



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE DOCTORADO EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

CARACTERIZACIÓN MECÁNICA Y MICROESTRUCTURAL EN
SOLDADURAS DISÍMILES AL-6XN/316L CON DAÑO PREVIO POR
FATIGA

Tesis que para obtener el grado de
Doctor en Metalurgia y Ciencias de los Materiales presenta:

M.C. Roberto Briones Flores

Asesores:

Dr. Alberto Ruíz Marines

Dr. Carlos Rubio González

Morelia Michoacán, Febrero de 2016



Of. Núm. IIM-ST-066-2015.

Morelia, Mich., Diciembre 02 de 2015.

**C. M.C. ROBERTO BRIONES FLORES
P R E S E N T E**

Por medio de la presente, en mi carácter de director del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tengo a bien informarle que para presentar su examen de grado de Doctorado en Ciencias en Metalurgia y Ciencias de los Materiales, con la tesis titulada "**CARACTERIZACION MECANICA Y MICROESTRUCTURAL EN SOLDADURAS DISÍMILES AL-6XN/316L CON DAÑO PREVIO POR FATIGA**", le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

9700394-8	DR. ALBERTO RUIZ MARINES	(Presidente)
1201014-9	DR. CARLOS RUBIO GONZALEZ	(Vocal)
0300379-5	DR. H. GUILLERMO CARREON GARCIDUEÑAS	(Vocal)
8200860-4	DR. RAFAEL GARCIA HERNANDEZ	(Vocal)
0100048-9	DR. JORGE A. VERDUZCO MARTINEZ	(Vocal)
0500269-9	DR. VICTOR HUGO LOPEZ MORELOS	(Suplente)

Agradeciendo de antemano las atenciones que se sirvan prestar a la presente, aprovecho para enviarle un cordial saludo.

A T E N T A M E N T E


**DR. ALBERTO RUIZ MARINES
DIRECTOR
INST. INVEST. EN METALURGIA Y MATERIALES**

U. M. S. N. H.



Instituto de Investigación
en Metalurgia y Materiales

ARM/letg'

DEDICATORIA

Dedico el presente trabajo a mi familia, mi esposa Gabriela Flores Soto, a mi hijo Roberto Gabriel, les agradezco por ser fuente de inspiración y motivación, su comprensión por todo el tiempo que no estuve a su lado. A mi hija Elena Victoria por ser para mí un nuevo motivo para seguir adelante. A mi hija Natalia del Carmen †, siempre serás el ángel que me da fuerza.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco sinceramente a mis asesores de Tesis, Dr. Alberto Ruíz Marín y Dr. Carlos Rubio González, por ser mis guías compartiendo parte de su gran conocimiento, por sus siempre amables consejos, pero sobre todo por su paciencia y comprensión.

A mis sinodales, el Dr. Víctor, por su invaluable apoyo y sabios consejos, al Dr. Rafa, Dr. Carreón y Dr. Verduzco por sus siempre acertadas observaciones y recomendaciones para la mejora del presente trabajo.

A mi familia, mis papás Roberto Briones Hinojosa y María Concepción Flores Paleo, a mi hermana María Concepción Briones Flores, porque siempre han estado conmigo cuando lo he necesitado.

Al Dr. Ariosto Medina, al Ing. Francisco Solorio, Ing. Sayil López e Ing. Antonio Rodríguez por su amistad e invaluable apoyo técnico.

A mis compañeros del Instituto Dr. Francisco Vepeani, Dra. Noemi Ortiz, Dr. Francisco Curiel, M.C. Yareth, M.C. Gilberto, Dr. Javier Guillén y al Dr. Jesús Martínez del CIDESI, por su valiosa amistad, por su invaluable apoyo y por compartir conmigo su experiencia.

A mis amigos de ayer, hoy y siempre, Dr. Alfredo Raya, M.C. Saúl Leonardo, Dr. Raúl Paz, Dr. Gabriel Mancera, M.C. Salvador Loa, Ing. Miguel Núñez, Lic. Juan Luis Montelongo, Lic. Aarón Martínez, Ing. Julio César Cuevas, M.C. Juan Gabriel Rodríguez, Ing. Adán Gómez e Ing. Raúl Alvarado les agradezco por su amistad sincera e incondicional, por motivarme siempre a seguir adelante.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico brindado para la realización del presente proyecto.

A todos los que de manera directa o indirecta fueron parte de mi estancia como estudiante en el Instituto de Investigación en Materiales y Metalurgia.

Muchas gracias.

ÍNDICE

RESUMEN.....	1
PRIMERA ETAPA	1
SEGUNDA ETAPA.....	1
ABSTRACT.....	3
FIRST STAGE.....	3
SECOND STAGE.....	3
CAPÍTULO I INTRODUCCIÓN	5
CAPÍTULO II REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	9
2.1 Microestructura	9
a) Precipitación de carburos.	9
b) Precipitación de fases intermetálicas.....	12
Nitruros.	15
2.2 Formación de martensita.	15
2.3 Crecimiento de Grano	17
2.4 Deformación plástica.....	19
2.5 Cambios de velocidad ultrasónica en materiales con textura cristalina	19
2.6 Cargas de Fatiga.....	22
2.7 Comportamiento General <i>S-N</i>	24
2.8 Crecimiento de grieta	25
2.9 Características de la superficie de fractura.....	28
2.10 Regla de daño lineal de Palmgren-Miner	31
2.11 Modos de Solidificación.....	32
2.12 Elementos formadores de carburos.	42
2.13 Elementos de endurecimiento por precipitación.	43
2.14 Elementos intersticiales.	43
2.15 Otros elementos.....	45

2.16 Diagramas de Constitución	45
2.17 Trabajos relacionados con el presente tema de investigación.	47
CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL	49
3.1 Introducción	49
3.2 PRIMERA ETAPA	49
3.3 Análisis de la Microestructura.....	51
3.4 Ensayo de Tensión y Fatiga	52
3.5 Mediciones de Microdureza	53
3.6 Mediciones de velocidad de onda	55
3.7 SEGUNDA ETAPA.....	57
3.8 Tensión y Fatiga.....	57
3.9 Microdureza	58
3.10 Evaluación ultrasónica	59
CATÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSION.....	61
4.1 PRIMERA ETAPA	61
4.1.1 Microestructura	61
4.1.2 Caracterización por Microscopía Electrónica de Barrido	68
4.1.3 Microdureza	80
4.1.4 Ensayo de Tensión	82
4.1.5 Evaluación por ultrasonido.....	85
4.2 SEGUNDA ETAPA.....	87
4.2.1 Análisis metalográfico.....	87
4.2.2 Propiedades mecánicas.....	92
4.2.3 Fractura	95
4.2.4 Mediciones de microdureza	97
4.2.5 Caracterización Ultrasónica	98
CAPÍTULO V. CONCLUSIONES.....	100
5.1 PRIMERA ETAPA	100
5.2 SEGUNDA ETAPA.....	101
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	102

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Diagrama TTP acero 316L, tratamiento de solución 1.5 h, enfriado en agua, y 20% de trabajado en frío previamente al envejecimiento [4].	11
Figura 2 Crecimiento de grano en la ZAT, a) Diagrama de fases, b) ciclos térmicos, c) variaciones del tamaño de grano [1].	18
Figura 3 Anisotropía introducida por el proceso laminado en frío.	20
Figura 4 Separación de la señal de una onda de corte en un componente rápido y uno lento debido al fenómeno de birrefringencia. La señal recibida es la superposición de dos pulsos que se propagan a velocidades ligeramente diferentes.	22
Figura 5 Nomenclatura para carga cíclica de amplitud constante [3].	23
Figura 6. Diagramas típicos <i>S-N</i> [3].	25
Figura 7 Esquema de la velocidad de propagación de grieta versus factor de intensidad de esfuerzo alternante ΔK [3].	27
Figura 8 Características macroscópicas de la superficie de fractura [5].	28
Figura 9 Marcas de progresión [5].	29
Figura 10. Marcas de trinquete resultantes de diferentes causas [5].	30
Figura 11 Dos secciones similares de fallas en un eje que resultan de diferentes causas [5].	30
Figura 12 Marcas de río mostradas [5].	31
Figura 13 Bloques de esfuerzo de amplitud constante y curva <i>S-N</i> . a) Bloques de amplitud constante. b) Curva <i>S-N</i> [3].	32
Figura 14 Relación del tipo de solidificación con el diagrama de fases pseudobinario [2].	34
Figura 15 Tipos de solidificación a) Tipo A, completamente austenítica, b) Tipo AF. Microestructura c) Tipo A, completamente austenítica y d) Tipo AF [2].	35
Figura 16 Solidificación Tipo FA: a) ferrita esquelética, b) ferrita tipo listón [2].	38
Figura 17 Microestructura de la zona de fusión que resulta de la solidificación Tipo FA: a) morfología ferrita esquelética, b) morfología ferrita tipo listón [2].	39
Figura 18 Esquema de la solidificación Tipo F: a) ferrita acicular; b) ferrita y austenita Widmanstätten [2].	41
Figura 19 Microestructura de la zona de fusión que resulta de la solidificación Tipo F: la austenita Widmanstätten nuclea de la austenita a lo largo de los límites de grano de la ferrita. Esta microestructura es muy inusual en aceros inoxidable austeníticos [2].	42
Figura 20 Diagrama de Schaeffler [2].	46
Figura 21 Diagrama WRC-1992 [2].	47
Figura 22 Pasos del proceso de soldadura: a) preparación del espaciamiento de raíz, b) preparación para el suministro de gas de respaldo, c) soldadura en posición 6G y d) pasada de raíz.	51
Figura 23 Dimensiones de las probetas de tensión y fatiga utilizadas, espesor 3 mm, cotas en mm.	52
Figura 24 Máquina servohidráulica MTS para ensayos de tensión y fatiga.	53
Figura 25 Esquema indicando la dirección transversal a la soldadura tomada para la medición de microdureza.	54
Figura 26 Macrografía mostrando los 3 niveles a los cuales se llevaron a cabo las mediciones de microdureza en la unión soldada.	54

Figura 27 a) Esquema del arreglo experimental para la medición de textura mediante birrefringencia, (b) demostración del <i>cruce positivo en cero</i> .	56
Figura 28 Dimensiones en mm de las probetas usadas en los ensayos de fatiga de alto ciclaje y de tensión.	58
Figura 29 Esquema del área de medición de la microdureza Vickers.	58
Figura 30 Arreglo experimental para generación de imágenes por escaneo ultrasónico c-scan utilizando un transductor longitudinalmente enfocado de 15 MHz.	60
Figura 31 Señales ultrasónicas obtenidas del primer y segundo eco.	60
Figura 32 Sección transversal de la unión soldada.	61
Figura 33 Micrografías corte transversal a la soldadura, metal base 316L a) región superficial 50X, b) región central 50X, c) región superficial 100X y d) región central 100X.	63
Figura 34 Micrografías corte transversal a la soldadura, metal base AL-6XN a) región superficial 50X, b) región central 50X, c) región superficial 100X y d) región central 100X.	64
Figura 35 Metal base 316L en el sentido transversal a la tubería a) región central, b) región superficial.	65
Figura 36 Metal base AL-6XN en dirección transversal a la tubería mostrando las bandas de composición en la región central del espesor.	65
Figura 37 Corte transversal de la junta soldada a) metal de soldadura 50X, b) metal de soldadura 100X, c) interface 316L-Soldadura 50X, d) interface 316L-soldadura 100X, e) interface AL-6XN-soldadura 50X y f) interface AL-6XN-soldadura 100X.	67
Figura 38 Micrografías región central a) metal base AL-6XN, b) interface AL-6XN/metal de soldadura.	68
Figura 39 Microanálisis lineal de composición. a) Macrografía de la región analizada y b) concentración lineal de composición.	69
Figura 40 Resultados del análisis químico superficial de la interface 316L-metal de soldadura, a) micrografía y concentración química de elementos b) Ni, c) Cr y d) Mo.	70
Figura 41. Resultados del análisis químico superficial de la interface AL-6XN-metal de soldadura, mostrando a) micrografía y concentración de algunos elementos b) Ni, c) Cr y d) Mo.	71
Figura 42 a) Micrografías del metal base 316L 250X. b) Micrografías ZAT metal base 316L 250X.	72
Figura 43 Patrones de difracción de la ZAT del acero 316L y del material base.	74
Figura 44 EDX de la ZAT del acero inoxidable 316L mostrando bandas de ferrita (claro) y la austenita (oscuro).	75
Figura 45 a) Micrografías de la ZAT metal base 316L. b) resultados de EDX de la ferrita δ .	76
Figura 46 Microestructuras del metal de soldadura columnar dendrítica tomadas en diferentes regiones del metal de soldadura, a) puntas de las dendritas, b) ramificaciones de las dendritas y c) fractura a tensión mostrando la estructura columnar dendrítica.	78
Figura 47 a) Micrografía mostrando dos inclusiones encontradas en la ZAT del acero 316L, b) EDX de la inclusión A.	79
Figura 48 Perfiles de microdureza en tres profundidades a lo largo del espesor de la unión soldada.	81
Figura 49 Macrografía probeta fracturada a tensión.	83
Figura 50. Fractografía obtenida por MEB, ZAT del material base 316L.	84
Figura 51 Valores del esfuerzo de Von Mises obtenidos en el modelo simplificado.	86
Figura 52 Mediciones de dilución obtenidas mediante software para la soldadura de bajo aporte térmico a) macrografía y b) perfil utilizado.	87

Figura 53 Mediciones de dilución obtenidas mediante software para la soldadura de alto aporte térmico a) macrografía y b) perfil utilizado.	88
Figura 54 Micrografía óptica de la microestructura de la línea de fusión a) 316L/metal de soldadura a 200X, b) metal de soldadura/AL-6XN a 200X ambos con bajo aporte térmico. Línea de fusión c) 316L/metal de soldadura a 200X y d) metal de soldadura/AL-6XN a 200X con alto aporte térmico.	89
Figura 55 Microestructura en la región próxima las líneas de fusión: con bajo aporte térmico a 200X a) 316L/metal de soldadura b) metal de soldadura/AL-6XN, y alto aporte térmico a 200X c) 316L/metal de soldadura d) metal de soldadura/AL-6XN.	90
Figura 56 Imágen MEB del metal de soldadura mostrándo precipitados de segundas fases (a) bajo aporte térmico, (b) alto aporte térmico.	90
Figura 57 Análisis puntual de una partícula precipitada en el metal de soldadura, a) partícula precipitada, b) EDX puntual de la partícula, c) distribución de Nb y d) distribución de Mo.	92
Figura 58 Curvas quasi-estaticas esfuerzo-deformación de probetas con 0%, 25 %, 50% y 75% de acumulación de daño por fatiga a) BAT Bajo aporte térmico, b) AAT alto aporte térmico.	93
Figura 59 Imágenes de localización de la fractura como función del porcentaje de acumulación de daño en soldaduras disímiles 316L/AL-6XN. Imagen a) BAT bajo aporte térmico con 75%. Imágenes a), c) y d) AAT alto aporte con 0%, 50% y 75%, respectivamente.	93
Figura 60 Curvas quasi-estaticas esfuerzo-elongación para probetas con 0%, 25 % and 50% de acumulación de daño por fatiga a) Bajo aporte térmico, b) Alto aporte térmico.	94
Figura 61 Cambio del esfuerzo de cedencia a) y esfuerzo máximo b) como función de la fracción de daño.	95
Figura 62 Imágenes MEB de la superficie de fgractura del metal de soldadura con alto aporte térmico después de la acumulación de daño por fatiga a) 25% y b) 50%	96
Figura 63 Mapeo químico de la superficie de fractura mostrando que las partículas estás compuestas de Mo, Nb y Ti.	96
Figura 64 Mapas de microdureza Vickers con 1,600 puntos de datos con una carga de 300 g de las soldaduras con bajo (superior) y alto aporte térmico (inferior).	97
Figura 65 Valores promedio de microdureza Vickers de los metals base y de soldadura.	98
Figura 66 Imágenes de ultrasonido c-scan de probetas soldadas disímiles de acero inoxidable 316L (izquierda), acero inoxidable AL-6XN (derecha) y metal de soldadura (azul/blanco). La intensidad del color indica el porcentaje de deterioro de la señal de la primera pared.	99

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Tipos de solidificación, reacciones y microestructuras resultantes [2].	34
Tabla 2 Ecuaciones para el cálculo de Cr_{eq} y Ni_{eq}	46
Tabla 3 Parámetros de soldadura utilizados para cada una de las uniones soldadas.	50
Tabla 4 Composición química de los metales base y del material de aporte [% peso].	50
Tabla 5 Composición química de los metales base y del material de aporte [% peso].	57
Tabla 6 Composiciones químicas de la ferrita δ	75
Tabla 7 Propiedades mecánicas de tensión de ambos materiales base y de la unión soldada.	83
Tabla 8 Constantes elásticas obtenidas para el acero 316L.	85
Tabla 9 Constantes elásticas del acero AL-6XN y del metal de soldadura.	85
Tabla 10 Composición química en la segunda fase precipitada.	91

RESUMEN

Este trabajo fue desarrollado en dos etapas con el objeto de analizar el efecto de diferentes parámetros de soldadura en la microestructura y las propiedades mecánicas tomando en cuenta diferentes formas de los materiales base, proceso de soldadura y aporte térmico. La primer etapa se realizó utilizando el proceso GTAW (Soldadura por Arco de Tungsteno con Gas) para unir dos secciones de tubería, una de acero inoxidable austenítico 316L y la otra de acero inoxidable superaustenítico AL-6XN, mientras que en la segunda la soldadura etapa se realizó utilizando el proceso GMAW (Soldadura por Arco de Metal con Gas) para unir placas de acero 316L y AL-6XN.

PRIMERA ETAPA

Debido a las excelentes propiedades, el acero inoxidable AL-6XN se ha propuesto como una alternativa para reemplazar al acero inoxidable 316L en la reparación de componentes y tuberías usados en plantas generadoras de energía. Por lo tanto, un profundo entendimiento del comportamiento de soldaduras disímiles es necesario. En este trabajo, se investigan la microestructura y las propiedades mecánicas de una unión disímil hecha de aceros inoxidables AL-6XN y 316L unidos con el proceso de arco de tungsteno con gas (GTAW), utilizando microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB), ensayos de tensión, análisis mediante energía dispersiva de rayos X (EDX) y mediciones de microdureza. Se realizó un análisis del modo de fractura de las probetas de tensión. Los resultados de tensión muestran que los especímenes de la unión soldada presentan mayor resistencia a la tensión, la fractura ocurre en la zona afectada térmicamente (ZAT) del acero inoxidable 316L. El análisis microestructural muestra la presencia de pequeñas inclusiones de titanio en la ZAT del acero 316L.

SEGUNDA ETAPA

En este estudio, placas de aceros inoxidables AL-6XN y 316L fueron soldadas con GMAW con un electrodo ER-NiCrMo3 y el efecto de dos diferentes aportes térmicos y diferente daño por fatiga acumulado fue evaluado en términos de microestructura y comportamiento mecánico. La caracterización microestructural de las muestras de unión soldada sin daño previo revelan diferencias en el tamaño de dendrita y espaciado interdendrítico en el metal de soldadura. Respecto al lado de la soldadura disímil y al aporte térmico se presentan regiones de metal de soldadura con una mayor textura. Partículas ricas en Mo-Nb fueron encontradas en el metal de soldadura para ambas condiciones de soldadura. Es evidente que el alto aporte térmico causó zonas sin mezclar muy amplias en la interface del metal de soldadura – AL-6XN. La falla de las muestras en condiciones de soldadura, bajo esfuerzo de tensión, ocurrió consistentemente en el metal base 316L independientemente del aporte térmico. Sin embargo, se encontró que para alto aporte térmico (1.6 kJ/mm) el daño acumulado por fatiga cambió la respuesta mecánica de las uniones soldadas disímiles de manera que la fractura ocurrió en el metal de soldadura. Mediciones de atenuación ultrasónica fueron usadas para caracterizar la unión soldada y los resultados mostraron regiones de alta atenuación que fueron relacionadas a las estructuras dendríticas.

Palabras clave: *soldadura disímil, daño por fatiga, atenuación ultrasónica, microdureza, microestructura.*



ABSTRACT

This work was developed in two stages in order to analyze the effect different weld parameters on the microstructure and mechanical properties taking into account different forms of the base materials, welding process and heat input. The first stage was performed using the Gas Tungsten Arc Welding (GTAW) process to join two sections of pipe, a 316L austenitic stainless steel and the other of superaustenitic stainless steel AL-6XN, while in the second step the weld was performed using the Gas Metal Arc Welding (GMAW) process for joining steel plates 316 and AL-6XN.

FIRST STAGE

Due to its excellent properties, the AL-6XN stainless steel has been proposed as an alternative to replace 316L stainless steel during the repair of components and pipelines used in power plants. Therefore, a deep understanding of the behavior of dissimilar welded joints is needed. In this work, the microstructure and mechanical properties of a dissimilar joint between AL-6XN and 316L stainless steels welded by the GTAW process are investigated using optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM), tension test, analysis of X-rays dispersive energy (EDX) and microhardness measurements. An analysis of the fracture mode of the tension samples was performed. Tension test results show that welded samples exhibit higher strength, fracture occurs in the heat affected zone (HAZ) of the 316L stainless steel. Microstructural analysis shows the presence of small precipitated titanium particles in the HAZ of the 316L stainless steel.

SECOND STAGE

In this study, plates of AL-6XN and 316L stainless steels were gas metal arc welded with an ER-NiCrMo3 filler wire and the effect of two different heat inputs and different accumulated fatigue damage is evaluated in terms of microstructure and mechanical behavior. Microstructural characterization of the welded joint without previous damage revealed differences in dendrite size and interdendritic spacing in the weld metal with respect to the side of the dissimilar weld and to the heat input that results in weld metal regions with strong texture. Mo-Nb rich particles were found in the weld metal for both welding conditions. High heat input yielded very wide unmixed zones along the weld metal – AL-6XN interfaces. Failure of the as-welded samples, under tensile stress, consistently occurred in the 316L base metal irrespective of the heat input. However, it was found that for a high heat input (1.6 kJ/mm) accumulated fatigue damage changed the mechanical response of the welded dissimilar joints so that fracture took place in the weld metal. Ultrasonic attenuation measurements were used to characterize the welded joint and results showed regions of high attenuation that are related to dendritic structures.

Keywords: *Dissimilar weld, fatigue damage, ultrasonic attenuation, microhardness, microstructure.*



CAPÍTULO I INTRODUCCIÓN

Con la aparición de nuevos materiales los ingenieros están enfrentando la necesidad de unir diferentes aleaciones para optimizar el diseño explotando las características individuales de cada material. La soldadura disímil está siendo usada más frecuentemente en diseño de estructuras de ingeniería o componentes. Además, las uniones disímiles pueden ser también requeridas en un proceso de reparación o remplazo. Un número de estudios han sido desarrollados para estudiar la respuesta mecánica, características microestructurales, efecto de esfuerzos residuales y resistencia a la corrosión de soldaduras por fusión, los resultados indican que dependiendo del procedimiento de soldadura, geometría de la unión soldada, materiales base y consumibles una unión soldada exhibe varias regiones con microestructuras sustancialmente diferentes y por lo tanto diferentes propiedades [6-15].

El acero inoxidable austenítico AISI Tipo 316L posee alta tenacidad, alta resistencia, y alta resistencia a fatiga, así como resistencia a la oxidación a temperaturas elevadas, compatibilidad con refrigerante base sodio (en reactores nucleares) y buena soldabilidad. Debido a esto, este acero ha sido extensamente usado en componentes sujetos a temperatura elevada en plantas de generación de energía termoeléctricas y nucleares. Cuando se expone a alta temperatura el acero 316L es susceptible a varios problemas metalúrgicos, por lo que en procesos de soldadura, si los parámetros no son controlados, la soldadura por fusión podría extender el tiempo de permanencia a alta temperatura de la zona afectada térmicamente (ZAT) incrementando el riesgo de formación de fases intermetálicas como sigma (σ), chi (χ) y fases de Laves, las cuales afectan las características de los aceros, o la precipitación de carburos indeseables como el $M_{23}C_6$ que fragilizan los aceros [2, 13, 16-19].



El acero AL-6XN es un acero inoxidable austenítico endurecido por nitrógeno relativamente nuevo y como todos los aceros inoxidables austeníticos, exhibe alta resistencia y tenacidad excepcional, ductilidad y formabilidad. La principal diferencia entre el AL-6XN y otros aceros inoxidables austeníticos es que el AL-6XN contiene altas cantidades de cromo, nitrógeno, níquel y molibdeno. El níquel y el molibdeno incrementan la resistencia a la corrosión en presencia de iones de cloruros y a la formación de grietas inducidas por corrosión bajo esfuerzos (SCC, Stress Corrosion Cracking por sus siglas en inglés) y mejora la resistencia a la corrosión por picado y en fisuras, respectivamente [18, 20]. También, en comparación con los aceros inoxidables 316L y 304L, el acero inoxidable AL-6XN exhibe: i) resistencia superior a ataque intergranular, cuando es sensibilizado, y aproximadamente el doble del esfuerzo de cedencia al 0.2%, mientras mantiene una excelente ductilidad y tenacidad y ii) mayor resistencia a temperaturas elevadas que los aceros inoxidables estándar de la serie 300 [21, 22].

Debido a sus excelentes propiedades, el acero inoxidable AL-6XN ha sido propuesto como una alternativa para reemplazar al acero 316L durante la reparación de componentes que son utilizados en las industrias de generación de energía, tanto convencionales como nucleares. En la industria de generación de energía, la gran mayoría de componentes están fabricados utilizando soldadura por fusión, y la falla frecuentemente inicia ya sea en el metal de soldadura o en la zona afectada térmicamente (ZAT). Por lo tanto, la soldadura se vuelve un elemento de control de tales componentes. La aplicación creciente del acero superaustenítico AL-6XN y su uso potencial como remplazo del 316L dañado requiere una mejor comprensión de las propiedades mecánicas asociadas con la soldadura de estas aleaciones disímiles.

Usualmente las propiedades mecánicas están determinadas en materiales libres de daño, pero no es bien conocido cómo varían estas propiedades por efecto del daño por fatiga. El daño por fatiga se

acumula e incrementa con la aplicación de ciclos de carga. El daño por fatiga acumulado juega un papel importante en la predicción de la vida de componentes y estructuras sujetas a historiales de carga en campo. Desde la introducción del concepto de acumulación de daño, muchos modelos han sido desarrollados. La primera regla de daño propuesta fue el modelo de Palmgren-Miner expresado como:

$$D = \sum \frac{n_i}{N_{fi}}$$

Donde D indica el nivel de daño y n_i y N_{fi} son los ciclos aplicados y los ciclos aplicados para falla bajo i -avo nivel de carga de amplitud constante, respectivamente. La falla se supone que ocurre cuando $D = 1$. Las principales deficiencias con las reglas de daño lineal (como el modelo de Palmgren-Miner) son el nivel de la carga y la independencia de la secuencia de carga. Por lo tanto, en este trabajo solamente un nivel de carga de amplitud constante es aplicado y n_i/N_{fi} es considerado como fracción de vida. Para este análisis cualitativo es razonable usar la fracción de vida $D = n_i/N_{fi}$ para medir el daño acumulado. Este es un estudio comparativo para analizar el efecto de tres niveles de daño: bajo, medio y alto ($D = 0.25, 0.50$ y 0.75 respectivamente).

En la industria las técnicas ultrasónicas (UT) son extensivamente usadas debido a sus capacidades para detectar y clasificar de acuerdo al tamaño defectos. Las soldaduras de aceros inoxidables austeníticos presentan dificultades de inspección debido a que durante el proceso de solidificación del metal de soldadura el mecanismo de crecimiento cristalino produce una microestructura compuesta de numerosos granos con una forma alargada que exhiben una orientación localmente preferencial que crea áreas con fuerte anisotropía [23], por ejemplo, granos con orientación cristalina que difiere de un grano a otro [24, 25]. La atenuación ultrasónica en metales policristalinos es principalmente causada por una pérdida en la amplitud de la señal ultrasónica,



esta pérdida toma lugar en los límites de grano que tienen diferentes orientaciones cristalográficas donde la onda que se propaga se dispersa debido a la diferencia de impedancia acústica, La impedancia acústica (Z) de un material se define como el producto de su densidad (ρ) y la velocidad acústica (V) [26]. Además, factores microestructurales como el tamaño de grano, forma y orientación del grano también afecta la atenuación de la onda ultrasónica. Estos factores microestructurales también producen en la soldadura regiones complejas con diferentes propiedades acústicas que podrían dificultar la evaluación de esfuerzos residuales [27].

La literatura existente no exhibe trabajo previo que reporte el efecto del aporte térmico y el daño por fatiga acumulado en soldaduras disímiles entre aceros superausteníticos y acero inoxidable 316L. Este estudio emprende una investigación interdisciplinaria para evaluar el efecto del aporte térmico así como el impacto del daño por fatiga acumulado en la respuesta mecánica de estas uniones.

CAPÍTULO II REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 Microestructura

El término superaustenítico se refiere a aceros inoxidable austeníticos que contienen altas cantidades de cromo, níquel, molibdeno y nitrógeno, resultando en un contenido de hierro cercano o menor a 50% [28].

Los aceros austeníticos pueden experimentar cambios microestructurales durante el proceso de soldadura o cuando son sujetos a altas temperaturas por un periodo de tiempo considerable. Las variaciones microestructurales causadas por procesos de soldadura o tratamiento térmico post-soldadura (Post Weld Heat Treatment o PWHT) son responsables de los cambios en propiedades mecánicas y en la resistencia a la corrosión de uniones soldadas [29]. Estos cambios microestructurales ocurren como:

a) Precipitación de carburos.

Padilha [28, 30] y colaboradores y Sourmail [31] reportaron la precipitación de carburos ($M_{23}C_6$, MC , M_6C , M_7C_3), nitruros primarios (MN , $M = Zr, Ti, Nb$ y V), y nitruros secundarios (M_2N , $M = Cr, Fe$) en aceros inoxidable austeníticos durante tratamiento térmico (recocido) y soldadura. La precipitación de carburos es un fenómeno que puede reducir la resistencia a la corrosión del acero inoxidable. Depende de dos factores: la temperatura y el contenido de carbono. La temperatura en el rango de 550 a 900°C permite al cromo difundirse para formar carburos [16, 29].

La solubilidad del carbono en la austenita disminuye rápidamente cuando la temperatura disminuye. Adicionalmente, un alto contenido de Ni también disminuye la solubilidad del carbono. Como consecuencia la precipitación del carburo tipo $M_{23}C_6$, donde M representa Cr, Fe, Mo y Ni, es muy común en éste tipo de aceros. La presencia de molibdeno en ciertas aleaciones puede causar

la precipitación de η , un carburo tipo M_6C . Para los contenidos usuales de carbono de los aceros inoxidable austeníticos de colada, la precipitación de carburo tipo M_7C_3 , donde M representa Cr y Fe, no toma lugar [28].

Carburos de tipo $M_{23}C_6$. Wasnik y colaboradores [16] encontraron la formación de este tipo de carburo en los límites de grano y puntos triples en un acero 316L, obteniendo por EDS una composición química de 30 a 55% de cromo y confirmando la presencia de carbono.

La siguiente composición química fue encontrada para el $M_{23}C_6$ en un acero AISI 316: 63% Cr, 18% Fe, 14% Mo y 5% en peso de Ni, que corresponde aproximadamente a $(Cr_{16}Fe_5Mo_2)C_6$, en ese trabajo se encontró que el parámetro de red variaba de 1.0569 a 1.0676 nm. La presencia de nitrógeno en aceros inoxidable austeníticos inhibe la precipitación de $M_{23}C_6$ [19, 28].

Los sitios más favorables para la precipitación de carburos $M_{23}C_6$ son los límites de grano, seguidos de límites incoherentes de maclado, límites coherentes de maclado y finalmente en las dislocaciones dentro de los granos [28].

El carburo $M_{23}C_6$ es normalmente la primera fase en formarse en los aceros inoxidable austeníticos. Dependiendo del contenido de carbono, una cantidad significativa de carburos pueden formarse después de sólo unos pocos minutos entre 650 y 750°C. El carburo $M_{23}C_6$ es normalmente indeseable debido a que su presencia es asociada con la sensibilización o corrosión intergranular y un decremento en la ductilidad y tenacidad [16, 28, 32].

En el caso de los aceros inoxidable austeníticos los diagramas Tiempo-Temperatura-Transformación (TTT) y Tiempo-Temperatura-Precipitación (TTP) son usados principalmente para representar la secuencia de precipitación y la competencia entre diferentes fases, como se presenta en la Figura 1. La precipitación de carburos y los nitruros precede a la precipitación de

fases intermetálicas. La precipitación de $M_{23}C_6$ en los límites de grano casi siempre toma lugar primeramente [28, 33].

Carburos tipo MC. La adición de elementos que forman carburos MC, normalmente llamados elementos estabilizadores, tiene como objetivo dificultar la precipitación de $M_{23}C_6$. Los carburos MC tienen una estructura fcc. La precipitación de carburo MC es predominantemente intragranular, en dislocaciones y fallas de apilamiento [28].

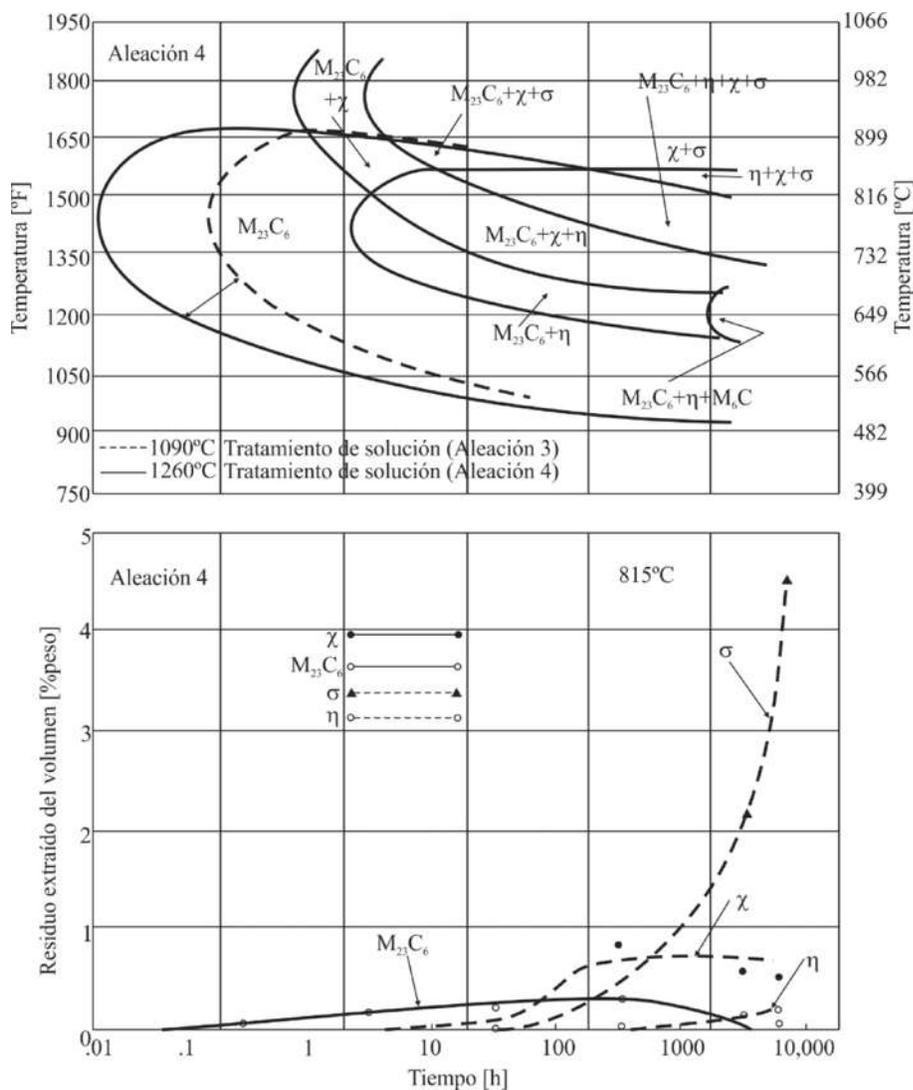


Figura 1 Diagrama TTP acero 316L, tratamiento de solución 1.5 h, enfriado en agua, y 20% de trabajado en frío previamente al envejecimiento [4].

Carburos tipo M_6C . Los carburos de tipo M_6C ($M = Fe, Cr, Mo, W, Nb$ y V), también conocidos como carburo η , son frecuentemente encontrados en aceros inoxidable austeníticos que contienen molibdeno, tungsteno y niobio, especialmente molibdeno. El carburo M_6C invariablemente contiene más de un elemento metálico, requiriendo la presencia de al menos tres tipos de átomos y usualmente es presentado por la fórmula A_3B_3C o A_4B_2C . Éste tipo de carburo tiene una estructura fcc, tipo diamante. No es encontrado (o sólo encontrado en pequeñas cantidades) en la mayoría de los aceros inoxidable [19, 28].

Carburos tipo M_7C_3 . Tiene una estructura pseudo-hexagonal. Éstos carburos pueden ser encontrados solamente en aceros inoxidable austeníticos para relaciones muy altas de carbono:cromo [28].

b) Precipitación de fases intermetálicas.

Las tres fases intermetálicas más frecuentemente encontradas en los aceros inoxidable austeníticos y superausteníticos son fase sigma (σ), chi (χ) y fase de Laves o eta (η). Las fases G, R y mu (μ) ocurren con mucho menor frecuencia y en menores cantidades [17, 19, 28, 29, 34].

Fase Sigma (σ). Es probablemente la fase intermetálica indeseable más estudiada de aquellas mencionadas anteriormente. La precipitación de fase sigma en aceros inoxidable austeníticos ocurre entre 550 y 900°C. Una composición química típica encontrada en aceros inoxidable austeníticos AISI 316 o 316L, es la siguiente (en % peso): 55% Fe, 29% Cr, 11% Mo y 5% Ni [28].

Se precipita principalmente en los límites de grano, especialmente en las uniones triples, así como en las interfaces ferrita delta-austenita (δ/γ), en límites incoherentes de maclado y en inclusiones intragranulares. Su morfología es usualmente equiaxial. La precipitación de fase sigma reduce el cromo y molibdeno de la matriz adyacente y de este modo causa disolución de carburos en esta

región. Debido a que estas partículas de σ son perjudiciales para la resistencia a la corrosión y desempeño mecánico, es importante controlar su evolución [28, 35].

La precipitación de fase sigma tiene una cinética muy lenta y la formación de precipitados puede tomar cientos y a veces miles de horas. La velocidad de precipitación de fase σ a partir de ferrita es alrededor de 100 veces más rápida que la velocidad de precipitación de fase σ a partir directamente de la austenita [28].

Para propósitos de soldadura es por lo tanto importante tomar en consideración el contenido de ferrita en el metal de soldadura, vermicular o de bandas. La fracción en volumen de fase sigma incrementará al incrementar el tiempo de permanencia en el tratamiento térmico. El tratamiento térmico a una temperatura entre 1,040 y 1,090°C y enfriando rápidamente permite que la fase sigma pueda ser removida [29].

Fase Chi (χ). El rango de precipitación de la fase chi es algo más estrecho que el de la fase sigma y depende del contenido de Mo del acero. La precipitación de fase χ puede solamente ocurrir si el molibdeno y/o el titanio están presentes. Varios investigadores identificaron la fase χ en aceros inoxidables tipo AISI 316. Su composición es similar a la fase σ , pero en contraste con la fase σ , el carbono puede disolverse en la fase χ . Se ha encontrado que la fase χ se forma principalmente en los límites de grano, límites incoherentes de maclado, límites coherentes de maclado, y en dislocaciones dentro de la matriz [17, 19, 28, 34].

La precipitación de fase χ , cuando ocurre, precede a la formación de fase σ . Su nucleación es acelerada por trabajado en frío [28].

Fases de Laves (η). Las fases de Laves que ocurren más frecuentemente en aceros inoxidables austeníticos tienen una estructura hexagonal compacta de tipo $MgZn_2$. Las más comunes son Fe_2Mo , Fe_2Nb y Fe_2Ti , o una combinación de las tres. La fase de Laves es generalmente estable debajo de $815^\circ C$, pero esto depende fuertemente de los contenidos de Mo, Nb y Ti [17, 28, 34].

La fase de Laves de tipo Fe_2Mo fue encontrada en aceros inoxidables AISI 316 con contenidos de molibdeno entre 2 y 3% en peso para tiempos de recocido grandes. Durante envejecimiento de los aceros inoxidables austeníticos con exceso de niobio la precipitación de Fe_2Nb sigue la secuencia: primero aparece en los límites de grano, posteriormente en los límites incoherentes de maclado, límites coherentes de maclado y finalmente dentro del grano [28].

Fases G, R y μ . Ocurren mucho menos frecuentemente y en menores cantidades en aceros inoxidables que las fases σ , χ y Laves [28].

La fase G es un siliciuro de $Ni_{16}Ti_6Si_7$, $Ni_{16}Nb_6Si_7$ o tipo $(Ni, Fe, Cr)_{16}(Nb, Ti)_6$. Tiene una estructura cristalina fcc compleja. La fase G precipita en la ferrita entre 250 y $500^\circ C$. En una matriz completamente austenítica baja en carbono, la fase G precipita en los límites de grano y dentro de los granos durante envejecimiento a temperaturas más alta que en la ferrita: 500 y $850^\circ C$. La composición de la fase G fue determinada por análisis EDS. El resultado fue (% peso): 51 Ni, 29 Nb, 14 Si, 4.5 Fe y 1.5 Cr. La radiación de neutrones puede inducir la precipitación de fase G en aceros inoxidables austeníticos [28].

En el acero superaustenítico la fase R fue encontrada en la zona afectada térmicamente de soldaduras, en regiones que alcanzaron temperaturas superiores a $800^\circ C$ [28].

La fase μ inicialmente precipitó preferencialmente en los límites de grano, pero después de tiempos largos se observó que la fase μ precipita en los límites de grano y dentro de los granos [28].

Nitruros.

Los nitruros pueden ser agrupados en dos clases: (i) nitruros primarios de tipo MN (M = Zr, Ti, Nb y V) formados en aceros estabilizados conteniendo cantidades residuales de nitrógeno (<0.1 en % peso); y (ii) nitruros secundarios de tipo M₂N (M = Cr, Fe) que precipitan en aceros inoxidables conteniendo altos niveles de nitrógeno (0.1 a 0.9 % peso). El nitrógeno es adicionado a los aceros inoxidables debido a que mejora las propiedades mecánicas y resistencia a corrosión, y también porque es un fuerte estabilizador de la austenita. Debido a la alta estabilidad y consecuente baja solubilidad de esos nitruros, casi todo el nitrógeno forma nitruros, particularmente en aceros estabilizados con Ti. Estos nitruros tienen una morfología con facetas y su tamaño es típicamente 10-15 μm [28, 36].

2.2 Formación de martensita.

La martensita inducida por deformación puede ser clasificada bajo dos categorías: *asistida por esfuerzo e inducida por deformación*. La martensita asistida por esfuerzo, con estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo, es formada durante deformación en frío cuando los niveles de esfuerzo justo proveen la reducción en la fuerza motriz requerida para la transformación de austenita a martensita. El tipo de martensita obtenido en este caso es similar a aquella obtenida por temple térmico de la austenita. Sin embargo, la martensita inducida por deformación es una consecuencia directa de la deformación plástica de la austenita y puede ser morfológicamente diferente de la martensita asistida por esfuerzo o producida térmicamente [37].

El caso más frecuente de formación de martensita a temperatura ambiente en aceros inoxidables es el de martensita inducida por deformación [28].

La formación y la cantidad de martensita α' y ε dependen de la composición de acero, de su energía de falla de apilamiento y de la temperatura. De acuerdo a Kaieda y Oguchi, la cantidad de martensita α' depende también del estado de esfuerzo durante deformación [28].

La susceptibilidad de la austenita para formar martensita y la cantidad de martensita incrementan con el decremento en la temperatura de deformación [28].

De acuerdo a Mangonon y Thomas [38] la martensita α' se forma preferencialmente en las intersecciones entre las placas de martensita ε , en los límites de maclado y en los límites de grano [28, 38, 39].

Seetharaman y Krishnan [28, 40], trabajando con un acero AISI 316, encontraron que durante la deformación a bajas temperaturas la formación de martensita ε precede a la formación de α' . También encontraron que la cantidad de ε incrementa con la deformación, pasa a través de un máximo y después disminuye, mientras que la cantidad α' continuamente incrementa con la deformación.

Los resultados de Mangonon y Thomas [38, 39] y Seetharaman y Krishnan [40] sugieren la siguiente secuencia de transformación: $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$; la martensita ε es generada a partir de la austenita, y después transformada en martensita α' ; la martensita α' puede también ser formada directamente a partir de la austenita [28].

Hadji y Badji [37] encontraron para el acero inoxidable 316 laminado en frío con reducción de espesor de 16 y 50%, solamente formación de martensita α' , indicando que la secuencia del modo de deformación sigue la secuencia $\gamma \rightarrow$ maclado mecánico \rightarrow martensita α' en lugar de la secuencia $\gamma \rightarrow$ martensita $\varepsilon \rightarrow$ martensita α' . Sugieren además, que el contenido de martensita α'

en acero 316 es menor que en aceros 304 para un mismo porcentaje de deformación debido a la alta estabilidad de la fase α' ocasionada por el contenido mayor de níquel.

Se ha encontrado que el rápido decremento en el endurecimiento por deformación en aceros 304 es principalmente influenciada por la formación de martensita ϵ , mientras que el incremento en la velocidad de endurecimiento por deformación está asociado con un incremento en la formación de martensita α' [41].

Cuando los aceros inoxidable que contienen martensita inducida por deformación son recocidos, la martensita puede revertirse a austenita. Esta reversión usualmente ocurre a temperaturas inferiores y por tiempos más cortos que aquellos requeridos para la recristalización del acero inoxidable deformado [28].

2.3 Crecimiento de Grano

El efecto del endurecimiento por trabajado ha desaparecido por completo en la zona de fusión debido a la fusión y se pierde parcialmente en la zona afectada térmicamente (ZAT) debido a la recristalización y crecimiento de grano. Estas pérdidas deben tenerse en cuenta en diseños estructurales que impliquen soldadura. Un crecimiento de grano excesivo puede resultar en granos grandes en la zona de fusión debido al crecimiento epitaxial. La tenacidad a la fractura es normalmente pobre con granos grandes en la ZAT y en la zona de fusión [1].

La pérdida de resistencia en la ZAT puede ser explicada con ayuda de los ciclos térmicos, como se muestra en las Figuras 2a a la 2c. Entre más cerca se está de la línea de fusión, el pico de temperatura se vuelve más alto y más tiempo permanece el material por encima de la temperatura efectiva de recristalización. Ya que la resistencia de un material endurecido por trabajado disminuye incrementando la temperatura de recocido y el tiempo, la resistencia o dureza de la ZAT

disminuye cuando se aproxima a la línea de fusión. Además, debido a que el crecimiento de grano incrementa con el aumento de la temperatura de recocido y tiempo, el tamaño de grano incrementa cuando se aproxima a la línea de fusión [1].

Tanto el tamaño de la ZAT como el tiempo de retención arriba de la temperatura efectiva de recristalización T_x se incrementan con el incremento de aporte térmico por unidad de longitud de la soldadura, esto es, la razón del aporte térmico con la velocidad de soldadura. Consecuentemente, la pérdida de resistencia en la ZAT se vuelve más severa cuando el aporte térmico por unidad de longitud de la soldadura se incrementa [1].

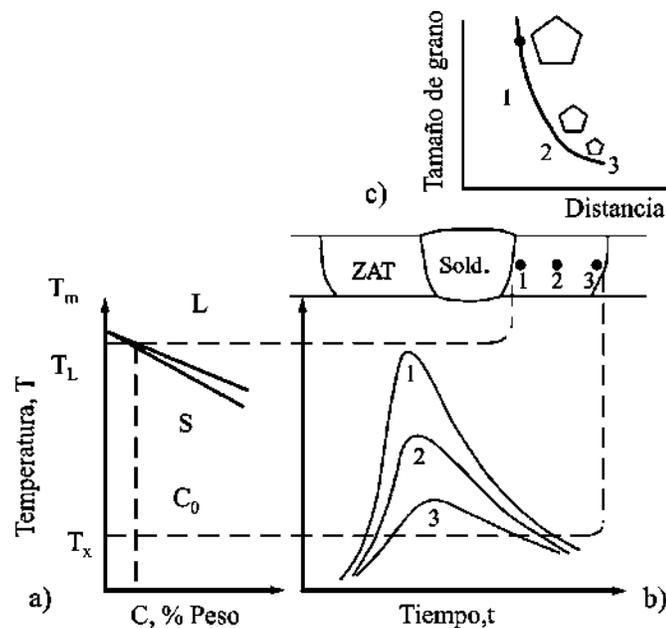


Figura 2 Crecimiento de grano en la ZAT, a) Diagrama de fases, b) ciclos térmicos, c) variaciones del tamaño de grano [1].

2.4 Deformación plástica

La deformación plástica de los metales es principalmente determinada por la movilidad de las dislocaciones. Para diseñar materiales de ingeniería con alta resistencia, el movimiento de dislocaciones tiene que impedirse.

Endurecimiento por trabajado. Las dislocaciones son obstáculos para otras dislocaciones. Entre más dislocaciones existan en un metal, mayor es el esfuerzo de cedencia. Las fuentes de dislocaciones crean nuevas dislocaciones durante la deformación plástica y sirven para incrementar la densidad de dislocaciones. Esto endurece el material, un proceso llamado *endurecimiento por trabajado*, *endurecimiento por deformación*, o en ocasiones *endurecimiento por trabajado en frío*. La densidad de dislocaciones puede incrementar hasta un valor de 10^{16}m^{-2} .

El endurecimiento por trabajado es la razón por la cual la curva de flujo de los metales incrementa en el régimen plástico. Una de las ventajas de endurecimiento por trabajado es que es simple de lograr y es subproducto del proceso de manufactura [42].

Incrementando la densidad de dislocaciones también reduce la ductilidad. Otra desventaja es que el endurecimiento se pierde a altas temperaturas (por ejemplo durante la soldadura) debido a la recuperación [42].

2.5 Cambios de velocidad ultrasónica en materiales con textura cristalina

Cuando un material es sometido a deformación plástica, Figura 3, éste desarrollará una orientación preferencial o textura en la cual ciertos planos cristalográficos tienden a orientarse en una forma preferencial con respecto a la dirección de máxima deformación [43]. Típicamente la orientación preferencial se determina con métodos de rayos X, algunas limitaciones de estos métodos son a) la profundidad de penetración de los rayos X es de unos cuantos micrómetros por lo que la muestra

tiene que ser desbastada por algún método usualmente algún ataque químico para ir eliminando gradualmente capas de material y de esta forma medir la textura a diferentes profundidades b) las fuentes de rayos X son perjudiciales para la salud.

Debido a la textura, las propiedades mecánicas de todos los productos en forma de hoja o placa varían con la dirección en la que son evaluadas, esto es conocido como *anisotropía* [44]. La magnitud de la variación depende de la historia termomecánica y el máximo grado de anisotropía posible para el material en particular.

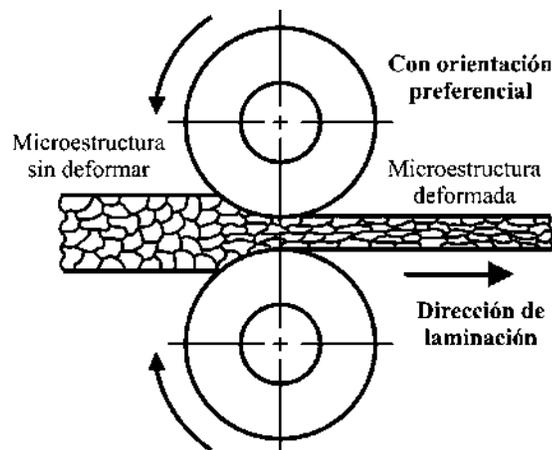


Figura 3 Anisotropía introducida por el proceso laminado en frío.

Mediante mediciones de velocidad, el ultrasonido ha demostrado su potencial para determinar la textura de los materiales, típicamente, la velocidad de una onda ultrasónica se considera constante en todas las direcciones en un material, y esta suposición es adecuada para la mayoría de los casos. Un material que tiene la misma velocidad de onda en cualquier dirección se considera que es “*isotrópico*” con respecto a la propagación de onda. Dos excepciones particulares a esta consideración de isotropía de una onda acústica ocurren cuando una onda acústica se propaga en un material que es sometido a esfuerzos, esto es conocido como efecto acustoelástico o cuando una

onda se propaga en un material que ha sido deformado mecánicamente, se produce el fenómeno de birrefringencia.

La birrefringencia es la refracción de una onda ultrasónica que se propaga en un material para producir dos ondas que se propagan en la misma dirección con velocidades ligeramente diferentes y direcciones de polarización mutuamente ortogonales. La Figura 4 muestra en forma esquemática la generación de dos ondas en un material con textura. Utilizando esta técnica se puede determinar i) dirección de laminación y ii) la cantidad de deformación plástica de un material al determinar el índice de birrefringencia [45].

En el método de birrefringencia, se miden las velocidades de onda de corte en dos direcciones de polarización, 0° dirección de laminación y 90° dirección trasversal a la laminación. El modo rápido presenta una velocidad $c_{s,r}$ mayor a la del modo lento $c_{s,l}$ donde los subíndices s , r , y l representan corte, rápido y lento respectivamente. La diferencia normalizada es el índice de birrefringencia acústica B dada por la ecuación:

$$B = \frac{c_{s,r} - c_{s,l}}{c_p} \quad (1)$$

donde c_p es la velocidad promedio. B se representa también en porcentaje al multiplicar el valor B por 100. En ausencia de campos de esfuerzos, las direcciones de laminación y transversal son direcciones de polarización pura para las ondas de corte [45].

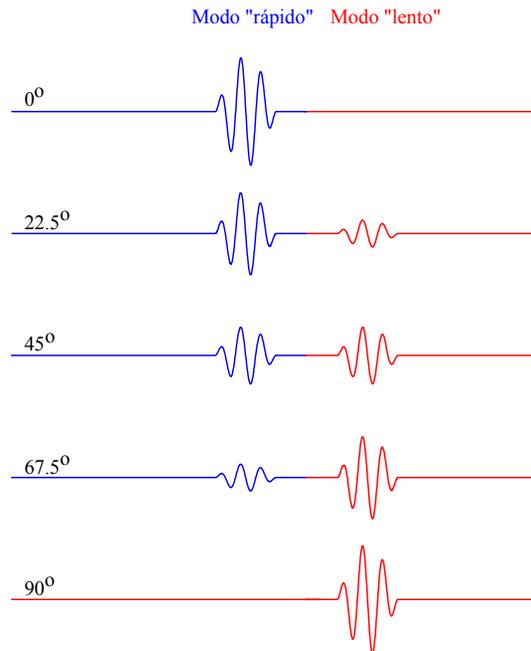


Figura 4 Separación de la señal de una onda de corte en un componente rápido y uno lento debido al fenómeno de birrefringencia. La señal recibida es la superposición de dos pulsos que se propagan a velocidades ligeramente diferentes.

2.6 Cargas de Fatiga

Componentes mecánicos, estructuras y vehículos están sujetos a diversas historias de carga. En un extremo, sus historias pueden ser bastante simples y repetitivas, en el otro extremo, pueden ser completamente aleatorias. La aleatoriedad, sin embargo, puede contener porciones sustanciales de cargas más determinadas [3].

La nomenclatura usada en diseño por fatiga ha sido superimpuesta en la curva esfuerzo de amplitud constante versus tiempo, como se muestra en la Figura 5. Las definiciones de esfuerzo alternante, S_a , promedio, S_m , máximo, S_{\max} , mínimo, S_{\min} , y rango, ΔS , son indicadas. Las relaciones algebraicas entre estos términos son:[3]

$$S_a = \frac{\Delta S}{2} = \frac{S_{\max} - S_{\min}}{2} \quad (2)$$

$$S_m = \frac{S_{\max} + S_{\min}}{2} \quad (3)$$

$$S_{\max} = S_m + S_a \quad (4)$$

$$S_{\min} = S_m - S_a \quad (5)$$

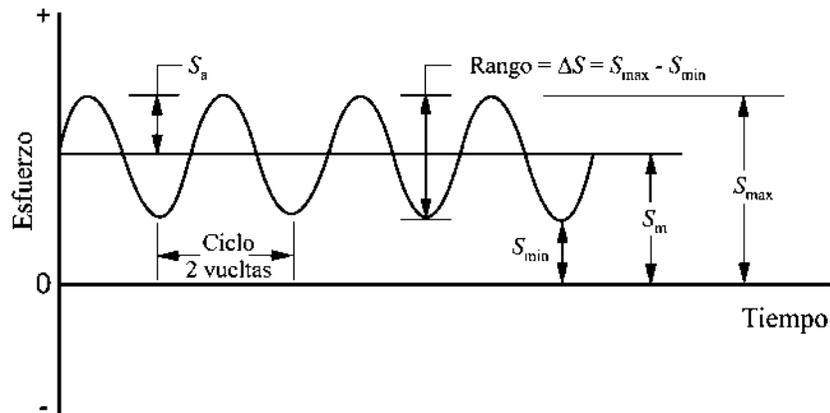


Figura 5 Nomenclatura para carga cíclica de amplitud constante [3].

Los esfuerzos de tensión o compresión son tomados algebraicamente como positivo y negativo, respectivamente. El rango de esfuerzo, R , y el rango de esfuerzo alternante, A , son frecuentemente usados en la literatura de fatiga, donde:

$$R = \frac{S_{\min}}{S_{\max}} \quad (6) \quad \text{y} \quad A = \frac{S_a}{S_m} \quad (7)$$

$R = -1$ y $R = 0$ son dos condiciones comunes de prueba de referencia usadas para obtener las propiedades de fatiga. $R = -1$ es llamada condición “completamente reversible” ya que S_{\min} es igual a $-S_{\max}$; $R = 0$ donde $S_{\min} = 0$ es llamada “tensión pulsada” [3].

2.7 Comportamiento General $S-N$

Dos curvas típicas esquemáticas $S-N$ obtenidas bajo condiciones de prueba con control de carga axial o de esfuerzos con especímenes pulidos, son mostradas en las Figuras 6a y 6b. Aquí S es el esfuerzo nominal aplicado, usualmente tomado como el esfuerzo alternante, S_a , y N_f es el número de ciclos o vida a la falla, donde la falla es definida como fractura. Las curvas de amplitud constante $S-N$ de estos tipos son trazadas en coordenadas semilogarítmicas o coordenadas log-log y frecuentemente contienen menos puntos de datos que los mostrados en la Figura 6b. La Figura 6b muestra la variabilidad típica, mostrando una menor variación en la vida a vidas más cortas y mayor variabilidad a vidas más largas [3].

La Figura 6b muestra una discontinuidad o “curvatura” en la curva $S-N$. Esta curvatura ha sido encontrada solamente en unos pocos materiales (especialmente los aceros de baja y mediana resistencia) entre 10^6 y 10^7 ciclos bajo condiciones no corrosivas. La mayoría de los materiales no contienen una curvatura aún bajo condiciones ambientales cuidadosamente controladas [3].

Cuando una cantidad suficiente de datos han sido tomados a diferentes niveles de esfuerzo, las curvas $S-N$ son usualmente trazadas a través de las vidas medias y así representan el 50 por ciento de probabilidad de falla [3].

Las definiciones de ASTM de los términos comúnmente usados con el diagrama $S-N$, tomados del Estándar E1823 son los mostrados a continuación [3].

Fatiga, el proceso de cambio estructural progresivo, localizado y permanente que ocurre en un material sujeto a condiciones que producen esfuerzos y deformaciones fluctuantes en algún punto o puntos y que puede culminar en grietas o fractura completa después de un número suficiente de fluctuaciones [3].

La *vida a la fatiga*, N_f , es el número de ciclos de esfuerzo o deformación de carácter específico que un espécimen dado sostiene antes de la falla de una naturaleza específica ocurra [3].

Resistencia a la fatiga, S_{N_f} , es un valor hipotético de esfuerzo en la falla para exactamente N_f ciclos, tal como se determina de un diagrama $S-N$ [3].

El *límite de fatiga*, S_f , es el valor limitante de la resistencia a la fatiga media cuando N_f se vuelve muy grande [3].

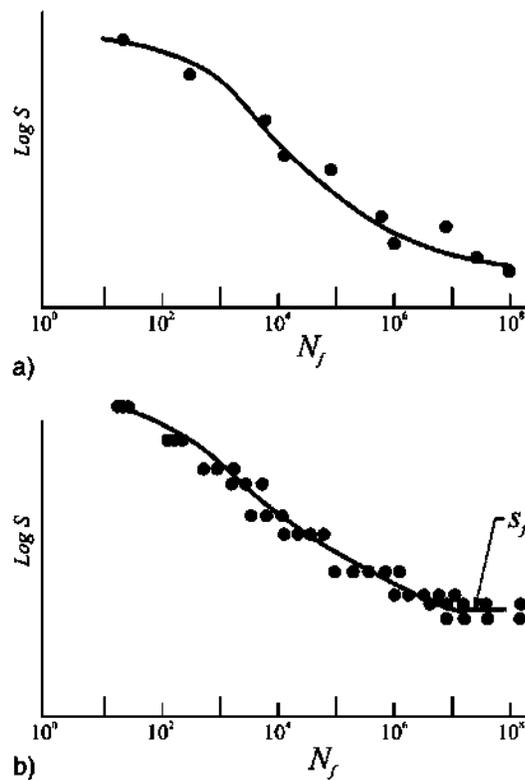


Figura 6. Diagramas típicos $S-N$ [3].

2.8 Crecimiento de grieta

Es bien conocido que la mayoría de las fracturas que ocurren en componentes de acero soldado son del tipo de falla por fatiga [46].

Para minimizar la susceptibilidad de las soldaduras de aceros inoxidable austeníticos a fisurar, un pequeño porcentaje de ferrita δ (3-4% en volumen) ayudará a evitar la fisuración y la microfisuración [46-48].

El proceso de soldadura induce esfuerzos residuales en el material y también da como resultado la difusión del metal de soldadura, ambos alterarán las características de la propagación de grieta por fatiga [46].

La existencia de esfuerzos residuales dentro de una soldadura sujeta a carga fluctuante no afectará el rango de intensidad de esfuerzos pero afectará el esfuerzo promedio, (ya que estos esfuerzos se suman a los esfuerzos aplicados por carga) y por lo tanto el rango de esfuerzos ($R = \sigma_{\min} / \sigma_{\max}$).

El rango de esfuerzos puede ser incorporada en la ecuación de Paris ($da/dN = C\Delta K^m$) (donde C y m son las constantes del material) para dar la ecuación de Forman [46]:

$$\frac{da}{dN} = \frac{C\Delta K^n}{(1-R)K_C - \Delta K} \quad (8)$$

Donde ΔK es el factor de intensidad de esfuerzo, da/dN es la velocidad de propagación de grieta por fatiga (Fatigue Crack Propagation Rate, FCPR), C y n son las constantes del material del mismo tipo como aquellas en la ley de Paris, y K_C es la tenacidad a la fractura del material. De la última ecuación, puede ser visto que si, por ejemplo, la grieta por fatiga encuentra una región de esfuerzo residual a tensión, su velocidad de propagación incrementaría. Lo anterior debido a que un esfuerzo residual de tensión incrementaría el valor del factor de concentración de esfuerzos, ΔK , lo cual incrementa el valor de la velocidad de propagación de grieta en la ecuación de Forman, da/dN [46].

Normalmente, el metal de soldadura exhibe altos esfuerzos residuales de tensión, mientras que esfuerzos residuales de equilibrio a compresión son establecidos en el metal base [46].

Los ensayos de crecimiento de grieta por fatiga para casi todos los materiales metálicos estructurales muestran que las curvas da/dN vs ΔK tienen las siguientes características: I) una región de valores bajos de da/dN y ΔK en la cual la grieta por fatiga crece extremadamente lento o por debajo un límite inferior de ΔK llamado valor umbral, ΔK_{um} ; II) una región intermedia cuyo comportamiento está descrito por la ecuación de Paris, y III) una región de crecimiento de grieta rápido e inestable con un valor máximo de ΔK que corresponde ya sea a la tenacidad a la fractura (ΔK_{IC}) o a la gran deformación plástica del espécimen, Figura 7 [46].

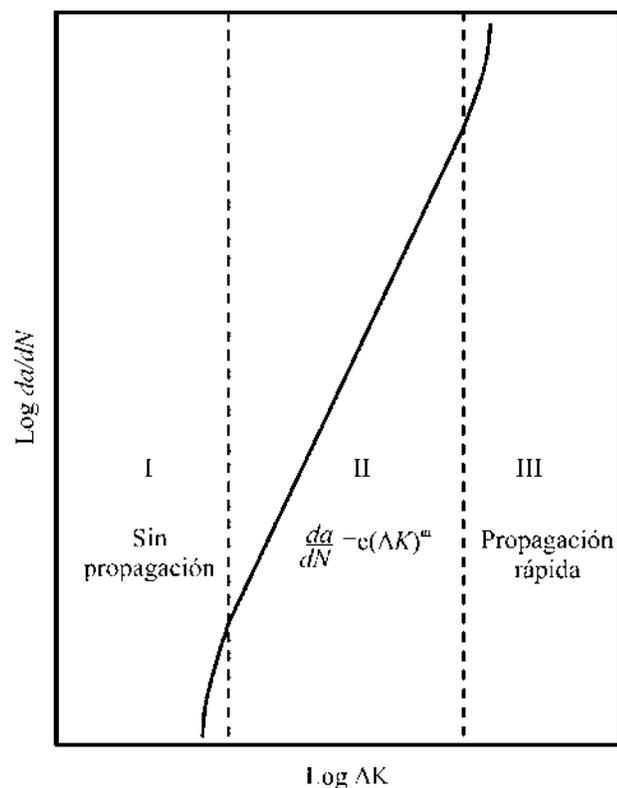


Figura 7 Esquema de la velocidad de propagación de grieta versus factor de intensidad de esfuerzo alternante ΔK [3].

El principio fundamental de la mecánica de la fractura es que el campo de esfuerzo delante de una grieta aguda en un miembro estructural puede ser caracterizado por el parámetro, ΔK ($\text{MNm}^{-3/2}$)
 Éste parámetro, ΔK , está relacionado con el nivel de esfuerzos normales y con el tamaño de grieta presente [46].

2.9 Características de la superficie de fractura

Las Figuras 8a y 8b, muestran las principales características superficiales vistas en casi todas las superficies de fatiga [5].

Origen único indica una falla con bajo nivel de esfuerzo, mientras que la presencia de múltiples orígenes pueden ser el resultado ya sea de alto esfuerzo o altas concentraciones de esfuerzos [5].

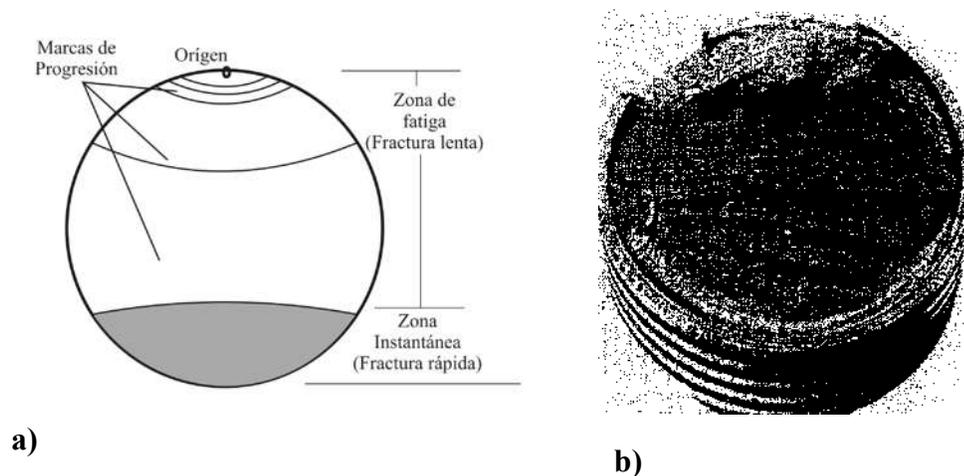


Figura 8 Características macroscópicas de la superficie de fractura [5].

La zona de fatiga es el área de crecimiento de grieta lento. Hay fallas por fatiga de bajo ciclaje donde el crecimiento de grieta ocurre en pocos ciclos relativamente, frecuentemente menos que cien. Sin embargo, en la mayoría de las fallas en maquinaria analizadas por Sachs [5], la grieta toma entre 400,000 y 20,000,000 de ciclos para crecer a lo largo de la superficie de fractura. El

plano de esta zona de fatiga es muy importante, ya que se desarrolla perpendicular al plano de esfuerzo máximo en la pieza [5].

Las marcas de progresión muestran cómo ha crecido la grieta y están solamente presentes en fracturas donde ha habido variaciones sustanciales en el esfuerzo del componente mientras la grieta creció a través de la pieza. Hay en realidad dos mecanismos que generan marcas de progresión. Más comúnmente, son vistas en la porción más vieja de una falla, donde muestran cambios bruscos en la carga, como en la fuerzas de arranque o paro. Sin embargo, en las etapas posteriores de la vida a la fatiga, muestran los ciclos individuales de esfuerzo [5].

Estriaciones por fatiga muestran cada ciclo de esfuerzo experimentado por la parte y son generalmente visibles solamente a magnificaciones extremadamente altas, mientras que las marcas de progresión son visibles a simple vista (figura 9). En muchas aleaciones, como en los aceros inoxidables, las estriaciones por fatiga son muy difíciles de detectar [5].

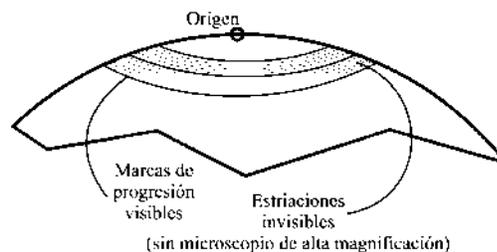


Figura 9 Marcas de progresión [5].

La zona de sobrecarga, o zona de fractura rápida es la porción de la pieza donde la falla catastrófica final ocurre. Ésta zona es macroscópicamente frágil. En esta área, la grieta se propaga a aproximadamente $\frac{1}{2}$ la velocidad del sonido en el material. El tamaño de la zona de sobrecarga indica la magnitud de la carga cuando la fractura final ocurre; así que, una zona grande de sobrecarga indica que la parte estaba altamente cargada al momento de la fractura final [5].

Marca de trinquete. La presencia de marcas escalonadas (o de trinquete) indican orígenes múltiples y esfuerzos totales relativamente altos (Figura 10). Las marcas de trinquete pueden resultar de esfuerzos altos en la parte o de concentraciones de esfuerzo altas [5].

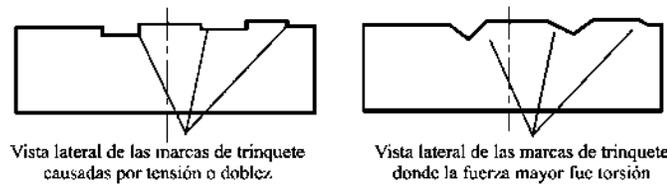


Figura 10. Marcas de trinquete resultantes de diferentes causas [5].

La combinación de muchas marcas de trinquete y una zona de sobrecarga pequeña indica que la carga fue ligera, pero había alta concentración de esfuerzos. Observando las aristas de las marcas de trinquete, se puede decir si fuerzas de torsión estuvieron involucradas con la falla. Si dobléz plano o tensión ha causado la falla, los lados de las marcas de trinquete serán esencialmente perpendiculares a la superficie de fractura (Figura 11). Si la carga primaria que causa la falla fue por torsión, los lados serán inclinados [5].

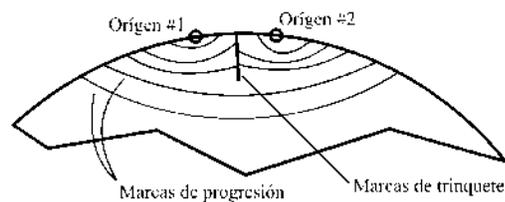


Figura 11 Dos secciones similares de fallas en un eje que resultan de diferentes causas [5].

Otra característica importante es la forma de la fractura vista desde un lado. Si la concentración de esfuerzos es relativamente insignificante, la superficie de fractura será esencialmente una superficie

plana. Pero si la concentración de esfuerzos jugó una parte importante en la causa de la falla, la superficie de fractura será curva en esa área afectada por la concentración de esfuerzos [5].

Marcas de río. Muestran la dirección de progresión de la grieta por fatiga (figura 12). Las marcas de río aparecen más frecuentemente en las secciones de crecimiento rápido relativo en la zona de fatiga, y, otras que indican la dirección de crecimiento de grieta [5].



Figura 12 Marcas de río mostradas [5].

2.10 Regla de daño lineal de Palmgren-Miner

El daño causado por un ciclo es definido como $D = 1/N_f$, donde N_f es el número de repeticiones de este mismo ciclo que iguala la vida media a la falla.

El daño producido por n de estos ciclos es entonces $nD = n/N_f$. La figura 13, muestra dos bloques de ciclos de esfuerzo de amplitud constante, y la curva $S - N$ correspondiente, con vidas a la fatiga a amplitudes de esfuerzo S_{a1} y S_{a2} indicados por N_{f1} y N_{f2} , respectivamente. El efecto de daño de n_1 ciclos a una amplitud de esfuerzos S_{a1} se supone que es $n_1 D_1 = n_1 / N_{f1}$, mientras que el efecto de daño de n_2 ciclos a una amplitud de esfuerzos S_{a2} se supone que es $n_2 D_2 = n_2 / N_{f2}$. Similarmente, la razón de ciclo es el daño causado por n_i ciclos a una amplitud de esfuerzos S_{ai} es $n_i D_i = n_i / N_{fi}$. La falla se predice cuando la suma de todas las razones se vuelve 1 o 100 por ciento. La relación:

$$\sum \frac{n_i}{N_{fi}} = \frac{n_1}{N_{f1}} + \frac{n_2}{N_{f2}} + \dots = 1 \quad (9)$$

Expresa la regla de daño lineal, propuesta por Palmgren y Miner [3].

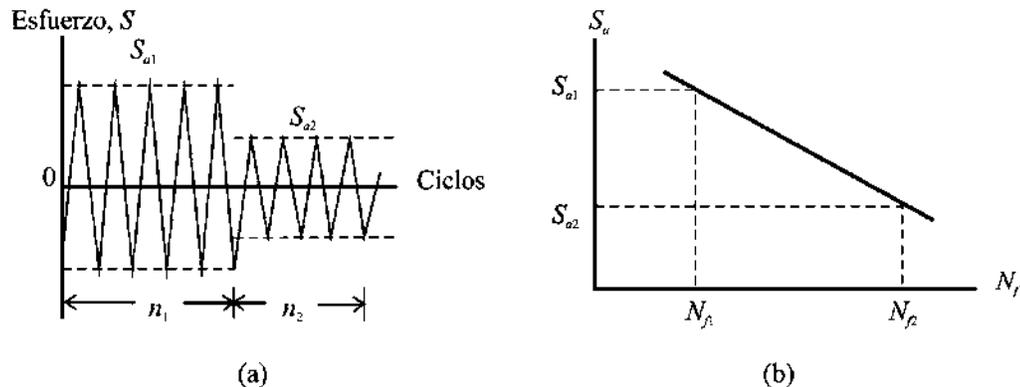


Figura 13 Bloques de esfuerzo de amplitud constante y curva $S-N$. a) Bloques de amplitud constante. b) Curva $S-N$ [3].

2.11 Modos de Solidificación

Existen cuatro posibilidades de solidificación y transformación en estado sólido para los metales de soldadura en aceros inoxidables austeníticos. Estas reacciones están listadas en la Tabla 1 y relacionadas al diagrama de fases Fe-Cr-Ni en la Figura 14. Note que los modos de solidificación A y AF están asociados con la solidificación de austenita primaria, por lo cual la austenita es la primer fase en formar tras la solidificación. Los tipos de solidificación FA y F tienen ferrita delta como fase primaria. Siguiendo la solidificación, una modificación microestructural adicional ocurre en estado sólido para los tipos FA y F, debido a la inestabilidad de la ferrita a temperaturas más bajas [2].

Tipo A: Solidificación completamente austenita. Cuando la solidificación ocurre como austenita primaria, dos microestructuras del metal de soldadura son posibles. Si la microestructura es completamente austenítica al final de la solidificación, permanecerá austenítica tras el enfriamiento

a temperatura ambiente y exhibe una estructura de solidificación distinta cuando es vista metalográficamente. Esta es definida como solidificación Tipo A y es mostrada esquemáticamente en la Figura 15a. Un ejemplo de solidificación Tipo A es mostrada metalográficamente en la Figura 15c. Note que la subestructura de solidificación (celdas y dendritas) es fácilmente evidente en la microestructura. Esta es característica de la solidificación como austenita primaria debido a la segregación de elementos de aleación e impurezas que ocurre durante la solidificación y la relativamente baja difusividad de estos elementos a temperatura elevada, la cual preserva el perfil de segregación que se desarrolla durante la solidificación. Cuando aleaciones como los tipos 304 y 316 solidifican como Tipo A, se ha mostrado que el Cr y el Mo particionan a los límites de celda y límites de dendrita [2].

Solidificación Tipo AF. Si se forma algo de ferrita al final del proceso de solidificación de austenita primaria vía reacción eutéctica, la solidificación es denominada Tipo AF. Esto ocurre si suficientes elementos que promueven la ferrita (principalmente Cr y Mo) particionan a los límites de subgranos de solidificación durante la solidificación para promover la formación de ferrita como un producto terminal de solidificación. Se piensa que esto ocurre por una reacción eutéctica y es representada por la región trifásica del diagrama de fase de la Figura 14. La ferrita que se forma a lo largo de los límites es relativamente estable y resiste la transformación a austenita durante el enfriamiento de la soldadura dado que ya está enriquecida en elementos promotores de ferrita. Un esquema de la solidificación AF es mostrado en la Figura 15b. Un ejemplo de una microestructura que muestra ferrita a lo largo de los límites de subgrano de solidificación es mostrado en la Figura 15d. Note que debido a que esto es solidificación primaria austenítica, la subestructura de solidificación es fácilmente evidente [2].

Tabla 1 Tipos de solidificación, reacciones y microestructuras resultantes [2].

Tipo de Solidificación	Reacción	Microestructura
A	$L \rightarrow L + A \rightarrow A$	Completamente austenítico, estructura de solidificación bien definida.
AF	$L \rightarrow L + A \rightarrow L + A + (A + F)_{eut}$ $\rightarrow A + F_{eut}$	Ferrita en los límites de celda y dendritas.
FA	$L \rightarrow L + F \rightarrow L + F + (F + A)_{per/eut}$ $\rightarrow F + A$	Ferrita esquelética y/o de tipo listón que resulta de la transformación de ferrita a austenita.
F	$L \rightarrow L + F \rightarrow F \rightarrow F + A$	Ferrita acicular o matriz de ferrita con límites de grano de austenita y placas laterales Widmanstätten

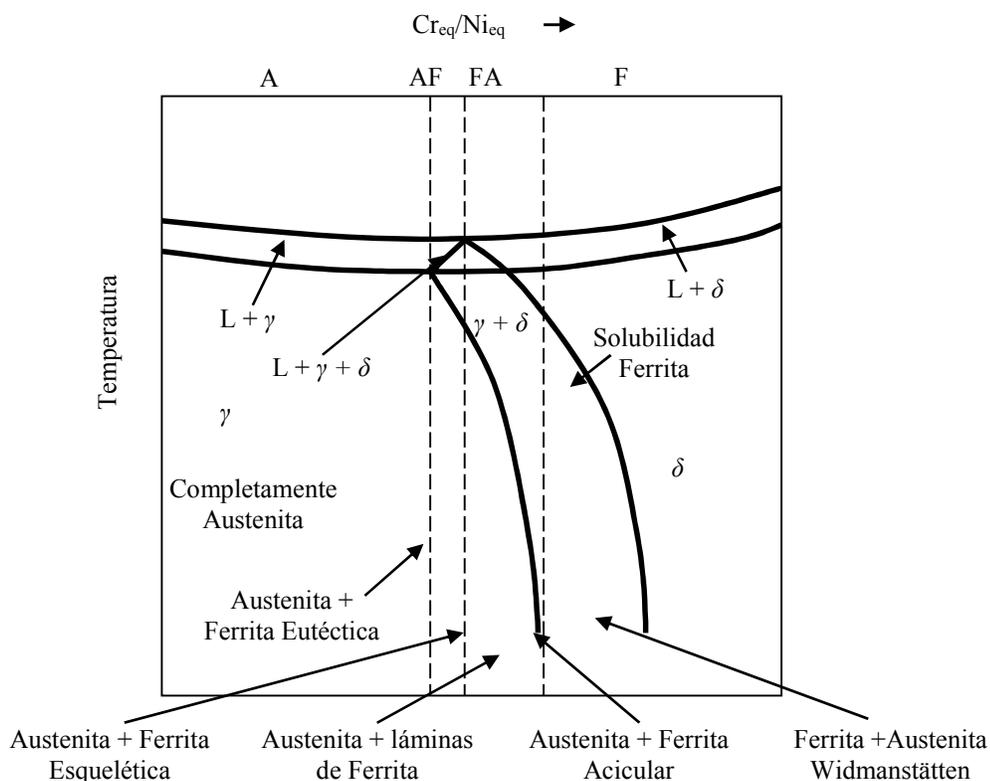


Figura 14 Relación del tipo de solidificación con el diagrama de fases pseudobinario [2].

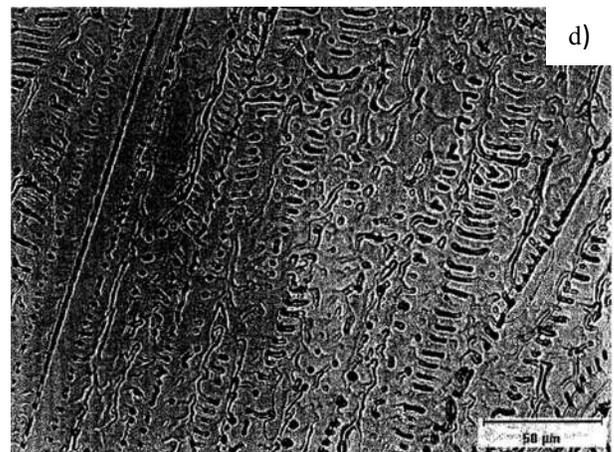
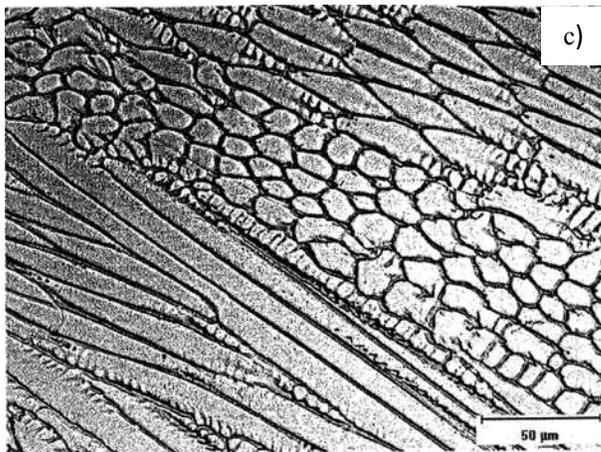
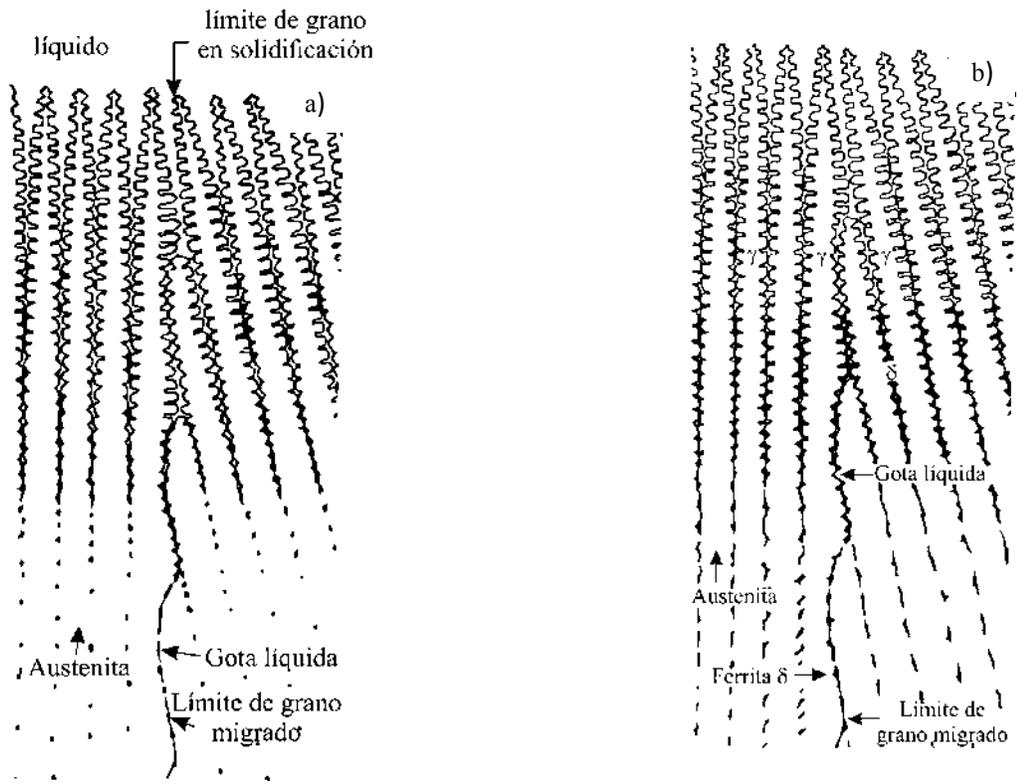


Figura 15 Tipos de solidificación a) Tipo A, completamente austenítica, b) Tipo AF. Microestructura c) Tipo A, completamente austenítica y d) Tipo AF [2].

Solidificación Tipo FA. Cuando la solidificación ocurre como ferrita primaria, hay dos posibilidades. Si algo de austenita forma al final de la solidificación, es nombrada solidificación Tipo FA. Esta austenita se forma vía reacción peritética-eutética y existe en los límites de solidificación de la ferrita al final de la solidificación. Esta reacción ha sido intensamente estudiada [2].

Basado en estas investigaciones, la siguiente secuencia de solidificación y transformación ocurre para dar lugar a las morfologías de ferrita que resultan de la solidificación FA. Figuras 16 y 19.

- Al final de la solidificación primaria de la ferrita, una reacción peritética-eutética resulta en la formación de austenita a lo largo de los límites de celda y de dendrita. Esta reacción ocurre dentro y a lo largo de la región trifásica mostrada en la Figura 14. Es llamada reacción peritética-eutética debido a que su composición depende y resulta de una transición desde una reacción peritética en el sistema Fe-Ni a una reacción eutética en el sistema Fe-Cr-Ni.
- Cuando la solidificación es completa, la microestructura consiste de dendritas de ferrita primaria con una capa interdendrítica de austenita. La cantidad de austenita que está presente depende de las condiciones de solidificación y el valor de Cr_{eq}/Ni_{eq} . Ya que el Cr_{eq}/Ni_{eq} incrementa, la cantidad de austenita disminuye hasta que la solidificación es completamente ferrítica. En este punto el tipo de solidificación cambia de FA a F.
- Mientras que el metal de soldadura se enfría a través del campo bifásico ferrita + austenita, la ferrita se vuelve cada vez más inestable y la austenita comienza a consumir a la ferrita vía reacción de difusión controlada. Anteriormente había un debate respecto a la naturaleza

de esta reacción, pero ahora es generalmente aceptado que la difusión a través de la interface austenita-ferrita controla la velocidad y naturaleza de la transformación.

- Cuando las velocidades de enfriamiento en una soldadura son moderadas y/o cuando el Cr_{eq}/Ni_{eq} es bajo pero dentro del rango FA (Figura 14), resulta una ferrita de morfología vermicular, o esquelética. Esto es consecuencia del avance de solidificación de la austenita la cual va consumiendo la ferrita hasta que la ferrita es suficientemente enriquecida en elementos promotores de ferrita (cromo y molibdeno) y disminuida en elementos promotores de austenita (níquel, carbono y nitrógeno) que es estable a temperaturas inferiores donde la difusión es limitada. Esta estructura esquelética es mostrada esquemáticamente en la Figura 16a y en la micrografía en la Figura 19a.
- Cuando las velocidades de enfriamiento son altas y/o cuando el Cr_{eq}/Ni_{eq} incrementa dentro del rango FA en la Figura 14. La morfología en forma de listón se forma en lugar de la morfología esquelética debido a la difusión restringida durante la transformación ferrita-austenita. Cuando las distancias de difusión son reducidas es más eficiente para la transformación proceder como listones más estrechamente espaciados, resultando en un patrón de ferrita residual que corta a través de la dirección de crecimiento de la dendrita original o célula. Esto es esquemáticamente mostrado en la Figura 16b y en la micrografía en la Figura 19b.
- Cuando la solidificación y velocidades de enfriamiento son extremadamente altas, tal como durante la soldadura laser o de haz de electrones, una transformación completa desde ferrita a austenita puede ser posible debido a la falta de difusión, o a una transformación drástica. Un cambio en el modo de solidificación primaria de ferrita a austenita puede también ocurrir a altas velocidades de solidificación [2].

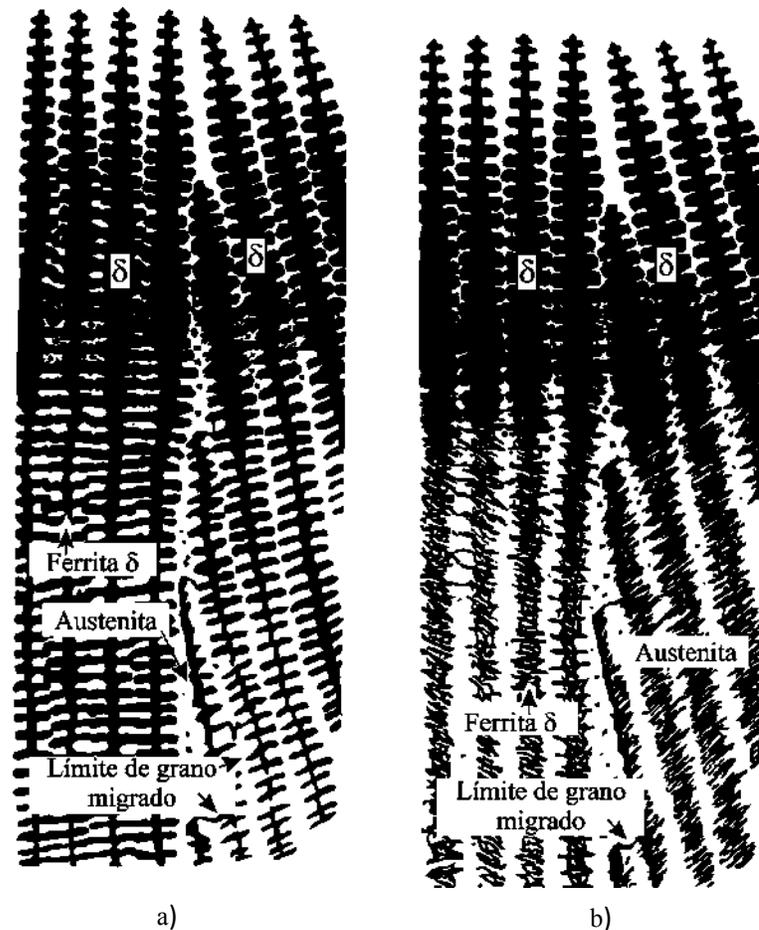


Figura 16 Solidificación Tipo FA: a) ferrita esquelética, b) ferrita tipo listón [2].

Solidificación tipo F. Si la solidificación ocurre completamente como ferrita, es nombrada Tipo F. En este caso la microestructura es completamente ferrítica al final de la solidificación, como se muestra en la Figura 14. Cuando el metal de soldadura enfría debajo de la solubilidad de la ferrita, se forma austenita dentro de la microestructura, usualmente primero en los límites de grano de la ferrita. Debido a que la estructura fue completamente austenítica en el estado sólido entre la línea de solidus y solvus de la ferrita, la difusión elimina la mayoría o todos los gradientes de composición resultantes de la solidificación, y por lo tanto, cuando la transformación comienza, la microestructura consiste de granos grandes relativamente homogéneos de ferrita. El grado de transformación a austenita nuevamente depende de Cr_{eq}/Ni_{eq} y la velocidad de enfriamiento. A valores bajos de Cr_{eq}/Ni_{eq} dentro del rango F (Figura 14), la transformación comienza a una

temperatura más alta, y a velocidades de enfriamiento de soldadura bajas a moderadas, mucha de la ferrita es consumida. Con velocidades más altas de enfriamiento, la difusión es suprimida y la austenita no se consumirá tanto como la ferrita. Similarmente, si el valor de Cr_{eq}/Ni_{eq} se incrementa dentro del rango F, la línea de solvus de la ferrita es disminuida y la transformación ocurrirá a temperaturas inferiores. En ambos casos, resultarán metales de soldadura con altos contenidos de ferrita [2].

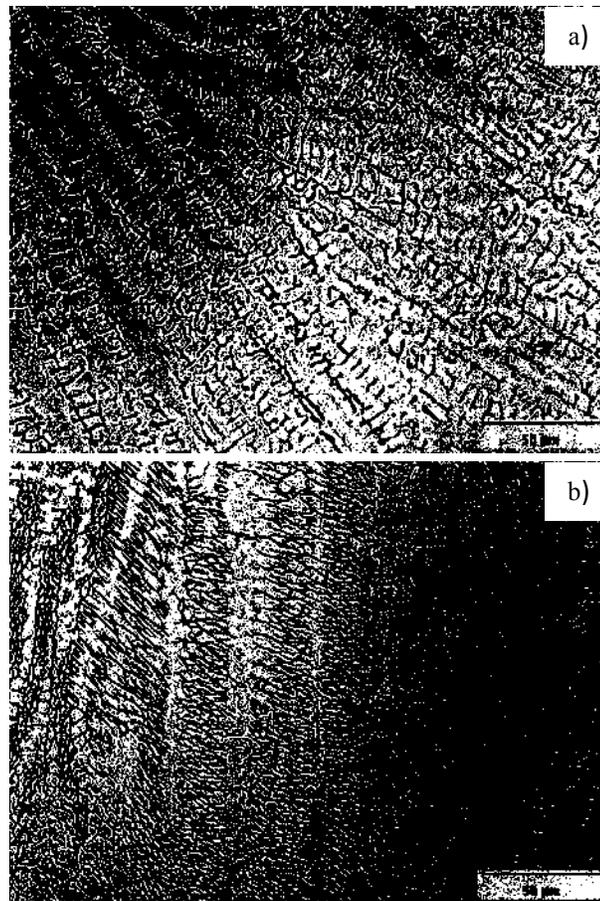


Figura 17 Microestructura de la zona de fusión que resulta de la solidificación Tipo FA: a) morfología ferrita esquelética, b) morfología ferrita tipo listón [2].

La microestructura que se forma como resultado de la solidificación Tipo F en el acero inoxidable austenítico nuevamente es una función de la composición y la velocidad de enfriamiento. A bajos valores de $C_{r_{eq}}/Ni_{eq}$ los valores dentro del rango F (Figura 14) una estructura de ferrita acicular se formará dentro de los granos de ferrita. Esta estructura se muestra en el esquema de la Figura 18a. Note que redes continuas de austenita están presentes en los límites de grano previos de la ferrita y que la ferrita acicular ya no está contenida dentro de los límites de las dendritas de ferrita originales, como durante la solidificación FA con formación de ferrita en forma de listón (Figura 16b). Esto ocurre debido a la ausencia de austenita dentro de los granos de ferrita durante la solidificación tipo F. La estructura es completamente ferrítica en el estado sólido antes de que comience la transformación a austenita. Cuando esta estructura enfría debajo de la línea de solvus de la ferrita. La austenita primero se forma en los límites de grano de la ferrita, pero el frente de transformación se descompone y agujas paralelas de austenita forman dentro de la ferrita. Como en el caso de la solidificación FA con ferrita en forma de listón, la restricción de difusión de largo alcance a la temperatura de transformación más baja fuerza a que la transformación ocurra en distancias más cortas. Esto produce la estructura acicular mostrada en la Figura 18a [2].

A valores más altos de $C_{r_{eq}}/Ni_{eq}$ (dada la misma velocidad de enfriamiento) la microestructura consistirá de una matriz de ferrita con austenita en el límite de grano y placas de austenita Widmanstätten que nuclean en la austenita de límite de grano o dentro de los granos de ferrita. Esta microestructura es mostrada esquemáticamente en la Figura 18b y en la micrografía en la Figura 19. En este caso, la transformación no ocurre completamente a través del grano de ferrita. Austenita inicial de nuevo se forma en los límites de grano, pero la transformación a través del grano entero es suprimida por las velocidades inferiores de difusión y una fuerza impulsora menor (la microestructura de equilibrio contiene más ferrita). Esto puede ser nuevamente entendido del

diagrama pseudobinario en la Figura 14. Como el Cr_{eq}/Ni_{eq} incrementa, la línea de solvus disminuye y el contenido de ferrita en equilibrio aumenta, en consecuencia se reduce la fuerza impulsora para la transformación ferrita a austenita y la temperatura a la cual la transformación comienza [2].

En la práctica, la solidificación Tipo F es muy inusual en los metales de soldadura de aceros austeníticos. La mayoría de los metales de aporte está formulados de tal manera que la solidificación ocurre en el modo FA, con contenidos de ferrita en el metal de soldadura que van desde 5 a 20 FN (Número de Ferrita). Solamente los metales de aporte altamente aleados como el Tipo 209LMO y el Tipo 312 (30Cr-10Ni) sería de esperar que exhiban microestructuras con niveles más elevados de ferrita. La solidificación Tipo F (como aquella mostrada en la Figura 19) es más característica de los aceros inoxidable dúplex [2].

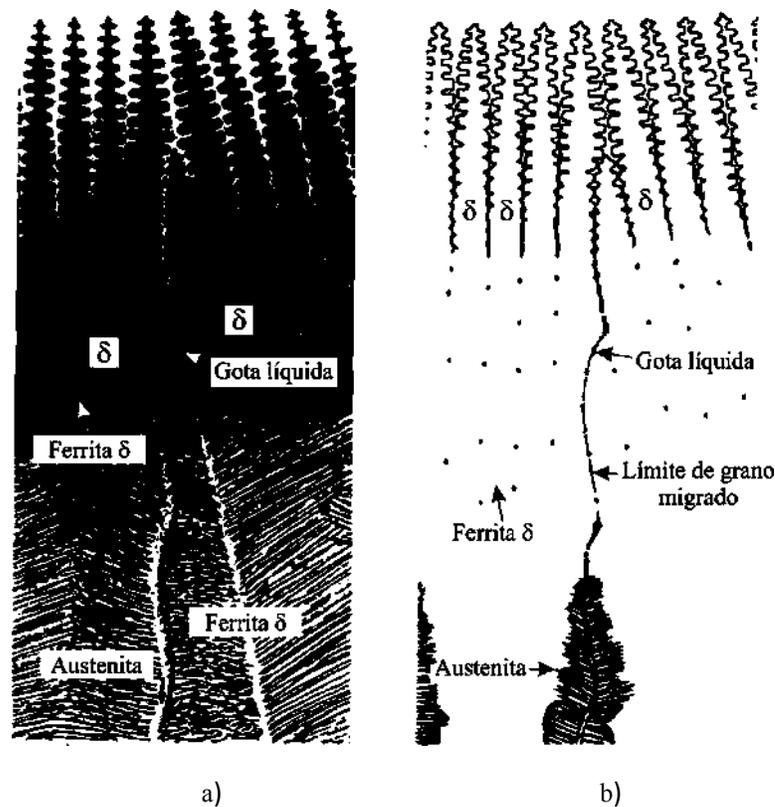


Figura 18 Esquema de la solidificación Tipo F: a) ferrita acicular; b) ferrita y austenita Widmanstätten [2].

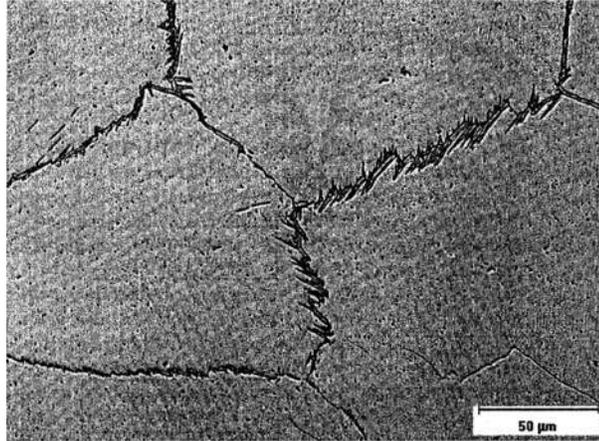


Figura 19 Microestructura de la zona de fusión que resulta de la solidificación Tipo F: la austenita Widmanstatten nuclea de la austenita a lo largo de los límites de grano de la ferrita. Esta microestructura es muy inusual en aceros inoxidable austeníticos [2].

2.12 Elementos formadores de carburos.

En adición al Cr y Mo, un número de otros elementos adicionados al acero inoxidable también promoverán la formación de carburos. Estos incluyen niobio, titanio, tungsteno, tantalio y vanadio. El niobio y titanio son adicionados al acero inoxidable austenítico para proveer estabilización del carbono para evitar corrosión intergranular. Ambos elementos forman un carburo tipo MC que resiste la disolución durante la soldadura y tratamiento térmico, de este modo previene la formación de carburos $M_{23}C_6$ ricos en Cr que son asociados con el comienzo de la corrosión intergranular. Tungsteno, tantalio y vanadio son adicionados a algunos aceros inoxidables especiales, principalmente para proveer resistencia a temperatura elevada por la formación de una fina dispersión de carburos. Estos elementos tienden a promover la ferrita en la microestructura ya que ellos enlazan el carbono y efectivamente neutralizan a este potente promotor de austenita. Además, estos elementos en solución sólida promueven la formación de ferrita por si solos [2].



2.13 Elementos de endurecimiento por precipitación.

Aluminio, titanio, cobre y molibdeno pueden ser adicionados a los aceros inoxidable para promover una reacción de precipitación endurece la aleación. Las aleaciones martensíticas endurecibles por precipitación (PH) contienen Cu, Al, y Mo y poder ser tratadas térmicamente para producir resistencias a cedencia a temperatura ambiente que exceden 1,375 MPa. Los aceros inoxidable austeníticos PH usualmente contienen titanio y aluminio y forman precipitados Ni_3Ti y Ni_3Al [gama prima (γ')] que son similares a los precipitados que producen endurecimiento en las superaleaciones base Ni. El aluminio en solución sólida es un potente elemento promotor de ferrita. El cobre, por otra parte, es un débil elemento promotor de austenita. Precipitados casi puros de cobre pueden ser usados para endurecimiento en aceros inoxidable martensíticos tal como el 17-4PH [2].

2.14 Elementos intersticiales.

El carbono es presente en todos los aceros, pero diferente a C-Mn y los aceros estructurales de baja aleación, es usualmente deseable controlar el carbono debajo de 0.1% peso. La excepción son los grados martensíticos, donde el carbono es crítico para el endurecimiento por transformación de estas aleaciones. En solución, el carbono provee un efecto de endurecimiento intersticial, particularmente a temperaturas elevadas. En la mayoría de las aleaciones, el carbono se combina con otros elementos para formar carburos. En el caso de los carburos ricos en Cr $M_{23}C_6$, puede resultar una degradación en la resistencia a corrosión, y por esta razón aleaciones de bajo carbono (Grado L) son producidas donde el carbono se mantiene debajo de 0.04% peso. Deberá notar que los carburos $M_{23}C_6$ contienen cerca de cuatro veces átomos metálicos (principalmente cromo) que átomos de carbono, y un átomo de carbono es un poco más de cuatro veces de peso que el átomo de

carbono. Así, en base al porcentaje en peso, la formación de carburo $M_{23}C_6$ puede remover hasta 16 veces la cantidad de cromo comparada con el carbón de la solución sólida [2].

El nitrógeno es usualmente presente como una impureza en muchos de los aceros inoxidable pero es una adición intencional en algunos de los grados austeníticos y casi todos los dúplex. Similar al carbono, el nitrógeno es un poderoso agente de endurecimiento pos solución sólida, y adiciones de tan poco como 0.15% peso pueden incrementar dramáticamente la resistencia de las aleaciones austeníticas. El efecto de endurecimiento del nitrógeno en la austenita es especialmente pronunciado a temperaturas criogénicas. Para los aceros inoxidable dúplex, el nitrógeno es adicionado para mejorar la resistencia, pero más importante, para incrementar la resistencia a la corrosión por picado y en interiores de grieta. Algunos grados dúplex contienen hasta 0.3% peso de nitrógeno. La solubilidad del nitrógeno en aceros inoxidable es relativamente baja, particularmente en la fase ferrita. La adición de manganeso al acero inoxidable austenítico incrementa la solubilidad de nitrógeno. En los grados ferrítico y dúplex. Cr_2N precipitará en la fase ferrita si el límite de solución es excedido, como puede ser observado en los metales de soldadura y ZAT de estas aleaciones si una cantidad apreciable de austenita falla en formarse desde las temperaturas por encima de aproximadamente 1,000°C.

El carbono y el nitrógeno son los más potentes de los elementos proveedores de austenita, y por lo tanto los niveles de estos elementos deben ser controlados cuidadosamente si un balance preciso de la microestructura es requerido. Como se ha señalado previamente, esto puede ser controlado por el nivel de cada elemento en la aleación o por la adición de elementos que formarán carburos (Nb, Ti) o nitruros (Ti, Al) y efectivamente neutralizan su efecto en la matriz. El nitrógeno tomado de la atmósfera puede producir una desviación de la microestructura deseada si la protección durante la soldadura por arco no es adecuada. En aleaciones austeníticas y dúplex de alto nitrógeno,

la pérdida de nitrógeno durante la soldadura puede ser un problema. Para aceros inoxidable dúplex, el nitrógeno es algunas veces adicionado al gas de protección para mantener los niveles de nitrógeno en el metal de soldadura.

2.15 Otros elementos

Hay un número de otras adiciones intencionales de aleaciones a varios aceros inoxidable para varias aplicaciones específicas. Azufre, selenio y plomo son adicionados a grados de maquinado libre para mejorar la maquinabilidad permitiendo velocidades de maquinado más altas y vida de la herramienta mejorada. Estas adiciones educen la resistencia a corrosión y típicamente hace las aleaciones insoldables, aunque el control de comportamiento de solidificación (ferrita primaria frente a austenita primaria) puede negar el efecto del azufre. El tungsteno es adicionado a algunos aceros inoxidable dúplex para mejorar la corrosión a picado, y parece que promueve la formación de ferrita. El aluminio es usado en algunos de los grados ferríticos de más bajo cromo para mejorar la resistencia general a corrosión. El cobalto es un efectivo endurecedor por solución sólida y en los aceros inoxidable martensíticos puede ser adicionado para incrementar la temperatura de inicio de la martensita (M_s). El cobalto promueve la formación de la austenita. [2]

2.16 Diagramas de Constitución.

Los diagramas de constitución como el diagrama de Schaeffler (Figura 20) o el diagrama WRC-1992 (Figura 21) son herramientas derivadas empíricamente para predecir el balance de fases y el contenido de ferrita de aleaciones de acero inoxidable basados en la composición de la aleación, mediante el uso de equivalencias simplificadas de cromo y níquel equivalentes. El diagrama de constitución más moderno es el diagrama WRC-1992 (Welding Research Council) [48, 49].

Muchos investigadores han examinado la composición y la microestructura post soldadura y se han propuesto algunas ecuaciones para calcular el níquel y cromo equivalentes. En la Tabla 2 se muestran las ecuaciones para el cálculo de radio Cr_{eq}/Ni_{eq} más usadas en la bibliografía [48].

Tabla 2 Ecuaciones para el cálculo de Cr_{eq} y Ni_{eq} .

Autor	Año	Cr equivalente, % peso	Ni equivalente, % peso
Schaeffler	1949	$Cr+Mo+1.5Si+0.5Nb$	$Ni+0.5Mn+30C$
De Long	1956	$Cr+Mo+1.5Si+0.5Nb$	$Ni+0.5Mn+30C+30N$
Hull	1973	$Cr+1.21Mo+0.48Si+0.14Nb$ $+2.27V+0.72W+2.2Ti+0.21Ta+2.48Al$	$Ni+(0.11Mn-0.0086Mn^2)$ $+24.5C+14.2N+0.41Co+0.4n+4Cu$
Hammar y Svanson	1979	$Cr+1.37Mo+1.5Si+2Nb+3Ti$	$Ni+0.31Mn+22C+14.2N+Cu$
Siwert y Kotecki	1992	$Cr+Mo+0.7Nb$	$Ni+35C+20N+0.25Cu$

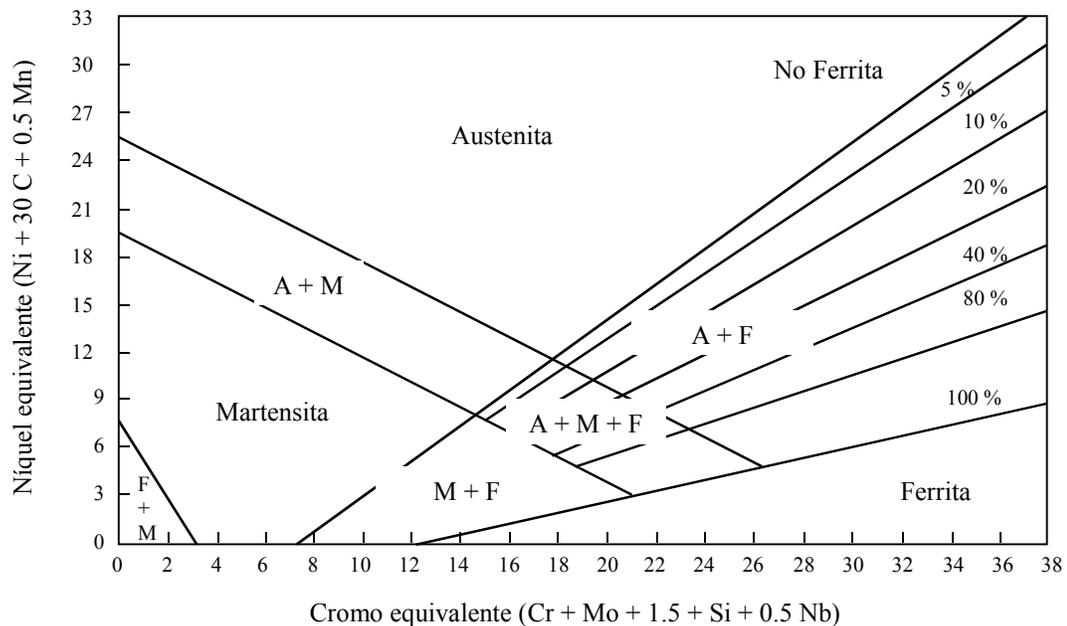


Figura 20 Diagrama de Schaeffler [2].

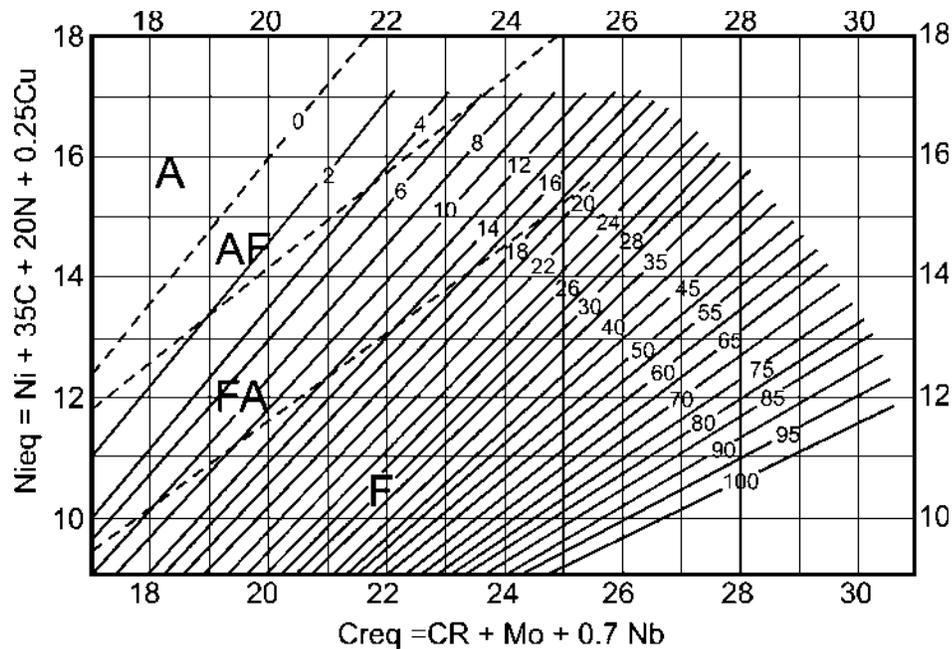


Figura 21 Diagrama WRC-1992 [2].

2.17 Trabajos relacionados con el presente tema de investigación.

Dentro de las líneas de investigación del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales (IIM-UMSNH) se han desarrollado varios proyectos de uniones disímiles, dos de los cuales son de especial interés en el desarrollo del presente trabajo.

El compañero Ing. Iván Salvador Cortés Cervantes realizó en su trabajo de maestría un estudio de caracterización mecánica y microestructural de una unión disímil de los mismos materiales base AL-6XN/316L con el proceso GMAW pero utilizando diferente material de aporte, el electrodo utilizado fue del tipo E309L. En su trabajo menciona haber obtenido uniones soldadas libres de defectos utilizando aportes térmicos de 1.67 kJ/mm y de 1.79 kJ/mm para las pasadas de raíz y de vista. Con estos aportes térmicos, la dilución de la unión soldada fue de 22.5%. La microestructura obtenida para el metal de soldadura fue de granos columnares dendríticos y algunas regiones de granos equiaxiales austeníticos. Los resultados de microdureza muestran un decremento en los valores obtenidos para el metal de soldadura siendo menor incluso que la microdureza del material

base 316L. La resistencia a tensión de la unión soldada fue de 596 MPa con una deformación de 55% presentando además una fractura dúctil. Cabe mencionar que en la actualizada continúa estudiando la unión de los mismos materiales pero realizando algunas otras variantes como el material de aporte y comportamiento a la fatiga [50].

La compañera Ing. María de los Ángeles Arroyo Espino es su trabajo de investigación de maestría, estudió el efecto de los campos magnéticos sobre la microestructura y propiedades mecánicas de una unión disímil AL-6XN/316L, utilizando para ello un electrodo tipo ERNiCrMo3 y utilizando el proceso SMAW. El aporte térmico utilizado fue de 1 kJ/mm. La aplicación de un campo magnético no presenta un cambio notable en la dilución de las uniones soldadas, atribuye la dilución a la velocidad de alimentación del material de aporte. La microestructura obtenida bajo las condiciones empleadas fue de granos columnares dendríticos y austeníticos equiaxiales en el centro de la unión soldada. Menciona que la aplicación de campos magnéticos disminuye drásticamente el ancho de la región sin mezclar en el metal de soldadura [51].

Otra investigación llevada a cabo por el Dr. Luis Zamora Rangel, utilizó para su investigación electrodo tipo NiCrMo3 y aportes térmicos de 0.45 y 0.7 kJ/mm menciona también haber obtenido uniones soldadas libres de defectos con características mecánicas aceptables. Los resultados de microdureza muestran un incremento en la microdureza desde 250 HV hasta 270 HV para el material base 316L después de soldado, mientras que los valores para el metal de soldadura alcanzaron valores de 350 HV [52].

CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 Introducción

El trabajo experimental para el desarrollo de este trabajo fue realizado en dos etapas. En la primera etapa se realizó utilizando el proceso GTAW para unir dos secciones de tubería, una de acero inoxidable austenítico 316L y la otra de acero inoxidable superaustenítico AL-6XN, mientras que en la segunda etapa se realizó la soldadura utilizando el proceso GMAW para unir placas de acero 316L y AL-6XN.

3.2 PRIMERA ETAPA

El desarrollo experimental de esta etapa se realizó utilizando para su primer etapa tubería de acero inoxidable 316L y AL-6XN con 6 pulgadas de diámetro exterior nominal. Los parámetros de soldadura utilizados se muestran en la tabla 3 y las composiciones químicas de los materiales base y del material de aporte se presentan en la tabla 4.

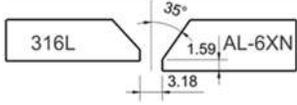
El procedimiento de soldadura de tubería fue llevado a cabo en las instalaciones del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas con el apoyo del personal de ININ. La Figuras 22a a la 22d muestran el arreglo utilizado para realizar el procedimiento de soldadura, para esto, se realizó el punteado de las secciones de tubería en cada uno de sus cuadrantes, utilizando un alambre como elemento auxiliar para mantener la separación requerida.

La Figura 22 b muestra los dos segmentos de tubería montados en el soporte auxiliar, donde puede observarse el arreglo realizado para el suministro de gas de respaldo.

La posición de soldadura para el segundo y tercer cordón fue 6G, Figura 22c. Los cordones de soldadura se realizaron de manera alternada y llevando un control de la temperatura alcanzada por los materiales base, en la proximidad de la línea de fusión, evitando en todo momento que esta temperatura superara los 200°C. Además, fue necesario esperar a que la temperatura interpasos

fuera de 40°C. La Figura 22d muestra el aspecto los primeros depósitos de soldadura en la pasada de raíz.

Tabla 3 Parámetros de soldadura utilizados para cada una de las uniones soldadas.

Variable	Unión Soldada
Materiales Base	316L, AL-6XN
Material de Aporte	AWS ERNiCrMo3, 2.4 mm. Diámetro*
Proceso	GTAW
Gas de Protección	Argón Pureza Comercial (99.985%)
Flujo Gas de Protección (L/min)	15
Gas de Respaldo	Argón Pureza Comercial (99.985%)
Flujo Gas de Respaldo (L/min)	25
Corriente (A)	75
Voltaje (V)	10
Velocidad de avance aproximada (mm/s)	2
Posición de Soldadura	6G
Número de pasadas	3
Aporte térmico aproximado	1.125 kJ/mm
Preparación de Junta (cotas mm.)	

*El material de aporte para la segunda y tercera unión el electrodo cumple la misma norma, sin embargo éste contiene 3.7% de Niobio.

Tabla 4 Composición química de los metales base y del material de aporte [% peso].

Material	C	Mn	Si	S	P	Cr	Mo	Ni	Cu	Fe	Ti	Nb
AL-6XN	0.025	0.65	0.437	0.004	0.026	20.85	4.979	23.57	0.220	Rem	0.005	0.016
316L	0.037	1.709	0.525	0.011	0.028	16.45	2.072	10.19	0.143	Rem	0.017	0.005
NiCrMo3	0.015	0.08	0.05	0.003	0.006	22.06	8.92	64.38	0.013	0.32	0.249	3.66



Figura 22 Pasos del proceso de soldadura: a) preparación del espaciado de raíz, b) preparación para el suministro de gas de respaldo, c) soldadura en posición 6G y d) pasada de raíz.

3.3 Análisis de la Microestructura

Para estudiar la microestructura resultante en la unión soldada AL-6XN/316L se realizaron varios cortes en el material base, metal de soldadura y la unión soldada tanto en sentido transversal como longitudinal a la soldadura. Una vez cortadas, las piezas se prepararon de acuerdo a las técnicas convencionales de metalografía utilizando lijas y pasta de diamante. El reactivo utilizado para revelar la microestructura fue gliceregia. Los tiempos utilizados fueron aproximadamente 10 minutos por inmersión para el caso de las muestras longitudinales, y de hasta 50 minutos para las muestras transversales, las cuales requieren frotamiento. La composición utilizada fue 15cc HCl, 10 cc glicerina y 5cc. HNO₃.

Se tomaron imágenes utilizando un microscopio óptico Nikon modelo EIPHOT 300 y un microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6400. Para mejorar el contraste en la microestructura de las imágenes, se procesaron mediante software.

3.4 Ensayo de Tensión y Fatiga

Los valores obtenidos del ensayo de tensión se utilizan como referencia para fijar los valores de las cargas en el ensayo de fatiga, por lo que se utilizaron probetas con las mismas dimensiones para los dos ensayos, esto con el fin de eliminar posibles variaciones debidas a diferencias geométricas de los especímenes. Las probetas fueron maquinadas conforme a la norma ASTM 466-96 y sus dimensiones de se muestra en la Figura 23.

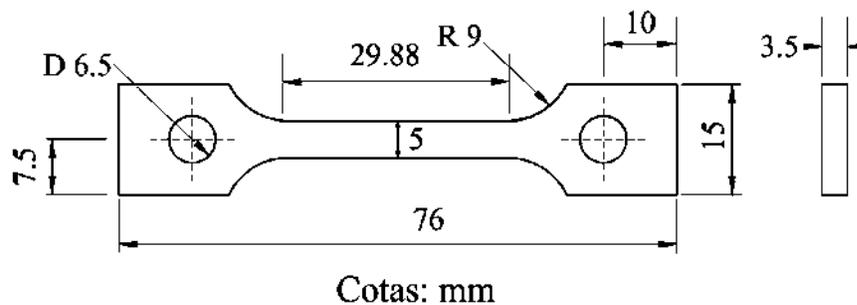


Figura 23 Dimensiones de las probetas de tensión y fatiga utilizadas, espesor 3 mm, cotas en mm.

El equipo utilizado fue una máquina servohidráulica MTS Modelo 810 Figura 24, del Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial (CIDESI), tanto para el ensayo de tensión como para el ensayo de fatiga. Las probetas de soldadura fueron maquinadas de manera que el metal de soldadura se encontrara al centro de la probeta. El ensayo de tensión cuasiestático, se realizó a temperatura ambiente 25°C con una velocidad de deformación de 1 mm/min y con una longitud calibrada de 25.4 mm.

Para el ensayo de fatiga, las probetas fueron pulidas, ya que se sabe que el acabado superficial es un factor importante en el comportamiento a la fatiga, se tomó como valor de esfuerzo máximo un porcentaje del esfuerzo de fluencia obtenido en el ensayo de tensión, tomando un valor de 85% para el caso de la unión soldada y 95% para el metal base AL-6XN, el esfuerzo mínimo se tomó como la décima parte de éste esfuerzo máximo, obteniendo así un relación de esfuerzos R de 0.1. La frecuencia de trabajo fue de 30 Hz.

La vida a la fatiga se obtuvo con el promedio de los resultados obtenidos para varios ejemplares ensayados. Tomado este valor como referencia, se indujo un daño previo por fatiga de 50 y 75% a probetas de unión soldada, en base al modelo lineal de Palmgren-Miner.



Figura 24 Máquina servohidráulica MTS para ensayos de tensión y fatiga

3.5 Mediciones de Microdureza

La microdureza del material de estudio fue obtenida utilizando un durómetro vickers digital marca Nanovea Series, seleccionando una carga de 1 kg. Las mediciones fueron realizadas para cada uno de los materiales base en la dirección transversal a la soldadura como se muestra en la Figura 25.

Se realizaron perfiles de microdureza a través de los materiales base y del metal de condadura en tres niveles a través del espesor como se muestra en la figura 26.

Las mediciones fueron tomadas en superficies sin ataque para los materiales base y con un ligero ataque (sólo para revelar la línea de fusión) para el caso de la unión soldada. La distancia entre indentaciones fue de 0.5 mm, cumpliendo con las recomendaciones de la norma ASTM E384-99 para el tamaño de muesca obtenido (0.1mm).

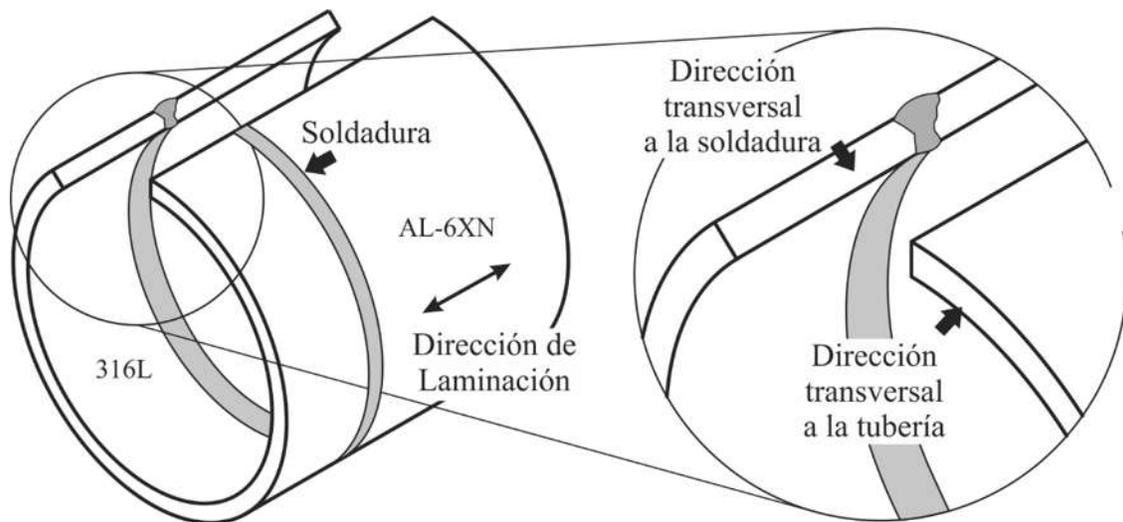


Figura 25 Esquema indicando la dirección transversal a la soldadura tomada para la medición de microdureza.

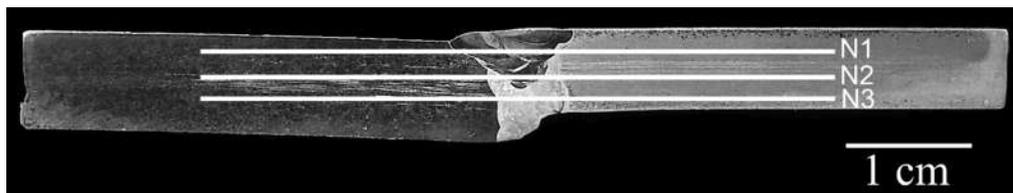


Figura 26 Macrografía mostrando los 3 niveles a los cuales se llevaron a cabo las mediciones de microdureza en la unión soldada.

3.6 Mediciones de velocidad de onda

La Figura 27a muestra el arreglo experimental para la determinación de textura. La velocidad de propagación de la onda de corte se midió en los dos aceros. Para ello se utilizó un transductor de 5 MHz con incidencia normal el cual se montó al espécimen y se excitó con un pulsador de banda ancha Panametrics 5073PR. La señal del transductor fue digitalizada mediante un osciloscopio LeCroy Wavejet 332 y el tiempo de vuelo entre dos señales consecutivas fue determinado. Para incrementar la exactitud de la medición se utilizó la técnica de *cruce positivo en cero* en el primer eco (P1) y segundo eco (P2) de la pared posterior como se muestra en la Figura 27b. Las mediciones fueron realizadas para ambos materiales base orientando el transductor en las direcciones de laminación (LL) y transversal a la laminación (TL). La escala utilizada en el osciloscopio fue de 100 ns/div para el tiempo y 50 mV para el eje el voltaje. Los resultados obtenidos miden la distancia entre pulsos medida en μs y conociendo el espesor del material se calculan las velocidades de la onda de corte con la ecuación:

$$c_{s,i} = \frac{2d}{\Delta t} \quad (10)$$

donde: $c_{s,i}$ es la velocidad de corte, el subíndice i indica ya sea la dirección de laminación o transversal a la laminación, d corresponde al espesor del material y Δt es la diferencia de tiempo entre pulsos (tiempo de vuelo).

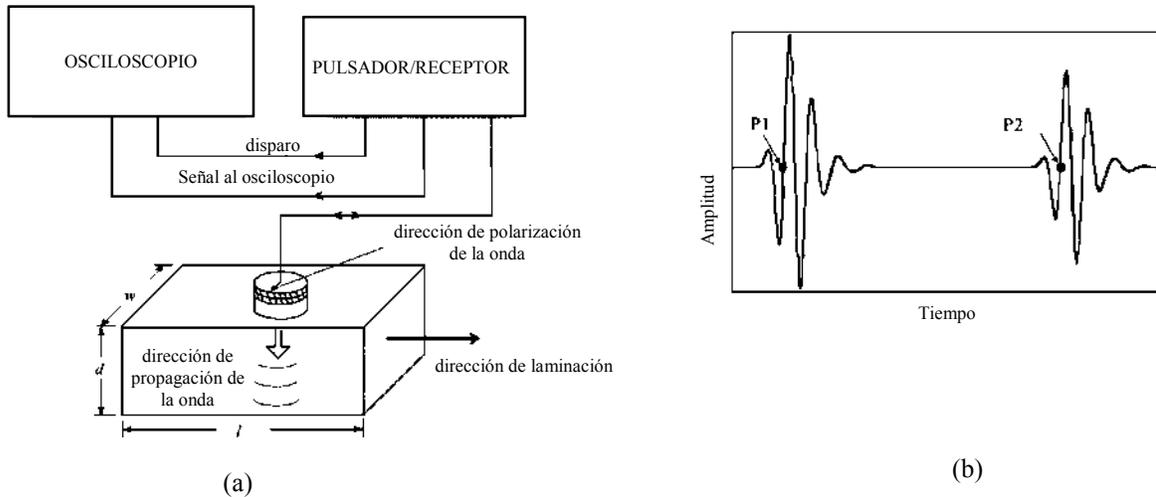


Figura 27 a) Esquema del arreglo experimental para la medición de textura mediante birrefringencia, (b) demostración del *cruce positivo en cero*.

Una vez determinadas las velocidades, se obtuvieron las constantes elásticas utilizando las siguientes fórmulas [53]:

$$v = \frac{1 - 2(c_s/c_d)^2}{2 - 2(c_s/c_d)^2} \quad (11)$$

$$E = \frac{c_d^2 \rho (1 + v)(1 - 2v)}{(1 - v)} \quad (12)$$

$$G = c_s^2 \rho \quad (13)$$

Donde:

v = Relación de Poisson's

c_d = Velocidad longitudinal.

c_s = Velocidad de corte (transversal).

E = módulo de Young.

G = Módulo a cortante.

ρ = densidad del material.

3.7 SEGUNDA ETAPA

La segunda etapa, placas de acero 316L fueron unidas a placas de acero superaustenítico AL-6XN, todas las placas con dimensiones de 160 mm × 80 mm × 6.35 mm. La unión fue realizada con el proceso GMAW usando un electrodo A6222Mo con un diámetro de 1.2 mm (AWS 5.14 ER NiCrMo-3). La composición química de los materiales base y del material de aporte se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5 Composición química de los metales base y del material de aporte [% peso].

Material	C	Mn	Si	S	P	Cr	Mo	Ni	N	Cu	Fe	Ti	Nb
AL-6XN	0.02	1	0.6	0.01	0.03	21	6.5	24.8	0.23	1.2	Bal.	-	-
316L	0.025	0.65	0.44	0.01	0.028	16	2	10	-	0.14	Bal.	-	-
Aporte	-	0.1	0.15	-	-	22	9	≥58	-	-	≥5	≥4	3.5

El proceso de soldadura fue desarrollado con una preparación de junta en V a 70°. Para el proceso de soldadura una mezcla de argón y 2% de oxígeno fue usada como protección a un flujo de 14.5 litros por minuto. Dos diferentes corrientes y voltajes fueron usados para investigar el efecto del aporte térmico, 1) bajo aporte térmico con 1.088 kJ/mm y b) alto aporte térmico con 1.6 kJ/mm.

3.8 Tensión y Fatiga

Después de soldar, se aplicó acumulación de daño por fatiga a las probetas en tres niveles de daño: bajo (25%), medio (50%) y alto (75%) con el objeto de evaluar el efecto en la respuesta mecánica de las uniones disímiles. Para esto, unas series de ensayos de tensión quasi-estática en probetas sin daño y con daño fueron realizados.

Microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido fueron realizadas con el objeto de evaluar las características microestructurales de las uniones soldadas y superficies de fractura siguiendo técnicas metalográficas estándar.

La acumulación de daño y los ensayos de tensión fueron desarrollados en las probetas soldadas disímiles utilizando una máquina servohidráulica MTS 810 usando un extensómetro para medir la deformación. Las probetas de los ensayos de tensión y de fatiga fueron cortadas normal a la dirección de soldadura, teniendo las dimensiones mostradas en la Figura 28.

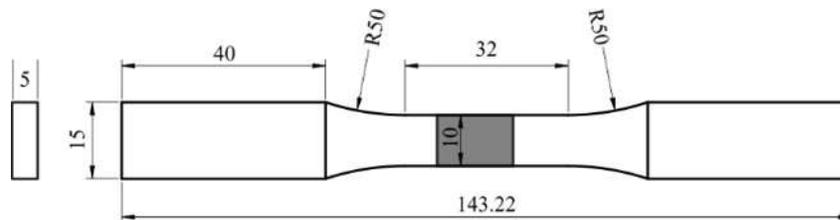


Figura 28 Dimensiones en mm de las probetas usadas en los ensayos de fatiga de alto ciclaje y de tensión.

3.9 Microdureza

Un microdurómetro digital fue usado para establecer la microdureza Vickers de las probetas soldadas con bajo y alto aporte térmico. El microdurómetro está equipado con una unidad de desplazamiento xy con un micrómetro digital con una resolución de 1 μm . La microdureza fue medida usando una carga de 300 g. en una área de 3 mm de alto y 20 mm de largo como se ilustra en la Figura 29. El área está compuesta de 16 líneas horizontales de microdureza cada una conteniendo 100 indentaciones. De esta manera el área contiene 1,600 indentaciones separadas cada 200 μm . El área medida abarca los metales base, regiones de soldadura y zona de fusión.

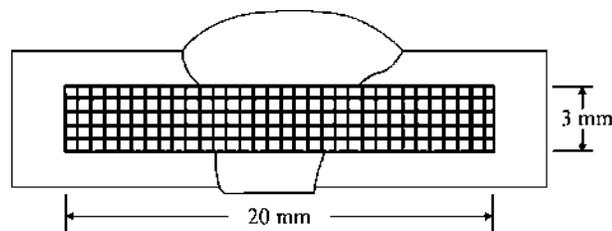


Figura 29 Esquema del área de medición de la microdureza Vickers.

3.10 Evaluación ultrasónica

Se desarrolló la generación de imágenes pulso-eco por el método c-scan en probetas inspeccionadas con el objeto de evaluar el efecto de la microestructura en la atenuación ultrasónica. La Figura 30 muestra el arreglo experimental de la configuración por inmersión del c-scan usando la configuración pulso-eco con el área de medición de escaneo como se representa. La onda ultrasónica viaja en el agua y golpea la muestra con incidencia normal, la onda transmitida interactúa con la microestructura de la muestra antes de que se refleje al transductor en la superficie inferior de la muestra, Figura 31. La amplitud del pulso reflejado es usada para construir una imagen c-scan de la muestra. El escaneo fue realizado usando un transductor de tipo inmersión con una frecuencia central de 15 Mhz, diámetro de 12.7 mm y una longitud focal de 25.4 mm. El transductor fue excitado utilizando un pulsador-receptor Panametrics 5073PR. Para minimizar la pérdida de señal, el transductor se fijó para operar a incidencia normal por medio de un goniómetro (x, y) para escanear un área de 3 mm \times 20 mm a una resolución de 100 μ m.

El haz ultrasónico fue enfocado a la mitad del espesor de la muestra (d), de esta forma la muestra es localizada a una distancia de 21 mm del transductor. Una placa de balanceo fue utilizada para garantizar que el transductor siempre se mantuviera moviendo paralelo a la muestra. El escaneo y formación de las imágenes es basado en el software MISTRAS Ultrasonic C-scan.

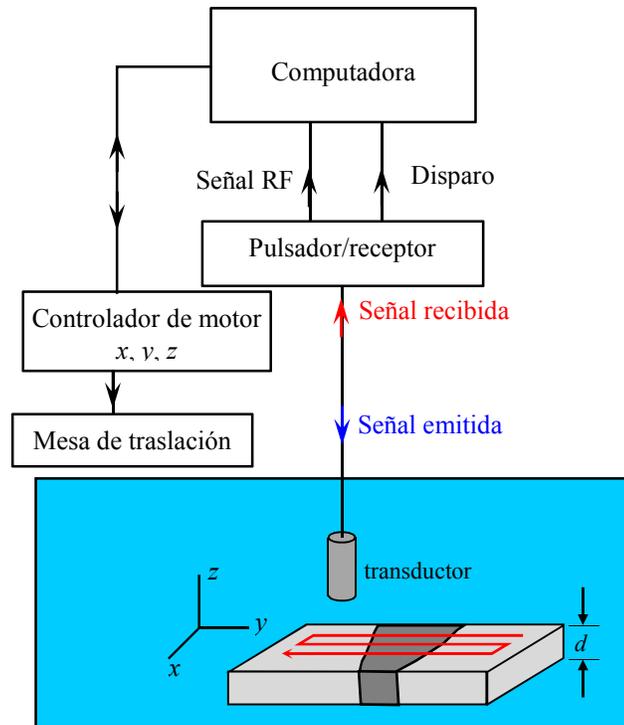


Figura 30 Arreglo experimental para generación de imágenes por escaneo ultrasónico c-scan utilizando un transductor longitudinalmente enfocado de 15 MHz.

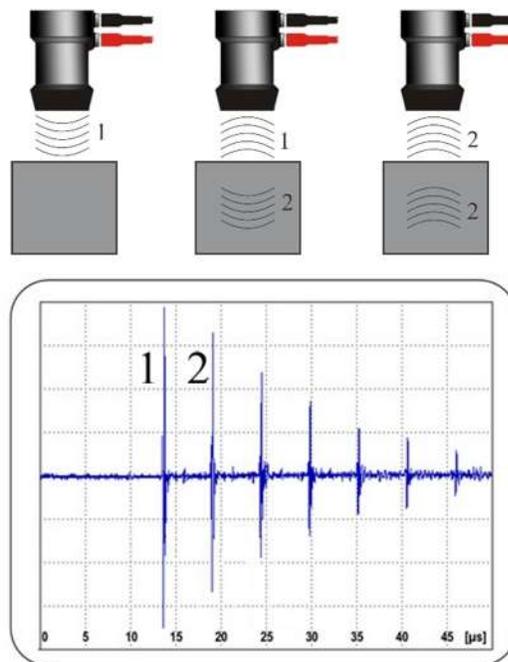


Figura 31 Señales ultrasónicas obtenidas del primer y segundo eco.

CATÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSION

4.1 PRIMERA ETAPA

4.1.1 Microestructura

Las propiedades mecánicas del material están determinadas en gran parte por las características microestructurales del material. La Figura 32 muestra una imagen completa de la unión soldada la cual fue formada a partir de una serie de imágenes tomadas a 50 magnificaciones de diferentes regiones las cuales fueron procesadas y unidas usando software especializado. En ellas, se pueden distinguir claramente seis regiones microestructurales: 1) región superficial del material base 316L, 2) región central material base 316L, 3) ZAT 316L, 4) metal de soldadura, 5) ZAT AL-6XN y 6) metal base AL-6XN. Adicionalmente se agrega una región 7 con el objeto de determinar el tamaño de grano austenítico de la región superficial del material base AL-6XN.

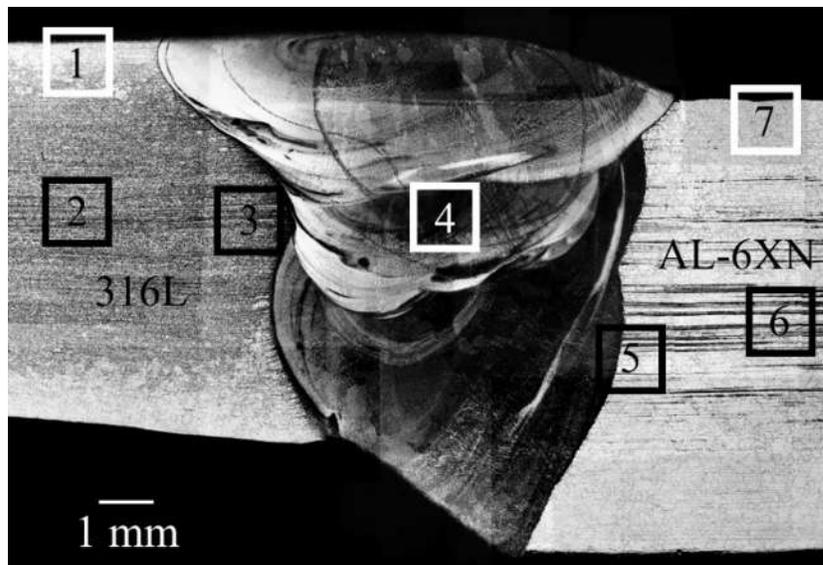


Figura 32 Sección transversal de la unión soldada.

Las Figuras 33a a la 33d muestran la microestructura del material base 316L en la dirección transversal a la soldadura (región 1 Figura 32), se observa la presencia de granos equiaxiales de

austenita, con una diferencia notable en tamaño entre la región central y la región próxima a la superficie, $21.43 \pm 8.50 \mu\text{m}$ y $85.58 \pm 28.08 \mu\text{m}$, respectivamente. Se observa además la presencia de bandas con contenidos de ferrita δ ocasionadas por el proceso de laminado.

Sung-Il Kim y colaboradores [54] encontraron que en el caso del acero 316 hay una variación en el tamaño de grano de la austenita localizada cerca de las superficies de las placas que están en contacto con los rodillos de laminación; esta variación en el tamaño de grano es del orden de 60-80% más grande que en el interior del material. Esta diferencia puede ser debida a una diferencia en la velocidad de deformación y temperatura a través del espesor del material durante el proceso de deformación y subsecuentemente a fracciones volumétricas de recristalización diferentes en cada punto.

Se ha observado además, que con un tamaño de grano más pequeño, se obtienen valores mayores en la resistencia a fluencia, de resistencia a la tensión y de dureza, y menores valores para los alargamientos. El efecto de los límites de grano juega un papel importante, ya que son considerados defectos cristalinos, que frenan el movimiento de las dislocaciones [54, 55].

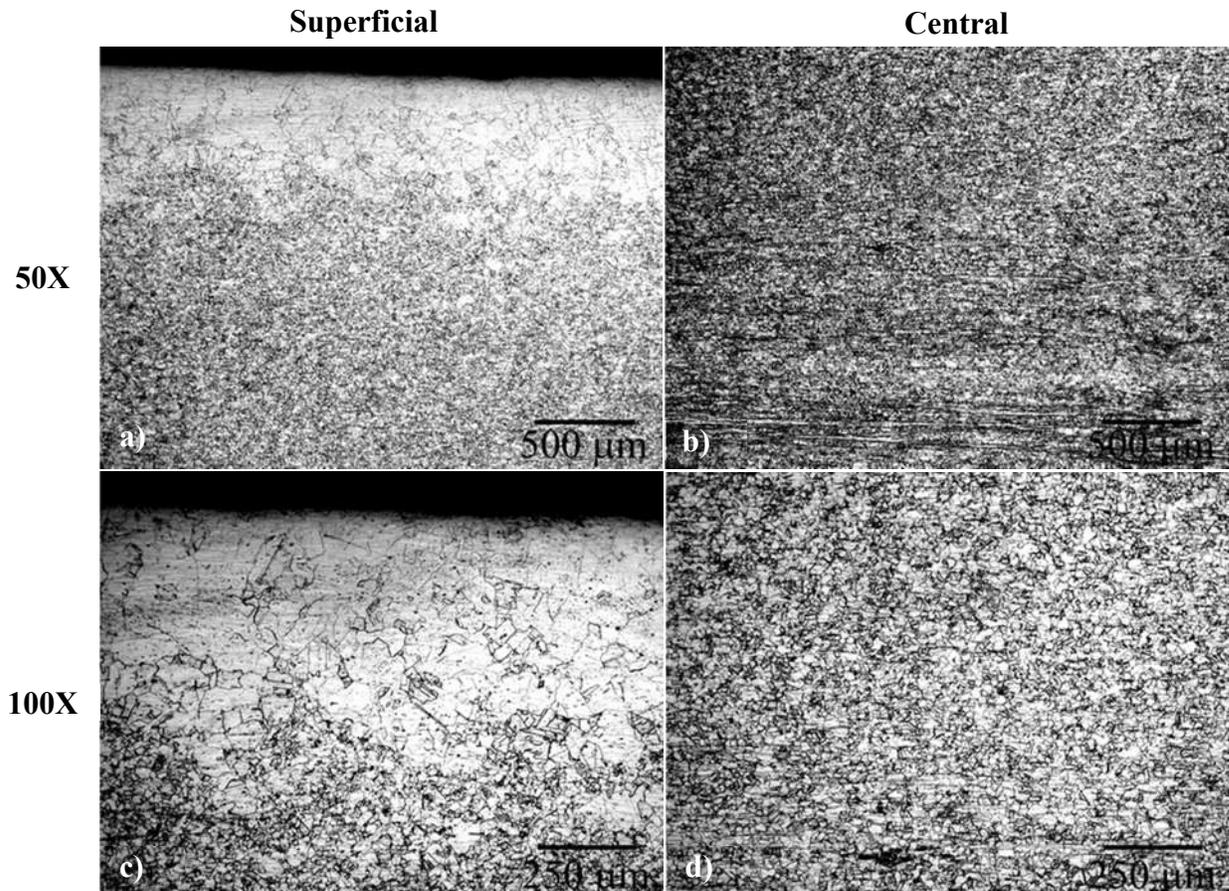


Figura 33 Micrografías corte transversal a la soldadura, metal base 316L a) región superficial 50X, b) región central 50X, d) región superficial 100X y d) región central 100X.

La Figuras 34a a la 34d muestran la microestructura del material base AL-6XN en la trasversal a la soldadura (región 1 Figura 32), la microestructura muestra granos equiaxiales de austenita cuyo tamaño presenta una variación mínima a través del espesor del material, $125.37 \pm 61.82 \mu\text{m}$ para la región central y $140.80 \pm 57.21 \mu\text{m}$ para la región superficial, como puede observarse, el tamaño de grano austenítico es más uniforme que en el caso del material 316L. Se aprecian líneas de composición ocasionadas por el proceso de laminación, la cuales son más evidentes en la región central del espesor. Puede observarse que los granos presentan una morfología no uniforme y presentan además una gran cantidad de maclas.

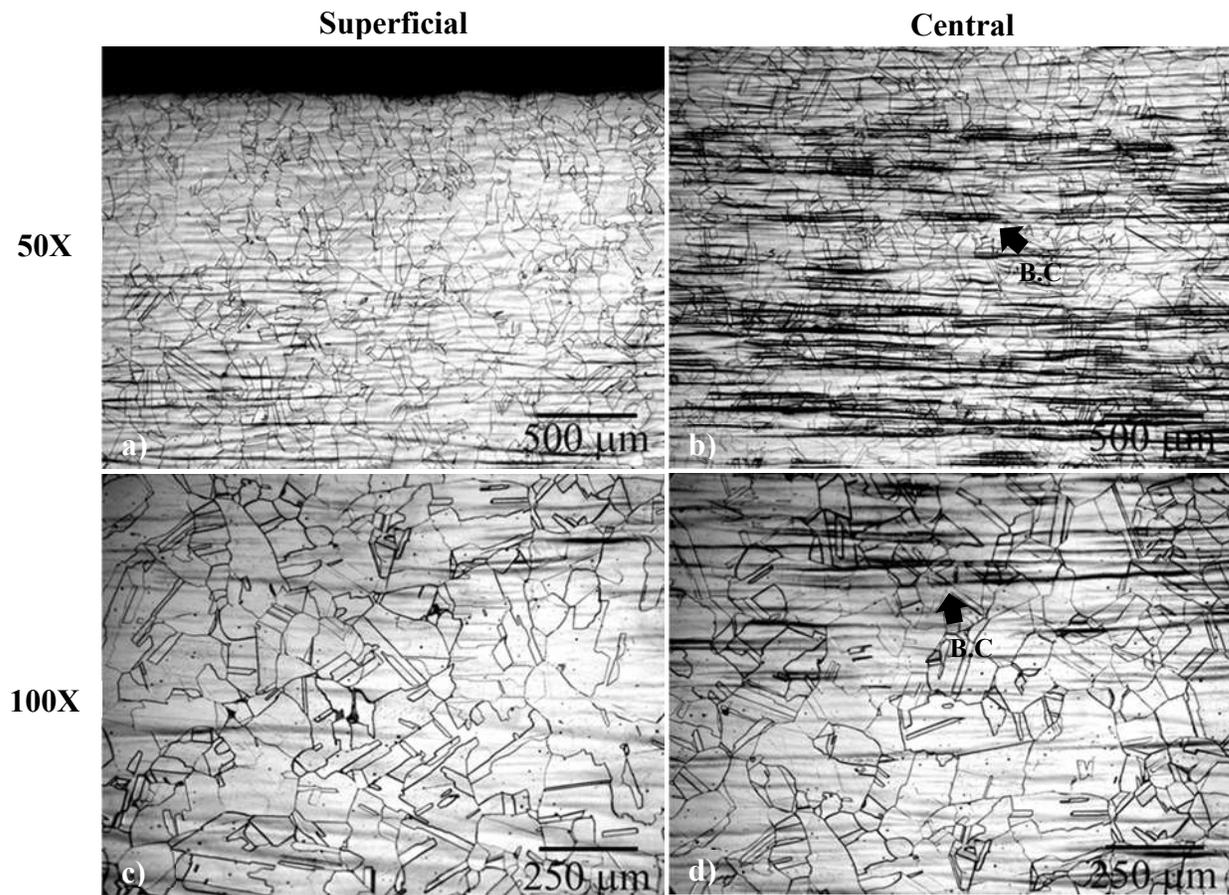


Figura 34 Micrografías corte transversal a la soldadura, metal base AL-6XN a) región superficial 50X, b) región central 50X, c) región superficial 100X y d) región central 100X.

Fonda y colaboradores han encontrado estas bandas de composición en aceros AL-6XN [35, 56], las cuales son producto de segregación de algunos elementos como cromo, molibdeno y níquel, además, debido a que la solidificación procede de la superficie de la placa hacia el centro, el rechazo del soluto en las regiones interdendríticas resulta en un incremento en la concentración de soluto en las regiones interdendríticas hacia el centro de la placa. La laminación en caliente subsecuente aplana y alarga estas regiones enriquecidas en soluto en bandas de composición.

Las micrografías obtenidas en dirección trasversal a la tubería para los materiales base se presentan en las Figuras 35 y 36. Para el acero 316L, al igual que en el sentido transversal a la soldadura, se

observa una gran diferencia en el tamaño de grano de la austenita de la región central comparada con la región superficial, $27.76 \pm 7.01 \mu\text{m}$ y $106.29 \pm 34.58 \mu\text{m}$, respectivamente, Figuras 35a y 35b. Puede apreciarse además la formación de bandas ocasionadas por el proceso de laminación.

Para el metal base AL-6XN en la dirección transversal a la tubería, existe una pequeña diferencia en el tamaño de grano, a través del espesor, $94.97 \pm 35.47 \mu\text{m}$ para la región central y $122.03 \pm 46.75 \mu\text{m}$ para la región superficial, lo cual representa una variación de 28.5%. Es evidente la formación de bandas de composición en la región central como puede apreciarse en las Figuras 36a y 36b.

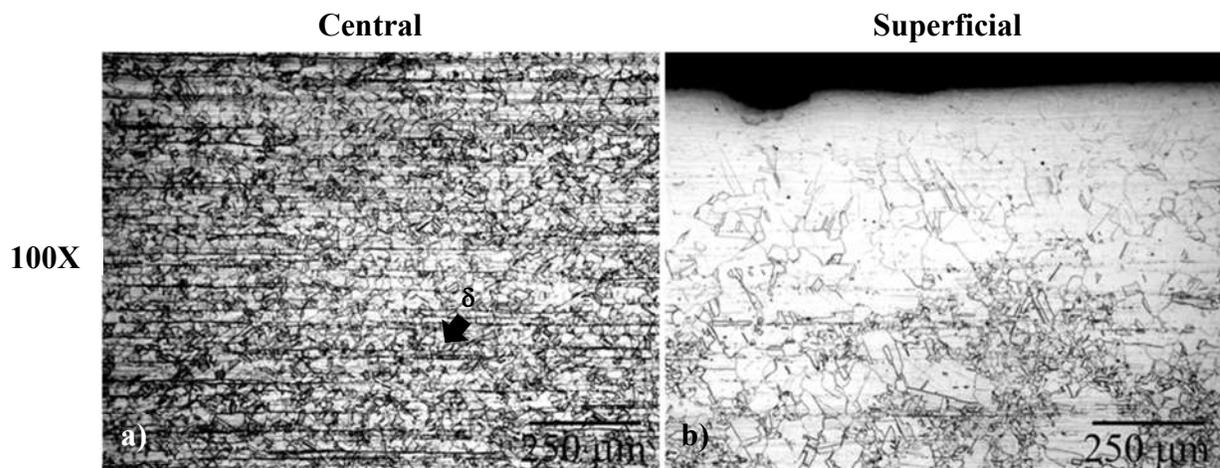


Figura 35 Metal base 316L en el sentido transversal a la tubería a) región central, b) región superficial.

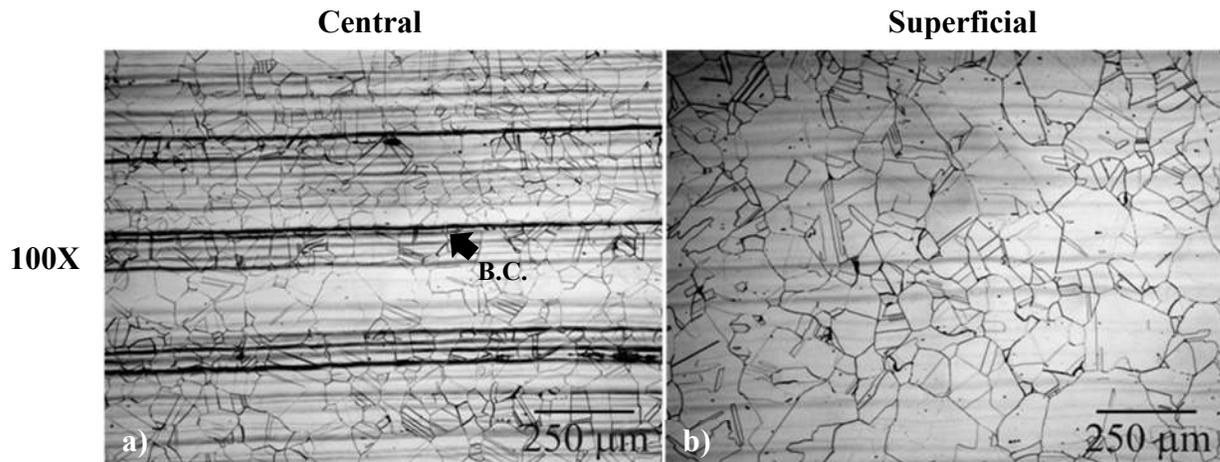


Figura 36 Metal base AL-6XN en dirección transversal a la tubería mostrando las bandas de composición en la región central del espesor.

La región del metal de soldadura en la dirección transversal se muestra en la Figura 37. La microestructura del metal de soldadura está compuesta de granos columnares dendríticos y equiaxiales dendríticos de austenita, Figuras 37a y 37b, esto debido a gradientes de composición y temperatura durante la solidificación [23].

La interface del metal base 316L con el metal de soldadura presenta una región de crecimiento de grano próxima a las superficies de la tubería, como puede observarse en la Figura 37c, lo cual es causado por el aporte térmico durante el proceso de soldadura. Se observa la presencia de líneas causadas por el proceso de laminación, Figura 37d, sobre las cuales se encuentra ferrita δ en pequeñas cantidades, dichas líneas presentan un espaciamiento mucho más pequeño que en el caso del metal AL-6XN.

La interface del metal base AL-6XN con el metal de soldadura presenta un tamaño de grano constante para el material base a lo largo de su sección transversal, así como en la región próxima a la línea de fusión. Se observan bandas causadas por el proceso de laminación, las cuales son bastante evidentes especialmente en la región central del espesor, Figuras 37e y 37f.

Las Figuras 38a y 38b, muestran la microestructura del metal base AL-6XN y de la interface AL-6XN/metal de soldadura. Puede apreciarse que el efecto de los ciclos térmicos ocasionados por el proceso de soldadura en la microestructura es mínimo.

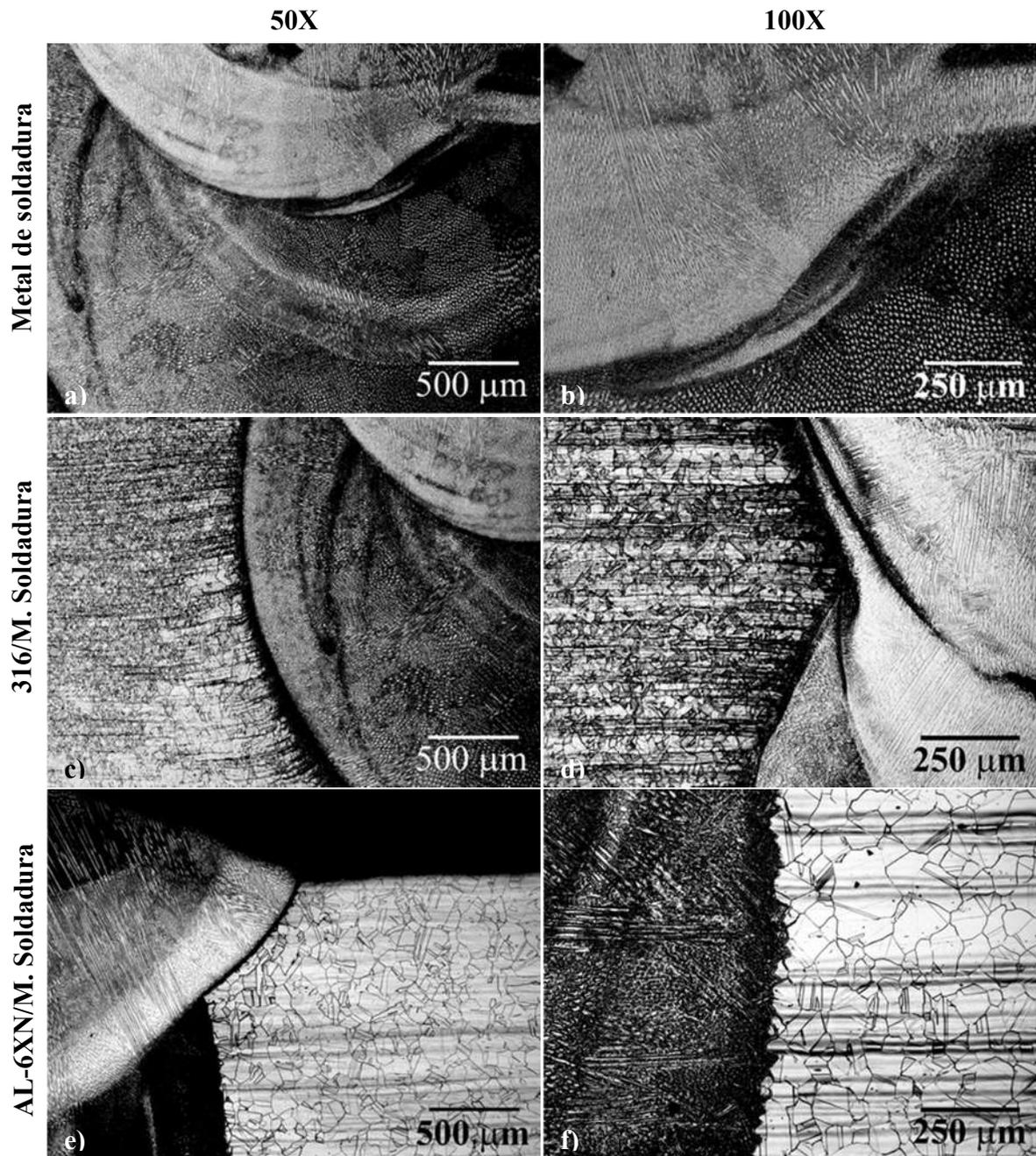


Figura 37 Corte transversal de la junta soldada a) metal de soldadura 50X, b) metal de soldadura 100X, c) interface 316L-Soldadura 50X, d) interface 316L-soldadura 100X, e) interface AL-6XN-soldadura 50X y f) interface AL-6XN-soldadura 100X.

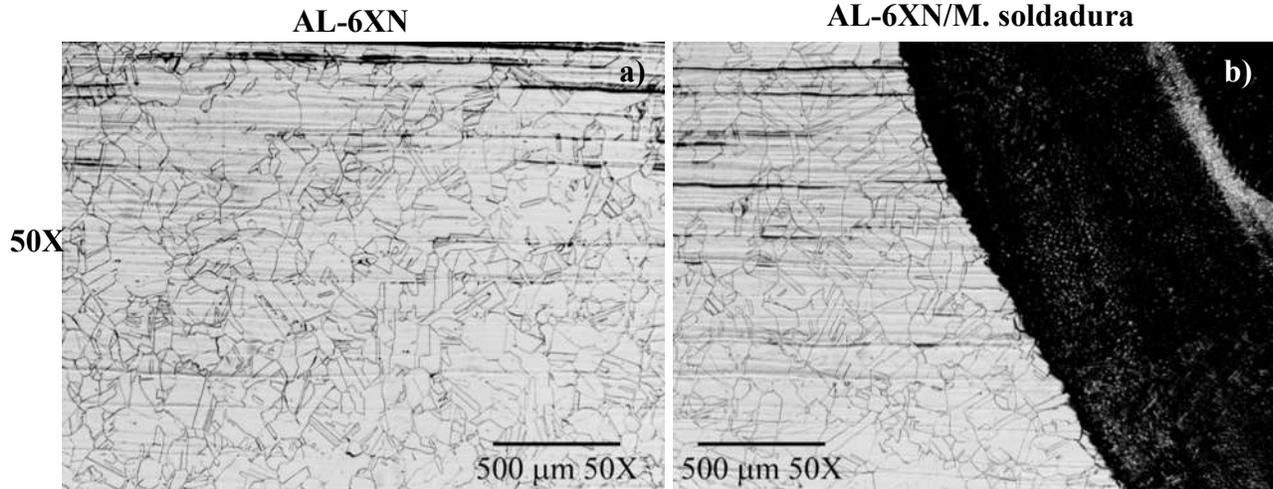


Figura 38 Micrografías región central a) metal base AL-6XN, b) interface AL-6XN/metal de soldadura.

4.1.2 Caracterización por Microscopía Electrónica de Barrido

La Figura 39a, muestra una macrografía de la sección transversal de la unión soldada. La línea indica el trayecto a lo largo del cual se realizó un microanálisis lineal el cual muestra la distribución de los elementos presentes en la unión soldada como puede observarse en la Figura 39b.

Como puede observarse, el contenido de Ni, Cr y Mo, son más altos en el metal de soldadura que en los materiales base, debido a la composición química del metal de aporte. Además, el contenido de Fe es mayor en el acero 316L.

Puede observarse que la concentración de Mo, Cr, Ni incrementan gradualmente hasta llegar a un máximo en la región central del metal de soldadura. La región próxima a la línea de fusión de la interface 316L-metal de soldadura, presenta una mayor concentración de Fe, así como un contenido de Ni menor.

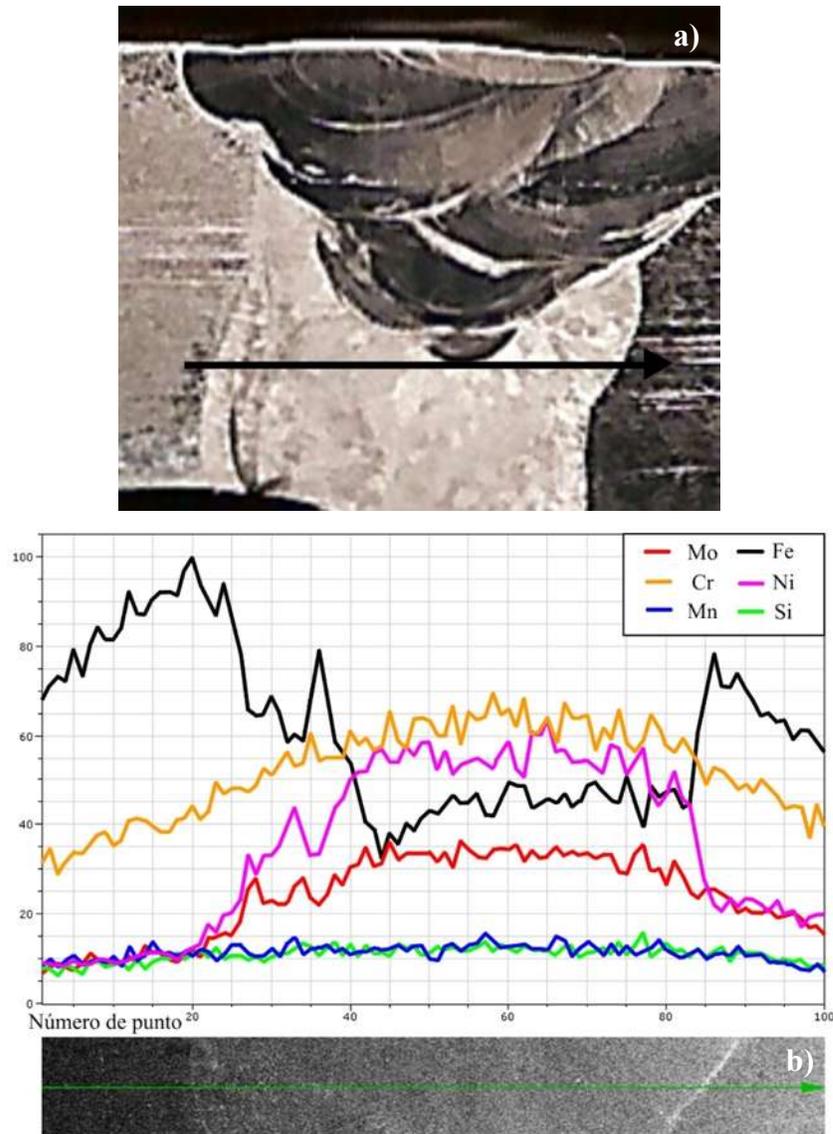


Figura 39 Microanálisis lineal de composición. a) Macrografía de la región analizada y b) concentración lineal de composición.

La distribución química obtenida mediante análisis por EDX en la interface 316L-metal de soldadura, presenta una distribución uniforme de Cr (Figura 40c). Las concentraciones de Ni y Mo son superiores para el metal de soldadura, observándose dentro del mismo metal de soldadura, una mayor concentración para los cordones posteriores a la pasada de raíz (Figuras 40b y 40d).

La interface AL-6XN-metal de soldadura presenta una distribución de Cr y Mo homogénea, Figuras 41c y 41d, mientras que la concentración de Ni en el metal de soldadura en el metal de soldadura presenta una concentración superior a la del acero AL-6XN como puede observarse en la Figura 41b. Además, existe una zona parcialmente mezclada, la cual posee una concentración de níquel semejante a la del metal base AL-6XN [2].

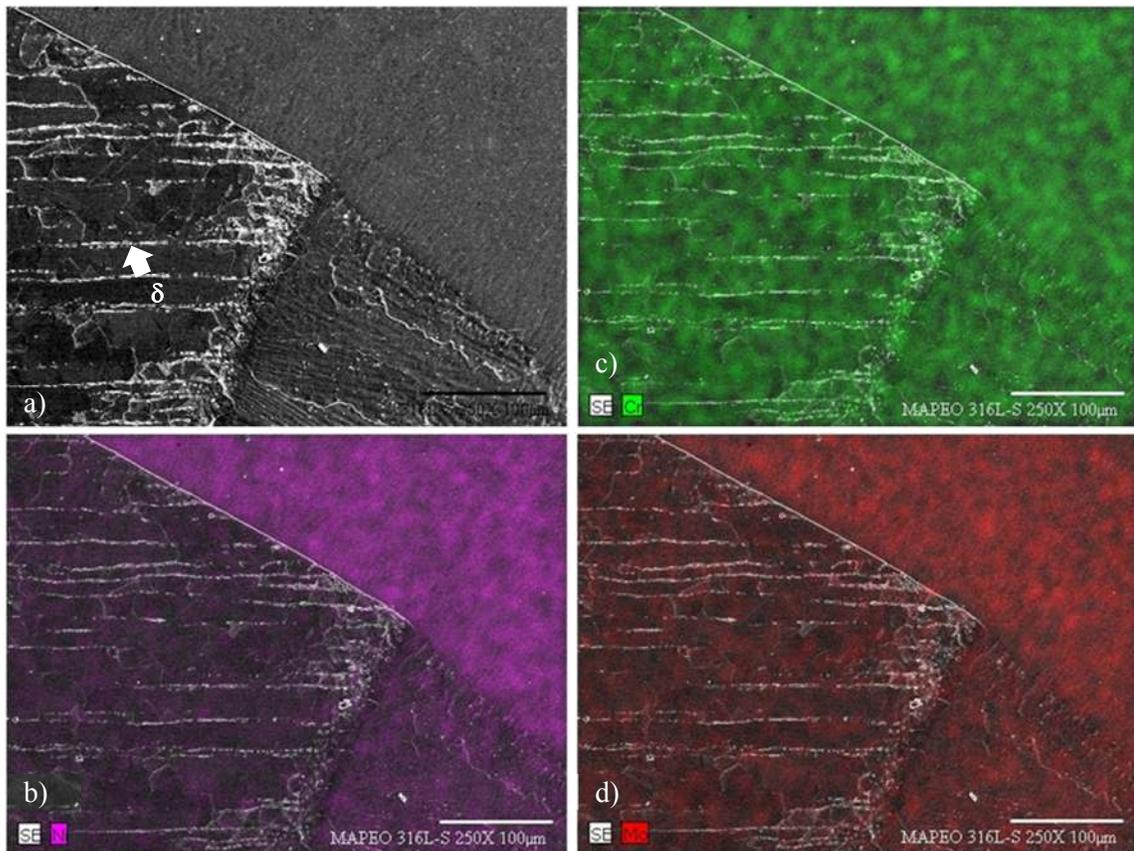


Figura 40 Resultados del análisis químico superficial de la interface 316L-metal de soldadura, a) micrografía y concentración química de elementos b) Ni, c) Cr y d) Mo.

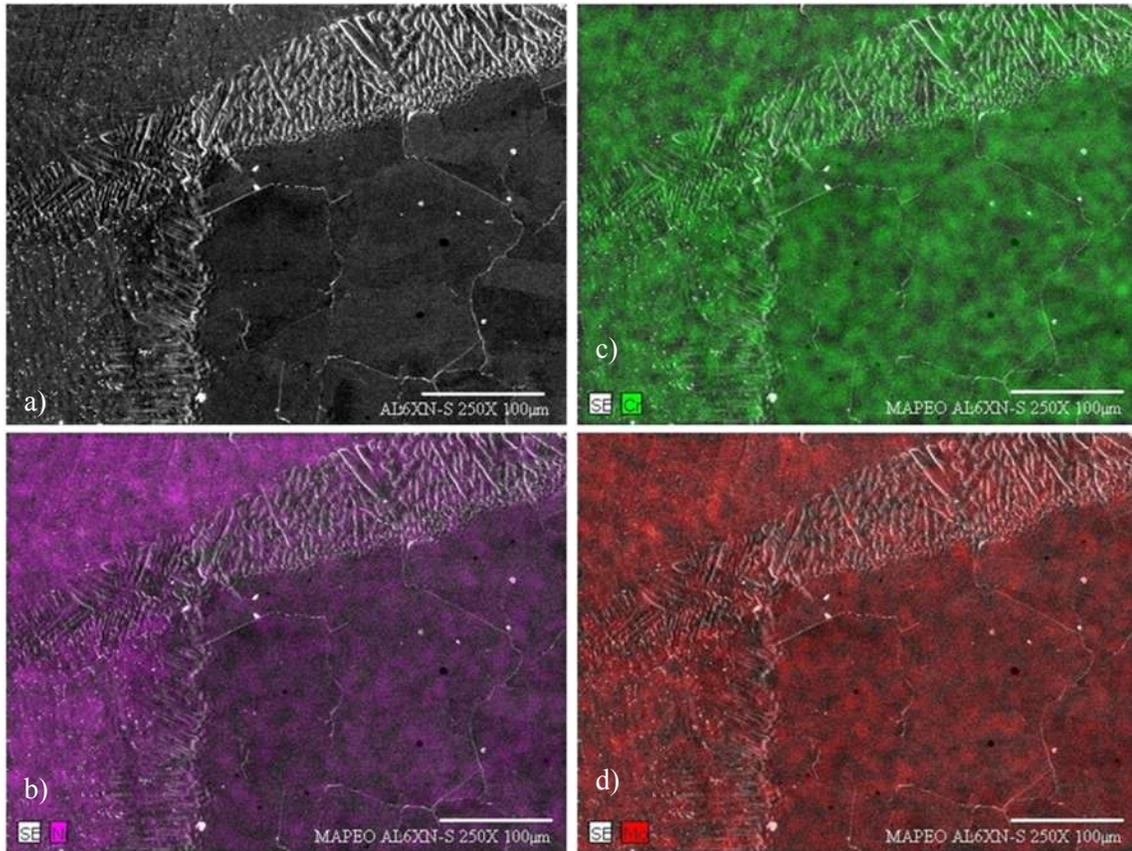


Figura 41. Resultados del análisis químico superficial de la interface AL-6XN-metal de soldadura, mostrando a) micrografía y concentración de algunos elementos b) Ni, c) Cr y d) Mo.

Las Figuras 42a y 42b a 250X se obtuvieron mediante MEB y muestra el metal base 316L, donde se observa que debido al proceso de fabricación se presentan bandas de ferrita δ residual orientadas en la dirección de laminación. Se ha reportado que esta ferrita resulta de la segregación principalmente de cromo (que es un promotor de ferrita) durante la solidificación y tratamiento termomecánico [2].

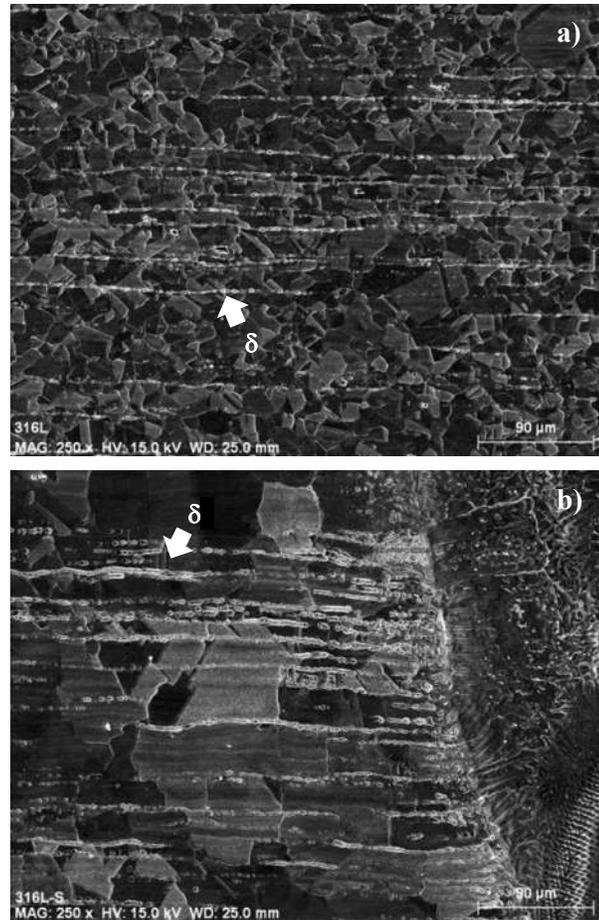


Figura 42 a) Micrografías del metal base 316L 250X. b) Micrografías ZAT metal base 316L 250X.

Se ha reportado que en este tipo de acero que después de un proceso termomecánico, la fracción volumétrica de ferrita δ residual oscila entre el 2 y 3% [2]. La Figura 42b muestra con gran detalle que en la región próxima a la raíz, puede observarse claramente que existe una región de crecimiento de grano en la ZAT del acero inoxidable 316L. Esta región presenta granos austeníticos con un tamaño aproximado de $71.3 \mu\text{m}$, lo cual hace evidente el efecto del aporte térmico en la unión soldada, alterando las propiedades mecánicas en esa región. Es sabido que el efecto del endurecimiento por deformación desaparece por completo en la zona de fusión y es parcialmente disminuido en la ZAT debido a la recristalización y al crecimiento de grano [1].

Mientras más cercano a la línea de fusión, más altas serán las temperaturas alcanzadas y más tiempo permanecerá el material sobre la temperatura de recristalización efectiva; ocasionando un crecimiento de grano y una disminución en el endurecimiento por deformación [1].

También, se observa en la Figura 42b, que la microestructura en la ZAT del acero inoxidable 316L muestra un incremento en el tamaño de las bandas de ferrita δ , esta diferencia es notoria si se compara con una imagen obtenida del material base sin soldar, como puede observarse en la Figura 42a. El incremento en la cantidad de ferrita δ es corroborado en la Figura 43, la cual muestra los patrones de DRX de dos muestreos en el acero inoxidable 316L. El espectro superior corresponde a la ZAT y el inferior corresponde al del material base. La intensidad del pico de ferrita δ de la ZAT es ligeramente mayor al del material base 316L lo cual indica una mayor cantidad de ferrita δ . El aumento de ferrita δ cercano a la línea de fusión ha sido reportado y atribuido al calor generado en soldaduras por fricción de acero inoxidable AISI 316L [57].

Los aceros inoxidables austeníticos, usualmente formarán ferrita δ cuando son calentados a temperaturas justo debajo de la temperatura de solidus. El grado de formación de ferrita δ es normalmente bajo ya que la transformación de austenita a ferrita es relativamente lenta esto aunado a que el ciclo térmico en la ZAT es normalmente bastante rápido [2].

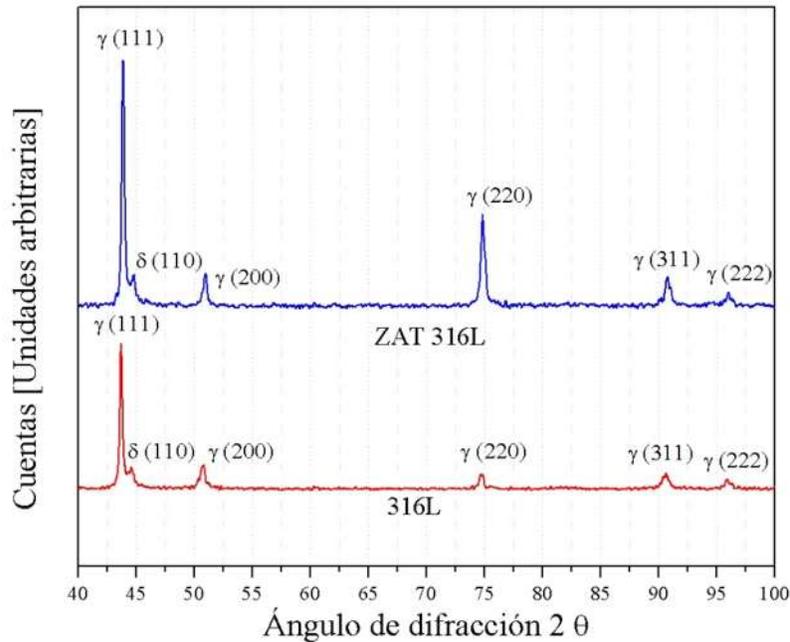


Figura 43 Patrones de difracción de la ZAT del acero 316L y del material base.

La presencia de una mayor cantidad de ferrita δ puede deberse a que esta fase crece por un proceso de difusión del cromo, este tipo de difusión ha sido reportada en experimentos utilizando trazadores de isotopos de cromo ^{51}Cr , donde se encontró que la difusión en la frontera de grano es dominante en temperaturas por debajo de $760\text{ }^\circ\text{C}$ y que la difusión en el red cristalina es dominante por arriba de esta temperatura [58].

La presencia del cromo es corroborada en la Figura 44, mediante un microanálisis por medio de EDX con lo cual se obtuvieron los perfiles de los elementos cromo y níquel que estabilizan la ferrita y la austenita respectivamente [2, 28].

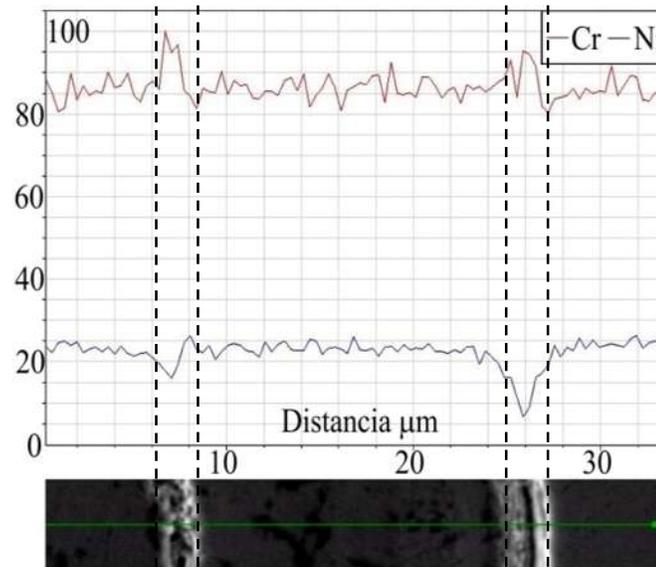


Figura 44 EDX de la ZAT del acero inoxidable 316L mostrando bandas de ferrita (claro) y la austenita (oscuro).

Como puede observarse, las bandas de ferrita δ localizadas en la ZAT del acero 316L poseen mayores contenidos de cromo y un decremento de níquel. La Figura 45b muestra un análisis por EDX de la ferrita δ indicada por la flecha en la Figura 45a. La Tabla 6, muestra la composición química.

Tabla 6 Composiciones químicas de la ferrita δ

Elemento	Series	% peso	% atómico
Carbono	K	1.565	6.861
Cromo	K	19.219	19.469
Manganeso	K	1.533	1.470
Hierro	K	68.178	64.302
Níquel	K	5.985	5.371
Molibdeno	K	3.072	1.687
Silicio	K	0.448	0.841
	Suma:	100	100

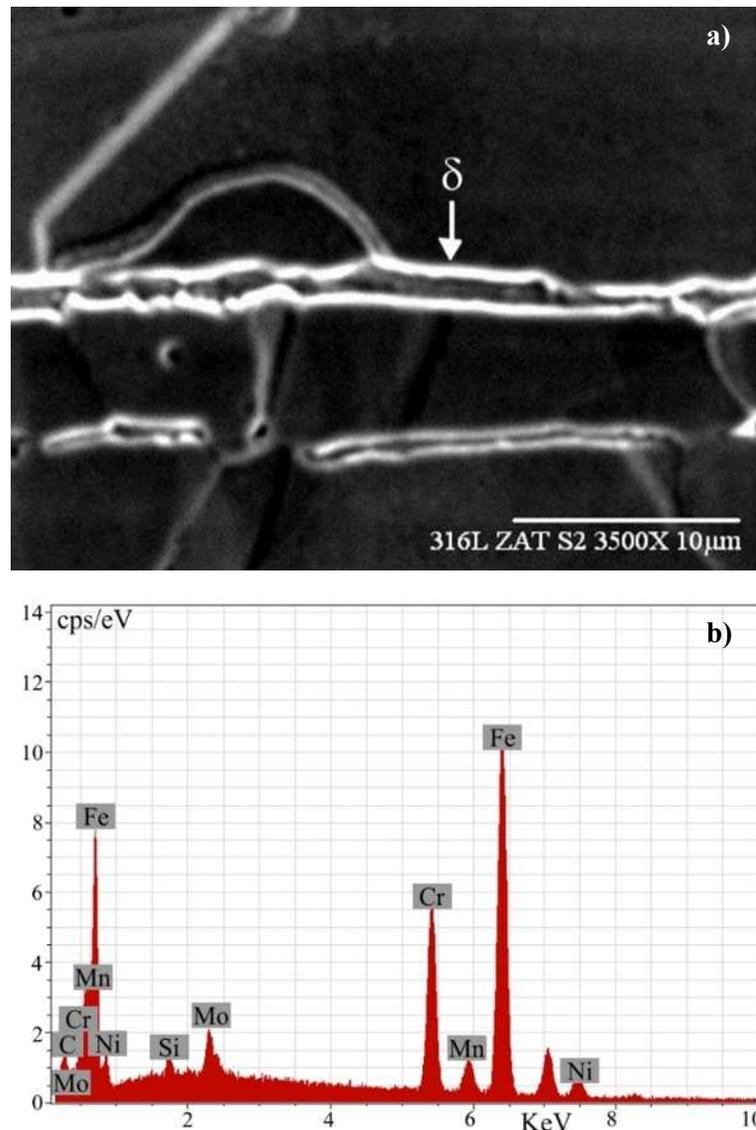


Figura 45 a) Micrograffías de la ZAT metal base 316L. b) resultados de EDX de la ferrita δ .

En las micrograffías de la Figuras 46a y 46b a 200X, se observa a detalle la microestructura del metal de soldadura en la zona 4 de la Figura 32. Ésta, presenta una estructura completamente austenítica con un modo de solidificación tipo A, con una estructura columnar dendrítica, la cual muestra diferentes direcciones, puede apreciarse en la Figura 46a la morfología de las puntas de las dendritas, mientras que en la Figura 46b pueden observarse además las ramificaciones. La estructura columnar dendrítica se aprecia con mayor claridad en la Figura 46c, la cual corresponde

a una superficie de fractura a tensión. Estas microestructuras son producto de las diferencias de temperatura y composición durante la solidificación [1, 23].

Además, de acuerdo a la composición del 316L y del AL-6XN el porcentaje en peso de Cr_{eq} es 19.31 y 26.49 mientras que el de Ni_{eq} es 12.16 y 24.65 respectivamente; la microestructura coincide con la microestructura que predicen los diagramas de constitución de aceros inoxidable como el diagrama de Schaeffler o el diagrama WRC-1992 utilizados para predecir el balance de fases y el contenido en ferrita de aceros inoxidable a partir de la composición química de la aleación [48, 49]. Además, el alto contenido de níquel (64.38 % peso) del metal de aporte estabiliza aún más la austenita [2].

Aumentando el número de ampliaciones a 3,500X, en la ZAT del acero inoxidable 316L se observa la presencia de inclusiones como puede evidenciarse en la Figura 47a. La Figura 47b muestra un EDX de una de estas inclusiones confirmando la presencia de Ti con pequeñas cantidades de N disuelto en ellas. Se ha reportado que la principal causa de formación de este tipo de precipitados es la baja solubilidad del Ti en la austenita en los sistemas de aleaciones Fe-Cr-Ni [28] y que las partículas de nitruro de titanio presentan una forma geométrica de cubo o rombo [59].

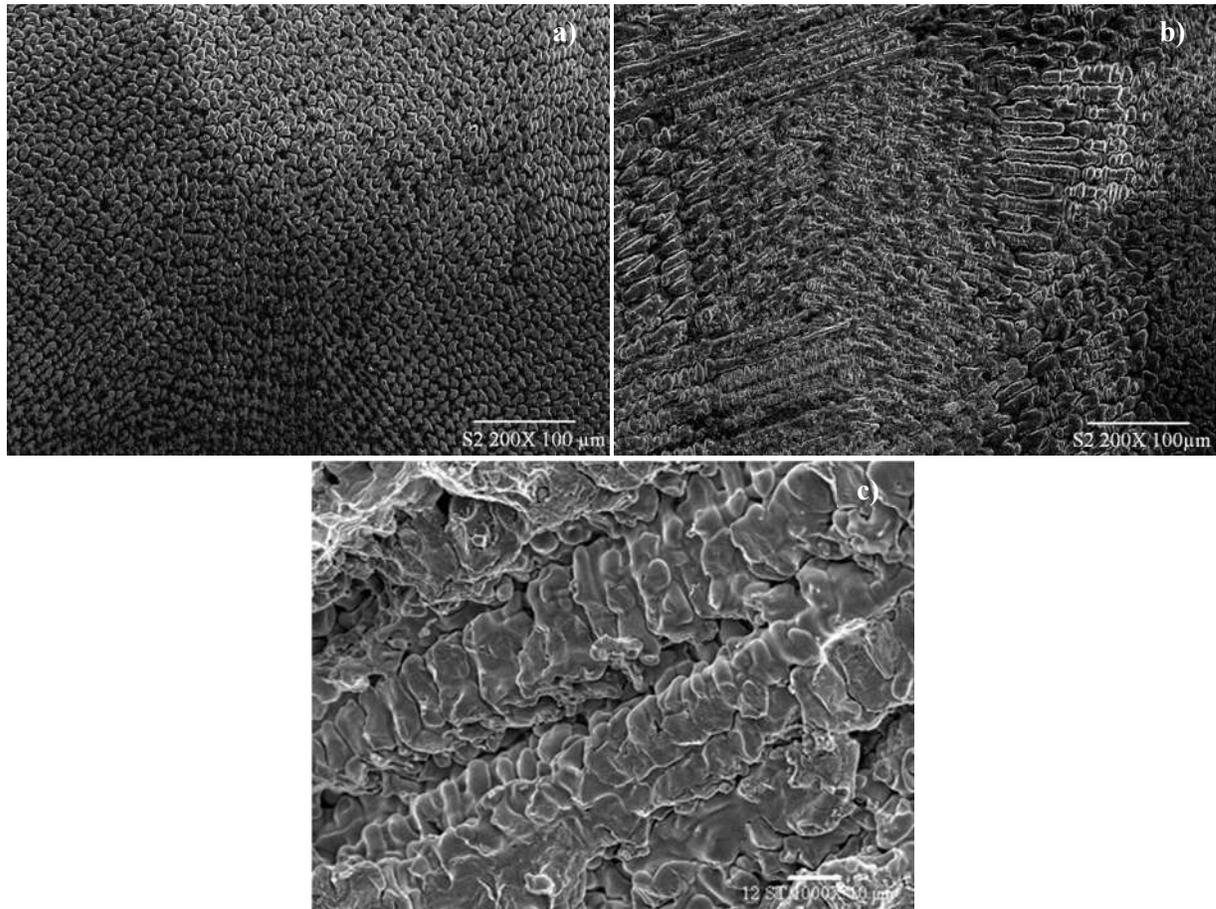


Figura 46 Microestructuras del metal de soldadura columnar dendrítica tomadas en diferentes regiones del metal de soldadura, a) puntas de las dendritas, b) ramificaciones de las dendritas y c) fractura a tensión mostrando la estructura columnar dendrítica.

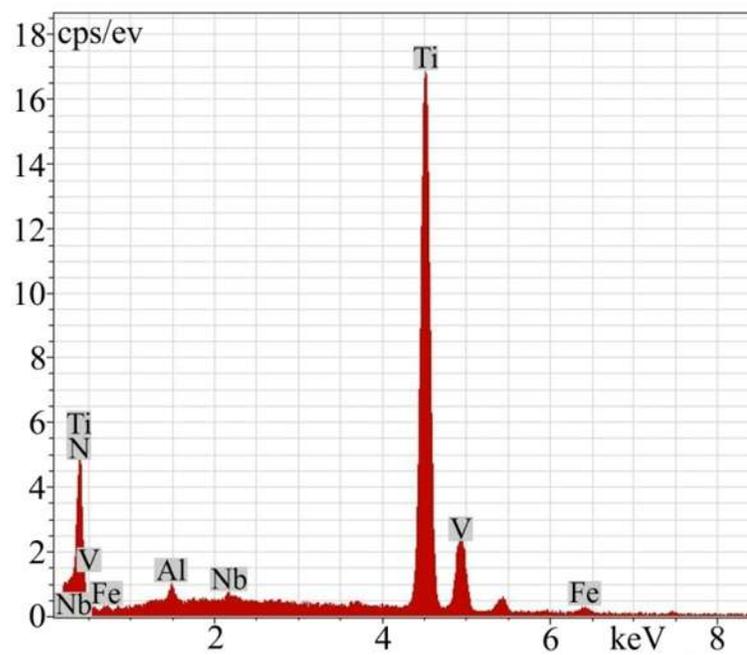


Figura 47 a) Micrografía mostrando dos inclusiones encontradas en la ZAT del acero 316L, b) EDX de la inclusión A.

4.1.3 Microdureza

La distribución de microdureza en la unión soldada AL-6XN/316L se muestra en la Figura 48. Estos perfiles son obtenidos a diferentes profundidades a través del espesor de acuerdo a la Figura 26. Para el caso del acero inoxidable AL-6XN, los resultados indican que independientemente de la distancia, los valores de microdureza se mantienen aproximadamente constantes 175-185 HV₁ tanto en el metal base AL-6XN como en la ZAT. De acuerdo al análisis microestructural de la Figura 38a y 38b el tamaño de grano de la ZAT y el metal base de este acero no cambia significativamente, por lo que, es de entenderse que la dureza no cambie notoriamente. En el metal de soldadura, la microdureza se incrementa hasta valores de 225-240 HV₁ mostrando una mayor dispersión de valores debido a la estructura heterogénea del metal de soldadura. Tanto Padilha y colaboradores, como Kozuh y colaboradores [28, 29] han reportado que el contenido elevado de cromo en el metal aporte de la soldadura, así como la presencia de niobio incrementan la dureza de las soldaduras de aceros inoxidables 316L.

Por otra parte, en el lado del acero 316L la microdureza disminuye gradualmente a partir de la línea central del metal de soldadura hasta una distancia de 14 mm, donde se exhibe una microdureza de 165-175 HV₁ correspondiente a la del metal base 316L.

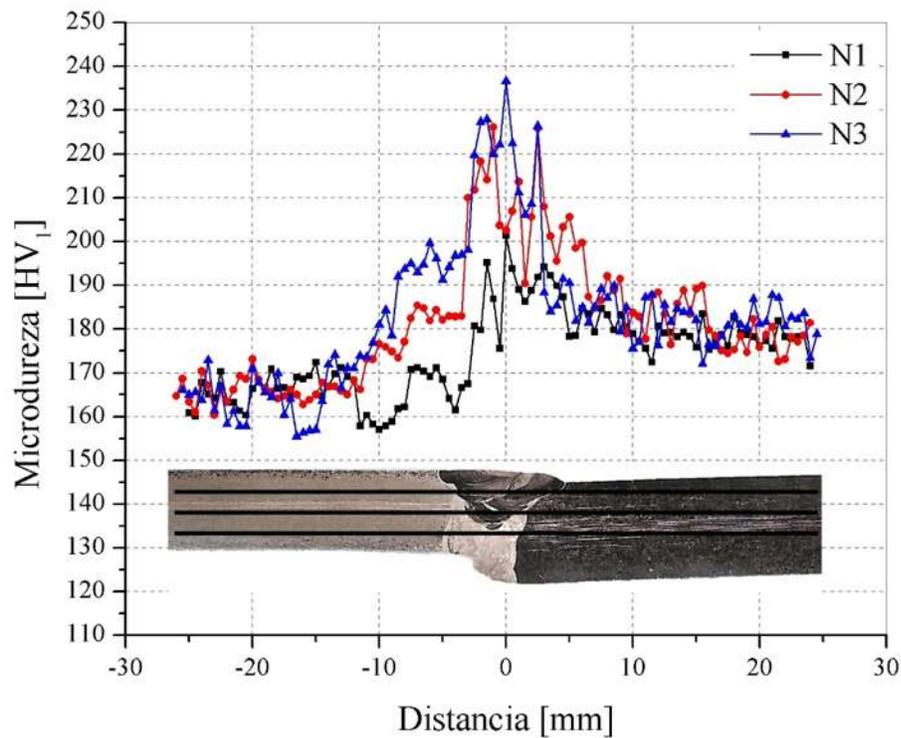


Figura 48 Perfiles de microdureza en tres profundidades a lo largo del espesor de la unión soldada.

Es importante observar que en el metal base del acero 316L hay cambios importantes en la dureza tanto en la parte superior N1 a una distancia del centro del cordón de 8 a 11 mm; e inferior N3 a una distancia de 14 a 16 mm del centro del cordón; esto puede deberse en gran medida a que las mediciones N1 y N3 están a aproximadamente a 1.2 mm de cada superficie respectivamente y como se mencionó anteriormente, debido al proceso de fabricación, el acero 316L muestra variaciones importantes en el tamaño de grano en las superficies superior e inferior en distancias de hasta aproximadamente 1 mm de cada superficie (Figura 35).

Cabe mencionar que la profundidad en la que varía el tamaño de grano no es constante y puede aumentar o disminuir; por lo que es posible que algunos puntos de dureza estén medidos en esta zona de variación del tamaño de grano. Como puede observarse, existen cambios en microdureza de la ZAT en función de la profundidad en la que es medida, el hecho de que la dureza cambie en

función del espesor del tubo, se atribuye a los cambios microestructurales causado por los diferentes aportes térmicos suministrados durante el depósito de los tres cordones de soldadura. Analizando la dureza N1, se puede apreciar que en promedio la dureza de la ZAT es muy similar a la del metal base 316L, debido a que es la región menos afectada por los ciclos térmicos de los cordones de soldadura previamente depositados. Los resultados obtenidos por Villalobos y colaboradores [60] muestran que la temperatura de interpasos tiene una influencia en la zona afectada térmicamente del primer cordón depositado.

Por otra parte, en la ZAT del nivel N3, existe un aumento considerable de dureza, en la zona N3 se presenta un mayor crecimiento de grano producto del efecto del aporte térmico del depósito de los tres cordones de soldadura; pero al mismo tiempo existe la presencia de una mayor cantidad de ferrita δ como se observa en la Figura 42b la cual es rica en cromo y por lo tanto más dura.

4.1.4 Ensayo de Tensión

Se realizaron ensayos de tensión en tres series de muestras, las primeras dos series fueron obtenidas cortando dos probetas de tensión de la parte central de cada metal base y la tercer serie de probetas fue preparada cortando cuatro probetas de tensión de la parte central de la unión soldada. La Tabla 7, muestra los resultados promedio del valor del módulo de Young axial, la resistencia a la fluencia y a la tensión. La Figura 49, muestra una vista macroscópica de una parte de una probeta de tensión de la unión soldada correspondiente al lado del acero AL-6XN. En ella se enmarca en líneas punteadas el cordón de soldadura. Puede observarse que la probeta fracturó en la ZAT del material base 316L formando un plano perpendicular a la aplicación de la fuerza. De los resultados del ensayo de tensión puede observarse que en el caso de las probetas de soldadura presentan un incremento en el esfuerzo de fluencia y la resistencia a tensión respecto a los valores del metal base

316L. En todas las probetas correspondientes a la unión soldada, la fractura se presentó preferentemente en la ZAT del acero 316L.



Figura 49 Macrografía probeta fracturada a tensión.

Tabla 7 Propiedades mecánicas de tensión de ambos materiales base y de la unión soldada.

	316L	AL-6XN	Unión Soldada
Módulo de Young [GPa]	196	185	194
Esfuerzo de fluencia [MPa]	410	508	500
Resistencia a la tensión [MPa]	675	798	713

La Figura 50, muestra la región central de la superficie de fractura de una de las probetas de la unión soldada sometidas al ensayo de tensión, dicha probeta fracturó en la ZAT del material base 316L. La superficie de fractura muestra una estructura formada por microhuecos la cual está relacionada a un modo de fractura dúctil [61].

También se observa una inclusión con superficie facetada encontrada en la superficie de fractura de la ZAT del 316L. Existe evidencia experimental que indica que teniendo en cuenta que una inclusión se rompe debido a la deformación plástica de su alrededor; por lo que, en este punto una micro grieta puede ser tratada como una grieta Griffith y si, el esfuerzo al frente de la micro grieta es suficiente, la grieta se propagará [62].

Utilizando este enfoque, se han hecho cálculos que dan como resultado un diámetro de partícula de $8.8 \mu\text{m}$, con lo que se puede concluir que tamaños relativamente pequeños de partículas pueden generar una micro grieta. En este caso se tienen partículas de aproximadamente $9 \mu\text{m}$. De esto se puede concluir que estas partículas son una causa importante en el inicio de la fractura en la ZAT del acero inoxidable 316L y esta fractura se caracteriza por la nucleación, crecimiento y coalescencia de micro huecos.

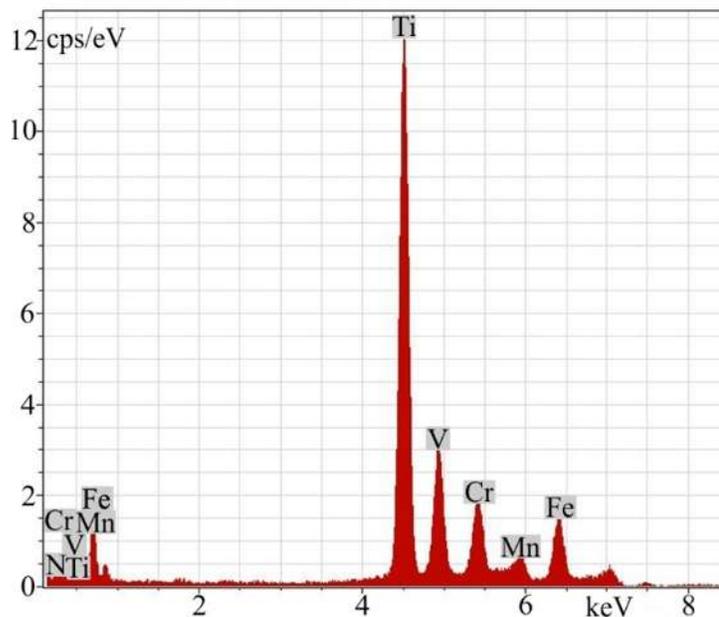
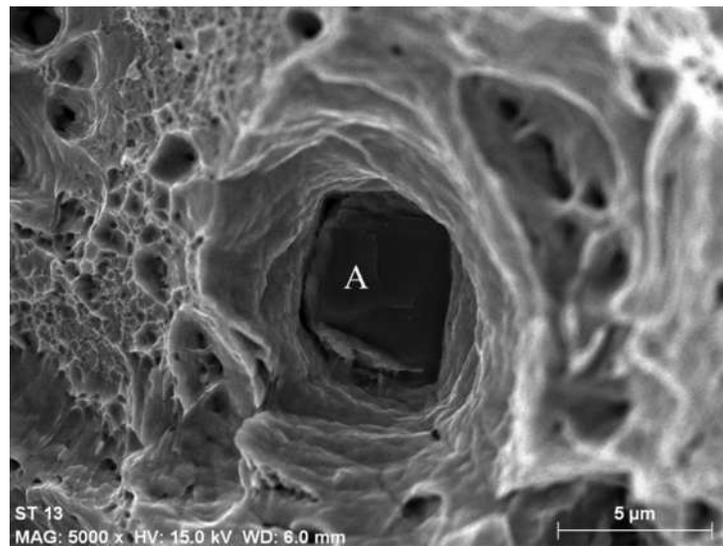


Figura 50. Fractografía obtenida por MEB, ZAT del material base 316L.

4.1.5 Evaluación por ultrasonido

Para determinar las propiedades elásticas de los materiales base se determinaron las velocidades de las ondas de corte y longitudinales. La densidad del acero 316L medida fue de 7.923 g/cm^3 , mientras que para el acero AL-6XN y para el metal de soldadura la densidad utilizada fue de $8,000 \text{ kg/cm}^3$.

El acero 316L presentó velocidades diferentes en las direcciones transversales a la soldadura y transversal a la tubería por lo que presenta un comportamiento ortotrópico haciendo necesario el cálculo de 9 constantes elásticas, las cuales se resumen en la tabla 8.

Tabla 8 Constantes elásticas obtenidas para el acero 316L.

Dirección	E [GPa]	G [GPa]	ν
Espesor	204.09	79.37	0.29
Transversal a la soldadura	196.65	75.91	0.30
Transversal a la tubería	189.71	72.27	0.31

Para el acero AL-6XN se encontró que presentan un comportamiento isotrópico por lo que sólo se requieren dos constantes elásticas, las cuales se resumen en la tabla 9.

Tabla 9 Constantes elásticas del acero AL-6XN y del metal de soldadura.

Material	E [GPa]	ν
AL-6XN	0.318	0.3212
Metal de soldadura	189.86	189.8

Estos datos fueron introducidos en un modelo simplificado de la unión realizado mediante el método de elementos finitos. Para tal propósito fue utilizado programa utilizado fue ANSYS, el comportamiento fue considerado lineal, los tipos de elemento utilizados fueron MESH200 para realizar el mallado y SOLID45 para realizar los cálculos. La carga utilizada fue de 410 MPa, que corresponde al esfuerzo de cedencia del acero 316L. Figura 51, muestra los resultados de esfuerzo de Von Mises. Puede observarse en la interface

316L metal de soldadura un incremento en los valores de esfuerzo los cuales alcanzan valores de 425.88 MPa. Dicho incremento pudo contribuido a la fractura del material en esa región

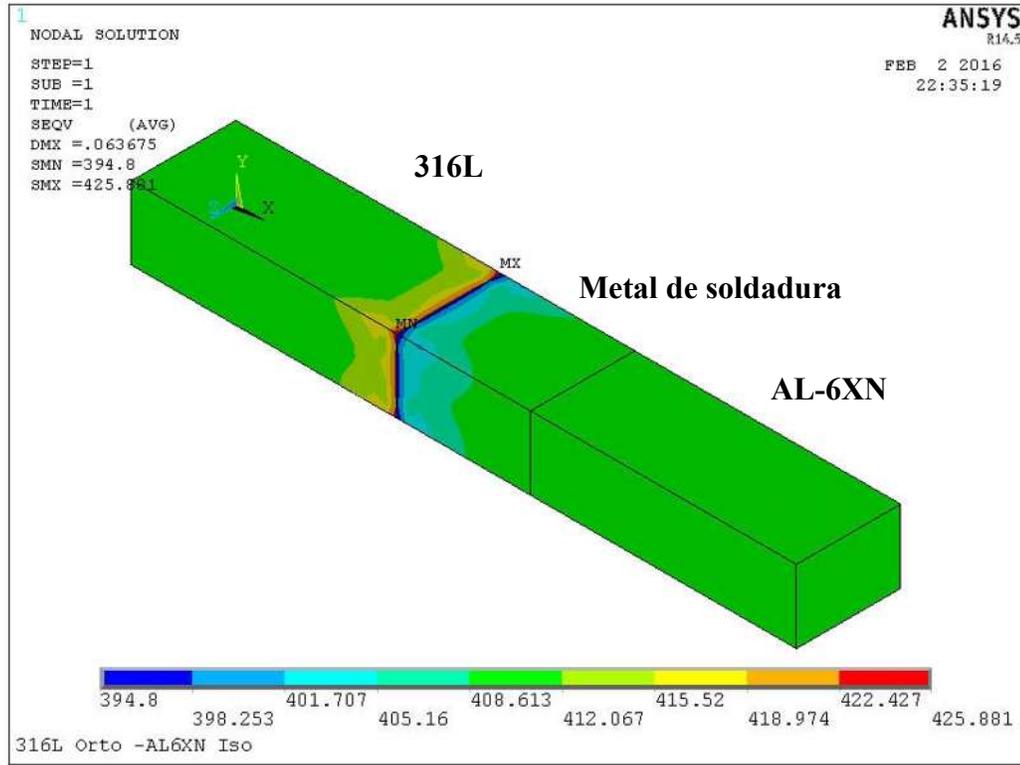


Figura 51 Valores del esfuerzo de Von Mises obtenidos en el modelo simplificado.

4.2 SEGUNDA ETAPA

4.2.1 Análisis metalográfico.

El efecto del aporte térmico en la pileta líquida de soldadura indica que incrementando la energía del arco desde 1.088 kJ/mm (Bajo aporte) hasta 1.6 kJ/mm (Alto aporte) produce la fusión de mayor cantidad de metal de aporte. La dilución se incrementa significativamente desde 18.46% a bajo aporte hasta 45.9% a alto aporte, respectivamente como se muestra en la Figuras 52 y 53.

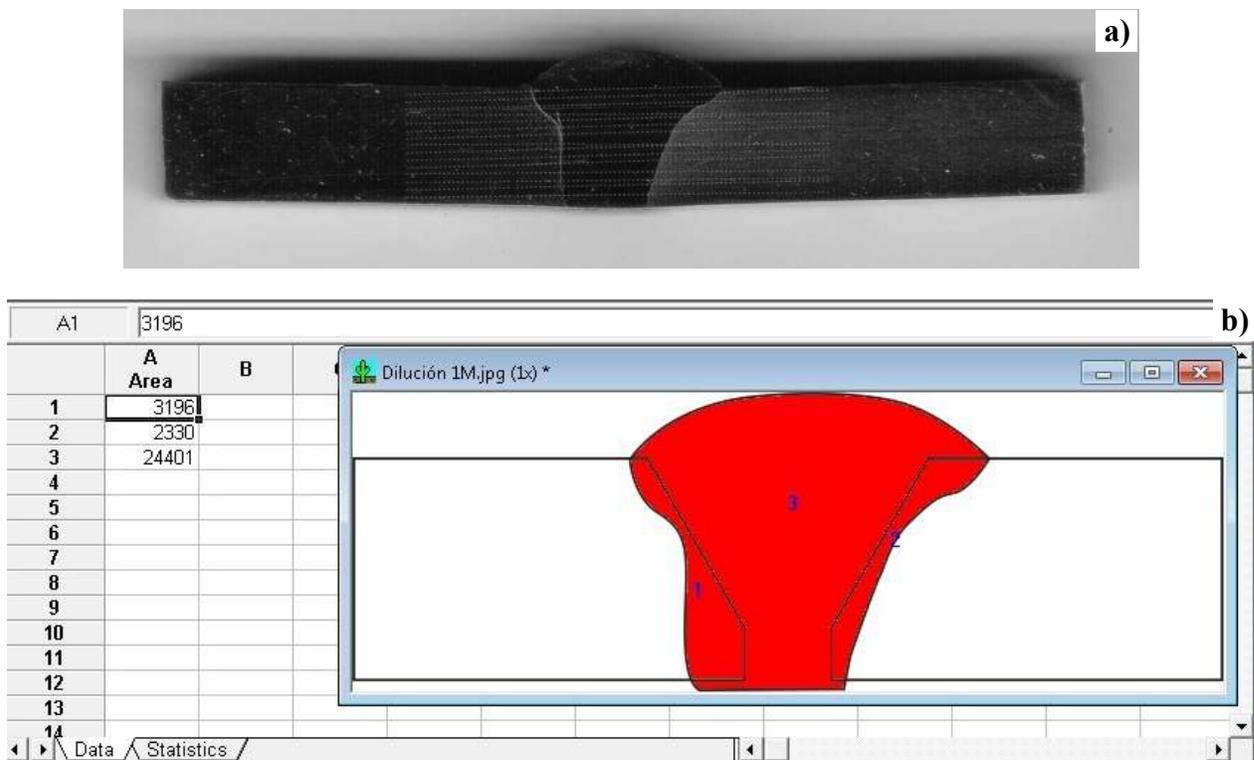


Figura 52 Mediciones de dilución obtenidas mediante software para la soldadura de bajo aporte térmico
a) macrografía y b) perfil utilizado.



Figura 53 Mediciones de dilución obtenidas mediante software para la soldadura de alto aporte térmico
a) macrografía y b) perfil utilizado.

Además, las Figuras 54c y 54d, muestran que el alto aporte térmico promueve la formación de regiones estrechas conocidas como zonas sin mezclar en las líneas de fusión de ambos metales base. Estas zonas son el resultado de un proceso de fusión y resolidificación de pequeñas porciones de los dos metales base (AL-6XN y 316L), durante este proceso no hay mezcla con el metal de aporte fundido. Se ha reportado que la zona sin mezclar es susceptible a ataque por picado local debido a la reducción de Mo[2]. Esta zona sin mezclar ha sido reportada durante la soldadura de acero inoxidable austenítico 316LN y la aleación 800 [63], Inconel 317/Acero inoxidable 310 [14].

La Figura 55 muestra el efecto del aporte térmico en el modo de solidificación. Las micrografías ópticas fueron tomadas en el metal de soldadura cerca de la línea de fusión del acero 316L (Figuras 55a y 55c) y la línea de fusión del acero AL-6XN, Figuras 55b y 55d respectivamente.

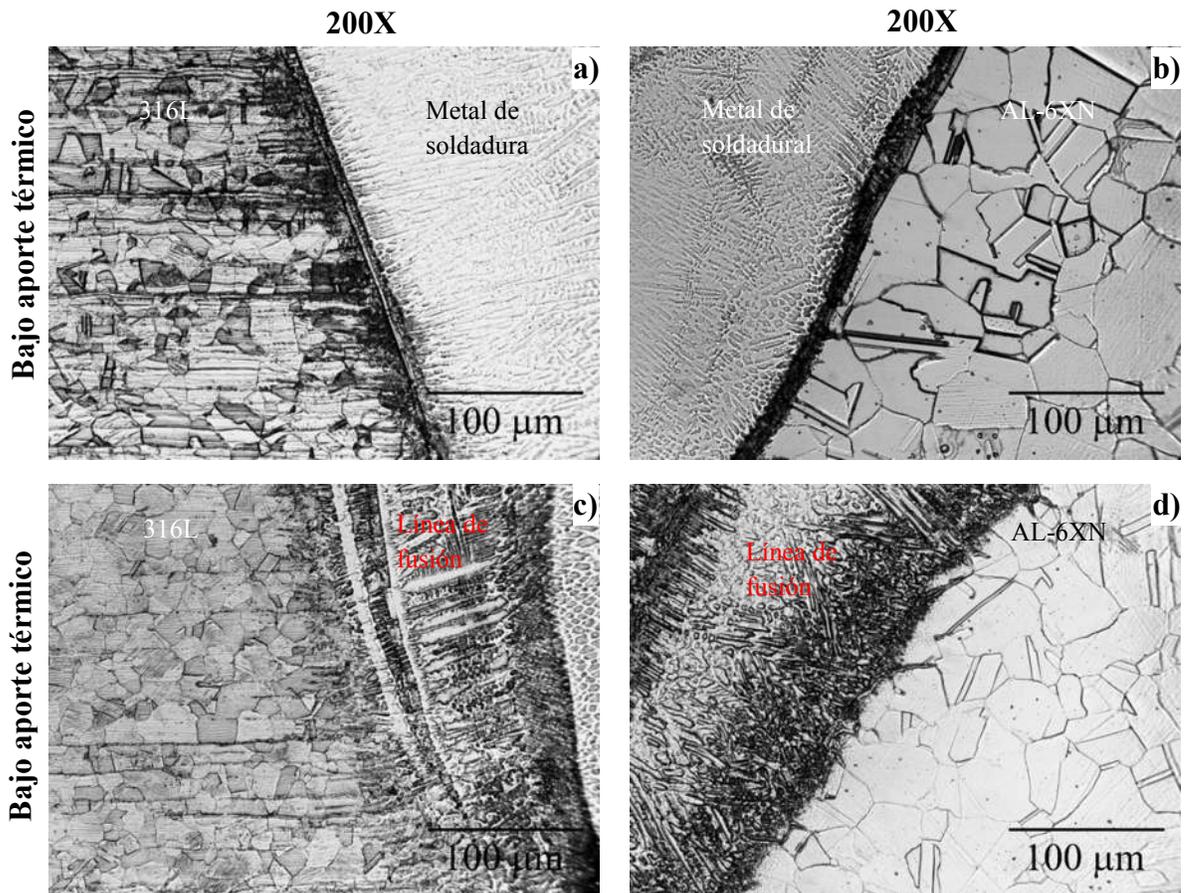


Figura 54 Micrografía óptica de la microestructura de la línea de fusión a) 316L/metal de soldadura a 200X, b) metal de soldadura/AL-6XN a 200X ambos con bajo aporte térmico. Línea de fusión c) 316L/metal de soldadura a 200X y d) metal de soldadura/AL-6XN a 200X con alto aporte térmico.

Como se representa en la Figura 55a, se observa que el tamaño de dendrita y el espaciado interdendrítico es más fino cerca de la línea de fusión en el lado del acero 316L en comparación con el lado del acero AL-6XN. A aportes térmicos altos, el tamaño de dendrita y el espaciado interdendrítico es más grande en ambas líneas de fusión. Kumar y colaboradores [64] atribuyeron estas diferencias en el tamaño de dendrita a los gradientes térmicos en el metal de soldadura causado a bajo aporte, ya que la velocidad de enfriamiento es relativamente más alta que a su vez permitirá menos tiempo para que las dendritas crezcan.

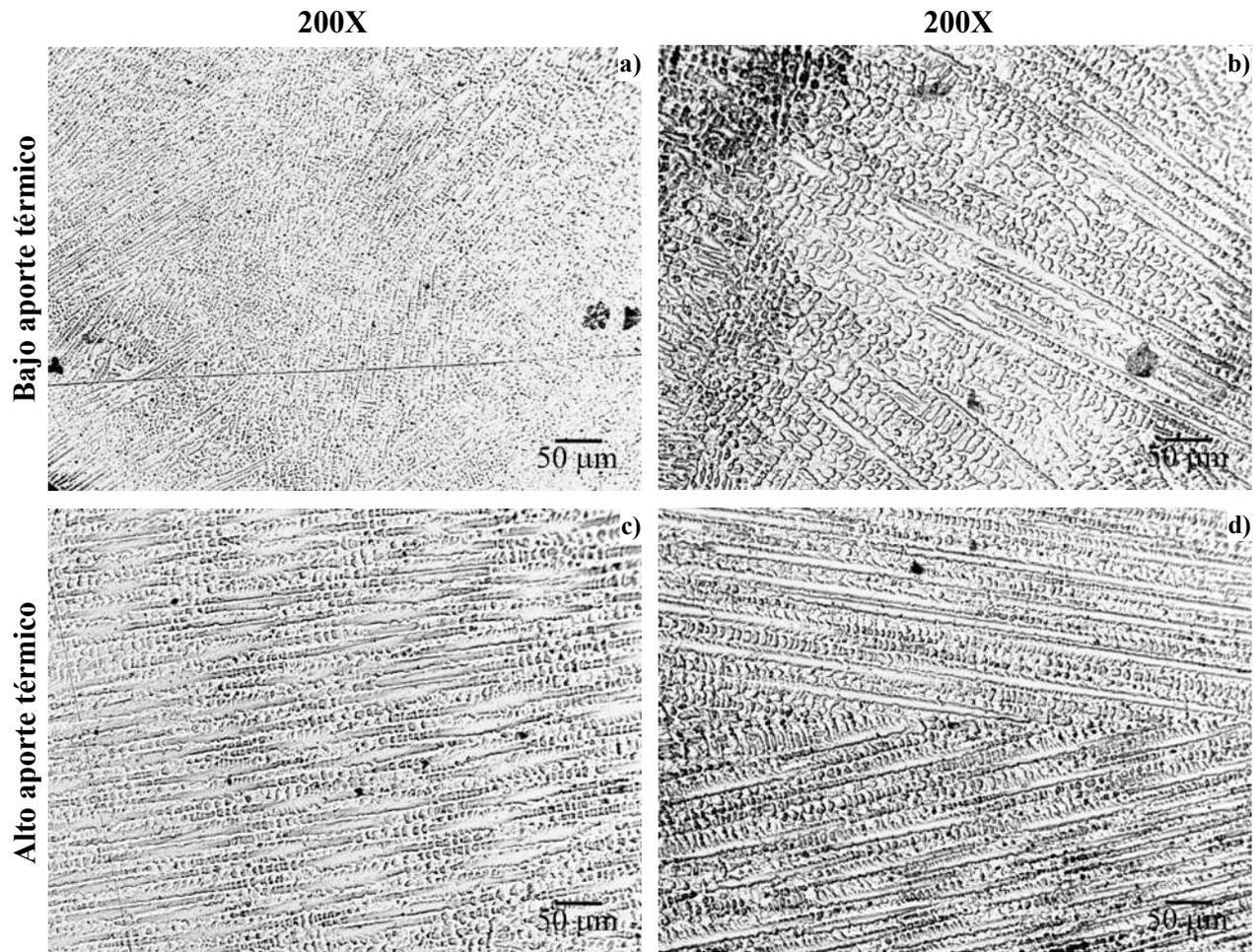


Figura 55 Microestructura en la región próxima las líneas de fusión: con bajo aporte térmico a 200X a) 316L/metal de soldadura b) metal de soldadura/AL-6XN, y alto aporte térmico a 200X c) 316L/metal de soldadura d) metal de soldadura/AL-6XN.

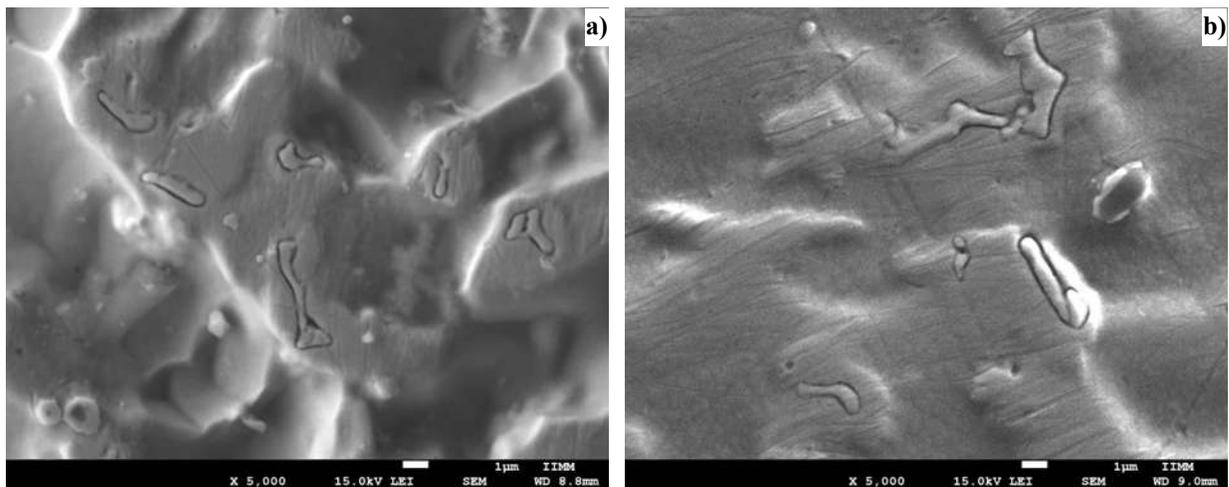


Figura 56 Imágen MEB del metal de soldadura mostrando precipitados de segundas fases (a) bajo aporte térmico, (b) alto aporte térmico.

Las Figuras 56a y 56b muestran una micrografía de la microestructura del metal de soldadura para ambas condiciones de soldadura. Las imágenes muestran la presencia de fases secundarias que aparecen en la zona de fusión con diferentes formas y tamaños.

La Figura 57 muestra las imágenes de distribución de elementos de tales inclusiones encontradas en el metal de soldadura. De acuerdo con el análisis EDX de la Figura 57b y los mapas de elementos de las Figuras 57c y 57d estas fases secundarias están enriquecidas con Cr, Nb, Ni, y Mo. Estos resultados están en concordancia con la investigación reportada por Devendranath y colaboradores [11] usando un electrodo ERNiCrMo-3. Los autores encontraron en el metal de soldadura, fases secundarias enriquecidas con Ni, Nb y Mo son precipitadas. La tabla 10 muestra la composición química obtenida por EDX de la fase mostrada en la Figura 57a.

Tabla 10 Composición química en la segunda fase precipitada.

Elemento	% peso
Ni	30.33
C	7.21
S	0.86
Cr	14.30
Fe	15.67
Nb	14.29
Mo	17.35
Total	100.00

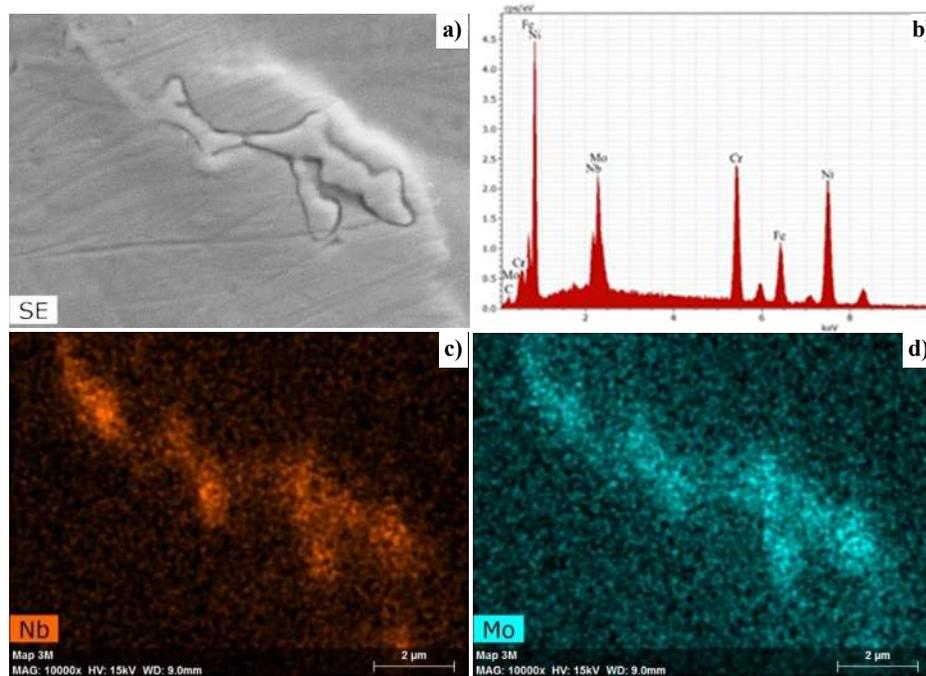


Figura 57 Análisis puntual de una partícula precipitada en el metal de soldadura, a) partícula precipitada, b) EDX puntual de la partícula, c) distribución de Nb y d) distribución de Mo.

4.2.2 Propiedades mecánicas

Una serie de ensayos de tensión quasi-estáticos fueron desarrollados en probetas soldadas con bajo y alto aporte térmico y con diferentes fracciones de acumulación de daño (0%, 25% y 75%). El efecto de la acumulación de daño se observa en las Figuras 58a y 58b, con gráficas esfuerzo-deformación para las dos condiciones de soldadura y diferentes fracciones de daño. Las dos gráficas muestran el comportamiento a bajos valores de deformación donde algunos cambios interesantes ocurren. Inicialmente, las curvas para bajo y alto aporte térmico y 0% de daño exhiben una transición monótonica suave desde el comportamiento lineal al no lineal. También, el esfuerzo de cedencia es menor con alto aporte térmico. La acumulación de daño cambia la forma de la transición elástica a plástica e incrementa el esfuerzo de cedencia.

A bajo aporte térmico, la acumulación de daño por fatiga parece tener un pequeño efecto en la localización de la fractura, todas las probetas fracturaron en metal base 316L como se muestra en la Figura 59a. El efecto de la acumulación de daño es más notable en probetas con alto aporte térmico ya que la localización de la fractura cambia de la ZAT para 0% a las parte media del metal de soldadura como puede observarse en las Figuras 59(b-d).

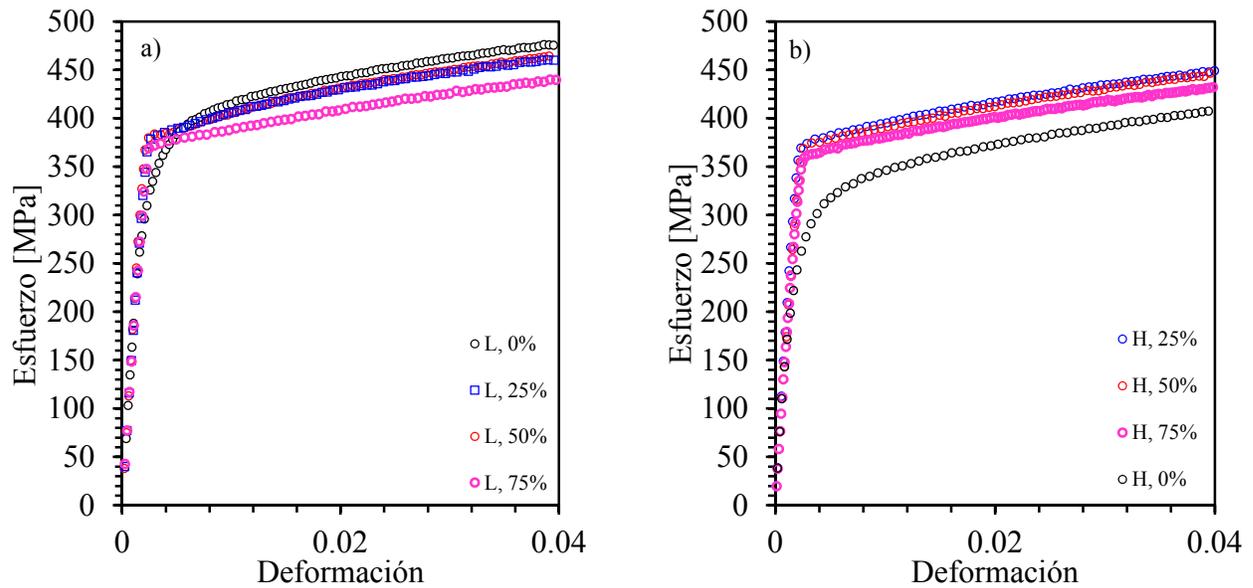


Figura 58 Curvas quasi-estáticas esfuerzo-deformación de probetas con 0%, 25 %, 50% y 75% de acumulación de daño por fatiga a) BAT Bajo aporte térmico, b) AAT alto aporte térmico.



Figura 59 Imágenes de localización de la fractura como función del porcentaje de acumulación de daño en soldaduras disímiles 316L/AL-6XN. Imagen a) BAT bajo aporte térmico con 75%. Imágenes a), c) y d) AAT alto aporte con 0%, 50% y 75%, respectivamente.

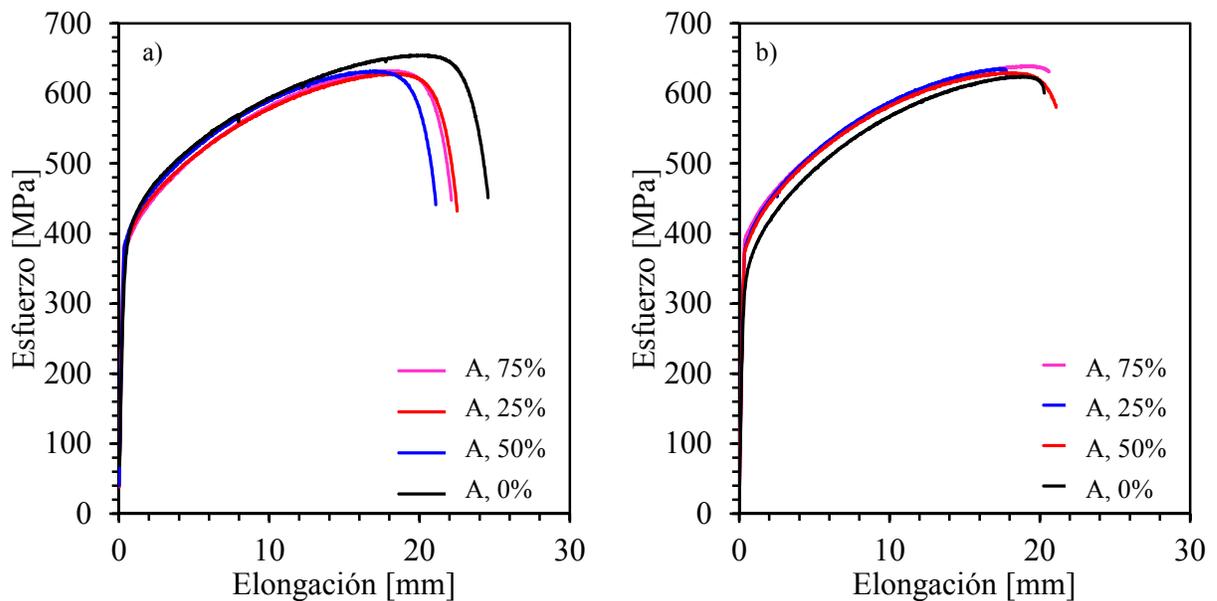


Figura 60 Curvas quasi-estáticas esfuerzo-elongación para probetas con 0%, 25 % and 50% de acumulación de daño por fatiga a) Bajo aporte térmico, b) Alto aporte térmico.

La Figura 60 muestra las curvas completas esfuerzo-deformación mostrando el comportamiento mecánico antes y después de la acumulación de daño por fatiga. De la Figura 60a se puede observar que la acumulación de daño afecta la ductilidad de las probetas soldadas con bajo aporte térmico, por ejemplo, a 25% el daño disminuye la ductilidad en 20%. Además, mientras el daño se incrementa la resistencia disminuye en las probetas con 50% y 75% de daño por fatiga; también, la ductilidad disminuye 12% comparada con la probeta sin daño.

En contraste, la Figura 61b muestra las curvas esfuerzo-deformación para probetas soldadas con alto aporte térmico, donde se puede observar que las probetas con acumulación de daño exhiben valores más altos de esfuerzo comparadas con la probeta sin daño. Además, la respuesta elástica es muy similar para todas las probetas y la fractura ocurre poco después de que el esfuerzo máximo es alcanzado.

Las Figuras 61a y 61b muestran los resultados promedio para el esfuerzo de cedencia calculado con 0.2% de compensación a) y esfuerzo máximo b). En la Figura 61a se puede observar que para bajo aporte térmico, el esfuerzo de cedencia inicialmente incrementa con 25% de daño y gradualmente disminuye al incrementar el nivel de daño. Por otra parte, con alto aporte térmico, el esfuerzo de cedencia incrementa rápidamente a 25% de daño, permanece sin cambio a 50% y se eleva hasta 400 MPa a 75% de daño. La Figura 61b muestra que el bajo aporte térmico tiene una influencia más significativa en el esfuerzo máximo a un daño de 25% y permanece sin cambio para fracciones mayores. El alto aporte térmico tiene una influencia más pequeña en el esfuerzo máximo así como en la ductilidad de las probetas.

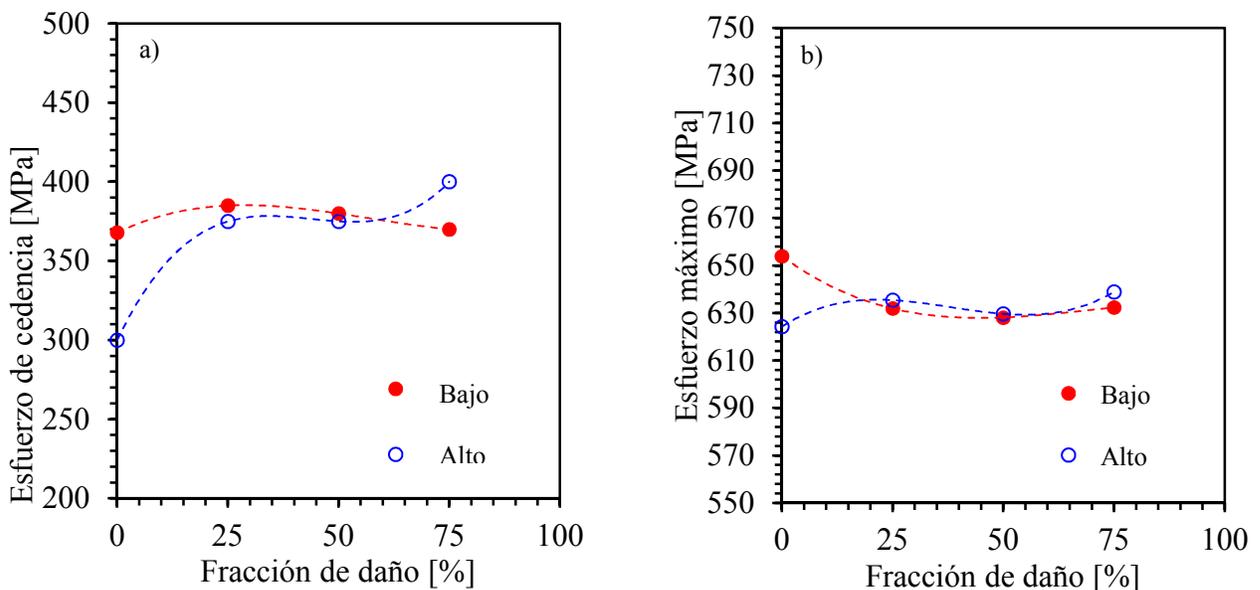


Figura 61 Cambio del esfuerzo de cedencia a) y esfuerzo máximo b) como función de la fracción de daño.

4.2.3 Fractura

La Figura 62 muestra imágenes MEB del área central de la superficie de fractura en las probetas soldadas con alto aporte térmico a) con 25% y b) 50% de acumulación de daño por fatiga, las superficies de fractura son casi planas y un mínimo de deformación plástica es observada. Ambas

fracturas muestran múltiples cavidades interconectadas que contienen pequeñas partículas que contienen Mo, Nb y Ti como puede ser visto en la serie de imágenes de la Figura 63.

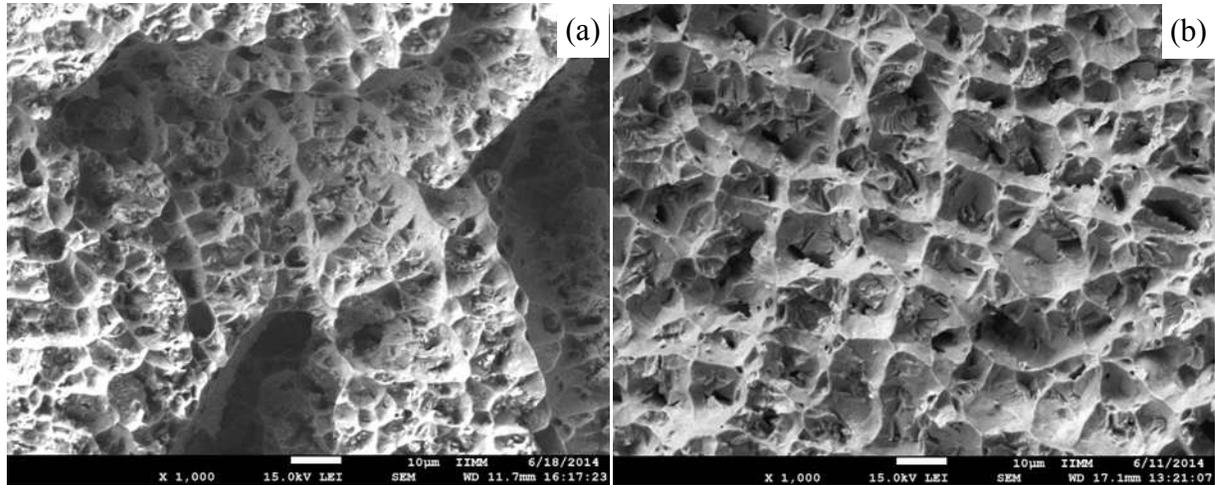


Figura 62 Imágenes MEB de la superficie de fgractura del metal de soldadura con alto aporte térmico después de la acumulación de daño por fatiga a) 25% y b) 50%

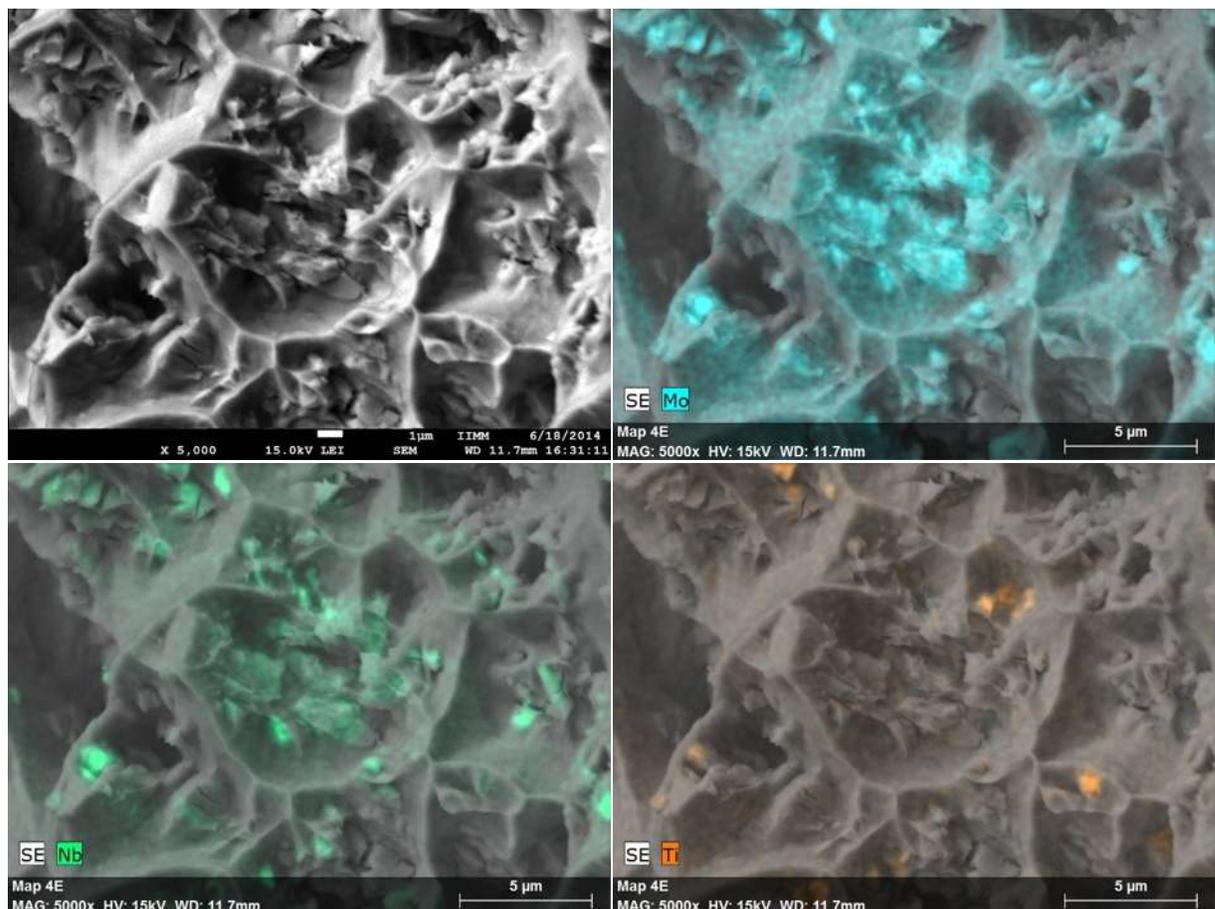


Figura 63 Mapeo químico de la superficie de fractura mostrando que las partículas están compuestas de Mo, Nb y Ti.

4.2.4 Mediciones de microdureza

Mediciones de microdureza Vickers fueron realizadas a las probetas soldadas con bajo y alto aporte térmico antes de la acumulación de daño. Un área de 3 mm × 20 mm fue medida colocando el indentador piramidal cada 200 μm para tener 1,600 mediciones. Los datos de microdureza fueron usados para construir una imagen de la probeta. La Figura 64 muestra las imágenes de los mapeos de dureza para bajo (superior) y alto aporte térmico (inferior). En caso del metal de soldadura, la probeta de bajo aporte muestra regiones con valores más altos en comparación con el metal de soldadura con alto aporte térmico. Este incremento de dureza en el metal de soldadura ha sido atribuido a los elevados contenidos de cromo y niobio y velocidades de enfriamiento más altas [28, 29]. El aporte térmico también afecta la dureza de los metales base como se muestra en la Figura 64, mientras que el acero inoxidable 316L muestra una distribución de dureza más uniforme para ambos aportes térmicos, el acero inoxidable AL-6XN exhibe valores más altos de dureza sobre la línea central para bajo aporte. La Figura 65 muestra los valores promedio de dureza calculados de los datos de las imágenes.

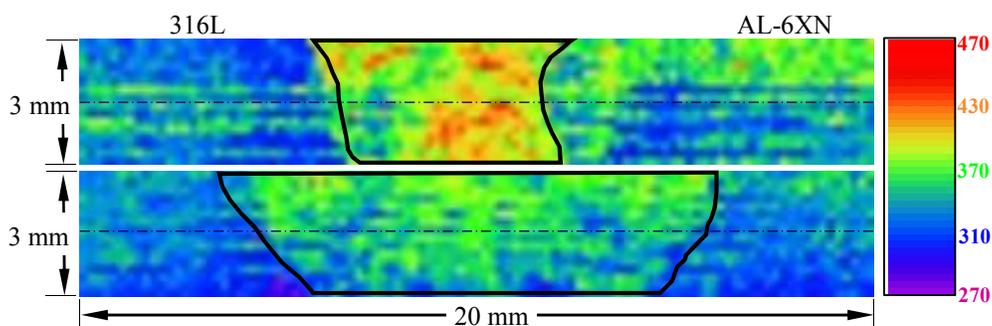


Figura 64 Mapas de microdureza Vickers con 1,600 puntos de datos con una carga de 300 g de las soldaduras con bajo (superior) y alto aporte térmico (inferior).

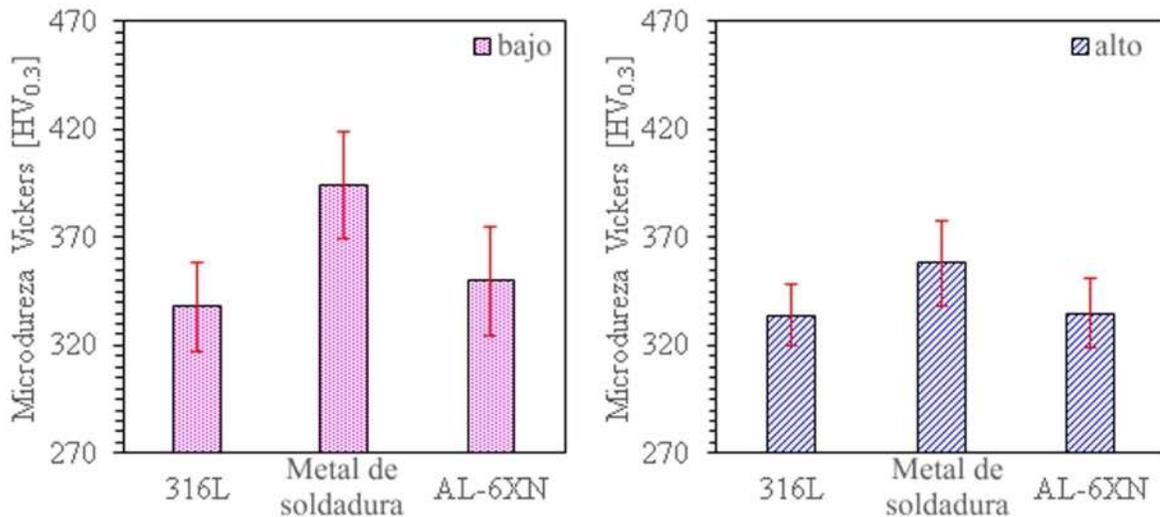


Figura 65 Valores promedio de microdureza Vickers de los metals base y de soldadura.

4.2.5 Caracterización Ultrasónica

Se llevó a cabo evaluación ultrasónica con dos propósitos, el primero fue evaluar la sanidad de las soldaduras antes y después del daño por fatiga y la segunda para estudiar el efecto de la microestructura en la atenuación de la onda longitudinal. La Figura 66 muestra los resultados de las imágenes de ultrasonido construidas de los datos de amplitud de la primera señal de la pared posterior de dos probetas antes de la acumulación de daño por fatiga. En las figuras, una baja atenuación es indicada en color rojo mientras que la alta atenuación es mostrada en color blanco. En las imágenes c-scan puede observarse el efecto de la dispersión por los granos en la amplitud de la señal ultrasónica. Mientras que el acero inoxidable 316L tiene granos pequeños ($\approx 20 \mu\text{m}$) que causan baja atenuación (color rojo), los granos grandes ($\approx 50 \mu\text{m}$) del metal base AL6XN producen una pérdida aproximada de señal de 50% (color verde). Además, a pesar de las características de alta atenuación de las soldaduras austeníticas, la señal ultrasónica es capaz de distinguir diferencias en la microestructura de los metales de soldadura y el metal de soldadura exhibe una región (verde)

donde la atenuación es comparable a la atenuación del metal AL-6XN y regiones (azul y blanca) de alta atenuación. Como se discutió previamente en la Figura 55, la microestructura del metal de soldadura con bajo aporte posee áreas con dendritas finas en el lado de la línea de fusión 316L/metal de soldadura. Además, se encontró del análisis metalográfico que en algunas áreas el tamaño de estas regiones alcanzan la parte central del metal de soldadura.

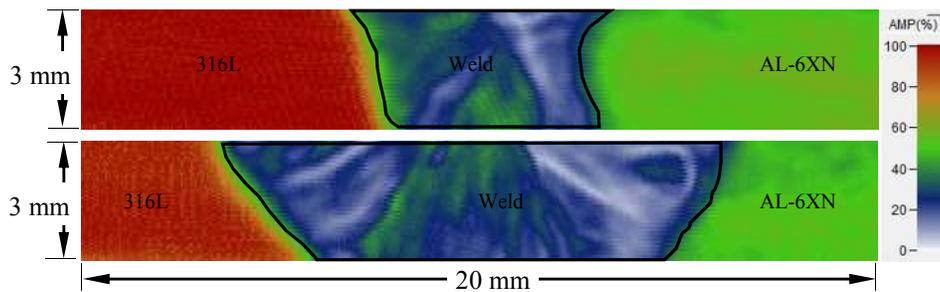


Figura 66 Imágenes de ultrasonido c-scan de probetas soldadas disímiles de acero inoxidable 316L (izquierda), acero inoxidable AL-6XN (derecha) y metal de soldadura (azul/blanco). La intensidad del color indica el porcentaje de deterioro de la señal de la primera pared.



CAPÍTULO V. CONCLUSIONES

5.1 PRIMERA ETAPA

Se realizó un estudio de las características microestructurales y las propiedades mecánicas de una unión disímil de aceros inoxidable grado 316L y AL-6XN. De los resultados de la investigación se tienen las siguientes conclusiones:

Las probetas de soldadura disímil producida exhiben una resistencia a la tensión mayor que la resistencia a la tensión de las probetas de acero inoxidable 316L y similar a la de probetas de acero inoxidable súper-austenítico AL-6XN.

Los resultados de microdureza del metal de soldadura son significativamente superiores a los de los metales base debido a la heterogeneidad de la microestructura. Los valores de dureza en la ZAT del acero inoxidable 316L varían en función del espesor y se ven afectados por los cambios microestructurales que sufre este acero por efecto de los diferentes aportes térmicos.

Los ciclos térmicos promueven el crecimiento de las pequeñas cantidades de la ferrita δ residual en la ZAT del acero 316L, esto afecta considerablemente la microdureza a diferentes profundidades del espesor de la unión soldada.

También se encontró que los ciclos térmicos promueven el crecimiento de inclusiones presentes en el material base. El análisis de EDX de las inclusiones encontradas en la ZAT del material base 316L muestra contenidos de Ti y N. De acuerdo a un análisis de mecánica de la fractura se infiere que las inclusiones encontradas en la superficie de fractura contribuyen significativamente al proceso de fractura mediante un proceso de nucleación, crecimiento y coalescencia de micro huecos.

5.2 SEGUNDA ETAPA

Este estudio investiga los efectos del aporte térmico y la acumulación de daño por fatiga en el comportamiento mecánico de uniones soldadas por GMAW de acero austeníticos AL-6XN/316L.

Basados en los resultados, se llega a las siguientes conclusiones:

AAT promueve la formación de zonas sin mezclar bastante anchas como resultado de un proceso de fusión y resolidificación de pequeñas porciones de los dos metales base en las líneas de fusión de ambos aceros inoxidable así como la precipitación de partículas de segundas fases más grandes.

Para BAT, el daño por fatiga acumulado promueve una reducción gradual en la respuesta elástica de las muestras soldadas. En el caso de las muestras de AAT exhiben respuesta elástica similar. El daño acumulado por fatiga cambia la forma de la transición elástica a plástica e incrementa la resistencia a la cedencia para ambos aportes térmicos.

A BAT la localización de la zona de fractura se posiciona en el metal base 316L indistintamente de la cantidad de daño acumulado. Por otra parte, el daño acumulado por fatiga juega un papel importante en la localización de la fractura de muestras soldadas con AAT ya que se mueve de la línea de fusión a 0% de daño hasta el centro del metal de soldadura para muestras con daño por fatiga. Para el AAT, las superficies de fractura son casi planas y se observa un flujo plástico mínimo de acuerdo con las curvas esfuerzo-deformación.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] S. Kou, *Welding Metallurgy*, Wiley, 2003.
- [2] J.C. Lippold, D.J. Kotecki, *Welding metallurgy and weldability of stainless steels*, Wiley-Interscience, 2005.
- [3] R.I. Stephens, A. Fatemi, R.R. Stephens, H.O. Fuchs, *Metal Fatigue in Engineering*, John Wiley & Sons, 2000.
- [4] G.F. Vander Voort, A.I.H. Committee, *ASM Handbook*, ASM International, 2004.
- [5] N. Sachs, *Journal of Failure Analysis and Prevention*, 5 (2005) 11-15.
- [6] M.-L. Zhu, F.-Z. Xuan, *Materials & Design*, 31 (2010) 3346-3352.
- [7] C.-C. Huang, R.-F. Liu, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 90-91 (2012) 77-83.
- [8] L. Falat, M. Svoboda, A. Výrostková, I. Petryshynets, M. Sopko, *Materials Characterization*, 72 (2012) 15-23.
- [9] C.C. Silva, H.C. de Miranda, H.B. de Sant'Ana, J.P. Farias, *Materials Characterization*, 60 (2009) 346-352.
- [10] I. Tomashchuk, P. Sallamand, H. Andrzejewski, D. Grevey, *Intermetallics*, 19 (2011) 1466-1473.
- [11] K. Devendranath Ramkumar, A. Singh, S. Raghuvanshi, A. Bajpai, T. Solanki, M. Arivarasu, N. Arivazhagan, S. Narayanan, *Journal of Manufacturing Processes*, 19 (2015) 212-232.
- [12] S. Wang, J. Ding, H. Ming, Z. Zhang, J. Wang, *Materials Characterization*, 100 (2015) 50-60.
- [13] A. Eghlimi, M. Shamanian, M. Eskandarian, A. Zabolian, J.A. Szpunar, *Materials Characterization*, 106 (2015) 208-217.
- [14] H. Shah Hosseini, M. Shamanian, A. Kermanpur, *Materials Characterization*, 62 (2011) 425-431.
- [15] D. Iordachescu, E. Scutelnicu, M. Iordachescu, A. Valiente, J. Ruiz-Hervias, J. Ocaña, *Weld World*, 55 (2011) 2-11.
- [16] D.N. Wasnik, G.K. Dey, V. Kain, I. Samajdar, *Scripta Materialia*, 49 (2003) 135-141.
- [17] S. Heino, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31 (2000) 1893-1905.
- [18] S. Wang, Q. Ma, Y. Li, *Materials & Design*, 32 (2011) 831-837.
- [19] T.-H. Lee, S.-J. Kim, Y.-C. Jung, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31 (2000) 1713-1723.
- [20] J.A. Brooks, C.C. Lippold, *ASM Handbook*, (1990) 457-469.
- [21] S. Nemat-Nasser, W.-G. Guo, D.P. Kihl, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 49 (2001) 1823-1846.
- [22] F.H. Abed, G.Z. Voyiadjis, *International Journal of Plasticity*, 21 (2005) 1618-1639.
- [23] S.A. David, J.M. Vitek, *International Materials Reviews*, 34 (1989) 213-245.
- [24] J. Moysan, A. Apfel, G. Corneloup, B. Chassignole, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 80 (2003) 77-85.
- [25] M.-A. Ploix, P. Guy, B. Chassignole, J. Moysan, G. Corneloup, R.E. Guerjouma, *Ultrasonics*, 54 (2014) 1729-1736.
- [26] N.R. Center, *NDT Resource Center*.
- [27] Y. Javadi, M.A. Najafabadi, *Materials & Design*, 47 (2013) 473-482.
- [28] A.F. Padilha, P.R. Rios, *ISIJ International*, 42 (2002) 325-327.
- [29] S. Kozuh, M. Gojic, L. Kosec, *Kovové Materiály*, 47 (2009) 253-262.
- [30] A.F. Padilha, R.L. Plaut, P.R. Rios, *ISIJ International*, 43 (2003) 135-143.
- [31] T. Sourmail, *Materials science and technology*, 17 (2001) 1-14.
- [32] J.K.L. Lai, D.J. Chastell, P.E.J. Flewitt, *Materials Science and Engineering*, 49 (1981) 19-29.
- [33] G.F. Vander Voort, *Atlas of Time-temperature Diagrams for Irons and Steels*, ASM International, 1991.
- [34] N. Phillips, L. Scott Chumbley, B. Gleeson, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 18 (2009) 1285-1293.

- [35] A.C. Lewis, J.F. Bingert, D.J. Rowenhorst, A. Gupta, A.B. Geltmacher, G. Spanos, *Materials Science and Engineering: A*, 418 (2006) 11-18.
- [36] A.A. Popov, A.S. Bannikova, S.V. Belikov, *Phys. Metals Metallogr.*, 108 (2009) 586-592.
- [37] M. Hadji, R. Badji, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 11 (2002) 145-151.
- [38] P. Mangonon, G. Thomas, *Metallurgical and Materials Transactions B*, 1 (1970) 1577-1586.
- [39] P. Mangonon, G. Thomas, *Metallurgical and Materials Transactions B*, 1 (1970) 1587-1594.
- [40] V. Seetharaman, R. Krishnan, *Journal of Materials Science*, 16 (1981) 523-530.
- [41] A. De, J. Speer, D. Matlock, D. Murdock, M. Mataya, R. Comstock, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37 (2006) 1875-1886.
- [42] R. Joachim, H. Harald, B. Martin, *Mechanical Behaviour of Engineering Materials: Metals, Ceramics, Polymers, and Composites.*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007.
- [43] G.E. Dieter, D. Bacon, *Mechanical Metallurgy*, McGraw-Hill, 1988.
- [44] W.F. Hosford, *Mechanical Behavior of Materials*, Cambridge University Press, 2005.
- [45] A.V. Clark, C.S. Hehman, T.N. Nguyen, *Research in Nondestructive Evaluation*, 12 (2000) 217-240.
- [46] J. Al-Haidary, A. Wahab, E. Salam, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37 (2006) 3205-3214.
- [47] J. Lippold, M. Juhas, E. Dalder, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 16 (1985) 1835-1848.
- [48] P.S. Korinko, S.H. Malene, *Practical Failure Analysis*, 1 (2001) 61-68.
- [49] T.D. Anderson, M.J. Perricone, J.N. DuPont, A.R. Marder, *Welding Journal*, 86 (2007) 281-292.
- [50] I.S. Cortés Cervantes, Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Mich., 2012.
- [51] M.d.I.Á. Arroyo Espino, Instituto de Investigacion en Metelurgia y Materiales, Universidad Michiacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Mich., 2015.
- [52] L. Zamora Rangel, A.L. Medina Almazán, *El Hombre y La Maquina*, (2011).
- [53] P.-N. Olympus.
- [54] S.-I. Kim, Y. Lee, B.-L. Jang, *Materials Science and Engineering: A*, 357 (2003) 235-239.
- [55] M.A. Martínez, J. Ordieres, J. Botella, R. Sánchez, R. Parra, *Revista de Metalurgia, Extra 2005* (2005) 64-68.
- [56] R.W. Fonda, E.M. Lauridsen, W. Ludwig, P. Tafforeau, G. Spanos, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 38 (2007) 2721-2726.
- [57] I. Bhamji, M. Preuss, P.L. Threadgill, R.J. Moat, A.C. Addison, M.J. Peel, *Materials Science and Engineering: A*, 528 (2010) 680-690.
- [58] H.S. Daruvala, K.R. Bube, *Materials Science and Engineering*, 41 (1979) 293-295.
- [59] K.V. Tsai, O.P. Maksimkin, L.G. Turubarova, *Phys. Metals Metallogr.*, 103 (2007) 284-291.
- [60] D. Villalobos, C. Maldonado, A. Albiter, E. Robles-Piedras, *Soldagem & Inspeção*, 15 (2010) 170-176.
- [61] T.L. Anderson, T. Anderson, *Fracture mechanics: fundamentals and applications*, CRC press, 2005.
- [62] J. Knott, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 29 (2006) 714-724.
- [63] M. Sireesha, V. Shankar, S.K. Albert, S. Sundaresan, *Materials Science and Engineering: A*, 292 (2000) 74-82.
- [64] S. Kumar, A.S. Shahi, *Materials & Design*, 32 (2011) 3617-3623.