, porcentaje en peso, porcentaje atómico y simbología de cada uno de los elementos presentes.

En la figura 4.2 se observan micrografías obtenidas mediante la microscopía electrónica de barrido (MEB), en donde aprecian las fases existentes en las muestras del SAF 2507 para cada una de las condiciones estudiadas.

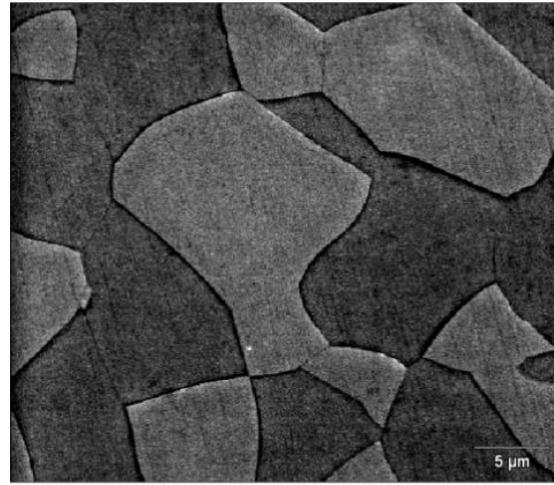
Haciendo un análisis de la figura 4.2 se observa una microestructura formada por austenita ( $\gamma$ ) y ferrita ( $\alpha$ ) en proporciones muy semejantes para ambas fases, tal como se muestra en las figuras 4.2 (a) y 4.2 (b), siendo estas las condiciones de la muestra en estado original y solubilizada respectivamente, en donde también, evidentemente se aprecia como la fase austenita ( $\gamma$ ) se mantiene casi inalterable en todas las demás micrografías incluyendo éstas. Siendo entonces la fase ferrítica ( $\alpha$ ) la propensa a transformaciones y en donde se muestra la aparición de nuevas fases alrededor de la interfase y dentro de su matriz.

Con la ayuda del MEB en modo de electrones retrodispersados con magnificación 3000X utilizada para todas las muestras, se presentan en las figuras 4.2 (a) y 4.2 (b) una microestructura bifásica de austenita ( $\gamma$ ) y ferrita ( $\alpha$ ) en el acero inoxidable dúplex. Mientras en las figuras 4.2 (c), 4.2 (d), 4.2

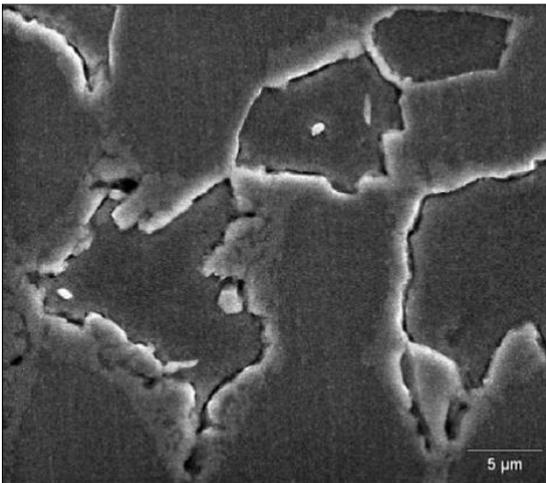
(e) y 4.2 (f), se observa la descomposición de la fase ferrítica ( $\alpha$ ), el fraccionamiento de su matriz, dando inicio a la transformación de fases y aparición de nuevos precipitados, las cuales, se analizaron fase a fase y se extrajo el porcentaje en peso obtenido con la ayuda del EDX para cada una de las capas K y L de los respectivos elementos constitutivos. Estas capas son creadas por los saltos de electrones que se producen cuando el átomo en estado excitado tiende a volver a su estado original (UC3M, 2008b).



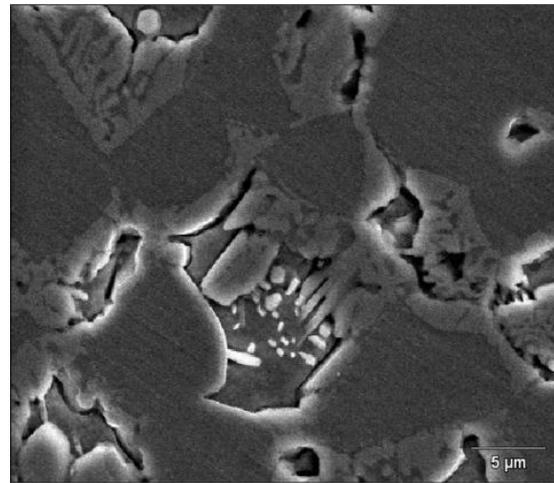
**(a)** Condición Original a 3000X.



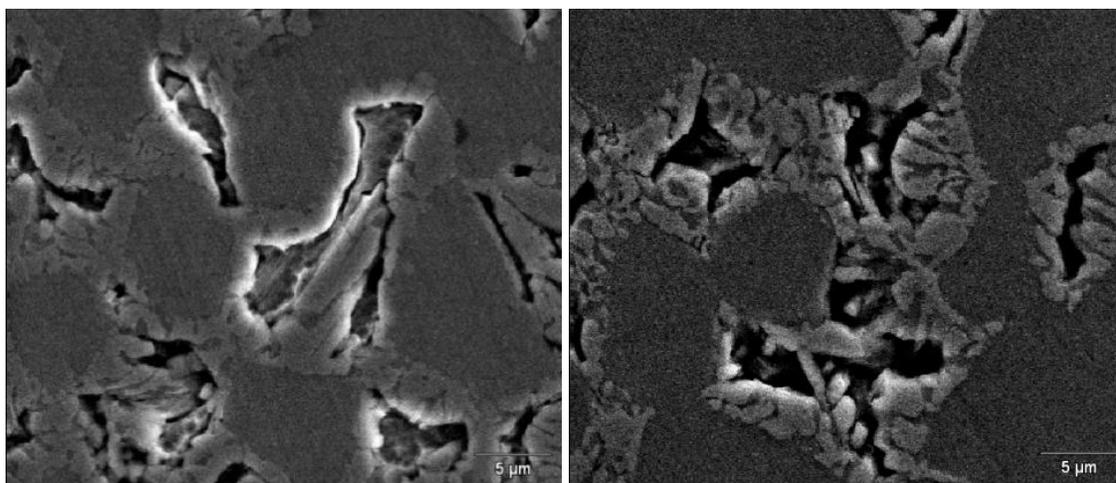
**(b)** Condición Solubilizada a 3000X.



**(c)** Tratamiento térmico de envejecimiento durante 0,1 horas a 3000X.



**(d)** Tratamiento térmico de envejecimiento durante 0,2 horas a 3000X.

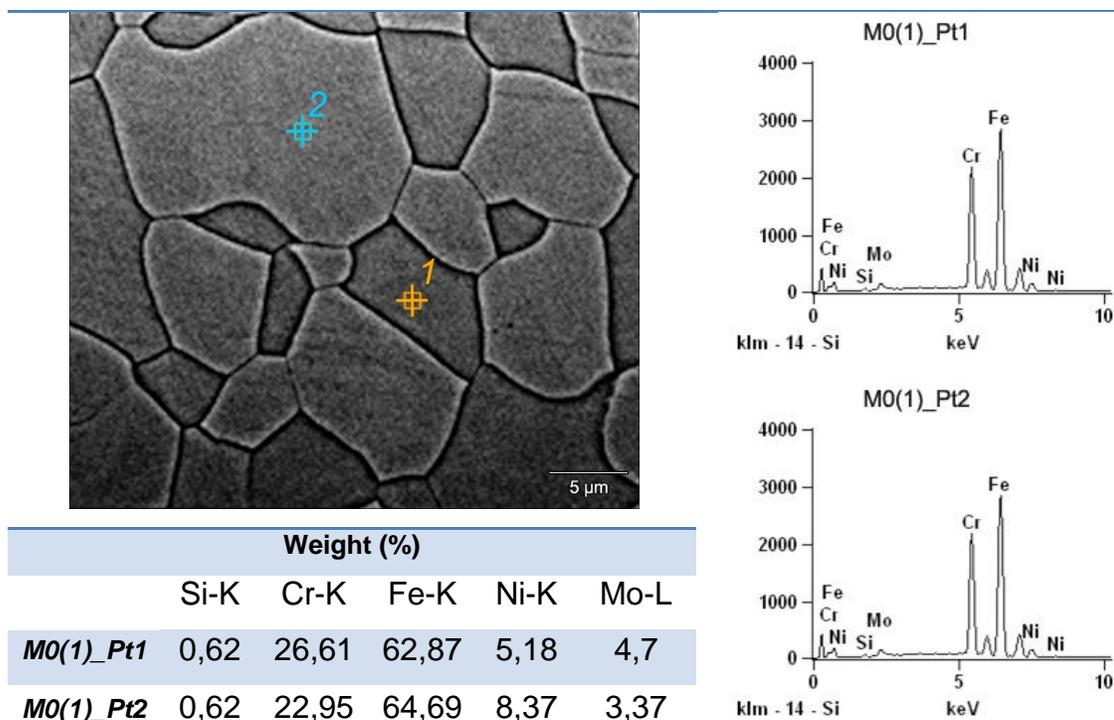


(e) Tratamiento térmico de envejecimiento durante 0,3 horas a 3000X.

(f) Tratamiento térmico de envejecimiento durante 0,4 horas a 3000X.

**Figura 4.2.-** Micrografías obtenidas mediante MEB para las diferentes condiciones térmicas (Reactivo utilizado: 1 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_2$ , 15 ml HCl al 37% y 50 ml de agua destilada).

En la figura 4.3 se observa la composición química de las fases presentes obtenidas mediante EDX a la muestra en su condición original:



**Figura 4.3.-** Composición química de la fase ferrita ( $\alpha$ ) y austenita ( $\gamma$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra en su condición original.

Analizando el EDX de las figuras 4.2 y 4.3 se muestran las microestructuras y microanálisis de las fases ferrítica ( $\alpha$ ) y austenítica ( $\gamma$ ) en las condiciones originales y solubilizadas, respectivamente. La composición química de la austenita difiere significativamente de la ferrita, por la presencia de elementos que promueven a la ferrita (Cr y Mo), los cuales, cuando la aleación se solidifica, se concentran en la fase de ferrita, mientras que la austenita promueve elementos (C, Ni y N) que son parte de la fase austenita.

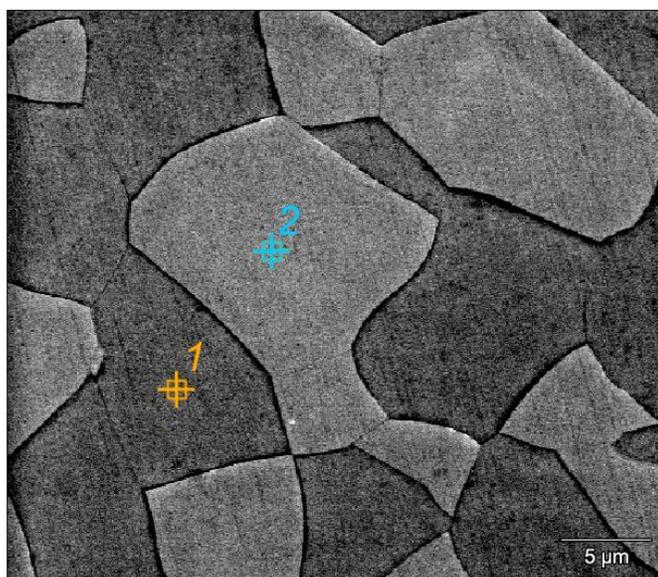
En la figura 4.3 se muestra el análisis de la condición original arrojado por la espectroscopia por difracción de rayos X, la cual, describe su composición química con los porcentajes en peso de las fases ferrítica ( $\alpha$ ) y austenítica ( $\gamma$ ) del material. En el caso, de los porcentajes en peso del análisis de EDX de las fases austenítica ( $\gamma$ ) y ferrítica ( $\alpha$ ) en la muestra solubilizada, se denotan en la figura 4.4

En la tabla 4.1 se denotan los elementos con su composición química analizados por capas y su respectivo porcentaje en peso de las fases ferrita ( $\alpha$ ) y austenita ( $\gamma$ ), observadas en las primeras dos condiciones, original y solubilizada, evidenciando que no existen cambios significativos en cuanto a la composición química de los elementos de una condición a la otra, más si existe una diferencia significativa de Molibdeno: 4,7% - 3,37% (en peso) y Níquel: 5,18% - 8,37% (en peso), siendo los primeros porcentajes para la ferrita ( $\alpha$ ) y los segundos de la austenita, para la respectiva distinción entre ambas fases.

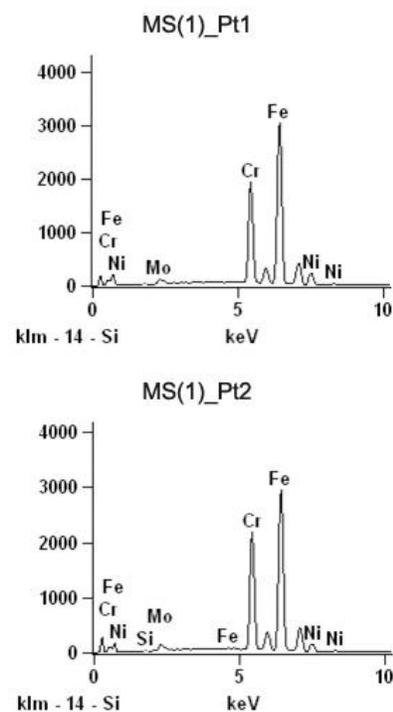
**Tabla 4.1.-** Composición química (% en peso) de las fases observadas en el acero inoxidable dúplex en su condición original y solubilizada.

Fases	Si	Cr	Fe	Ni	Mo
<b>Condición Original</b>					
$\alpha$	0.62	26.61	62.87	5.18	4.7
$\gamma$	0.62	22.95	64.69	8.37	3.37
<b>Condición Solubilizada</b>					
$\alpha$	0.29	29.64	63.20	4.89	2.19
$\gamma$	0.76	26.12	65.64	7.14	1.09

Tal como se muestran en las figuras 4.3 y 4.4 respectivamente, las zonas oscuras exhibieron por su porcentaje corroborado en la tabla 4.1 ser la fase ferrita ( $\alpha$ ), mientras la zona más clara ser la fase austenítica ( $\gamma$ ).

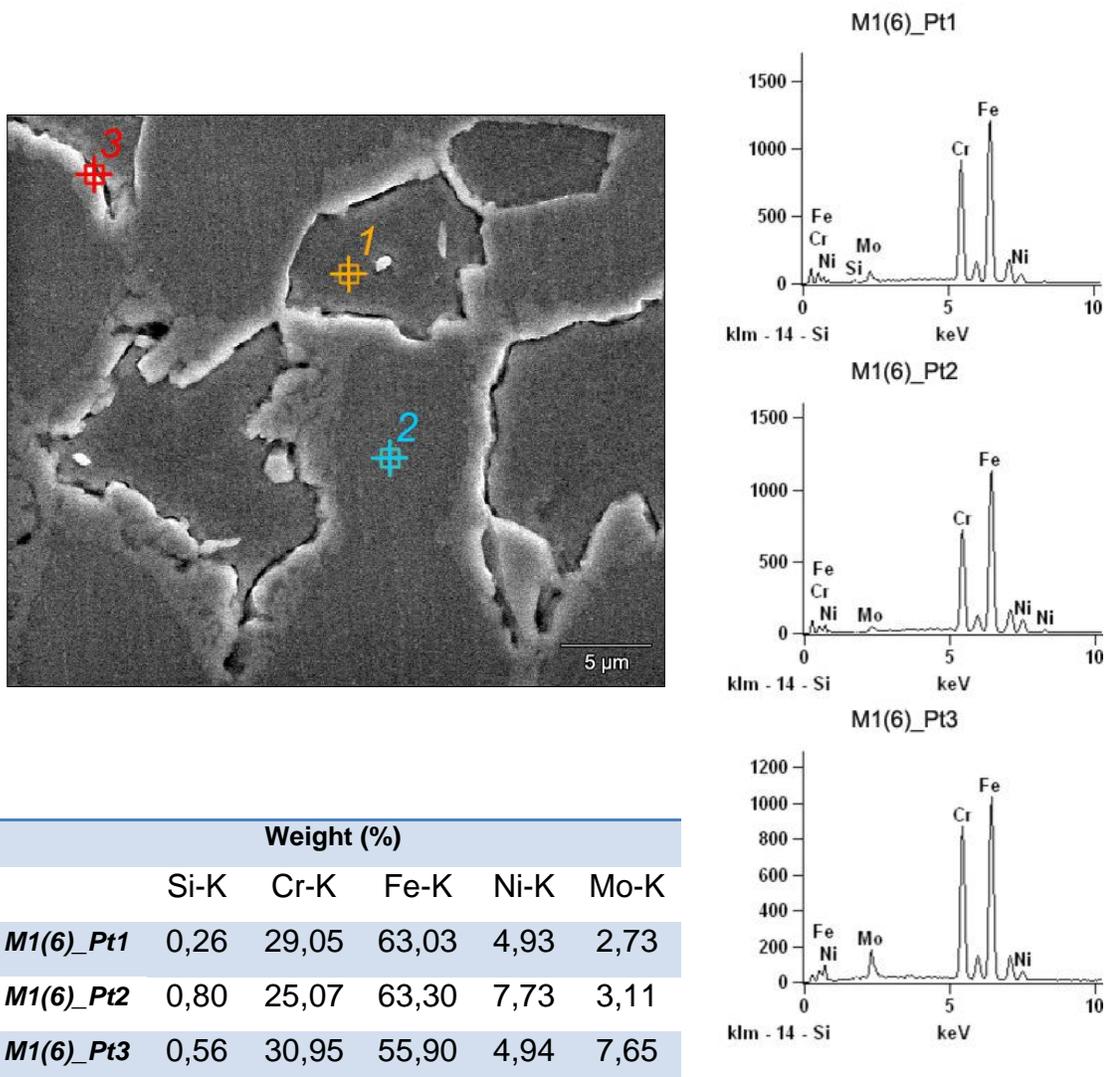


	Weight (%)				
	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
<b>MS(1)_Pt1</b>	0,29	29,64	63,20	4,89	2,19
<b>MS(1)_Pt2</b>	0,76	26,12	65,64	7,14	1,09



**Figura 4.4.-** Composición química de la fase ferrita ( $\alpha$ ) y austenita ( $\gamma$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra en su condición solubilizada.

Se procedió con la misma magnificación de 3000X, la captura de micrografías para tratar de identificar las fases secundarias presentes de las muestras tratadas térmicamente para los diferentes tiempos de envejecimiento, lográndose observar en la figura 4.5 una matriz ferrítica ( $\alpha$ ) ligeramente fraccionada y que sufre una notable transformación alrededor de la interfase  $\gamma/\alpha$ , dicha transformación se deduce por los porcentajes mostrados en la tabla 4.1 y por la apariencia brillante que sea la fase *sigma* ( $\sigma$ ), también se muestra la presencia de la fase austenítica ( $\gamma$ ), exhibiendo ser más abundante y densa comparada con las demás. Dado que existe una pequeña cantidad relativa de fase sigma en la microestructura de este tipo de acero, la misma, podrá reducir la ductilidad, tenacidad y resistencia a la corrosión, fenómeno que ha sido investigado con gran interés.

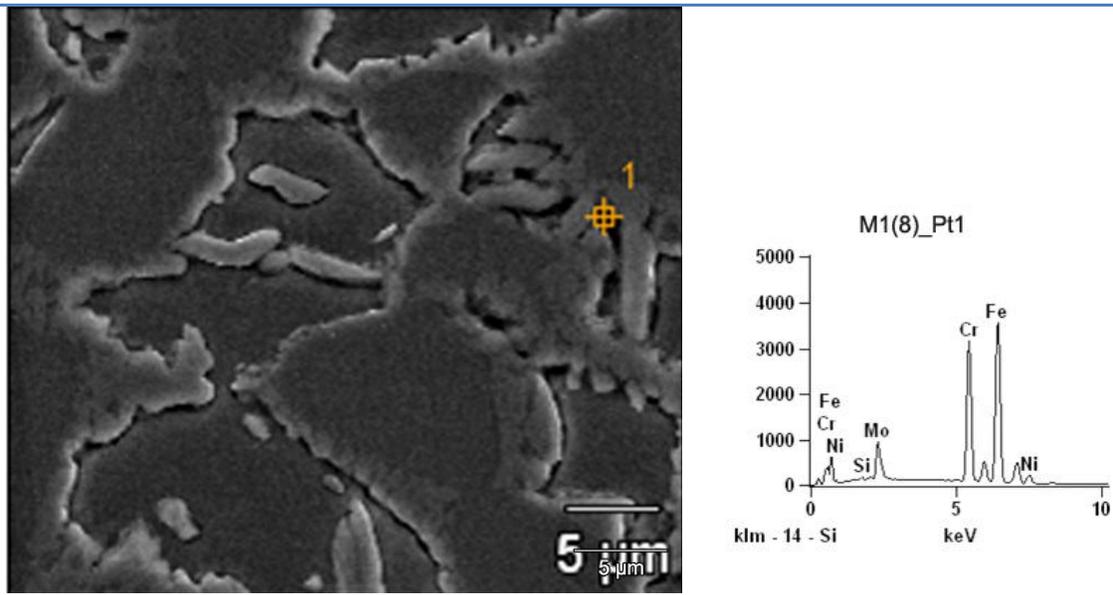


**Figura 4.5.-** Composición química de la fase ferrita ( $\alpha$ ), austenita ( $\gamma$ ) y fase sigma ( $\sigma$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra envejecida a 900°C por 0,1 horas.

Así mismo, se observó en la figura 4.6 la presencia de fase *Chi* ( $\chi$ ), que tras una recopilación y estudio de trabajos anteriores (Villalobos *et al.*, 2009; Dobranszky *et al.*, 2004; Chen *et al.*, 2001; Serna *et al.*, 2007; Badji *et al.*, 2008) mostraron ambas fases perjudiciales identificadas en las figuras 4.5 y 4.6 respectivamente, poseer una composición química comprendida con valores de porcentajes en peso de Cromo: (23-39)%; Níquel; (0.5-9)%;

Molibdeno: (2.1-9.3)% y Silicio: (0.4-2.6)% para la fase *sigma* ( $\sigma$ ) y porcentajes en peso de Cromo: (22-25)%; Níquel: (0.8-5.7)%; Molibdeno: (9.9-20)% y Silicio: (0.6-0.99)% para la fase *Chi* ( $\chi$ ) respectivamente.

Cabe destacar que la identificación de fase *Chi* ( $\chi$ ) no procede con facilidad y es muy probabilística, debido a que este precipitado es frecuentemente difícil de observar y requiere técnicas precisas de ataque metalográfico. En efecto, aunque la técnica del EDX fue muy útil para la identificación de fases cristalinas, la apariencia más brillante buscada de fase *Chi* ( $\chi$ ) no concordó del todo, no obstante los resultados obtenidos en la tabla 4.2 confirman la presencia de la misma, con lo que se presume que la fase se encuentre en un valle y/o depresión causando que se visualice muy oscura, y se presume dicha apariencia por no estar suficientemente lisa la muestra (no perceptible al ojo humano). Por lo tanto, la preparación metalográfica es esencial para lograr un adecuado entendimiento de los fenómenos de transformación y preparación en estos aceros. En general, la presencia de más de cuatro fases dificulta la obtención de resultados precisos y en virtud a estas consideraciones se llevó a cabo el objetivo principal, que fue evaluar la identificación de la fase *sigma* ( $\sigma$ ) y *Chi* ( $\chi$ ), en términos del tiempo a un tratamiento térmico de envejecimiento.



	Weight (%)				
	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
<b>M1(8)_Pt1</b>	0,55	30,79	53,97	3,95	10,73

**Figura 4.6.-** Composición química de la fase Chi ( $\chi$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra envejecida a 900°C por 0,1 horas.

Debido a sus estructuras bifásicas presentadas se les llama acero dúplex y tienen una muy buena combinación de propiedades mecánicas con resistencia a la corrosión. Sin embargo, tienen el problema que se forman muchos tipos de precipitados y fases intermetálicas, las fases *sigma* ( $\sigma$ ), *Chi* ( $\chi$ ), austenita secundaria ( $\gamma'$ ), carburos y nitruros de cromo en rangos de temperaturas comprendidas entre 650°C y 900°C. Estas fases perjudican tanto a la resistencia a la corrosión como a las propiedades mecánicas. (Claudel, 2006).

Analizando el EDX de la figura 4.5, se observa que la microestructura es un sistema ternario Fe-Cr-Ni donde se encontraron soluciones sólidas ferrita (Fe-Cr-Ni), austenita (Fe-Cr-Ni) y la fase intermedia *sigma* ( $\text{Cr}_6\text{Fe}_7$ ) (Badji *et al.*, 2008) delimitando los bordes de grano ferrítico, la cual, precipita

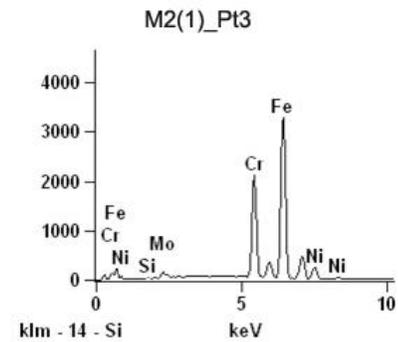
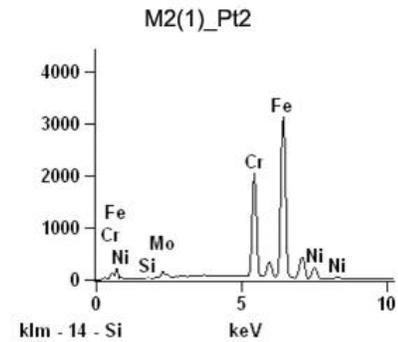
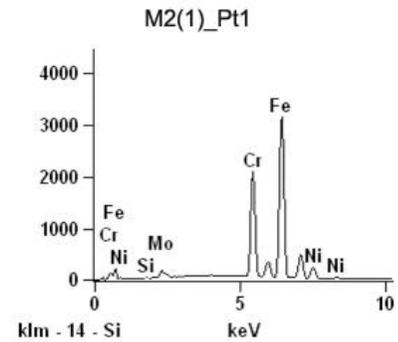
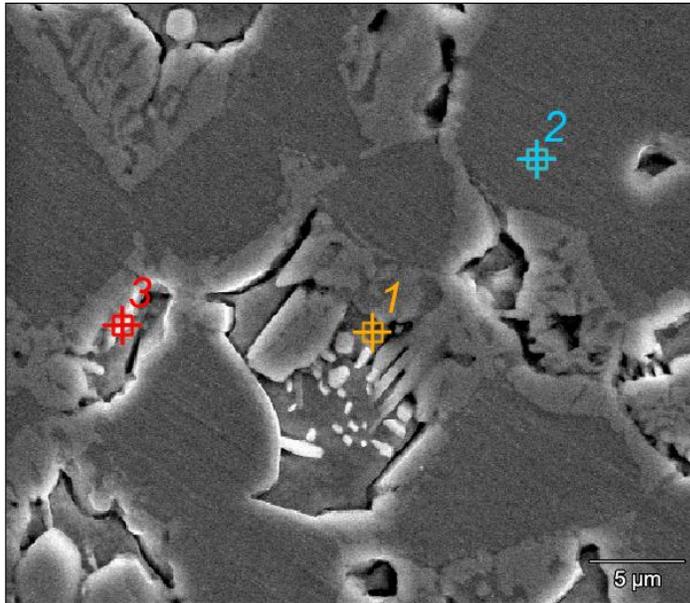
inicialmente en la interfase que involucra a la ferrita ( $\alpha$ ) y austenita ( $\gamma$ ), para luego crecer hacia el interior de dicha fase, la cual es más rica en Cr y Mo. Los contenidos relativos esperados para su identificación de cromo fueron tabulados en la tabla 4.2 y son de 30,95% (en peso) y Molibdeno 7,65% (en peso) causando un aumento en la rapidez de precipitación de la fase *sigma* ( $\sigma$ ); a su vez, el contenido de Níquel fue de 4,94% (en peso) disminuyendo la cantidad máxima de fase *sigma* ( $\sigma$ ) y acelerando el proceso de su transformación. Para el análisis de EDX de la figura 4.6 afirma la presencia de una fase con alto contenido de porcentaje de Molibdeno de 10,73% (en peso), característico de la fase *Chi* ( $\chi$ ). Lo que se concluye por identificación visual que los cambios microestructurales en envejecimiento isotérmico a 900°C durante 0,1 horas, hacen que partículas individuales de la fase secundaria precipiten sobre todo en la interfase  $\alpha/\gamma$  y penetre en la matriz ferrítica. Estas interfaces son conocidas como sitios de nucleación preferencial para la precipitación heterogénea de la fase *Chi* ( $\chi$ ) (Michalska *et al.*, 2006).

**Tabla 4.2.-** Composición química (% en peso) de las fases observadas en el acero inoxidable dúplex en su condición envejecida a 900°C por 0,1 horas.

Fases	Si	Cr	Fe	Ni	Mo
<b>Condición Tratada Térmicamente a 0,1 horas</b>					
$\alpha$	0.26	29.05	63.03	4.93	2.73
$\gamma$	0.80	25.07	63.30	7.73	3.11
$\sigma$	0.56	30.95	55.90	4.94	7.65
$\chi$	0.55	30.79	53.97	3.95	10.73

En la figura 4.7 se muestra la espectroscopia por difracción de rayos X de la condición tratada térmicamente por 0,2 horas, la cual, se puede observar y analizar que las muestras sometidas a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900 °C, exhiben un significativo cambio microestructural debido a la precipitación de la fase *sigma* ( $\sigma$ ), consumiendo casi todos los granos en la microestructura ferrítica ( $\alpha$ ) que demuestran que a altas

temperaturas, la fase de ferrita ( $\alpha$ ) se vuelve más inestable, por la promoción de la formación de fase *sigma* ( $\sigma$ ) en acero inoxidable dúplex SAF 2507. Además el tamaño de grano de la fase *sigma* ( $\sigma$ ) es significativamente grande a esta temperatura. Una explicación podría ser que a 900 °C los átomos de soluto se difunden más rápido haciendo mayor el tamaño de los granos de la fase *sigma* ( $\sigma$ ). Un preferencial crecimiento de la fase *sigma* ( $\sigma$ ) dentro de la ferrita ( $\alpha$ ) es principalmente el resultado de altas concentraciones de Cr y Mo en la matriz ferrítica. Otra explicación sería que la fase *sigma* ( $\sigma$ ) aumenta dentro en la ferrita ( $\alpha$ ) por ser esta fase termodinámicamente metaestable a la temperatura de la formación de fase *sigma* ( $\sigma$ ). Como resultado, la ferrita ( $\alpha$ ) debe descomponerse en un estado de equilibrio. La evidencia de esto proviene de investigaciones que han demostrado que una microestructura de equilibrio es una mezcla de fases *sigma* ( $\sigma$ ) y austenita ( $\gamma$ ) en un rango de temperaturas entre 650°C y 900°C (Villalobos *et al.*, 2009).



	Weight (%)				
	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
M2(1)_Pt1	0,26	31,76	61,39	4,09	2,49
M2(1)_Pt2	0,54	26,71	61,64	7,27	3,85
M2(1)_Pt3	0,56	31,65	58,09	3,86	6,40

**Figura 4.7.-** Composición química de la fase ferrita ( $\alpha$ ), austenita ( $\gamma$ ) y fase sigma ( $\sigma$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra envejecida a 900°C por 0,2 horas.

Sin embargo, éste equilibrio alcanzado por ambas fases dependerá también de la composición química de la aleación, ya que un alto porcentaje de N provocará una concentración de N dentro de la ferrita, promoviendo formación de nitruros de cromo. Del mismo modo, un alto porcentaje de Ni posiblemente aumente la temperatura en donde fase sigma es estable, teniendo una alta susceptibilidad de la formación de fase *sigma* a temperaturas superiores a 900 °C. En ambos casos, el equilibrio puede ser

una mezcla de austenita, fase *sigma* (en mayor proporción) y nitruros de cromo. En la fase *Chi* ( $\chi$ ) no se observó debido a la disolución de sus partículas pequeñas, indicando que la fase *Chi* ( $\chi$ ) es metaestable y que se había formado en el estado inicial del envejecimiento, transformándose en fase *sigma* ( $\sigma$ ) después de un envejecimiento prolongado, aclarando que la misma crece y transforma en intervalos muy pequeños de tiempo. (Michalska *et al.*, 2006).

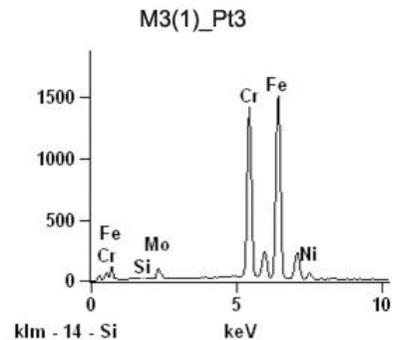
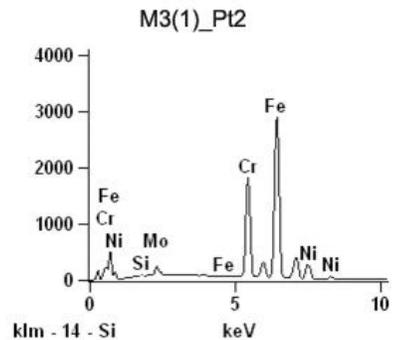
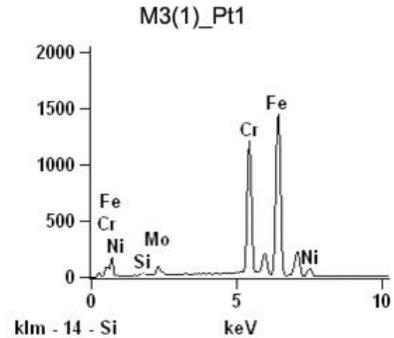
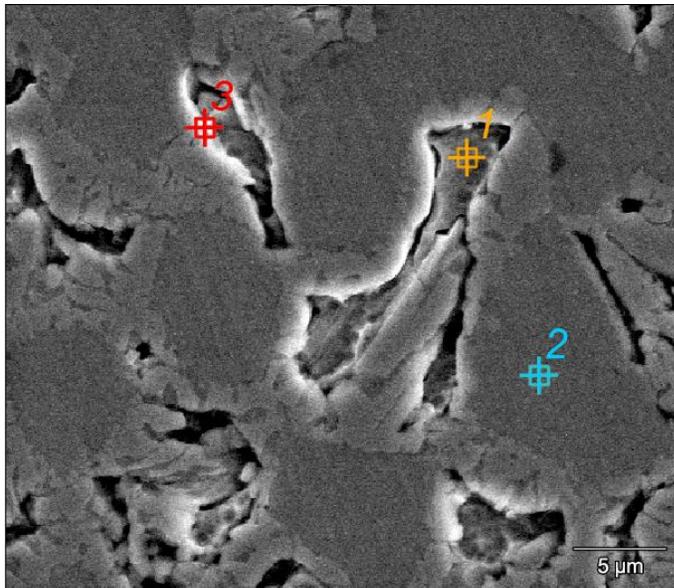
Analizando los porcentajes en peso del análisis de EDX que se denotan en la tabla 4.3., se puede observar que las fases ferrítica ( $\alpha$ ) y austenítica ( $\gamma$ ) poseen un comportamiento ligeramente semejante con variaciones muy pequeñas, sin embargo para la fase *sigma* ( $\sigma$ ), existe una disminución más significativa en el Molibdeno de 7.65% a 6.40% (en peso) y en el Níquel de 4,94% a 3,86% (en peso) comparándose dichos cifras con el primer tiempo de envejecimiento tabulado.

**Tabla 4.3.-** Composición química (% en peso) de las fases observadas en el acero inoxidable dúplex en su condición envejecida a 900°C por 0,2 horas.

Fases	Si	Cr	Fe	Ni	Mo
<b>Condición Tratada Térmicamente a 0,2 horas</b>					
$\alpha$	0.26	31.76	61.39	4.09	2.49
$\gamma$	0.54	26.71	61.64	7.27	3.85
$\sigma$	0.56	31.65	58.09	3.86	6.40

En la figura 4.8 se muestra la espectroscopia por difracción de rayos X de la condición tratada térmicamente por 0,3 horas, en donde, se observa a la fase austenita ( $\gamma$ ) como predominante dentro de la micrografía y muestra al grano ferrítico delineado por fase *sigma* ( $\sigma$ ). En toda la microestructura hay partículas luminosas alrededor de todas las interfases presentes. Pueden ser nitruros o carburos pero no se constata debido a que no se realizó EDX, para

identificar los principales porcentajes de los elementos de las partículas desconocidas.



	Weight (%)				
	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
<i>M3(1)_Pt1</i>	0,32	30,94	62,74	4,14	2,95
<i>M3(1)_Pt2</i>	0,25	26,36	64,54	6,98	1,87
<i>M3(1)_Pt3</i>	0,48	30,56	55,56	4,57	8,82

**Figura 4.8.-** Composición química de la fase ferrita ( $\alpha$ ), austenita ( $\gamma$ ) y fase sigma ( $\sigma$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra envejecida a 900°C por 0,3 horas.

Se aprecia a la microestructura de 0,3 horas, con una fuerte presencia de fase *sigma* ( $\sigma$ ). Un microanálisis puntual de la misma figura 4.7 muestra una gran cantidad de Cromo con 30,56% (en peso) y Molibdeno con 8,82% (en peso) en la fase *sigma* ( $\sigma$ ) en comparación con la austenita ( $\gamma$ ) y ferrita ( $\alpha$ ). Así, la fase *sigma* ( $\sigma$ ) se forma con elementos fuertes de promoción de la

ferrita ( $\alpha$ ). Sin embargo, la fase *sigma* ( $\sigma$ ) es también rica en elementos de promoción de la austenita como el Níquel con 4,57% (en peso). La fase *sigma* ( $\sigma$ ) fácilmente forma núcleos en los límites de grano  $\alpha/\alpha$  y  $\alpha/\gamma$ . Cuanto más aumenta el tiempo, más aumenta la cantidad de fase *sigma* ( $\sigma$ ), creciendo poco a poco a través de la fase ferrita hasta finalmente consumir el grano ferrítico entero.

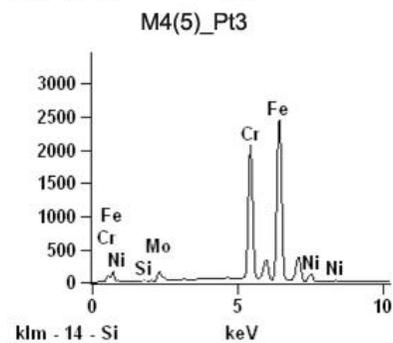
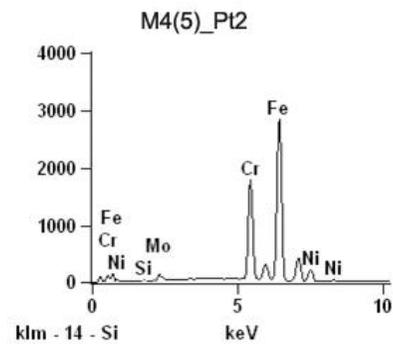
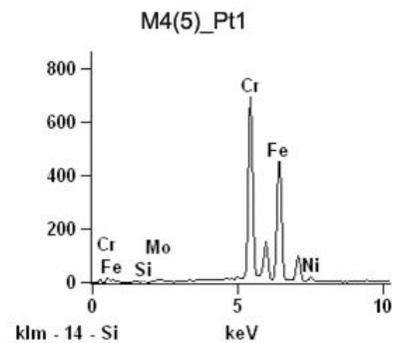
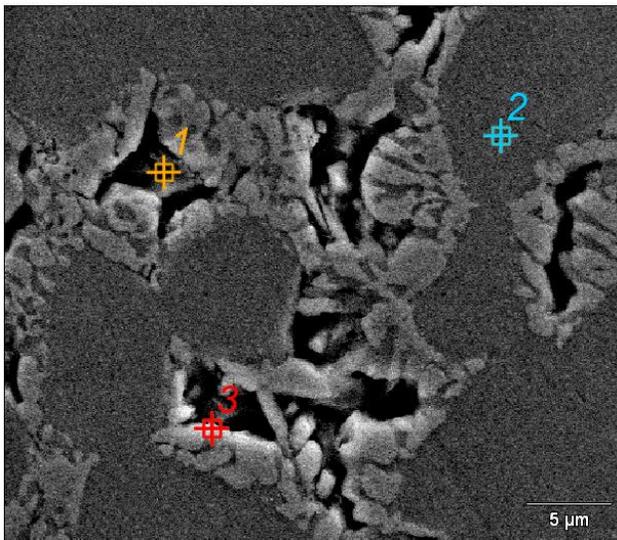
En la tabla 4.4 se muestran los contenidos relativos esperados para la identificación de todas las fases y analizando la misma, se observa nuevamente que las fases ferríticas y austeníticas no exhiben cambios significativos, pero si se aprecia el consumo de los granos ferríticos por fase *sigma* ( $\sigma$ ) en la microestructura del material. Cabe destacar que los porcentajes en peso de elementos como el Molibdeno, Níquel alcanzaron su mayor valor en todo el estudio de barrido de todas las muestras, por lo que se presume que durante este tiempo la fase *sigma* ( $\sigma$ ) alcanza una mayor presencia y compactación de la misma logrando endurecer la microestructura del acero SAF 2507.

**Tabla 4.4.-** Composición química (% en peso) de las fases observadas en el acero inoxidable dúplex en su condición envejecida a 900°C por 0,3 horas.

Fases	Si	Cr	Fe	Ni	Mo
<b>Condición Tratada Térmicamente a 0,3 horas</b>					
$\alpha$	0.32	30.94	62.74	4.14	2.95
$\gamma$	0.25	26.36	64.54	6.98	1.87
$\sigma$	0.48	30.56	55.56	4.57	8.82

En nuestra última condición de estudio en barrido se muestra en la figura 4.9 la espectroscopia por difracción de rayos X de la condición tratada térmicamente por 0,4 horas, en donde, se observa la igualdad en abundancia de la fase austenítica ( $\gamma$ ), La fase *sigma* ( $\sigma$ ) depende de una difusión amplia explicándose con los porcentajes elevados para esta fase de Cromo con

31,27% (en peso) y Molibdeno 7,85% (en peso). Demostrando que la tasa de difusión es mayor en la ferrita que en austenita, porque la estructura es menos compacta, debido a que la fase ferrítica ( $\alpha$ ) solidifica durante el enfriamiento con una gran cantidad de Cr, significa que el Cr se concentra preferentemente en el centro del grano y no en los límites de grano. La dureza de este acero disminuye considerablemente cuando aparece alguna cantidad de fase  $\sigma$  ( $\sigma$ ) y es apreciable un decrecimiento fuerte de las propiedades mecánicas del material (Topolska *et al.*, 2009; Villalobos *et al.*, 2009).



	Weight (%)				
	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K	Mo-L
<b>M4(5)_Pt1</b>	0,26	29,13	61,33	4,05	2,74
<b>M4(5)_Pt2</b>	0,26	30,48	62,15	7,53	3,65
<b>M4(5)_Pt3</b>	0,37	31,27	56,63	3,97	7,85

**Figura 4.9.-** Composición química de la fase ferrita ( $\alpha$ ), austenita ( $\gamma$ ) y fase sigma ( $\sigma$ ) obtenida mediante análisis por EDX a la muestra envejecida a 900°C por 0,4 horas.

La formación de fase *sigma* ( $\sigma$ ) en las aleaciones dúplex puede ser descrita por la transformación eutectoide de ferrita ( $\alpha$ ) en fase *sigma* ( $\sigma$ ) más austenita de la siguiente manera:  $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma'$  (donde  $\gamma'$  es austenita secundaria). Las partículas de la fase *sigma* ( $\sigma$ ) nuclean en los límites  $\alpha/\gamma$  y crecen dentro de la matriz ferrítica ( $\alpha$ ), antes del final de la transformación (Villalobos *et al.*, 2009). En algún momento del enfriamiento, los límites de grano son zonas de alta energía, atrayendo los principales elementos que componen la como el Cr y Mo. Debido a la alta velocidad de enfriamiento de estos elementos quedan atrapados en los límites de grano y promueven la formación de fase *sigma* ( $\sigma$ ) en los límites de grano  $\alpha/\alpha$  y  $\alpha/\gamma$  (Serna *et al.*, 2007). En este momento, el sistema está en equilibrio con fases estables, debido a la disminución de las zonas de alta energía.

**Tabla 4.5.-** Composición química (% en peso) de las fases observadas en el acero inoxidable dúplex en su condición envejecida a 900°C por 0,4 horas.

Fases	Si	Cr	Fe	Ni	Mo
<b>Condición Tratada Térmicamente a 0,4 horas</b>					
$\alpha$	0.23	29.13	61.33	4.05	2.74
$\gamma$	0.26	30.48	62.15	7.53	3.65
$\sigma$	0.37	31.27	56.63	3.97	7.85

Analizando los porcentajes en peso del análisis de EDX que se denotan en la tabla 4.5., se puede observar que las fases ferrítica ( $\alpha$ ) y austenítica ( $\gamma$ ) poseen un comportamiento semejante al de los demás tiempos de tratamiento térmico con variaciones insignificantes. Una explicación para la disminución de Silicio a 0,37% (en peso) en la fase *sigma* es probablemente la presencia de austenita secundaria. Sin embargo, cabe señalar que en los métodos de caracterización utilizados en este trabajo no se puede identificar plenamente la austenita secundaria (Calliari *et al.*, 2009). Mientras los porcentajes de Molibdeno aumentan y/o disminuyen en cada caso, aseverando que existe un proceso de transformación y crecimiento de fase *sigma* ( $\sigma$ ) en toda la matriz

ferrítica ( $\alpha$ ) con porcentajes relativamente parecidos mas no iguales en las microestructuras del material analizadas.

En resumen existen fases secundarias como  $\chi$ ,  $\alpha'$ ,  $\epsilon$ , y  $\mu$  que también pueden precipitar, pero su detección experimental es normalmente muy difícil debido a su bajo contenido relativo en la aleación (Badji *et al.*, 2008). Las aleaciones con bajo contenido de níquel, son microestructuras total o parcialmente ferríticas y son susceptibles de fragilización por exposición prolongada a temperaturas en el intervalo de 600°C a 900°C. Este comportamiento obedece a la transformación que la matriz ferrítica ( $\alpha$ ) experimenta parcialmente una formación de la fase intermedia denominada fase *sigma* ( $\sigma$ ), que puede ser muy perjudicial en muchas aplicaciones, debido a que fragiliza el material y permite una alta penetración de la corrosión. Sin embargo, la literatura especializada sobre la disolución de fase *sigma* ( $\sigma$ ) y más aún fase *Chi* ( $\chi$ ) en el acero a altas temperaturas es relativamente escasa (Topolska *et al.*, 2009), aún cuando el proceso reviste similar interés en el contexto de sus aplicaciones industriales.

Estas fases perjudiciales identificadas con el barrido de las muestras precipitaron en la interfase  $\alpha/\gamma$  y dentro de la matriz ferrita. La precipitación de las fases *sigma* ( $\sigma$ ) y *Chi* ( $\chi$ ) se vio influenciada principalmente por la fase ferrítica y sus porciones correspondientes de aleación elementos. La fase principal que se forma después del envejecimiento a 900°C es la fase *sigma* ( $\sigma$ ), que precipitó a lo largo de toda las interfases  $\alpha/\gamma$  y  $\alpha/\alpha$ , disminuyendo considerablemente los valores de ferrita ( $\alpha$ ). La fase *sigma* ( $\sigma$ ) son relativamente grandes brillantes y tienen una forma irregular. También se constató que este envejecimiento promueve la formación de la fase *Chi* ( $\chi$ ), que tiene una forma de coagulante y se precipita en el límite de grano o dentro de la fase *sigma* ( $\sigma$ ). De acuerdo con el análisis químico puntual del EDX, un

aumento del tiempo de envejecimiento provoca un enriquecimiento del Mo de las fases intermetálicas, especialmente en el caso de la fase *Chi* ( $\chi$ ) (Michalska *et al.*, 2006).

### **4.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN**

Para un mejor análisis de la microestructura del acero dúplex SAF 2507 se implementó la identificación de fases mediante el reconocimiento de la estructura cristalina de acuerdo a cada condición presente del material, esto puede lograrse utilizando la microscopía electrónica de transmisión (MET).

#### **4.3.1. PREPARACIÓN DE LOS FOILS**

Para un uso eficiente de este microscopio es necesario que las muestras de acero sean llevados a *foils* de 3mm de diámetro y 0,05mm de espesor, debido a que el MET debe atravesar el material con un haz de electrones para proyectar una imagen clara de las fases presentes en el material.

Para cada una de las condiciones de estudio se obtuvo de sus respectivas probetas 5 muestras de 10mm de diámetro y 0,8mm de espesor mediante la técnica de corte por hilo (inyección de agua), que consiste en dividir el material mediante descargas eléctricas producidas por 2 electrodos. Luego dichas muestras fueron llevadas a 50 $\mu$ m de espesor mediante el proceso de desbaste con lijas de grano 320, 400, 600, para luego ser troqueladas con el fin de obtener 7 *foils* de cada muestra, siendo un total de 35 *foils*. La razón de ésta cantidad se basa en poder conseguir las

condiciones ideales para el estudio del material, ya que durante la preparación previa al análisis en el MET se pierden muchos de los *foils*.

#### **4.3.2. ELECTRO-PULIDO POR DOBLE INYECCIÓN**

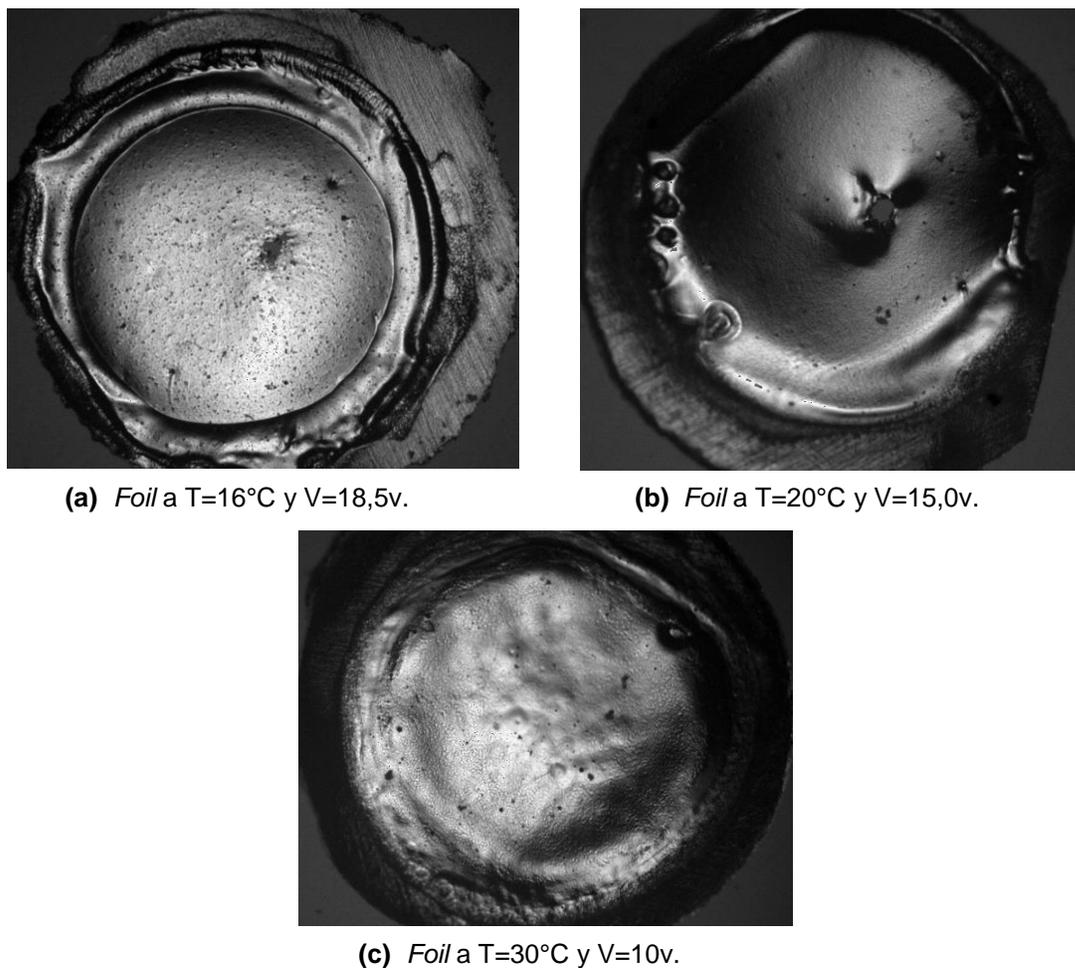
Una vez obtenido los *foils* de cada condición, estos fueron atacados por un proceso denominado electro-pulido por doble inyección mediante una electro-pulidora marca Struers modelo Tenupol-5. Esto tuvo como finalidad llevar las caras del *foil* a una capa ultra delgada, pulida y brillante para que el haz de electrones del MET pueda traspasarla sin perder nitidez en la estructura del material.

Para el uso del Tenupol-5 fue necesario principalmente calibrar el mismo con respecto al material de estudio, para este caso, al acero inoxidable dúplex SAF 2507, con el fin de conocer los valores exactos de la temperatura, voltaje y flujo. Para esto se necesitó realizar un mecanismo de ensayo y error del electro-pulido con varios *foils*, preferiblemente aquellas que poseen tratamiento térmico debido a que son más propensas a sufrir desgaste durante el proceso en el Tenupol-5. El ensayo consistió en buscar el voltaje adecuado para un perfecto pulido del *foil* en ambas caras y garantizando que el orificio producido por el flujo del reactivo se encuentre en el centro de la circunferencia del mismo. La tabla 4.6 muestra los valores de voltaje bajo ciertas condiciones de temperatura y flujo.

**Tabla 4.6.-** Voltajes obtenidos mediante la temperatura con una rata de flujo de 48.

<b>T (°C)</b>	<b>Volt (V)</b>	<b>Observaciones</b>
12	42,5	Quemada en ambas caras
13	30	Quemada en ambas caras pero en menor proporción que la anterior
14	20,5	Quemada en ambas caras pero en menor proporción que la anterior
16	18,5	Quemada en ambas caras pero en menor proporción que la anterior
18	17	Quemada en el centro y pulida en los bordes
20	15,0	Pulida y bien brillante
20,5	15,0	Pulida no tan brillante con respecto a la anterior
25	12,5	Pulida opaca
30	10	No hubo pulido

Comparando los valores de voltaje se obtiene que el que crea las mejores condiciones para su posterior análisis es a 20°C, 15V con una rata de flujo de 48. En la figura 4.10 se muestran imágenes de los *foils* después de la calibración del equipo:



**Figura 4.10.-** Imágenes de foils a varias condiciones de calibración del Tenupul-5 mediante un Microscopio Óptico con una magnificación de 50X.

Como se observa cualitativamente, el *foil* mostrado a  $T=20^{\circ}\text{C}$  y  $V=15,0\text{V}$  presentó las mejores condiciones para su posterior análisis con el MET, denotando una superficie limpia y brillante, y con el orificio producto de la inyección del reactivo lo más centrado posible.

Luego de haber obtenido los parámetros para el electro-pulido, se procedió a aplicárselos a todos los *foils* de cada condición de estudio, ubicándolas luego en porta-muestras para evitar cualquier contacto producido

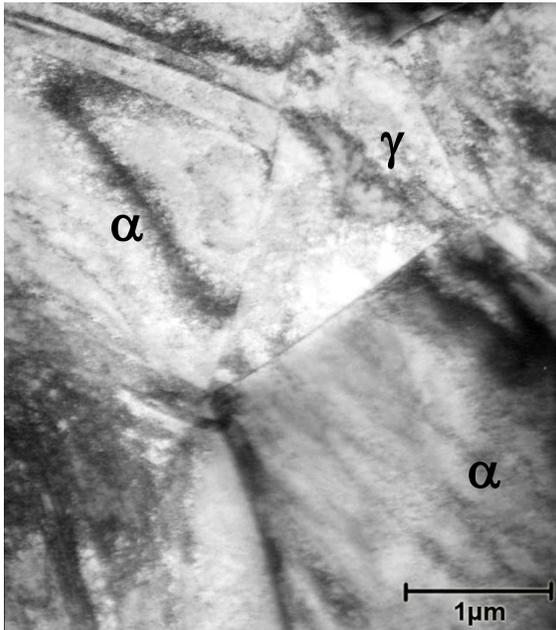
por la manipulación de los mismos y manteniéndolos así alejados de las condiciones ambientales.

#### **4.3.3. ANÁLISIS CUALITATIVO MEDIANTE EL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE TRANSMISIÓN**

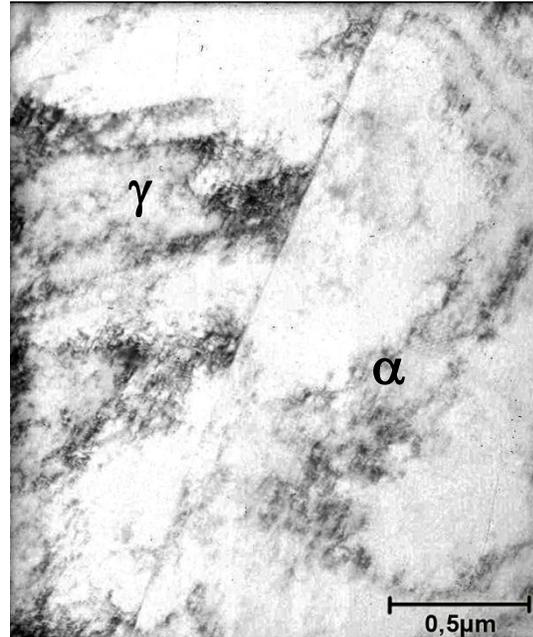
Mediante del uso del MET marca Hitachi, modelo H-600, se analizaron los distintos *foils* de cada condición de estudio, para conocer cada una de las fases presentes en la microestructura mediante una serie de micrografías tomadas en diferentes áreas y la obtención de patrones de difracción de haz de electrones de fases resaltantes en el material.

##### **4.3.3.1. ACERO DÚPLEX SAF 2507 EN ESTADO ORIGINAL**

La finalidad del estudio de esta condición es para conocer las fases originales del material, como lo son la austenita ( $\gamma$ ) y la ferrita ( $\alpha$ ). A continuación se observa las micrografías obtenidas de dicha condición de estudio.



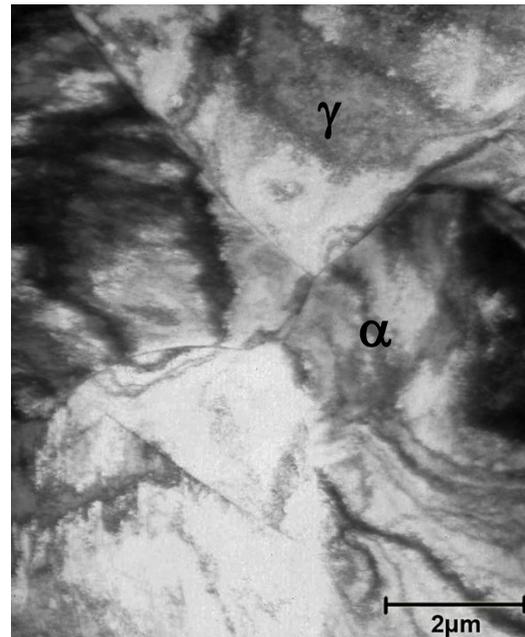
(a) Micrografía a 15000X.



(b) Micrografía a 40000X.



(c) Micrografía a 40000X.



(d) Micrografía a 10000X.

**Figura 4.11.-** Micrografías del Acero Inoxidable Dúplex 2507 en estado original.  
Reactivo utilizado: 1 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_2$ , 15 ml HCl al 37% y 50 ml de agua destilada).

En la micrografía 4.11 (a) se pudo observar una intersección de los límites granulares bien definidos, sin embargo, no se diferencian cualitativamente las fases presentes, posiblemente porque estas se encuentren en una zona de transición. Toda el área está llena de dislocaciones producto de deformaciones previas a su estudio. A su vez, se aprecia un plano de Maclas ubicado en la superficie inferior izquierda.

En la micrografía 4.11 (b) se apreció una interfase  $\alpha/\gamma$ , mejor conocido como límite de grano, en donde, se presencia abundantes aglomeraciones de dislocaciones del lado de la austenita ( $\gamma$ ) en comparación a la ferrita ( $\alpha$ ), así como también menudas bandas de deslizamiento a lo largo del grano.

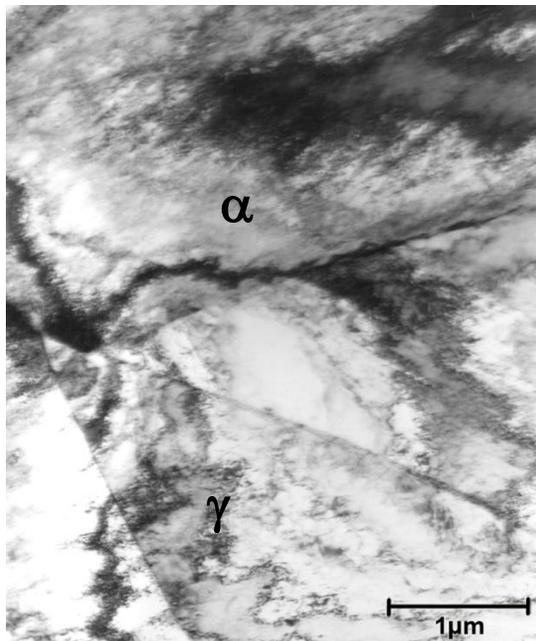
En la micrografía 4.11 (c) se observó un posible plano de Maclas. La razones de su aparición se basa en la existencia de límites paralelos entre si y siempre se encuentran incrustados en la estructura, sin presentar relieves como lo podrían mostrar otras fases. Normalmente se encuentra en la fase austenítica ( $\gamma$ ), con esto podría decirse que sus alrededores corresponden a dicha fase. En los límites del mismo existe aglomeración de dislocaciones bien definidas.

En la micrografía 4.11 (d) se observó claramente por el acabado del electropulido dos fases presentes. En las fases superior e inferior se observa aglomeración de dislocaciones siendo esta en menor cantidad que las ubicadas a los laterales. Sin embargo, su interfase  $\alpha/\gamma$  posee una apariencia superpuesta sobre la otra fase. Con estos detalles se puede decir cualitativamente que dicha fase podría ser la austenítica ( $\gamma$ ), debido a que posee mayor ductilidad, tiende a sufrir mayor deformación como dislocaciones con respecto a la ferrita ( $\alpha$ ). Por ende, la austenita es más densa y esto puede generar un relieve en sus límites de grano creando una apariencia de

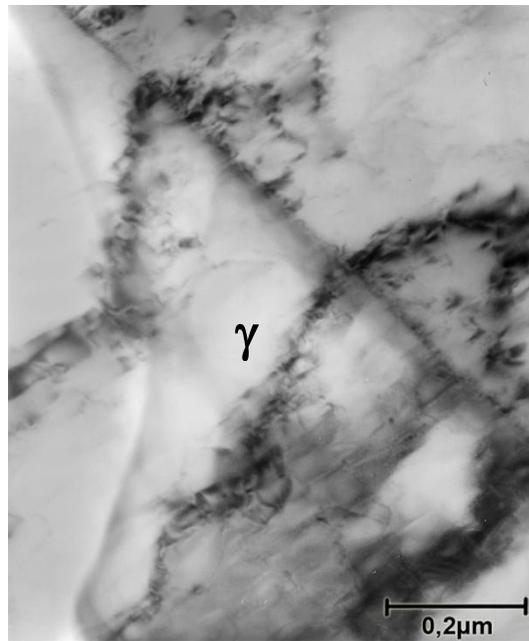
superposición. En cambio las fases granos laterales, se encuentran con una tonalidad más oscura con respecto a la austenita ( $\gamma$ ), la cual da derecho a suponer que es la fase ferrita ( $\alpha$ ).

#### 4.3.3.2. ACERO DÚPLEX SAF 2507 EN ESTADO SOLUBILIZADO.

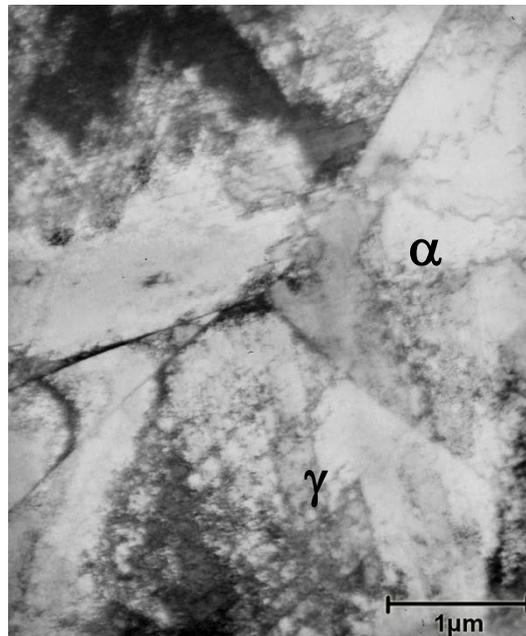
Se observaron las imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de transmisión para denotar las fases existentes en las muestras del material, tales como la austenita ( $\gamma$ ) y la ferrita ( $\alpha$ ), pero con un significativo alivio de tensiones ocasionadas al ser solubilizadas.



(a) Micrografía a 15000X.



(b) Micrografía a 80000X.



(c) Micrografía a 15000X.

**Figura 4.12.-** Micrografías del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 en estado solubilizado.

Reactivo utilizado: 1 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_2$ , 15 ml HCl al 37% y 50 ml de agua destilada

En la micrografía 4.12 (a) se observó un panorama general, donde se aprecian los límites de grano  $\gamma/\alpha$  perfectamente definidos así como también una mayor aglomeración de dislocaciones en ambas fases, sin embargo, se evidenciada en mayor cantidad en la zona austenítica ( $\gamma$ ), por ende la fase con menor cantidad vendría siendo la ferrítica ( $\alpha$ ).

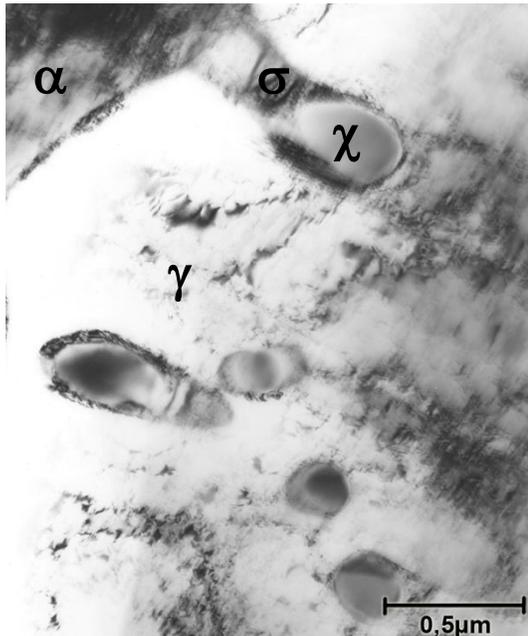
En la micrografía 4.12 (b) se denotan dos zonas, la austenita ( $\gamma$ ) en la parte superior con respecto a la interfase  $\gamma/\alpha$ , ya que esta fase posee un claro relieve con respecto a la inferior, que vendría siendo en este caso la matriz ferrítica ( $\alpha$ ). A su vez se puede apreciar una gran cantidad de dislocaciones, mayoritariamente alrededor de la interfase  $\gamma/\alpha$ .

En la micrografía 4.12 (c) se apreciaron unos límites de grano  $\gamma/\alpha$  bien definidos, a su vez, las dos fases presentes exhiben gran aglomeración de

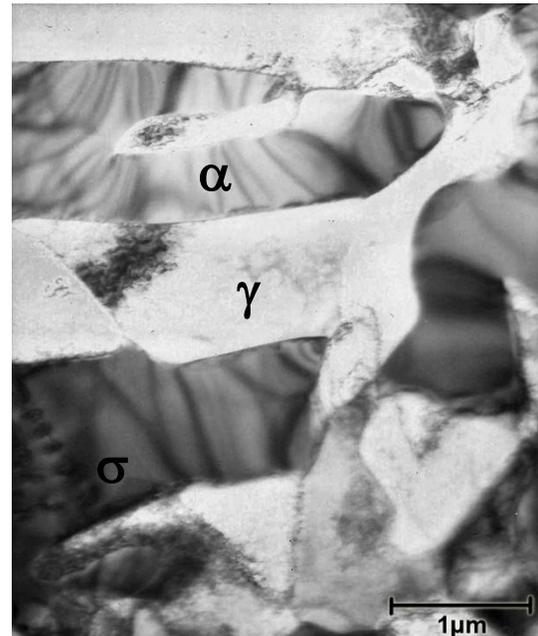
dislocaciones y se denota una estructura más compacta y homogenizada con mayor cantidad de bandas de deslizamiento alineadas paralelamente, las cuales, se pueden apreciar en la parte superior e inferior. Dichas bandas se aprecian claramente con inclinaciones diferentes en la fase austenítica ( $\gamma$ ), debido a que cada grano cristaliza de forma diferente, siendo esto lo que marca la diferencia entre un grano y otro (respectivo orden de cristalización). Los granos ubicados a los laterales sería en este caso la matriz ferrítica ( $\alpha$ ) debido a que estos poseen una menor cantidad de dislocaciones y bandas de deslizamiento con respecto a la austenita ( $\gamma$ ), debido a su baja ductilidad

#### **4.3.3.3. ACERO DÚPLEX SAF 2507 SOMETIDA A UN TRATAMIENTO TÉRMICO DE ENVEJECIMIENTO A 900 °C POR 0,1 HORAS.**

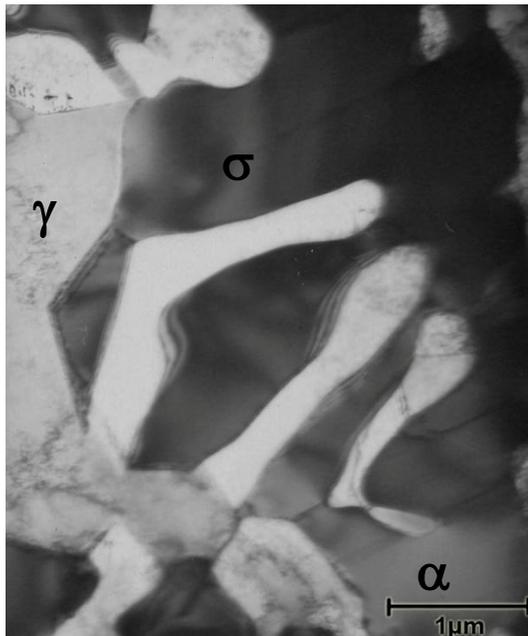
La finalidad del estudio fue en la primera condición de tratamiento térmico la búsqueda de las fases originales del material, como lo son la austenita ( $\gamma$ ) y la ferrita ( $\alpha$ ), pero bajo condiciones de tratamiento térmico existirán fases secundarias perjudiciales que precipitaron en el material, para nuestro caso de estudio puede ser posible que sean la fase *sigma* ( $\sigma$ ) y fase *chi* ( $\chi$ ), las cuales, se trataron de observar en las siguientes micrografías junto con otros precipitados y defectos.



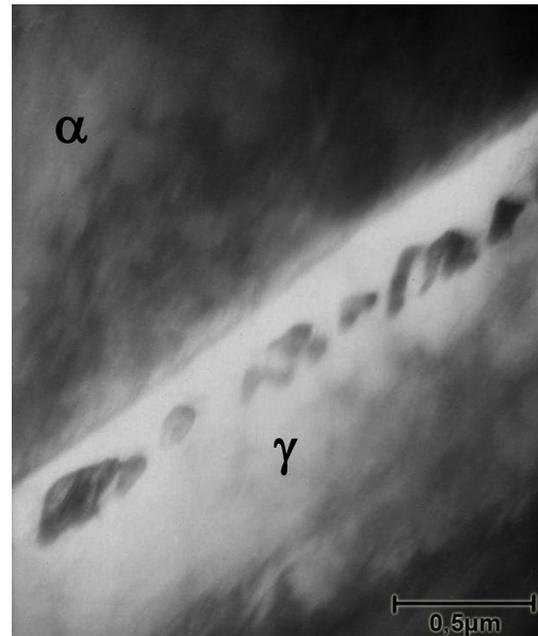
(a) Micrografía a 40000X.



(b) Micrografía a 15000X.



(c) Micrografía a 15000X.



(d) Micrografía a 40000X.

**Figura 4.13.-** Micrografías del acero inoxidable dúplex SAF 2507 sometidas a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900 °C por 0,1 horas.

Reactivo utilizado: 1 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_2$ , 15 ml HCl al 37% y 50 ml de agua destilada

En la micrografía 4.13 (a) se pudo observar pequeños precipitados nucleados discretamente, alrededor están cubiertas por una zona gruesa y oscura, pudiendo ser para este caso la fase sigma ( $\sigma$ ) ya que se encuentran muy cerca a la interfase  $\gamma/\alpha$ . Se presume que dichos precipitados correspondan a la fase *chi* ( $\chi$ ), debido a que Chen *et al.*, (2002) señalan que para la precipitación de *chi* ( $\chi$ ) es tal como se presenta en la micrografía en cuanto a morfología e apariencia, en donde esta se encuentra envuelta con la fase sigma ( $\sigma$ ), en una muestra tomada con un envejecimiento a 900°C durante 10 minutos. Esto nos dice que la disolución de estas partículas pequeñas, indican que la fase *chi* ( $\chi$ ) sea meta-estable y que se había formado en la etapa inicial del envejecimiento, transformándose en la fase ( $\sigma$ ) después de un envejecimiento prolongado.

Nótese que hay presencia de otros precipitados en la parte inferior, se presume que sean cromuros o carburos, ya que aparecen con una morfología diferente, siendo unos esféricos, ovalados y alargados. Mientras que la fase *chi* ( $\chi$ ) tiene un tamaño más grande y oscuro, y tiene un borde denso y negro, que este caso, corresponde a la fase *sigma* ( $\sigma$ ). Se presume también que la región de ferrita ( $\alpha$ ) adyacente a la fase intermetálica pudo transformarse en austenita secundaria ( $\gamma'$ ) debido al agotamiento de los elementos estabilizadores de la ferrita ( $\alpha$ ), como lo son el Cr y Mo.

En la micrografía 4.13 (b) se observó claramente la presencia de tres fases. La austenita ( $\gamma$ ) es la que se aprecia siempre a relieve, por ser más densa, coloración blanquecina y por poseer una fuerte aglomeración de dislocaciones. Es de hacer notar con respecto a que la ferrita ( $\alpha$ ) evidenciada con coloración gris oscura, que por ser más dura al mismo tiempo es más frágil, y se presume que aparecen facetas de clivaje en parte superior de la

micrografía en esta zona porque la ferrita ( $\alpha$ ) se ha fragilizado, creando una de formación de riachuelos como presencia de dichas facetas. Por su coloración oscura acentuada y mayor contraste se presenta la fase *sigma* ( $\sigma$ ) en el medio de la micrografía y el inicio de precipitación de dicha fase, lo que hace es fragilizarse, es decir, aparece una zona de descomposición dentro de la ferrita ( $\alpha$ ), en los bordes de grano que la involucran, para luego crecer hacia el interior de dicha fase rica en Cr y Mo.

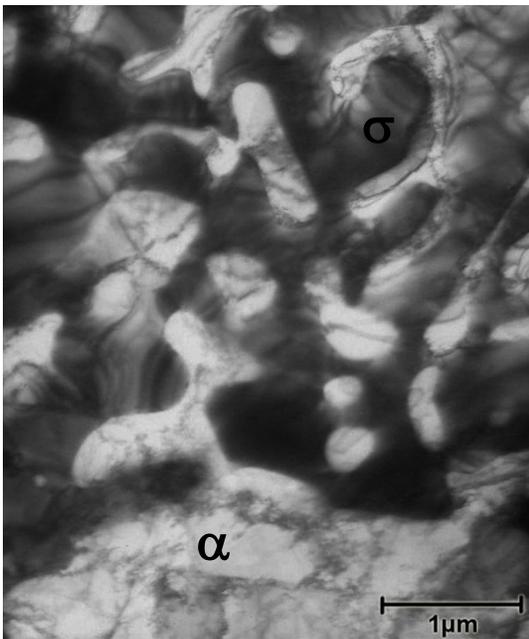
En la micrografía 4.13 (c) se observaron dos fases bien definidas. La fase austenítica ( $\gamma$ ) se muestra con gran aglomeración de dislocaciones, exhibiendo con su tonalidad blanquecina el relieve. Con respecto a la otra fase se presenta *sigma* ( $\sigma$ ) y se puede decir que es la zona con coloración negra, la cual, no se encuentra tan fraccionada pero ocupando el grano ferrítico en su totalidad. Cabe destacar que para poder observar la fase *chi* ( $\chi$ ) con ayuda de la microscopía electrónica de transmisión es muy probabilístico la detección de la misma.

En la micrografía 4.13 (d) se evidenció la formación de otras fases, se presumen que pudieran ser carburos tipo  $M_{23}C_6$ , el cual, precipita en el entorno de 827 y 1027 °C (Martin *et al.*, 2008). Su precipitación es muy rápida, requiere menos de un minuto. Se sitúa predominantemente en la interfase  $\gamma/\alpha$  y en menor proporción dentro de los granos de ferrita ( $\alpha$ ) o austenita ( $\gamma$ ). Esta alineación y formación de precipitados en las cercanías del borde de grano o plano de macla pueden ser a su vez un nitruro de cromo  $Cr_2N$  o  $CrN$ , los cuales, se presenta la precipitación y la detección de los mismos en un intervalo de temperaturas de comprendido entre los 700°C y 900°C dentro de los aceros inoxidable dúplex. El nitrógeno está implicado en la formación de diferentes fases secundarias, ya que al aumentar la temperatura, incrementa la solubilidad de éste en la ferrita ( $\alpha$ ), y al disminuir rápidamente la

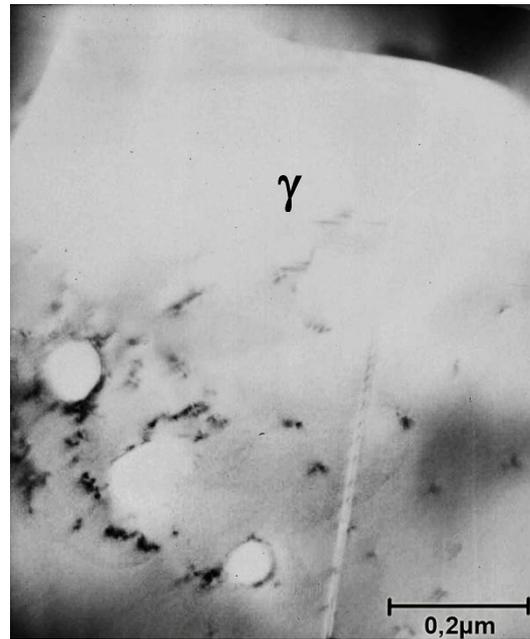
temperatura esta ferrita ( $\alpha$ ) queda sobresaturada de nitrógeno, lo que provoca la precipitación intergranular de  $\text{Cr}_2\text{N}$ . (Rodríguez *et al.*, 2004).

#### 4.3.3.4. ACERO DÚPLEX SAF 2507 SOMETIDA A UN TRATAMIENTO TÉRMICO DE ENVEJECIMIENTO A 900 °C POR 0,2 HORAS

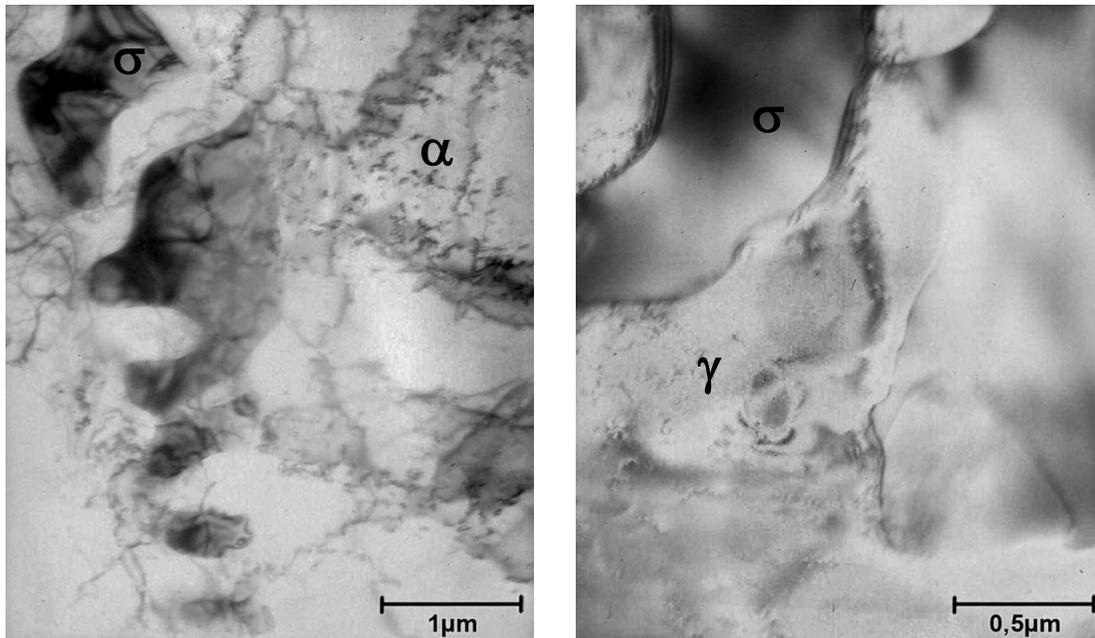
La finalidad del estudio en su segunda condición de tratamiento térmico, aparte de la búsqueda de las fases originales de la muestra, como lo son la austenita ( $\gamma$ ) y la ferrita ( $\alpha$ ), es la transformación de fases secundarias que precipitaron en el material ocasionado por el tratamiento térmico. Para nuestro caso de estudio viene siendo la fase *sigma* ( $\sigma$ ). En la figura 4.14 se muestran las micrografías para la esta condición de estudio.



(a) Micrografía a 15000X.



(b) Micrografía a 80000X.



(c) Micrografía a 15000X.

(d) Micrografía a 40000X.

**Figura 4.14.-** Micrografías del acero inoxidable dúplex SAF 2507 sometidas a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900 °C por 0,2 horas.

Reactivo utilizado: 1 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_2$ , 15 ml HCl al 37% y 50 ml de agua destilada

En la micrografía 4.14 (a) la fase *sigma* ( $\sigma$ ) se observa completamente fragmentada, con zonas oscuras dentro de toda la matriz ferrítica ( $\alpha$ ), se visualiza el proceso de transformación de la ferrita ( $\alpha$ ) de los *foils*, que denotó en comparación al principio y tras avanzar en diferentes tiempos de tratamiento térmico que si existe la transformación de ferrita ( $\alpha$ ) (fase magnética) en fase *sigma* ( $\sigma$ ) (fase no magnética) originada por la transformación de una en otra. Zonas de mayor oscuridad evidencian una transformación casi completa de la fase dentro de los granos.

En la micrografía 4.14 (b) se denotan unos precipitados muy claros, se presumen que sean cromuros o carburos con formas ovaladas alargadas, con dislocaciones circundantes por presentar ser zonas de máxima concentración, debido a que el límite de grano se encuentra alejado de las precipitaciones y

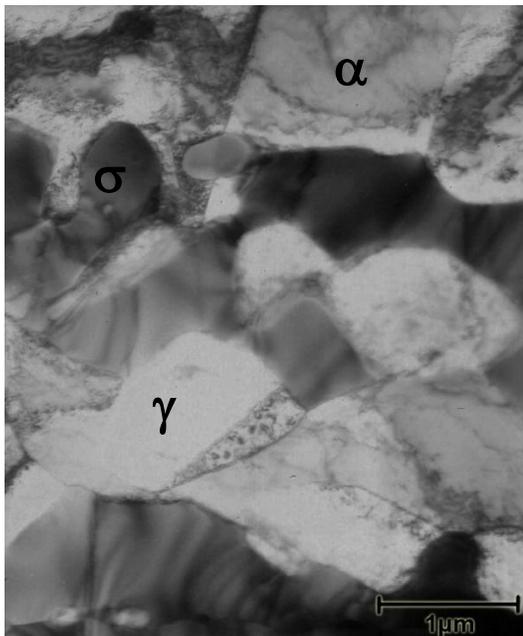
las dislocaciones prefieren agruparse con los precipitados o en otro caso desplazarse hacia la interfase  $\gamma/\alpha$ .

En la micrografía 4.14 (c) la fase *sigma* ( $\sigma$ ) representada por la zona oscura en contraste y sobrepuesta por el relieve producido por la densidad de la composición austenítica ( $\gamma$ ), la cual, está acompañada con un gran número de dislocaciones y separada por un borde de grano bien definido de la matriz ferrítica ( $\alpha$ ). Se aclara que todos los materiales presentan inicialmente una microestructura bifásica formada por austenita ( $\gamma$ ) y ferrita ( $\alpha$ ). Para el caso del SAF 2507, la transformación de la fase *sigma* ( $\sigma$ ) aparece en menor tiempo a una temperatura 900°C con respecto a otros aceros dúplex. (Rodríguez *et al.*, 2004).

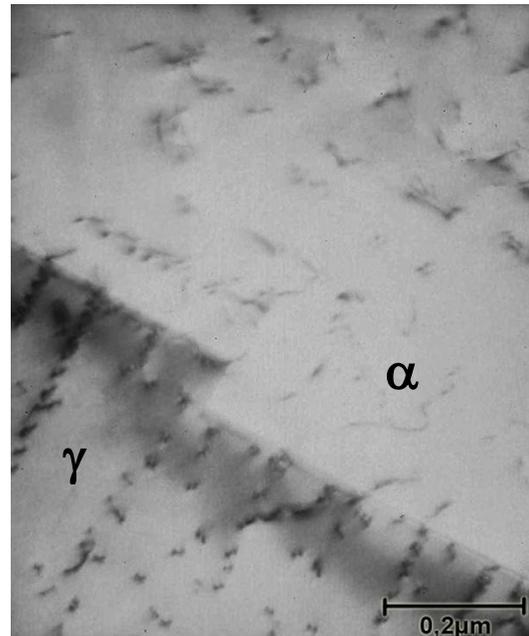
En la micrografía 4.14 (d) se observó un precipitado ovalado alargado dentro de la zona austenítica ( $\gamma$ ), dicha zona se caracteriza por la aglomeración alineada de gran cantidad de dislocaciones. En la parte superior se encuentra la fase *sigma* ( $\sigma$ ). Cabe destacar que los precipitados no se caracterizaron, sin embargo de manera cualitativa se presumen que sean cromuros o nitruros por morfología, coloración y tiempo en donde suelen aparecer estos precipitados (Chen *et al.*, 2002).

#### 4.3.3.5. ACERO DÚPLEX SAF 2507 SOMETIDA A UN TRATAMIENTO TÉRMICO DE ENVEJECIMIENTO A 900 °C POR 0,3 HORAS

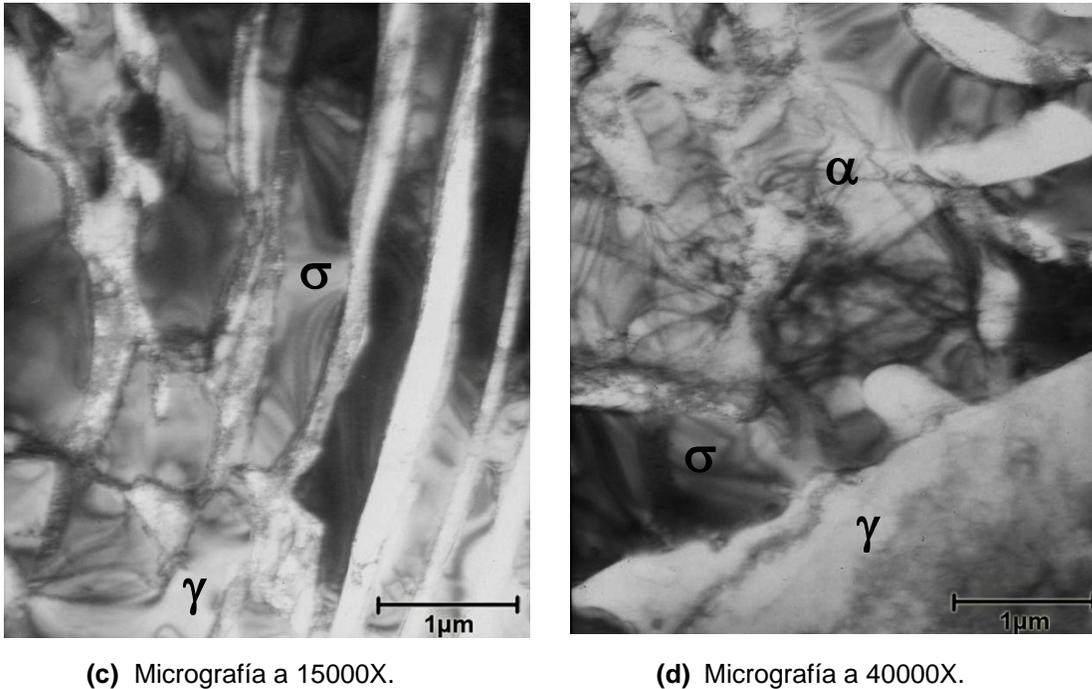
La finalidad del estudio en su tercera condición de tratamiento térmico, aparte de la búsqueda de las fases originales de la muestra, como lo son la austenita ( $\gamma$ ) y la ferrita ( $\alpha$ ), es la transformación de fases secundarias que precipitaron en el material ocasionado por el tratamiento térmico. Para nuestro caso de estudio viene siendo la fase *sigma* ( $\sigma$ ). En la figura 4.15 se muestran las micrografías para la esta condición de estudio.



(a) Micrografía a 15000X.



(b) Micrografía a 80000X.



(c) Micrografía a 15000X.

(d) Micrografía a 40000X.

**Figura 4.15.-** Micrografías del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 sometidas a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900 °C por 0,3 horas.

Reactivo utilizado: 1 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_2$ , 15 ml HCl al 37% y 50 ml de agua destilada).

En la micrografía 4.15 (a) se muestra a la austenita ( $\gamma$ ) con apariencia de islas incrustadas en la ferrita ( $\alpha$ ) de apariencia grisácea y un precipitado secundario, que se presume de manera cualitativa sea un carburo o nitruro por su coloración y morfología. La ferrita ( $\alpha$ ) e intermetálicos se distinguen por el contraste de color gris y oscuro, respectivamente, mientras que las regiones de la austenita ( $\gamma$ ) fueron resaltadas poco y aparecieron como áreas de color blanco. Los cambios micro-estructurales en envejecimiento isotérmico a 900°C durante 18 min demuestran que hubo tiempo suficiente para constatar que la fase *sigma* ( $\sigma$ ) se produjera. Las partículas individuales de la fase secundaria se precipitaron sobre todo en la interfase  $\gamma/\alpha$  y penetraron a la matriz ferrítica ( $\alpha$ ). Estas interfaces son conocidas como sitios de nucleación preferencial para la precipitación heterogénea de la fase *sigma* ( $\sigma$ ).

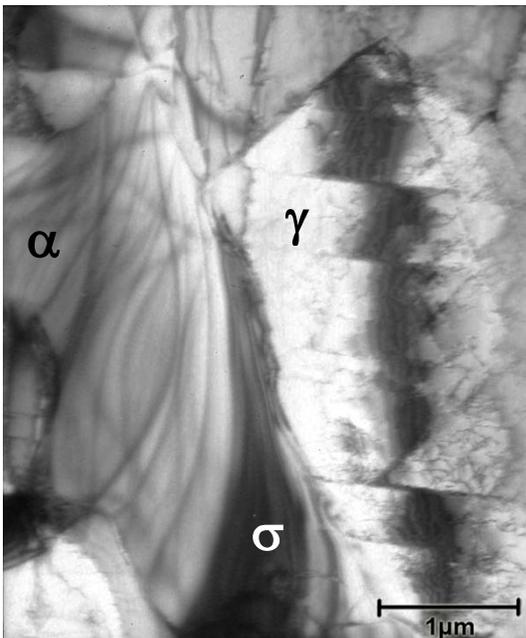
En la micrografía 4.15 (b) las dislocaciones no pasan de un grano a otro, ellas se desplazan hacia el límite de grano lo que hace que este se engrose. Las dislocaciones son formadas por efecto de fabricación del material, entonces son zonas endurecidas, en el caso de existir algún precipitado, éste tratará de estar cerca de las dislocaciones para acabar de endurecer al material.

En la micrografía 4.15 (c) los granos de fase *sigma* ( $\sigma$ ) son muy alargados y orientados en la dirección a algún proceso de fabricación del material, aunque con este tratamiento térmico de 900°C, se ha observado la presencia de fase *sigma* ( $\sigma$ ) rodeada de austenita ( $\gamma$ ), con una morfología típica de una reacción eutectoide. En este último caso, durante la transición de la transformación de fase ferrítica ( $\alpha$ ) a fase *sigma* ( $\sigma$ ), la ferrita ( $\alpha$ ) se empobrece de elementos alógenos produciéndose su desestabilización y posterior transformación a la presunta austenita secundaria ( $\gamma'$ ) (Chen *et al.*, 2002).

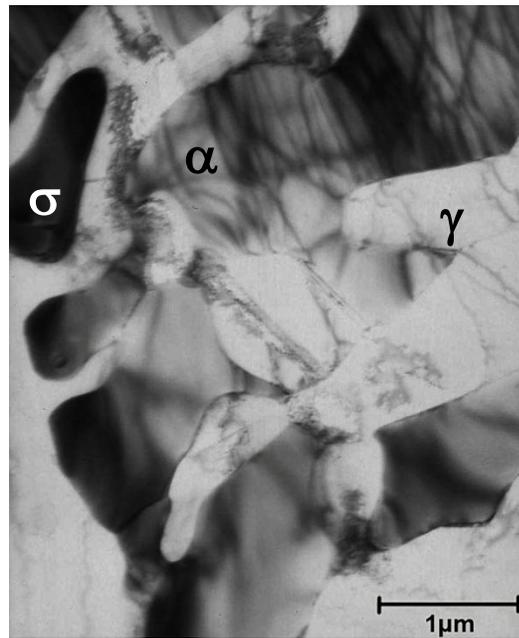
En la micrografía 4.15 (d) se observa la misma relación que se ha mostrado en micrografías anteriores, interfases  $\gamma/\alpha$  y  $\alpha/\alpha$ , fase *sigma* ( $\sigma$ ) fragmentada, aglomeración de dislocaciones presentes en la austenita ( $\gamma$ ) y matriz ferrítica ( $\alpha$ ) en transformación. Se deduce que con el transcurso de los tratamientos térmicos de envejecimiento a 900°C el acero inoxidable dúplex no tan sólo aparecen mecanismos de ablandamiento estático sino que simultáneamente pueden precipitar fases intermetálicas, siendo la fase *sigma* ( $\sigma$ ) y la fase *chi* ( $\chi$ ) las más frecuentes (Badji, 2008). En esta condición de tratamiento analizada, ninguno de los *foils* permitió detectar la formación de fase *chi* ( $\chi$ ) por exceder el límite de tiempo para su formación y dar paso a su transformación en otra fase.

#### 4.3.3.6. ACERO DÚPLEX SAF 2507 SOMETIDA A UN TRATAMIENTO TÉRMICO DE ENVEJECIMIENTO A 900 °C POR 0,4 HORAS

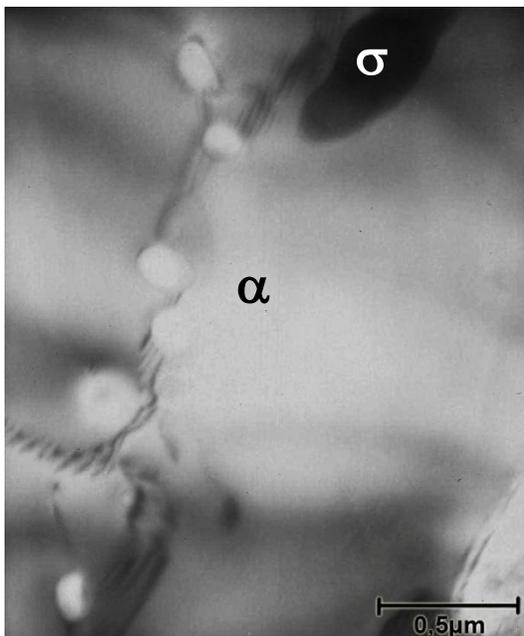
La finalidad del estudio en su última condición de tratamiento térmico, aparte de la identificación las fases auserntita ( $\gamma$ ) y ferrita ( $\alpha$ ), fue también en la observación de la evolución de fases secundarias perjudiciales que precipitaron en el material, para nuestro caso de estudio la fase *sigma* ( $\sigma$ ), el cual, se puede observar en las siguientes micrografías junto con otros precipitados y defectos.



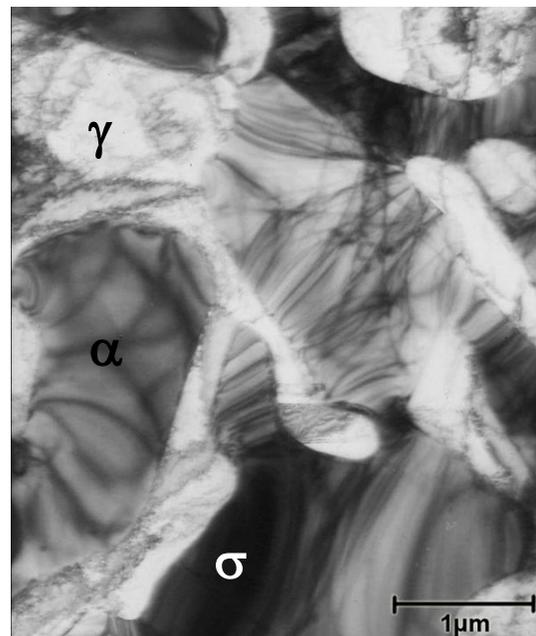
(a) Micrografía a 15000X.



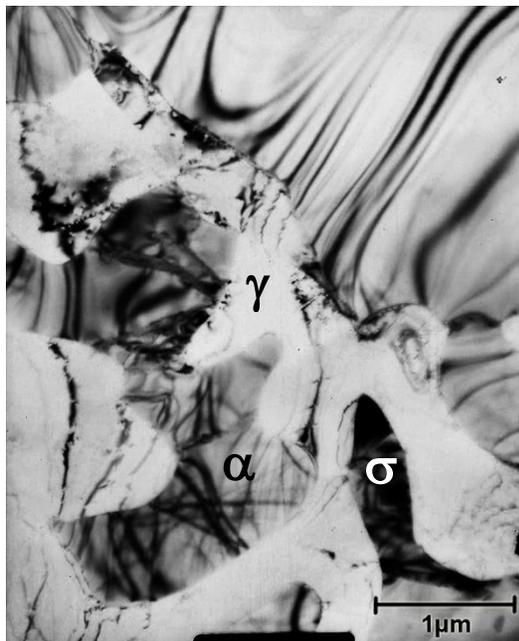
(b) Micrografía a 15000X.



(c) Micrografía a 40000X.



(d) Micrografía a 15000X.



(e) Micrografía a 15000X.

**Figura 4.16.-** Micrografías del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 sometidas a un tratamiento térmico de envejecimiento a 900 °C por 0,4 horas.

Reactivo utilizado: 1 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_2$ , 15 ml HCl al 37% y 50 ml de agua destilada).

En la micrografía 4.16 (a) se aprecia la presencia de las tres fases: en el lado izquierdo se encuentra la ferrita ( $\alpha$ ) se presume que esté transformándose en *sigma* ( $\sigma$ ). En esta se observan líneas curvas en toda su superficie, esto es causado por la interacción del haz de electrones con la muestra. También se observa la fase *sigma* ( $\sigma$ ) creciendo a partir del borde de grano hacia al interior de la ferrita ( $\alpha$ ) y por último se evidencia la austenita ( $\gamma$ ) fragmentada con gran aglomeración de dislocaciones y grietas que crecen de la fase austenítica ( $\gamma$ ) hacia dentro.

En la micrografía 4.16 (b) se denotan bien definidos los límites de granos y se resalta en relieve la fase austenítica ( $\gamma$ ) con una aglomeración de dislocaciones. En la zona oscura también se encuentran una partícula desconocida, lo cual, denota también pueden aparecer precipitados sobre la fase *sigma* ( $\sigma$ ).

En la micrografía 4.16 (c) se aprecia un límite de grano bien definido y una amplia zona ferrítica ( $\alpha$ ), en la que se ven la formación de precipitados, pero preferiblemente estos precipitados se forman muy cerca de la interfase  $\alpha/\alpha$ . Se pueden formar en los límites de la fase en algunos casos sobre la misma, debido a que los precipitados tienden a aparecer en las zonas de concentración de energía, tales como límites de grano o límites de macla en su defecto y posteriormente las dislocaciones presentes tienden a rodearlos tal como se evidencia en la micrografía.

En la micrografía 4.16 (d) se observaron bien definidos los límites de granos y se resalta en relieve la fase austenítica ( $\gamma$ ) con una aglomeración de dislocaciones y bandas de deslizamiento acentuadas. En la zona oscura también se nota el mismo defecto del microscopio mencionado en la figura

4.16 (a) y la matriz tiende a verse más fragmentada mostrando un claro crecimiento y compactación de la fase *sigma* ( $\sigma$ ).

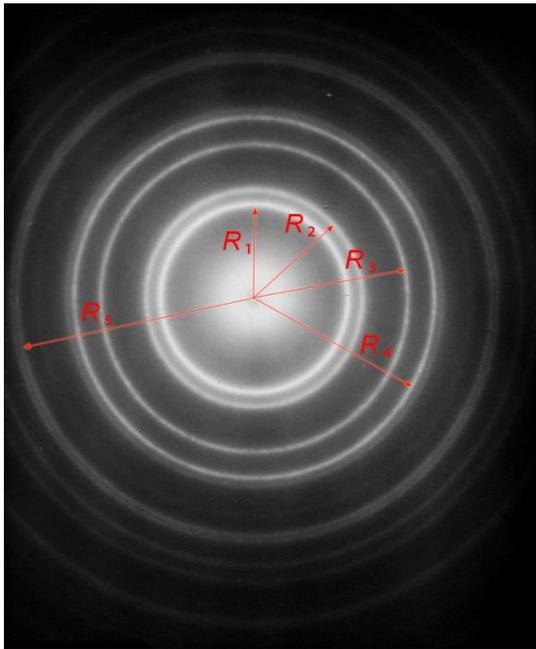
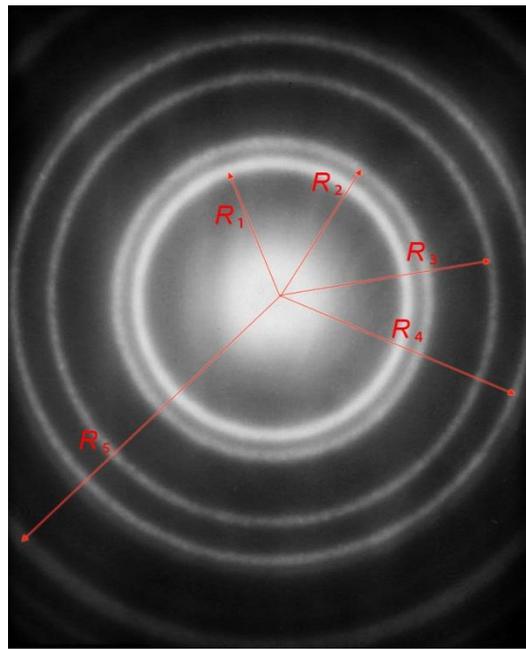
En la micrografía 4.16 (e) se observaron unas bandas de deslizamiento bien definidas de distintas formas y con acentuada formación en los borde de grano, que a su vez tienden a engrosar al límite de grano, por efecto del desplazamiento de las mismas y aglomeración de dislocaciones que terminan endureciendo y resaltando la fase austenítica ( $\gamma$ ). En presencia del mismo defecto del microscopio mencionado en la figura 4.16 (a), se denotan las mismas líneas dentro de la fase *sigma* ( $\sigma$ ), y la matriz tiende a verse más fragmentada mostrando un claro crecimiento y compactación de dicha fase.

#### **4.3.4. ANÁLISIS DE LA MICROESTRUCTURA MEDIANTE PATRÓN DE DIFRACCIÓN POR HAZ DE ELECTRONES**

Una identificación fiable de las fases presentes en la microestructura del acero dúplex SAF 2507 es a través del patrón de difracción de los mismos, para obtener así los índices de Miller y estructura correspondiente según la red de Bravais (Edington, 1985).

##### **4.3.4.1. CALIBRACIÓN DE LA CONSTANTE DE CÁMARA**

En la figura 4.17 se muestran las micrografías correspondientes a las 2 constantes de cámara calibrada que se usaron para el análisis de los *foils* de acero dúplex SAF 2507. El material utilizado como patrón para la calibración será oro (Au), ya que este presenta índices h, k y l conocidos para cada anillo del patrón poli-cristalino, y por lo tanto, se puede obtener las constantes de cámara calibrada con sus respectivos márgenes de error.

(a) Para  $L = 0,8\text{m}$ .(b) Para  $L = 1,2\text{m}$ .

4.17.- Patrón de Oro para calibrar las constantes de cámara utilizadas en el análisis de los foils del Acero Dúplex SAF 2507.

Tabla 4.7.- Longitud de los radios del patrón de Oro para cada longitud de cámara.

PATRÓN DE ORO CON $L = 0,8\text{m}$		PATRÓN DE ORO CON $L = 1,2\text{m}$	
Radios	Longitud de vectores (mm)		Longitud de vectores (mm)
$R_1$	12,7261	$R_1$	18,5038
$R_2$	14,6652	$R_2$	21,3390
$R_3$	21,0477	$R_3$	30,6777
$R_4$	24,5946	$R_4$	35,5240
$R_5$	32,5276	$R_5$	36,5000

**Tabla 4.8.-** Datos del MET y del patrón de Oro (Edington, 1985).

<b>Tensión de Aceleración</b>	<b>V (KV)</b>	<b>100</b>
<b>Longitud de onda relativa</b>	$\lambda$ (Å)	0,0370
<b>Longitud de la cámara (L=1,2m)</b>	L (mm)	1200
<b>Longitud de la cámara (L=0,8m)</b>	L (mm)	800
<b>Parámetro de Red</b>	a (Å)	4,0783

#### 4.3.4.1.1. CÁLCULOS PARA PATRÓN DE ORO L = 1,2m

Se procedió a calcular las relaciones paramétricas  $(R_n/R_1)^2$  para los anillos  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_4$  y  $R_5$ , explicada en el capítulo 2. El valor obtenido fue redondeado a su entero más cercano y luego se pasó a fracción, tomando en cuenta que tanto el divisor como el dividendo sean posibles valores de  $h^2 + k^2 + l^2$ , tal como se indica en la tabla 2.8, tal como se muestra en la tabla 4.9.

**Tabla 4.9.-** Relaciones paramétricas del patrón de Oro (L = 1,2m).

<b>Relaciones Paramétricas</b>	<b>Resultado entero</b>	<b>Fracción</b>
$(R_1/R_1)^2$	1	4/4
$(R_2/R_1)^2$	1	4/4
$(R_3/R_1)^2$	2	8/4
$(R_4/R_1)^2$	2	8/4
$(R_5/R_1)^2$	3	12/4

De acuerdo con la tabla 4.9, se calculó los índices de Miller correspondientes a cada divisor y dividendo resultante de la relación paramétrica, considerando que deben pertenecer a los índices para una estructura FCC, tal como se muestra en la siguiente tabla:

**Tabla 4.10.-** Índices de Miller  $h$ ,  $k$ , y  $l$  para cada anillo del patrón de Oro ( $L = 1,2\text{m}$ )

Anillo	Relaciones Paramétricas	Índices de Miller $h, k, y l$
$R_1$	$(R_1/R_1)^2$	(2 0 0)
$R_2$	$(R_2/R_1)^2$	(2 0 0)
$R_3$	$(R_3/R_1)^2$	(2 2 0)
$R_4$	$(R_4/R_1)^2$	(2 2 0)
$R_5$	$(R_5/R_1)^2$	(2 2 2)

Ya que la estructura cristalina del oro es FCC, mediante la ecuación (3), se calculó las distancias interplanares  $d_{hkl}$  para cada anillo del patrón de difracción, tomando en cuenta los índices de Miller obtenidos en la tabla 4.10 y el parámetro de red para dicha estructura ( $a = 4,070\text{Å}$ ), tal como se muestra en la siguiente tabla:

**Tabla 4.11.-** Distancias interplanares  $d_{hkl}$  para cada anillo del patrón de Oro ( $L = 1,2\text{m}$ )

Anillo	$d_{hkl}$ (Å)
$R_1$	1,0175
$R_2$	1,0175
$R_3$	0,5086
$R_4$	0,5086
$R_5$	0,3392

Ahora bien, despejando  $\lambda \times L$  (constantes de cámara para cada condición) de la ecuación (2) se obtuvo lo siguiente:

$$\lambda \times L = R_n \times d_{nc} \quad (14)$$

Con los índices de Miller de la tabla 4.11, se calculó la constante de cámara calibrada  $\lambda \times L$  para cada anillo del patrón de oro mediante la ecuación (4). En la tabla siguiente muestra los valores obtenidos:

**Tabla 4.12.-** Valores de  $\lambda \times L$  para cada anillo del patrón de Oro ( $L = 1,2m$ ).

Anillos	$\lambda \times L$ (Å*mm)
$R_1$	14,9523
$R_2$	10,7299
$R_3$	12,5380
$R_4$	11,0548
$R_5$	12,9752

De modo tal de obtener un único valor de  $\lambda \times L$  para su posterior uso, se realizó un promedio de los 5 valores obtenidos correspondientes a cada anillo del patrón de oro ( $L = 1,2m$ ) ubicados en la tabla 4.12. Dicho promedio calculó mediante la ecuación (5):

$$\overline{\lambda \times L} = \frac{\sum(\lambda \times L)_n}{n} \quad (15)$$

$$\overline{\lambda \times L} = 12,4500 \text{ Å} \cdot mm \quad (16)$$

El valor obtenido en la ecuación (6) es la Constante de Cámara Calibrada (para  $L = 1,2m$ ) que será utilizada para el cálculo de las distancias interplanares de las micrografías obtenidas para cada condición.

#### 4.3.4.1.2. CÁLCULOS PARA PATRÓN DE ORO $L = 0,8m$ .

Se procedió a calcular las relaciones paramétricas  $(R_n/R_1)^2$  para los anillos  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_4$  y  $R_5$ . Los resultados se muestran en la tabla 4.13:

**Tabla 4.13.-** Relaciones paramétricas del patrón de Oro ( $L = 0,8\text{m}$ ).

Relaciones Paramétricas	Resultado entero	Fracción
$(R_1/R_1)^2$	1	4/4
$(R_2/R_1)^2$	1	4/4
$(R_3/R_1)^2$	2	8/4
$(R_4/R_1)^2$	2	8/4
$(R_5/R_1)^2$	2	8/4

De acuerdo con la tabla 4.13, se calculó los índices de Miller correspondientes a cada divisor y dividendo resultante de la relación paramétrica, considerando que deben pertenecer a los índices para una estructura FCC, tal como se muestra en la siguiente tabla:

**Tabla 4.14.-** Índices de Miller  $h$ ,  $k$ , y  $l$  para cada anillo del patrón de oro ( $L = 0,8\text{m}$ ).

Anillo	Relaciones Paramétricas	Índices de Miller $h$ , $k$ , y $l$
$R_1$	$(R_1/R_1)^2$	(2 0 0)
$R_2$	$(R_2/R_1)^2$	(2 0 0)
$R_3$	$(R_3/R_1)^2$	(2 2 0)
$R_4$	$(R_4/R_1)^2$	(2 2 0)
$R_5$	$(R_5/R_1)^2$	(2 2 0)

Mediante la ecuación (3), se calculó las distancias interplanares  $d_{hkl}$  para cada anillo del patrón de difracción, tomando en cuenta los índices de Miller obtenidos en la tabla 4.14 y el parámetro de red para dicha estructura ( $a = 4,070\text{Å}$ ), tal como se muestra en la siguiente tabla:

**Tabla 4.15.-** Distancias interplanares  $d_{hkl}$  para cada anillo del patrón de oro ( $L = 0,8m$ ).

Anillo	$d_{hkl}$ (Å)
$R_1$	1,0750
$R_2$	1,0750
$R_3$	0,5086
$R_4$	0,5086
$R_5$	0,5086

Con los índices de Miller de la tabla 4.15, se calculó la constante de cámara calibrada  $\lambda \times L$  para cada anillo del patrón de oro mediante la ecuación (4). En la tabla siguiente muestra los valores obtenidos:

**Tabla 4.16.-** Valores de  $\lambda \times L$  para cada anillo del patrón de Oro ( $L = 0,8$ ).

Anillos	$\lambda \times L$ (Å*mm)
$R_1$	21,7567
$R_2$	15,6391
$R_3$	18,1097
$R_4$	18,6072
$R_5$	18,8660

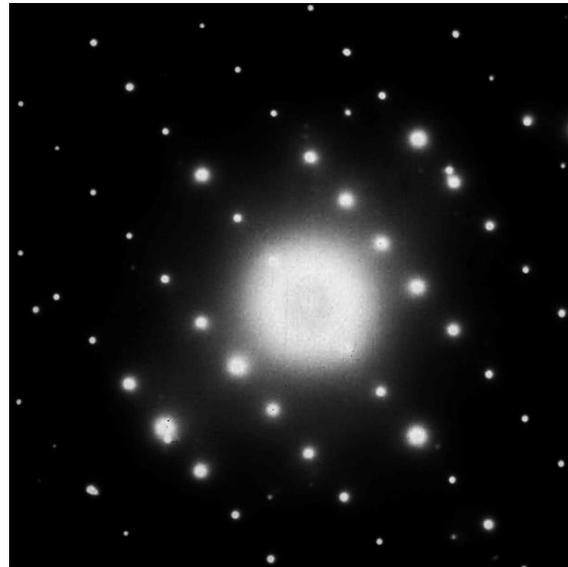
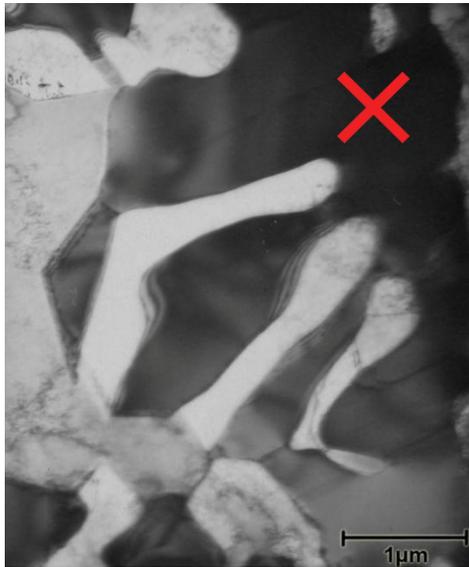
Se calculó el promedio del valor de  $\lambda \times L$  del patrón de oro ( $L = 0,8$ ) de la tabla 4.16 mediante la ecuación (5), obteniendo el siguiente resultado:

$$\overline{\lambda \times L} = 18,5958 \text{ Å} \cdot \text{mm} \quad (17)$$

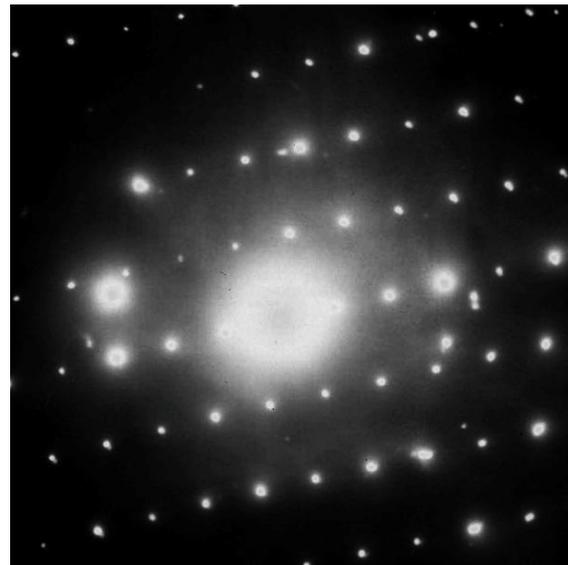
El valor obtenido en la ecuación (7) es la Constante de Cámara Calibrada (para  $L = 0,8m$ ) que será utilizada para el cálculo de las distancias interplanares de las micrografías obtenidas para cada condición.

#### 4.3.4.2. INDEXACIÓN DE LOS PATRONES DE DIFRACCIÓN

En la figura 4.18 se muestran los 5 patrones de difracción tomados durante el análisis en el MET:



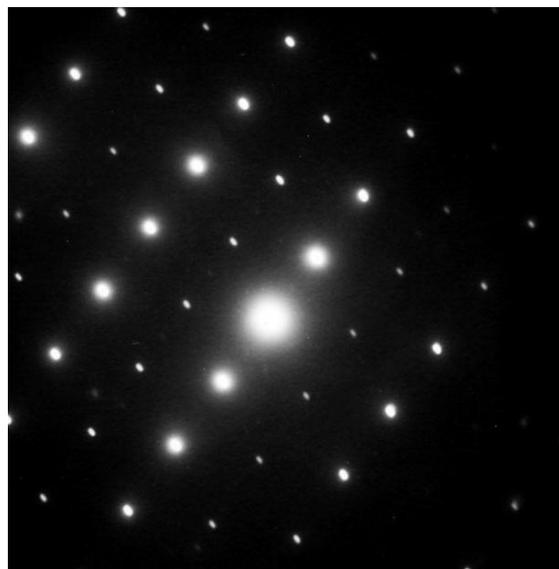
(a) Estructura tetragonal de la fase oscura ( $L = 1,2m$ ). Condición de TT a 0,1 horas.



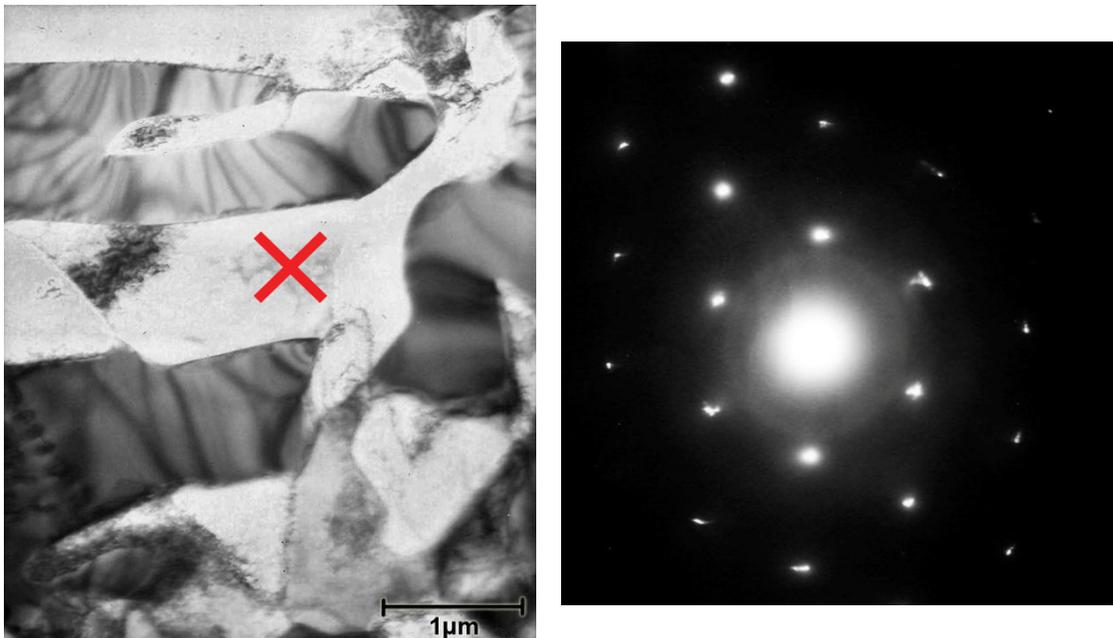
(b) Estructura tetragonal de fase oscura ( $L = 1,2m$ ). Condición de TT a 0,2 horas.



**(c)** Estructura cúbica fase clara ( $L = 1,2\mu\text{m}$ ). Condición de TT a 0,2 horas.



**(d)** Presencia de 2 estructuras en la fase oscura: Cúbica y tetragonal ( $L = 1,2\mu\text{m}$ ). Condición de TT a 0,4 horas.



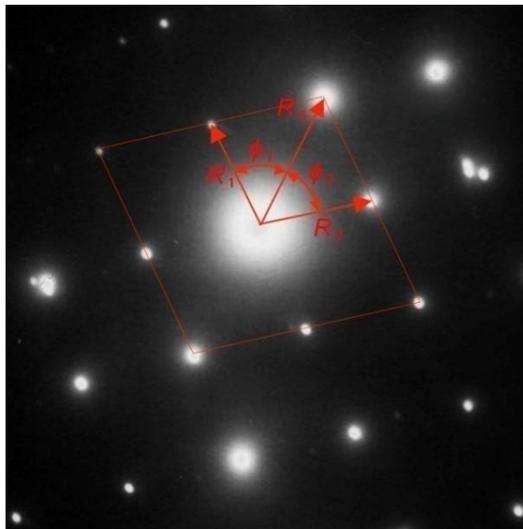
(e) Estructura cúbica de una zona clara ( $L = 0,8\text{m}$ ). Condición de TT a 0,1 horas.

**Figura 4.18.-** Patrones de Difracción para cada fase observada durante el MET.

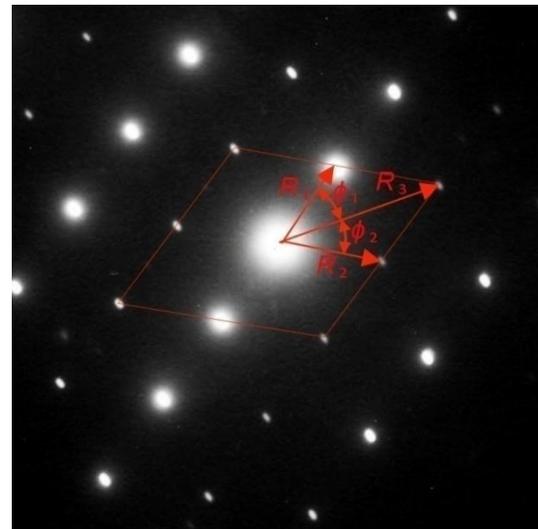
Las cruces ubicadas en las figuras 4.18. (a), (b), (c), (d) y (e) indican el área donde fue realizada la difracción por haz de electrones, dando como resultado los patrones ubicados a la derecha de ellos. En cada uno se puede apreciar claramente el haz transmitido ubicado en el centro del patrón cristalográfico, siendo este el punto con mayor brillo en la micrografía, los demás vienen reflexiones. Si se observan detenidamente las reflexiones que rodean al haz transmitido se puede apreciar la estructura cristalográfica a la que la fase pertenece, tales como cúbica, tetragonal, ortorrómbica, etc. Con eso y la apreciación cualitativa de la zona difractada se puede determinar la posible fase a la que esta pertenece.

#### 4.3.4.2.1. INDEXACIÓN DE ESTRUCTURA CÚBICA

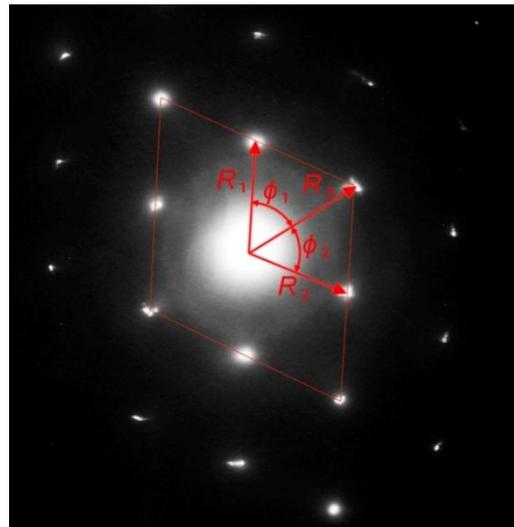
Para el patrón de la figura 4.18 (c), (d) y (e), se obtuvo las medidas de los vectores y los ángulos entre ellos correspondientes a cada unos, mediante las cotas que se muestran en la figura 4.19:



(a) Cotas de Fig. 4.18. (c).



(b) Cotas de Fig. 4.18. (d).



(c) Cotas de Fig. 4.18. (e).

**Figura 4.19.-** Vectores  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  correspondientes a cada patrón de difracción de estructura cúbica, junto con los ángulos  $\phi_1$  y  $\phi_2$ .

En las siguientes tablas se muestran las dimensiones de los vectores  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  y los ángulos  $\phi_1$  y  $\phi_2$  de los patrones de difracción de estructura cúbica:

**Tabla 4.17.-** Datos del patrón de difracción de la Figura 4.19 (a).

<b>Dimensiones de los Vectores (mm)</b>		<b>Ángulos Inter-vectoriales</b>	
$R_1$	10,8685	$\phi_1$	53°
$R_2$	11,2214	$\phi_2$	49°
$R_3$	13,9322		

**Tabla 4.18.-** Datos del patrón de difracción de la Figura 4.19 (b).

<b>Dimensiones de los Vectores (mm)</b>		<b>Ángulos Inter-vectoriales</b>	
$R_1$	10,1818	$\phi_1$	33°
$R_2$	10,9968	$\phi_2$	30°
$R_3$	18,0303		

**Tabla 4.19.-** Datos del patrón de difracción de la Figura 4.19 (c).

<b>Dimensiones de los Vectores (mm)</b>		<b>Ángulos Inter-vectoriales</b>	
$R_1$	14,3530	$\phi_1$	56°
$R_2$	14,3007	$\phi_2$	56°
$R_3$	16,1639		

- **Cálculos del Patrón de Difracción de la Figura 4.19 (a).**

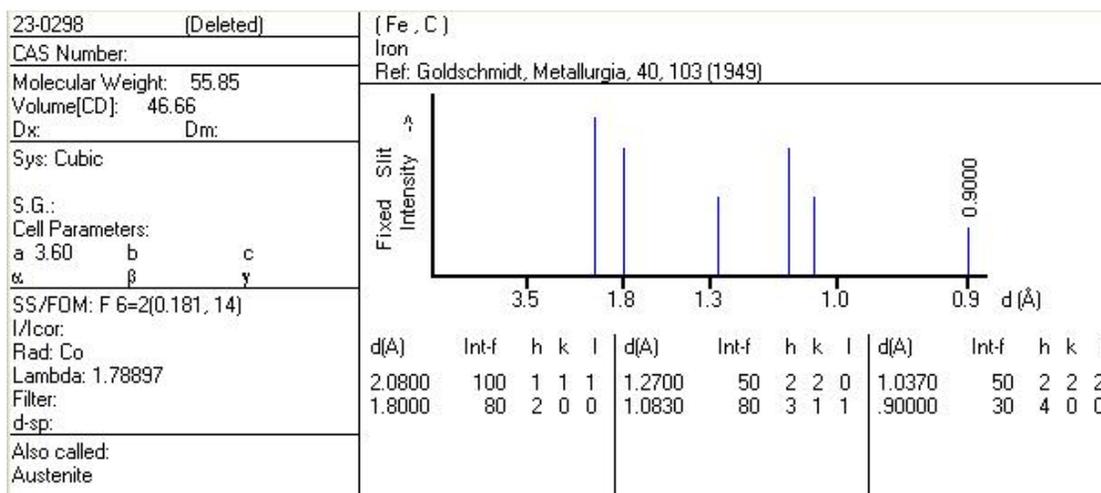
La tabla siguiente muestra los resultados del cálculo realizadas con la ecuación (2) de las distancias interplanares del patrón de la Figura 4.19 (a):

**Tabla 4.20.-** Distancias interplanares obtenidas mediante la ecuación (2) para el patrón de la Figura 4.19 (a) ( $L = 1,2m$ ).

Vectores $R_n$	Distancias Interplanares $d_n$ (Å)
$R_1$	1,1455
$R_2$	1,1095
$R_3$	0,8936

Ahora bien, suponiendo que el área difractada pertenezca a la fase austenítica ( $\gamma$ ), se utilizó la ficha PDF de figura 4.20:

**Figura 4.20.-** PDF# 23-0298. Austenita ( $\gamma$ ) (PCPDFWIN, 2000).



Con la ficha PDF# 23-0298, se buscó los valores más aproximados de las distancias interplanares comparándolas con los de la tabla 4.20 de solo dos vectores, aquel que posea menor longitud ( $R_1$  ó  $R_2$ ) y para el vector  $R_3$ . En la siguiente tabla se muestran las distancias interplanares elegidas junto con los índices de Miller correspondientes:

**Tabla 4.21.-** Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 23-0298.

<b>Vectores <math>R_n</math></b>	<b>Distancias Interplanares <math>d_n</math> (Å)</b>	<b>Índices de Miller (hkl)</b>
$R_1$	1,0830	(3 1 1)
$R_3$	0,9000	(4 0 0)

Con los índices de Miller mostrados en la tabla 4.21, y mediante cálculo vectorial se obtuvo los índices para el vector  $R_2$  mediante un despeje de la ecuación (10), quedando de la siguiente manera:

$$(h_2, k_2, l_2) = (h_3, k_3, l_3) - (h_1, k_1, l_1) = (h_3 - h_1, k_3 - k_1, l_3 - l_1) \quad (18)$$

$$(h_2, k_2, l_2) = (1, -1, -1) \quad (19)$$

Con los índices de Miller obtenidos del vector  $R_2$ , mediante la ecuación (3) de la tabla 2.7, se obtuvo el valor de  $1/d_2^2$ . Luego se despejó la distancia interplanar  $d_2$ , la cual se muestra a continuación:

$$d_2 = 2,0785 \text{ Å} \quad (20)$$

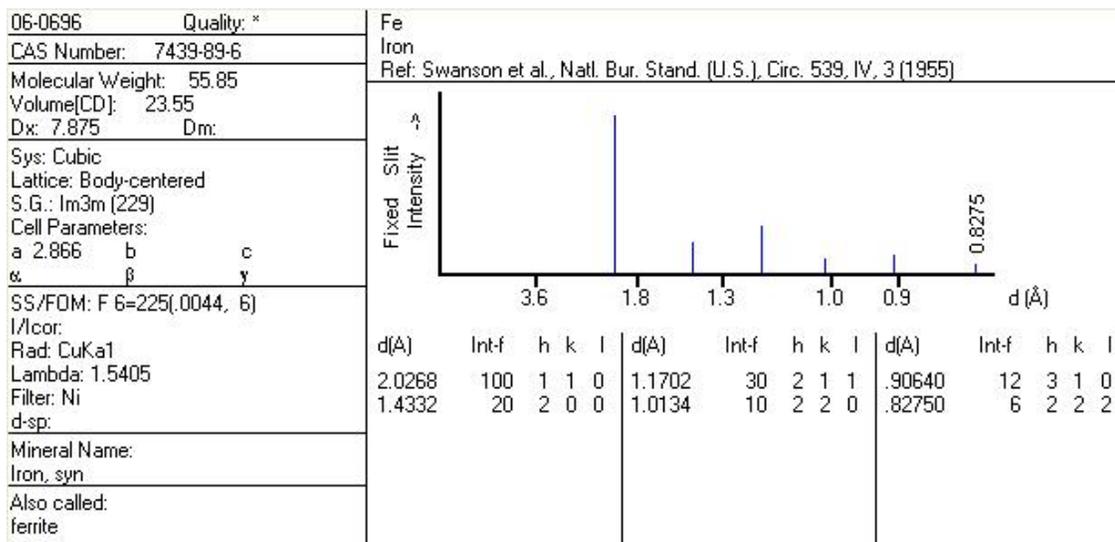
Con el valor obtenido de la ecuación anterior, se calculó el valor de la constante de cámara, con el fin de compararlo con el valor inicial del mismo. El resultado se muestra en la siguiente ecuación:

$$\lambda \times L = 23,3232 \text{ Å} \cdot \text{mm} \neq 12,4500 \text{ Å} \cdot \text{mm} \quad (21)$$

El resultado obtenido da con una diferencia del 87% del valor calibrado de la cámara, por lo tanto se realizó de nuevo los cálculos de indexación

suponiendo que la fase difractada pertenezca a la fase ferrítica ( $\alpha$ ), utilizando la ficha PDF de la figura 4.21:

**Figura 4.21.-** PDF# 06-0696. Ferrita ( $\alpha$ ) (PCPDFWIN, 2000).



Con la ficha PDF# 06-0696, se buscó los valores más aproximados de las distancias interplanares comparándolas con los de la tabla 4.20 de solo dos vectores, aquel que posea menor longitud ( $R_1$  ó  $R_2$ ) y para el vector  $R_3$ . En la siguiente tabla se muestran las distancias interplanares elegidas junto con los índices de Miller correspondientes:

**Tabla 4.22.-** Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 06-0696.

Vectores $R_n$	Distancias Interplanares $d_n$ (Å)	Índices de Miller (hkl)
$R_1$	1,1702	(2 1 1)
$R_3$	0,9064	(3 1 0)

Con los índices de Miller mostrados en la tabla anterior, y mediante cálculo vectorial se obtuvo los índices para el vector  $R_2$  mediante un despeje de la ecuación (10), quedando de la siguiente manera:

$$(h_2, k_2, l_2) = (1, 0, -1) \quad (22)$$

Con los índices de Miller obtenidos del vector  $R_2$ , mediante la ecuación (3) de la tabla 2.7, se obtuvo el valor de  $1/d_2^2$ . Luego se despejó la distancia interplanar  $d_2$ , la cual se muestra a continuación:

$$d_2 = 2,0266 \text{ \AA} \quad (23)$$

Con el valor obtenido de la ecuación anterior, se calculó el valor de la constante de cámara, con el fin de compararlo con el valor inicial del mismo. El resultado se muestra en la siguiente ecuación:

$$\lambda \times L = 22,7409 \text{ \AA} \cdot mm \neq 12,4500 \text{ \AA} \cdot mm \quad (24)$$

Este resultado está en un 80% por encima al valor calibrado de la constante de cámara. No se podría determinar con exactitud si esta zona difractada es perteneciente a la fase austenítica ( $\gamma$ ) o ferrítica ( $\alpha$ ), sin embargo el valor de la constante de cámara para la ferrita dio mas cercano al valor calibrado, indicando así que posiblemente sea la fase presente en la zona en estudio.

- **Cálculos de la Figura 4.19 (b).**

La tabla siguiente muestra los resultados del cálculo realizadas con la ecuación (2) de las distancias interplanares del patrón de difracción de la Figura 4.19 (b):

**Tabla 4.23.-** Distancias interplanares obtenidas mediante la ecuación (2) para el patrón de la Figura 4.19 (b) ( $L = 1,2m$ ).

<b>Vectores <math>R_n</math></b>	<b>Distancias Interplanares <math>d_n</math> (Å)</b>
$R_1$	1,2228
$R_2$	1,1321
$R_3$	0,6925

Ahora bien, suponiendo que el área difractada pertenezca a la fase ferrítica ( $\alpha$ ), ya que está ubicada en zona oscura, se utilizó la ficha PDF# 06-0696 de la figura 4.21 para buscar los valores mas aproximados de las distancias interplanares comparándolas con los de la tabla 4.23 de solo dos vectores, aquel que posea menor longitud ( $R_1$  ó  $R_2$ ) y para el vector  $R_3$ . En la siguiente tabla se muestran las distancias interplanares elegidas junto con los índices de Miller correspondientes:

**Tabla 4.24.-** Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 06-0696.

<b>Vectores <math>R_n</math></b>	<b>Distancias Interplanares <math>d_n</math> (Å)</b>	<b>Índices de Miller (hkl)</b>
$R_1$	1,1702	(2 1 1)
$R_3$	0,8275	(2 2 2)

Con los índices de Miller mostrados en la tabla anterior, y mediante cálculo vectorial se obtuvo los índices para el vector  $R_2$  mediante un despeje de la ecuación (10), quedando de la siguiente manera:

$$(h_2, k_2, l_2) = (0,1,1) \quad (25)$$

Con los índices de Miller obtenidos del vector  $R_2$ , mediante la ecuación (3) de la tabla 2.7, se obtuvo el valor de  $1/d_2^2$ . Luego se despejó la distancia interplanar  $d_2$ , la cual se muestra a continuación:

$$d_2 = 2,0266 \text{ \AA} \quad (26)$$

Con el valor obtenido de la ecuación anterior, se calculó el valor de la constante de cámara, con el fin de compararlo con el valor inicial del mismo. El resultado se muestra en la siguiente ecuación:

$$\lambda \times L = 22,2858 \text{ \AA. mm} \neq 12,4500 \text{ \AA. mm} \quad (27)$$

El resultado obtenido da con una diferencia del 79% del valor calibrado de la cámara, por lo tanto se realizó de nuevo los cálculos de indexación suponiendo que la fase difractada pertenezca a la fase austenítica ( $\gamma$ ), utilizando la ficha PDF# 23-0298 de la figura 4.20 para buscar los valores mas aproximados de las distancias interplanares comparándolas con los de la tabla 4.23 de solo dos vectores, aquel que posea menor longitud ( $R_1$  ó  $R_2$ ) y para el vector  $R_3$ . En la siguiente tabla se muestran las distancias interplanares elegidas junto con los índices de Miller correspondientes:

**Tabla 4.25.-** Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 23-0298.

<b>Vectores <math>R_n</math></b>	<b>Distancias Interplanares <math>d_n</math> (Å)</b>	<b>Índices de Miller (hkl)</b>
$R_1$	1,2700	(2 2 0)
$R_3$	(0,9000)	(4 0 0)

Con los índices de Miller mostrados en la tabla anterior, y mediante cálculo vectorial se obtuvo los índices para el vector  $R_2$  mediante un despeje de la ecuación (10), quedando de la siguiente manera:

$$(h_2, k_2, l_2) = (2, -2 - 0) \quad (28)$$

Con los índices de Miller obtenidos del vector  $R_2$ , mediante la ecuación (3) de la tabla 2.7, se obtuvo el valor de  $1/d_2^2$ . Luego se despejó la distancia interplanar  $d_2$ , la cual se muestra a continuación:

$$d_2 = 1,2728 \text{ \AA} \quad (29)$$

Con el valor obtenido de la ecuación anterior, se calculó el valor de la constante de cámara, con el fin de compararlo con el valor inicial del mismo. El resultado se muestra en la siguiente ecuación:

$$\lambda \times L = 13,9966 \text{ \AA} \cdot \text{mm} \approx 12,4500 \text{ \AA} \cdot \text{mm} \quad (30)$$

El resultado obtenido de la ecuación (30) posee una aproximación aceptable con una diferencia de 12% al valor de la constante de cámara calibrada. Esto indica que la fase señalada tiene una posibilidad elevada de pertenecer a la fase austenítica ( $\gamma$ ).

- **Cálculos de la Figura 4.19 (c).**

La tabla siguiente muestra los resultados del cálculo realizadas con la ecuación (2) de las distancias interplanares del patrón de difracción de la Figura 4.19 (d):

**Tabla 4.26.-** Distancias interplanares obtenidas para el patrón de la Figura 4.18 (d).

<b>Vectores <math>R_n</math></b>	<b>Distancias Interplanares <math>d_n</math> (Å)</b>
$R_1$	1,2956
$R_2$	1,3003
$R_3$	1,1504

Ahora bien, suponiendo que el área difractada pertenezca a la fase austenítica ( $\gamma$ ), ya que está ubicada en zona clara, se utilizó la ficha PDF# 23-0298 de la figura 4.20 para buscar los valores mas aproximados de las distancias interplanares comparándolas con los de la tabla 4.29 de solo dos vectores, aquel que posea menor longitud ( $R_1$  ó  $R_2$ ) y para el vector  $R_3$ . En la siguiente tabla se muestran las distancias interplanares elegidas junto con los índices de Miller correspondientes:

**Tabla 4.27.-** Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 06-0696.

Vectores $R_n$	Distancias Interplanares $d_n$ (Å)	Índices de Miller (hkl)
$R_2$	1,0370	(2 2 2)
$R_3$	0,9100	(4 0 0)

Con los índices de Miller mostrados en la tabla anterior, y mediante cálculo vectorial se obtuvo los índices para el vector  $R_1$  mediante un despeje de la ecuación (10), quedando de la siguiente manera:

$$(h_1, k_1, l_1) = (2, -2, -2) \quad (31)$$

Con los índices de Miller obtenidos del vector  $R_1$ , mediante la ecuación (3) de la tabla 2.7, se obtuvo el valor de  $1/d^2$ . Luego se despejó la distancia interplanar  $d_1$ , la cual se muestra a continuación:

$$d_1 = 1,0392 \text{ Å} \quad (32)$$

Con el valor obtenido de la ecuación anterior, se calculó el valor de la constante de cámara, con el fin de compararlo con el valor inicial del mismo. El resultado se muestra en la siguiente ecuación:

$$\lambda \times L = 14,9161 \text{ \AA} \cdot \text{mm} \approx 12,4500 \text{ \AA} \cdot \text{mm} \quad (33)$$

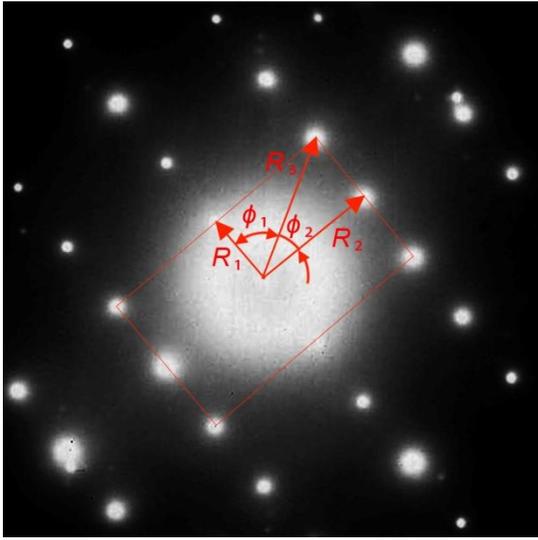
El resultado obtenido da con una diferencia del 19% del valor calibrado de la cámara, siendo un valor muy aproximado. De todas maneras, se calculó la constante de cámara suponiendo que la zona en estudio pertenezca a una matriz ferrítica ( $\alpha$ ). Utilizando la ficha PDF# 06-0696 de la figura 4.20 y realizando todos los cálculos necesarios se obtuvo el siguiente valor de la constante de cámara

$$\lambda \times L = 28,0873 \text{ \AA} \cdot \text{mm} \approx 12,4500 \text{ \AA} \cdot \text{mm} \quad (34)$$

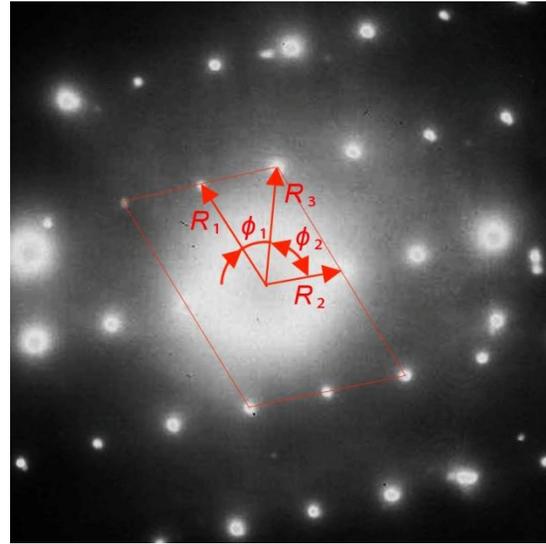
El resultado obtenido de la ecuación (34) indica que la zona en estudio posiblemente pertenezca a la fase austenítica ( $\gamma$ ) con respecto a la fase ferrítica ( $\alpha$ ), ya que posee una constante de cámara más aproximada a la calibrada obtenida en el patrón de Oro ( $L = 0,8\text{m}$ ).

#### 4.3.4.2.2. INDEXACIÓN DE ESTRUCTURA TETRAGONAL

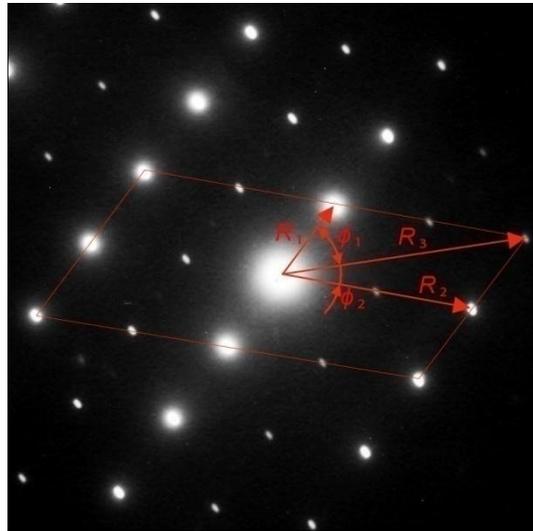
Previa a su identificación cualitativa, para el patrón de las figuras 4.18 (a), (b) y (d), se obtuvo las medidas de los vectores y los ángulos entre ellos correspondientes a cada uno, la cual se muestran en la figura 4.22:



(a) Cotas de la Figura 4.17 (a).



(b) Cotas de la Figura 4.17 (a).



(c) Cotas de la Figura 4.17 (d).

**Figura 4.22.-** Vectores  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  correspondientes a cada patrón de difracción de estructura cúbica.

En las siguientes tablas se muestran las dimensiones de los vectores  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  y los ángulos inter-vectoriales  $\phi_1$  y  $\phi_2$  de los patrones de difracción que poseen estructura tetragonal:

**Tabla 4.28.-** Datos del patrón de difracción de la Figura 4.22 (a).

Dimensiones de los Vectores (mm)		Ángulos Inter-vectoriales (°C)	
$R_1$	13,7702	$\phi_1$	31
$R_2$	13,4735	$\phi_2$	31
$R_3$	11,8359		

**Tabla 4.29.-** Datos del patrón de difracción de la Figura 4.22 (b).

Dimensiones de los Vectores (mm)		Ángulos Inter-vectoriales (°C)	
$R_1$	12,0107	$\phi_1$	27
$R_2$	7,7988	$\phi_2$	45
$R_3$	16,2146		

**Tabla 4.30.-** Datos del patrón de difracción de la Figura 4.22 (c).

Dimensiones de los Vectores (mm)		Ángulos Inter-vectoriales (°C)	
$R_4$	10,1818	$\phi_3$	64
$R_5$	19,7618	$\phi_4$	27
$R_6$	22,1303		

- **Cálculos del Patrón de Difracción de la Figura 4.22 (a)**

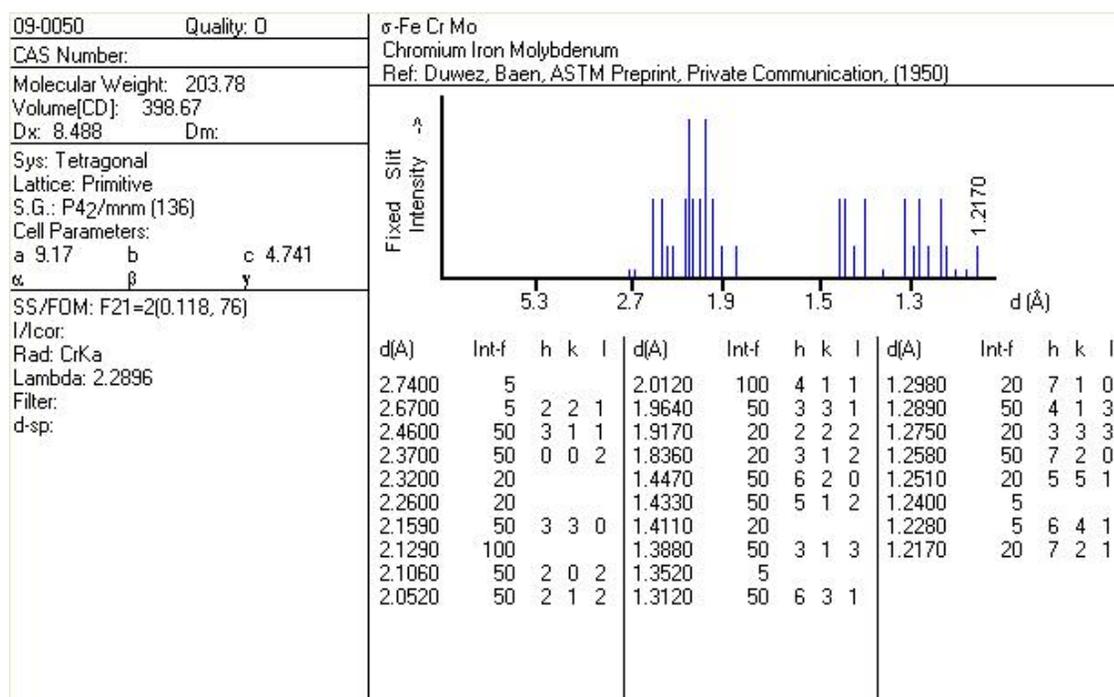
La tabla siguiente muestra los resultados del cálculo realizadas con la ecuación (2) de las distancias interplanares del patrón de la Figura 4.22 (a):

**Tabla 4.31.-** Distancias interplanares obtenidas mediante la ecuación (2) para el patrón de la Figura 4.22 (a) ( $L = 1,2\text{m}$ ).

Vectores $R_n$	Distancias Interplanares $d_n$ (Å)
$R_4$	1,7478
$R_5$	1,0519
$R_6$	0,9041

Ahora bien, suponiendo que el área difractada pertenezca a la fase sigma ( $\sigma$ ) ya que está ubicada en zona negra, se utilizó la ficha PDF de la figura 4.23:

**Figura 4.23.-** PDF# 09-0050. Fase Sigma ( $\sigma$ ) (PCPDFWIN, 2000).



Con la ficha PDF# 09-0050 de la figura 4.22, se buscó los valores mas aproximados de las distancias interplanares comparándolas con los de la tabla 4.31 de solo dos vectores, aquel que posea menor longitud ( $R_1$  ó  $R_2$ ) y para el vector  $R_3$ . En la siguiente tabla se muestran las distancias interplanares elegidas junto con los índices de Miller correspondientes:

**Tabla 4.32.-** Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 09-0050.

Vectores $R_n$	Distancias Interplanares $d_n$ (Å)	Índices de Miller (hkl)
$R_1$	1,8360	(3 1 2)
$R_3$	1,2170	(7 2 1)

Con los índices de Miller mostrados en la tabla anterior, y mediante cálculo vectorial se obtuvo los índices para el vector  $R_2$  mediante un despeje de la ecuación (10), quedando de la siguiente manera:

$$(h_2, k_2, l_2) = (4, 1, -1) \quad (35)$$

Con los índices de Miller obtenidos del vector  $R_2$ , mediante la ecuación (3) de la tabla 2.7, se obtuvo el valor de  $1/d_2^2$ . Luego se despejó la distancia interplanar  $d_2$ , la cual se muestra a continuación:

$$d_2 = 2,0125 \text{ \AA} \quad (36)$$

Con el valor obtenido de la ecuación anterior, se calculó el valor de la constante de cámara, con el fin de compararlo con el valor inicial del mismo. El resultado se muestra en la siguiente ecuación:

$$\lambda \times L = 23,8317 \text{ \AA} \cdot \text{mm} \approx 12,4500 \text{ \AA} \cdot \text{mm} \quad (37)$$

El resultado obtenido da con una diferencia del 91% del valor calibrado de la constante de cámara, por esto, es difícil decir con certeza que la zona en estudio pertenezca a la fase sigma ( $\sigma$ ).

- **Cálculos del Patrón de Difracción de la Figura 4.22 (b)**

La tabla siguiente muestra los resultados del cálculo realizadas con la ecuación (2) de las distancias interplanares del patrón de la Figura 4.22 (b):

**Tabla 4.33.-** Distancias interplanares obtenidas mediante la ecuación (2) para el patrón de la Figura 4.22 (b) ( $L = 1,2\text{m}$ ).

<b>Vectores <math>R_n</math></b>	<b>Distancias Interplanares <math>d_n</math> (Å)</b>
$R_1$	1,0366
$R_2$	1,5964
$R_3$	0,7678

Con la ficha PDF# 09-0050 de la figura 4.23, se buscó los valores mas aproximados de las distancias interplanares comparándolas con los de la tabla 4.33 de solo dos vectores, aquel que posea menor longitud ( $R_1$  ó  $R_2$ ) y para el vector  $R_3$ . En la siguiente tabla se muestran las distancias interplanares elegidas junto con los índices de Miller correspondientes:

**Tabla 4.34.-** Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 09-0050.

<b>Vectores <math>R_n</math></b>	<b>Distancias Interplanares <math>d_n</math> (Å)</b>	<b>Índices de Miller (hkl)</b>
$R_2$	1,4470	(6 2 0)
$R_3$	1,2170	(7 2 1)

Con los índices de Miller mostrados en la tabla anterior, y mediante cálculo vectorial se obtuvo los índices para el vector  $R_1$  mediante un despeje de la ecuación (10), quedando de la siguiente manera:

$$(h_1, k_1, l_1) = (1,01) \quad (38)$$

Con los índices de Miller obtenidos del vector  $R_1$ , mediante la ecuación (3) de la tabla 2.7, se obtuvo el valor de  $1/d_1^2$ . Luego se despejó la distancia interplanar  $d_1$ , la cual se muestra a continuación:

$$d_1 = 4,2114 \text{ \AA} \quad (39)$$

Con el valor obtenido de la ecuación anterior, se calculó el valor de la constante de cámara, con el fin de compararlo con el valor inicial del mismo. El resultado se muestra en la siguiente ecuación:

$$\lambda \times L = 50,5823 \text{ \AA} \cdot \text{mm} \approx 12,4500 \text{ \AA} \cdot \text{mm} \quad (39)$$

El resultado obtenido da con una diferencia muy por encima del 100% del valor calibrado de la constante de cámara, por esto, es difícil decir con certeza que la zona en estudio pertenezca a la fase sigma ( $\sigma$ ).

- **Cálculos del Patrón de Difracción de la Figura 4.22 (c)**

La tabla siguiente muestra los resultados del cálculo realizadas con la ecuación (2) de las distancias interplanares del patrón de la Figura 4.22 (c):

**Tabla 4.35.-** Distancias interplanares obtenidas mediante la ecuación (2) para el patrón de la Figura 4.22 (c) ( $L = 1,2\text{m}$ ).

<b>Vectores <math>R_n</math></b>	<b>Distancias Interplanares <math>d_n</math> (Å)</b>
$R_4$	1,2228
$R_5$	0,5626
$R_6$	0,4410

Con la ficha PDF# 09-0050 de la figura 4.23, se buscó los valores mas aproximados de las distancias interplanares comparándolas con los de la tabla 4.35 de solo dos vectores, aquel que posea menor longitud ( $R_4$  ó  $R_5$ ) y para el

vector  $R_6$ . En la siguiente tabla se muestran las distancias interplanares elegidas junto con los índices de Miller correspondientes:

**Tabla 4.36.-** Distancias interplanares e Índices de Miller obtenidos del PDF# 09-0050.

<b>Vectores <math>R_n</math></b>	<b>Distancias Interplanares <math>d_n</math> (Å)</b>	<b>Índices de Miller (hkl)</b>
$R_4$	1,2280	(6 4 1)
$R_6$	1,2170	(7 2 1)

Con los índices de Miller mostrados en la tabla anterior, y mediante cálculo vectorial se obtuvo los índices para el vector  $R_5$  mediante un despeje de la ecuación (10), quedando de la siguiente manera:

$$(h_5, k_5, l_5) = (1, -2, 0) \quad (40)$$

Con los índices de Miller obtenidos del vector  $R_5$ , mediante la ecuación (3) de la tabla 2.7, se obtuvo el valor de  $1/d_5^2$ . Luego se despejó la distancia interplanar  $d_5$ , la cual se muestra a continuación:

$$d_5 = 2,0505 \text{ Å} \quad (41)$$

Con el valor obtenido de la ecuación anterior, se calculó el valor de la constante de cámara, con el fin de compararlo con el valor inicial del mismo. El resultado se muestra en la siguiente ecuación:

$$\lambda \times L = 2,0505 \text{ Å} \cdot \text{mm} \approx 43,3776 \text{ Å} \cdot \text{mm} \quad (42)$$

El resultado obtenido da con una diferencia muy por encima del 100% del valor calibrado de la constante de cámara, por esto, es difícil decir con certeza que la zona en estudio pertenezca a la fase sigma ( $\sigma$ ).

# CAPÍTULO 5

## *Conclusiones y Recomendaciones*

### 5.1. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos por la microscopía óptica del presente trabajo aportan nuevos conocimientos sobre la formación de la fase *sigma* ( $\sigma$ ), coloración, morfología, zonas preferenciales de desarrollo dentro de la matriz ferrítica ( $\alpha$ ) y el continuo crecimiento, tanto en tamaño como en cantidad, tras el aumento del tiempo de envejecimiento, sin embargo invitó a un estudio de mayor alcance y profundidad para la caracterización de fases, aparte de las iniciales presentes en el material como lo son: la austenita ( $\gamma$ ), zona más clara y abundante en la microestructura y la ferrita ( $\alpha$ ), exhibiendo una coloración más oscura, propia de una fase en proceso de transformación.

Tras el estudio con el microscopio electrónico de barrido se observaron límites de granos bien definidos, fases bien definidas, propias para su estudio con MEB, en donde se identificó la presencia de cuatro fases. Implementando la utilización del EDX se mostraron microanálisis puntuales y se identificaron las fases ferrítica ( $\alpha$ ) y austenítica ( $\gamma$ ) en las condiciones originales y

solubilizadas. Con la adición de las fases *sigma* ( $\sigma$ ) y *chi* ( $\chi$ ) aparte de las iniciales propiamente dichas, para el caso de las envejecidas térmicamente.

Se identificó la presencia de fase *sigma* ( $\sigma$ ), con porcentajes oscilantes de Molibdeno entre 6,40% y 8,82% (en peso) y Cromo entre 30,95% y 31,65% (en peso) característicos de esta fase perjudicial para todas las muestras desde 0,1 a 0,4 horas. Para el caso de otras fases, se constató una presumible presencia de fase *chi* ( $\chi$ ), solo para el caso del primer tratamiento térmico a 0,1 horas con la medición de la composición química de esta fase con un porcentaje de Molibdeno de 10,73% (en peso) propio de la fase *chi* ( $\chi$ ) e indicando que no hay cambios significativos, pero si una ligero aumento en el Cromo y decrecimiento del Níquel.

La mayoría de los elementos químicos analizados no presentaron cambios severos como consecuencia de los envejecimientos térmicos, excepto en el Níquel, el cual, mostró un decrecimiento aproximado de 10%, esto puede ser influenciado por el hecho de la austenita secundaria ( $\gamma'$ ) que se forma desde la ferrita ( $\alpha$ ), al mismo tiempo que se forma la fase *sigma* ( $\sigma$ ), tomando también dicho elemento de la fase *sigma* ( $\sigma$ ) previamente formada.

Para los *foils* analizados en la microscopía electrónica de transmisión se evidencia que al acero inoxidable dúplex SAF 2507 tras envejecerse a 900°C, mostró un notable fenómeno de formación de la fase *sigma* a lo largo de bordes de grano entre las zonas grises de ferrita ( $\alpha$ ) que se encuentran en proceso de transformación y zonas claras abundantes de austenita ( $\gamma$ ), colmadas de dislocaciones, para luego migrar hacia todo el dominio ferrítico ( $\alpha$ ), disminuyendo así la cantidad relativa de ferrita ( $\alpha$ ) en la microestructura proporcionalmente en todas las muestras.

La fase *chi* ( $\chi$ ) precipitó, pero en cantidades menores a la fase *sigma* ( $\sigma$ ), además de que ocurre en intervalos de tiempo menores y se le considera metaestable ya que actúa como facilitadora para la formación de fase *sigma* ( $\sigma$ ), descomponiéndose completamente en ella después de largos tiempos de exposición.

La matriz austenítica ( $\gamma$ ) se encontró libre de partículas *sigma* ( $\sigma$ ), por lo cual la distribución global de esta fase en el campo visual es muy irregular. La baja cantidad de ferrita ( $\alpha$ ) residual dificulta su observación entre los granos de *sigma* ( $\sigma$ ) y austenita ( $\gamma$ ).

De acuerdo al análisis hecho para la indexación de los primeros tres patrones de difracción, concluyó que la relación existente entre las distancias interplanares calculadas, no coinciden con las distancias interplanares de las fases ferrita ( $\alpha$ ), austenita ( $\gamma$ ), *sigma* ( $\sigma$ ) y *chi* ( $\chi$ ) tras ser comparadas con las fichas PDF# 06-0696, 23-0298, 09-0050 y 31-0401 respectivamente, debido a diferencias notables de las constantes de cámara obtenidas con los valores calibrados, producto posiblemente de inestabilidades del haz de electrones del MET al incidir sobre la muestra de estudio.

Tras compararse los otros dos patrones con las fichas PDF anteriormente mencionadas, se corroboró en ambos la presencia de la fase austenítica ( $\gamma$ ) a 0,4 horas y 0,1 horas.

Mediante la microscopía electrónica de transmisión, a la fase *chi* ( $\chi$ ), no se le pudo tomar su patrón correspondiente, debido a que el *spot size* (tamaño del haz) del microscopio no posee la peculiaridad de tomar patrón a precipitados de puntos tan pequeños, donde la zona difractada resulte ser una

superposición de planos por no focalizar todo el haz o la mayoría de ellos en una zona micrométricamente pequeña.

Tras el estudio de envejecimiento con interacción de haz de electrones que difractan sobre la microestructura suministrados por un MET, se corroboró que los resultados extraídos tras ser estudiados y analizados de manera experimental pueden ocasionar inconsistencia y varianzas dentro de la precisión de los mismos.

Se espera que los conocimientos generados en este trabajo signifiquen un aporte a la selección de materiales para aplicaciones de ingeniería y demás ramas asociadas.

## 5.2. RECOMENDACIONES

Para el caso de un análisis y estudio más exhaustivo de las fases ferrita ( $\alpha$ ), austenita ( $\gamma$ ), *sigma* ( $\sigma$ ) y *chi* ( $\chi$ ), con respecto a su estructura, caracterización y demás detalles, se aconseja el uso de la micro-difracción de rayos X (Micro-DRX), en donde el campo visual, no es solo más puntual, sino también que ofrece resultados más claros y precisos como lo hace el MET. O en su defecto el uso de un difractograma de rayos X (DRX), que con el análisis ofrecido por cada pico de estudio, arroja resultados de las fases presentes y sus respectivos índices de Miller, caracterizando al material de manera conveniente.

Para una mejor calibración de la constante de cámara calibrada es recomendable usar como patrón el Cloruro de Talio (TlCl), ya que este genera un excelente patrón de la calibración, muy superior al generado por el patrón

de Oro (Au), dando una estructura poli-cristalina cúbica simple con un parámetro de red de  $a = 0,3842 \text{ \AA}$ , con unos anillos bien definidos.

Para el caso de la microscopía óptica y de barrido se recomienda, encontrar un ataque químico donde ambas fases exhiban las fases perjudiciales simultáneamente. Es mas existen referencias bibliográficas donde indican a reactivos capaces de hacer ver a la fase sigma de con tonalidades tales como verde claro, amarillas, entre otras.

La capacidad de medir simultáneamente la respuesta térmica de cambio de propiedades y los espectros infrarrojos de muestras de dimensiones microscópicas pueden proporcionar información importante en los cambios estructurales asociados con la respuesta térmica para una amplia gama de sistemas. Por lo tanto se recomendaría una medición simultánea de la respuesta térmica de un calorímetro diferencial de barrido (DSC) para poder obtener los puntos críticos en donde existen transformaciones de fases.

Se recomienda buscar algún otro tipo de electrolito, capaz de obligar a obtener un mayor porcentaje de brillantez a las muestras que se les realizó el electro-pulido por doble inyección en el Tenupol-5, como por ejemplo 10% de ácido perclórico y 90% de etanol (Mejías, 2006).

Tras todos estos análisis y resultados se invita a trabajar este tipo de acero o cualquiera de su familia y aplicarles pruebas y análisis de corrosión en donde se podría apreciar a gran escala la perdida de las diferentes propiedades mecánicas y/o físicas, tras la presencia de fases perjudiciales dentro de su estructura.

Se invita a esta prestigiosa casa de estudios de la Universidad de Carabobo a brindar a su población estudiantil, congresos, cursos, charlas de microscopía e indexación, tal como existen en otras casas de estudio.

# *Referencias Bibliográficas*

---

---

- [1] Al Omar A. (1996). Caracterización dinámica de dos aceros microaleados de medio carbono mediante ensayos de compresión a alta temperatura. 82-102.
- [2] Amadou P. (2005). Fragilización de Aceros Dúplex. Universidad Politécnica de Cataluña. 1-91.
- [3] AvestaPolarit (2002). Duplex Stainless Steel. R&D Centre Avesta. Avesta, Suiza.
- [4] Badji R., Bouabdallah M., Bacroix B., Kahloun C., Bettahar K., Kherrouba N. (2008). Effect of solution treatment temperature on the precipitation kinetic of sigma phase in 2205 duplex stainless steel welds. Volumen 496, 447-454.
- [5] Beeston B., Home R., Markham R. (1990). Electron Diffraction and Optical Diffraction Techniques (4ta Edición). North-Holland Publishing Company. 1-442.

- [6] Cabrera J., Herrero A., García M. (2002). *Tecnología de Materiales Teoría*. Barcelona: Ediciones UPC.
- [7] Calliari I., Brunelli K., Dabalá M., Ramous E. (2009). *Measuring Secondary Phases in Duplex Stainless Steel*. Volumen 61. No. 1.
- [8] Carrascosa C. (2009). *Microscopía Electrónica de Transmisión*. España: Universidad de Alicante.
- [9] Chen T., Yang J. (2001). *Effects of Solution Treatment and Continuous Cooling on Sigma Phase Precipitation in a 2205 Duplex Stainless Steel*. Volumen 311. Tomos 1-2. 28-41.
- [10] Chen T., Yang J. (2002). *Microstructural characterization of simulated heat affected zone in a nitrogen-containing 2205 duplex stainless steel*. Volumen 338. 166-181.
- [11] Claudel A. (2006). *Efecto de los Tratamientos Térmicos en la Resistencia a la Corrosión de un Acero Superdúplex*. Catalunya: Trabajo de grado de la Universidad Politécnica de Catalunya, España.
- [12] Del Campo C. (2003). *Diseño y Desarrollo de Aceros Inoxidables Dúplex con Bajo Contenido en Níquel*. Madrid: Universidad Politécnica de Madrid.
- [13] Dobranszky J., Szabo P., Berecz T., Hrotkova V., Portko M. (2004). *Energy-dispersive spectroscopy and electron backscatter diffraction analysis of isothermally aged 2507*. Volumen 59. 1781-1788.

- [14] Edington J. (1985). The Operation and the Calibration of the Electron Microscope. Department of Metallurgy and Materials Science. University of Cambridge. Cambridge, England. 1-39.
- [15] Flórez M., Uribe M., Landínez D., Roa J. (2006). Síntesis y Caracterización del Superconductor Antiferromagnético. Revista Colombiana de Física. Volumen 38, No. 4, 1499-1502.
- [16] Fultz B., Howe J. (2008). Microscopio Electrónico de Transmisión y Difractometría de los Materiales. (3ra edición). California: Editorial Springer.
- [17] González L. (2008) La Indización de Patrones de Difracción de Electrones al Alcance de Todos y sus Aplicaciones: Sistemas Ortogonales - Parte I. Revista Universidad, Ciencia y Tecnología. Volumen 12, No. 49, 235-246.
- [18] Gutiérrez I., Núñez J. (1999). Situación Actual de la Tecnología en los Aceros Inoxidables Austeno Ferríticos Dúplex y Superdúplex. Química e Industria. Volumen 4.
- [19] Houska C. (2001). Practical Guideline for the Fabrication of Duplex Stainless Steels. London: International Molybdenum Association.
- [20] Langley Alloys (2007) Super Duplex alloy UNS S32750. 1-6.
- [21] Laizhu J., Wei Zhang., Jincheng H., Hongmei S. (2008). Effect of ageing on precipitation and impact energy of 2101 economical duplex stainless steel. Volumen 60. 50-55.

- [22] Mejías G., Musauel C., Cerpa S., León J., Quintero A. (2006) Caracterización por Microscopía Óptica y Electrónica de una Junta de Acero Inoxidable Dúplex 2205, Soldada por el Proceso GMAW. Revista de la Facultad de Ingeniería de la UCV. Volumen 21, No. 2, 61-73. Venezuela.
- [23] Michalska J., Sozanska M. (2006). Qualitative and quantitative analysis of  $\sigma$  and  $\chi$  phases in 2205 DSS. Volumen 56. 355–362.
- [24] PCPDFWIN (2000) Powder Diffraction Files. Versión 2.1. Creado por JCPDS-ICDD.
- [25] Plaza L. (2007). Evaluación de la Tenacidad de Impacto de un Acero Inoxidable Dúplex SAF 2205 Sometido a un Tratamiento Térmico de Envejecimiento a una Temperatura de 850°C, con unos Tiempos de 6, 12 y 24 horas. Trabajo de grado de la Universidad de Carabobo, Venezuela.
- [26] Russell S., Ludin C. (2005). The Development of Qualification Standards for Cast Duplex Stainless Steel. Materials joining group materials science and engineering of the University of Tennessee, Knoxville. 1-183.
- [27] Rodríguez M., Almagro J., Botella J., Valerga P. (2004). Cinéticas de transformación de fases a 850°C de aceros inoxidable dúplex 2205 y 2507. Volumen 43. 237-242.
- [28] Sáenz L., Plaza L., Ocando A., Grippi L. (2007a). Estudio de la Fragilización del Acero Inoxidable Dúplex SAF 2205 Envejecido. Revista Ingeniería UC. Volumen 14, No 3. 68-76. Venezuela.

- [29] Sáenz L., Hilders O., Hergueta R., Zabala R. (2007b). Estudio de un Acero Inoxidable Dúplex SAF 2507 Sometido a un Tratamiento Térmico de Envejecimiento a una Temperatura de 850°C por tiempos entre 1 hora y 48 horas. Revista de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela. Volumen 22.
- [30] Sandvik (2008). Duplex Stainless Steel Sandvik SAF 2507. Material Datasheet. Suiza: Sandvik Materials Technology.
- [31] Serna C. Duarte S., (2007). Precipitación de Fases Intermetálicas de Aceros Inoxidables Dúplex Sometidos a Tratamientos Térmicos a Temperatura de 850°C. Volumen 8. No. 36. 519-524.
- [32] Solaá P. (1991). Tratamientos Térmicos de los Metales. (1ra Edición). Barcelona: Editorial Marcombo S.A.
- [33] The Australian National University (2009). Electron Diffraction. Extraído el 15 de Junio, 2010, de:  
<http://physics.anu.edu.au/ampl/research/highpage4.php>  
[2009, Mayo 22]
- [34] Thompson-Russel K., Edington J. (1977). Electron Microscope Specimen Preparation Techniques in Materials Science. University of Delaware, U.S.A.
- [35] Topolska S., Labanowski J, (2009). Effect of Microstructure on Impact Toughness of Duplex and Superduplex Stainless Steel. Volumen 36, Tomo 2.

- [36] UC3M (2008a). Aceros Dúplex, una Alternativa para Evitar la Corrosión en las Estructuras de Hormigón. Trabajo de grado de La Universidad Carlos III de Madrid, España.
- [37] UC3M (2008b). Práctica de Microscopía Electrónica de Barrido. Práctica del Laboratorio de Microscopía Electrónica de la Universidad Carlos III de Madrid, España.
- [38] Universidad Centroamericana "José Simeón Cañas" (2005). Estructuras. Extraído el 20 de Junio de 2010 de:  
<http://www.uca.edu.sv/facultad/clases/ing/m210031/Tema%2003.pdf>  
[2005, Junio 01]
- [39] Villalobos D., Albiter A., Maldonado C. (2009). Microstructural changes in SAF 2507 superduplex stainless steel produced by thermal cycle. Volumen 14. Tomo 3. 1061–1069.
- [40] Venadia A. (2008). Ensayos Mecánicos. Bogotá: Centro de Materiales y Ensayos SENA.
- [41] Vidal C. (2008). Aceros Inoxidables Dúplex. San Francisco: Tangient LLC.
- [42] Wahabi M. (2003). Caracterización Termomecánica de Aceros Inoxidables Austeníticos AISI 304. Tesis doctoral de la Universidad Politécnica de Catalunya, España.