



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLAS DE HIDALGO**



**INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y
MATERIALES**

**“EFECTO DE LA INTERACCIÓN DE CAMPOS
ELECTROMAGNÉTICOS DE BAJA INTENSIDAD DURANTE LA
SOLDADURA DE UN ACERO INOXIDABLE SUPERAUSTENÍTICO
AL6XN”**

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

Presenta:

M.C. IVÁN SALVADOR CORTÉS CERVANTES

Asesor:

DR. VÍCTOR HUGO LÓPEZ MORELOS

Departamento de soldadura

MORELIA MICHOACÁN, AGOSTO DEL 2017

A MI ESPOSA BELÉN

POR LA COMPRENSIÓN, MOTIVACIÓN, APOYO Y POR ESTAR A MI LADO EN TODO MOMENTO PARA LLEGAR A CULMINAR ESTA IMPORTANTE META ACADÉMICA.

GRACIAS POR TODO... TE AMO!.

A MI HIJO IVAN

ERES MI MOTIVACIÓN PARA CADA MAÑANA LEVANTARME Y DAR LO MEJOR DE MI, SIN DUDA ALGUNA ERES EL MEJOR REGALO QUE LA VIDA ME HA DADO...

A MIS PADRES

DON CHAVA Y SEÑORA ROSY... CON CARÍÑO Y RESPETO POR TODO EL APOYO INCONDICIONAL DURANTE MI FORMACIÓN PERSONAL Y ACADÉMICA. SON MI MAYOR ORGULLO Y MI MEJOR EJEMPLO A SEGUIR.

A MIS HERMANOS

LUPE, LAURA, CELSO, TOÑO, ROSY Y KAREN... LOS QUIERO MUCHO!

AGRADECIMIENTOS PERSONALES

A mi asesor: **Dr. Víctor Hugo López Morelos**

Por la oportunidad, confianza y apoyo económico que me brindó para llevar a cabo este proyecto de investigación. Así mismo por sus valiosos y acertados comentarios durante la asesoría de la presente tesis.

A los sinodales revisores de tesis: **Dr. Rafael García Hernández, Dr. Ricardo Rafael Ambriz Rojas, Dr. Gerardo Barrera Cardiel, Dr. Alberto Ruiz Marines, Dr. Guillermo Carreón.**

Por sus observaciones y atinadas recomendaciones, en pro de siempre aportar ideas para obtener resultados confiables y la discusión de los mismos.

Asesores externos en estancias de investigación: **Dr. Yukio Miyashita, Dr. Jorge A. González.**

Por el apoyo académico y facilidades brindadas en las diferentes estancias de investigación. El conocer y aprender de diferentes formas de trabajo en diferentes centros de investigación siempre es y será muy gratificante y provechoso.

A mis amigos en el IIMM: no terminaría de nombrarlos a cada uno, sin embargo, quiero agradecerles a todos y cada uno de ustedes por el apoyo moral, brindarme su amistad incondicional y hacerme más placentera mi estadía durante el tiempo que nos tocó coincidir en el IIMM.

AGRADECIMIENTOS INSTITUCIONALES

Al **Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales** (IIM-UMSNH), a su personal académico y técnico, por la oportunidad de desarrollo personal, académico, y convivencia durante mi estadía en el programa de doctorado.



A la **Universidad Tecnológica de Nagaoka**, Japón. En especial al personal del departamento y laboratorio de ingeniería mecánica, por las facilidades brindadas para la realización de ensayos de fatiga como parte de este proyecto.



Al **Centro de Investigación en Corrosión**, Campeche. En especial al personal del departamento y laboratorio de ingeniería mecánica, por las facilidades brindadas para la realización de pruebas electroquímicas como parte de este proyecto.



Y finalmente al **Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología** (CONACyT) por el apoyo económico de manutención que se me fue otorgado durante este proyecto de investigación.



CONTENIDO

DEDICATORIA	I
AGRADECIMIENTOS PERSONALES	II
AGRADECIMIENTOS INSTITUCIONALES	III
CONTENIDO	IV
INDICE DE FIGURAS	VIII
ÍNDICE DE TABLAS	XVII
LISTA DE SIMBOLOS Y ABREVIACIONES	XIX
RESUMEN	XXII
ABSTRACT	XXIV
CAPÍTULO 1.	1
1.1. Introducción.	2
1.2. Justificación.	4
1.3. Hipótesis.	5
1.4. Objetivos.	6
CAPÍTULO 2. ESTADO DEL ARTE.	7
2.1. Metalurgia de los aceros inoxidable austeníticos.	8
2.2. Descripción general del acero inoxidable superaustenítico AL6XN [®] .	10
2.3. Transformaciones de fase en los aceros inoxidable austeníticos.	10
2.4. Efecto de la deformación plástica durante el conformado sobre la formación de segundas fases y precipitación de carburos.	18
2.5. Sensitización en la soldadura y zona afectada térmicamente.	22
2.6. Aplicación de campos electromagnéticos durante el proceso de soldadura.	26
CAPITULO 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.	32

3.1. Descripción de la aleación AL6XN [®] .	34
3.1.1. <i>Análisis Químico.</i>	34
3.1.2. <i>Ensayos de tracción uniaxial.</i>	34
3.1.3. <i>Tratamientos térmicos de envejecido.</i>	35
3.1.4. <i>Caracterización microestructural.</i>	36
3.1.5. <i>Mediciones de dureza.</i>	36
3.1.6. <i>Mediciones de potencial termoeléctrico (PTE).</i>	37
3.1.7. <i>Pruebas electroquímicas en piezas envejecidas a una temperatura de 850°C.</i>	38
3.1.7.1. <i>Reactivación electroquímica potencio-cinética de doble ciclo (REP-DC).</i>	39
3.1.7.2. <i>Polarización potenciodinámica.</i>	40
3.2. Instrumentación y digitalización de señales obtenidas de los diferentes sensores.	40
3.2.1. <i>Medición de temperatura.</i>	40
3.2.2. <i>Medición de intensidad de corriente.</i>	42
3.2.3. <i>Medición del desplazamiento del cabezal.</i>	42
3.2.4. <i>Dispositivo de corto circuito para identificar inicio y fin del cordón de soldadura durante el arco eléctrico estabilizado.</i>	43
3.2.5. <i>Digitalización de señales de temperatura, corriente y desplazamiento del cabezal.</i>	43
3.3. Material y proceso de soldadura.	44
3.3.1. <i>Material.</i>	44
3.3.2. <i>Proceso de soldadura.</i>	45
3.3.2.1. <i>Diseño de junta y variables operativas.</i>	45
3.3.2.1. <i>Aplicación de campos electromagnéticos externos durante el proceso de soldadura.</i>	46
3.3.3. <i>Seccionamiento de placa soldada para los diferentes ensayos de caracterización.</i>	48

3.4. Caracterización microestructural de la union soldada.	49
3.4.1. <i>Microscopía óptica.</i>	49
3.4.2. <i>Microscopía electrónica de barrido.</i>	49
3.5. Caracterización mecánica de la unión soldada.	50
3.5.1. <i>Perfiles de microdureza Vickers.</i>	50
3.5.2. <i>Ensayos de tracción uniaxial.</i>	51
3.5.3. <i>Comportamiento a la fatiga.</i>	51
CAPÍTULO 4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.	53
4.1. Descripción de la aleación AL6XN [®] .	54
4.1.1. <i>Ensayo de resistencia a la tracción.</i>	55
4.1.2. <i>Tratamientos térmicos de envejecido a 850 °C.</i>	58
4.1.2.1. <i>Caracterización microestructural.</i>	58
4.1.2.2. <i>Efecto de los tratamientos térmicos en la dureza.</i>	64
4.1.2.3. <i>Efecto del tratamiento térmico en el potencial termoeléctrico (PTE).</i>	66
4.1.2.4. <i>Evaluación electroquímica.</i>	68
4.2. Instrumentación y digitalización de señales durante el proceso de soldadura.	75
4.2.1. <i>Digitalización de Temperatura.</i>	75
4.2.2. <i>Digitalización de intensidad de corriente y desplazamiento del cabezal durante el proceso de soldadura.</i>	78
4.3. Evaluación y caracterización las uniones soldadas.	81
4.3.1. <i>Caracterización microestructural.</i>	83
4.3.1.1. <i>Unión soldada sin IEMBI (0mT).</i>	84
4.3.1.2. <i>Unión soldada con IEMBI (3mT).</i>	90
4.4. Caracterización mecánica de las uniones soldadas.	95
4.4.1. <i>Perfiles de microdureza Vickers.</i>	95

4.4.2. Ensayos de tracción uniaxial.	100
4.4.3. Comportamiento a la fatiga.	103
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	115
BIBLIOGRAFÍA	120
ANEXO 1	128
Certificado de composición química y propiedades mecánicas de la aleación Al6XN [®] realizado por el proveedor ATI.	128
ANEXO 2	131
Certificado de composición química de la aleación Al6XN [®] realizado por Durkee Testing Laboratories.	131

INDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Proyecciones del sistema ternario Fe-Cr-Ni: a) liquidus y b) solidus [24]. _____	9
Figura 2.2. Secciones pseudobinarias del sistema 60% Fe-Cr-Ni (% en peso) [25]. _____	9
Figura 2.3. Microestructura por MET de muestras de acero inoxidable 316L tratados a 500 °C por diferentes tiempos: a) 61 minutos; b) 114 minutos; c) 176 minutos y d) 360 minutos [40]. _____	14
Figura 2.4. Micrografías por MET de AL6XN después de esfuerzo de fluencia a elevadas temperaturas: a) $M_{23}C_6$ a 600°C durante 1200 h; b) M_6C a 650°C durante 2329 h; c) fase σ a 650°C durante 2329 h y d) fase η a 650°C durante 2329 h [41]. _____	15
Figura 2.5. Micrografías por MET de AL6XN después de esfuerzo de fluencia: a) 700°C durante 597h y b) 750 °C durante 115 h [41]. _____	16
Figura 2.6. Microestructura de 3 diferentes aceros inoxidable dañados termicamente a diferentes tiempos de servicio y temperaturas: a) aleación A (19Cr-8Ni), b) aleación B (18-9Ni) y aleación C (21Cr-30Ni) [42]. _____	16
Figura 2.7. Microestructura de la aleacion C (21Cr-30Ni) dañada termicamente: a) morfología y distribucion de carburos alargados hacia en el límite de grano; b) cambios en contenido de C, Cr, Fe y Ni a través de la partícula intergranular [42]. _____	17
Figura 2.8. Representación esquemática de las etapas en la formación de fase σ y fase χ en la matriz de austenita [6]. _____	17
Figura 2.9. Diagrama TTP para un acero inoxidable 24Cr-22Ni-7Mo [43]. _____	18
Figura 2.10. Micrografías del acero inoxidable AL6XN obtenidas por MEB: a y b) región alargada de fase σ ; c y d) barrido de composición elemental interceptando fase σ y matriz austenítica [36]. _____	20
Figura 2.11. Tomografía de rayos X en 3D para la reconstrucción de la aleación AL6XN [®] mostrando: a) red de cavidades aisladas en el plano central del espesor; b) relación entre red de cavidades (rojo) y las partículas de fase σ (azul); c) distribución de cavidades y partículas a lo largo del plano central del espesor del material [36]. _____	20

Figura 2.12. Imagen por MEB mostrando una elevada densidad de pequeñas partículas de fase σ en bandas de composición por debajo de la superficie de fractura [44].	21
Figura 2.13. Precipitados de carburos de cromo en los bordes de grano en un acero inoxidable austenítico 18Cr-8Ni [30].	22
Figura 2.14. Esquema representativo de la zona de sensitización en la ZAT de soldaduras de aceros inoxidables austeníticos, modificado de [46].	23
Figura 2.15. Microestructura de la unión soldada para un acero AISI 316L después de un tratamiento térmico de sensitización post-soldadura a una temperatura de 750°C: a) línea de fusión a un tiempo de permanencia de 6h y b) ZAT con signos de sensitización a 24h [45].	23
Figura 2.16. Micrografías del acero inoxidable AL6XN [®] obtenidas por MEB: a) microestructura del acero inoxidable AISI 316L; b) Interfase del acero 316L, ZAT y soldadura; c y d) cordón de soldadura; e) límite de grano y carburos en acero AL6XN y f) interfase soldadura, ZAT y acero AL6XN [®] [48].	24
Figura 2.17. Soldadura de un acero inoxidable superaustenítico (24Cr-22Ni-7Mo, %peso): a) esquema representativo que muestra la región de precipitación de fases intermetálicas; b) imagen por MET que muestra la presencia de fase σ y fase R coexistiendo en la ZAT [49].	25
Figura 2.18. Imágenes de unión disímil AL6XN/316L con presencia de corrosión localizada en la ZAT: a) microestructura desde la línea de fusión hacia la región con corrosión intergranular en el acero superaustenítico AL6XN [®] y b) magnificación de zona indicada en la Fig. 2.18a con presencia de precipitados a los bordes de grano [22].	26
Figura 2.19. Macroestructura en la superficie del cordón de soldadura de un acero inoxidable ferrítico 410: a) sin aplicación de campo electromagnético externo y b) aplicación de campo electromagnético externo a una frecuencia de 0.5 Hz [19].	28
Figura 2.20. Macroestructura en la superficie del cordón de soldadura de un acero inoxidable austenítico 310: a) sin aplicación de campo electromagnético externo y b) con interacción de campo electromagnético externo de 20mT [55].	29

Figura 2.21. Sección transversal al cordón de soldadura obtenida a diferentes intensidades de campos magnéticos axiales entre 0 y 40 mT [55]. _____	29
Figura 2.22. Fuerzas conductoras que intervienen durante la convección en la pileta líquida del proceso de soldadura: a, b) fuerzas de flotabilidad; c, d) fuerzas de Lorentz; e, f) esfuerzos de corte causados por el gradiente de tensión superficial y g, h) esfuerzos de corte causados por el arco de plasma [23]. _____	30
Figura 3.1. Diseño y dimensiones de probetas para ensayo de tracción en el MB de acuerdo a lo establecido por la norma ASTM E8 [57]. _____	35
Figura 3.2. Esquema representativo del ciclo térmico utilizado para el tratamiento térmico de envejecido en un rango de temperatura de 750 °C a 850°C y diferentes tiempos de permanencia (0.5h hasta 480h). _____	36
Figura 3.3. Esquema representativo del arreglo utilizado para obtener las mediciones de potencial termoeléctrico relativo. _____	37
Figura 3.4. Ajuste lineal para calibración del equipo ThermoSorter modelo ATS-6044T con punta de oro en alta sensibilidad. _____	38
Figura 3.5. Esquema del arreglo experimental para pruebas de resistencia a la corrosión en una celda electroquímica convencional. _____	39
Figura 3.6. Ubicación de termopares en las placas a soldar: a) vista superior de placas; b) isométrico de la junta a soldar; c) distancia de los 3 niveles de termopares y d) vista lateral de la placa barrenada. _____	41
Figura 3.7. Montaje de termopares: a) orientación de los 6 termopares en la placa AL6XN®; b y c) sujeción de termopares a la placa con silicona para elevadas temperaturas y d) arreglo final con espuma de protección. _____	41
Figura 3.8. Ubicación de sensor de intensidad de corriente durante el proceso de soldadura. _____	42
Figura 3.9. Ubicación de sensor de desplazamiento del cabezal durante el proceso de soldadura. _____	42

Figura 3.10. Arreglo del dispositivo para inicio y fin de mediciones de sensores durante el arco eléctrico estable. _____	43
Figura 3.11. Diagrama de bloques del programa realizado en LabView™ para la digitalización de las señales recibidas de los sensores durante el proceso de soldadura. ____	44
Figura 3.12. a) Micrografía del material base AL6XN®, L- paralelo a la dirección de rolado, T- transversal a la dirección de rolado, E- dirección a través del espesor y b) micrografía por MEB de la zona marcada como “A” a 250x. _____	45
Figura 3.13. Diseño de junta con ranura en simple “V”, modificado de [61]. _____	46
Figura 3.14. Esquema representativo del arreglo y dimensiones de la bobina externa utilizada. _____	47
Figura 3.15. Esquema del arreglo experimental para el proceso de soldadura: a) líneas de campo magnético externo; b) arco eléctrico generado entre el electrodo y la pieza de trabajo con polaridad indirecta (DCEP) y c) bobina externa y dirección de flujo de corriente (I). _____	47
Figura 3.16. Esquema de distribución y seccionamiento de las diferentes probetas utilizadas para la caracterización mecánica y microestructural de la unión soldada. _____	48
Figura 3.17. Esquema de los diferentes niveles de barrido para obtener los perfiles de microdureza Vickers en la unión soldada. _____	50
Figura 3.18. Diseño de probetas planas rectangulares de la unión soldada para ensayos de tracción de acuerdo a lo indicado por la ASTM E8M [57]. _____	51
Figura 3.19. Dimensiones de especímenes para evaluar el comportamiento a la fatiga de uniones soldadas de acuerdo a lo indicado por la norma ASTM E-466 [68]. _____	52
Figura 4.1. Micrografías del MB por MEB: a) como fue recibido; b) nitruro de titanio y c) espectro de microanálisis químico del precipitado indicado en la Fig. 4.1b. _____	54
Figura 4.2. Curvas de esfuerzo vs deformación: a) MB en sentido longitudinal a la laminación; b) MB en sentido transversal a la laminación. _____	55
Figura 4.3. Análisis de fractura del MB en sentido longitudinal a la laminación: a) macrografía de la fractura lateral; b) superficie de fractura; c) intermetálicos (2000x);	

d) y e) espectros de microanálisis químicos realizados en la partículas marcadas como A y B en la Fig. 4.3c	56
Figura 4.4. Esquema representativo de comportamiento mecánico durante ensayo de tracción: a) esfuerzos principales (σ_1 , σ_2); b) esfuerzos normales (σ_n) y esfuerzos de corte máximos (τ_{max}) y c) representación al interior del espécimen de los esfuerzos normales y de corte en el plano a 45°	57
Figura 4.5. Imágenes obtenidas por MEB de la evolución microestructural de las 3 condiciones de temperatura isotérmica de envejecido a tiempos de permanencia: a, b y c) 3h; d, e y f) 24h; g, h y i) 480h.	58
Figura 4.6. Mediciones de tamaño de grano austenítico de acuerdo a la evolución microestructural en las 3 diferentes condiciones de temperatura isotérmica de envejecido a diferentes tiempos.	59
Figura 4.7. Imágenes obtenidas por MEB de la evolución microestructural a una temperatura isotérmica de 750°C a diferentes tiempos de permanencia: a, b y c) 3h; d, e y f) 24h; g, h, i) 480h; j, k y l) microanálisis químicos de partículas encontradas.	61
Figura 4.8. Imágenes obtenidas por MEB de la evolución microestructural a una temperatura isotérmica de 850°C a diferentes tiempos de permanencia: a, b y c) 3h; d, e y f) 24h; g, h, i) 480h; j, k y l) microanálisis químicos de partículas encontradas.	62
Figura 4.9. Imágenes obtenidas por MEB de la evolución microestructural a una temperatura isotérmica de 900°C a diferentes tiempos de permanencia: a, b y c) 3h; d, e y f) 24h; g, h, i) 480h; j, k y l) microanálisis químicos de partículas encontradas.	64
Figura 4.10. Porcentaje de precipitados presentes en especímenes envejecidos a diferentes temperaturas.	64
Figura 4.11. Variación de la dureza HRB en función del tiempo de envejecido a elevadas temperaturas en el acero inoxidable superaustenítico AL6XN [®] .	65
Figura 4.12. Efecto de los tratamientos térmicos en el PTE en función al tiempo de envejecido a diferentes temperaturas en el acero inoxidable superaustenítico AL6XN [®] .	67

Figura 4.13. Líneas de composición química en los límites de grano de muestras de MB con TT a 850 °C a diferentes tiempos de permanencia: a) 3 horas; b) 24 horas y c) 480 horas. _____	69
Figura 4.14. Comportamiento de las curvas REP-DC de las pruebas preliminares en el MB para seleccionar el electrolito de trabajo. _____	71
Figura 4.15. Curvas de la prueba REP-DC en el MB y la muestra con tratamiento térmico a 850°C durante 480 horas de permanencia. _____	71
Figura 4.16. Comportamiento de las curvas potenciodinámicas de picado en el MB y las muestras con tratamiento térmico a 850 °C a diferentes tiempos de permanencia. _____	73
Figura 4.17. Imágenes de pieza con tratamiento térmico de envejecido a 850 °C durante 480h, posterior al ensayo de polarización potenciodinámica: a) superficie de trabajo y b) ejemplo de una de las picaduras localizadas. _____	74
Figura 4.18. Diagrama de bloques del programa utilizado para los ciclos térmicos de las señales adquiridas por la tarjeta DAQ NI-9213 de los 6 termopares. _____	75
Figura 4.19. a) placas de acero inoxidable superaustenítico AL6XN [®] soldadas con el arreglo de termopares en la cara inferior utilizado durante el proceso de soldadura GMAW; b) cara de cordón de soldadura y c) cara inferior de placa soldada y ubicación de termopares tipo K. _____	76
Figura 4.20. Panel frontal del programa utilizado para el procesamiento de las señales adquiridas por la tarjeta DAQ NI 9213 correspondiente a los 6 termopares. _____	77
Figura 4.21. Diagrama de bloques del programa utilizado para el procesamiento de las señales adquiridas por la tarjeta DAQ NI-6800. _____	78
Figura 4.22. Señales digitalizadas para el procesamiento de las señales adquiridas: a) corto circuito para indicar el inicio y fin de cordón de soldadura; b) desplazamiento de la fuente de calor; c) velocidad de desplazamiento del cabezal y d) registro de intensidad de corriente original, acotada entre el rango de inicio y fin del cordón de soldadura de acuerdo a los valores indicados en la Fig. 4.22a. _____	79
Figura 4.23. Corrección de señal original correspondiente a la intensidad de corriente, acotada en un rango entre 200 y 300A, con un ajuste no lineal. _____	80

Figura 4.24. Apariencia de cara superficial y cara inferior de soldadura sin IEMBI (0mT) durante el proceso de soldadura. _____	81
Figura 4.25. Apariencia de cara superficial y cara inferior de soldadura con IEMBI (3mT) durante el proceso de soldadura. _____	82
Figura 4.26. Perfiles de union soldada delimitadas por áreas para el cálculo de porcentaje de dilución: a) 0mT y b) 3mT. _____	82
Figura 4.27. Perfiles de la sección transversal al cordón de soldadura para ambas condiciones de soldadura: a) 0mT y b) 3mT. _____	83
Figura 4.28. Perfil de la unión soldada transversal al cordón de soldadura sin IEMBI (0mT). _____	84
Figura 4.29. Unión soldada sin IEMBI (0mT): a) límites de grano en el MS en la región B de la Fig. 4.28; b) barrido lineal por elementos entre el MS y la ZAT y c) identificación de zonas en la región entre el MS y el ZAT en la región indicada como A de la Fig. 4.28. _____	85
Figura 4.30. Análisis por MEB del MS en unión soldada sin IEMBI (0mT): a-c) zona de la corona; d-f) zona del centro; g-i) zona de la raíz; j-m) mapeos por elemento de la Fig. 4.30i y n-p) microanálisis químicos de partículas indicadas en la Fig. 4.30i. _____	86
Figura 4.31. Imagen obtenida por MEB de unión soldada sin IEMBI (0mT): a) delimitación de ZPF y ZFNM y b-d) espectros de microanálisis químico de TiN_2 , fase “ χ ” y Al_2O_3 , respectivamente. _____	87
Figura 4.32. Unión soldada sin IEMBI (0mT): a) banda adyacente a la LF en la ZAT; b) partículas en las bandas de composición; c) mapeo de Mo de acuerdo a la Fig. 4.32b; d) precipitación de intermetálicos en la ZAT y e-g) espectros de microanálisis químicos de partículas indicadas en la Fig. 4.32b y Fig.4.32d. _____	89
Figura 4.33. Perfil de la unión soldada transversal al cordón de soldadura con IEMBI (3mT). _____	90
Figura 4.34. Unión soldada con IEMBI (3mT): a) microestructura en el MS de la región B indicada en la Fig. 4.33; b) barrido lineal por elementos entre el MS y la ZAT y c)	

identificación de zonas en la región entre el MS y el ZAT en la región indicada como A de la Fig. 4.33.	91
Figura 4.35. Imagen obtenida por MEB de unión soldada con IEMBI (3mT): a) delimitación de ZPF y ZFNM y b-d) espectros de microanálisis químico de TiN, fase “ χ ” y TiN ₂ , respectivamente.	92
Figura 4.36. Análisis por MEB del MS en unión soldada con IEMBI (3mT): a-c) zona de la corona; d-f) zona del centro; g-i) zona de la raíz; j-m) mapeos por elemento de la Fig. 4.36i y n-p) espectros de microanálisis químicos de partículas indicadas en la Fig. 4.36i.	93
Figura 4.37. Unión soldada con IEMBI (3mT): a) banda adyacente a la LF en la ZAT obtenida por MEB; b) banda de composición; c) mapeo de Mo, Cr y Ni de la Fig. 4.37b; d) mapeo elemental de Mo de la Fig. 4.37b y e) espectros de los microanálisis químicos de partículas indicadas en la Fig. 4.37b.	94
Figura 4.38. Perfiles de microdureza Vickers obtenida de la sección transversal al cordón de soldadura sin IEMBI (0mT): a) barrido superior; b) barrido central; c) barrido inferior y d) comparación de los 3 barridos.	96
Figura 4.39. Microdureza Vickers promedio obtenida en los 3 niveles de barrido por zonas en la unión soldada sin IEMBI (0mT).	97
Figura 4.40. Perfiles de microdureza Vickers obtenida de la sección transversal al cordón de soldadura con IEMBI (3mT): a) barrido superior; b) barrido central; c) barrido inferior y d) comparación de los 3 barridos.	98
Figura 4.41. Microdureza Vickers promedio obtenida en los 3 niveles de barrido en las diferentes zonas de la unión soldada con IEMBI (3mT).	99
Figura 4.42. Comparación de perfiles de microdureza Vickers entre las condiciones de soldadura con y sin IEMBI: a) barrido superior; b) barrido central y c) barrido inferior.	99
Figura 4.43. Comparación de curvas esfuerzo vs deformación entre MB en sentido longitudinal al laminado y las uniones soldadas con y sin IEMBI.	101
Figura 4.44. Imagen de vista superior correspondiente a la fractura posterior al ensayo de tracción de probeta en condición de soldadura sin IEMBI.	101

Figura 4.45. Imágenes obtenidas por MEB del espécimen ensayado a tracción de la unión soldada sin IEMBI (0mT): a) macrografía general de superficie fracturada, b-d) micrografías de diferentes zonas en la superficie de fractura que corresponden al metal de aporte. _____	102
Figura 4.46. Espectro del microanálisis químico realizado en la partícula de la Fig. 4.45b. ____	102
Figura 4.47. Diagrama S-N de vida a la fatiga de uniones soldadas con y sin IEMBI. _____	104
Figura 4.48. Imágenes de algunas probetas fracturadas posterior al ensayo de fatiga: a) cara superior hacia el cordón de soldadura y b) cara inferior hacia la raíz del cordón de soldadura. _____	105
Figura 4.49. Imágenes obtenidas por MO del la unión soldada sin IEMBI a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=170$ MPa: a) vista lateral: b) micrografía de la zona 1; c) micrografía de la zona 2, considérese que la zona 2 es la zona de origen de falla y d) micrografía de la zona 3. _____	106
Figura 4.50. Imágenes obtenidas por MO del la unión soldada sin IEMBI a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=170$ MPa: a) vista lateral: b) micrografía de la zona 1; c) micrografía de la zona 2 y d) micrografía de la zona 3, considérese que la zona 3 es la zona de origen de falla. _____	107
Figura 4.51. Imágenes obtenidas por MEB en diferentes zonas de la superficie fracturada de la unión soldada sin IEMBI a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=150$ MPa. _____	109
Figura 4.52. Espectros de microanálisis químicos de partículas indicadas en las Figs. 4.51b y 4.51e: a) defecto de soldadura identificado como P1 y b) precipitado intermetálico rico en Ni. _____	110
Figura 4.53. Imágenes obtenidas por MEB en diferentes zonas de la superficie fracturada de la unión soldada con IEMBI a una amplitud de esfuerzo $\Delta\sigma/2=160$ MPa. _____	111
Figura 4.54. Imágenes obtenidas por MEB del la unión soldada sin IEMBI a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=170$ MPa: a) superficie de la fractura; b) vista lateral de la superficie de la fractura; c, y e) zonas laterales de la etapa de propagación de grieta rápida y d) zona lateral de origen de falla. _____	112

Figura 4.55. Imágenes obtenidas por MEB del la unión soldada sin IEMBI a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=170$ MPa: a) zona de origen; b) distancia desde la superficie de la partícula encontrada (18.5 μm) y c) inclusion de óxido de aluminio y d) espectro correspondiente al microanálisis indicado en la partícula 4.55c. _____ 113

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1. Estructura cristalina y composición de fases en aceros inoxidables austeníticos [34] _____	12
Tabla 3.1. Composición química del acero inoxidable superaustenítico AL6XN [®] (%peso). ____	34
Tabla 3.2. Marca de piezas y tiempos de tratamiento térmico de envejecido a 850°C. _____	39
Tabla 3.3. Condiciones experimentales de la prueba REP-DC para el MB. _____	40
Tabla 4.1. Comparación de los resultados obtenidos del ensayo de tracción para el MB y los reportados por el fabricante. _____	55
Tabla 4.2. Microanálisis químico de los diferentes precipitados encontrados en los tratamientos térmicos de envejecido (%atm). _____	60
Tabla 4.3. Composición química de segundas fases reportadas por Anburaj [6] (% peso). ____	69
Tabla 4.4. Comparación de valores de PREN ₁₆ de algunas aleaciones comerciales de aceros inoxidables [86]. _____	72
Tabla 4.5. Temperaturas pico alcanzadas en los diferentes termopares ubicados en el arreglo de la placa para registrar los ciclos térmicos durante el proceso de soldadura. ____	77
Tabla 4.6. Cálculo de porcentaje de dilución de acuerdo a los perfiles de unión soldada con y sin IEMBI durante el proceso de soldadura. _____	83
Tabla 4.7. Composición química de los microanálisis de la Fig. 4.30i (% atómico). _____	87

Tabla 4.8. Composición química de los microanálisis indicados en la Fig. 4.31 (% atómico). _____	88
Tabla 4.9. Composición química de los microanálisis de la Fig. 4.31b y Fig. 4.31d (% atómico). _____	90
Tabla 4.10. Composición química de los microanálisis indicados en la Fig. 4.35 (% atómico). _____	92
Tabla 4.11. Composición química de los microanálisis de la Fig. 4.36i (% atómico). _____	94
Tabla 4.12. Composición química de los microanálisis de la Fig. 4.37b (% atómico). _____	95
Tabla 4.13. Mediciones de tamaño de grano en la ZAT para ambas condiciones de soldadura. _____	95
Tabla 4.14. Valores promedio de microdureza Vickers en las diferentes zonas de la unión soldada sin IEMBI (0mT) en sus 3 niveles de barridos (I=izquierda y D=derecha). _____	96
Tabla 4.15. Valores promedio de microdureza Vickers en las diferentes zonas de la unión soldada con IEMBI (3mT) en sus 3 niveles de barridos (I=izquierda y D=derecha). _____	98
Tabla 4.16. Comparación de los resultados obtenidos del ensayo de tracción para el MB y la unión soldada con y sin IEMBI durante el proceso de soldadura. _____	100
Tabla 4.17. Amplitud de esfuerzo aplicado a las diferentes probetas ensayadas en la evaluación de la resistencia a la fatiga de las uniones soldadas con y sin IEMBI. _____	103
Tabla 4.18. Composición química de los microanálisis indicados en las Figs. 4.52b y 4.52e (% atómico). _____	110

LISTA DE SIMBOLOS Y ABREVIACIONES

A	Ampere
AEM	Agitación electromagnética
AI	Acero inoxidable
AIA	Acero inoxidable austenítico
Al	Aluminio
Ar	Argón
A _T	Área total de la zona de fusión
Al ₂ O ₃	Óxido de aluminio
B	Densidad de flujo magnético
C	Carbono
°C	Grado Celsius
CIG	Corrosión intergranular
CPP	Corrosión por picado
Cl	Cloro
CM	Campo magnético
Cl ⁻	Iones cloruro
cm	Centímetro
Cr	Cromo
CrC	Carburo de cromo
CrN	Nitruro de cromo
DL-EPR	Prueba potenciodinámica de reactivación de doble ciclo
E	Potencial
ECS	Electrodo de calomel saturado
fcc	Estructura cúbica centrada en las caras
Fe	Hierro
GDS	Grado de sensibilización
GMAW	Soldadura con gas de protección y electrodo consumible
GTAW	Soldadura con gas de protección y electrodo de tungsteno
H	Hidrógeno
H ₂ SO ₄	Ácido sulfúrico

HCl	Ácido hidrociorhídrico
HI	Aporte térmico
HV	Microdureza Vickers
HRB	Dureza rockwell B
I	Corriente
i	Densidad de corriente en pruebas de resistencia a la corrosión
I _a	Pico de corriente máximo en la corriente de activación
I _r	Pico de corriente máximo en la corriente de reactivación.
IEMBI	Interacción electromagnética de baja intensidad
J	Joule
mm	Milímetro
min	Minutos
MB	Material base
MEB	Microscopio electrónico de barrido
Mo	Molibdeno
MO	Microscopio óptico
MPa	Megapascales
mT	Militesla
MS	Metal de soldadura
Ni	Níquel
Nb	Niobio
NaCl	Cloruro de sodio
Na	Sodio
N	Nitrógeno
O	Oxígeno
PREN	Número equivalente de resistencia al picado
S	Azúfre
Si	Silicio
T	Temperatura
Ti	Titanio
TT	Tratamiento térmico
T _p	Temperatura pico

TCP	Temperatura crítica de picado
US	Unión soldada
V	Voltio
ZF	Zona de fusión
ZAT	Zona afectada térmicamente
s	Segundos
v	Velocidad de avance
μm	Micra
η	Eficiencia del proceso de soldadura
γ	Fase austenita
η	Fase Laves
σ	Fase Sigma
ϵ	Nitruro de Cromo (Cr ₂ N)
χ	Fase Chi

RESUMEN

En el presente proyecto de investigación se presentan los resultados obtenidos de la caracterización mecánica y microestructural de las uniones soldadas con y sin Interacción Electromagnética de Baja Intensidad (IEMBI) al aplicar campos magnéticos de 3mT durante el proceso de soldadura en placas de acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®], tanto en la pileta líquida como en la Zona Afectada Térmicamente (ZAT). Las soldaduras fueron realizadas mediante el proceso de soldadura con gas de protección y arco metálico de electrodo consumible (GMAW, por sus siglas en inglés), utilizando un electrodo AWS ERNiCrMo-3 y como gas de protección una mezcla de 97% Ar + 3% N₂.

Considerando que una de las principales aplicaciones del acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®] está en la industria de la generación de corriente eléctrica, específicamente en sistemas de enfriamiento donde las condiciones de operación en servicio es a elevadas temperaturas (superiores a 650°C) y adicionalmente en contacto directo con agua de mar, la posibilidad de corrosión intergranular es muy elevada. Razón por la cual en el presente trabajo se realizaron adicionalmente tratamientos térmicos de envejecido, con la finalidad de generar un daño térmico en el material base (MB) y poder evaluar la evolución microestructural con respecto a la temperatura (750-900°C) y tiempo de permanencia hasta de 480h. Estos resultados se correlacionaron con las propiedades mecánicas y mediciones de potencial termoeléctrico (PTE). Además, se realizó una evaluación electroquímica en piezas de MB envejecidas a 850°C.

Los resultados obtenidos de la caracterización mecánica y microestructural en las uniones soldadas con y sin IEMBI fueron muy similares. En ambas condiciones se encontró la presencia de hojuelas irregulares con altos contenidos de Mo y Nb en las regiones interdendríticas, y pequeños precipitados semiesféricos de TiN y NbN. En lo que respecta a la ZAT se localizó la presencia de bandas de composición con partículas de fase Sigma en el interior, las cuales se disuelven hasta una distancia aproximada entre 0.7 y 0.5 mm desde la línea de fusión, debido a las temperaturas alcanzadas durante el ciclo térmico.

La caracterización mecánica de las uniones soldadas arrojó una eficiencia mecánica a la tracción promedio del 83% con respecto a las propiedades del MB, el origen de falla se generó cerca de la

línea central del metal de soldadura (MS) debido a la microestructura de granos columnares dendríticos y la elevada concentración de precipitados y hojuelas irregulares ricas en Mo y Nb que funcionan como puntos concentradores de esfuerzos y en presencia de cargas que inducen el inicio de la falla. El tipo de fractura fue predominantemente dúctil, con rotura plana con labio de salida en la región de fractura rápida. El comportamiento a la fatiga de las uniones soldadas fue evaluado bajo amplitud de esfuerzo constante ($\Delta\sigma/2$) entre 135 y 170 MPa, encontrando que para la condición de 0mT presenta una tendencia de límite de fatiga a 140 MPa, mientras que para la condición de 3mT se obtuvo una ligera mejora con un límite de fatiga cercano a 145 MPa. El diagrama de Wöhler indican que el comportamiento a la fatiga es muy similar para ambas condiciones de soldadura. Las fallas fueron caracterizadas por un tipo de fractura frágil debido al mecanismo de clivaje en la zona de origen en el MS, debido a la presencia de intermetálicos ricos en Ni, partículas de TiN_2 e inclusiones de Al_2O_3 , las cuales fragilizan la unión soldada al ser puntos concentradores de esfuerzos locales y actuar como agentes nucleantes de grietas.

Los resultados de los tratamientos térmicos mostraron la presencia de $Cr_{23}C_6$ y Cr_2N a tiempos largos de permanencia de 480h, mientras que para las condiciones a 850°C y 900°C se encontró la presencia de segundas fases del tipo “ χ ” y “ η ” para tiempos cortos de permanencia (3h), la fase σ aparece a partir de 24h de permanencia. La dureza incrementó en relación al aumento de tiempo de permanencia para las 3 condiciones de temperatura, alcanzando un incremento máximo del 12% (104.2 ± 0.7 HRB) a una temperatura de 750°C a 480h, con respecto al MB en condición de llegada (93 HRB). La evaluación electroquímica del MB a 850°C durante diferentes tiempos de permanencia demostró que el material exhibe una excelente resistencia tanto a la corrosión por picado como a la corrosión intergranular debido a los elevados contenidos de Mo y Cr remanentes alrededor de los precipitados. De acuerdo a mediciones de PTE, para todas las condiciones de envejecido se tiene una tendencia negativa conforme se incrementa el tiempo de permanencia, y están inversamente relacionadas con las mediciones obtenidas tanto de dureza, como del cambio de microestructura debido al tipo y porcentaje de precipitados. Los resultados indican que se puede utilizar la técnica no destructiva de medición de PTE para evaluar cambios microestructurales en el material de una manera rápida, sencilla y confiable.

Palabras clave: AL6XN, soldadura, GMAW, interacción electromagnética, PTE.

ABSTRACT

The present research project shows the results obtained from the mechanical and microstructural characterization of welded joints leading with and without Electromagnetic Interaction of Low Intensity (EMILI) applying external electromagnetic fields of 3mT during the welding process for plates of AL6XN[®] superaustenitic stainless steel, both in the melted pool and the heat affected zone. The welds were obtained by the process with protective gas and metal arc (GMAW process), using an ERNiCrMo-3 filler wire and 97% Ar + 3% N₂ as shielding gas.

Considering that one of the main applications of the AL6XN[®] superaustenitic stainless steel is in the power generation industry, especially in cooling systems where the operating conditions in service are at elevated temperatures above 650 °C, and additionally in direct contact with seawater, the possibility of intergranular corrosion is very high. For this reason, in the present work, thermal aging treatments were performed to generate a thermal damage in the BM and to be able to evaluate the microstructural evolution with respect to the temperature (750-900 °C) and holding time up to 480h. These results were correlated with the mechanical properties and thermoelectric power coefficient (TEP) measurements. Additionally an electrochemical evaluation was carried out on pieces with aging at 850 °C.

The results obtained from the mechanical and microstructural characterization in welded joints with and without EMILI were very similar, in both conditions, the presence of irregular flakes with a high content of Mo and Nb was found in the interdendritic regions, as well as the appearance of small semi-spherical of TiN and NbN intermetallics. Concerning the heat affected zone (HAZ), the presence of compositional bands with Sigma phase particles was localized inside of the bands, which dissolve at an approximate distance between 0.7 and 0.5 mm from the fusion line due to the high temperatures reached in this zone during thermal cycle of the welding process itself.

The mechanical characterization of the welded joints exhibits an average tensile efficiency of 83% with respect to the properties of the base material (BM). The origin of the failure was generated near of the center line of the weld metal (WM) due to the microstructure of dendritic columnar grains and a high content of small precipitates and irregular flakes Mo and Nb-rich that

act as stress concentrator points and in the presence of loads induce the failure. The type of fracture was predominantly ductile, with a flat rupture with exit lip in the region of rapid fracture.

The fatigue behavior of the welded joints was evaluated under a constant stress amplitude ($\Delta\sigma / 2$) between 135 and 170 MPa. For the condition of 0mT, the tendency of fatigue limit is close at 140 MPa, whereas for the condition of 3mT a slight improvement was reaching a fatigue limit close at 145MPa. However, the results obtained from the Wöhler diagram indicate that fatigue life is practically the same for both welding conditions. The brittle fracture characterized the failures due to the cleavage mechanism in the area of origin in the WM, due to the presence of Ni-rich intermetallics, also TiN_2 and Al_2O_3 particles, that embrittlement the welded joint as local stress concentrators and may act as crack nucleating agents.

The results of the aging treatment showed the presence of Cr_{23}C_6 and Cr_2N at long holding time (480h), while for the temperature conditions of 850 °C and 900 °C the presence of Chi phase and Laves phase was found at short holding time (3h), the phase σ appears after 24h of aging. The hardness increased in relation to the increase in holding time for the three temperature conditions, reaching a maximum increase of 12% (104.2 ± 0.7 HRB) at a temperature of 750 °C to 480h, with respect to as-received BM (93 HRB). The electrochemical evaluation of the BM at 850 °C during different holding times showed that the material exhibits excellent resistance both in pitting corrosion and intergranular corrosion due to the high contents of Mo and Cr remaining between the precipitates and the austenitic matrix. According to TEP assessment, for all aging temperature conditions, there is a negative trend as the holding time increases, and are inversely related to the measurements obtained for both in hardness and the microstructure changes due to the type and percentage of precipitates. The results indicate that the non-destructive technique of TEP measurement can be used to assess microstructural changes in the material in a fast, simple and reliable way.

Key words: AL6XN, welding, GMAW, electromagnetic interaction, thermoelectric power.



CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN



CAPÍTULO 1.

1.1. Introducción.

Los procesos de soldadura por fusión siguen siendo las técnicas más populares para la unión de aceros y otras aleaciones. La importancia de la soldadura es tal, que sin ella no sería posible la fabricación de muchos de los productos y/o servicios que cotidianamente son requeridos por la sociedad.

En la industria nuclear los sistemas de tuberías de recirculación, así como de otros componentes, están compuestos principalmente por aceros inoxidable austeníticos del tipo AISI 316L y en la actualidad están siendo reemplazados por los aceros inoxidable superausteníticos AL6XN[®] debido a que presentan mejores propiedades mecánicas y una mayor resistencia a la corrosión. Estas propiedades son debido a los elevados contenidos de Cr, Ni y Mo, bajo contenido de C y la adición de elementos como N y Ti para estabilizar aún más la fase austenítica y reducir la posibilidad de precipitación de carburos ricos en Cr. Debido a estas bondades, la aleación AL6XN[®] esta siendo ampliamente empleada en aplicaciones ingenieriles y recientemente ha sido investigada como material potencialmente utilizable en componentes de la industria nuclear y componentes que están en contacto directo con ambientes altamente corrosivos, por ejemplo, el agua de mar [1].

La resistencia mecánica de las uniones soldadas determina el comportamiento de toda la estructura, por lo que la soldadura representa un factor importante en la estimación de la vida residual de dichos componentes. Sin embargo, muchas de las fallas en elementos soldados ocurren debido a corrosión intergranular en la ZAT debido al fenómeno de sensibilización, que en presencia de esfuerzos promueven el crecimiento de grietas intergranulares [2]. En el caso específico de soldaduras de aceros austeníticos muchas de las fallas son atribuidas a la corrosión intergranular que ocurre debido a la exposición del material en un rango de temperatura entre 550 °C y 900 °C el cual es factible de alcanzar durante el ciclo térmico del proceso mismo de soldadura y que está directamente asociado a la precipitación de carburos ricos en cromo y de segundas fases como lo es la fase σ y la fase χ en la ZAT, así como a la presencia de



intermetálicos ricos en Mo y Nb en el MS [2], por lo cual han sido causa de fallas prematuras en diversos componentes [3]. El mecanismo de precipitación es por vía difusión y segregación de Cr y Mo a los bordes de grano, causando un efecto adverso en la resistencia a la corrosión [4-7]. Por lo anterior, se han desarrollado diversos métodos para evitar o minimizar este fenómeno, entre los más ampliamente usados, es disminuir el contenido de C y aumentar el contenido de Mo, tratamientos térmicos localizados, ingeniería de límites de grano, entre otras [8-10].

También, en respuesta a esta problemática, recientemente se ha estado implementando la interacción electromagnética de baja intensidad (IEMBI) [11-18], como resultado de la interacción de campos magnéticos externos de baja intensidad con el campo magnético producido por la corriente del proceso de soldadura. La interacción entre los dos campos magnéticos produce una vibración en la red cristalina y esto mejora la difusión de elementos de aleación, por lo cual, la asociación de elementos de aleación con afinidad para formar carburos y segundas fases que usualmente se encuentran en los bordes de grano y puntos triples se reduce.

El presente trabajo está enfocado al análisis del efecto del campo magnético de baja intensidad en la pileta líquida y en la ZAT, durante la soldadura por el proceso con gas de protección y arco metálico con electrodo consumible, mediante la caracterización microestructural y mecánica de las uniones soldadas. Cabe resaltar que durante el proceso de soldadura se realizaron mediciones en tiempo real de temperatura (termopares tipo K), corriente (sensor de efecto Hall) y desplazamiento de la torcha (sensor de desplazamiento), para así mismo poder obtener información que pueda ayudar a correlacionar la microestructura obtenida con las propiedades mecánicas de las uniones soldadas.



1.2. Justificación.

La aleación del acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®] fue diseñada para tener una elevada resistencia a la corrosión y poder ser utilizada en ambientes altamente corrosivos. Sin embargo, no basta solo el seleccionar un material con una excelente resistencia a la corrosión, ya que uno de los principales problemas que se presentan en todo proceso de soldadura de los aceros inoxidables austeníticos, es el fenómeno de sensitización o deterioro que se puede presentar en la ZAT cuando son expuestos a elevadas temperaturas y posteriormente se les expone a medios agresivos. La difusión del cromo y molibdeno hacia los bordes de grano para formar carburos y fases intermetálicas ricas en Cr y/o precipitación de segundas fases como la fase σ y fase χ en la ZAT, es inevitable cuando se presentan elevados ciclos térmicos durante el proceso de soldadura. Este fenómeno provoca que existan zonas de la matriz austenítica cercanas al límite de grano con empobrecimiento de cromo, lo que favorece a la corrosión intergranular y en el caso específico de presencia de segundas fases repercute en la reducción de la resistencia mecánica debido a la fragilización del material.

Es relevante estudiar el efecto que puede provocar la interacción de un campo magnético de baja intensidad durante el proceso de soldadura, ya que aunque la información en la actualidad sobre este tema es aun escasa dentro de la literatura abierta, se han reportado trabajos que demuestran un mejoramiento en la resistencia a la corrosión y propiedades mecánicas en la unión soldada al utilizar campos magnéticos [11-21]. Otro punto interesante es que dentro de un estudio preliminar de soldadura con la aleación AL6XN[®] se encontró una pequeña banda de material sensibilizado en la ZAT [22], razón por la cual surge la motivación para poder realizar este proyecto de investigación y llevar a cabo una evaluación completa tanto del MB como de la unión soldada por el proceso de soldadura con gas de protección y arco metálico con electrodo consumible, aunado a la interacción con campos magnéticos de baja intensidad. Y así mismo poder generar información que pueda ser utilizada como referencia tanto en la comunidad científica como en la industria que trabaja con esta aleación.



1.3. Hipótesis.

Durante el proceso de soldadura GMAW, se genera un campo magnético que es generado por el paso de corriente directa desde el equipo de soldadura hasta el electrodo consumible, y al aplicar un campo electromagnético externo de baja intensidad generado por una bobina externa, se producirá una fuerza electromagnética resultante. En principio, esta fuerza inducirá una agitación electromagnética en la pileta líquida de la soldadura, generando en primera instancia una fragmentación de brazos dendríticos que fungirán como agentes nucleantes de nuevos granos, y el otro efecto estaría relacionado con la redistribución de elementos de aleación, impactando en un menor gradiente de composición química y reduciendo el porcentaje de segregación interdendrítica en el MS. El efecto en estado sólido en la ZAT debido a la IEMBI podría generar una vibración de los átomos en la estructura cristalina, lo que cambiaría los procesos de difusión y podría arrestar la formación de fases indeseables como lo son los carburos y segundas fases, mejorando así la resistencia a la corrosión y las propiedades mecánicas.



1.4. Objetivos.

El objetivo general de este proyecto de investigación es evaluar y analizar el efecto que se produce al interactuar un campo magnético de baja intensidad generado por una bobina externa durante el proceso de soldadura con gas de protección y arco metálico con electrodo consumible en la soldadura de un acero inoxidable superaustenítico AL6XN.

OBJETIVOS PARTICULARES:

- Encontrar las mejores condiciones de operación del proceso de soldadura GMAW para que la transferencia de metal de aporte se realice en una sola pasada con transferencia de metal por rocío y así poder obtener soldaduras sanas, cuando el proceso es llevado a cabo con la aplicación de un campo electromagnético externo.
- Implementar un sistema de instrumentación durante el proceso de soldadura que sirva como herramienta para poder obtener mediciones en tiempo real de temperatura, corriente y desplazamiento de la torcha de soldadura.
- Caracterizar la microestructura y evaluar el comportamiento mecánico que se obtienen en la unión soldada, como resultado de la interacción de campos electromagnéticos de baja intensidad durante el proceso de soldadura.
- Analizar el mecanismo que induzca un cambio en la microestructura y pueda provocar una mejoría en la resistencia a la corrosión y mejoramiento en las propiedades mecánicas al interactuar campos electromagnéticos de baja intensidad durante el proceso de soldadura.
- Realizar tratamientos térmicos de envejecido al acero AL6XN, con la finalidad de generar las condiciones para un daño térmico y poder obtener información sobre el tipo de intermetálicos y segundas fases que se pueden generar con respecto a la temperatura y tiempo.



CAPÍTULO 2

ESTADO DEL ARTE



CAPÍTULO 2. ESTADO DEL ARTE.

2.1. Metalurgia de los aceros inoxidable austeníticos.

Los aceros inoxidable son aleaciones basadas en el sistema Fe-Cr-Ni, donde el Cr es el elemento primario de la aleación con contenidos superiores a 10.5% en peso, con la característica principal de la formación de una delgada capa de óxido de cromo (Cr_2O_3), densa (no porosa), continua, insoluble, adherente, tenaz, autogenerante e impermeable en la superficie de estos aceros, que impide el contacto del acero con el medio oxidante. La composición de esta película varía con el tipo de acero y con los diferentes tratamientos tales como laminado, decapado o tratamiento térmico [23-27]. A diferencia de otros sistemas de aleación, donde su clasificación por lo regular es en base a su composición química, los aceros inoxidable se clasifican de acuerdo a su estructura metalúrgica, la cual atendiendo a su composición química puede ser una fase estable austenítica o ferrítica, dúplex (mezcla de ambas), martensítica o una estructura endurecible por precipitación [28].

El sistema ternario Fe-Cr-Ni es la base de los aceros inoxidable austeníticos, y sus proyecciones de solidus y liquidus definen el inicio y la fin del proceso de solidificación de este sistema. En la Fig. 2.1 se aprecian las regiones líquidas y sólidas, en la líquida se presenta una línea oscura que inicia cerca de la esquina rica en Fe del triángulo y corre hasta el lado Cr-Ni. Esta línea separa a las composiciones que solidifican en una fase primaria ferrítica, de las que solidifican en una fase primaria austenítica. Se aprecia que a una temperatura de 1300°C en la composición aproximada de 48Cr-44Ni-8Fe existe un punto eutéctico ternario (reacción eutéctica: $l \rightarrow \delta + \gamma$). En estado sólido para contenidos de cromo mayores al 20% en peso, la ferrita es estable a temperaturas elevadas, conforme la temperatura descende, esta ferrita transformará parcialmente en austenita en el rango de 20 a 25 % de cromo en peso [24]. Considerando el diagrama pseudobinario 60% en peso de Fe y un 20% en peso de Cr de la Fig. 2.2, la solidificación se presenta en una estructura completamente austenítica con posibilidad de que presenten transformaciones en estado sólido, con la presencia de fase Sigma en un rango de temperaturas entre 400 °C y 850°C durante su enfriamiento.

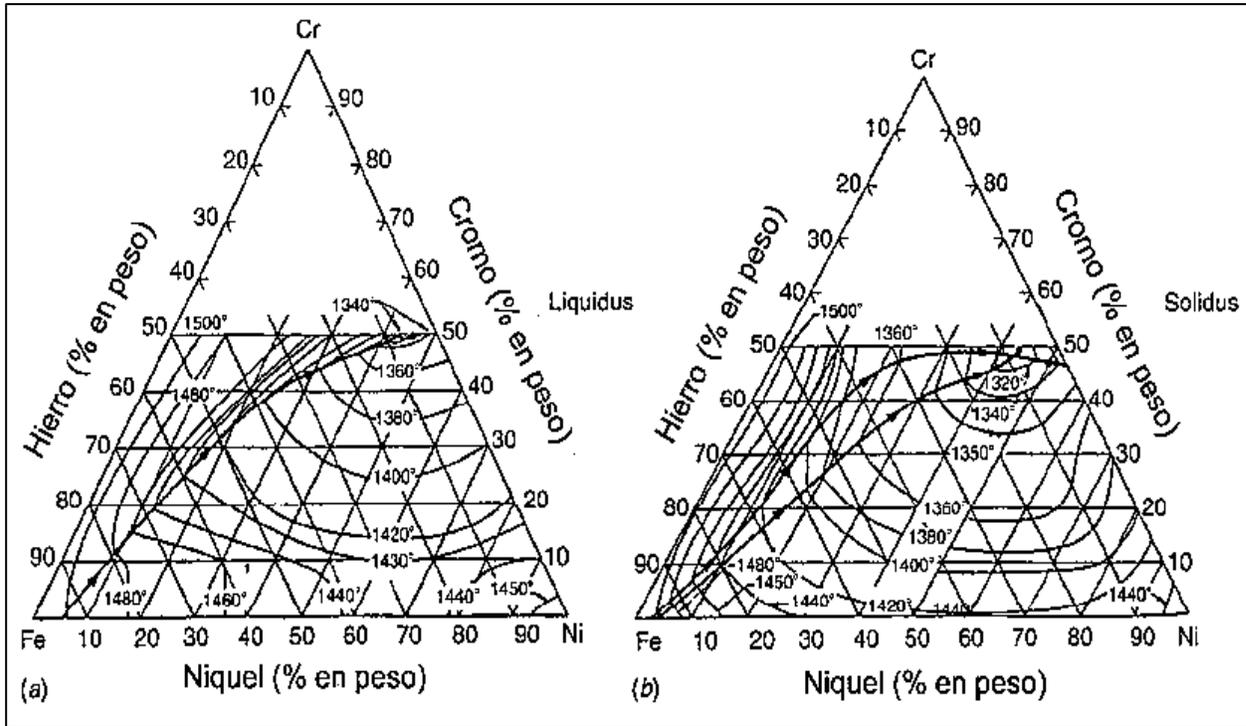


Figura 2.1. Proyecciones del sistema ternario Fe-Cr-Ni: a) liquidus y b) solidus [24].

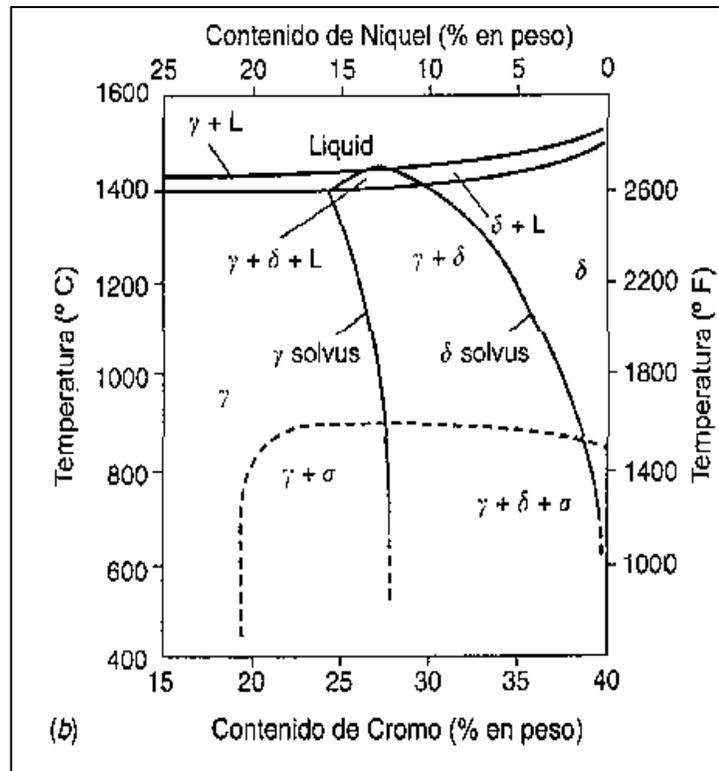


Figura 2.2. Secciones pseudobinarias del sistema 60% Fe-Cr-Ni (% en peso) [25].



2.2. Descripción general del acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®].

Este tipo de acero inoxidable austenítico es una aleación con alto grado de resistencia a la corrosión y es una aleación producida por la tecnología de la empresa Allegheny [1]. Es una aleación con bajo contenido de carbono, así como elevados contenidos de Ni y Cr; el nitrógeno funciona como un elemento estabilizador de la austenita y es una de las razones por la cual este tipo de aceros inoxidables se les ha denominado con el término de “superaustenítico”. La aleación AL6XN[®] se diseñó para ser un material resistente al agua de mar y ha demostrado ser resistente a una amplia variedad de ambientes corrosivos. La alta resistencia a la corrosión y la elevada resistencia mecánica de la aleación AL6XN[®] la convierten en una excelente elección sobre los aceros inoxidables dúplex convencionales y una alternativa rentable sobre aleaciones más caras a base de níquel como es el caso de las aleaciones monel, inconel e incoloy. Además, es una alternativa rentable sobre aleaciones menos costosas como la aleación 316L, que al no cumplir con una adecuada resistencia a la corrosión se ven afectadas y tienen que ser remplazados continuamente por otra aleación más resistente como es el caso del superaustenítico AL6XN[®].

El alto contenido de níquel y molibdeno proporcionan a la aleación AL6XN[®] una considerable resistencia a la corrosión bajo esfuerzo en contacto con soluciones de cloruros. Así mismo, el cobre ha sido intencionalmente adicionado en bajos niveles para mejorar el rendimiento del material en contacto con agua de mar.

El bajo contenido de carbono de la aleación AL6XN[®] lo distingue como una aleación grado “L”, ofreciendo una alta resistencia a la corrosión intergranular en condición de soldadura. Los contenidos de Cr, Ni y Mo son significativamente más altos en el acero superaustenítico AL6XN[®] que en los aceros inoxidables austeníticos de los grados 304L, 316L y 317L.

2.3. Transformaciones de fase en los aceros inoxidables austeníticos.

Los aceros inoxidables austeníticos están compuestos de una fase austenita (fcc), sin embargo, al ser expuestos por largo tiempo a elevadas temperaturas entre 500 °C y 900 °C pueden causar la descomposición de la matriz austenítica generando la precipitación de varios tipos de



compuestos intermetálicos como la fase σ , χ o Laves “ η ”, así también como lo son algunos carburos ricos en Cr [6, 29-31].

En los aceros inoxidable austeníticos, el predominio de precipitados a elevadas temperaturas son carburos, nitruros y fases intermetálicas. En la Tabla 2.1 se indican las estructuras cristalinas y la composición de las principales fases observadas en aceros inoxidable austeníticos. La precipitación de carburos depende de la composición química, la temperatura de exposición y los sitios y/o lugares de precipitación. La probabilidad de precipitación de carburos del tipo $M_{23}C_6$ puede ocurrir cuando los aceros inoxidable austeníticos presentan contenidos de hasta 0.15% de carbono [25]. La precipitación ocurre rápidamente en la interfaz ferrita-austenita, continuando la precipitación en otros límites no coherentes incluyendo inclusiones, maclas y sobre dislocaciones [25, 32].

Los carburos de cromo del tipo $M_{23}C_6$ precipitan intergranularmente a elevadas temperaturas entre 550 °C y 950°C en muchos de los aceros inoxidable austeníticos causando sensitización, la cual está relacionada con en la pérdida localizada de concentración de Cr en zonas adyacentes al precipitado, aumentando con ello la susceptibilidad de corrosión localizada [33]. Las principales consecuencias prácticas de la precipitación de carburos $M_{23}C_6$ es la disminución en la resistencia a la corrosión intergranular y la reducción de propiedades tensiles especialmente ductilidad y tenacidad. La relación de orientación entre la austenita y carburos es que el plano 100 de austenita es paralelo al plano 100 de carburos. Lo mismo es para las direcciones $\langle 110 \rangle_\gamma \parallel \langle 110 \rangle_{M_{23}C_6}$ y los carburos están en el límite de interfaces del plano de baja energía debido a la similitud del arreglo atómico sobre los planos 111 de austenita y $M_{23}C_6$. Posteriormente, los carburos $M_{23}C_6$ nuclean sobre defectos de límites y las partículas crecen como placas triangulares, con cortes en las direcciones $\langle 110 \rangle$, a lo largo del límite hasta que coalescen sólo en láminas continuas. La precipitación en los límites no coherentes están en forma de cintas muy delgadas, creciendo a lo largo de las direcciones $\langle 110 \rangle$ [32].

Tabla 2.1. Estructura cristalina y composición de fases en aceros inoxidable austeníticos [34]

FASE	ESTUCTURA	PARAMETRO RETICULAR (nm)	COMPOSICIÓN
Austenita	FCC	$a=0.598$	
Carburos			
$M_{23}C_6$	FCC	$a=1.057$	$(Cr_{16}Fe_5Mo_2)C_6$; $(FeCr)_{23}C_6$; $(Cr_{17}Fe_{4.5}Mo_{1.5})C_6$
M_7C_3	HC	$a=0.692$ $c=0.454$	Cr_7C_3 ; $(FeCr)_7C_3$; $(Fe_{0.6}Cr_{0.4})_7C_3$
NbC	FCC	$a=0.447$	NbC
TiC	FCC	$a=0.433$	TiC
Nitruros			
M_2N	HC	$a=0.478$ $c=0.444$	$\beta-Cr_2N$
NbN	BCC	$a=0.440$	NbN
TiN	BCC	$a=0.424$	TiN
Intermetálicos			
Sigma σ	Tetragonal	$a=0.870$ $c=0.454$	$(FeNi)_x(CrMo)_y FeCr$; $(FeNi)_x(CrMo)_y$
Laves η	Hexagonal	$a=0.473$ $c=0.772$	Fe_2Mo ; Fe_2Ti ; Fe_2Nb
Chi χ	BCC	$a=0.880$	$(FeNi)_{63}Cr_{18}Mo_4$; $Cr_{16}Fe_{18}Mo_5$; $Fe_{36}Cr_{12}Mo_{16}$
Fase Z	Tetragonal	$a=0.303$ $c=0.739$	CrNbN
Fase G	FCC	$a=1.120$	$Ni_{16}Nb_6Si_7$; $Ni_{16}Ti_6Si_7$
Impurezas menores			
Sulfuros MS	FCC	$a=0.524$	MnS
Carburo de silicio	Hexagonal	$a=0.307$ $c=0.504$	SiC

La presencia de carburos y segundas fases generan un efecto adverso sobre la resistencia a la corrosión y sus propiedades mecánicas [4-7, 35, 36]. La precipitación de carburos de cromo en los límites de grano es uno de los principales problemas en los aceros inoxidable austeníticos y ha sido causa de fallas prematuras en plantas nucleares [3]. Ejemplos de fallas existen una gran



cantidad, por mencionar casos típicos se tienen reportados fallas de elementos de acero inoxidable 316L usados en estaciones de vapor costeras en rangos de temperatura de servicio entre 620 °C y 650 °C, las fallas fueron atribuidas al ataque por corrosión intergranular en agua de mar, así también como la falla de acero inoxidable 304L utilizado en intercambiadores de calor que al aplicarles un tratamiento de aliviado de esfuerzos por 2 horas y enfriados al horno, fallaron por corrosión intergranular a los 7 días de servicio [37].

Aunado a lo anterior, se han realizado varias investigaciones sobre el tema de precipitación de carburos y segundas fases a elevadas temperaturas en los aceros inoxidables austeníticos. Por ejemplo, Lewis y colaboradores [38] realizaron un estudio de dos aceros austeníticos con diferente composición química, para intentar determinar la forma y orientación de los precipitados $M_{23}C_6$. El material fue envejecido a 750 °C y por medio de microscopía electrónica de transmisión (MET) encontraron precipitados en los límites de grano. Observaron una elevada densidad de precipitados a partir de grupos de dislocaciones, los cuales tenían una distribución lineal. Atribuyeron la presencia de estos precipitados a un mecanismo de desplazamiento de planos, en el cual los precipitados crecen alrededor de dislocaciones y límites de grano debido a la diferencia que existe entre los volúmenes atómicos entre la matriz y el precipitado.

Terao y col. [39] realizaron un estudio sobre la precipitación de carburos $M_{23}C_6$ en un acero inoxidable AISI 316L a 700 °C y 800 °C. Concluyeron que la precipitación de este tipo de carburos tiene preferencia sobre imperfecciones microestructurales como lo son las dislocaciones, vacancias, donde se producen esfuerzos localizados y por lo cual son sitios potenciales para la nucleación de precipitados.

Wasnik y col. [40] realizaron un estudio interesante sobre los mecanismos y las etapas de precipitación que se dan en un acero inoxidable 316L durante el fenómeno de sensitización. Placas de 3 mm de espesor fueron solubilizadas a 1050 °C durante 60 minutos para posteriormente inducir precipitación en la matriz austenítica. Concluyen que la formación de los precipitados se da en 4 etapas, por lo cual tomaron muestras tratadas a 500 °C a diferentes tiempos para ser analizadas en MET como se observa en la Fig. 2.3.

Etapas 1: Formación de precipitados finos alrededor de dislocaciones individuales a 61 minutos.

Etapa 2: Formación de precipitados finos no mayores de 20 nm hacia los bordes de grano a 114 minutos.

Etapa 3: Formación de la fase σ con un tamaño entre 100 y 300 nm alojadas en los límites de grano y puntos triples a 176 minutos.

Etapa 4: Precipitación de carburos ricos en cromo (30-55 Cr %peso) del tipo Cr_{23}C_6 en límites de grano y puntos triples a 360 min.

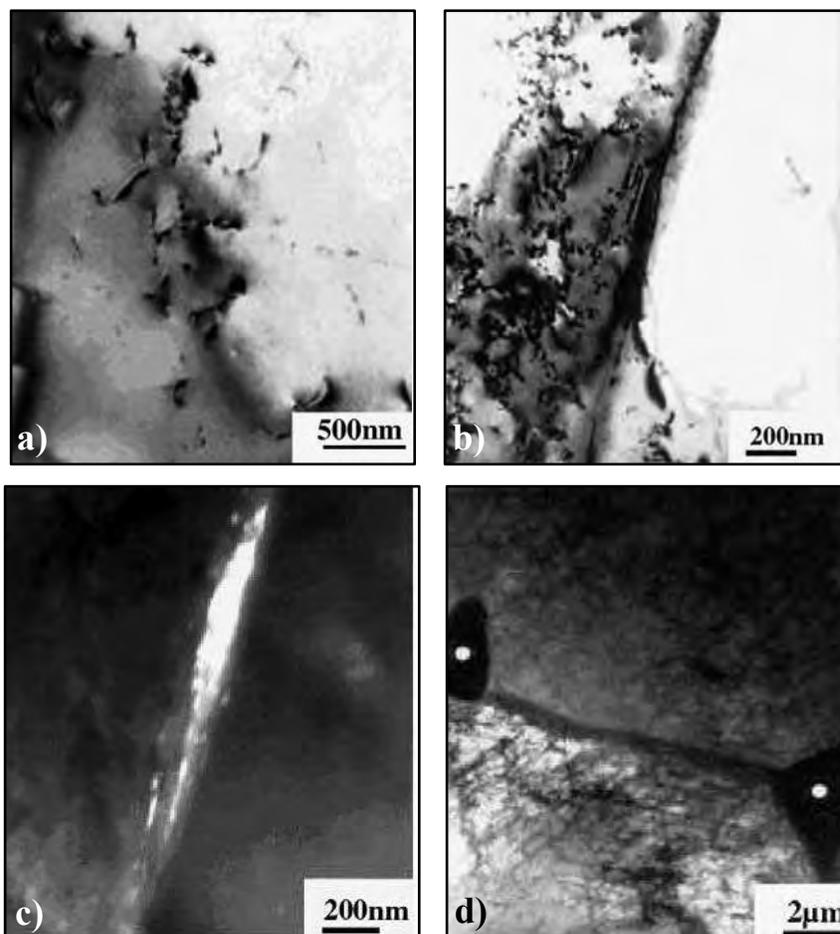


Figura 2.3. Microestructura por MET de muestras de acero inoxidable 316L tratadas a 500 °C por diferentes tiempos: a) 61 minutos; b) 114 minutos; c) 176 minutos y d) 360 minutos [40].

Meng y colaboradores [41] estudiaron el comportamiento del acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®] a temperaturas en un rango entre 500 °C y 750°C a tiempos de hasta 3600 horas, ellos encontraron una gran cantidad de precipitación de carburos del tipo M_{23}C_6 y M_6C en los bordes de grano y en los bordes de maclas a una temperatura de 600 °C (Figs. 2.4 a y b, respectivamente). Sin embargo, cuando la temperatura incremento entre 650 °C y 750°C, se

encontraron una considerable concentración de segundas fases del tipo Sigma y Laves (ver Figs. 2.4 c y d, respectivamente) tanto en los bordes de grano como al interior de los granos, como se ilustra en la Fig. 2.5.

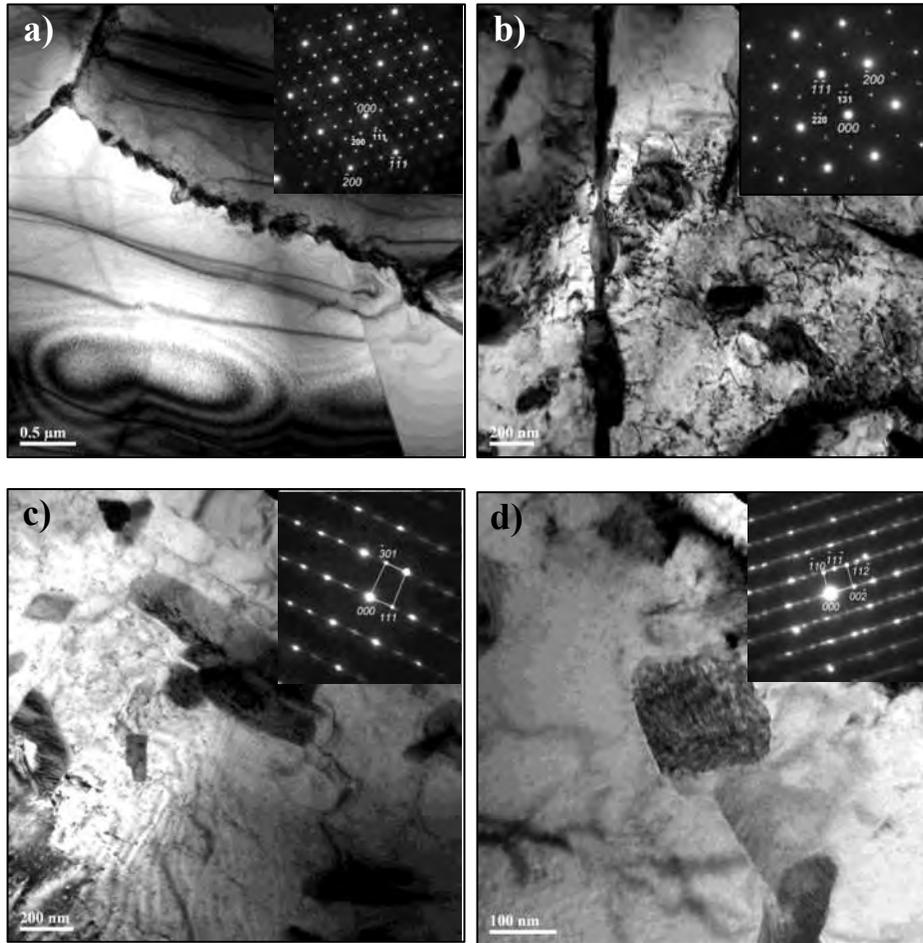


Figura 2.4. Micrografías por MET del AL6XN después de esfuerzo de fluencia a elevadas temperaturas: a) $M_{23}C_6$ a 600 °C durante 1200 h; b) M_6C a 650 °C durante 2329 h; c) fase σ a 650 °C durante 2329 h y d) fase η a 650 °C durante 2329 h [41].

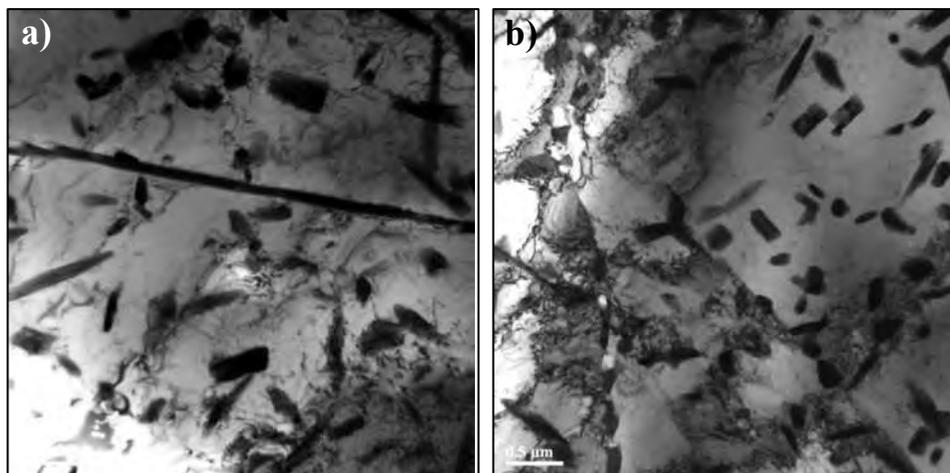


Figura 2.5. Micrografías por MET de AL6XN después de esfuerzo de fluencia: a) 700 °C durante 597h y b) 750 °C durante 115 h [41].

Vach y col. [42] reportaron la presencia de $M_{23}C_6$ en 3 diferentes aleaciones de acero inoxidable austenítico usadas a diferentes temperaturas y tiempos de servicio, tal como se ilustra en la Fig. 2.6. Aleación A (19Cr-8Ni) a 600 °C por 3.5 años, aleación B (18-9Ni) a 650 °C por 10 años y aleación C (21Cr-30Ni) a 800°C durante 3 años. En las 3 aleaciones se encontró la presencia de $M_{23}C_6$ de manera intergranular, también encontraron fase σ para la aleación A y B, y para la aleación C la presencia de TiC de forma inter e intragranular de manera conjunta con $M_{23}C_6$ de un tamaño promedio de 4 μm e incluso precipitados alargados de hasta 10 μm como los que se muestran en la Fig. 2.7.

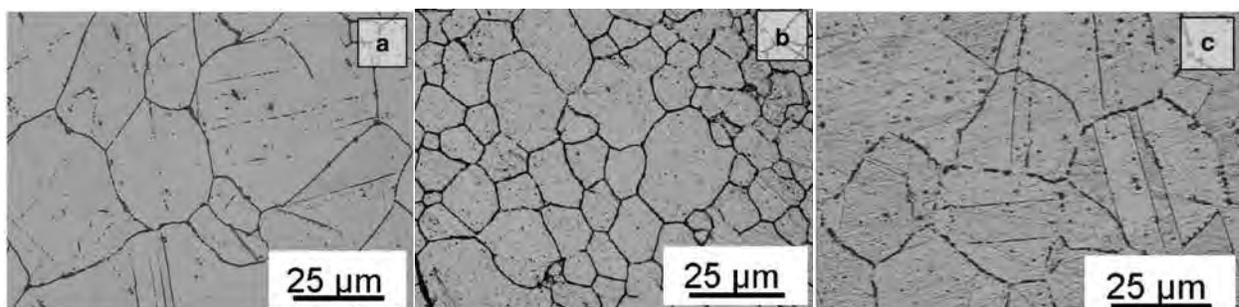


Figura 2.6. Microestructura de 3 diferentes aceros inoxidable dañados térmicamente a diferentes tiempos de servicio y temperaturas: a) aleación A (19Cr-8Ni), b) aleación B (18-9Ni) y aleación C (21Cr-30Ni) [42].

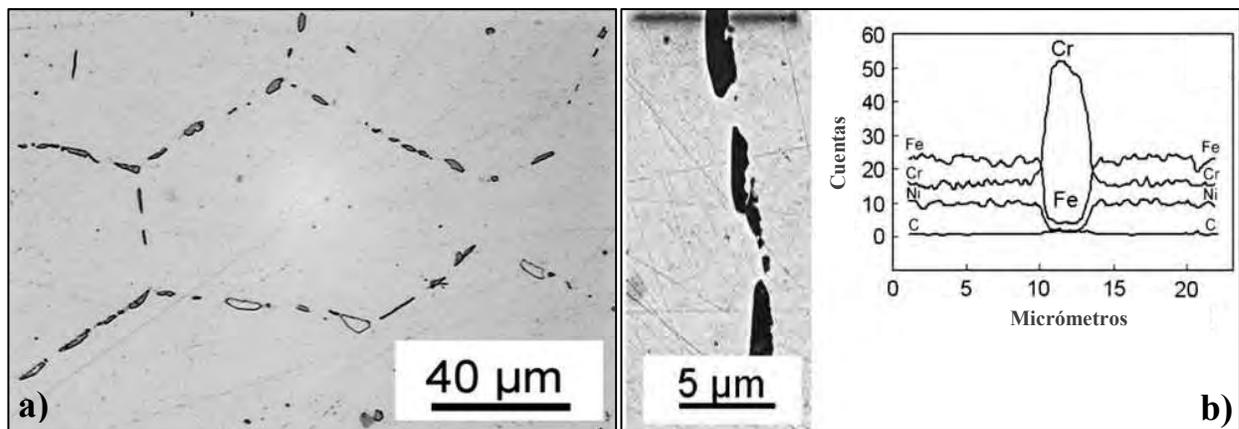


Figura 2.7. Microestructura de la aleación C (21Cr-30Ni) dañada térmicamente: a) morfología y distribución de carburos alargados hacia en el límite de grano; b) cambios en contenido de C, Cr, Fe y Ni a través de la partícula intergranular [42].

Anburaj y col. [6] realizaron tratamientos térmicos de envejecido en un acero inoxidable superaustenítico (19Cr-20Ni-7.5Mo) a tiempos de permanencia entre 1h y 10h en un rango de temperaturas entre 500 °C y 1000 °C. A una temperatura de hasta 800 °C encontraron fase χ (23.3Cr, 11.6%Ni, 12.5%Mo, 49.4%Fe, %atm), mientras que a una temperatura de 900 °C reportaron la presencia de una segunda fase más rica en Mo y que correspondía a fase σ , de acuerdo a las siguientes reacciones y representadas esquemáticamente en la Fig. 2.8:

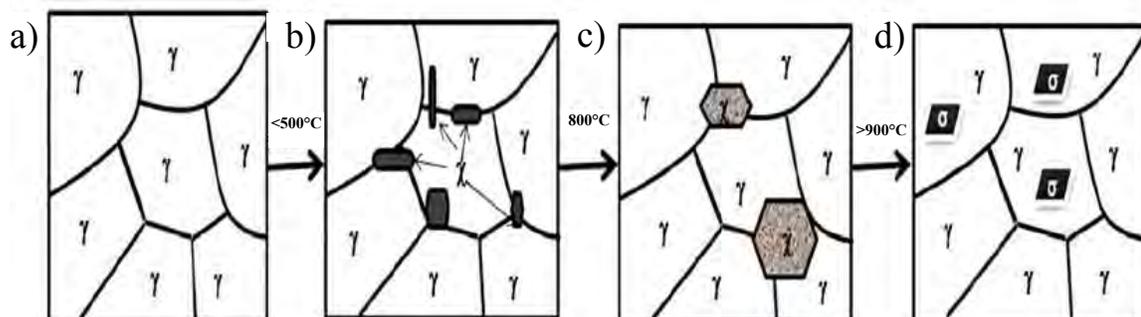
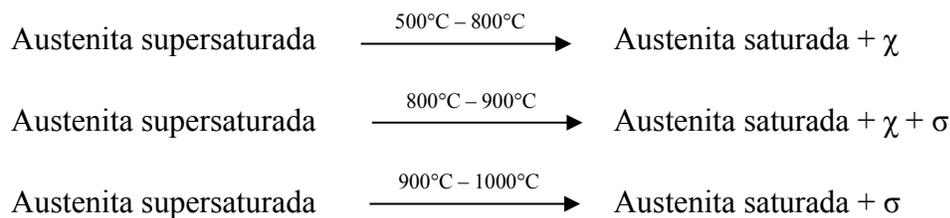


Figura 2.8. Representación esquemática de las etapas en la formación de fase σ y fase χ en la matriz de austenita [6].

Con respecto al efecto de la formación de segundas fases en las propiedades mecánicas, Koutsoukis y col. [43] envejecieron un acero inoxidable (24Cr-22Ni-7Mo, %peso) en un rango de temperatura entre 650 °C y 900°C por tiempos de permanencia entre 0.5 h y 3000 h. Los autores reportaron la formación de 4 tipos de segundas fases: fase σ , fase χ , fase η y β -Cr₂N, como se ilustra en el diagrama TTP de la Fig. 2.9. La cinética de la formación de varios tipos de precipitados aumentan con el incremento de la temperatura y tiempo de permanencia, y esto se relaciona directamente en la dureza, ya que al incrementar la fracción volumétrica de precipitados también incrementó la dureza, la resistencia última de tracción y el esfuerzo de cedencia. Sin embargo, el porcentaje de elongación y el módulo de tenacidad se vieron afectados y decrecieron. Los resultados revelaron que la fase Laves es la primera fase en precipitar, seguida de la fase σ y luego a largos tiempos de permanencia precipitan la fase χ y los nitruros β -Cr₂N. La transformación total de la fase η a fase σ y/o su disolución en la matriz austenítica ocurre a una temperatura aproximada a 950 °C por tiempos mayores a 240h. Este efecto se ve reflejado directamente en un incremento de los valores de la dureza.

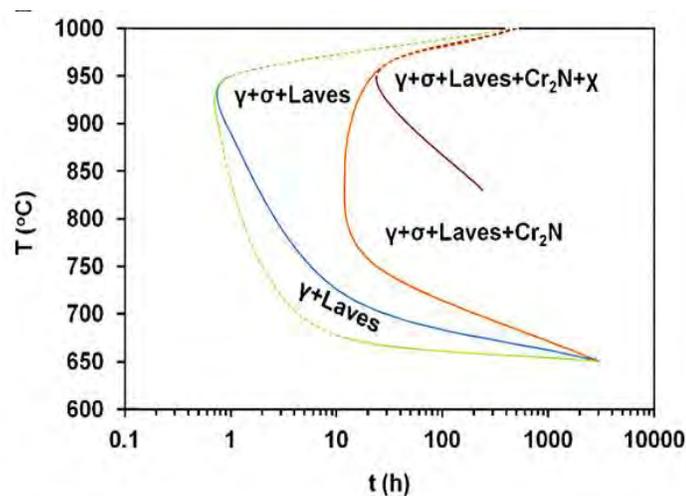


Figura 2.9. Diagrama TTP para un acero inoxidable 24Cr-22Ni-7Mo [43].

2.4. Efecto de la deformación plástica durante el conformado sobre la formación de segundas fases y precipitación de carburos.

La deformación plástica en los aceros inoxidables austeníticos en algunas ocasiones no solo acelera la precipitación de carburos cuando son expuestos a elevada temperatura, sino que previamente se inducen transformaciones microestructurales en la matriz austenítica, debido a la



deformación en su conformado. El acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®] tiene 2 formas de ser fabricado: trabajado en caliente y trabajado en frío. En el primer caso, comienza con una temperatura de deformación de 1246 °C hasta el final del proceso a una temperatura de 1010 °C. En este tipo de fabricación se requiere forzosamente de un tratamiento térmico de recocido a una temperatura entre 1149 °C y 1177 °C y ser enfriado rápidamente en agua para disolver las fases secundarias que se generan y poder así restaurar la resistencia a la corrosión. Cuando su fabricación es por el proceso de laminado en frío, los rodillos ejercen presión sobre la placa hasta lograr el espesor deseado en una o varias pasadas, el riesgo de este conformado es que si no se realiza adecuadamente puede generar agrietamiento o fisuración del material. En este tipo de conformado usualmente no se requiere de un tratamiento térmico posterior al rolado a excepción de que se realice un trabajado en frío considerable, es necesario entonces realizar un posterior tratamiento térmico de recocido [1].

Otros investigadores [7, 36] encontraron bandas de composición en el acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®], las cuales atribuyen a la segregación de algunos elementos de aleación como el Cr y Mo. Además, debido a que la solidificación se produce de la superficie de la placa hacia el centro del espesor, el rechazo de soluto en regiones interdendríticas resulta en segregación de soluto hacia el centro de la placa. La laminación subsecuente aplana y alarga estas regiones enriquecidas en soluto en bandas de composición formadas por finas fases intermetálicas de fase σ principalmente, como se muestra en la Fig. 2.10. Este fenómeno provoca que el material tienda a fragilizarse debido a que estas partículas funcionan como concentradores de esfuerzos en la zona adyacente. También, se asocia la disminución de propiedades mecánicas con la aparición de redes internas de cavidades en el mismo plano de las bandas de composición de fase σ localizada al centro del espesor de placa. Estas cavidades aparecen como resultado de la incompatibilidad de flujo entre la matriz y las partículas durante la deformación del conformado, aunque también algunas cavidades aparecen del producto de fractura de partículas y una posterior apertura de grieta durante la deformación, como se puede observar en la Fig. 2.11.

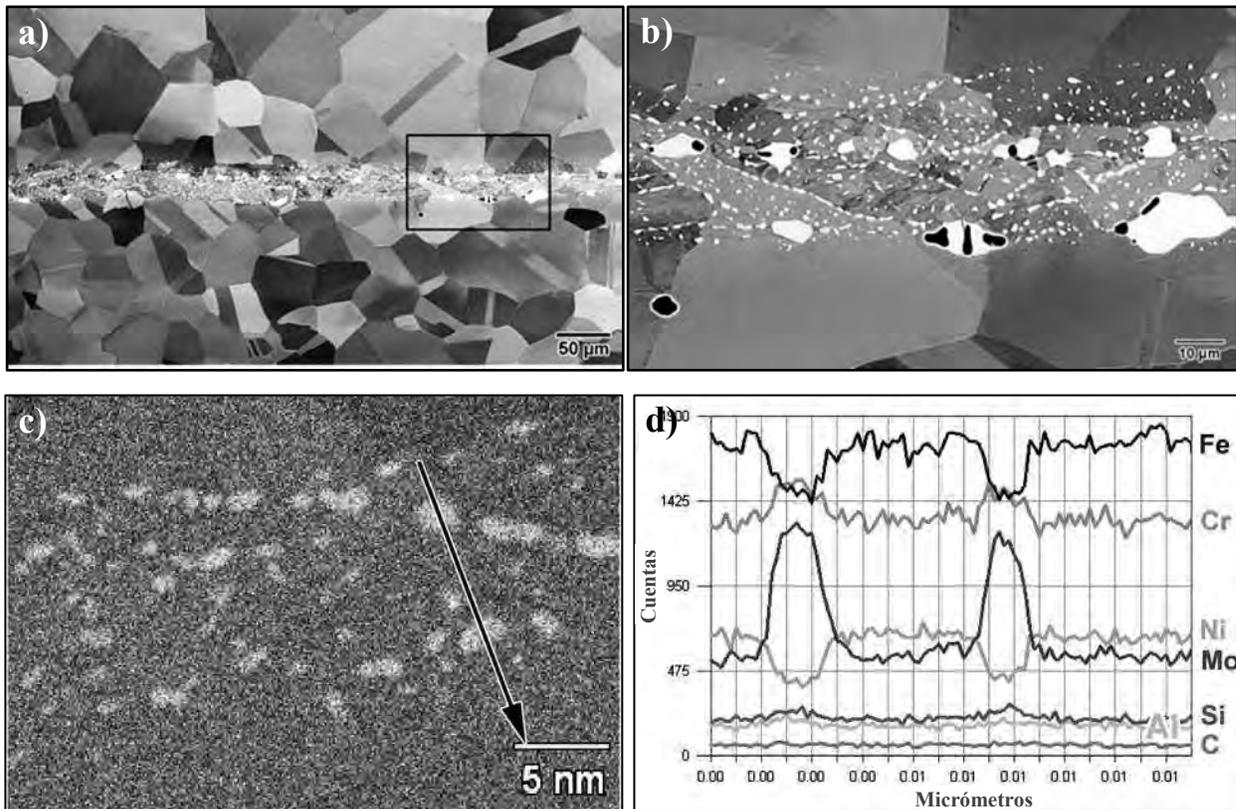


Figura 2.10. Micrografías del acero inoxidable AL6XN obtenidas por MEB: a y b) región alargada de fase σ ; c y d) barrido de composición elemental interceptando fase σ y matriz austenítica [36].

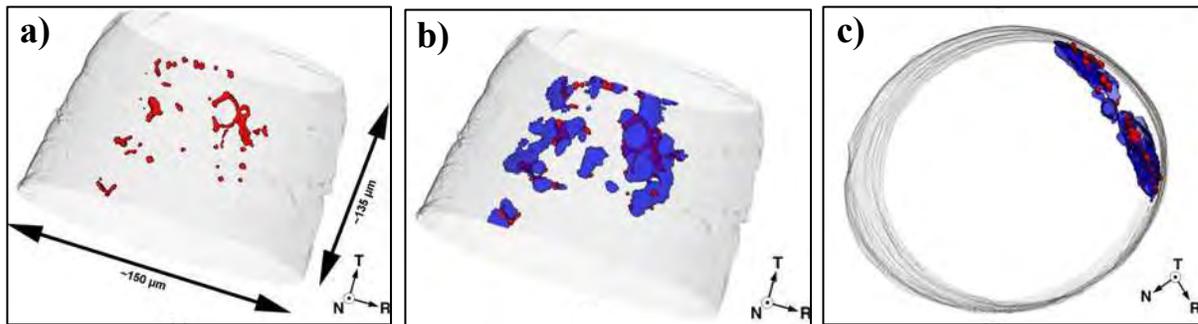


Figura 2.11. Tomografía de rayos X en 3D para la reconstrucción de la aleación AL6XN[®] mostrando: a) red de cavidades aisladas en el plano central del espesor; b) relación entre red de cavidades (rojo) y las partículas de fase σ (azul) y c) distribución de cavidades y partículas a lo largo del plano central del espesor del material [36].

Stauffer y colaboradores [44] coinciden también que se trata de bandas de composición de segregación de soluto con elevados contenidos de Cr y Mo con un espesor de hasta 300 μm en dirección al proceso de laminado y localizadas en el centro del espesor del material. Por microscopía de orientación de imágenes encuentran la presencia de la fase σ $(\text{Fe, Ni})_x(\text{Cr, Mo})_y$,

y una pequeña fracción en volumen correspondiente a la fase χ ($\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$). En lo que respecta a las propiedades mecánicas, las bandas poseen una mayor dureza que la matriz, alcanzando valores entre 300 y 360 VHN dependiendo de la densidad de precipitados en las bandas, comparado con 220 VHN de la matriz. La presencia de bandas de composición tiene un fuerte efecto en el comportamiento de falla por tracción en especímenes orientados en sentido transversal a la dirección de laminado de la placa, ya que la ductilidad se ve afectada por efecto de la presencia de partículas de fase σ , como se ilustra en la Fig. 2.12.

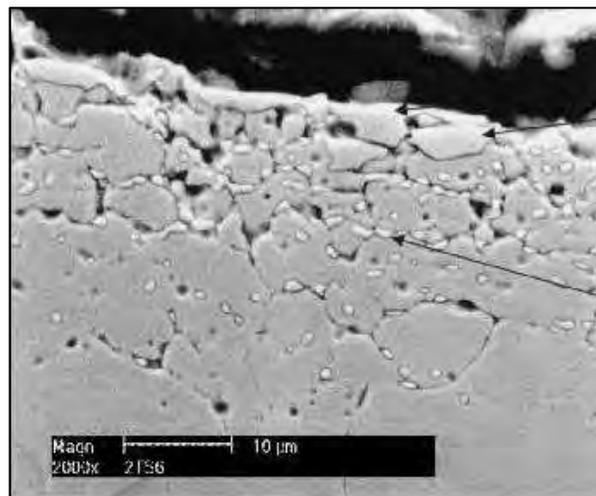


Figura 2.12. Imagen por MEB mostrando una elevada densidad de pequeñas partículas de fase σ en bandas de composición por debajo de la superficie de fractura [44].

Sourmail [30] indica que la precipitación de segundas fases, se puede ver favorecida cuando existen esfuerzos residuales presentes en el acero inoxidable austenítico debido a su conformado. Los aceros inoxidables austeníticos han sido ampliamente usados durante mucho tiempo como materiales en tubos de sistemas de enfriamiento en la industria de generación eléctrica, bajo condiciones de operación muy severas ya que operan a elevadas temperaturas de alrededor de 650 °C y bajo presión de 200 atm. En este escenario, rápidamente se tienen precipitados de manera inter e intragranular, así como hacia los bordes de grano y puntos triples, por ejemplo a una temperatura de 750 °C en un lapso de tiempo de 30 minutos se estarían induciendo carburos de cromo alargados sobre los bordes de grano en un acero inoxidable 18Cr-8Ni (ver Fig. 2.13). Para el caso de la precipitación de fase σ , su formación en la fase austenita es alrededor de 100 veces más lenta que en ferrita, por lo cual los aceros inoxidables con mayores contenidos de ferrita son más propensos a precipitar fase σ a tiempos cortos. Otros precipitados que es posible

que se encuentren a elevadas temperaturas en los aceros inoxidable austeníticos son: la fase χ , fase η , fase G, carburos e incluso nitruros a tiempos prolongados de permanencia.

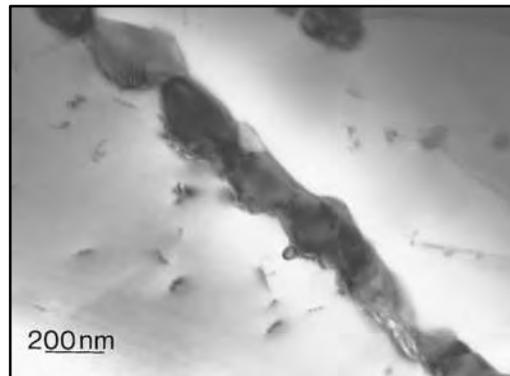


Figura 2.13. Precipitados de carburos de cromo en los bordes de grano en un acero inoxidable austenítico 18Cr-8Ni [30].

2.5. Sensitización en la soldadura y zona afectada térmicamente.

El fenómeno de sensitización durante el proceso de soldadura ocurre en un rango pequeño, tanto de temperatura y en una zona pequeña del metal de la zona afectada por el calor. La Fig. 2.14 muestra un esquema representativo del rango de sensitización (zona rayada) durante los ciclos térmicos producidos en el proceso de soldadura. La zona superior (a) no permite la precipitación de carburos porque el tiempo disponible es muy pequeño y está fuera del rango de temperatura, al igual que la zona (c) en donde no se produce la nucleación.

García y col. [45] estudiaron el comportamiento de la corrosión intergranular tanto en la pileta de la soldadura como en la ZAT en los aceros AISI 304 y 316L, envejecidos a 750 °C después de la soldadura por diferentes tiempos. Observaron que la ferrita delta mostraba signos evidentes de envejecido debido al proceso de soldadura y ciclo térmico aplicado, como consecuencia se da evidente la precipitación de carburos ricos en cromo en la interfaz austenita/ferrita y también la presencia de la fase σ . A 750 °C durante 6h, el MS presentó corrosión intergranular en regiones interdendríticas preferentemente, mientras que para la ZAT y MB el grado de sensitización fue bajo. Sin embargo, a un tiempo de permanencia de 24h a 750 °C, se encontraron carburos de cromo en la interfaz austenita/ferrita, en los bordes de grano y en maclas en la ZAT y el MB, como se muestra en la Fig. 2.15.

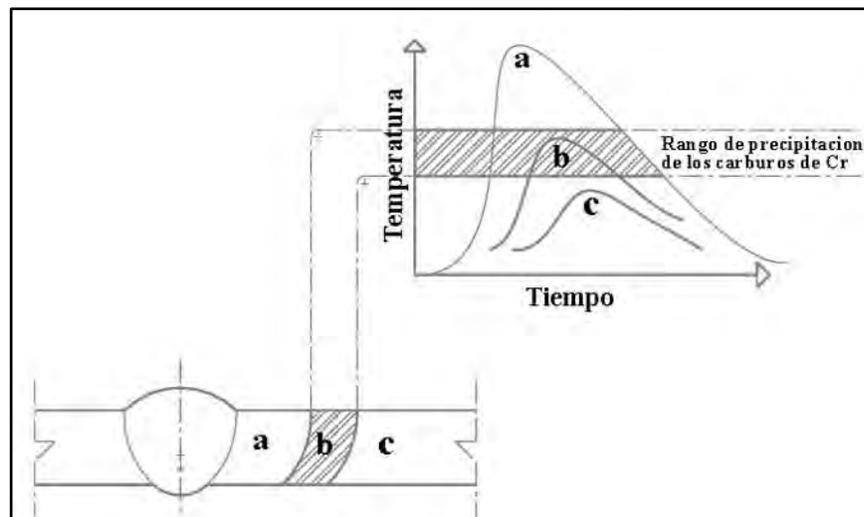


Figura 2. 14. Esquema representativo de la zona de sensitización en la ZAT de soldaduras de aceros inoxidables austeníticos, modificado de [46].

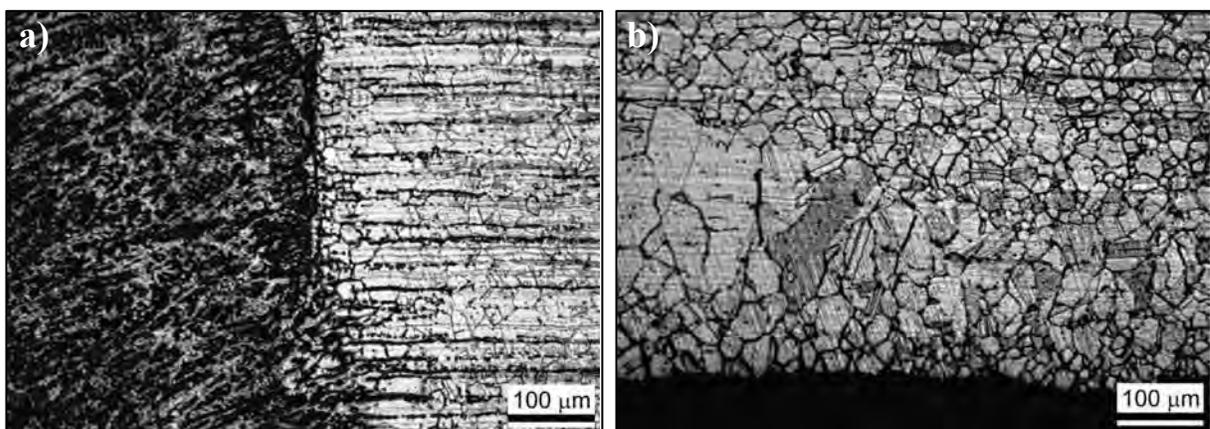


Figura 2.15. Microestructura de la unión soldada para un acero AISI 316L después de un tratamiento térmico de sensitización post-soldadura a una temperatura de 750 °C: a) línea de fusión a un tiempo de permanencia de 6h y b) ZAT con signos de sensitización a 24h [45].

Lee y colaboradores [47] analizaron la soldadura del acero AISI 304L respecto a la corrosión por picadura, variando la relación de Cr/Ni equivalente en el depósito de soldadura con el proceso de gas de protección y electrodo con núcleo fundente (FCAW por sus siglas en inglés). Enfatizan sobre el contenido de ferrita delta permisible en la soldadura para prevenir agrietamiento en caliente y corrosión localizada, debido a que en espesores considerables, durante pasadas de soldadura subsecuentes, las inhomogeneidades en la microestructura son sitios preferenciales para el rompimiento de la capa pasiva teniendo como consecuencia corrosión localizada. En el caso específico de la sensitización en la ZAT, es bien sabido que está asociado a un crecimiento

de grano de la austenita y la precipitación de carburos a los límites de grano. Sin embargo, la velocidad de enfriamiento en el proceso de soldadura FCAW y el bajo calor de aporte, indujeron menor crecimiento de grano en la ZAT y menor precipitación de carburos.

Zamora y colaboradores [48] caracterizaron una unión disímil 316L/AL6XN por el proceso de soldadura GTAW con un electrodo de aporte ER-NiCrMo-3 y Ar como gas de protección. Su investigación consistió de manera general de una caracterización microestructural y mecánica de la unión soldada. En la caracterización por microscopía electrónica de barrido en zonas de interés, observaron la presencia de carburos en límites de grano del acero superaustenítico AL6XN[®] (ver Fig. 2.16), lo cual provoca el decremento de la resistencia a la corrosión por efecto de sensitización.

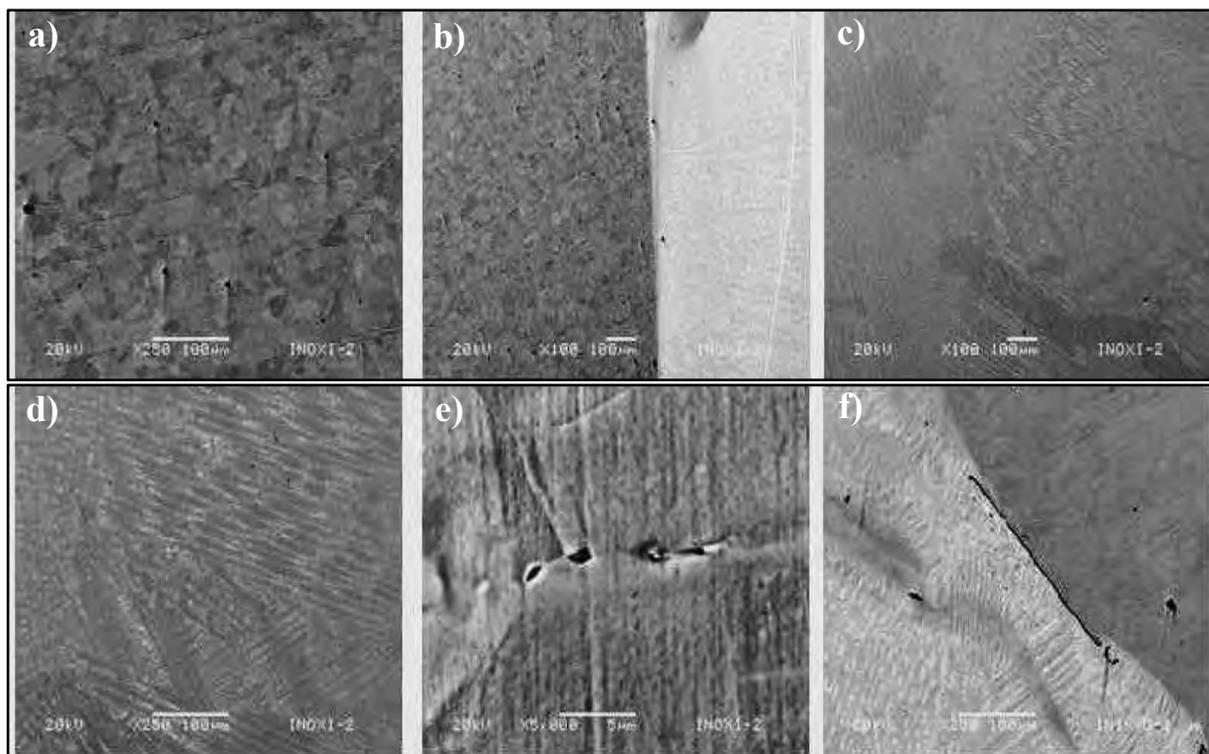


Figura 2.16. Micrografías del acero inoxidable AL6XN[®] obtenidas por MEB: a) microestructura del acero inoxidable AISI 316L; b) Interfaz del acero 316L, ZAT y soldadura; c y d) cordón de soldadura; e) límite de grano y carburos en acero AL6XN[®] y f) interfaz soldadura, ZAT y acero AL6XN[®] [48].

Heino y col. [49] realizaron la caracterización de fases intermetálicas formadas en la ZAT de una soldadura de un acero inoxidable superaustenítico (24Cr-22Ni-7Mo, %peso), encontrando que la principal fase que precipito a una distancias entre 1.5 y 3.9 mm de la línea de fusión a una

temperatura próxima de 840 °C, fue la fase σ (30 Mo %peso) y la fase R (47 Mo %peso) coexistiendo cerca de la línea de fusión y teniendo diferentes morfologías, indicando también que las partículas de fase σ son más pequeñas que las partículas de fase R; a distancias mayores, solo se observó la presencia de fase R, como se muestra en la Fig. 2.17.

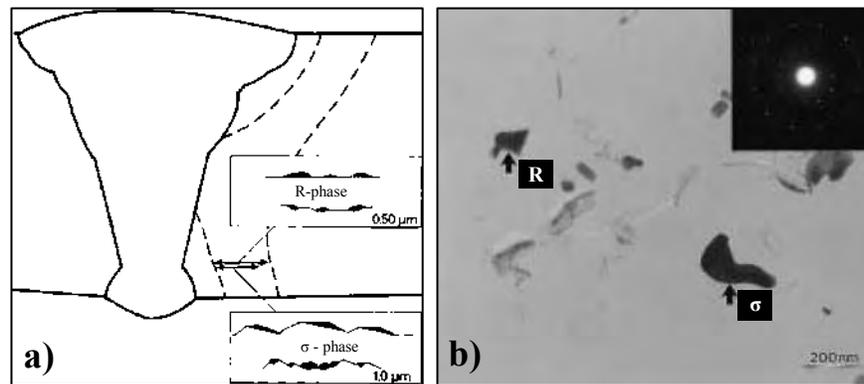


Figura 2.17. Soldadura de un acero inoxidable superaustenítico (24Cr-22Ni-7Mo, %peso): a) esquema representativo que muestra la región de precipitación de fases intermetálicas; b) imagen por MET que muestra la presencia de fase σ y fase R coexistiendo en la ZAT [49].

Sin embargo, la referencia más directa que se tiene hasta el momento relacionada con el presente proyecto, es un trabajo de investigación previa de una unión disímil entre un acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®] y un acero inoxidable austenítico de bajo contenido de carbono AISI 316L mediante el proceso de soldadura GMAW [22]. En este estudio se observó una región en la ZAT del acero AL6XN[®] que presentó una marcada presencia de daño por corrosión localizada (ver Fig. 2.18b). Esta característica microestructural se reveló a lo largo del espesor del material, siguiendo una trayectoria paralela al contorno de la línea de fusión provocada por los ciclos térmicos del proceso de soldadura y que pudo haber sido acelerada por la condición de conformado de rolado del tubo de la aleación AL6XN[®]. Observaciones en el microscopio óptico revelaron que la región con presencia de corrosión intergranular se encontró localizada a una distancia aproximada de 2 mm desde la línea de fusión y con un ancho de banda de aproximadamente 1.2 mm (ver Fig. 2.18a).

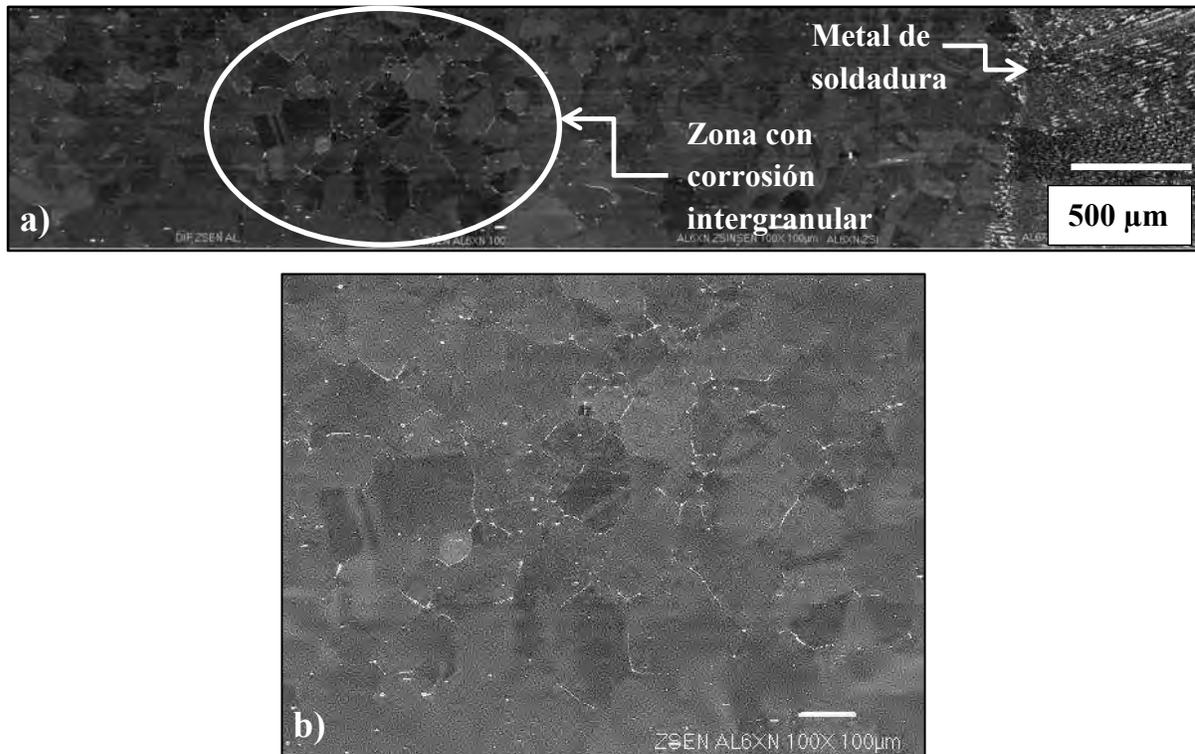


Figura 2.18. Imágenes de unión disímil AL6XN/316L con presencia de corrosión localizada en la ZAT: a) microestructura desde la línea de fusión hacia la región con corrosión intergranular en el acero superaustenítico AL6XN® y b) magnificación de zona indicada en la Fig. 2.18a con presencia de precipitados a los bordes de grano [22].

2.6. Aplicación de campos electromagnéticos durante el proceso de soldadura.

Los primeros trabajos reportados sobre la interacción de campos electromagnéticos externos durante el proceso de soldadura fueron realizados por investigadores rusos en los años 60's [50, 51]. El propósito principal del uso de campos magnéticos externos es generar un cambio en la microestructura y con ello mejorar las propiedades mecánicas, ya sea mediante refinamiento de grano, una mejor fluidez del metal fundido, inducir un cambio en la morfología de estructura resultante del MS o de la interfaz sólido/líquido debido a la homogenización de elementos de aleación, reducción de la ZAT, mitigación de problemas de sensitización asociado con la precipitación de carburos ricos en cromo y/o segundas fases precipitadas en la ZAT durante el enfriamiento de los ciclos térmicos durante el proceso de soldadura.

Es importante tener en cuenta el principio de la fuerza magnética generada por la fuerza de flujo magnético (B), debido al paso de corriente eléctrica (J) a través de un conductor, esta fuerza es

conocida como fuerza de Lorentz (ec 2.1), si se considera la velocidad de flujo de carga eléctrica (E) se produce un efecto de agitación electromagnética (AEM) en la pileta líquida durante el proceso de soldadura (ec 2.2) [52, 53].

$$F_m = J(B) \quad (2.1)$$

$$F_{em} = J[E + (B)] \quad (2.2)$$

Ahora bien, al hablar de interacción electromagnética durante el proceso de soldadura, se debe tener en cuenta la interacción de un campo electromagnético producido por el mismo proceso de soldadura (CM) con un campo electromagnético externo generado usualmente por un arreglo de espiras de una bobina (CME), el resultado de las fuerzas de Lorentz será entonces la suma de las fuerzas electromagnéticas de ambos campos magnéticos, por lo cual se tendrá que:

$$F_T = (F_{em_{CM}}) + (F_{em_{CME}}) \quad (2.3)$$

Respecto a este tema, se han realizado varias investigaciones tratando de aplicar los principios de interacción electromagnética durante el proceso de soldadura, a continuación se mencionaran algunos de ellos. Villafuerte y colaboradores [19] realizaron un extenso estudio sobre el efecto de AEM durante el proceso de soldadura GTAW de aceros inoxidables austeníticos (AISI 304 y 321) y un acero inoxidable ferrítico (410), concluyeron que durante la pileta líquida del metal de soldadura, la interacción del campo electromagnético y la corriente misma del proceso de soldadura, se generan fuerzas de Lorentz, provocando con ello un efecto en el arco de plasma y una agitación del metal líquido. Aun así concluyen que no existe un marcado cambio en la microestructura en los aceros austeníticos. Sin embargo, para el acero inoxidable ferrítico observaron que la transición columnar/equiaxial en el MS se modificó considerablemente, ya que el efecto de la interacción electromagnética genera un rompimiento de granos columnares y promueve una mayor nucleación de granos equiaxiales dando como resultado una gran cantidad de granos equiaxiados al centro del cordón de soldadura, tal como se puede observar en la Fig. 2.19.

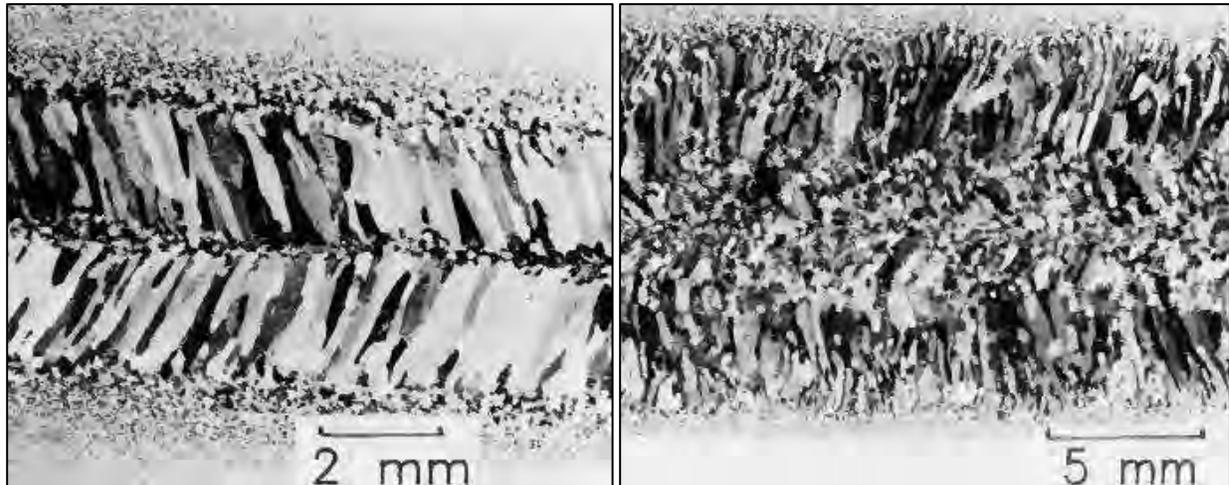


Figura 2.19. Macroestructura en la superficie del cordón de soldadura de un acero inoxidable ferrítico 410: a) sin aplicación de campo electromagnético externo y b) aplicación de campo electromagnético externo a una frecuencia de 0.5 Hz [19].

Czernysz y colaboradores [54] estudiaron la influencia del efecto electromagnético en diferentes materiales soldados que son susceptibles a presentar agrietamiento en caliente, concluyendo que el uso de la interacción electromagnética (IEM) produce una reducción en el gradiente de temperatura a través de la sección de la pileta fundida, así mismo, incrementa la homogeneidad química y microestructural en el metal de soldadura y con ello se logra reducir defectos cristalográficos en los bordes de grano y la tendencia al agrietamiento en caliente debido a la reducción del tamaño de grano en el metal de soldadura, esto debido a que se acorta el tiempo de recristalización o subenfriamiento constitucional por efecto de la IEM.

Malinowski y colaboradores [55] estudiaron el efecto de la AEM en la pileta líquida de un acero inoxidable AISI 310 por la influencia de un campo electromagnético externo paralelo al eje axial del arco eléctrico durante el proceso de soldadura GTAW. Ellos observaron que el campo magnético a diferentes frecuencias modificaba la forma del cordón de soldadura y la pileta líquida debido a las fuerzas de Lorentz. Además, concluyen que se favorece el refinamiento de grano debido a que se fragmentan las dendritas durante la solidificación, dando lugar a la formación de una segunda microestructura de granos equiaxiados (ver Fig. 2.20). Realizaron pruebas con varias intensidades de campo magnético (ver Fig. 2.21) donde se puede apreciar que después de 15 mT la apariencia del cordón no es muy buena, esto debido a que ya existe una marcada distorsión del cordón de soldadura y el grado de penetración disminuye por

efecto de la intensidad del campo magnético, considerando también como causa un cambio en la tensión superficial y un flujo turbulento de la pileta liquida, como se ilustra en la Fig. 2.22.

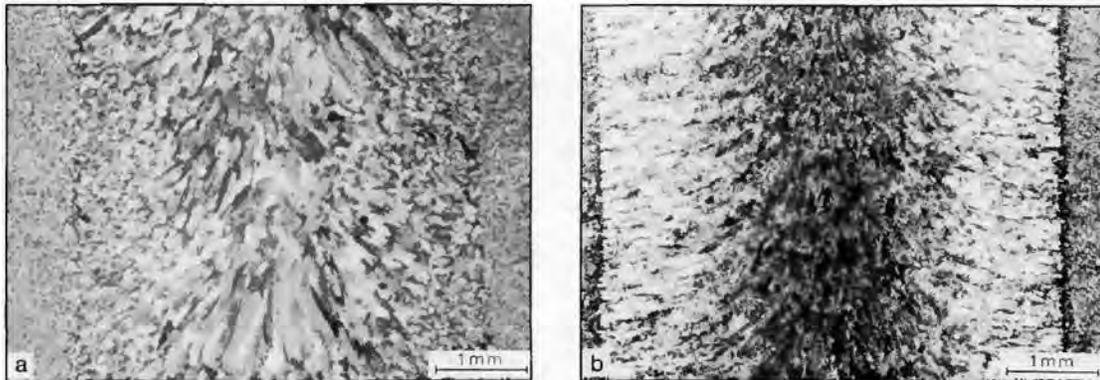


Figura 2.20. Macroestructura en la superficie del cordón de soldadura de un acero inoxidable austenítico 310: a) sin aplicación de campo electromagnético externo y b) con interacción de campo electromagnético externo de 20mT [55].

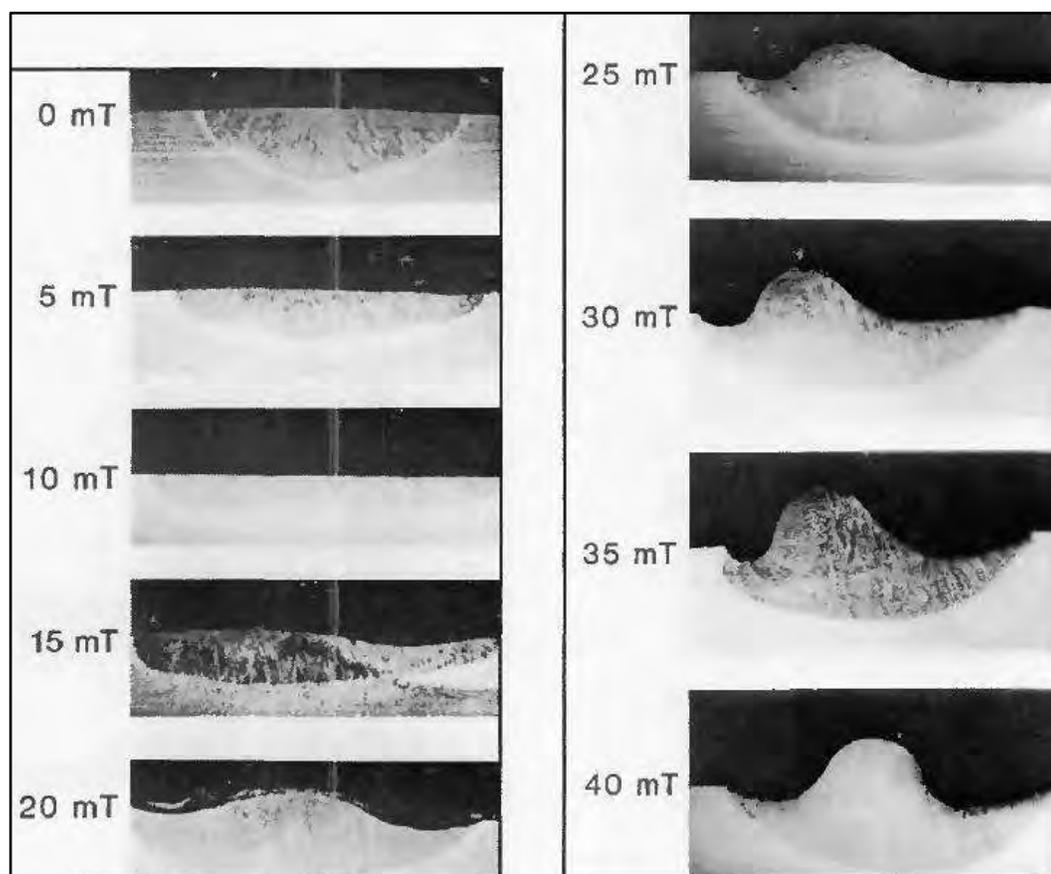


Figura 2.21. Sección transversal al cordón de soldadura obtenida a diferentes intensidades de campos magnéticos axiales entre 0 y 40 mT [55].

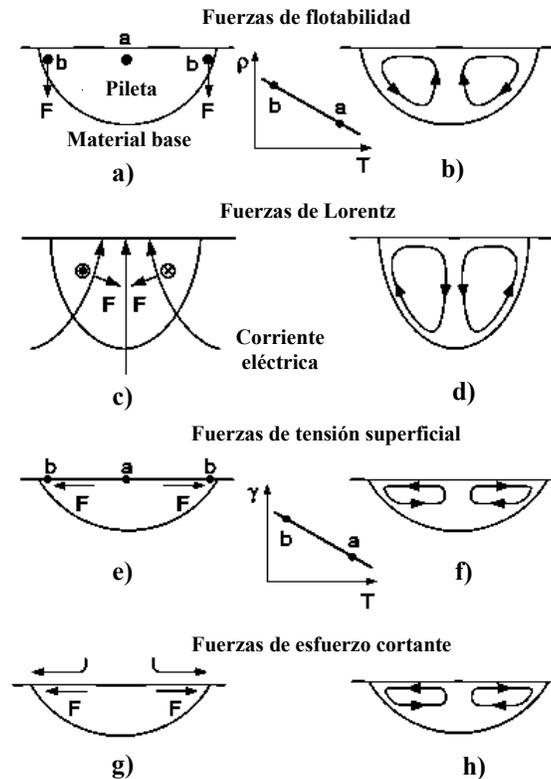


Figura 2.22. Fuerzas conductoras que intervienen durante la convección en la pileta líquida del proceso de soldadura: a, b) fuerzas de flotabilidad; c, d) fuerzas de Lorentz; e, f) esfuerzos de corte causados por el gradiente de tensión superficial y g, h) esfuerzos de corte causados por el arco de plasma [23].

García y col. [17] realizaron un estudio sobre el efecto que produce la AEM sobre el refinamiento de grano, ya que el proceso de soldadura por sí mismo genera un campo electromagnético debido a la corriente de soldadura y en conjunto con el gradiente térmico generado por el arco eléctrico produce una microestructura columnar. Sin embargo, si se induce un campo electromagnético paralelo a la corriente de soldadura, ahora se tiene la IEM de 2 campos magnéticos perpendiculares, generando una distorsión en las fuerzas electromagnéticas y con ello se modifica el fenómeno de solidificación, dando como resultado un refinamiento de la microestructura en todo el cordón de soldadura, ya que en el centro del cordón también se presentó un refinamiento de grano, puesto que hay la primera fase de solidificación de un acero es la ferrita delta, la cual es magnética.

García-Rentería y colaboradores [13-15] evaluaron una soldadura de acero duplex con la interacción de diferentes intensidades de flujo magnético entre 0 y 15 mT generado por una



bobina externa al proceso de soldadura GMAW, concluyendo que existe una pérdida de metal de soldadura conforme se va incrementando la intensidad de campo magnético. Por otro lado, la ZAT reduce su espesor generando con ello que reduzca la posibilidad a la corrosión intergranular debido a que se tiene menor área expuesta, además de que la IEMBI promueve la regeneración de la fase austenita y a la vez obstaculiza la precipitación y crecimiento de fases perjudiciales, tales como la fase σ , carburos de Cr y nitruros. Ellos mencionan que se obtuvo un mejoramiento en las propiedades mecánicas de hasta un 5% en comparación con la soldadura de referencia sin campo electromagnético externo. Concluyen que al utilizar campos electromagnéticos superiores a 12 mT genera una inestabilidad en el arco eléctrico, provocando que se produzcan uniones con apariencia visual no aceptables.

Curiel y col. [11, 18] realizaron un estudio sobre la AEM de bajas intensidades (0 a 15 mT) como propuesta para reducir el fenómeno de sensitización al soldar un acero inoxidable austenítico AISI 304, concluyendo que efectivamente resulta una mejora en cuanto a la resistencia de corrosión por picadura y corrosión intergranular. El posible mecanismo que se presenta se sugiere que es la interacción entre el campo electromagnético externo aplicado durante la soldadura y el propio campo electromagnético inducido por la corriente de la soldadura, lo cual promueve una redistribución del Cr en la matriz austenítica, provocando con ello que se reduzca la posibilidad de que el Cr se asocie con el C y puedan generar carburos de Cr, aumentando así la resistencia a la corrosión en la ZAT al proporcionar una película pasiva continua.

García y col. [16] llevaron a cabo una soldadura del acero inoxidable austenítico AISI 304 con IEMBI y 3 diferentes orientaciones perpendiculares durante el proceso GMAW. Para determinar si la orientación ayuda a obtener una alta penetración del metal de soldadura (12.7 mm de espesor) en una solda pasada y una mejor resistencia a la corrosión intergranular en la ZAT. Se encontró que la aplicación de un campo electromagnético externo perpendicular al arco eléctrico del proceso de soldadura provoca una aceleración del plasma a través de la preparación de junta, siguiendo un patrón helicoidal y con ello ayuda a la penetración del metal de soldadura. En la ZAT, la corrosión localizada es posible mejorarla o cambiar el modo de corrosión localizada a corrosión uniforme.



CAPÍTULO 3

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL



CAPITULO 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

En el presente capítulo se describe de forma detallada, los materiales utilizados para la elaboración de este proyecto de investigación y el desarrollo secuencial del procedimiento de soldadura, así como las técnicas utilizadas para su posterior caracterización.

Como primer punto general, se abarca la descripción y características del material base, en este caso, una aleación de acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®], que si bien ya tiene un poco más de 30 años de haber sido diseñada, a la fecha la información en la literatura abierta es limitada, por lo cual, en esta sección se describen los tratamientos térmicos de envejecido realizados con la finalidad de inducirle un daño térmico para el análisis microestructural y mecánico. Otro aspecto interesante en este apartado, es el uso de ensayos no destructivos aplicando la técnica de potencial termoeléctrico (PTE) como una evaluación rápida, sencilla y confiable de poder cuantificar el daño térmico en las piezas. Otra técnica complementaria aplicada para la evaluación de los tratamientos térmicos es la evaluación electroquímica en piezas tratadas térmicamente a una temperatura de 850 °C en medios agresivos y poder observar y correlacionar su comportamiento con la parte mecánica y microestructural.

Como segundo punto general, se describe el procedimiento para la obtención de señales digitalizadas en tiempo real de las variables de temperatura y corriente durante el proceso de soldadura, así como la preparación de junta y las variables operativas utilizadas para llevar a cabo las soldaduras, considerando además, la descripción del uso de un arreglo de bobina externa usada para generar una IEMBI con una intensidad de campo electromagnético de 3mT durante el proceso de soldadura.

Por último, se describe a detalle el procedimiento y uso de normas aplicadas para la obtención de la caracterización microestructural y mecánica tanto del MB como de las uniones soldadas.

3.1. Descripción de la aleación AL6XN[®].

El metal base que se utilizó para este proyecto fueron placas de 6.35 x 150 mm de acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®] (UNS N08367). De acuerdo a lo indicado en el certificado proporcionado por el proveedor (Anexo 1), el material fue rolo en caliente, con un posterior tratamiento térmico de recocido a 1107 °C para brindarle las propiedades microestructurales y mecánicas finales.

3.1.1. *Análisis Químico.*

El análisis químico de la cuantificación de elementos de aleación en el acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®] proporcionados por el proveedor ATI Allegheny Ludium se muestran en la Tabla 3.1 (Anexo 1), con el propósito de corroborar dichos valores, se enviaron muestras del material base al laboratorio especializado Durkee Testing Laboratories Inc. (Anexo 2).

Tabla 3.1. Composición química del acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®] (%peso).

AL6XN [®]	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo	Cu	N	Fe
Nominal (máx.)	0.03	2.00	1.00	0.030	0.040	22.00	25.50	7.00	0.75	0.25	---
(min.)	---	---	---	---	---	20.00	23.50	6.00	---	0.18	---
Proveedor	0.14	0.42	0.36	0.001	0.024	20.72	23.77	6.16	0.30	0.22	47.8
Durkee Inc.	0.03	0.33	0.40	0.001	0.012	20.78	24.09	6.12	0.55	0.22	Bal.

En base a los resultados proporcionados por el proveedor y los obtenidos por los laboratorios Durkee Inc., se logra corroborar y tener la certeza de que efectivamente los valores de elementos de aleación se encuentran dentro de los valores nominales para la aleación AL6XN[®] indicados en la norma ASTM A 240M-04 [56].

3.1.2. *Ensayos de tracción uniaxial.*

Como parte inicial de la caracterización mecánica del material base (MB) se ensayaron 3 probetas planas en sentido de laminación y 3 probetas planas en sentido transversal al conformado del material, las dimensiones y diseño se muestran en la Fig. 3.1, de acuerdo a lo establecido por la norma ASTM E8 en el apartado para especímenes de espesores pequeños menores a 6 mm [57]. La velocidad de desplazamiento del cabezal fue de 0.16 mm/s. Posterior al ensayo se realizó el análisis de fractura mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), de

una probeta ensayada en sentido longitudinal y otra probeta ensayada en sentido transversal con la finalidad de determinar el tipo de fractura y morfología, así como el posible inicio de falla.

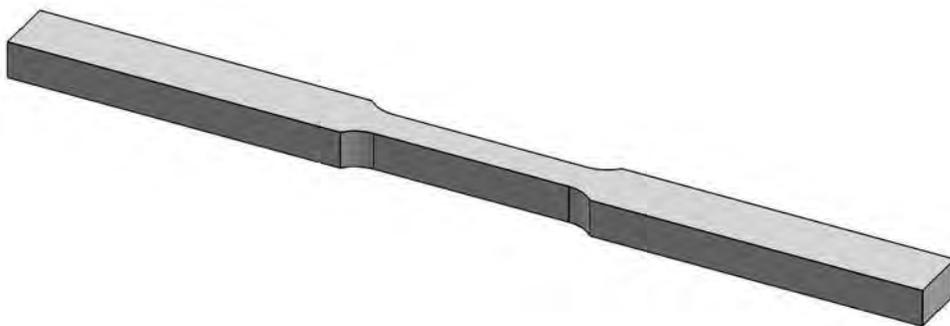
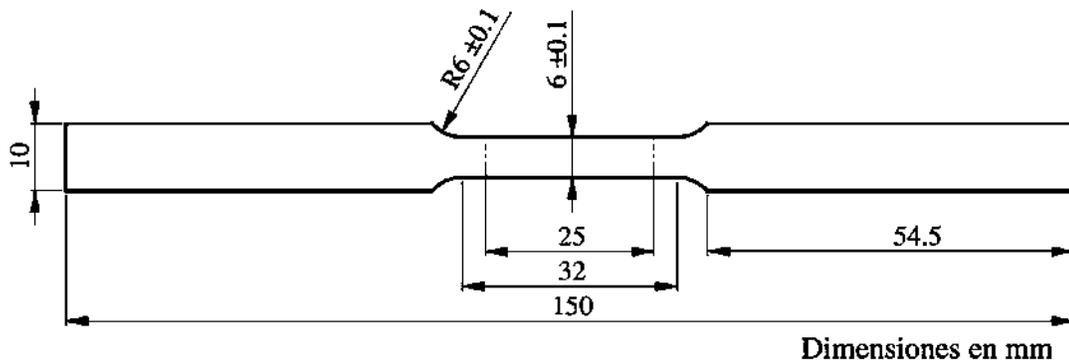


Figura 3.1. Diseño y dimensiones de probetas para ensayo de tracción en el MB de acuerdo a lo establecido por la norma ASTM E8 [57].

3.1.3. *Tratamientos térmicos de envejecido.*

La finalidad de los tratamientos térmicos de envejecido es provocar un daño térmico al MB, con el propósito de poder determinar el efecto que se produce al ser sometido a un cambio en su condición de equilibrio a elevadas temperaturas, y poder inducir una transformación en la microestructura en cuanto a tamaño de grano, precipitación de intermetálicos y/o segundas fases, para posteriormente correlacionarlo con los cambios en la microestructura, propiedades mecánicas y efecto sobre resistencia a la corrosión. Para ello, se cortaron probetas de la placa del MB de dimensiones de 30 x 30 x 6.35 mm, las cuales fueron sometidas a elevadas temperaturas entre 750 °C y 900 °C, variando los tiempos de permanencia entre 0 y 480 horas, y un posterior enfriamiento rápido en agua, como se muestra en el esquema del ciclo térmico de la Fig. 3.2.

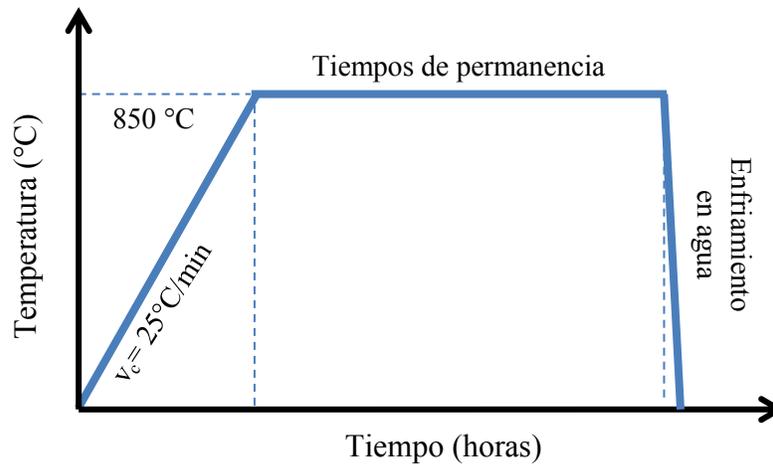


Figura 3.2. Esquema representativo del ciclo térmico utilizado para el tratamiento térmico de envejecido en un rango de temperatura de 750 °C a 850 °C y diferentes tiempos de permanencia (0.5h hasta 480h).

3.1.4. *Caracterización microestructural.*

Posterior al tratamiento térmico, se realizó una preparación metalográfica para observar la microestructura resultante. Se comenzó con un electropulido utilizando una solución de ácido perclórico al 10% por un tiempo aproximado de 60 segundos y un voltaje de 12V, seguido de un electroataque en una solución modificada a la utilizada por Fosca y colaboradores [58], a base de una mezcla de sales y ácido ($0.3\text{g K}_2\text{S}_2\text{O}_5 + 7.5\text{mL HCl} + 50\text{mL H}_2\text{O QP}$) a 4V y un tiempo de 30 a 60 segundos para el revelado de la bordes de grano y precipitados. Después de ser atacadas las muestras, se analizaron por microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB), con la finalidad de obtener imágenes digitalizadas de la microestructura y detalles del tipo de precipitados y/o segundas fases. Adicionalmente se realizaron mediciones de tamaño de grano y cuantificación de fases utilizando un software comercial.

3.1.5. *Mediciones de dureza.*

Se realizó el ensayo de dureza Rockwell en la escala “B” acorde a lo indicado por la norma ASTM E18-15 [59], utilizando un equipo Mitutoyo ATK-600, con la finalidad de obtener el comportamiento de la dureza conforme se incrementa el tiempo de permanencia en las diferentes condiciones de temperatura utilizadas; se obtuvieron 10 improntas por cada muestra con un indentador de bola de 1/16 de pulgada y una carga de 100 kg por un tiempo de aplicación de 10s.

3.1.6. Mediciones de potencial termoeléctrico (PTE).

Para evaluar de manera cualitativa y rápida el efecto producido por los tratamientos térmicos de envejecido en el acero inoxidable AL6XN[®] a los diferentes tiempos de permanencia, se utilizó la técnica no destructiva basada en el efecto Seebeck de medición de potencial termoeléctrico por la generación de un microvoltaje debido a una diferencia de temperaturas entre los 2 electrodos de referencia, punta de oro (punta caliente, Th) y punta de cobre (punta fría, Tc); por lo cual el flujo de electrones es del sitio caliente hacia el sitio frío [60], generando así una diferencia de potencial, la pieza a estudiar es el medio que complementa el circuito para generar una diferencia de voltaje, tal como se muestra en la Fig. 3.3. Lo anterior puede ser expresado matemáticamente en la expresión 3.3:

$$V = \int_{T_c}^{T_h} [S_s(T) - S_r(T)] dT = \int_{T_c}^{T_h} [S_{sr}(T)] dT \quad (3.3)$$

De donde T es la temperatura, S_s y S_r son el PTE absoluto del espécimen y el electrodo de referencia, respectivamente; S_{sr} se considera el PTE relativo del espécimen con respecto al PTE del electrodo de referencia [61]. Las mediciones con el equipo ThermoSorter modelo ATS-6044T (Walker Scientific, Inc.) son lecturas relativas, para traducir dichos resultados a medidas absolutas se considera la regresión lineal obtenida en la calibración del equipo (ver Fig. 3.4 y ec. 3.4), en base a valores de coeficientes de Seebeck ($\mu\text{V}/^\circ\text{C}$) ya conocidos de algunos materiales como es el caso de alumel, chromel, Ti-6Al-4V y cobre.

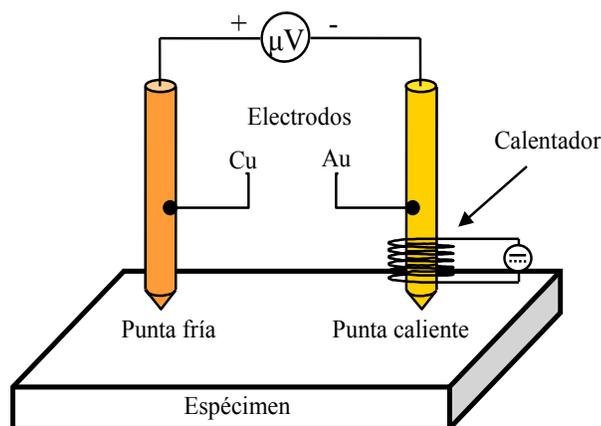


Figura 3. 3. Esquema representativo del arreglo utilizado para obtener las mediciones de potencial termoeléctrico relativo.

La ecuación final de calibración obtenida para el cambio de mediciones relativas leídas directamente del equipo al PTE es la siguiente:

$$\text{PTE } (\mu\text{V}/^\circ\text{C}) = -0.0689 * (\text{mediciones relativas } \mu\text{V}) + 2.6072 \quad (3.4)$$

Se realizaron 25 lecturas por cada condición de las diferentes etapas de los tratamientos térmicos de envejecido para poder obtener el comportamiento termoeléctrico en función al tiempo de permanencia y sus cambios microestructurales por efecto de refinamiento de grano y/o precipitación de segundas fases en la matriz austenítica.

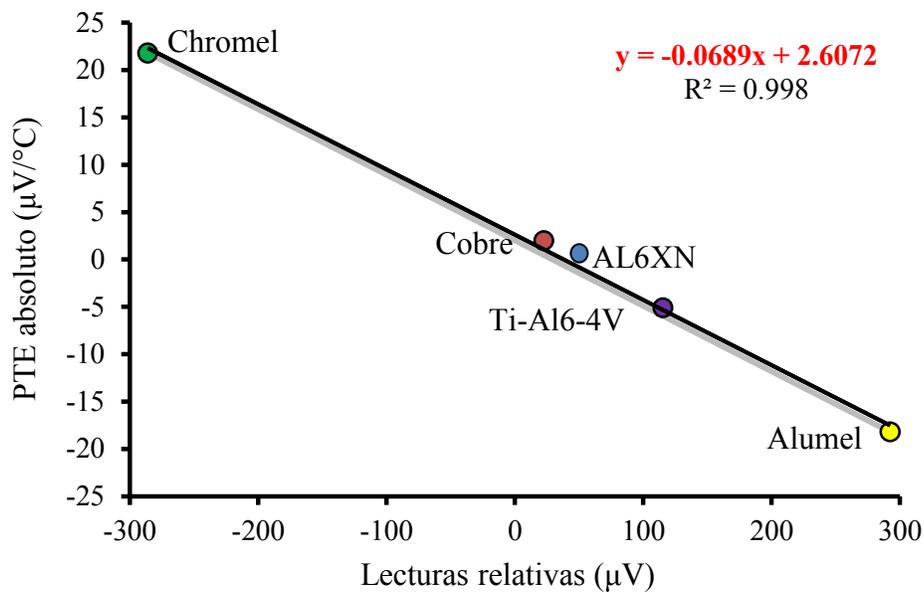


Figura 3.4. Ajuste lineal para calibración del equipo ThermoSorter modelo ATS-6044T con punta de oro en alta sensibilidad.

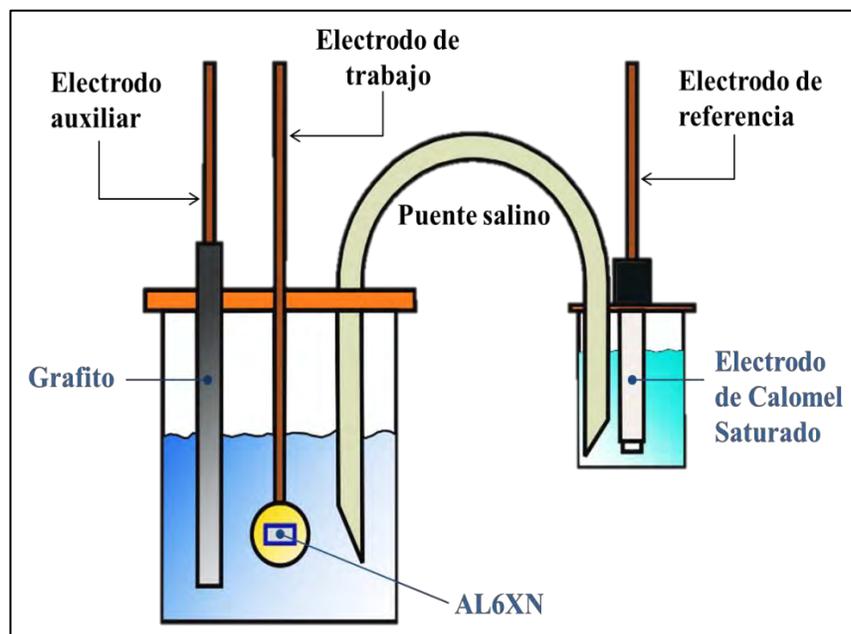
3.1.7. Pruebas electroquímicas en piezas envejecidas a una temperatura de 850 °C.

Para evaluar el comportamiento electroquímico del MB en condición de llegada y con tratamiento térmico de envejecido a 850 °C durante diferentes tiempos de permanencia entre 0.5 a 480 horas (ver Tabla 3.2) se utilizaron ensayos electroquímicos para determinar la resistencia a la corrosión intergranular (MB marcado como G y especimen con tratamiento térmico a 850 °C durante 20 días marcada como S) y resistencia a la corrosión por picaduras en las muestras marcadas como G, I, N, Q y S, correspondientes a diferentes tiempos de permanencia.

Tabla 3.2. Marca de piezas y tiempos de tratamiento térmico de envejecido a 850°C.

AL6XN [®]	G	J	K	I	L	M	N	O	P	Q	H	R	S
Tiempo (h)	0	0.5	1	3	6	12	24	48	72	120	144	240	480

A las muestras se les conectó un alambre de cobre en la cara posterior a la cara de trabajo y se embebieron en resina epóxica, posteriormente se desbastaron con papel de carburo de silicio hasta una granulometría de 1200, se desengrasaron con acetona y se secaron. Las pruebas electroquímicas se realizaron utilizando una celda convencional de 3 electrodos (ver Fig. 3.5): la superficie de las muestras embebidas fungió como electrodo de trabajo, una barra de grafito como electrodo auxiliar y un electrodo de calomel saturado (ECS) como electrodo de referencia. El equipo que se utilizó para las pruebas fue un Potenciostato/Galvanostato Solartron Analytical 1280C controlado por un software comercial en una PC.

**Figura 3.5.** Esquema del arreglo experimental para pruebas de resistencia a la corrosión en una celda electroquímica convencional.

3.1.7.1. Reactivación electroquímica potencio-cinética de doble ciclo (REP-DC).

Para evaluar la resistencia a la corrosión intergranular, se mide el grado de sensibilización (GDS); en la cual se calcula la relación I_r/I_a , donde I_r es el pico máximo en la corriente anódica de la reactivación, mientras que I_a es el pico máximo en la corriente anódica de activación [62].

Las condiciones experimentales se muestran en la Tabla 3.3, la polarización potenciodinámica se llevó a cabo desde el potencial de circuito abierto hasta 600mV vs ECS a una velocidad de barrido de 1 mV/S a temperatura ambiente.

Tabla 3.3. Condiciones experimentales de la prueba REP-DC para el MB.

Electrolito	Composición Química	Velocidad de barrido (mV/S)
1	1M H ₂ SO ₄ + 0.01M KSCN	1
2	1M H ₂ SO ₄ + 0.5M HCl	1
3	1M H ₂ SO ₄ + 0.5M HCl + 0.02M KSCN	1
4	1M H ₂ SO ₄ + 0.5M HCl + 0.05M KSCN	1

3.1.7.2. Polarización potenciodinámica.

Para determinar la resistencia a la corrosión localizada por picadura (RCP) se utilizó la técnica de polarización potenciodinámica en un electrolito de 1M NaCl a una temperatura de 40 °C y aplicando una polarización potenciodinámica en dirección anódica a una velocidad de 1.6667 mV/S en un rango de potencial de -600mV vs circuito abierto hasta 1200 mV vs ECS.

3.2. Instrumentación y digitalización de señales obtenidas de los diferentes sensores.

En esta sección se iniciará tratando el tema de los sensores instalados para obtener señales digitalizadas de temperatura, intensidad de corriente y desplazamiento del cabezal en tiempo real durante el proceso de soldadura.

3.2.1. Medición de temperatura.

Para la medición de temperatura en las placas a unir durante el proceso de soldadura, se maquinó un par de placas con una serie de barrenos con un diámetro aproximado de 3.175 mm para alojar 6 termopares tipo K, el esquema y ubicación se muestra en la figura 3.6. El orden de los termopares se muestra en la Fig. 3.7a, así como su montaje en la superficie inferior de la placa de material AL6XN[®], para ello se utilizó silicona resistente a elevadas temperaturas y posterior al fraguado, se aplicó una espuma especial contra fuego, como medida adicional de protección para los termopares y del cableado hacia la tarjeta DAQ.

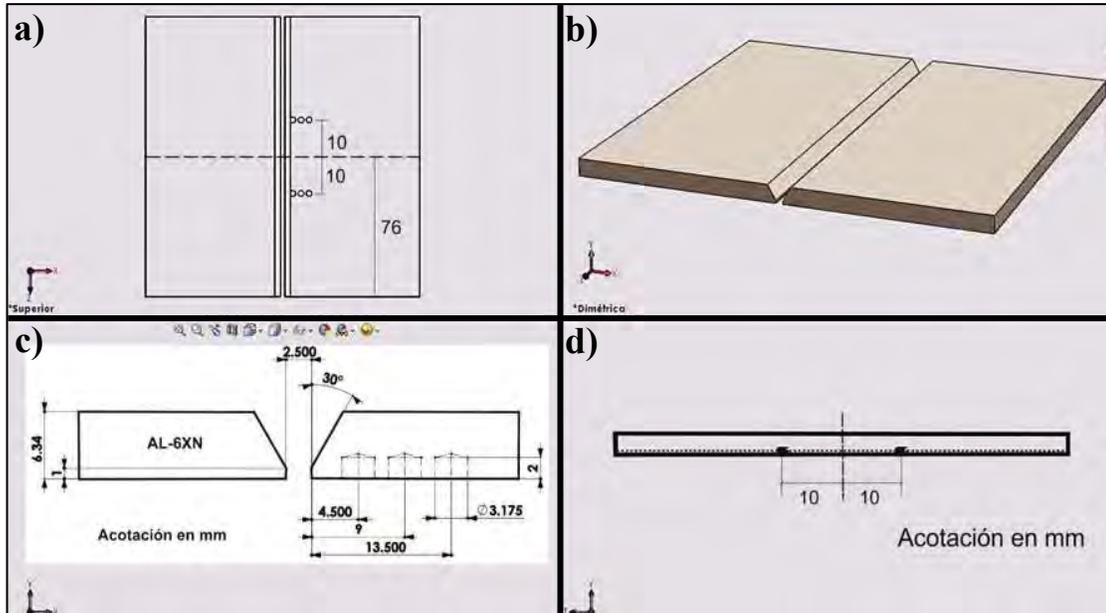


Figura 3.6. Ubicación de termopares en las placas a soldar: a) vista superior de placas; b) isométrico de la junta a soldar; c) distancia de los 3 niveles de termopares y d) vista lateral de la placa barrenada.

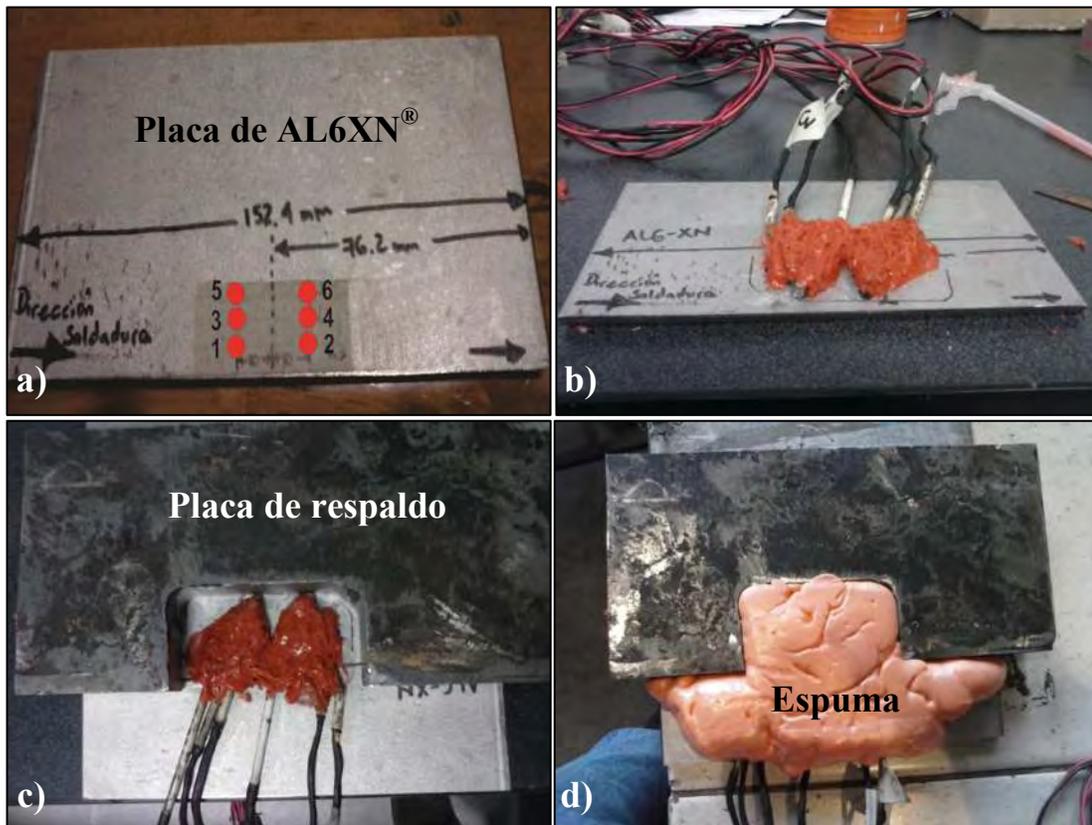


Figura 3.7. Montaje de termopares: a) orientación de los 6 termopares en la placa AL6XN[®]; b y c) sujeción de termopares a la placa con silicona para elevadas temperaturas y d) arreglo final con espuma de protección.

3.2.2. Medición de intensidad de corriente.

La medición de intensidad de corriente se llevó a cabo con un sensor de efecto Hall de la marca OMEGA modelo HHM76. La salida del sensor es en mV y el rango de operación del transductor va de 0 a 1500 amperios de CD. La relación de voltaje con respecto a la intensidad de corriente es de $1\text{mV}=1\text{A}$. El sensor se ubicó en la salida del polo positivo de la máquina de soldar, tal como se muestra en la Fig. 3.8.



Figura 3.8. Ubicación de sensor de intensidad de corriente durante el proceso de soldadura.

3.2.3. Medición del desplazamiento del cabezal.

La medición del desplazamiento del cabezal, el cual desplaza la fuente térmica, se llevó a cabo con un sensor de desplazamiento de cable rígido, de la marca Micro-EPSILON modelo WDS-5000-P115 con un rango de medición de 5000 mm, la relación de voltaje con respecto al desplazamiento en mm es $2\text{mV}=1\text{mm}$. El sensor se ubicó a un costado del motor del cabezal que desplaza la torcha del proceso GMAW (ver Fig. 3.9), por lo cual las mediciones que se realizaron fueron mediciones relativas a partir del punto de inicio del arco eléctrico.

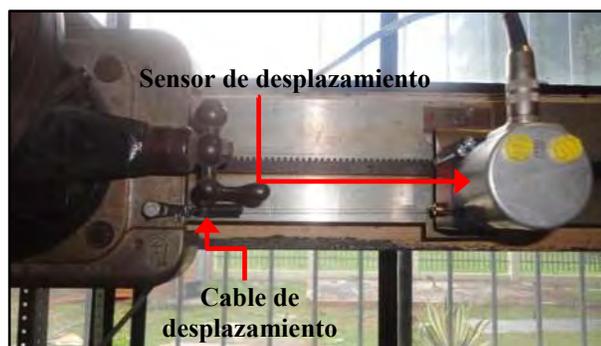


Figura 3.9. Ubicación de sensor de desplazamiento del cabezal durante el proceso de soldadura.

3.2.4. *Dispositivo de corto circuito para identificar inicio y fin del cordón de soldadura durante el arco eléctrico estabilizado.*

Adicionalmente se implementó un dispositivo para poder identificar el inicio de la medición de ambos sensores durante el proceso de soldadura, después de que el arco eléctrico había sido estabilizado por medio de extensiones en las placas a soldar. Este dispositivo está compuesto por un par de laminas de cobre ubicadas en los costados al inicio y al final de las placas a soldar, y se colocó un serpentín de cobre en el tubo difusor de la torcha para soldar (ver Fig. 3.10). Las laminas de inicio y fin, en las placas a soldar, se conectaron al negativo de una fuente de potencial constante de 1.5 Vcc, mientras que el serpentín localizado en el difusor de la pistola, se conectó al positivo de la misma fuente. A su vez, la fuente de voltaje se conectó al canal 3 de la tarjeta de adquisición de datos, de tal manera que el voltaje medido es de 1.5 Vcc, hasta que el serpentín toca alguna de las placas y genera un corto circuito a 0 Vcc, indicando así el inicio y fin de las mediciones consideradas dentro del arco eléctrico estable.



Figura 3.10. Arreglo del dispositivo para inicio y fin de mediciones de sensores durante el arco eléctrico estable.

3.2.5. *Digitalización de señales de temperatura, corriente y desplazamiento del cabezal.*

En lo que respecta a la digitalización de las señales registradas para medir temperatura, se utilizó una tarjeta de adquisición de datos, DAQ NI-9213, con conexión de puerto USB, 16 canales diferenciales y un convertidor de analógico a digital de 24 bits y una rapidez máxima de 1200 lecturas por segundo para un solo canal, es decir, 75 muestras por segundo por canal. Las señales de intensidad de corriente, desplazamiento de cabezal, y adicionalmente el dispositivo utilizado para medir inicio y fin de cordón de soldadura durante el arco estable, se digitalizaron por medio de una tarjeta de adquisición de datos, DAQ NI-6008, con conexión de puerto USB;

se estableció una velocidad de muestreo de 50 lecturas/segundo (conversión de analógico a digital de 50Hz). Para la fase de adquisición de datos de todas las señales en conjunto, se utilizó un programa elaborado en lenguaje de programación gráfico G (ver Fig. 3.11), en el software LabView™ 11.

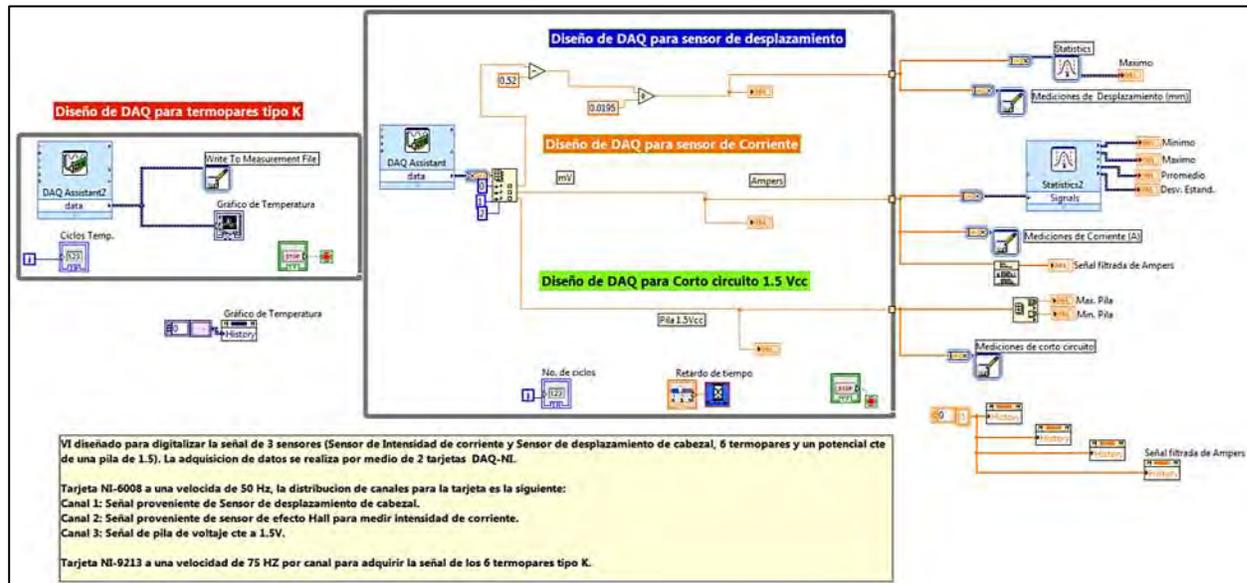


Figura 3.11. Diagrama de bloques del programa realizado en LabView™ para la digitalización de las señales recibidas de los sensores durante el proceso de soldadura.

3.3. Material y proceso de soldadura.

En este apartado se describen los materiales utilizados para llevar a cabo la soldadura de placas de la aleación AL6XN[®], así como del diseño y preparación de junta, variables operativas y el arreglo de bobina externa utilizado para generar una intensidad de flujo electromagnético de 3mT y poder propiciar una IEMBI durante el proceso de soldadura.

3.3.1 Material.

La composición química de la aleación del MB (Anexo 2) y el metal de aporte (AWS ER NiCrMo-3, 1.2 mm de diámetro) se muestran en la Tabla 3.4. Se utilizaron placas con dimensiones de 6.35 x 70 x 150 mm de la aleación de acero inoxidable AL6XN[®] rolado en caliente y con un posterior tratamiento térmico de recocido en condición de llegada (ver Fig. 3.12), la cual presenta granos austeníticos equiaxiados con un tamaño de grano promedio de

55±25 µm en la sección a través del espesor del material y una marcada presencia de maclas transgranulares.

Tabla 3.4. Composición química del MB y el electrodo ER-NiCrMo-3 (%peso).

Aleación	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo	Cu	N	Nb	Ti	Fe
AL6XN [®]	0.03	0.33	0.40	0.001	0.012	20.78	24.09	6.12	0.55	0.22	-	-	Bal.
NiCrMo-3	0.01	0.05	0.05	0.003	0.006	22.06	64.38	8.92	0.013	-	3.6	0.4	Bal.

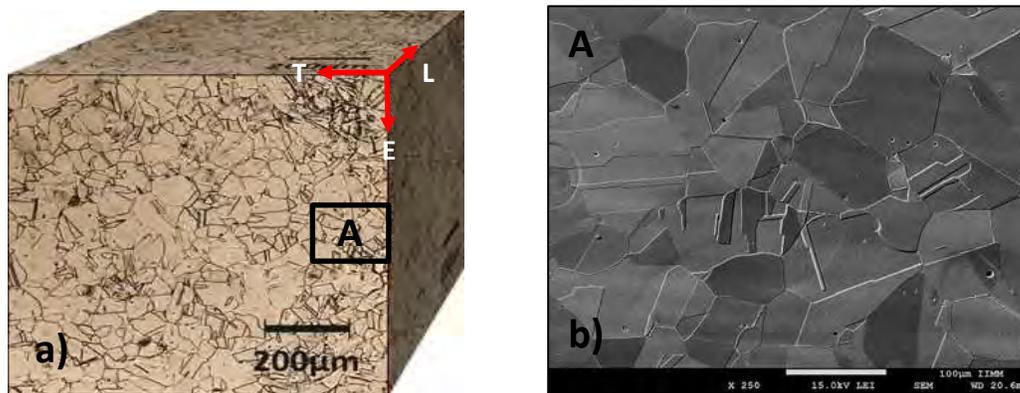


Figura 3.12. a) Micrografía del material base AL6XN[®], L- paralelo a la dirección de rolado, T- transversal a la dirección de rolado, E- dirección a través del espesor y b) micrografía por MEB de la zona marcada como “A” a 250x.

3.3.2. *Proceso de soldadura.*

Para la unión de las placas se utilizó un proceso semiautomático de soldadura por arco eléctrico, gas de protección y material de aporte consumible (GMAW, por sus siglas en inglés).

3.3.2.1. *Diseño de junta y variables operativas.*

La preparación de la junta a soldar fue en simple V como se muestra en la Fig. 3.13 debido a que este tipo de diseño se recomienda para soldadura en materiales base con espesores de 5 a 15 mm, de acuerdo a las recomendaciones que marca la especificación AWS B2.1 [63], para el diseño de junta. La máquina utilizada para soldar tiene una capacidad de 300A, voltaje a circuito abierto de 50V y rangos de trabajo entre 0 y 40V y una eficiencia aproximada de 75%. Se utilizó corriente directa y electrodo positivo (CDEP), una intensidad de corriente de 241A y un voltaje de 30.5V,

el metal de aporte fue un electrodo de alto contenido de níquel y cromo (ER-NiCrMo3) con un diámetro de 1.2 mm, el cual fue alimentado a 156 mms^{-1} con un desplazamiento de cabezal de 4.0 mms^{-1} . El gas de protección fue una mezcla $97\% \text{Ar} + 3\% \text{N}_2$ y un flujo constante de 16.5 L/min, la separación del tubo difusor con respecto a la pieza de trabajo fue de 10 mm. La soldadura se realizó en una sola pasada, para el cálculo del aporte térmico se utilizó la fórmula de la expresión 3.5 [64, 65]:

$$HI = \eta \frac{V \cdot A}{v} \quad (3.5)$$

Dónde:

HI = Aporte térmico (J/mm).

η = Eficiencia del proceso de soldadura.

V = Voltaje (V).

A = Intensidad de corriente (A).

v = Velocidad de avance de soldadura (mm/s).

Dado que para cada proceso de soldadura se considera una eficiencia en específico, en el caso del proceso GMAW se considera de un 70 a 90% de eficiencia [65-67], para lo cual se ha considerado una eficiencia promedio del 75% para el cálculo estimado del aporte térmico.

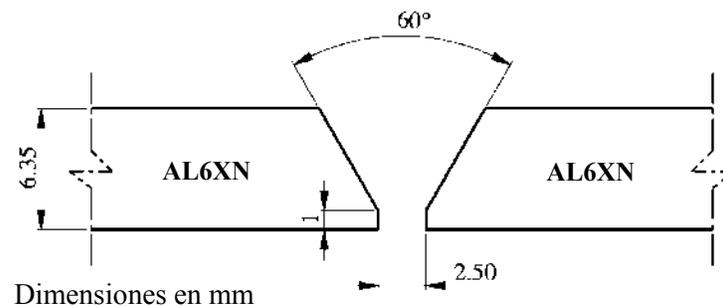


Figura 3.13. Diseño de junta con ranura en simple “V”, modificado de [63].

3.3.2.1. Aplicación de campos electromagnéticos externos durante el proceso de soldadura.

Los campos electromagnéticos externos durante el proceso de soldadura, se aplicaron de forma axial mediante el uso de una bobina externa que se ubicó alrededor de la junta a soldar, paralela a la torcha y en la dirección de avance, como se ilustra en las Figs. 3.14 y 3.15.

El campo electromagnético de la bobina externa se generó al hacer fluir corriente proveniente de una fuente de poder de amperaje variable marca PARKER[®] modelo DA-1500. La intensidad de flujo magnético fue ajustada a una intensidad de 3mT al interior de la bobina, se midió utilizando un gaussímetro digital portátil de la marca FW BELL y modelo SP-5100.

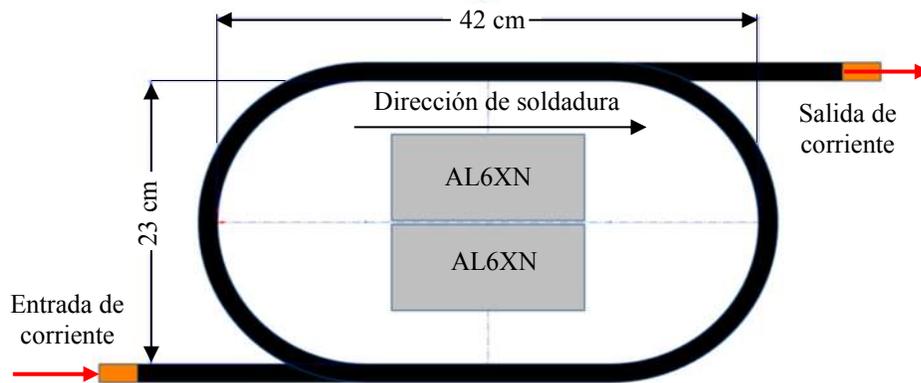


Figura 3.14. Esquema representativo del arreglo y dimensiones de la bobina externa utilizada.

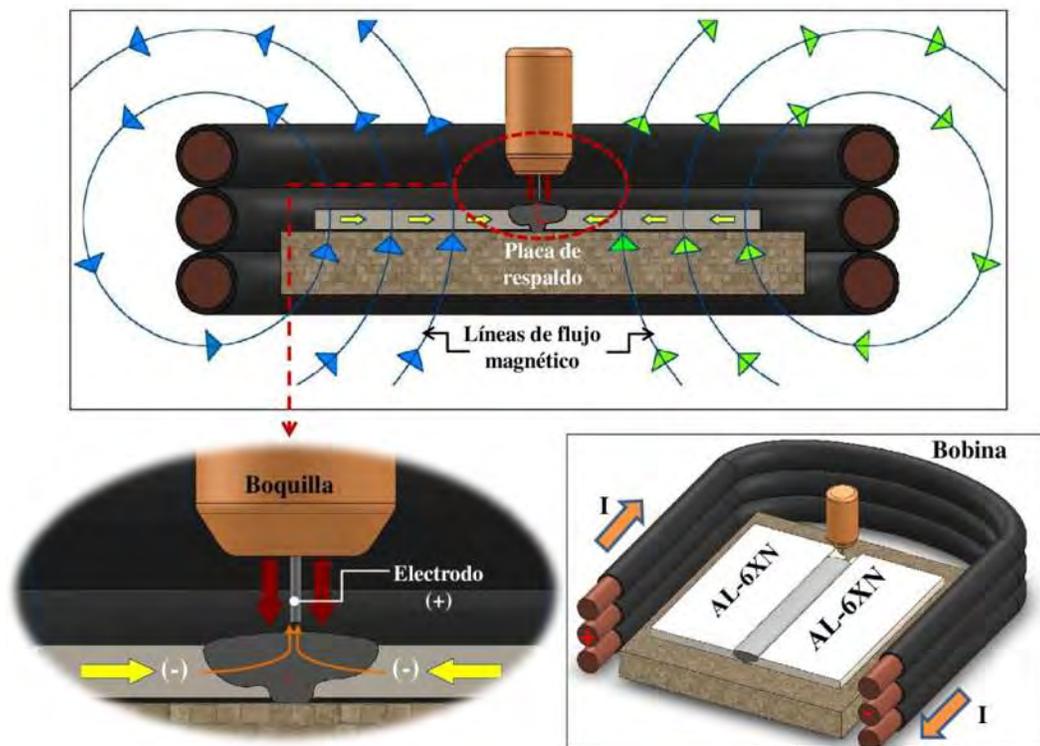


Figura 3.15. Esquema del arreglo experimental para el proceso de soldadura: a) líneas de campo magnético externo; b) arco eléctrico generado entre el electrodo y la pieza de trabajo con polaridad inversa (DCEP) y c) bobina externa y dirección de flujo de corriente (I).

3.3.3. Seccionamiento de placa soldada para los diferentes ensayos de caracterización.

De las placas soldadas con y sin IEMBI, se cortaron como se muestra en la Fig. 3.16 para las diferentes pruebas mecánicas y microestructurales realizadas para la caracterización y evaluación de la unión soldada de acuerdo a lo indicado en la Tabla 3.5. Se consideran los cortes al inicio y fin del cordón de soldadura como probetas descartadas por contener posibles defectos de soldadura, por lo cual solo se tomaron las probetas de 17 mm de ancho para ensayos de tracción y comportamiento a fatiga, para caracterización microestructural y perfiles de microdureza se cortaron probetas de 12 mm de ancho.

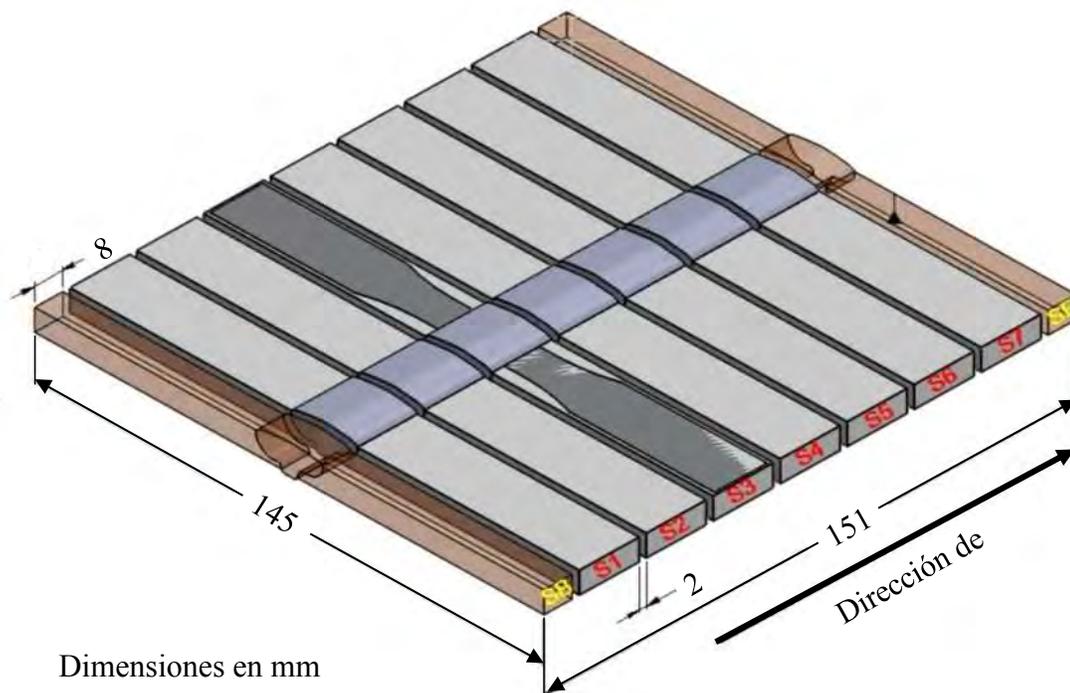


Figura 3.16. Esquema de distribución y seccionamiento de las diferentes probetas utilizadas para la caracterización mecánica y microestructural de la unión soldada.

Tabla 3.5. Distribución de las probetas seccionadas de las placas soldadas para los diferentes ensayos mecánicos y microestructurales.

Probeta	Tipo de ensayo y/o caracterización
SB y SE	Se descartan
S4	MO, MEB, microdureza Vickers
S3 y S5	Tracción uniaxial
S1, S2, S6 y S7	Comportamiento a la fatiga

3.4. Caracterización microestructural de la union soldada.

Posterior al proceso de soldadura, se cortó una probeta transversal al cordón de soldadura de dimensiones 1.7 cm de ancho x 5cm de largo para preparación metalográfica convencional y evaluación de las características microestructurales mediante microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB) de la unión soldada en sus principales zonas: metal de soldadura (MS), zona fundida no mezclada (ZFNM), zona parcialmente fundida (ZPF) y zona afectada térmicamente (ZAT). Las muestras se desbastaron con lijas de carburo de silicio de diferentes granulometrías en el orden siguiente: 400, 600, 1000, 1200, 1500 y 2000; posteriormente se pulieron acabado espejo utilizando pasta de diamante de los grados: 6 μ m, 3 μ m y 1 μ m. Para revelar la microestructura se utilizó un ataque químico con el reactivo denominado Aqua-regia (7.5 mL de HCl, 2.5 mL de HNO₃) [68], mediante la técnica de revelado por inmersión con movimiento oscilante de la solución en contacto con la superficie pulida y expuesta por un tiempo aproximado de 75 segundos para el revelado de la microestructura y posterior análisis por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido en las diferentes zonas de interés para ambas condiciones, con y sin IEMBI durante el proceso de soldadura.

3.4.1. Microscopía óptica.

Se obtuvieron imágenes digitales a diferentes magnificaciones en las diferentes zonas de interés de la union soldada, para observar y obtener la microestructura y tipo de solidificación, así como detalles de morfología en el MS y las zonas de transición entre el MS y la ZAT, y de los cambios en microestructura obtenidos en la estado sólido en la ZAT por el efecto de ciclos térmicos de la soldadura durante el enfriamiento y el efecto producido por la IEMBI.

3.4.2. Microscopía electrónica de barrido.

Esta técnica de caracterización microestructural se utilizó para observar la microestructura de las diferentes zonas de la unión soldada en modo de electrones secundarios. El análisis consistió en realizar microanálisis químicos puntuales mediante espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS, por sus siglas en inglés), mapeos elementales, barridos lineales elementales, composición química de las diferentes fases y compuestos intermetálicos presentes en la unión soldada, además de presentar imágenes digitalizadas de la morfología y tipo de solidificación

obtenida como resultado de la solidificación del MS, ZFNM, ZPF y ZAT, en condición con y sin IEMBI.

3.5. Caracterización mecánica de la unión soldada.

La caracterización mecánica de la unión soldada se realizó con el apoyo de la práctica de los siguientes ensayos mecánicos:

- a) Perfiles de microdureza Vickers.
- b) Ensayo de tracción uniaxial.
- c) Comportamiento a la fatiga.

Los resultados de los ensayos mecánicos se correlacionan con la caracterización microestructural para completar un análisis global del comportamiento de la unión soldada con y sin aplicación de IEMBI durante el proceso de soldadura.

3.5.1. *Perfiles de microdureza Vickers.*

La evaluación de microdureza de la unión soldada con y sin aplicación de IEMBI durante el proceso de soldadura se realizó de acuerdo a lo establecido en la norma ASTM E384-06 [69], se cortó una probeta transversal al cordón de soldadura de dimensiones 1.7 cm de ancho x 5 cm de largo. Se utilizó un equipo Shimadzu de carga automática (serie HMV-2), utilizando un indentador de diamante piramidal Vickers con ángulo de cara opuesta de 136° , aplicando 100 gramos de carga durante 10 segundos y una distancia entre indentaciones de $400\ \mu\text{m}$ para obtener los perfiles de microdureza en 3 niveles de barrido a través del espesor de la probeta (N1 a $0.25t$, N2 a $0.5t$ y N3 a $0.75t$; donde “ t ” es el espesor del MB), como se ilustra en la Fig. 3.17.

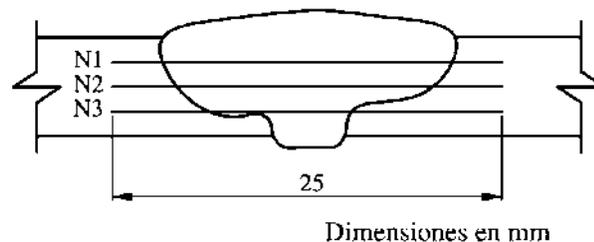


Figura 3.17. Esquema de los diferentes niveles de barrido para obtener los perfiles de microdureza Vickers en la unión soldada.

3.5.2. Ensayos de tracción uniaxial.

Se realizaron ensayos de tracción uniaxial en probetas de la unión soldada con y sin aplicación de IEMBI durante el proceso de soldadura, de acuerdo a lo que indica la norma ASTM E8M [57], en el apartado para especímenes planos de espesores menores a $\frac{1}{4}$ de pulgada de espesor. El diseño y dimensiones de los especímenes de la unión soldada para evaluar el comportamiento a la tensión de la sección transversal a la dirección de soldadura se muestra en la Fig. 3.18. La velocidad de desplazamiento del cabezal fue de 0.16 mm/s.

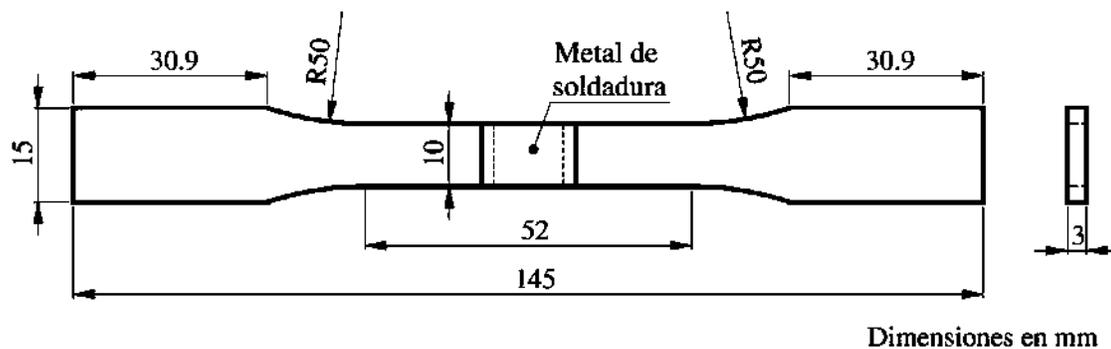


Figura 3.18. Diseño de probetas planas rectangulares de la unión soldada para ensayos de tracción de acuerdo a lo indicado por la ASTM E8M [57].

3.5.3. Comportamiento a la fatiga.

El diseño y dimensiones de los especímenes de la unión soldada para evaluar el comportamiento a la fatiga de la sección transversal a la dirección de soldadura (ver Fig. 3.19), se diseñaron de acuerdo a lo que indica la norma ASTM E-466, AWS B4 y las recomendaciones del código británico para diseño y evaluación de ensayos de fatiga en componentes soldados [70, 71]. El espesor de las probetas fue de 3mm. Antes de realizar los ensayos, las probetas fueron lijadas usando papel abrasivo de carburo de silicio de granulometría entre 400 y 1500 en el sentido de la dirección de carga. Los ensayos de fatiga fueron obtenidos usando una máquina servo hidráulica MTS-312.21 con capacidad de 100 kN y equipada con un sistema de control de carga Shimadzu 4830, las condiciones de operación fueron:

- en aire a temperatura ambiente
- frecuencia de 20 Hz
- tipo de onda senoidal
- cociente entre esfuerzo mínimo y máximo $R=0.1$

La amplitud de esfuerzo ($\Delta\sigma/2$) a carga constante uniaxial se evaluó en un rango entre 135 y 170 MPa.

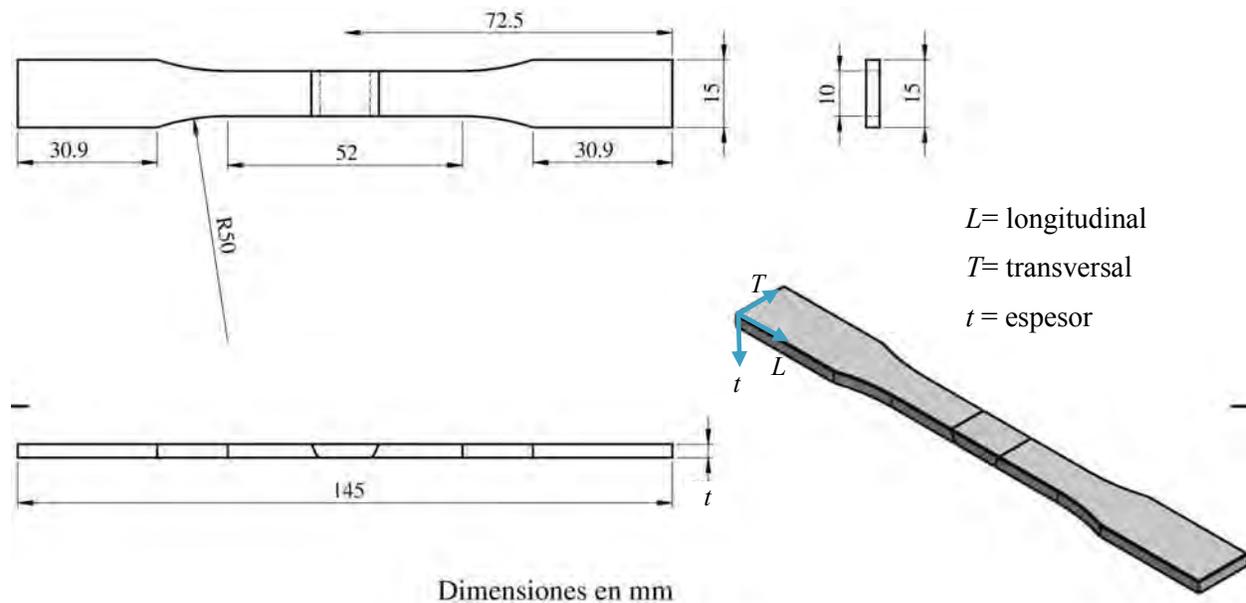


Figura 3.19. Dimensiones de especímenes para evaluar el comportamiento a la fatiga de uniones soldadas de acuerdo a lo indicado por la norma ASTM E-466 [70].

3.5.4 Estudio de fractografía.

Una vez que se realizaron los ensayos de tensión y comportamiento a la fatiga de la unión soldada con y sin la aplicación de IEMBI, se seleccionó una probeta representativa para cada condición de los ensayos, con el objeto de analizar las características de las fracturas. Este estudio de fractura se realizó en el microscopio electrónico de barrido (MEB), se tomaron imágenes a diferentes aumentos y se realizaron análisis químicos puntuales en algunas zonas de interés. Las probetas no requirieron preparación especial, solo se cortaron a 1.2 cm de longitud tomando como referencia el pico más elevado de la fractura hacia la base de la probeta, y teniendo especial cuidado de no contaminar ni dañar la superficie de la fractura.



CAPÍTULO 4

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

CAPÍTULO 4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

En el presente capítulo se presentan el análisis y discusión de resultados obtenidos de las diferentes técnicas realizadas de caracterización microestructural y mecánica, tanto del acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®], como de la unión soldada con y sin aplicación de IEMBI con una intensidad de flujo magnético de 3mT durante el proceso de soldadura, de acuerdo a lo indicado en la secuencia descrita en la sección de procedimiento experimental.

4.1. Descripción de la aleación AL6XN[®].

La microestructura en condición de llegada del acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®] (UNS N08367), de acuerdo al historial de fabricación indicado en el certificado proporcionado por el proveedor (Anexo 2), el material fue rolado en caliente, con un posterior tratamiento térmico de recocido a 1107 °C, presenta una fase austenítica (fcc) conformada de granos equiaxiados con un tamaño de grano promedio de $75 \pm 25 \mu\text{m}$ en la cara superior del laminado, mientras que el tamaño de grano promedio a través del espesor es de $55 \pm 20 \mu\text{m}$, la aleación presenta una marcada presencia de maclas transgranulares como se observa en la Fig. 4.1. Es importante resaltar la presencia de pequeños precipitados de nitruros de titanio (tamaño aproximadamente de $2\mu\text{m}$) al interior de la matriz austenítica, tal como se observa en la Fig. 4.1b, esto debido a la adición de elementos de transición en el MB como lo es el titanio, vanadio y molibdeno, con la finalidad de usarlos como elementos estabilizadores para prevenir la precipitación de carburos ricos en Cr. El titanio permite la formación de soluciones sólidas con el C y el N, formando TiN y TiC, las cuales son fases de alta dureza, resistentes al desgaste, elevado punto de fusión y una aceptable resistencia a la corrosión [72].

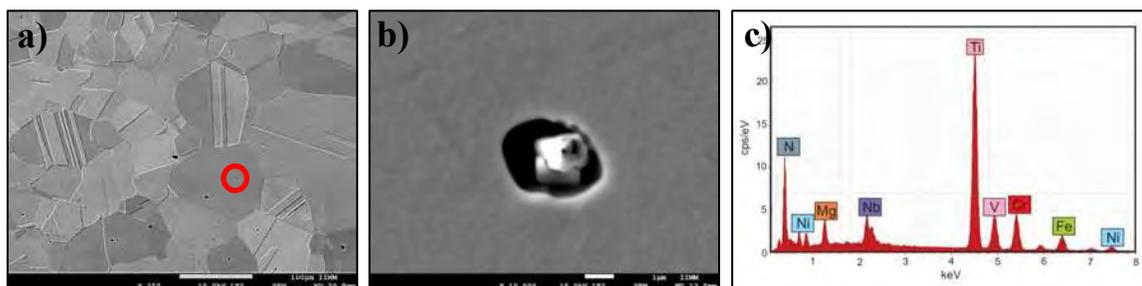


Figura 4.1. Micrografías del MB por MEB: a) como fue recibido; b) nitruro de titanio y c) espectro de microanálisis químico del precipitado indicado en la Fig. 4.1b.

4.1.1. Ensayo de resistencia a la tracción.

La Tabla 4.1 muestra el promedio obtenido de la resistencia a la tracción de las 3 probetas ensayadas del MB en ambas direcciones, en sentido longitudinal y transversal al laminado, y los reportados por el fabricante (Anexo 1). Observando los resultados es posible ratificar que la resistencia mecánica del MB es muy similar en ambas direcciones (ver **Fig. 4.2**), lo cual ratifica que el material no presenta anisotropía.

Tabla 4.1. Comparación de los resultados obtenidos del ensayo de tracción para el MB y los reportados por el fabricante.

Identificación	Esfuerzo de cedencia al 0.2% (MPa)	Esfuerzo de tracción (MPa)	% de deformación
Fabricante	421	752	50
AL6XN LD	413 ± 15	749 ± 7	53 ± 2
AL6XN TD	424 ± 4	756 ± 2	54 ± 1

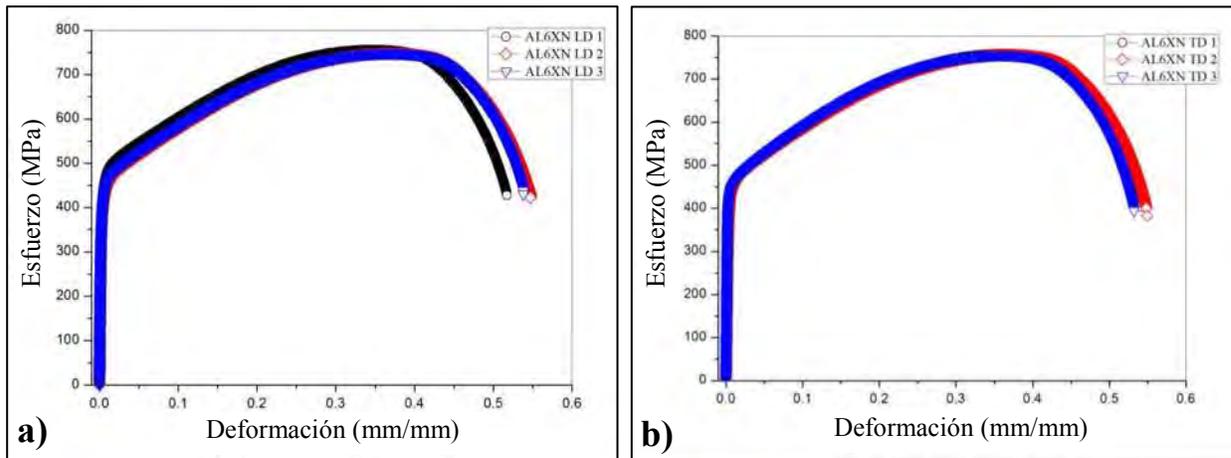


Figura 4.2. Curvas de esfuerzo vs deformación del MB en: a) sentido longitudinal y b) sentido transversal a la laminación.

El análisis de fractura se realizó por MEB, la Fig. 4.3a muestra una macrografía posterior al ensayo de tracción de la probeta del MB en el sentido de laminación, se observa que el tipo de fractura fue predominantemente dúctil con una morfología del tipo “copa - cono”, la formación del cuello produce un estado triaxial de esfuerzos en el centro del espécimen, el cual promueve la nucleación y crecimiento de micro-huecos asociado a esfuerzos que causan la separación del metal en los bordes de grano o en las interfases entre el metal e inclusiones, como también a la

estricción de la matriz. Conforme aumenta el esfuerzo local, los micro-huecos crecen y se agrupan formando cavidades mayores. Finalmente, el área de contacto metal-metal es demasiado pequeña para soportar la carga y ocurre la fractura [73]. La deformación por deslizamiento se produce en bandas de deformación debidas a esfuerzos cortantes máximos a un ángulo de 45° en relación con el esfuerzo de tensión aplicado [24]. En la Fig. 4.3b se observan los detalles de las fracturas del ensayo de tracción, la fracturas muestran la presencia de algunas partículas semiesféricas de intermetálicos ricos en Mg y Ti en el interior de los micro-huecos (Fig. 4.4c), las cuales son partículas generadas durante el proceso de fabricación del MB.

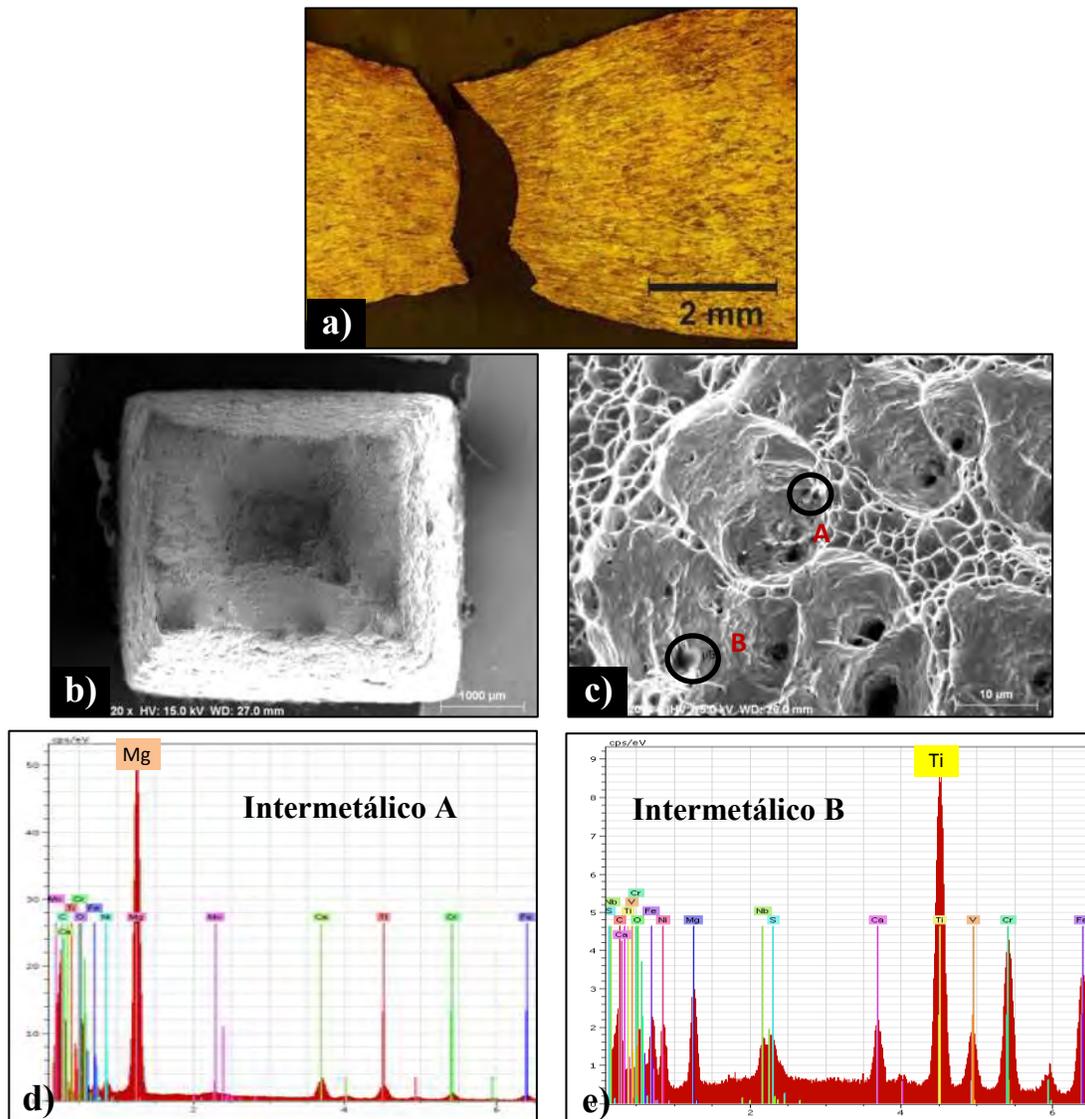


Figura 4.3. Análisis de fractura del MB en sentido longitudinal a la laminación: a) macrografía de la fractura lateral; b) superficie de fractura; c) intermetálicos (2000x); d) y e) espectros de microanálisis químicos realizados en la partículas marcadas como A y B en la Fig. 4.3c.

El comportamiento mecánico durante el ensayo de tensión uniaxial sujeto a una carga F se indica en la Fig. 4.4. Se representan los esfuerzos principales (ver Fig. 4.4a), esfuerzos normales y los esfuerzos cortantes en el plano máximo de deslizamiento (Fig. 4.4b), así también como la representación de cómo actúan sobre los elementos al interior del espécimen (Fig. 4.4c). Es importante mencionar que no hay un plano en el cual el esfuerzo normal sea mayor en magnitud al esfuerzo $\sigma=F/A$ en el plano perpendicular al eje del espécimen en dirección de la carga uniaxial. La magnitud del esfuerzo cortante máximo que ocurre en los planos orientados a 45° con relación al eje de carga es $|\sigma/2|$, por lo cual el esfuerzo normal intenta abrir las micro-grietas generadas a lo largo de los planos de deslizamiento provocadas por los esfuerzos de corte máximos generando estado de esfuerzos triaxiales [74, 75].

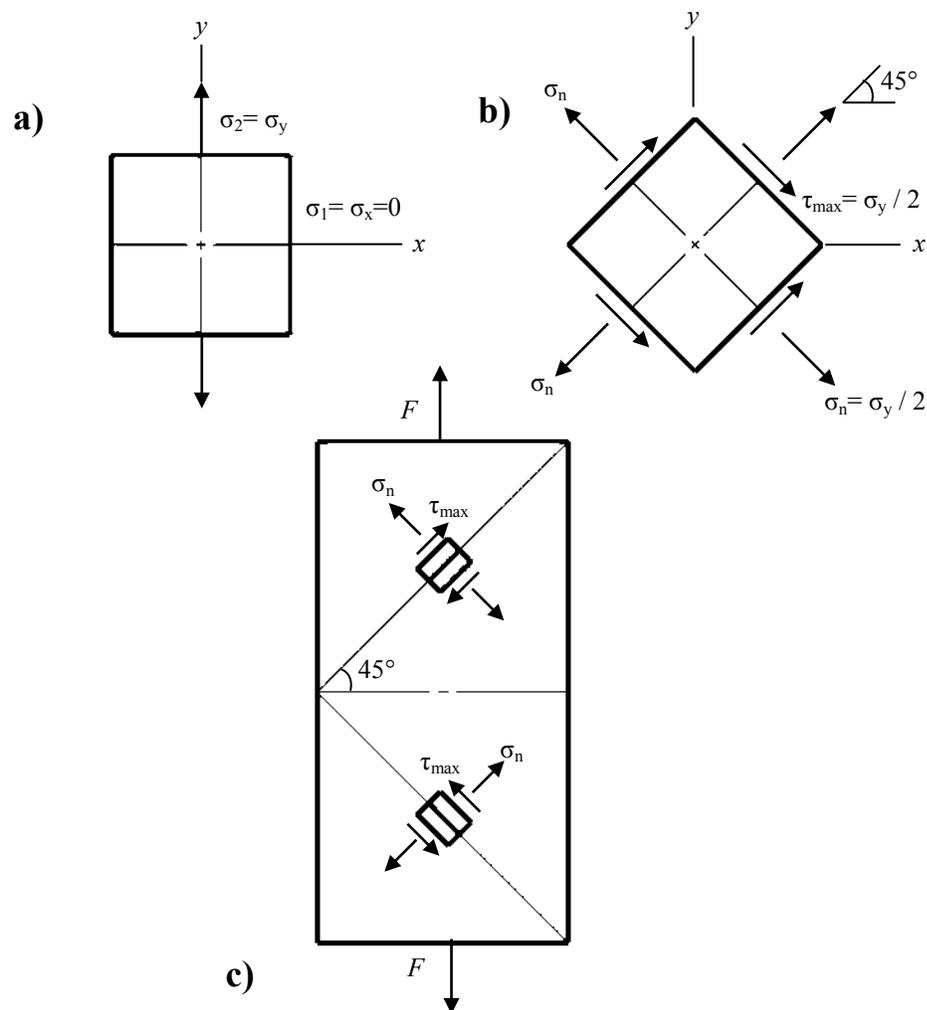


Figura 4.4. Esquema representativo de comportamiento mecánico durante ensayo de tracción: a) esfuerzos principales (σ_1 , σ_2); b) esfuerzos normales (σ_n) y esfuerzos de corte máximos (τ_{\max}) y c) representación al interior del espécimen de los esfuerzos normales y de corte en el plano a 45° [74, 75].

4.1.2. Tratamientos térmicos de envejecido a 850 °C.

En este apartado se presenta el análisis y discusión de resultados obtenidos de las diferentes técnicas de caracterización utilizadas para la evaluación del MB al ser sometido a tratamientos térmicos de envejecido. Las técnicas utilizadas fueron: caracterización microestructural, caracterización mecánica, mediciones de potencial termoelectrico (PTE), evaluación electroquímica.

4.1.2.1. Caracterización microestructural.

La evolución de la microestructura para las 3 condiciones de temperatura a tiempos de permanencia de 3h, 24h y 480h se muestra en la Fig. 4.5. El análisis microestructural se discute a detalle más adelante.

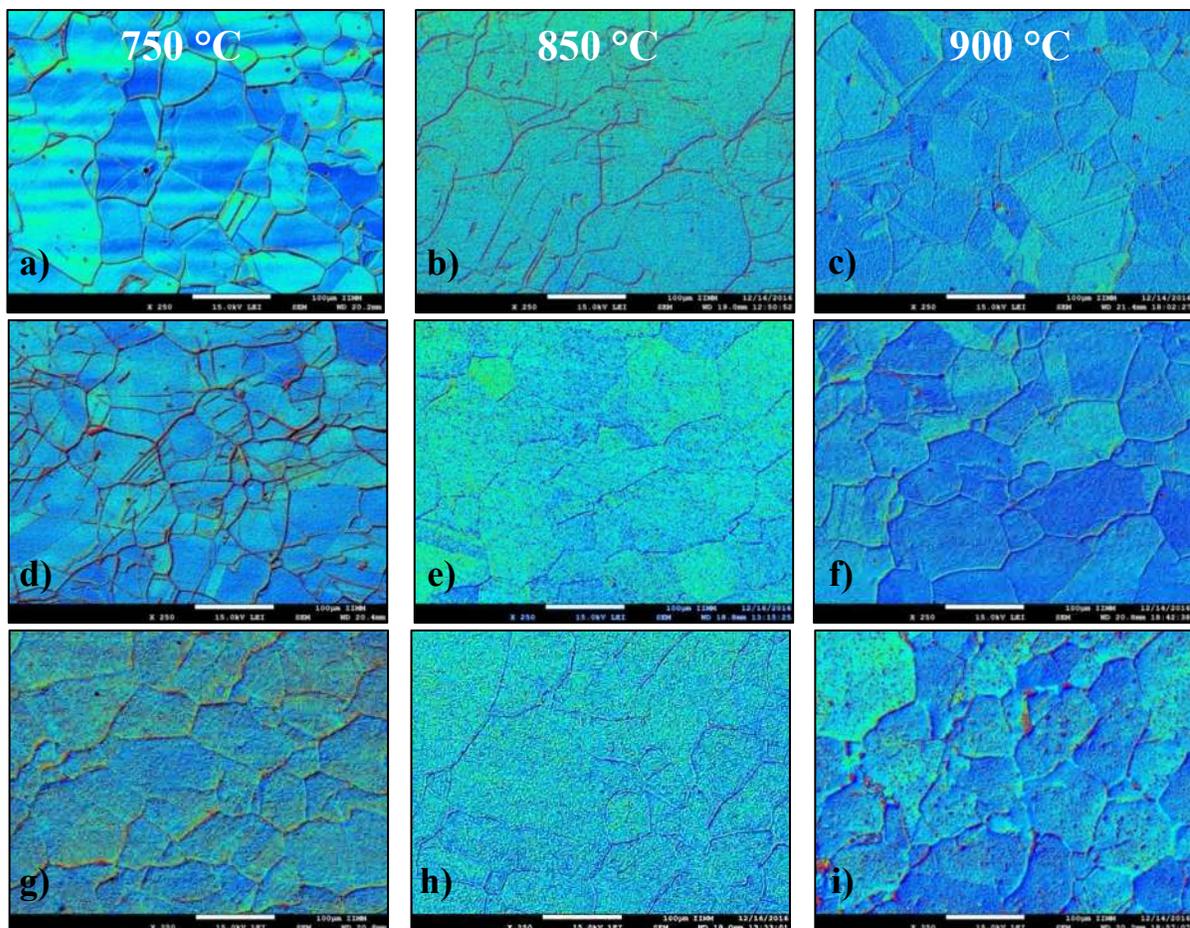


Figura 4.5. Imágenes obtenidas por MEB de la evolución microestructural de las 3 condiciones de temperatura isotérmica de envejecido a tiempos de permanencia: a, b y c) 3h; d, e y f) 24h; g, h y i) 480h.

Como se puede observar en la Fig. 4.6, a partir de 3h de envejecido, el material experimenta una tendencia de refinamiento de grano del 12% ($66 \pm 23 \mu\text{m}$) a una temperatura de $750 \text{ }^\circ\text{C}$, mientras que para $850 \text{ }^\circ\text{C}$ y $900 \text{ }^\circ\text{C}$ no experimenta un cambio significativo, con tan solo un 4% ($72 \pm 33 \mu\text{m}$) y 1% ($74 \pm 30 \mu\text{m}$), respectivamente. Sin embargo, este efecto de refinamiento de grano para el envejecido del MB a $900 \text{ }^\circ\text{C}$ se observa hasta las 24h, con un tamaño de grano promedio de $66 \pm 26 \mu\text{m}$, correspondiente a un refinamiento de grano del 13%. Posterior a esto, a un tiempo de permanencia de 480h, el tamaño de grano para una temperatura de $750 \text{ }^\circ\text{C}$ se mantiene con un refinamiento del 12% ($66 \pm 25 \mu\text{m}$), mientras que para $850 \text{ }^\circ\text{C}$ y $900 \text{ }^\circ\text{C}$ el tamaño de grano es muy semejante al MB en condición de llegada con un tamaño de grano de $73 \pm 35 \mu\text{m}$ y $77 \pm 27 \mu\text{m}$, respectivamente.

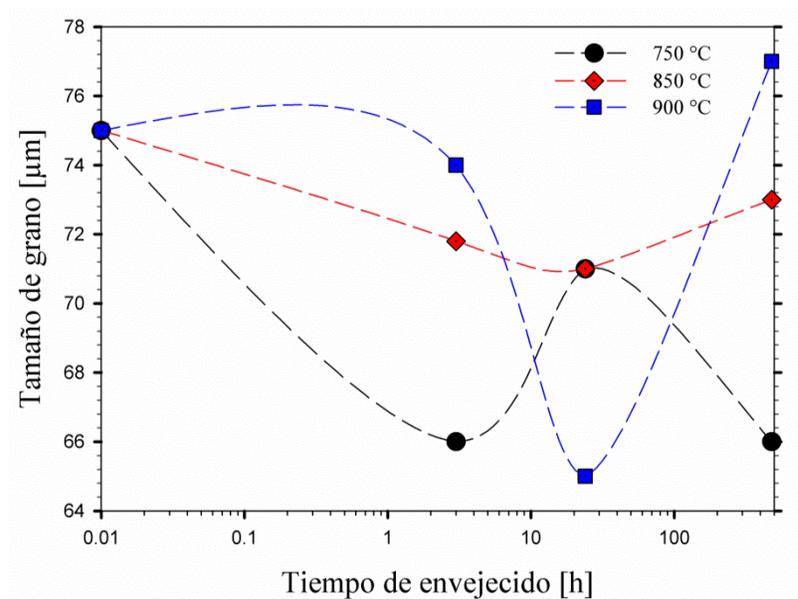


Figura 4.6. Mediciones de tamaño de grano austenítico de acuerdo a la evolución microestructural en las 3 diferentes condiciones de temperatura isotérmica de envejecido a diferentes tiempos.

El efecto del tamaño de grano está directamente relacionado con los valores de dureza, así también como el porcentaje de segundas fases y tipo de precipitados presentes. En lo que respecta al análisis realizado por MEB en el MB en las diferentes condiciones de temperatura-tiempo, se encontraron carburos de cromo (CrC), nitruros de cromo (Cr_2N) y nitruros de titanio (Ti_4N_3), así como la precipitación de intermetálicos correspondientes a segundas fases tales como, la fase Chi “ χ ”, fase Laves “ η ” y la fase Sigma “ σ ”. Para la condición de temperatura a $750 \text{ }^\circ\text{C}$ para un tiempo de 3 horas de envejecido, no se presenta un cambio relevante en la

composición química de la matriz austenítica (γ) con respecto al MB, por lo que los elementos de aleación están uniformemente distribuidos en la matriz como se observa en la Fig. 4.7a. Para un tiempo de 24h, se observa un incremento de Mo hacia los bordes de grano con un incremento de hasta 27% (8.4 Mo, %peso) comparado con el MB (6.12 Mo, %peso) y la presencia de pequeños precipitados de nitruros de titanio de composición Ti_4N_3 de un tamaño aproximado de 1.8 μm , tal como se muestra en la Fig. 4.7d y la Tabla 4.2.

De acuerdo por lo publicado por Sourmail [30], es común que aparezcan este tipo de precipitados (MX) cuando se utilizan elementos estabilizadores en aceros austeníticos, en este caso en particular, el N es usado para retardar la precipitación de $M_{23}C_6$ debido a que mejora la difusión del Cr. A un tiempo de 480h, se observa un marcado incremento de concentración de Mo de hasta 241% (20.9Mo, %peso) comparado con el MB (6.12 Mo, %peso) tanto en los bordes de grano como al interior del grano, por lo cual se encontró la presencia de fase Chi " χ ", así también como carburos de Cr, de acuerdo a los microanálisis realizados (ver Fig. 4.7g y Tabla 4.2). Meng y colaboradores [41] encontraron $M_{23}C_6$ (11.8Ni, 5.8Mo, 0.33Si, 50Cr, 31.1 Fe; %atm) en los límites de grano y maclas en ensayos de termofluencia a 600 °C durante 1200h en un acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®]. Vach y col. [42] reportaron la presencia de $M_{23}C_6$ de un tamaño promedio de 4 μm e incluso partículas alargadas de hasta 10 μm en un acero inoxidable austenítico (21Cr-30Ni) usado en servicio a una temperatura de 800 °C durante 3 años de servicio. Anburaj y col. [6] encontraron fase χ (23.3Cr, 11.6Ni, 12.5Mo, 49.4Fe, % atómico) durante el envejecido de un acero inoxidable superaustenítico (20Cr-16Ni-7Mo) a temperaturas menores de 800 °C.

Tabla 4. 2. Microanálisis químico de los diferentes precipitados encontrados en los tratamientos térmicos de envejecido (% atómico).

Marca	Cr	Ni	Mo	N	Ti	Nb	C	Si	Fe
γ	20.4	20.8	3.2	---	---	---	10.6	0.6	44.4
Ti_4N_3	17.7	8.4	3.5	18.0	13.0	0.9	12.1	0.7	15.7
χ	17.3	13.6	10.5	---	---	---	20.1	2.2	36.3
CrC	36.5	6.8	3.6	---	---	---	35.2	---	17.9
η	17.9	18.2	11.3	6.3	---	---	18.0	4.9	23.5
σ	30.2	9.9	8.9	---	---	---	13.0	0.8	37.1
Cr_2N	50.1	0.7	1.6	31.6	---	---	11.1	---	2.5

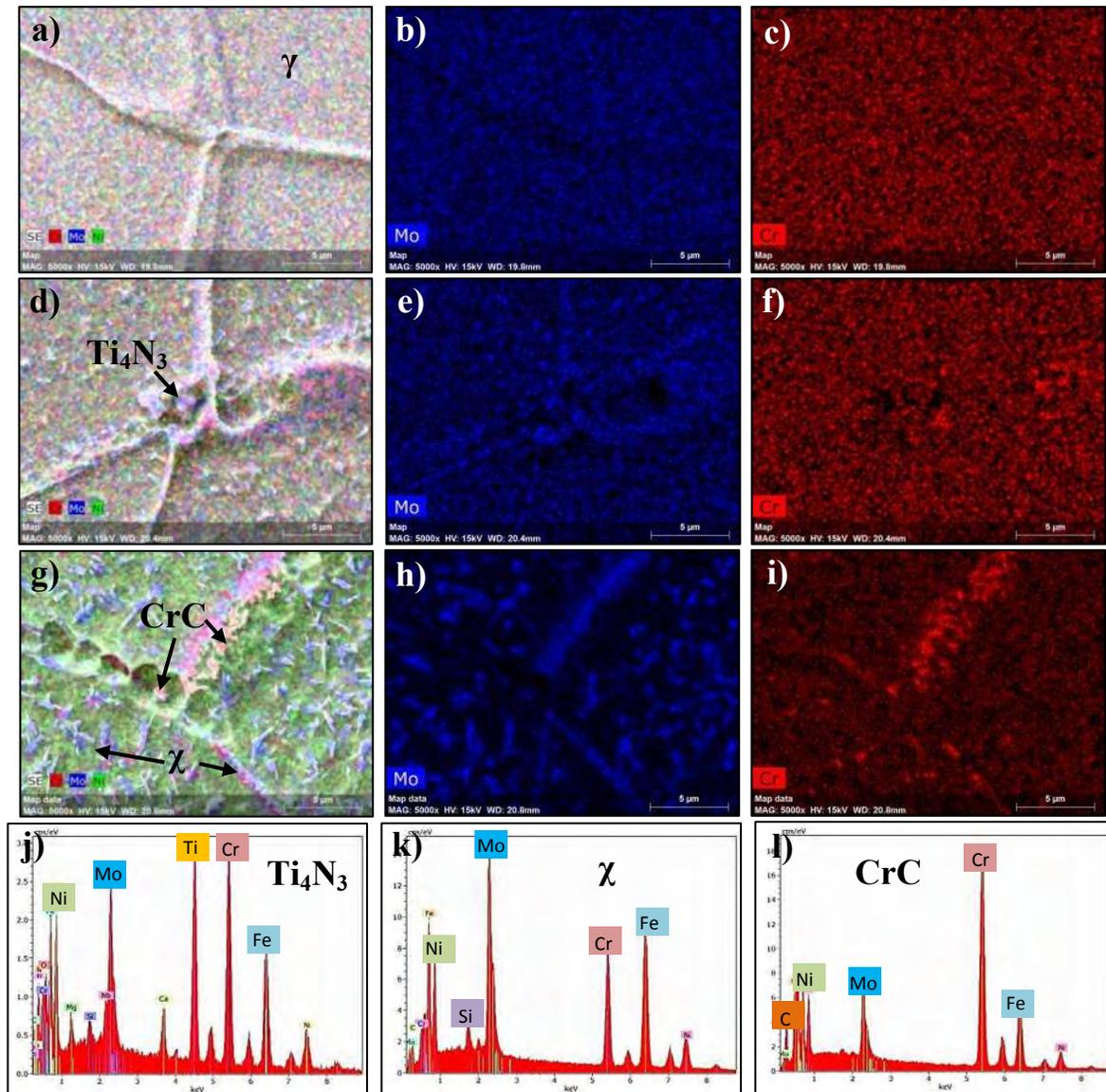


Figura 4.7. Imágenes obtenidas por MEB de la evolución microestructural a una temperatura isotérmica de 750°C a diferentes tiempos de permanencia: a, b y c) 3h; d, e y f) 24h; g, h, i) 480h; j, k y l) microanálisis químicos de partículas encontradas.

Para la condición de 850 °C se presenta una aceleración de la cinética de precipitación en comparación con la temperatura a 750 °C, ya que a solo un tiempo de 3h se observa la presencia de fase χ , tanto hacia el borde de grano como de manera transgranular, tal como se ilustra en la Fig. 4.8a y la Tabla 4.2. A un tiempo de permanencia de 24h, se pueden distinguir la coexistencia de 2 tipos de segundas fases, la fase Chi “ χ ” y la fase Laves “ η ”, ilustradas en la Fig. 4.8d. Conforme se incrementa el tiempo de permanencia, al alcanzar 480h se mantiene la fase η pero ya con aparición de la fase Sigma “ σ ”, tal como se muestra en la Fig. 4.8g.

Koutsoukis y col. [43] reportan la coexistencia de fase σ , fase χ y nitruros “ ϵ ” de composición Cr_2N para una temperatura entre 850 °C y 900 °C en un rango de tiempo entre 24h y 1000h para un acero inoxidable superaustenítico (24Cr-22Ni-7Mo, %peso) envejecido a elevadas temperaturas.

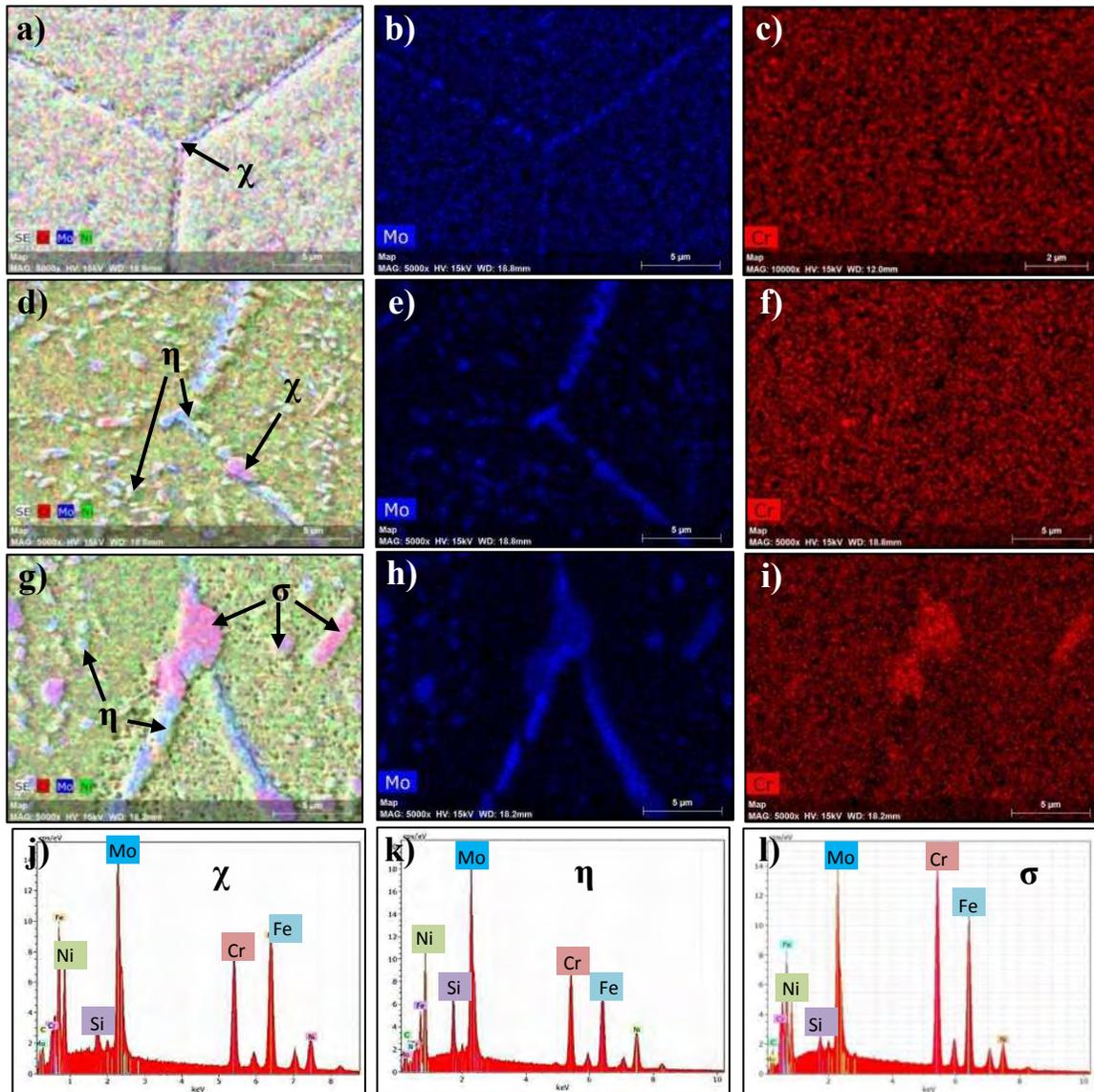


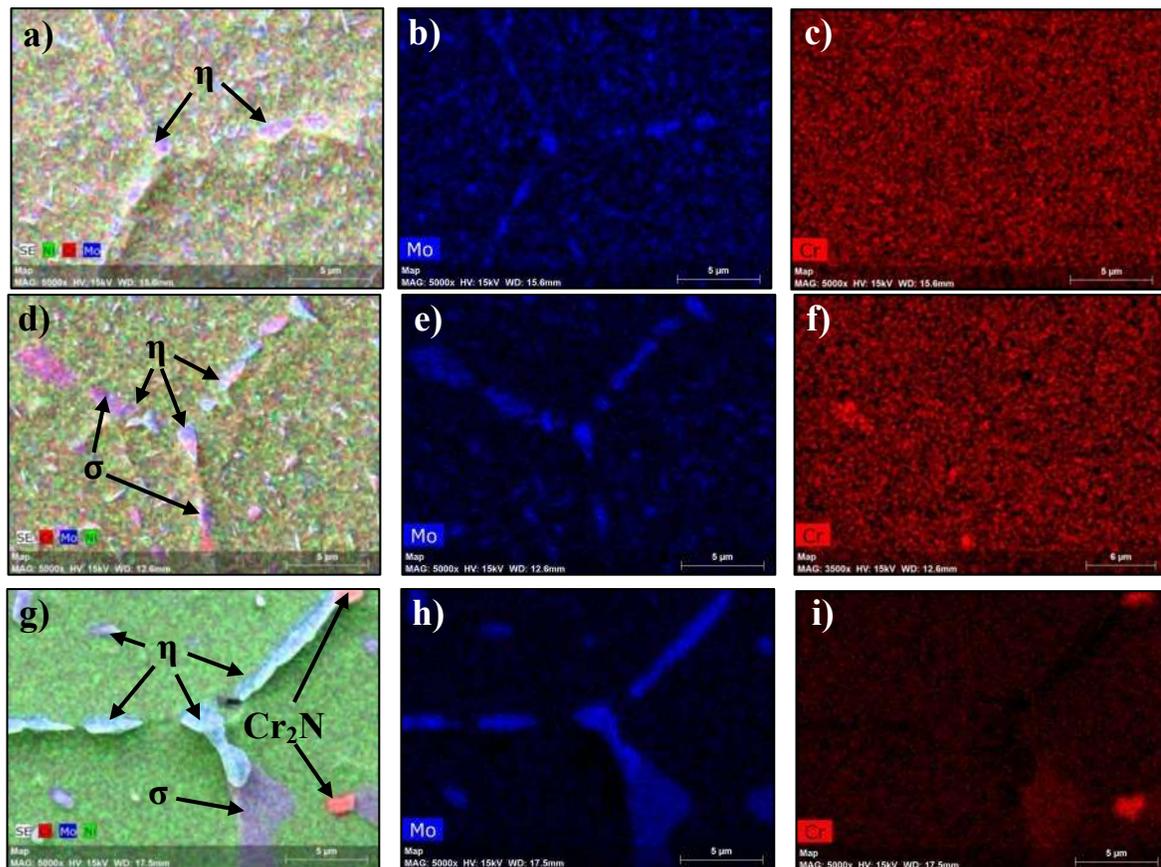
Figura 4.8. Imágenes obtenidas por MEB de la evolución microestructural a una temperatura isotérmica de 850 °C a diferentes tiempos de permanencia: a, b y c) 3h; d, e y f) 24h; g, h, i) 480h; j, k y l) microanálisis químicos de partículas encontradas.

Para la condición de temperatura a 900 °C, ya no se encontró fase χ , sin embargo, a un tiempo de 3h se tiene presencia de fase η (ver Fig. 4.9a y Tabla 4.2). Por otro lado, a un tiempo de 24h ya se tiene fase σ y fase η , tal como se puede observar en la Fig. 4.9d.

Anburaj y col. [6], proponen que la fase Sigma comienza a nuclear en la austenita a la temperatura donde la fase χ es disuelta por completo a 900 °C en la interfaz del borde de grano austenítico. Para un tiempo de 480h se continúa con la presencia de fase σ y fase η , pero ahora ya con precipitación de nitruros (ver Fig. 4.9g).

A un alto contenido de N se incrementa el riesgo de la precipitación de nitruros, sin embargo, puede retardar la formación y precipitación de carburos y fases intermetálicas. La formación de nitruros “ ϵ ” (Cr_2N) y su coexistencia con fases intermetálicas y carburos han sido reportadas en aceros inoxidable con alto contenido de N (0.21%peso) después de ser sometidos durante 10 min. a una temperatura de 850 °C [49].

Bhadeshia [76] coincide también en que este tipo de nitruros pueden precipitar en los bordes de grano, y también a través de los granos en un rango entre 650 °C y 850 °C en aceros inoxidables con contenidos de N entre 0.20 y 0.3 % peso.



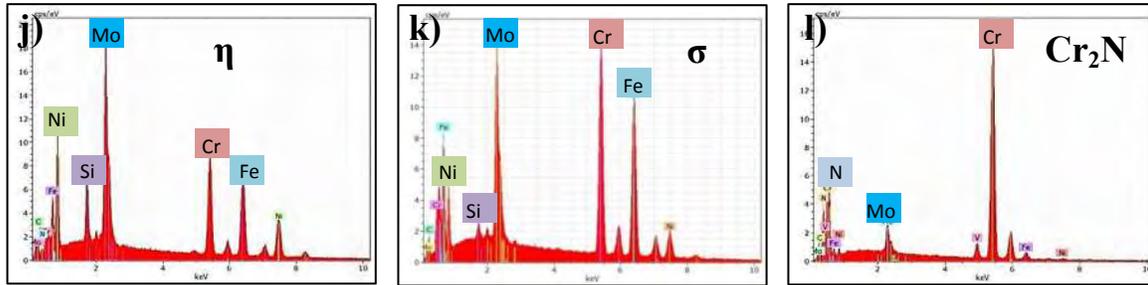


Figura 4.9. Imágenes obtenidas por MEB de la evolución microestructural a una temperatura isotérmica de 900 °C a diferentes tiempos de permanencia: a, b y c) 3h; d, e y f) 24h; g, h, i) 480h; j, k y l) microanálisis químicos de partículas encontradas.

El efecto que produce la temperatura y el tiempo de permanencia en el tipo de precipitado y el porcentaje de fases presentes se muestra en la Fig. 4.10, donde se puede apreciar claramente que para todas las condiciones de temperatura, se tiene una tendencia positiva al incremento de porcentaje de precipitados con respecto al incremento de temperatura y tiempo de permanencia.

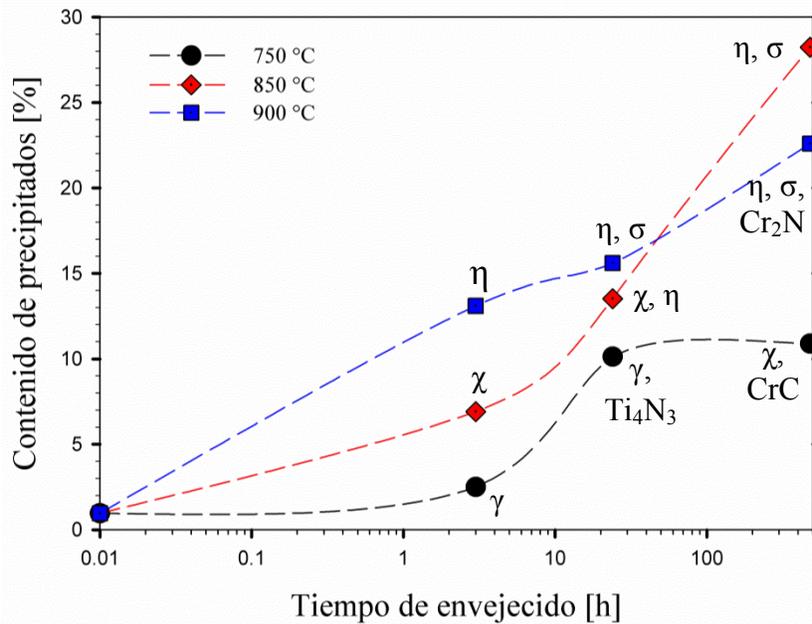


Figura 4.10. Porcentaje de precipitados presentes en especímenes envejecidos a diferentes temperaturas.

4.1.2.2. Efecto de los tratamientos térmicos en la dureza.

En la Fig. 4.11 se muestra la curva obtenida de las mediciones de dureza promedio para los diferentes tiempos de permanencia en las 3 diferentes condiciones de temperatura, partiendo de una dureza promedio de 93 HRB del MB. Después de 3 horas del tratamiento térmico, en las 3

condiciones se puede observar un incremento del 1.2% (94.1 ± 0.6), 2.4% (95.2 ± 0.5) y 5.7% (98.3 ± 0.3) a 750 °C, 850 °C y 900 °C, respectivamente; el incremento de dureza está relacionado con el tipo y la cantidad de precipitados presente, ya que para la temperatura de 850 °C se tiene presencia de fase Chi “ χ ”, mientras que para 900 °C se tiene presencia de fase Laves “ η ” a cortos tiempos. Conforme avanza el envejecido a 24 horas, la tendencia al incremento de dureza continua con 6.6% (99.1 ± 0.4), 9.9% (102.2 ± 0.3) y 7.3% (99.8 ± 0.4) a 750, 850, y 900 °C, respectivamente. Este comportamiento es normal ya que de acuerdo a la gráfica mostrada en la Fig. 4.6, conforme se incrementa el tiempo de permanencia también aumenta el porcentaje de segundas fases presentes. A un periodo largo de tiempo de 480 horas el incremento de dureza fue de 12% (104.2 ± 0.7) para una temperatura de 750 °C, mientras que para 850 °C y 900 °C, la dureza tiende a estabilizarse en 7.5% (100.0 ± 0.4) y 6% (98.6 ± 0.2), respectivamente. El incremento en la dureza está directamente relacionado con los cambios en la microestructura por el efecto de la temperatura, ya que al haber un refinamiento de grano y/o la precipitación de intermetálicos y segundas fases, la dureza incrementa.

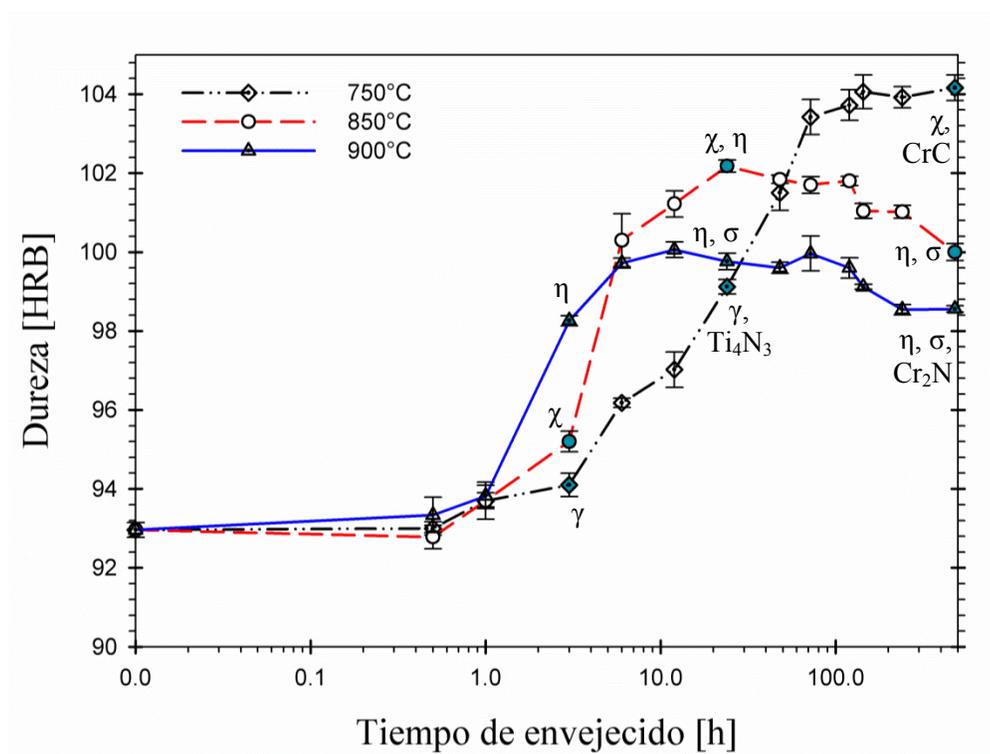


Figura 4.11. Variación de la dureza HRB en función del tiempo de envejecido a elevadas temperaturas en el acero inoxidable superaustenítico AL6XN®.

El efecto del incremento de dureza corresponde a un cambio de microestructura generalmente asociada a un refinamiento de grano, generación de maclas y/o la precipitación de segundas fases o intermetálicos, producto de una elevada temperatura y un posterior enfriamiento rápido [77-80]. En este caso específico es asociado al refinamiento de grano en zonas preferenciales y a la precipitación de segundas fases tales como lo son la fase Chi, Laves y la fase Sigma.

Anburaj y col. [6] reportaron que al incrementar el tiempo de permanencia durante el tratamiento térmico de envejecido, la dureza tiende a incrementar debido al incremento de fracción en volumen de precipitados y también a una mejora en la cinética de formación de precipitados.

Koutsoukis y col. [43] coinciden en que la precipitación de segundas fases tal como la fase Laves y la fase Sigma resultan en un incremento de valores de dureza en un acero inoxidable superaustenítico en un rango de temperaturas entre 650 °C y 950 °C. Sin embargo, a 850 °C con un tiempo más prolongado a 120h ocurre una disolución parcial y/o transformación de la fase Laves “ η ” a fase Sigma “ σ ”, por lo que la dureza tiende a experimentar un decremento en su valor. Al incrementar la temperatura, la cinética de transformación se acelera reduciendo los tiempos de transformación y con ello también, los cambios en la microestructura y propiedades mecánicas.

4.1.2.3. Efecto del tratamiento térmico en el potencial termoeléctrico (PTE).

Hasta este momento se ha demostrado que la temperatura y tiempo de permanencia del envejecido juegan un papel importante en los cambios de la microestructura (tipo de precipitados y/o tamaño de grano promedio), y con ello evidentemente en las propiedades mecánicas, que en este caso se manifiesta en un incremento de dureza con respecto al incremento de temperatura, tiempo y porcentaje de fases presentes. Por lo cual, el poder evaluar todos estos cambios aplicando la técnica no destructiva de medición de potencial termoeléctrico de una manera rápida, sencilla, confiable y que sea capaz de poder relacionar todos estos cambios, toma una gran relevancia. Los resultados de las mediciones de PTE de las diferentes muestras con envejecido a diferentes tiempos de permanencia se muestran en las curvas de la Fig. 4.12. Se puede observar que para todas las condiciones de temperatura de envejecido, se tiene una tendencia negativa conforme se incrementa el tiempo de permanencia, y están inversamente relacionadas con las mediciones obtenidas tanto de dureza, como del cambio de microestructura

debido al tipo y porcentaje de precipitados. Es decir, conforme aumenta la dureza debido al cambio de microestructura las mediciones de PTE, siendo la condición de 750 °C la que obtuvo mayores valores de PTE (-0.703 ± 0.047 , -0.785 ± 0.046 y $-0.904 \pm 0.054 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$; para 3, 24 y 480h, respectivamente) recordando que es hasta 480h cuando se presenta precipitación de carburos y fase χ . En el caso de 850 °C y 900 °C, el comportamiento es muy similar (a 850 °C: -0.852 ± 0.042 , -0.982 ± 0.038 y $-0.989 \pm 0.048 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$; para 3, 24 y 480h, respectivamente, y a 900°C: -0.841 ± 0.042 , -0.900 ± 0.038 y $-0.941 \pm 0.047 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$; para 3, 24 y 480h, respectivamente) ya que se tiene presencia de fase η y σ , y las variaciones que se tienen son debidas a la fase χ para 850 °C a 3h y 24h, y para el caso de 900°C la presencia de Cr_2N a 480h.

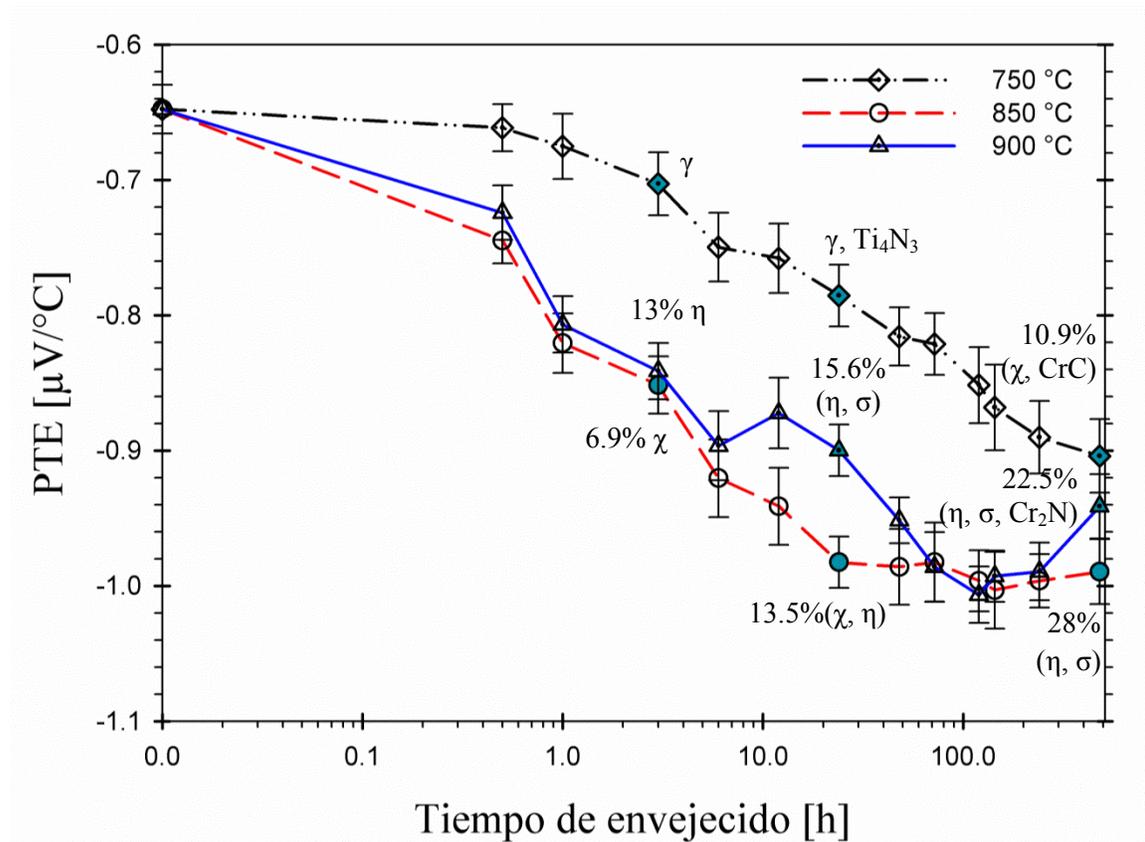


Figura 4.12. Efecto de los tratamientos térmicos en el PTE en función al tiempo de envejecido a diferentes temperaturas en el acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®].

Este mismo comportamiento fue reportado por Ortiz y colaboradores [61], en mediciones de PTE para un acero inoxidable dúplex envejecido en un rango de temperatura entre 600 °C y 900 °C, atribuyen la considerable disminución del coeficiente de PTE a los cambios de ferrita y



precipitación de fase Sigma, esto debido a la transformación de ferrita en austenita secundaria y/o fase Sigma. Para el caso de la aleación AL6XN[®], es más complejo el poder apreciar éste efecto de manera tan clara, ya que conforme incrementa el tiempo de envejecido, como etapa inicial existe un ligero refinamiento de grano y una homogenización en la microestructura. Posterior a esto, comienza la precipitación de segundas fases hacia los bordes de grano, aun así, estos cambios en la microestructura son detectados por la sensibilidad en el potencial termoeléctrico como lo han ratificado y demostrado varios autores [81-86].

Wang y colaboradores [85] mencionan que este comportamiento está directamente relacionado con los cambios de microestructura y en especial a la conductividad térmica de los componentes que participan en la matriz, ya que la baja conductividad térmica del Cr₂₃C₆ (19 Wm⁻¹K⁻¹) es mucho menor que la del Fe (72 Wm⁻¹K⁻¹), por lo cual al ser muy sensible al efecto Seebeck la medición de PTE, se ve reflejado en las mediciones obtenidas.

4.1.2.4. Evaluación electroquímica.

Con la intención de tener un panorama general del efecto producido en el comportamiento de resistencia a la corrosión del MB, posterior al daño térmico. En esta sección se presentan los resultados de una evaluación electroquímica básica en piezas con tratamiento térmico a 850 °C. Si bien se recuerda, la microestructura obtenida posterior al daño térmico generado en las diferentes etapas del tratamiento térmico de envejecido a 850 °C, se pudo observar la presencia de segundas fases en la matriz austenítica con respecto al tiempo de permanencia, los resultados indicaron que a un tiempo de 3h se tiene presencia de fase χ ; a un tiempo de 24h, se encontró fase χ coexistiendo con fase η , mientras que a largos tiempos ya desaparece la fase χ y solo se tiene fase η y fase σ ; todas estas fases intermetálicas precipitan a tiempos prolongados de exposición a elevadas temperaturas. El efecto detrimental de la fase σ en la resistencia a la corrosión por picado y la resistencia a la corrosión por endidura es causada por la pérdida de Cr y Mo en la matriz, en el caso de la fase χ y Laves, muestran un considerable incremento de Mo (22% Mo y 45% Mo, %peso para una aleación AISI 316; fase χ y fase η , respectivamente) con respecto a la matriz, estas fases intermetálicas pueden redisolverse con un tratamiento térmico a una temperatura en un rango entre 1120 °C y 1180 °C, con un posterior enfriamiento rápido para prevenir una re-precipitación en un rango entre 540 °C y 1040°C [87].

Los cambios en composición química descritas anteriormente pueden ejemplificarse de una manera visual en la Fig. 4.13, mostrando barridos lineales elementales hacia los bordes de grano. Considerando la Fig. 4.13f, se observa un incremento el Mo y Cr y una disminución en el Ni, lo cual es característico de la fase Sigma y coincide también con lo descrito por Anburaj y colaboradores [6], ver Tabla 4.3.

Tabla 4.3. Composición química de segundas fases reportadas por Anburaj [6] (% peso).

Temperatura °C	Fase	Cr	Mo	Ni	Fe
800	Austenita	20.12	7.2	18	54.7
800	Fase χ	23.3	12.5	11.6	49.4
900	Fase σ	22.5	19.4	9.5	48.6

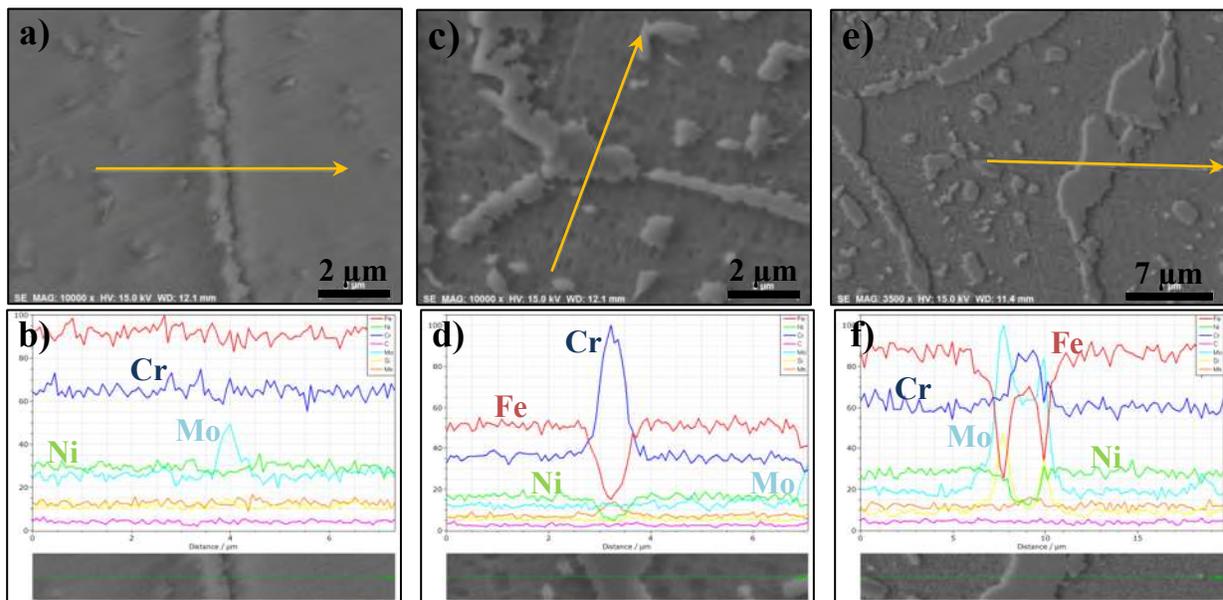


Figura 4.13. Líneas de composición química en los límites de grano de muestras de MB con TT a 850 °C a diferentes tiempos de permanencia: a) 3 horas; b) 24 horas y c) 480 horas.

Varios autores [3, 4, 6, 36, 43, 88] coinciden en que la presencia de segundas fases es detrimental en la resistencia a la corrosión, por lo cual, una vez que se comprobó el daño térmico en las muestras de acero inoxidable AL6XN[®] con presencia de segundas fases, a continuación se presentan los resultados que se obtuvieron de las pruebas electroquímicas por REP-DC y polarización potenciodinámica:



1.2..4.1. Reactivación electroquímica potencio-cinética de doble ciclo (REP-DC).

La corrosión intergranular (CIG) en los aceros inoxidable austeníticos es debido al fenómeno de sensibilización, que a su vez es causado por la precipitación de carburos ricos de Cr por efecto de una difusión rápida hacia los bordes de grano y por consecuencia genera un empobrecimiento de Cr en las zonas adyacentes de la matriz austenítica [33, 87, 89], pero no solo es causado por carburos de Cr, también la precipitación de la fase Sigma puede provocar sensibilización [1, 87].

En la Fig. 4.14 se muestran los resultados de las pruebas de reactivación electroquímica potencio-cinética de doble ciclo que se obtuvieron con los diferentes electrolitos utilizados en el MB, y los cuales son producto de la modificación en composición química y concentración al utilizado por Majidi y Streicher [62], esto con la finalidad de encontrar el más adecuado para medir el grado de sensibilización (GDS) en la aleación AL6XN[®]. Los resultados indican que el material tiene una excelente resistencia a la corrosión intergranular y cumple perfectamente una de sus principales funciones por la cual fue diseñado, razón por la cual no presentó sensibilización a pesar de modificar la concentración del KSCN de manera considerable hasta 0.05M, con la intención de despasivar la capa de óxido de cromo. También, se utilizó una mezcla de ácidos muy agresiva con H₂SO₄ y HCl como electrolito para obtener el GDS, pero el material nuevamente exhibió pasivación en la etapa de reactivación (I_r nulo) en ambas condiciones, tanto para el MB en condición de llegada como en la pieza con daño térmico a 850 °C y un tiempo de permanencia de 480h, tal como se puede observar en las curvas de la Fig. 4.14. Esto indica que el material es muy resistente a la corrosión intergranular en ambientes convencionales de corrosión como lo es el agua de mar. Para lograr dañar el material y evaluar el grado de sensibilización se tendría que utilizar un electrolito extremadamente agresivo con base de cloruro férrico (FeCl₃), el cual es sumamente agresivo para los aceros inoxidable y logra romper la capa pasiva [90], cabe mencionar que este electrolito es recomendado cuando se requiere encontrar la temperatura crítica de picado (TCP) acorde a lo indicado por la norma ASTM G48-03 [91].

En la Fig. 4.15 se muestran las curvas de la prueba REP-DC para el MB en condición de llegada y la muestra con tratamiento térmico de 850 °C a un tiempo de permanencia de 480h. El MB no presenta corrosión intergranular debido a que en la etapa de reactivación el I_r es nulo. Para la

muestra con daño térmico de 850 °C a un tiempo de permanencia de 480h, no logra registrar un Ir debido a que la capa pasiva es capaz de estabilizarse de manera rápida evitando así la CIG, a pesar de contener un 28% de precipitados de fase η y fase σ (ver Figs. 4.8 y 4.10) tanto en los bordes de grano como hacia el interior de los granos.

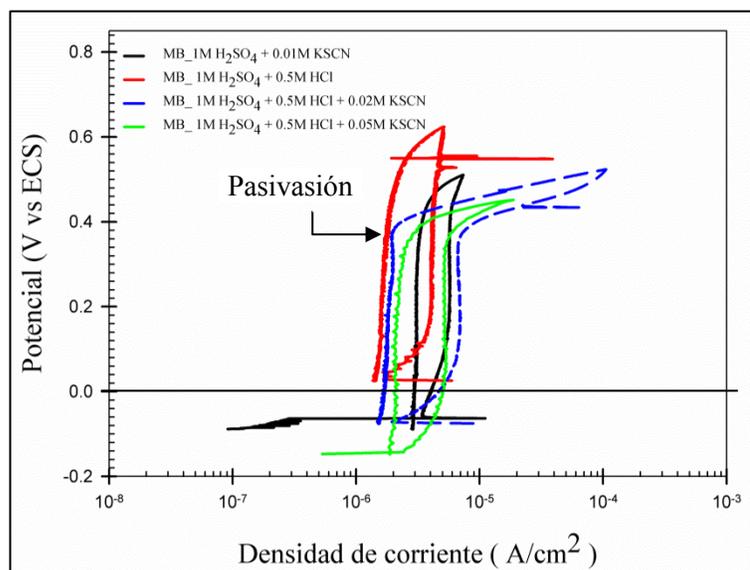


Figura 4.14. Comportamiento de las curvas REP-DC de las pruebas preliminares en el MB para seleccionar el electrolito de trabajo.

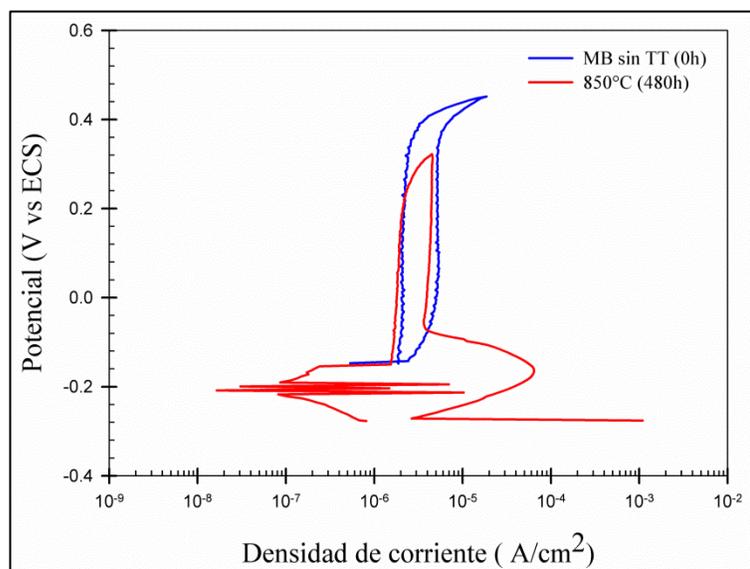


Figura 4.15. Curvas de la prueba REP-DC en el MB y la muestra con tratamiento térmico a 850°C durante 480 horas de permanencia.

1.2.4.2. Curvas de polarización potenciodinámica.

La corrosión por picado es un tipo de corrosión micro-galvánica inducida por la disolución de cromo en la capa pasiva, el cloruro reacciona con el cromo y forma CrCl_3 altamente soluble, dado que el cromo se disuelve, el cloruro tiende a formar cavidades esféricas en regiones donde la capa pasiva fue debilitada [90]. La resistencia a la corrosión por picado en aleaciones de acero inoxidable austenítico puede ser correlacionado en base a su composición química en términos de resistencia equivalente al picado (PREN, por sus siglas en inglés) de acuerdo a la ec. 4.1 [1, 87, 90].

$$PREN_{16} = \%Cr + 3.3\%Mo + 16\%N \quad (4.1)$$

Considerando la composición química del MB en condición de llegada (Tabla 2.1) y sustituyendo en la ec. 4.1 [1, 87, 90], se tiene que:

$$PREN_{AL6XN_{16}} = 20.78 + (3.3 * 6.12) + (16 * 0.22)$$

$$PREN_{AL6XN_{16}} = 44.5$$

Comparado con otros valores de resistencia a la corrosión por picado, la aleación AL6XN[®] exhibe una mayor resistencia tanto a los aceros inoxidables de la serie 300 como a la aleación 904L, tal como se observa en la Tabla 4.4, considerando que el mínimo $PREN_{16}$ requerido para aleaciones en servicio con agua de mar es $PREN_{16} = 32$ [90].

Tabla 4.4. Comparación de valores de $PREN_{16}$ de algunas aleaciones comerciales de aceros inoxidables [90].

Aleación	$PREN^1$
304, 304L	18.0
304N, 304LN	19.6
316, 316L	22.6
316N, 316LN	24.2
317, 317L	27.9
904L	36.6
AL6XN [®]	42.7

El electrolito utilizado para obtener las curvas de polarización fue una solución de 1M NaCl de acuerdo a lo indicado en la norma ASTM G150 [92], el cual es más agresivo que el agua de mar y aunado a la temperatura de 40 °C, acelera el proceso cinético de la corrosión por picado. Como se puede observar en la Fig. 4.16 a medida que incrementa el tiempo de permanencia del tratamiento térmico de envejecido, las curvas tienden a desplazarse ligeramente hacia la derecha, en la dirección más positiva de la densidad de corriente con respecto al MB. Se puede observar que la muestra que tiende a presentar daño debido a corrosión por picado, es la pieza con tratamiento térmico a 480h de permanencia, en la cual se tiene evidencia de fase Sigma y fase Laves en los bordes de grano y de manera transgranular, esto se logra observar en la región pasiva de la polarización anódica, ya que tiende a romper la capa pasiva pero al igual que en las pruebas de GDS, el material es capaz de regenerar de manera muy rápida la capa pasiva evitando la corrosión por picado. Este comportamiento se puede atribuir al elevado contenido de Mo y Cr remanentes en la zona adjunta a los precipitados, en la interfaz entre el precipitado y la matriz austenítica. Si bien es cierto que las curvas potenciodinámicas presentan una transpasivación alrededor de los 750 mV vs ECS, esto es debido a que pueden existir pequeñas picaduras aisladas que no logran estabilizarse (ver Fig. 4.17) y la capa pasiva se regenera impidiendo el crecimiento de la picadura, posterior a esto se puede notar un incremento rápido en la densidad de corriente cercano a 1V vs ECS debido al desarrollo del oxígeno en el ambiente acuoso.

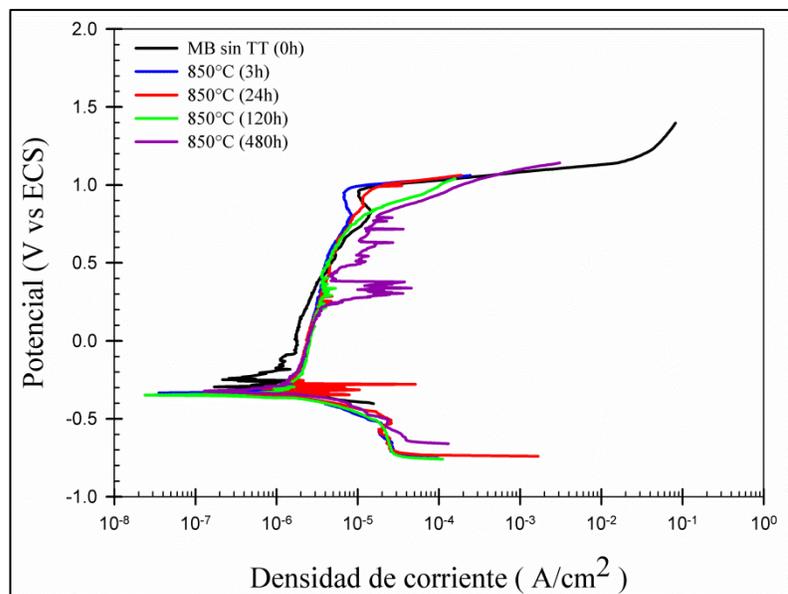


Figura 4.16. Comportamiento de las curvas potenciodinámicas de picado en el MB y las muestras con tratamiento térmico a 850 °C a diferentes tiempos de permanencia.

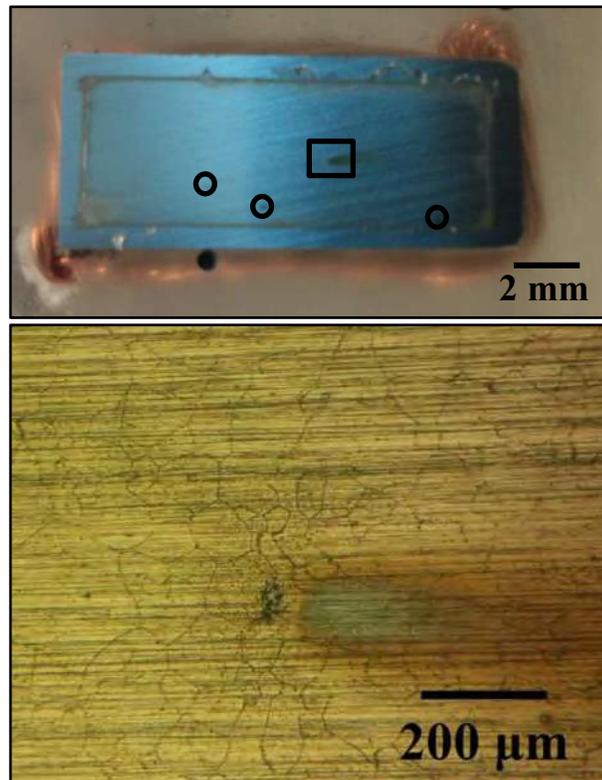


Figura 4.17. Imágenes de pieza con tratamiento térmico de envejecido a 850 °C durante 480h, posterior al ensayo de polarización potenciodinámica: a) superficie de trabajo y b) ejemplo de una de las picaduras localizadas.

Algunos factores que afectan la resistencia a la corrosión por picado son el contenido de iones cloruro, pH y temperatura. Cuando la temperatura y el contenido de iones cloruro es elevado, y el pH es bajo, la posibilidad de corrosión por picado se incrementa. En contraste, a baja temperatura y elevado pH, puede reducir la posibilidad de corrosión por picado. Utilizando un $PRE_{N_{30}}$, es posible tener una aproximación de la temperatura crítica de picado, de acuerdo a la ecuación 4.2 reportada por Kim y col. [90]:

$$TCP = 3.2 PRE_{N_{30}} - 78.1 \quad (4.2)$$

Por lo cual, se tiene que:

$$PRE_{AL6XN_{30}} = 20.78 + (3.3 * 6.12) + (30 * 0.22)$$

$$PRE_{AL6XN_{30}} = 47.6$$

Sustituyendo en ec. 3.2, nos da el valor estimado de la TCP:

$$TCP = 3.2 PRE_{30} - 78.1$$

$$TCP_{AL6XN} = 74.2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

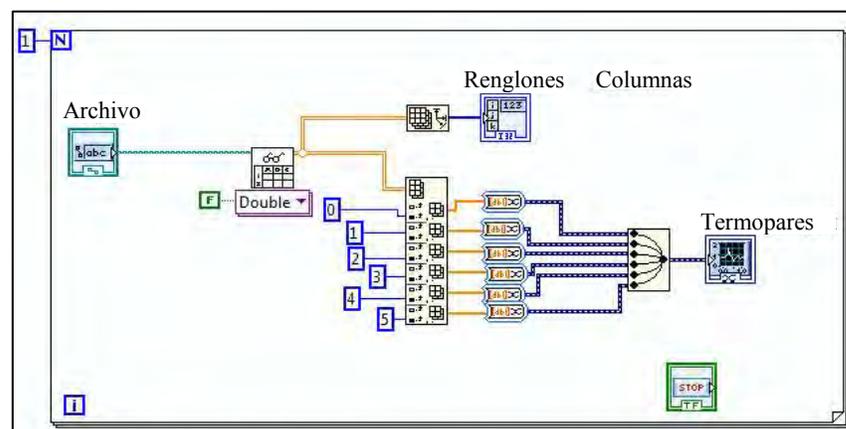
El valor de aproximado del TCP_{AL6XN} es muy similar al reportado experimentalmente por el fabricante, con un valor de $TCP_{AL6XN} = 78\text{ }^{\circ}\text{C}$, y un valor superior de TCP comparado con otras aleaciones como por ejemplo, el acero AISI 317 con un valor de $TCP_{317} = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ y la aleación 904L con un valor de $TCP_{904L} = 45\text{ }^{\circ}\text{C}$ [1].

4.2. Instrumentación y digitalización de señales durante el proceso de soldadura.

En esta sección se presentan los resultados de la obtención y procesamiento de señales digitalizadas en tiempo real durante el proceso de soldadura de 6 termopares tipo K, un sensor de desplazamiento del cabezal, intensidad de corriente y medición del sistema de corto circuito.

4.2.1. Digitalización de Temperatura.

En lo que respecta al tratamiento de la información recopilada por la tarjeta DAQ NI-9213, correspondiente a las señales de los 6 termopares, se escribió un programa, bajo ambiente del lenguaje G, en el programa comercial de instrumentación virtual, mejor conocido como LabView para digitalizar y procesar las señales de los termopares, así como elaborar los gráficos de los ciclos térmicos correspondientes a cada termopar (ver Fig. 4.18). Así mismo, en la Fig. 4.19 se muestra el arreglo de las placas soldadas posterior al proceso de soldadura, es importante recordar que la colocación de los termopares se hizo en la cara inferior de una de las placas, partiendo de la cara lateral del talón de la preparación de junta.



Este VI sirve para elaborar un gráfico con el registro de 6 señales obtenidas de las mediciones de 6 termopares utilizados durante el proceso de soldadura GMAW de placas de acero inoxidable AL6XN, para lo cual al iniciar el VI, se pedirá el archivo de texto con la información de los registros de las señales, posterior a esto, se leerá el archivo y separará las señales por columnas para posteriormente unir las curvas en un solo gráfico.

Figura 4.18. Diagrama de bloques del programa utilizado para los ciclos térmicos de las señales adquiridas por la tarjeta DAQ NI-9213 de los 6 termopares.

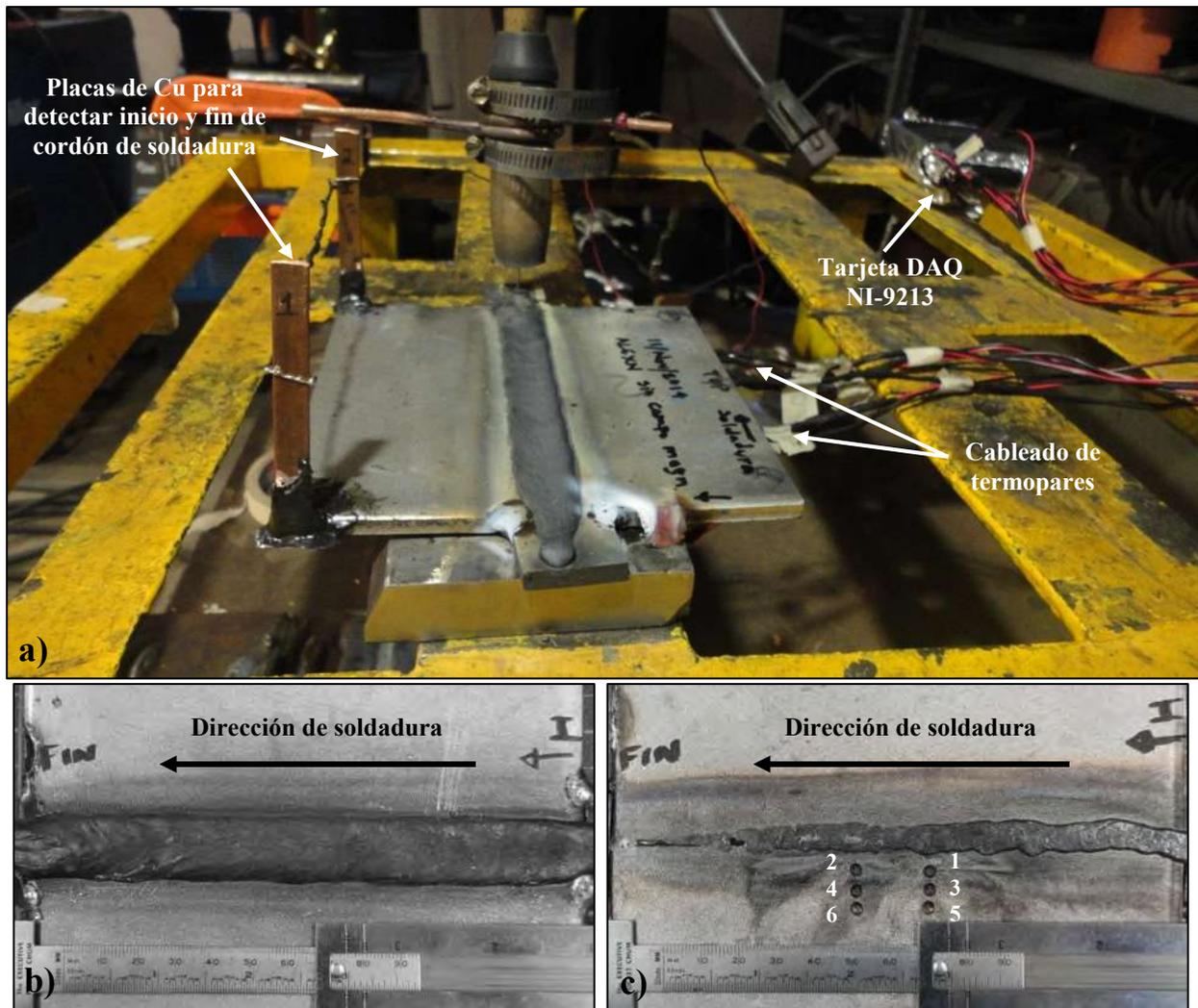


Figura 4.19. a) placas de acero inoxidable superaustenítico AL6XN[®] soldadas con el arreglo de termopares en la cara inferior utilizado durante el proceso de soldadura GMAW; b) cara de cordón de soldadura y c) cara inferior de placa soldada y ubicación de termopares tipo K.

En la Fig. 4.20 se observa el panel frontal de las mediciones obtenidas de las señales de los termopares, es importante resaltar que a pesar de que todos los sensores registraron datos de mediciones, la señal del termopar 5 sugiere una mala conexión o contacto con la pieza de trabajo al registrarse la temperatura en el hueco generado para alojar el termopar. Si se hubiera tenido un problema de falso contacto del cableado del termopar hacia la tarjeta DAQ o apertura del termopar, la señal caería drásticamente y en este caso se mantiene y sigue el transcurso normal de enfriamiento de la pieza de trabajo indicado por los demás termopares. Aun así, las mediciones registradas por los demás termopares son buenas para verificar las temperaturas pico (ver Tabla 4.5) y los ciclos térmicos de enfriamiento en la ZAT que serán de gran ayuda para

estudios posteriores que se realizarán para el cálculo de distribución térmica en la ZAT durante del proceso de soldadura y poder correlacionar dicha información con la microestructura y propiedades mecánicas de la unión soldada.

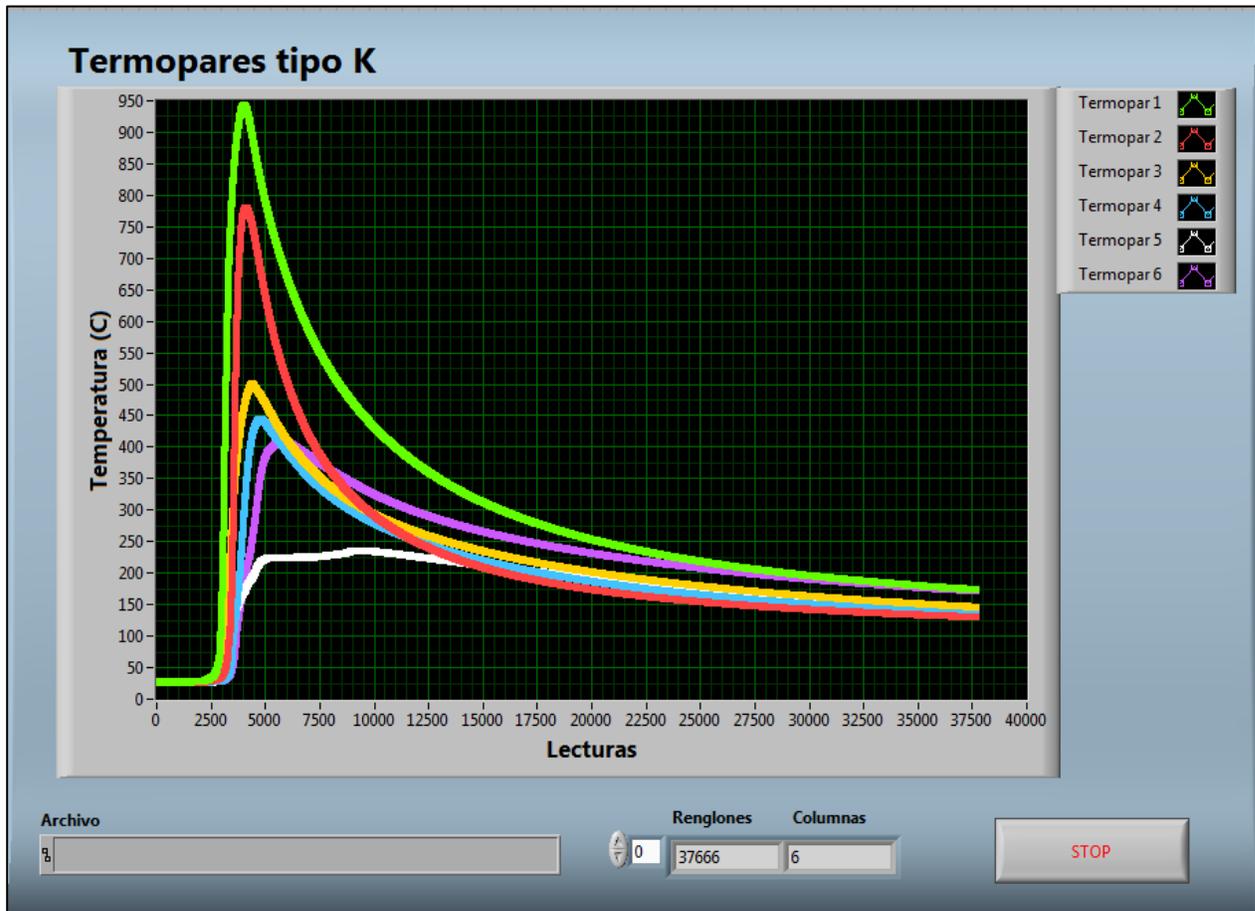


Figura 4.20. Panel frontal del programa utilizado para el procesamiento de las señales adquiridas por la tarjeta DAQ NI 9213 correspondiente a los 6 termopares.

Tabla 4.5. Temperaturas pico alcanzadas en los diferentes termopares ubicados en el arreglo de la placa para registrar los ciclos térmicos durante el proceso de soldadura.

Termopar	T1	T2	T3	T4	T5	T6
T _{pico} (°C)	943	781	500	445	236	411

4.2.2. Digitalización de intensidad de corriente y desplazamiento del cabezal durante el proceso de soldadura.

En lo que respecta al procesado de la información recopilada por la tarjeta DAQ NI-6800, correspondiente a las señales del sensor de desplazamiento del cabezal, intensidad de corriente y medición del sistema de corto circuito (pila 1.5Vcc), se escribió un programa en lenguaje G de LabView™ para procesar todas las señales y obtener los gráficos resultantes de las mediciones que se muestran en el panel frontal de la Fig. 4.21.



Figura 4.21. Diagrama de bloques del programa utilizado para el procesamiento de las señales adquiridas por la tarjeta DAQ NI-6800.

Como se puede observar en la Fig. 4.21, todos los sensores funcionaron correctamente, y la función del sistema corto circuito por la pila y las placas de cobre hicieron su función adecuadamente, ya que delimitaron perfectamente los paquetes de datos de cuando el arco eléctrico ya está totalmente estabilizado y son los datos útiles para análisis posteriores.

En la Fig. 4.22 se muestran los gráficos de las señales digitalizadas correspondientes a los sensores de desplazamiento, intensidad de corriente y de forma indirecta, la velocidad de desplazamiento de la fuente de calor, teniendo como referencia el arreglo del corto circuito para indicar el inicio y fin de cordón de soldadura en el rango estable (Fig. 4.22a).

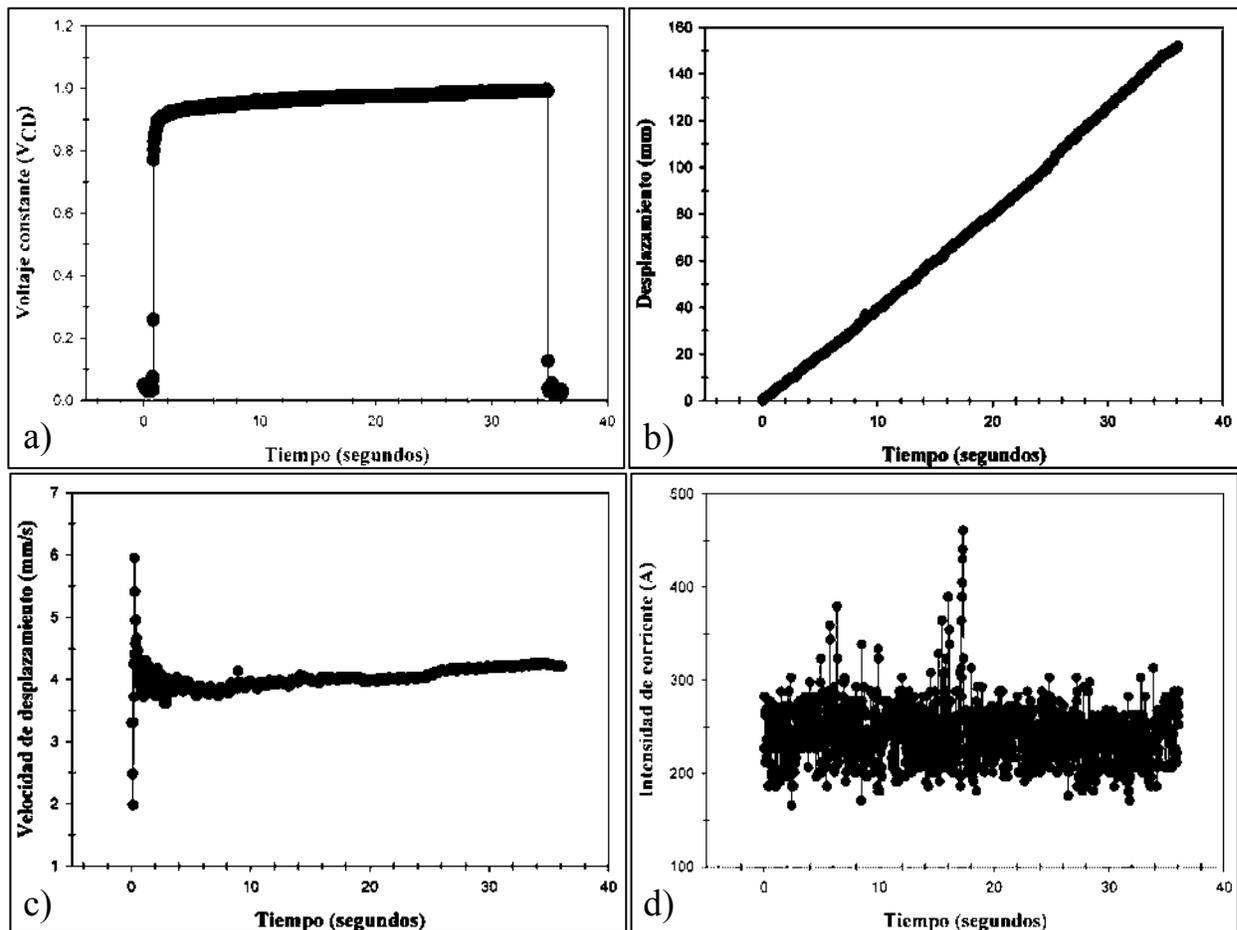


Figura 4.22. Señales digitalizadas para el procesamiento de las señales adquiridas: a) corto circuito para indicar el inicio y fin de cordón de soldadura; b) desplazamiento de la fuente de calor; c) velocidad de desplazamiento del cabezal y d) registro de intensidad de corriente original, acotada entre el rango de inicio y fin del cordón de soldadura de acuerdo a los valores indicados en la Fig. 4.22a.

Como se observa en la Fig. 4.22c, el inicio de las mediciones de velocidad de avance de la fuente de calor (v) posterior al contacto de la placa de Cu y el serpentín localizado en el tubo difusor provoca que descienda hasta 2 mm/s por un instante, después de esto, la v tiende a recuperar su valor calibrado originalmente de 3.8 mm/s en la primera etapa del cordón de soldadura. Sin embargo, es evidente un incremento en la segunda etapa del cordón de soldadura donde se alcanzan valores de 4.2 mm/s, lo cual puede ser atribuido a las condiciones de operación del

propio mecanismo utilizado entre la cremallera y el motor que sirven para desplazar la fuente de calor, por lo cual, considerando que el valor de la v no fue constante, se considera un valor promedio de 4 ± 0.25 mm/s como velocidad de avance de la fuente de calor. Por otra parte, es importante la medición y digitalización de la intensidad de corriente, en la Fig. 4.22d se observan picos alcanzados de hasta 400A. Estos sobresaltos son debido a que durante el proceso de soldadura se van realizando ajustes en el voltaje suministrado con la intención de estabilizar el arco eléctrico en el modo de transferencia del MS por rocío, aun así, la mayoría de los datos registrados se encuentran en un rango entre 200 y 300A, por lo cual en la Fig. 4.23 se muestra la gráfica de intensidad de corriente en el rango entre 200 y 300A, aplicando un ajuste no lineal con un modelo polinomial de quinto orden de acuerdo a la ec. 4.3. El promedio de la intensidad de corriente promedio fue de 241 ± 25 amperios.

$$Y = A_0 + A_1x + A_2x^2 + A_3x^3 + A_4x^4 + A_5x^5 \quad (4.3)$$

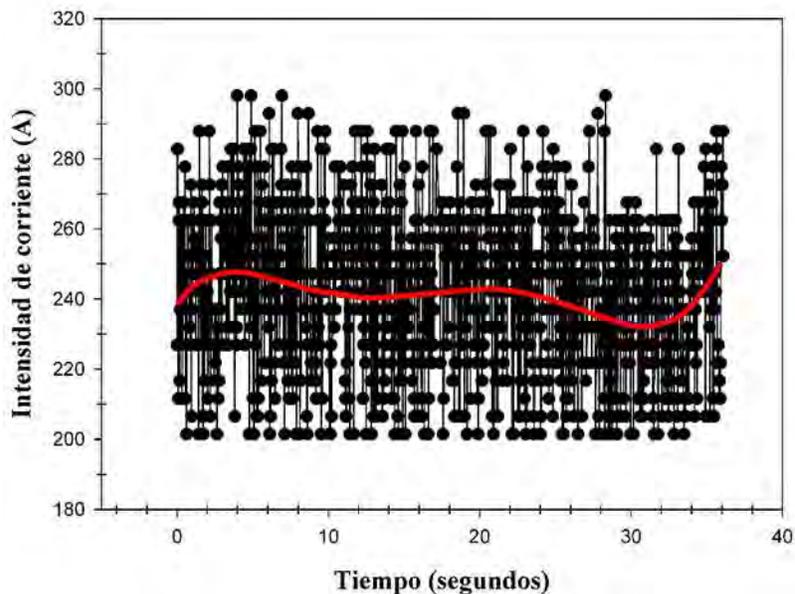


Figura 4.23. Corrección de señal original correspondiente a la intensidad de corriente, acotada en un rango entre 200 y 300A, con un ajuste no lineal.

Es importante tener en cuenta que el proceso de soldadura GMAW depende de la velocidad de alimentación del material de aporte, de la separación de la boquilla de contacto con la pieza de trabajo y del gas de protección, por lo cual es inherente tener variaciones de intensidad de corriente durante el proceso de soldadura, en base a esto, el detectar los cambios de la intensidad de corriente puede definir el tipo de transferencia globular, rocío o cortocircuito y con ello

identificar discontinuidades como, mala apariencia del cordón de soldadura (salpicaduras) o defectos como socavados, falta de penetración y/o fusión.

Una vez obtenido los valores promedio de $v = 4 \pm 0.25$ mm/s y la $I = 241 \pm 25$ A, de los datos registrados en tiempo real durante el proceso de soldadura, así mismo un potencial constante de 30.5V y una $\eta = 75\%$ del proceso GMAW, es posible calcular el HI de manera más exacta aplicando la ec. 3.4, por lo cual, finalmente se obtiene un $HI = 1.37$ kJ/mm.

4.3. Evaluación y caracterización las uniones soldadas.

Esta sección corresponde a la evaluación microestructural y mecánica de las uniones soldadas con y sin aplicación de IEMBI generado por una bobina externa. Es importante resaltar que la intensidad de campo electromagnético de 3mT se seleccionó de acuerdo a trabajos previos en los cuales se trabajó con uniones soldadas de un acero inoxidable comercial AISI 304 [11, 12] y otro proyecto con un acero inoxidable dúplex 2205 (UNS S32205), los mejores resultados en términos generales evaluando las características microestructurales, mecánicas y de resistencia a la corrosión, se obtuvieron a una intensidad electromagnética de 3mT durante el proceso de soldadura [13-15]. La apariencia superficial para ambas condiciones de soldadura se muestran en la Fig. 4.24 y Fig. 4.25. Las soldaduras exhiben una penetración completa libre de falta de fusión y en una sola pasada, por inspección visual no presentaron defectos relevantes.

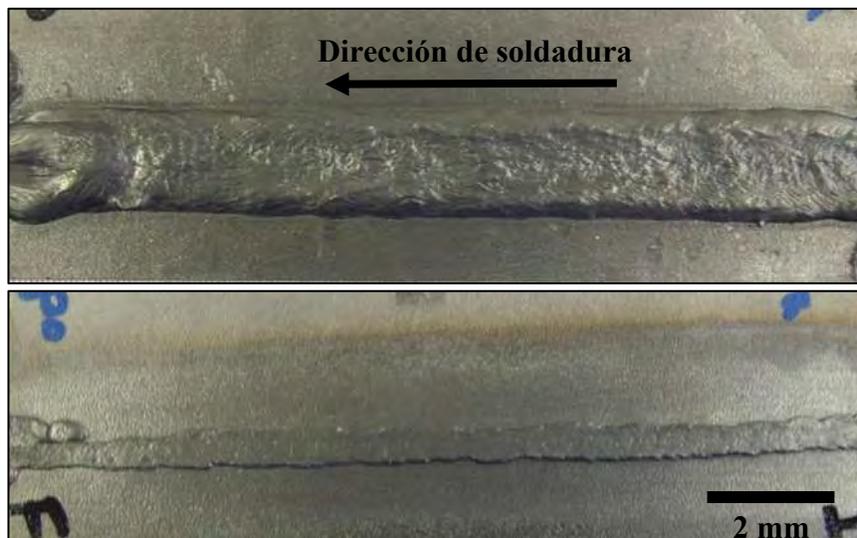


Figura 4.24. Apariencia de cara superficial y cara inferior de soldadura sin IEMBI (0mT) durante el proceso de soldadura.

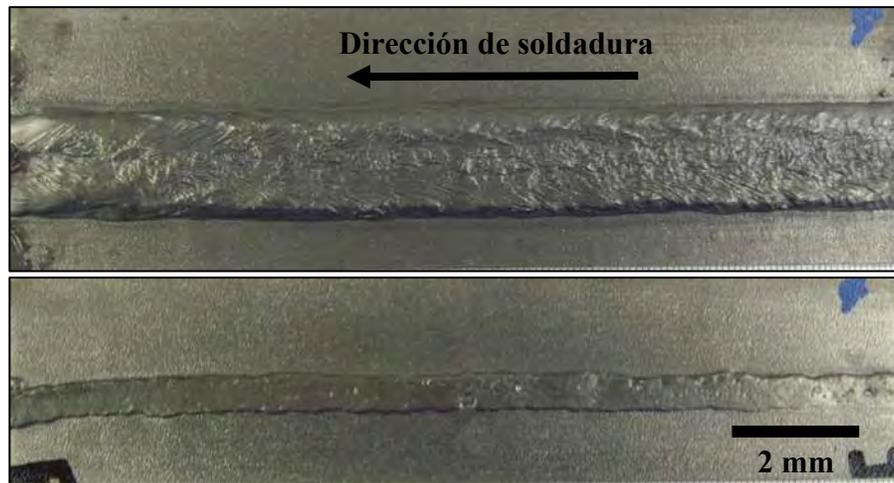


Figura 4.25. Apariencia de cara superficial y cara inferior de soldadura con IEMBI (3mT) durante el proceso de soldadura.

Los perfiles de los cordones de soldadura para ambas condiciones de soldadura son bastante similares con un calor de aporte de 1.37 kJ/mm y un porcentaje de dilución cercano al 48%, tal como se describe en la Fig. 4.26 y Tabla 4.6, según lo indicado por la ecuación 4.4, para el cálculo del coeficiente de dilución [24, 93]:

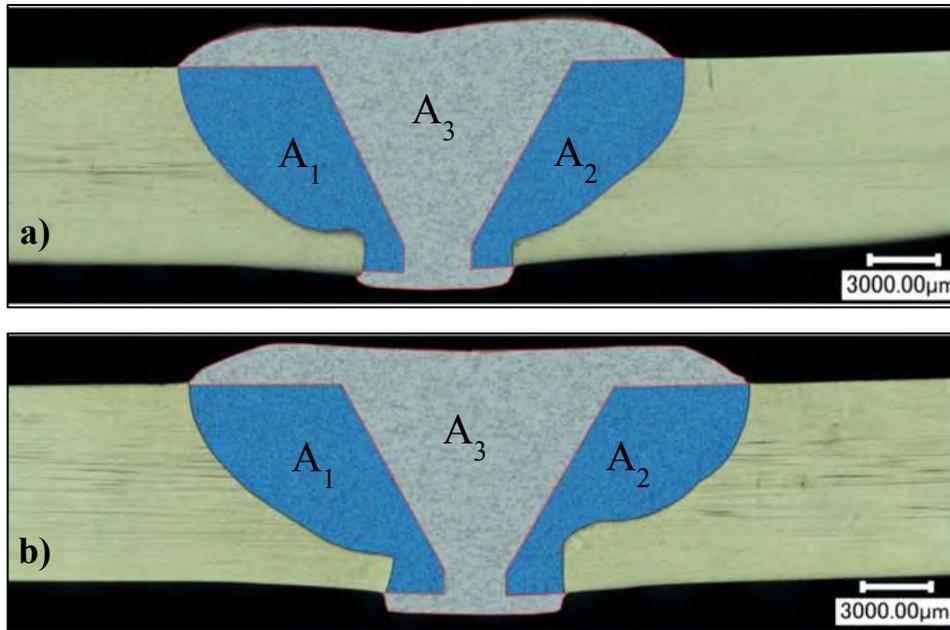


Figura 4.26. Perfiles de union soldada delimitadas por áreas para el cálculo de porcentaje de dilución: a) 0mT y b) 3mT.

$$D = \frac{A_1 + A_2}{A_1 + A_2 + A_3} \quad (4.4)$$

Dónde:

D = Coeficiente de dilución.

$A_1 + A_2$ = Representa el área de la zona mezclada entre los materiales base y el metal de aporte depositado.

A_3 = Representa el área del metal base depositado.

Tabla 4.6. Cálculo de porcentaje de dilución de acuerdo a los perfiles de unión soldada con y sin IEMBI durante el proceso de soldadura.

	A1	A2	A3	D	%D
0mT	43.51	39.21	90.97	0.476	47.6
3mT	53.91	46.32	109.14	0.479	47.9

4.3.1. Caracterización microestructural.

La Figura 4.27 muestra los perfiles de la sección transversal al cordón de soldadura para ambas condiciones de soldadura utilizados para la caracterización microestructural tanto por MO como por MEB. Las soldaduras presentaron una apariencia sana realizada en una sola pasada, de acuerdo a inspección visual, exhiben buena fusión y penetración completa, así como también sobre-monta y/o refuerzo adecuado en el cordón de vista y libres de imperfecciones mayores como falta de fusión, fisuración, socavados, inclusiones y/o poros.



Figura 4.27. Perfiles de la sección transversal al cordón de soldadura para ambas condiciones de soldadura: a) 0mT y b) 3mT.

4.3.1.1. Unión soldada sin IEMBI (0mT).

Para el análisis microestructural a detalle de la unión soldada sin IEMBI durante el proceso de soldadura (0mT), las zonas de interés que se analizaron por MEB se marcan en la Fig. 4.28 del perfil de la unión soldada, la flecha indica la zona y dirección donde se realizó un barrido lineal de los elementos de aleación a través de Zona Afectada Térmicamente (ZAT) – Línea de Fusión (LF) – Metal de soldadura (MS).

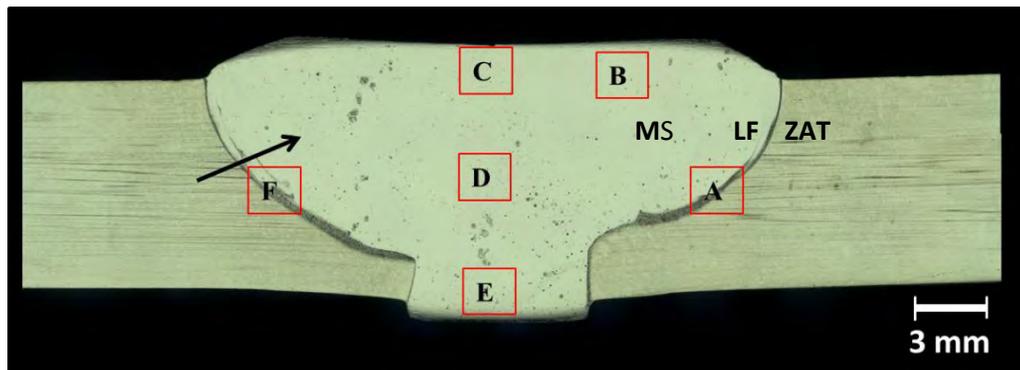


Figura 4.28. Perfil de la unión soldada transversal al cordón de soldadura sin IEMBI (0mT).

La microestructura resultante del MS consta de una estructura columnar dendrítica con dirección del frente de solidificación de las placas de material base hacia el centro del metal de aporte y algunas regiones se puede apreciar la intersección de paquetes o grupos de granos como resultado directo del crecimiento competitivo que se produce durante el proceso de solidificación, tal como se ilustra en la Fig. 4.29a, considerando el elevado contenido de Ni en el metal de aporte (Tabla 3.1 y Fig. 4.29b), el modo de solidificación fue austenítico. En la Fig. 4.29c se puede identificar la zona parcialmente fundida (ZPF) y la zona fundida no mezclada (ZFNM), como bien lo mencionan algunos autores [24, 93], la ZPF siempre existirá adyacente a la línea de fusión (LF), y esto está directamente relacionado con la reducción del flujo convectivo cerca del MB sólido.

Debido a que el proceso de solidificación no se produce bajo condiciones de equilibrio durante el proceso de soldadura, el proceso mismo induce la segregación de algunos elementos de aleación, y la variación de composición química debido a cambios en las condiciones de soldadura, esto hace que la solidificación tenga una microestructura inhomogénea [76].

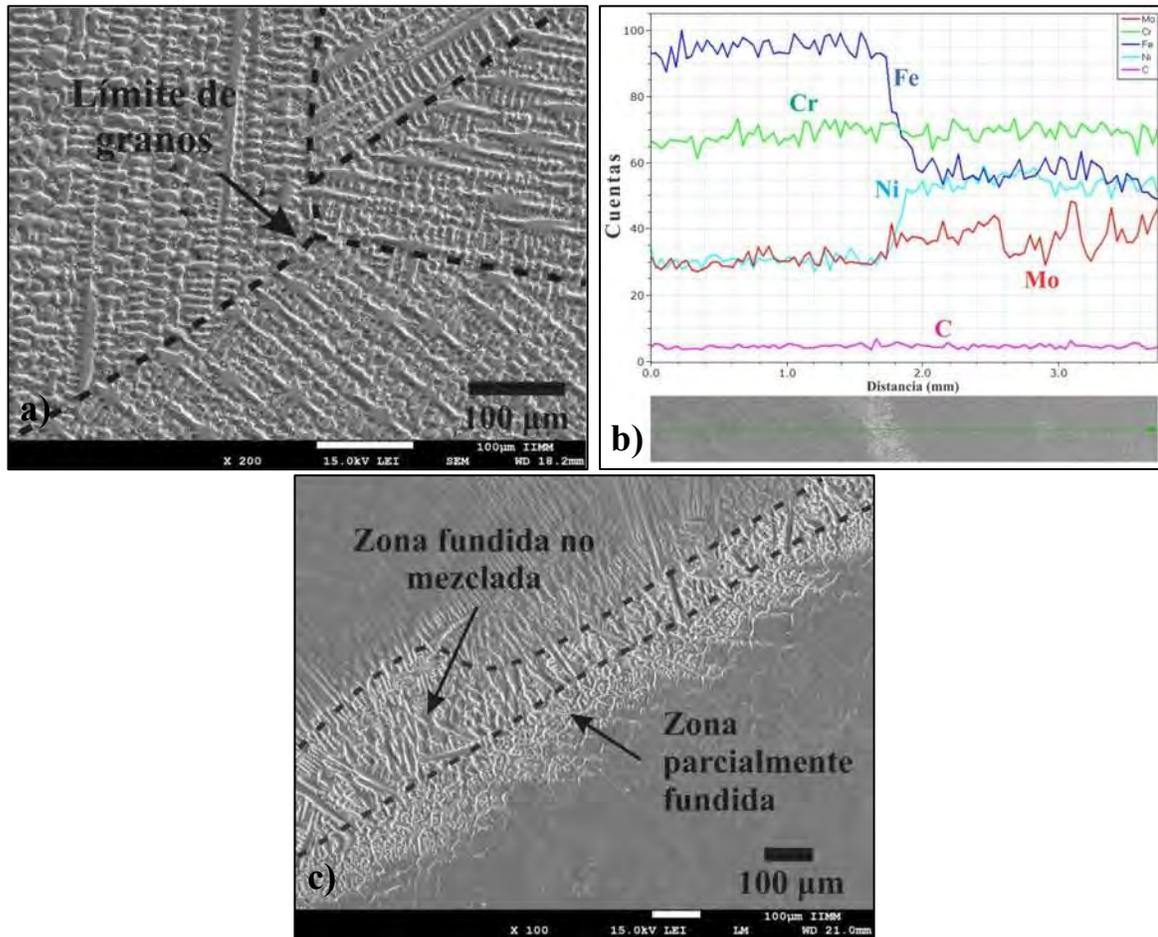


Figura 4.29. Unión soldada sin IEMBI (0mT): a) límites de grano en el MS en la región *B* de la Fig. 4.28; b) barrido lineal por elementos entre el MS y la ZAT y c) identificación de zonas en la región entre el MS y el ZAT en la región indicada como *A* de la Fig. 4.28.

En la Fig. 4.30 se presenta el análisis realizado por MEB en el MS correspondientes a las regiones marcadas como C, D y E de la Fig. 4.28. En las micrografías se puede observar hojuelas irregulares (ver Fig. 4.30c, 4.30f y 4.30i) las cuales son ricas en Mo y Nb, visualmente se puede ver claramente en los mapeos elementales la concentración de Mo y Nb en las Figs. 4.30j y 4.30k, así como lo indicado en Tabla 4.7 y el espectro de la Fig. 4.30 o). Las hojuelas están localizadas a través de todo el espesor del cordón de soldadura en las regiones interdendríticas del MS. Así mismo, también se encontraron partículas semiesféricas de tamaño aproximado de $1.5 \pm 0.4 \mu\text{m}$ y que de acuerdo al microanálisis químico realizado (ver Fig. 4.30n y Tabla 4.7) corresponden a nitruros de Ti y Nb y se localizan dispersos en toda la matriz del MS la cual contiene elevados contenidos de Ni (ver Fig. 4.30p y Tabla 4.7).

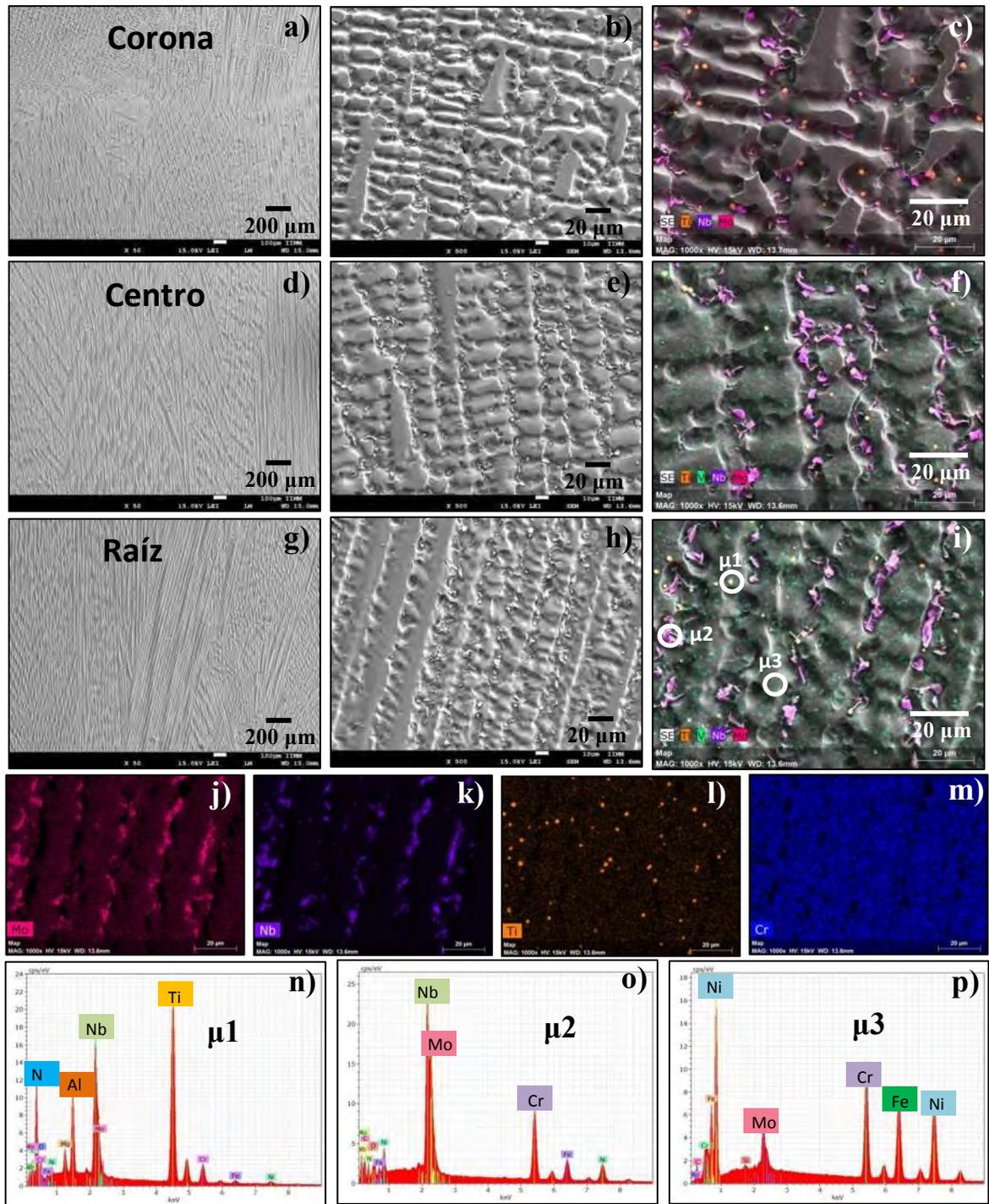


Figura 4.30. Análisis por MEB del MS en unión soldada sin IEMBI (0mT): a-c) zona de la corona; d-f) zona del centro; g-i) zona de la raíz; j-m) mapeos por elemento de la Fig. 4.30i y n-p) microanálisis químicos de partículas indicadas en la Fig. 4.30i.

Tabla 4.7. Composición química de los microanálisis de la Fig. 4.30i (% atómico).

Identificación	Ti	N	Nb	Cr	Ni	Al	Mo	Fe	C
$\mu 1$	19.9	42.9	4.8	2.7	1.0	4.1	0.1	0.7	12.4
$\mu 2$	-	22.5	10.8	15.6	9.7	-	3.8	7.4	27.8
$\mu 3$	-	-	-	20.0	39.1	-	3.0	24.7	13.0

En la Fig. 4.31a se muestra el análisis microestructural de la ZFNM y la ZPF en la unión soldada sin IEMBI (0mT) indicado en la región *F* de la Fig. 4.28, la cuantificación promedio de ambas regiones en el perfil de soldadura a 0mT indica un 3.97% de área con respecto al MS, al interior de estas regiones se encontraron la presencia de intermetálicos como fase χ , nitruros (TiN_2) y óxidos de aluminio (Al_2O_3), de acuerdo a los microanálisis químicos de las Figs. 4.31b, 4.31c y 4.31d y la Tabla 4.8.

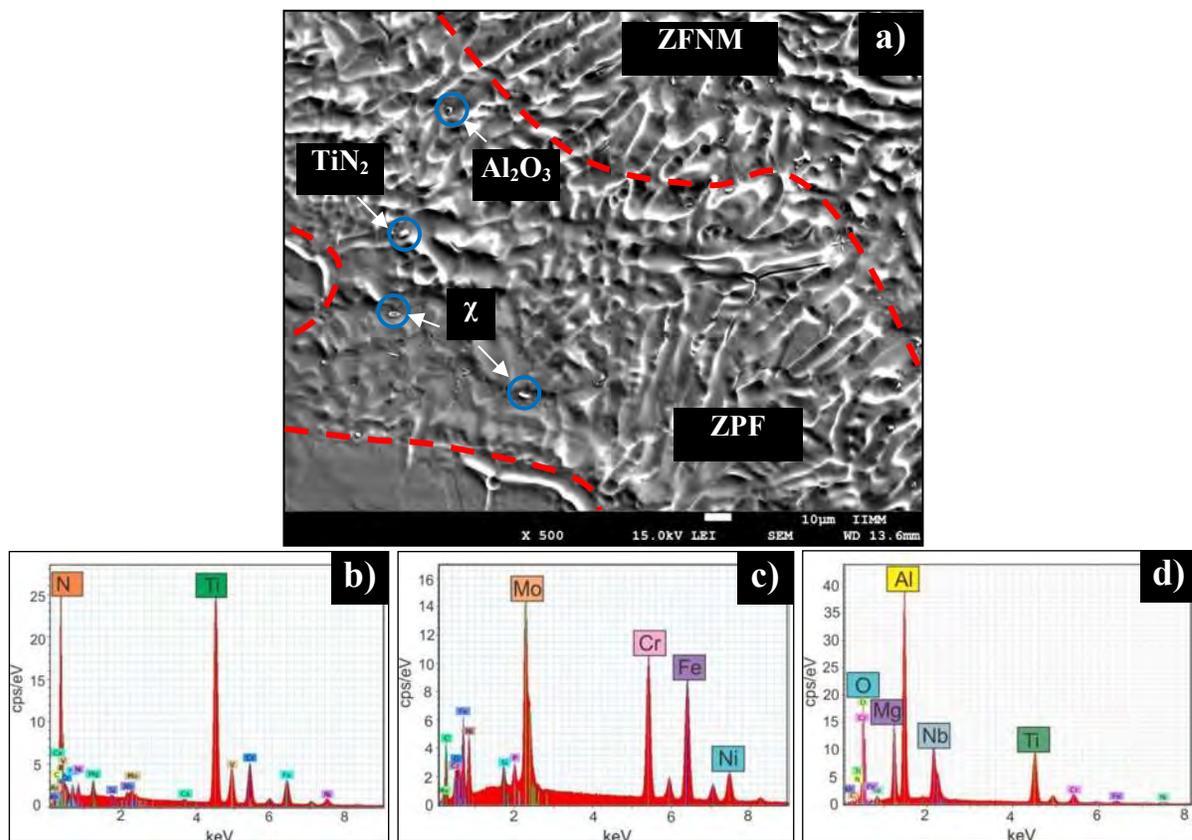


Figura 4.31. Imagen obtenida por MEB de unión soldada sin IEMBI (0mT): a) delimitación de ZPF y ZFNM y b-d) espectros de microanálisis químico de TiN_2 , fase “ χ ” y Al_2O_3 , respectivamente.

Tabla 4.8. Composición química de los microanálisis indicados en la Fig. 4.31 (% atómico).

Identificación	Ti	N	O	Nb	Cr	Ni	Al	Mo	Fe	C
TiN ₂	22.6	56.2	-	0.1	5.8	2.4	-	0.2	5.8	4.5
χ	-	-	-	-	18.2	10.2	-	7.7	25.2	35.1
Al ₂ O ₃	9.7	3.8	50.9	3.6	2.2	0.8	17.6	-	0.8	3.1

En lo que respecta al análisis de la zona que no se fundió pero que experimentó cambios en la microestructura debido al efecto del ciclo térmico del proceso de soldadura (ZAT) se muestra en la Fig. 4.32. En estas imágenes es posible observar la precipitación de segundas fases en las bandas de composición (ver Fig. 4.32b), las cuales presentan un elevado contenido de Mo y Cr (ver Tabla 4.9 y Fig. 4.32c), de acuerdo al microanálisis realizado a una de las partículas (ver Fig. 4.32f) corresponden a fase Sigma. Varios autores [7, 36, 44, 88] coinciden que estos paquetes de partículas intermetálicas están conformadas por una elevada concentración de precipitados ricos en cromo y molibdeno (fase Sigma y fase χ en pequeñas fracciones) alineadas en el sentido de laminación o rolado y localizadas cerca del centro del espesor del AL6XN[®]. Los paquetes de partículas en las bandas de composición tienen un efecto adverso en la reducción de resistencia a la tracción, ductilidad y tenacidad; esto debido a que las partículas son puntos de fragilización que actúan como nucleantes de micro-grietas.

Otros investigadores [7, 36] encontraron bandas de composición en el acero inoxidable AL6XN[®], las cuales atribuyen a la segregación de algunos elementos como el Cr y Mo. Debido a que la solidificación se produce de la superficie de la placa hacia el centro del espesor, el rechazo de soluto incrementa la concentración de Cr y Mo, pero a la vez reduce el Ni, favoreciendo así la formación de segundas fases hacia el centro de la placa. La laminación subsecuente aplanada y alarga estas regiones enriquecidas en soluto en bandas de composición formadas por fase Sigma, lo cual provoca que el material tienda a fragilizarse y disminuya su resistencia a la corrosión.

El otro tipo de precipitados que se encontró en la ZAT corresponde a nitruros de Ti y Nb (ver Fig. 4.32d) de acuerdo a lo indicado en el microanálisis de la Fig. 4.32g y la Tabla 4.9. Esta reportado que estas partículas pueden precipitar en un rango de temperatura entre 650 °C y 850 °C después de un enfriamiento rápido [76], por lo cual estas temperaturas son fácilmente alcanzadas durante el enfriamiento del ciclo térmico en la ZAT, de acuerdo a la $T_{\text{pico}} = 943 \text{ °C}$

registrada por el termopar a una distancia de 4.5mm desde la cara lateral del talón de la placa del MB.

Es importante resaltar que los precipitados encontrados de fase Sigma en las bandas de composición (ancho de banda aproximado de 50 μ m) del MB al centro del espesor se disuelven en la ZAT hasta una distancia aproximada de 0.5 mm adyacente a la LF tal como se observa en la Fig. 4.32a, teniendo en cuenta que la disolución de la fase sigma se encuentra en un rango de 1050 °C a 1100°C [6, 29, 94] y este rango de temperaturas es alcanzado durante los ciclos térmicos muy cerca de la LF como ya se mencionó anteriormente ($T_{\text{pico}}= 943$ °C a 4.5 mm del talón).

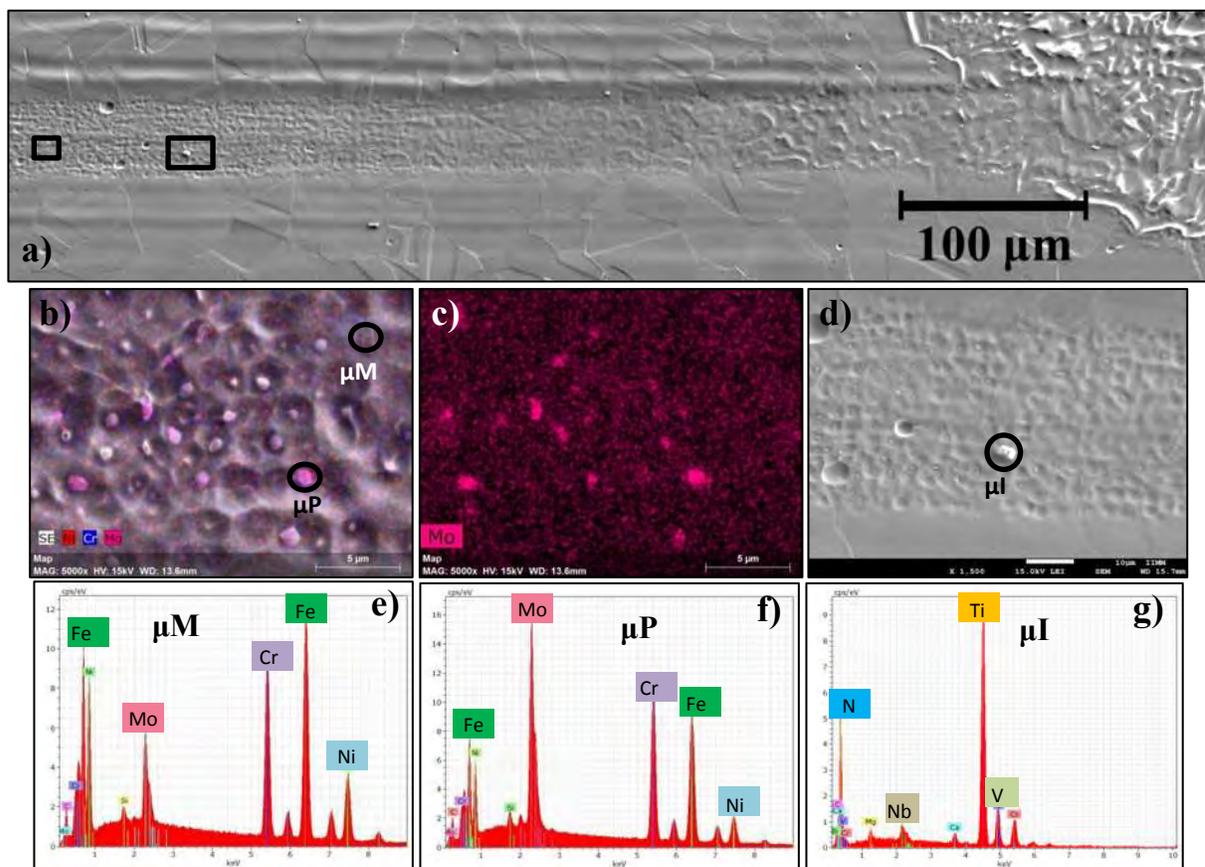


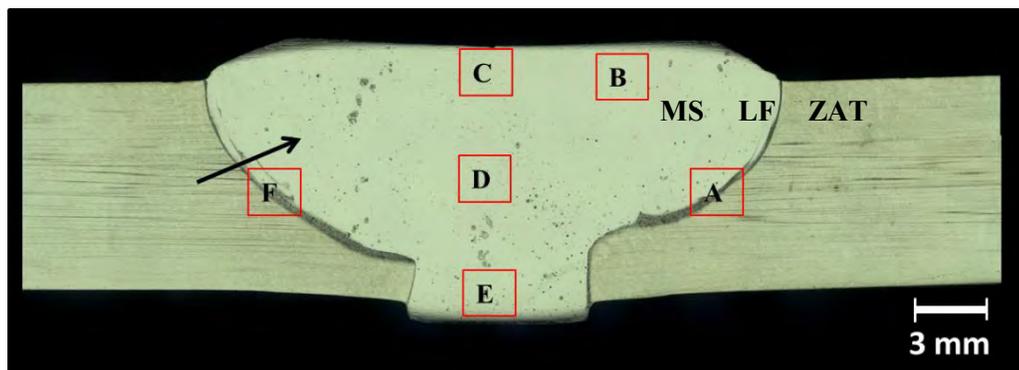
Figura 4.32. Unión soldada sin IEMBI (0mT): a) banda adyacente a la LF en la ZAT; b) partículas en las bandas de composición; c) mapeo de Mo de acuerdo a la Fig. 4.32b; d) precipitación de intermetálicos en la ZAT y e-g) espectros de microanálisis químicos de partículas indicadas en la Fig. 4.32b y Fig.4.32d.

Tabla 4.9. Composición química de los microanálisis de la Fig. 4.31b y Fig. 4.31d (% atómico).

Identificación	Ni	Cr	Mo	C	Si	Ti	N	Nb	V	Fe
μM	20.2	20.28	19.5	3.3	15.8	0.6	-	-	-	-
μP	11.5	24.5	24.0	10.6	19.2	0.9	-	-	-	-
μI	-	9.9	5.5	-	3.2	-	33.4	54.2	0.7	1.2

4.3.1.2. Unión soldada con IEMBI (3mT).

Para el análisis microestructural a detalle de la unión soldada con IEMBI de 3mT durante el proceso de soldadura, las zonas de interés que se analizaron por MEB se marcan en la Fig. 4.33 del perfil de la unión soldada, la flecha indica la zona y dirección donde se realizó un barrido lineal de los elementos de aleación a través de la ZAT-LF-MS.

**Figura 4.33.** Perfil de la unión soldada transversal al cordón de soldadura con IEMBI (3mT).

La microestructura resultante del MS consta de una estructura columnar dendrítica con dirección del frente de solidificación de las placas de material base hacia el centro del metal de aporte y un tipo de solidificación austenítica. Sin embargo, el efecto de la AEM en la pileta líquida de la soldadura, produjo un cambio en la reducción de longitud en los brazos dendríticos de la microestructura del MS, como se puede observar en la Fig. 4.34a. Esto debido a que la AEM induce una fragmentación de brazos dendríticos que funcionan como puntos nucleantes de nuevos granos [12-14, 19, 53], aunado también a una reducción en gradientes térmicos y enfriamientos constitucionales durante el proceso de solidificación. En la Fig. 4.34b se muestra el barrido de elementos desde la ZAT hasta el MS, donde el Ni es el elemento que muestra un incremento notable hacia el MS debido al elevado contenido del Ni en el MS, de igual forma el contenido de Mo muestra picos elevados con respecto al MB, esto debido a las hojuelas ricas en Mo

encontradas en regiones interdendríticas, mientras que el Cr tiende a mantenerse estable. La Fig. 4.34c muestra la ZPF y la ZFNM localizadas entre la ZAT y el MS.

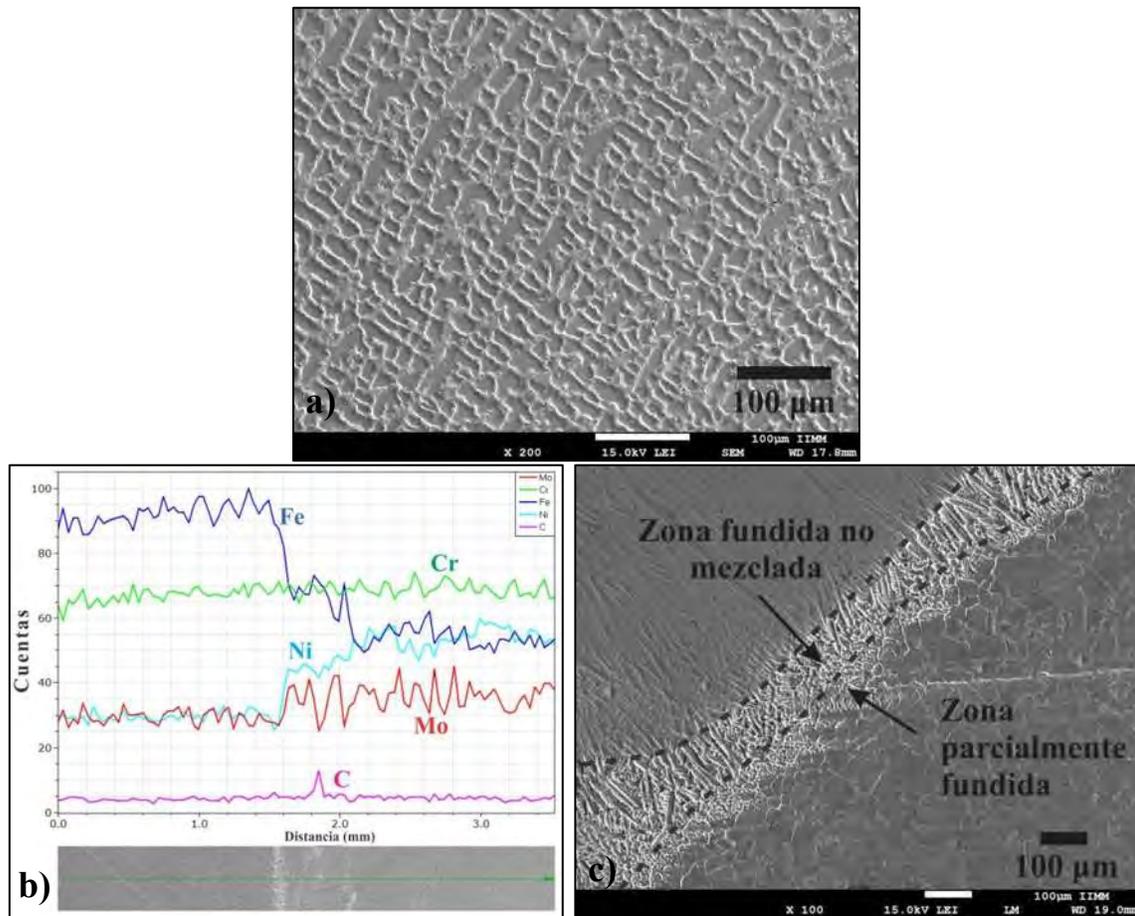


Figura 4.34. Unión soldada con IEMBI (3mT): a) microestructura en el MS de la región B indicada en la Fig. 4.33; b) barrido lineal por elementos entre el MS y la ZAT y c) identificación de zonas en la región entre el MS y el ZAT en la región indicada como A de la Fig. 4.33.

En la Fig. 4.35a se muestra el análisis microestructural de la ZFNM y la ZPF a mayores aumentos en la unión soldada con IEMBI (3mT), la cuantificación de ambas regiones en el perfil de soldadura a 3mT indica un 3.45% de área con respecto al MS, lo cual es ligeramente menor al valor obtenido en la soldadura convencional sin IEMBI (3.97%). Al interior de estas regiones se encontró en menor grado la presencia de intermetálicos como fase χ y nitruros de Ti, de acuerdo a los microanálisis químicos de las Figs. 4.35b, 4.35c y 4.35d y la Tabla 4.10.

Tabla 4.10. Composición química de los microanálisis indicados en la Fig. 4.35 (% atómico).

Identificación	Ti	N	O	Nb	Cr	Ni	Al	Mo	Fe	C
TiN	35.7	36.1	2.7	0.2	8.0	2.6	-	0.4	7.0	4.1
χ	-	-	-	-	19.1	11.7	-	9.0	27.7	30.3
TiN ₂	24.5	40.5	4.5	8.4	4.4	1.0	2.4	0.3	1.1	12.0

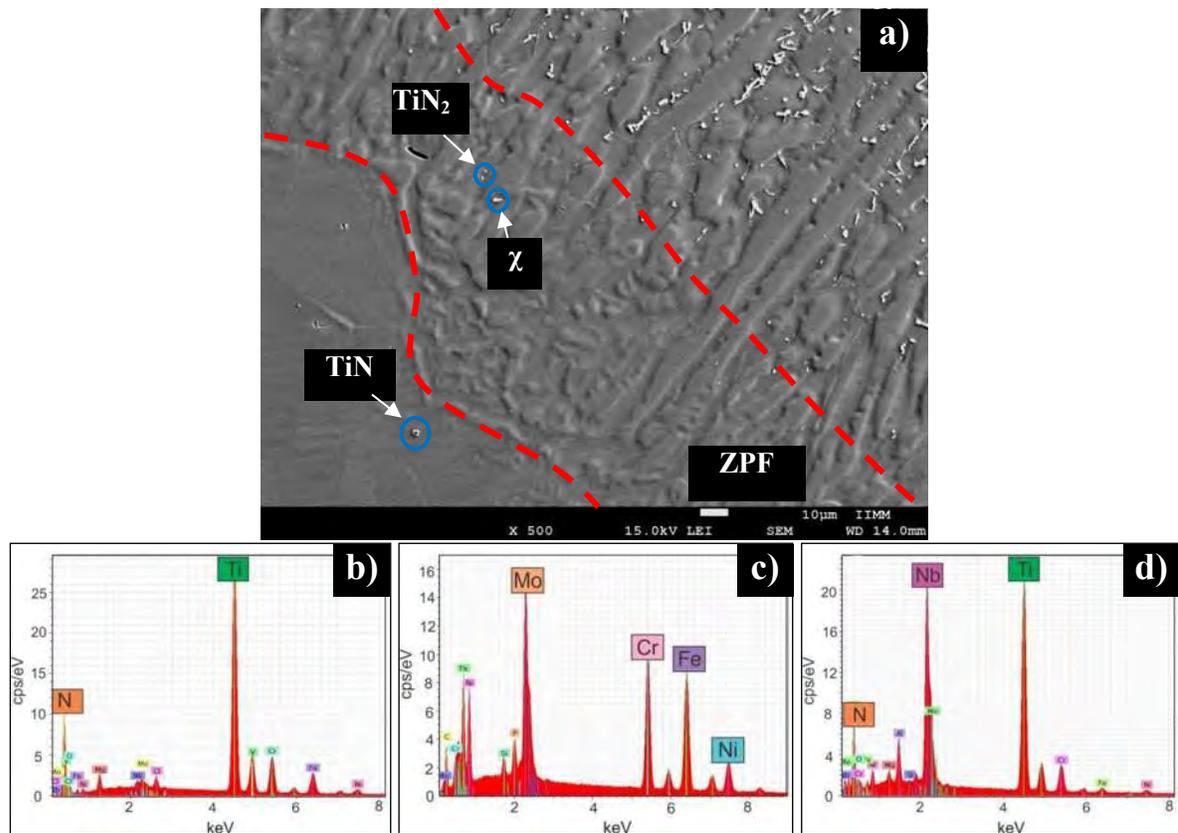


Figura 4.35. Imagen obtenida por MEB de unión soldada con IEMBI (3mT): a) delimitación de ZPF y ZFNM y b-d) espectros de microanálisis químico de TiN, fase “ χ ” y TiN₂, respectivamente.

En la Fig. 4.36 se presenta el análisis realizado por MEB en el MS correspondientes a las regiones marcadas como C, D y E de la Fig. 4.33. Donde se puede observar de igual forma a la condición de soldadura sin IEMBI, la presencia de hojuelas irregulares (ver Fig. 4.36c, 4.36f y 4.36i) ricas en Mo y Nb de acuerdo al espectro del microanálisis de la Fig. 4.36 o) y la Tabla 4.11. Las hojuelas están localizadas a través de todo el espesor del cordón de soldadura en las regiones interdendríticas del MS. Así mismo, también se encontraron partículas semiesféricas de tamaño aproximado de $1.5 \pm 0.4 \mu\text{m}$ que de acuerdo al espectro del microanálisis químico realizado (ver Fig. 4.36n y Tabla 4.11) corresponden a óxidos de aluminio-titanio, los cuales se

localizan dispersos en toda la matriz del MS y la cual contiene elevados contenidos de Ni (ver Fig. 4.36p y Tabla 4.11).

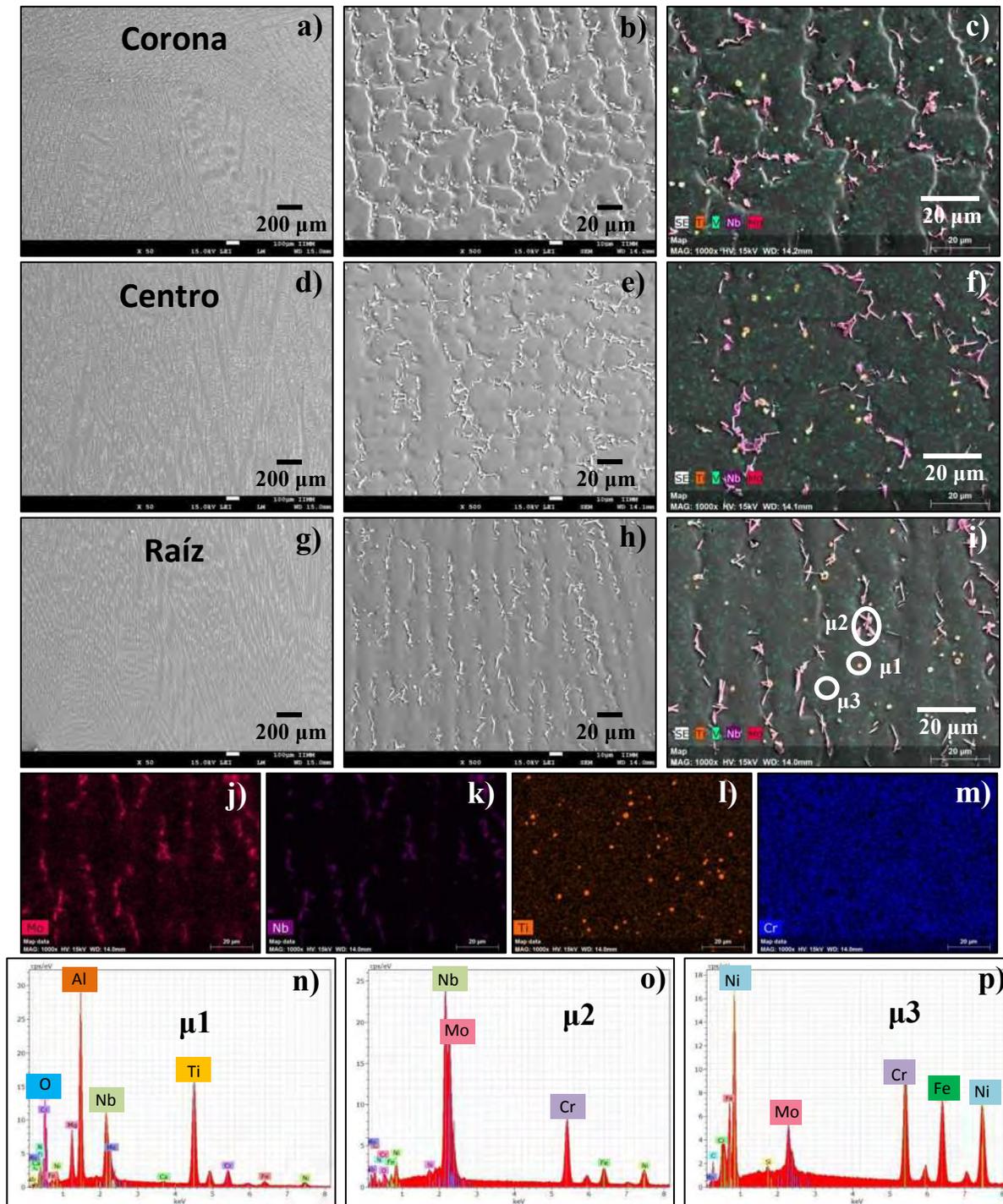


Figura 4.36. Análisis por MEB del MS en unión soldada con IEMBI (3mT): a-c) zona de la corona; d-f) zona del centro; g-i) zona de la raíz; j-m) mapeos por elemento de la Fig. 4.36i y n-p) espectros de microanálisis químicos de partículas indicadas en la Fig. 4.36i.

Tabla 4.11. Composición química de los microanálisis de la Fig. 4.36i (% atómico).

Identificación	Ti	N	Nb	Cr	Ni	Al	Mo	Fe	C	O
$\mu 1$	15.3	11.7	3.5	2.9	1.7	12.1	0.3	1.3	3.6	43.7
$\mu 2$	-	9.7	14.2	18.0	10.5	-	6.2	7.2	30.4	3.6
$\mu 3$	-	-	-	18.9	37.4	-	2.7	22.5	18.2	-

En lo que respecta al análisis de la ZAT, al igual que en la condición de soldadura convencional sin IEMBI (0mT), se encontraron bandas de composición, en las cuales están alojadas precipitados de fase Sigma, de acuerdo al microanálisis realizado a una de las partículas en la Fig. 4.37e y Tabla 4.12. Sin embargo, el localizar estas bandas fue más difícil, ya que el espesor de las bandas es de 10 μm , en comparación al espesor de 50 μm de la condición de soldadura de 0mT. Las partículas de fase Sigma se redisolvieron en la ZAT hasta una distancia aproximada de 0.7 mm adyacente a la LF tal como se observa en la Fig. 4.37a.

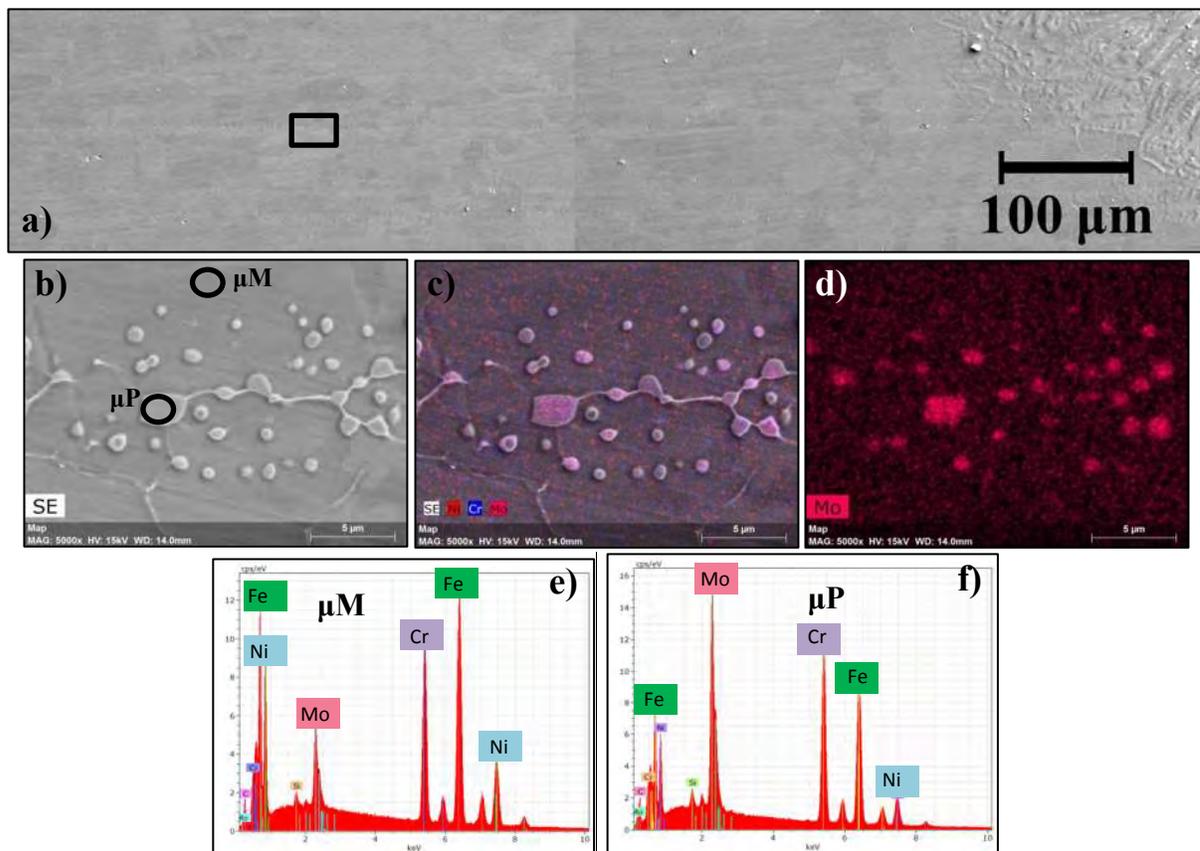


Figura 4.37. Unión soldada con IEMBI (3mT): a) banda adyacente a la LF en la ZAT obtenida por MEB; b) banda de composición; c) mapeo de Mo, Cr y Ni de la Fig. 4.37b; d) mapeo elemental de Mo de la Fig. 4.37b y e) espectros de los microanálisis químicos de partículas indicadas en la Fig. 4.37b.

Tabla 4.12. Composición química de los microanálisis de la Fig. 4.37b (% atómico).

Identificación	Ni	Cr	Mo	C	Si	Fe
μM	20.6	19.9	3.2	12.5	0.6	43.2
μP	11.0	25.4	10.5	17.7	1.1	34.4

Con respecto al tamaño de grano en la ZAT debido al efecto de los ciclos térmicos, considerando un tamaño de grano promedio de $55 \pm 20 \mu\text{m}$ del MB a través del espesor del material, las mediciones de tamaño de grano para ambas condiciones de soldadura en la ZAT se muestran en la Tabla 4.13. Los resultados indican que para la condición sin IEMBI se mantiene el tamaño de grano en los 3 niveles de la ZAT, registrando valores promedio entre $55 \pm 17 \mu\text{m}$ y $60 \pm 20 \mu\text{m}$. En la condición de soldadura con IEMBI de 3mT, de igual manera, el tamaño de grano promedio es muy semejante al valor de microdureza del MB, registrando valores promedio de $52 \pm 20 \mu\text{m}$ para las 3 regiones a través del espesor de las placas. Por lo cual se puede aseverar que los ciclos térmicos no tienen injerencia sobre el tamaño de grano en la ZAT para ambas condiciones de soldadura. Esto se puede correlacionar con los resultados obtenidos en el MB envejecido hasta una temperatura de $900 \text{ }^\circ\text{C}$, ya que a pesar de la temperatura, el tamaño de grano con respecto al MB no experimentó una variación considerable y/o cambios de fase, por lo que el cambio microestructural más relevante se atribuyó a la precipitación de segundas fases y precipitados como carburos y nitruros hacia los bordes de grano y al interior de los granos austeníticos.

Tabla 4.13. Mediciones de tamaño de grano en la ZAT para ambas condiciones de soldadura.

Tamaño de grano (μm)	Superior	Centro	Inferior
0 mT	56 ± 22	55 ± 17	60 ± 20
3 mT	51 ± 20	52 ± 20	52 ± 20

4.4. Caracterización mecánica de las uniones soldadas.

4.4.1. Perfiles de microdureza Vickers.

En la Fig. 4.38 se muestran los perfiles de microdureza Vickers de la US sin IEMBI (0mT) en sus 3 niveles de barrido, para un mejor análisis se sacaron los promedios en las diferentes zonas de interés como lo son la ZAT, LF y MS (ver Fig.4.39 y Tabla 4.14), teniendo como referencia la microdureza Vickers promedio del MB a través del espesor ($232.0 \pm 8 \text{ HV}_{0.1}$).

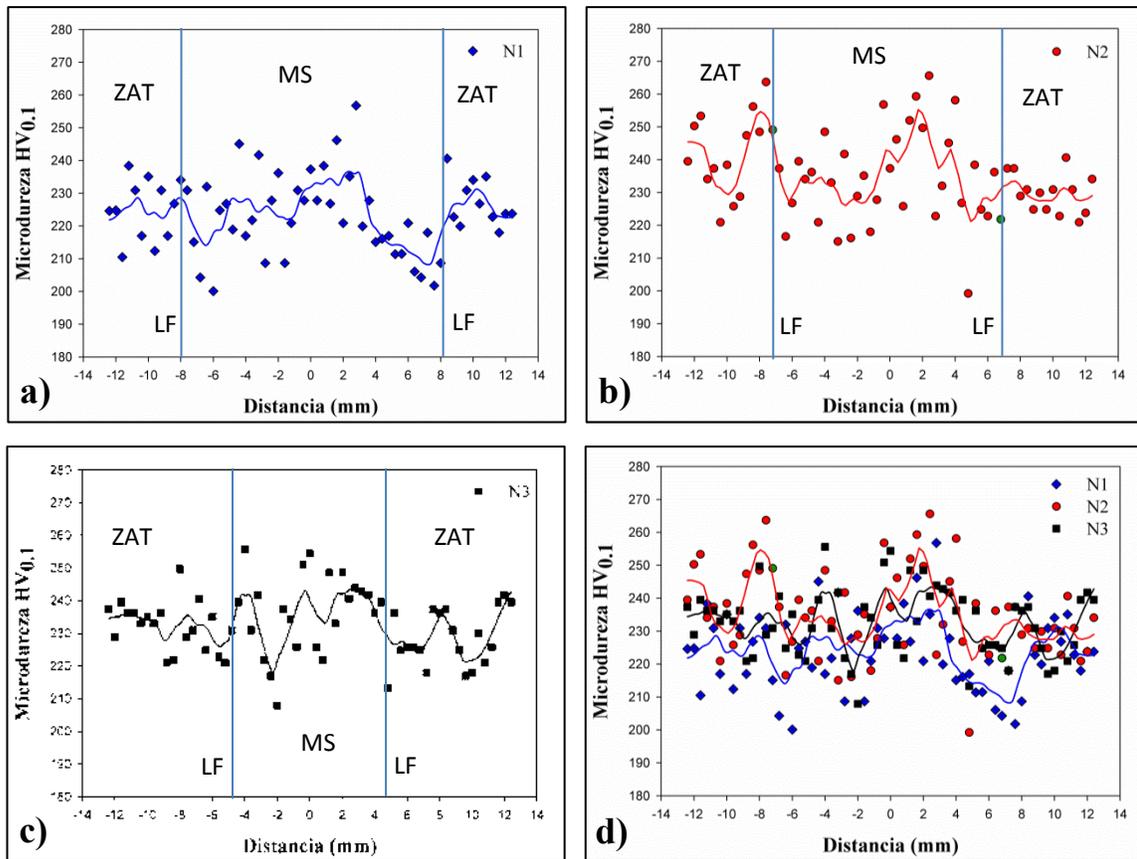


Figura 4.38. Perfiles de microdureza Vickers obtenida de la secci3n transversal al cord3n de soldadura sin IEMBI (0mT): a) barrido superior; b) barrido central; c) barrido inferior y d) comparaci3n de los 3 barridos.

Las variaciones en las diferentes zonas son debido a que este tipo de prueba es demasiado puntual, es decir, la impronta al tocar alg3n l3mite de grano, regiones con intermet3licos y/o segundas fases, las cuales poseen una elevada dureza, se registra un sobresalto en el valor promedio con respecto a la matriz. As3 mismo, la ventaja que proporciona este ensayo es la sensibilidad para poder detectar zonas de inter3s como lo es el caso de las variaciones en ZAT con respecto al MB y al MS.

Tabla 4.14. Valores promedio de microdureza Vickers en las diferentes zonas de la uni3n soldada sin IEMBI (0mT) en sus 3 niveles de barridos (I=izquierda y D=derecha).

Identificaci3n	ZAT I	LF I	MS	LF D	ZAT D
Nivel 1	223.8 ± 9	229.9	242.3 ± 14	222.8	234.1 ± 7
Nivel 2	223.0 ± 13	234.4	234.7 ± 17	221.8	236.8 ± 13
Nivel 3	226.8 ± 10	220.9	230.9 ± 8	214.2	229.5 ± 8

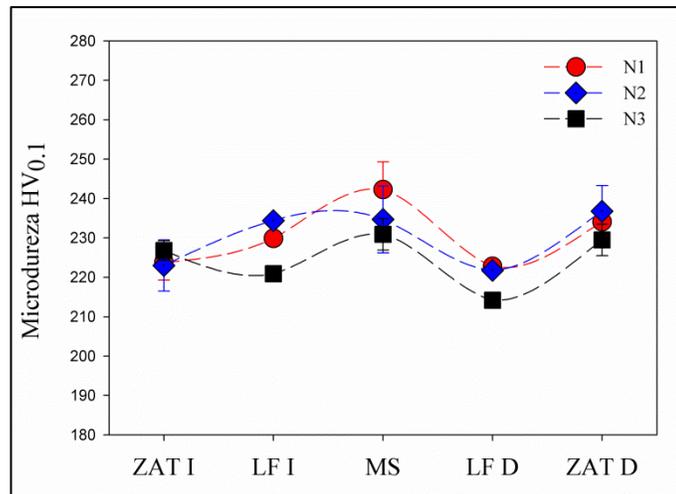


Figura 4.39. Microdureza Vickers promedio obtenida en los 3 niveles de barrido por zonas en la unión soldada sin IEMBI (0mT).

De acuerdo a la Fig. 4.39 se puede apreciar una tendencia a incrementar la dureza en los 3 niveles de la ZAT izquierda hacia el centro del MS y una tendencia a disminuir del centro del MS hacia la ZAT derecha de la unión soldada. Por mencionar un ejemplo, considerando el nivel 1 con un incremento del 7.7% del MS con respecto al valor obtenido en la ZAT izquierda, y a su vez un decremento hacia la ZAT derecha del 3.5% de dureza con respecto al mismo valor del MS en el nivel 1. Caso contrario en el nivel 3 donde las 3 zonas registran valores de dureza muy similares y solo se registran valores menores de dureza en las líneas de fusión de la parte derecha del perfil del MS. Normalmente debido al efecto que produce los ciclos térmicos en los procesos de soldadura por el aporte térmico y dependiendo del rango de velocidad de enfriamiento, es común que la ZAT tienda a experimentar cambios en la microestructura tales como un crecimiento de grano adyacente a la línea de fusión y un posterior refinamiento de grano, los cuales pueden ser asociados y detectados por las variaciones en los valores de dureza comparados con el metal de aporte y material base [95-97].

En la Fig. 4.40 se muestran los perfiles de microdureza Vickers de la unión soldada con IEMBI (3mT) en sus 3 niveles de barrido, para un mejor análisis se sacaron los promedios en las diferentes zonas de interés como lo son la ZAT, LF y MS, como se muestra en la Fig.4.41 y Tabla 4.15.

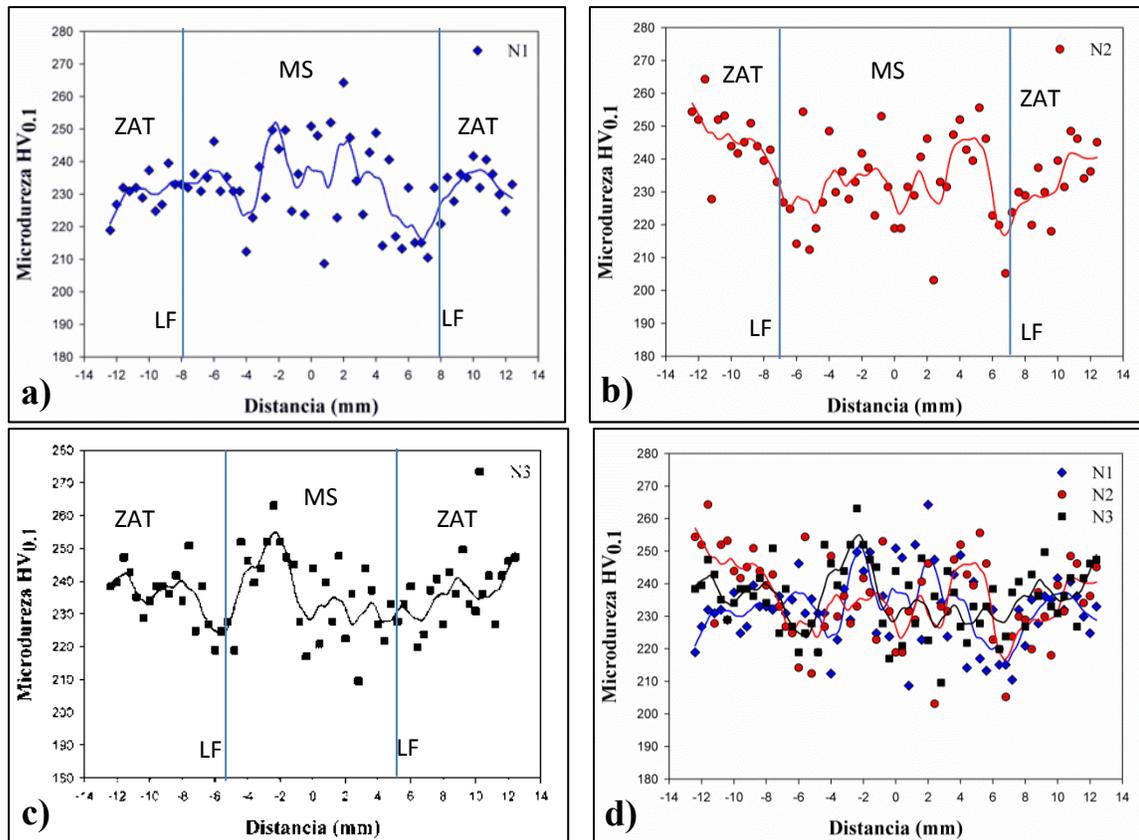


Figura 4.40. Perfiles de microdureza Vickers obtenida de la sección transversal al cordón de soldadura con IEMBI (3mT): a) barrido superior; b) barrido central; c) barrido inferior y d) comparación de los 3 barridos.

Los valores de dureza promedio por zonas de la unión soldada con IEMBI de 3mT se muestran en la Tabla 4.5 y la gráfica de la Fig. 4.41. El comportamiento de los perfiles de dureza fueron muy similares para ambas condiciones de soldadura, por lo cual se puede concluir que la propiedad de dureza no sufre cambios relevantes por efecto de la aplicación de IEMBI durante el proceso de soldadura, como se puede observar en la comparación directa de ambas condiciones de soldadura por niveles de barrido de dureza indicados en la Fig. 4.42.

Tabla 4.15. Valores promedio de microdureza Vickers en las diferentes zonas de la unión soldada con IEMBI (3mT) en sus 3 niveles de barridos (I=izquierda y D=derecha).

Identificación	ZAT I	LF I	MS	LF D	ZAT D
Nivel 1	231.9 ± 8	239.5	233.0 ± 13	227.8	234.4 ± 6
Nivel 2	246.3 ± 17	233.0	236.0 ± 17	223.8	238.1 ± 17
Nivel 3	234.2 ± 10	227.8	240.4 ± 16	222.8	233.4 ± 8

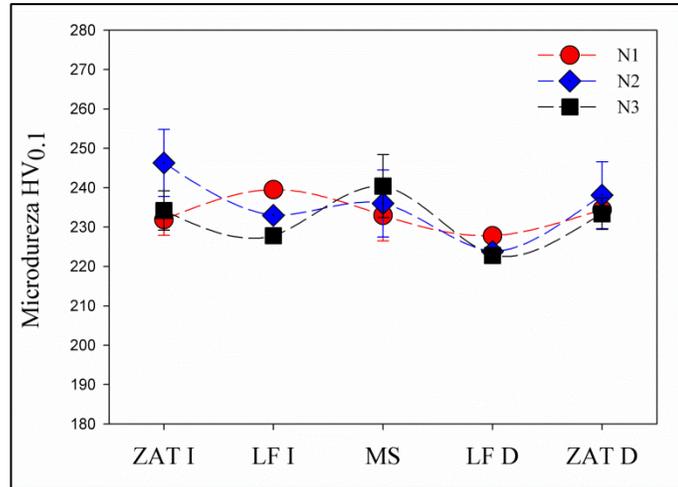


Figura 4.41. Microdureza Vickers promedio obtenida en los 3 niveles de barrido en las diferentes zonas de la unión soldada con IEMBI (3mT).

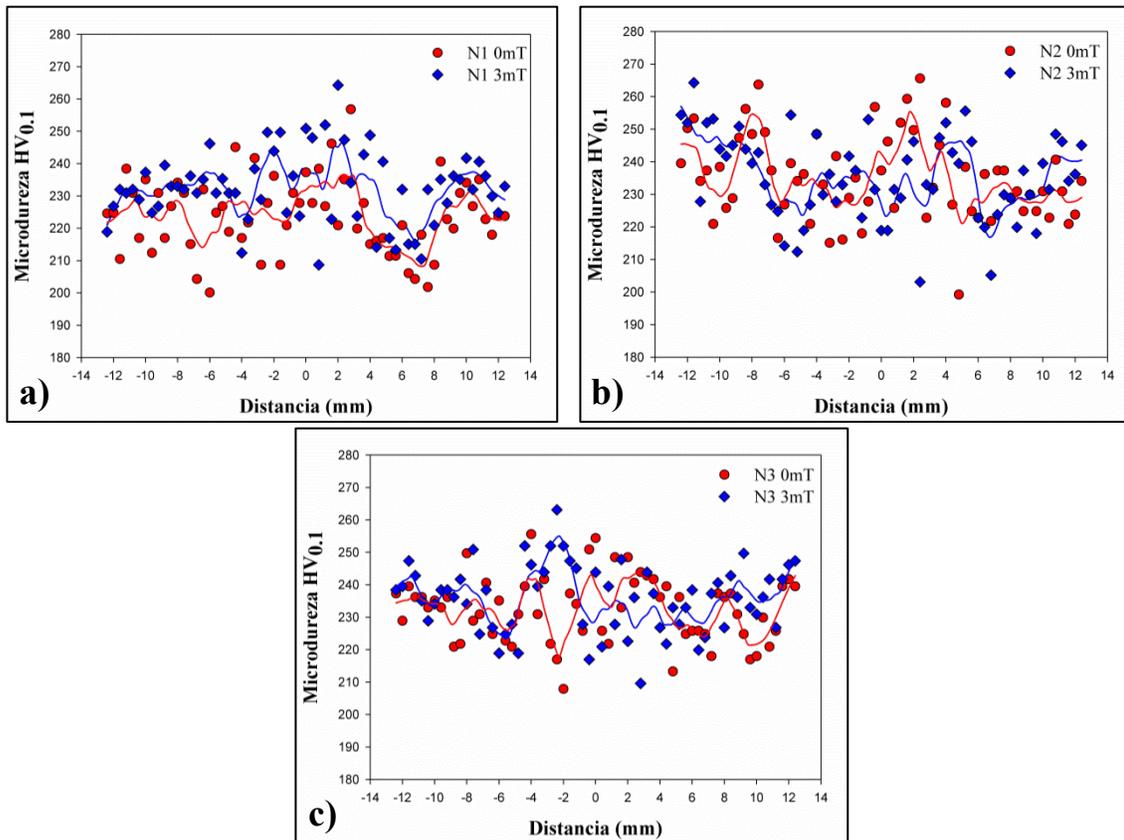


Figura 4.42. Comparación de perfiles de microdureza Vickers entre las condiciones de soldadura con y sin IEMBI: a) barrido superior; b) barrido central y c) barrido inferior.

4.4.2. Ensayos de tracción uniaxial.

En la Fig. 4.43 y Tabla 4.16 se muestran las curvas y valores promedios de la resistencia máxima a la tracción, esfuerzo de cedencia, y porcentaje de deformación para probetas ensayadas del MB en sentido longitudinal al laminado, y de las probetas de soldadura con y sin IEMBI durante el proceso de soldadura. De acuerdo a los resultados de resistencia a la tracción obtenidos para la unión soldada sin IEMBI (0mT,) indican una eficiencia mecánica a la tracción del 82% con respecto al MB, y un decremento del 7% y 19% en el esfuerzo a la cedencia y el porcentaje de deformación, respectivamente. Para la condición de soldadura con IEMBI de 3mT, indican una eficiencia mecánica a la tracción del 83% con respecto al MB, y un decremento del 9% y 22% en el esfuerzo a la cedencia y el porcentaje de deformación, respectivamente.

Considerando los valores promedio de propiedades mecánicas mostradas en la Tabla 4.16, es evidente que el comportamiento de resistencia a la tracción es prácticamente el mismo para las uniones soldadas con y sin IEMBI, por lo que nuevamente se ratifica que no se presenta un cambio relevante al igual que se observó con los resultados de perfiles de microdureza Vickers para ambas condiciones de soldadura.

Tabla 4.16. Comparación de los resultados obtenidos del ensayo de tracción para el MB y la unión soldada con y sin IEMBI durante el proceso de soldadura.

Identificación	Esfuerzo de cedencia al 0.2% (MPa)	Esfuerzo de tracción (MPa)	% de deformación
AL6XN L	413 ± 15	749 ± 7	53 ± 2
Unión soldada sin IEMBI (0mT)	385 ± 14	615 ± 1	43 ± 8
Unión soldada con IEMBI 3mT	375 ± 2	624 ± 1	41 ± 0.2

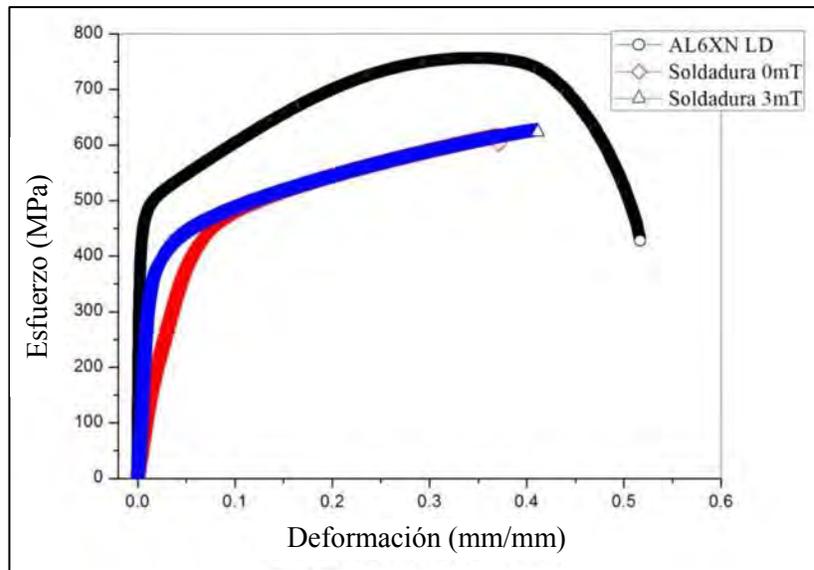


Figura 4.43. Comparación de curvas esfuerzo vs deformación entre MB en sentido longitudinal al laminado y las uniones soldadas con y sin IEMBI.

La falla de las probetas ensayadas a tracción para las probetas de soldadura con y sin IEMBI ocurrió cerca de la línea central del metal de soldadura (MS) tal como se puede observar en la Fig. 4.44. El origen de falla se genera en el MS debido a la microestructura de granos columnares dendríticos que se generan como última zona en solidificar durante el proceso de soldadura y a la elevada densidad de precipitados de TiN y hojuelas irregulares sobresaturadas en elementos de aleación como el Mo y Nb localizadas en las regiones interdendríticas en un estado de no equilibrio fragilizando el MS y que pueden funcionar como puntos concentradores de esfuerzos que en presencia de cargas son zonas preferentes de inicio de falla, por lo cual reducen drásticamente la resistencia a la tracción y la ductilidad [98-100].



Figura 4.44. Imagen de vista superior correspondiente a la fractura posterior al ensayo de tracción de probeta en condición de soldadura sin IEMBI.

El tipo de falla para ambas condiciones de soldadura presentó un comportamiento predominantemente dúctil como se puede observar en la Fig. 4.45, de rotura plana con labio de salida en la región de fractura rápida marcada como zona 3 de la Fig. 4.45a; en la Fig. 4.45b se puede apreciar la presencia de intermetálicos ricos en Cr como producto de la segregación durante el subenfriamiento constitucional en el proceso de solidificación del MS. El microanálisis se indica en la Fig. 4.46, el precipitado tiene un tamaño promedio de $11 \pm 1 \mu\text{m}$.

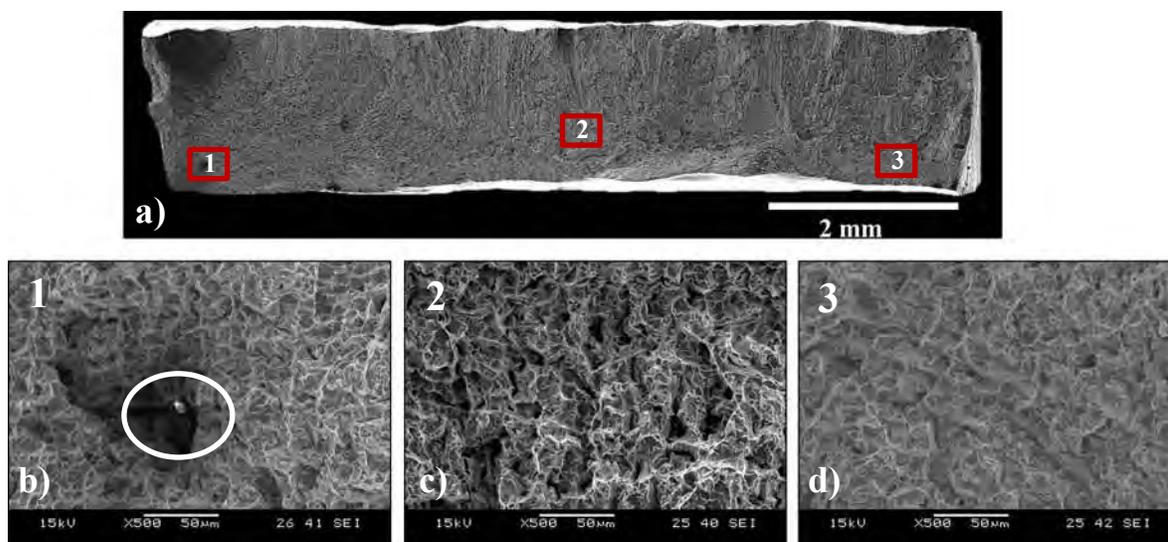


Figura 4.45. Imágenes obtenidas por MEB del espécimen ensayado a tracción de la unión soldada sin IEMBI (0mT): a) macrografía general de superficie fracturada, b-d) micrografías de diferentes zonas en la superficie de fractura que corresponden al metal de aporte.

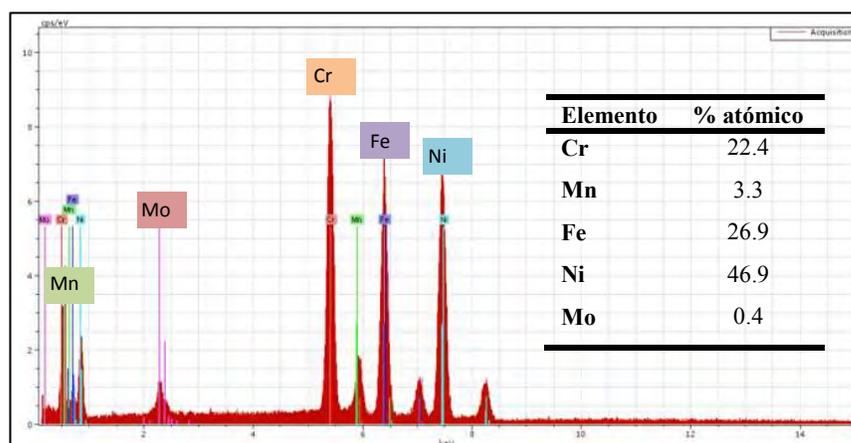


Figura 4.46. Espectro del microanálisis químico realizado en la partícula de la Fig. 4.45b.

4.4.3. Comportamiento a la fatiga.

El diagrama S-N correspondiente a las uniones soldadas con y sin IEMBI se muestra en la Fig. 4.47. La resistencia a la fatiga fue evaluada hasta 1×10^7 ciclos como máximo, lo cual es recomendado para uniones soldadas [71, 100], aunque el proceso mismo de soldadura genera pequeñas grietas al interior del metal de aporte debido a inclusiones y en algunos casos microporosidades que pueden actuar como agentes nucleantes de pequeñas grietas, aun así la lentitud del crecimiento de grieta requeriría de un elevado número de ciclos antes de que la falla ocurriera después de 1×10^7 ciclos [71, 100]. La amplitud de esfuerzo y condiciones de control de carga para determinar la vida a la fatiga de las uniones soldadas en ambas condiciones de soldadura se muestra en la Tabla 4.17.

Tabla 4.17. Amplitud de esfuerzo aplicado a las diferentes probetas ensayadas en la evaluación de la resistencia a la fatiga de las uniones soldadas con y sin IEMBI.

	Amplitud de esfuerzo (MPa)	Carga máx. (kN)	Carga mín. (kN)	Esfuerzo máx. (MPa)	Número de ciclos	Condición final
0 mT	170	11.33	1.13	378	419,108	Fracturada
	160	10.67	1.07	356	734,356	Fracturada
	150 (a)	10	1	333	2'424,744	Fracturada
	150 (b)	10	1	333	1'862,377	Fracturada
	145	9.67	0.967	322	10'000,000	Sin fractura
	140	9.33	0.93	311	10'000,000	Sin fractura
	135	8.93	0.89	300	10'000,000	Sin fractura
3 mT	170	11.33	1.13	378	296,384	Fracturada
	160 (a)	10.67	1.07	356	595,343	Fracturada
	160 (b)	10.67	1.07	356	645,750	Fracturada
	150	10	1	333	10'000,000	Sin fractura
	145	9.67	0.967	322	10'000,000	Sin fractura

Para el caso de soldadura sin IEMBI (0mT) se ensayaron 2 probetas a una amplitud de esfuerzo ($\Delta\sigma/2$) de 150 MPa, las cuales están indicadas como 150 (a) y 150 (b), para la condición de soldadura con 3 mT se ensayaron igualmente 2 probetas a una amplitud de esfuerzo ($\Delta\sigma/2$) de 160 MPa, indicadas como 160 (a) y 160 (b). Lo anterior con la finalidad de corroborar que los límites de fatiga para cada condición se encuentran cercanos a $\Delta\sigma/2= 145$ MPa y 150 MPa respectivamente, por lo cual se puede observar una ligera mejora en el límite a la fatiga para un elevado número de ciclos en la condición de soldadura con IEMBI (3mT).

En ambas condiciones de soldadura se tiene una baja resistencia a la fractura por fatiga a una amplitud de esfuerzo de 170 MPa, esto debido a que el esfuerzo máximo ($\sigma_{\max}=378$ MPa) es muy cercano al esfuerzo de cedencia de la unión soldada convencionalmente ($\sigma_y=385$ MPa), razón por la cual el periodo de transición entre la iniciación, crecimiento y propagación de grieta se ve reducido y la falla ocurre en periodos cortos a bajo número de ciclos.

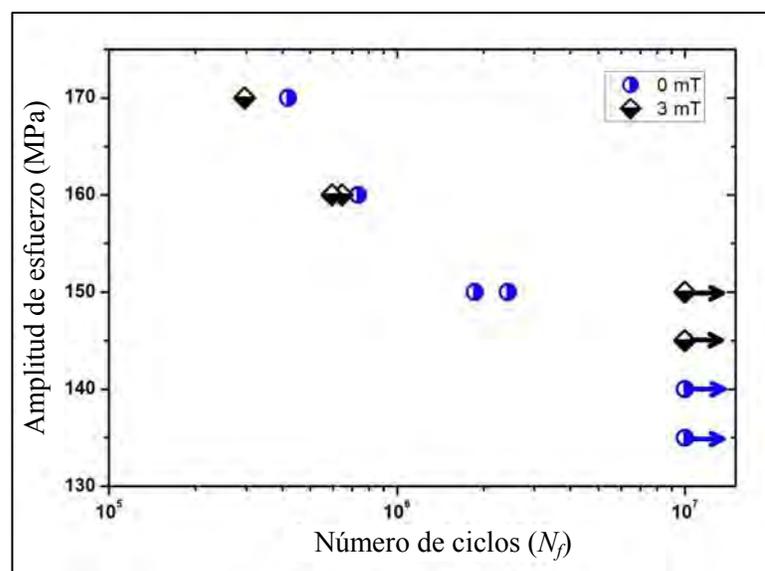


Figura 4.47. Diagrama S-N de vida a la fatiga de uniones soldadas con y sin IEMBI.

De acuerdo al diagrama de Wöhler para ambas condiciones de soldadura, los resultados son bastante similares bajo condiciones de carga iguales, por lo cual, en términos de vida a la fatiga, el uso de IEMBI durante el proceso de soldadura no induce un efecto relevante que signifique en una marcada mejora en la vida a la fatiga de las uniones soldadas.

La característica principal en todas las probetas ensayadas fue que las fallas ocurrieron en el MS, como se ilustra en la Fig. 4.48. La propagación de grietas se produjeron del borde superficial de las probetas con dirección hacia el centro del espesor de las probetas. Es importante tener en cuenta que las probetas cuyo espesor fue de 3 mm quedaron ubicadas en el centro del espesor de la unión soldada después del desbaste y maquinado requerido.

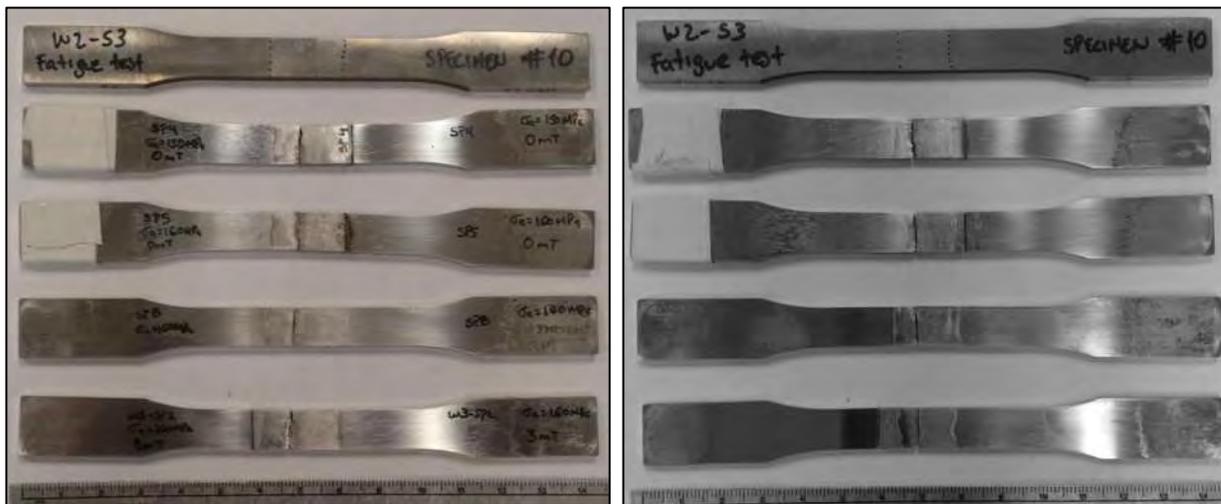


Figura 4.48. Imágenes de algunas probetas fracturadas posterior al ensayo de fatiga: a) cara superior hacia el cordón de soldadura y b) cara inferior hacia la raíz del cordón de soldadura.

En la Fig. 4.49 se muestra el ensamble lateral por MO de ambas partes fracturadas correspondientes a la probeta unión soldada sin IEMBI a $\Delta\sigma/2=170$ MPa como complemento de la identificación del lugar y origen de falla. Las fracturas fueron embebidas en resina y preparadas metalográficamente para observar la microestructura lateral en la zona de origen de falla marcada con el número 2 (ver Fig. 4.49c) y la zonas de propagación rápida de grieta marcadas con el número 1 (ver Fig. 4.49b) y número 3 (ver Fig. 4.49d).

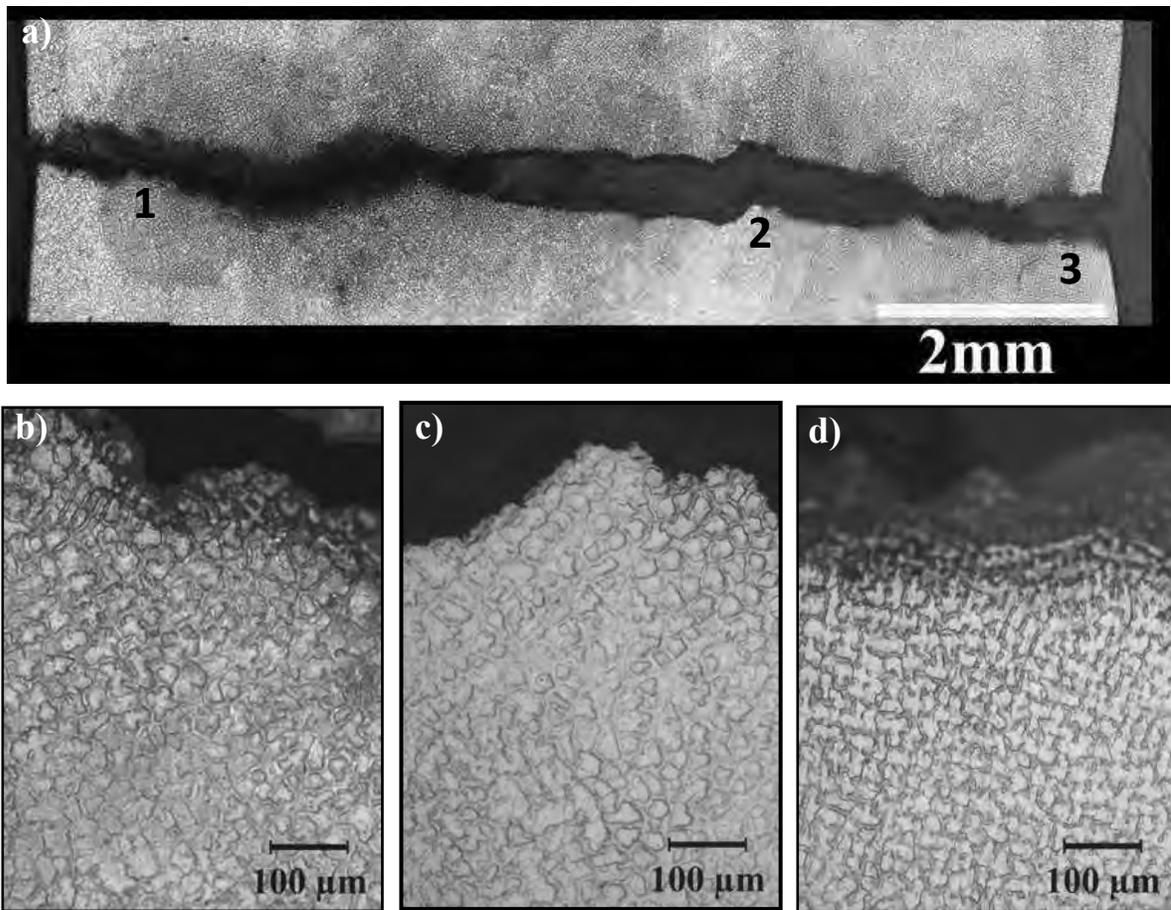


Figura 4.49. Imágenes obtenidas por MO de la unión soldada sin IEMBI a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=170$ MPa: a) vista lateral: b) micrografía de la zona 1; c) micrografía de la zona 2, considérese que la zona 2 es la zona de origen de falla y d) micrografía de la zona 3.

En el mismo contexto, en la Fig. 4.50 se muestra el ensamble lateral por MO de ambas partes fracturadas correspondientes a la probeta de la unión soldada con IEMBI (3mT) a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=170$ MPa, la zona lateral de origen de falla esta identificada con el número 3 (ver Fig. 4.50d) en el extremo derecho de la Fig. 4.50a, mientras que el desarrollo de la etapa rápida de propagación de grieta esta representada por las zonas indicadas con el número 1 (ver Fig. 4.50b) y número 2 (ver Fig. 4.50c).

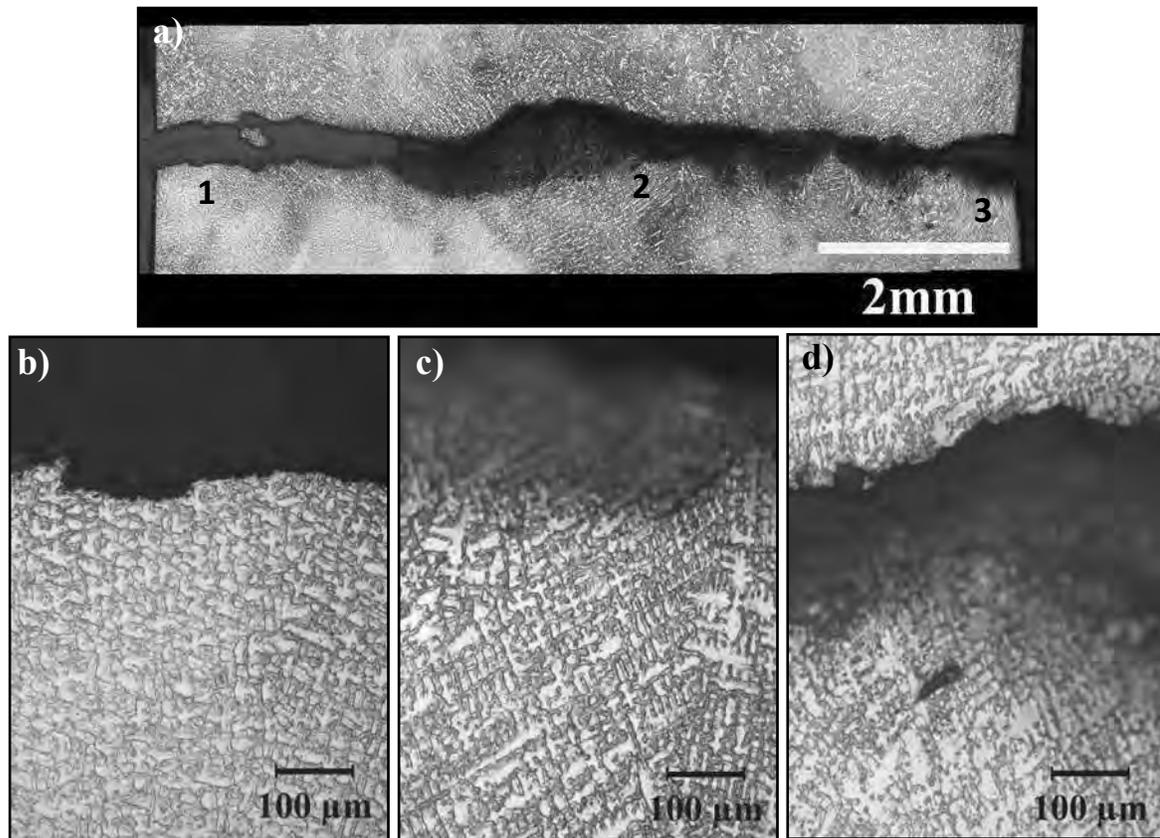


Figura 4.50. Imágenes obtenidas por MO de la unión soldada sin IEMBI a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=170$ MPa: a) vista lateral: b) micrografía de la zona 1; c) micrografía de la zona 2 y d) micrografía de la zona 3, considérese que la zona 3 es la zona de origen de falla.

El tipo de falla en todas las probetas fue caracterizada por fractura frágil debido al mecanismo de clivaje en la zona de origen y una posterior región rugosa asociada con la propagación de grieta en el metal de soldadura. Kusko y colaboradores [4] ratifican que debido al tamaño alargado de los granos columnares en el metal de soldadura, se produce una región rugosa en la superficie de la fractura indicando una mejora relativa en la resistencia a la fatiga en comparación con el MB. Es evidente que al reducir la amplitud de esfuerzo, el número de ciclos necesarios para que se presente la falla incrementa y con ello el efecto de marcas de dirección de propagación en la zona de clivaje incrementa.

Para el estudio a detalle de las superficies fracturadas por fatiga de los especímenes ensayados con y sin IEMBI se utilizó el MEB para observar zonas de interés.

En la Fig. 4.51 se muestra el detalle de la fractura de la probeta ensayada a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=150$ MPa correspondiente a la unión soldada sin IEMBI (0mT), el tipo de



fractura fue frágil con caras facetadas por efecto del mecanismo de clivaje en la región de origen, con “marcas de río” como se puede observar en imagen 4.51a. En lo que respecta a la zonas marcada con el número 1 y 2, mostradas a mayores magnificaciones en las Figs. 4.51b y 4.51e muestran la presencia de partículas asociadas como agentes nucleantes de inicio de grieta en la zona de origen de falla. Mientras que la zona 3 representa la región de propagación rápida de grieta.

La fractura por clivaje se puede definir como una propagación extraordinariamente rápida de una grieta, por la simple separación de los enlaces atómicos, a lo largo de un plano cristalográfico determinado. Los planos preferentes de clivaje son aquellos que tienen la menor densidad de empaquetamiento por dos razones: el número de enlaces a separar es menor y la distancia interplanar es mayor. Por lo cual, la superficie de la grieta de clivaje es relativamente lisa en cada grano, presentándose en los materiales policristalinos con una trayectoria transgranular. La dirección de propagación de la grieta posee tendencia a cambiar de plano entre granos contiguos, ya que la grieta sigue el plano de clivaje de orientación más favorable en cada grano y los granos vecinos tienen orientaciones ligeramente diferentes [101].

Las caras planas de los planos de clivaje a lo largo de los granos presentan una alta reflectividad, proporcionando a la fractura por clivaje un aspecto brillante, claramente observable a simple vista. Los escalones característicos de fracturas por clivaje es debido a la presencia de grietas paralelas que crecen a lo largo de una línea, tanto como consecuencia de un clivaje secundario, como por cortadura, formando efectos de escalones o marcas de río. Estos escalones de clivaje también se pueden iniciar cuando se atraviesan dislocaciones de tornillo [100, 101].

Otro aspecto relevante en la fractura por clivaje es el tamaño de grano, ya que materiales que presentan granos pequeños son más tenaces y por el contrario un material con tamaño de grano basto presenta una elevada tendencia a la rotura por clivaje [4].

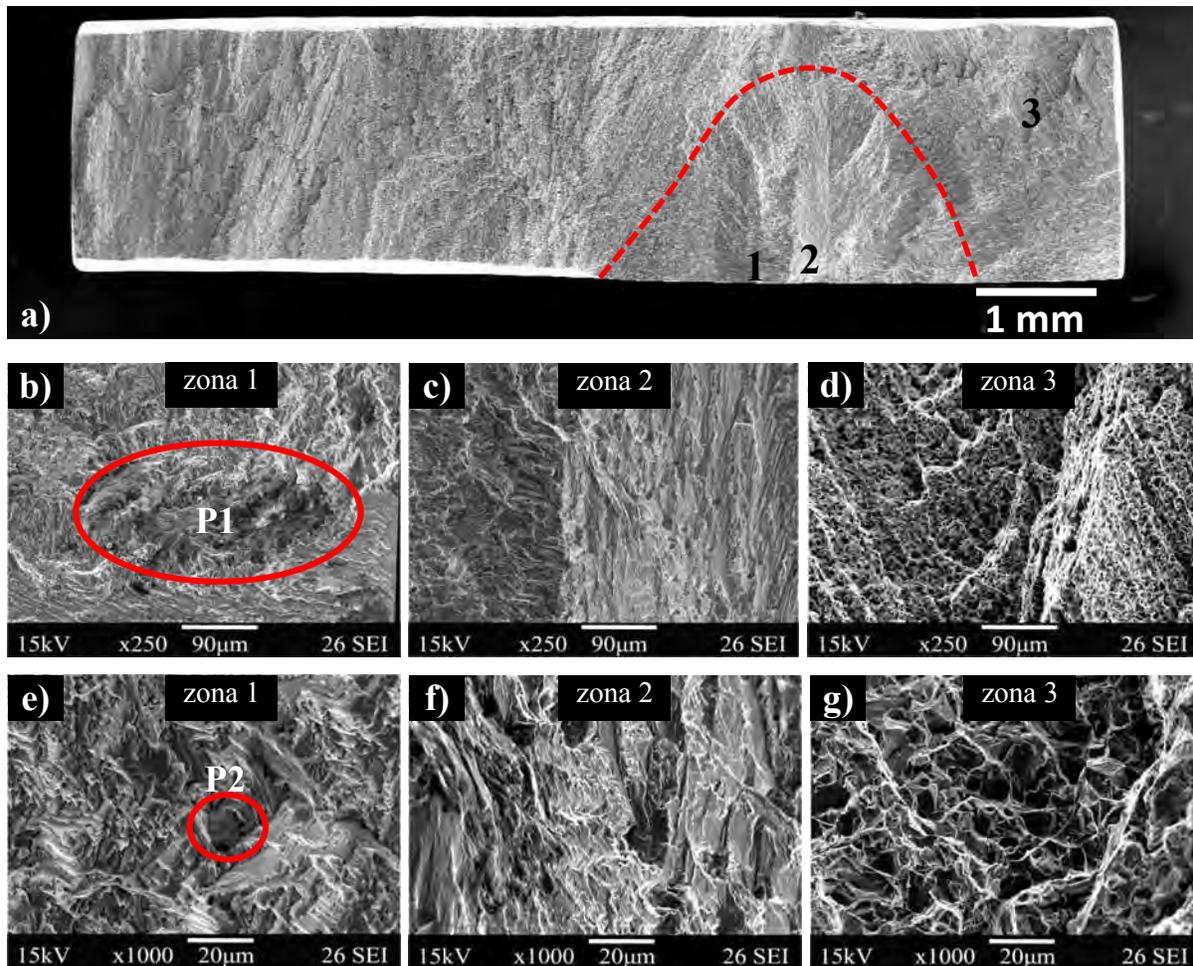


Figura 4.51. Imágenes obtenidas por MEB en diferentes zonas de la superficie fracturada de la unión soldada sin IEMBI a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=150$ MPa.

En la Fig. 4.52 se muestran los espectros correspondientes a las partículas mostradas en las Figs. 4.51b y 4.51e, el espectro de la Fig. 4.52a corresponde a la inclusión identificada como P1, se trata de un defecto de soldadura producto de un compuesto inorgánico dado la presencia del oxígeno y el elevado contenido de níquel, como se muestra en el análisis químico de la Tabla 4.18. En el caso de la partícula P2, de acuerdo al espectro de la Fig. 4.52b es posible ratificar que se trata de un intermetálico rico en Cr, por lo cual se puede atribuir a que fueron puntos concentradores de esfuerzos para el inicio de falla como agentes nucleantes de grietas bajo condiciones de cargas cíclicas durante el proceso de fatiga de la unión soldada.

Con objeto de que el clivaje se inicie, debe de existir algún tipo de discontinuidad, por ejemplo, inclusiones no metálicas, microgrietas y segundas fases, así como segregaciones en bordes de

grano o regiones interdendríticas además de la grieta macroscópica, que sea suficiente para provocar una concentración local de esfuerzos y el desencadenamiento de la fractura por clivaje [101, 102].

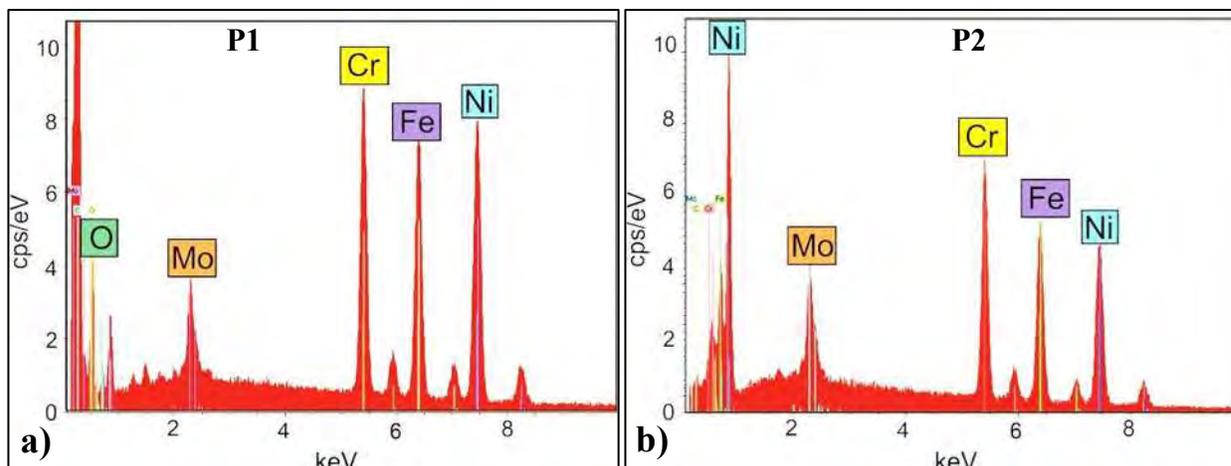


Figura 4.52. Espectros de microanálisis químicos de partículas indicadas en las Figs. 4.51b y 4.51e: a) defecto de soldadura identificado como P1 y b) precipitado intermetálico rico en Ni.

Tabla 4.18. Composición química de los microanálisis indicados en las Figs. 4.52b y 4.52e (% atómico).

Indicación	Cr	Mo	Ni	O	N	C	Mn	Fe
P1	13.5	1.0	32.7	3.9	6.7	24.6	-	17.5
P2	22.4	0.4	46.9	-	-	-	3.3	26.9

En la Fig. 4.53 se muestra el detalle de la fractura ensayada a una amplitud de esfuerzo $\Delta\sigma/2=160$ MPa de la unión soldada con IEMBI de 3mT durante el proceso de soldadura. El tipo de fractura fue frágil con caras facetadas por efecto del mecanismo de clivaje en la región de origen, con superficie lisa y marcas radiales en dirección de la propagación de grieta como se puede observar en las imágenes señaladas con el número 3 de la Fig. 4.53a. En lo que respecta a la zonas marcada con el número 1 (ver Figs. 4.53b y 4.53e) y la zona marcada con el número 2 (ver Figs. 4.53c y 4.53f), corresponden a la región de fractura intergranular dendrítica en el metal de soldadura con una superficie rugosa atribuida a la propagación rápida de grieta. Es importante resaltar que en esta probeta no se encontraron partículas o inclusiones en la zona de origen de falla que fungieran como agentes nucleantes de grieta, por lo cual se obtuvo una ligera mejora en la vida a la fatiga en comparación con las probetas en condición convencional de soldadura.

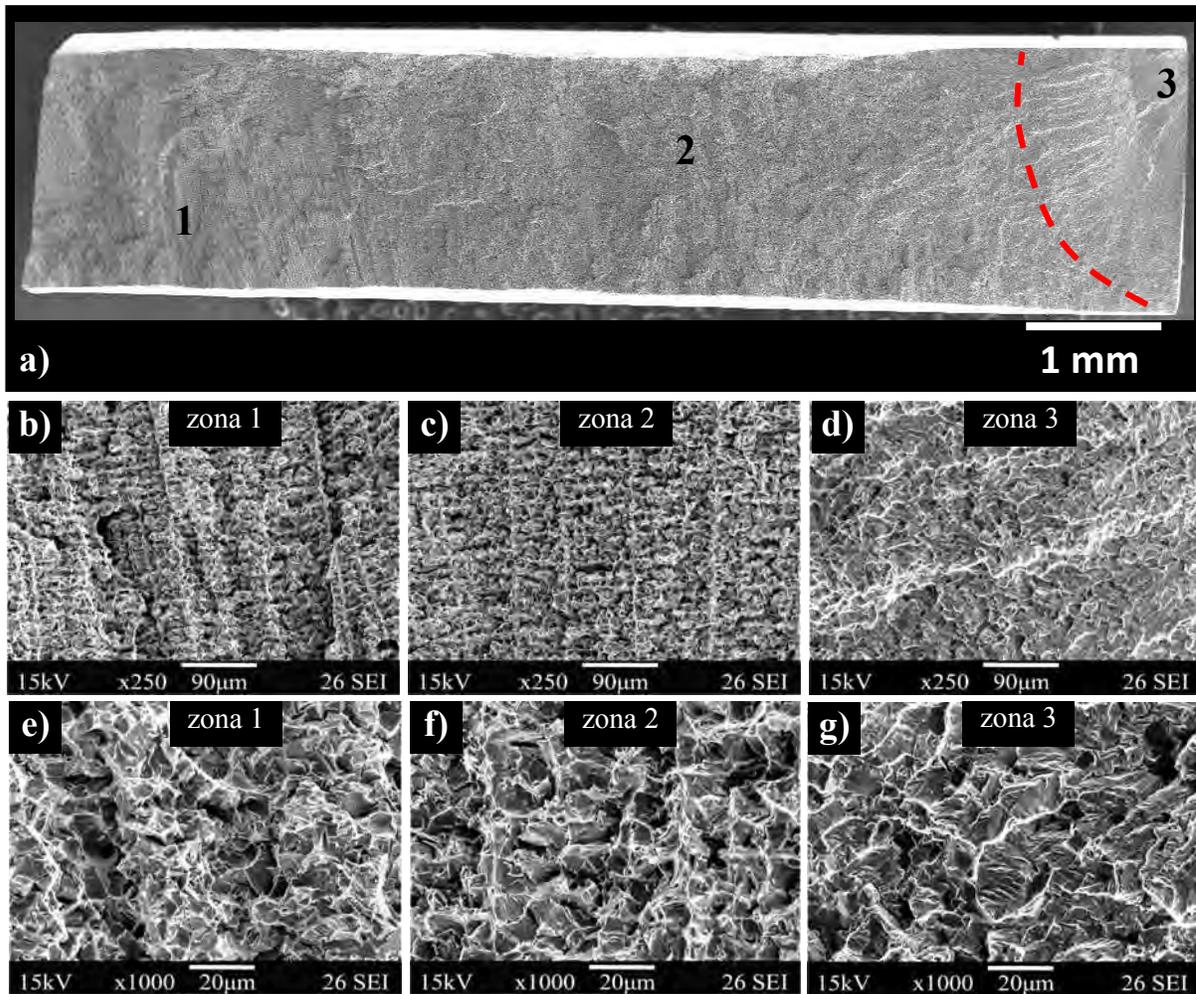


Figura 4.53. Imágenes obtenidas por MEB en diferentes zonas de la superficie fracturada de la unión soldada con IEMBI a una amplitud de esfuerzo $\Delta\sigma/2=160$ MPa.

En la Fig. 4.54 se muestran imágenes por MEB de la fractura lateral de la probeta ensayada a $\Delta\sigma/2=170$ MPa de la unión soldada sin IEMBI (0mT). La Fig. 4.54d corresponde a la superficie lateral con una marcada presencia de fisuras en la zona de origen de falla, las Figs. 4.54c y 4.54e representan las zonas laterales de la etapa de rápida propagación de grieta.

En la Fig. 4.55 se muestra el análisis por MEB realizado en la superficie de la fractura de la unión soldada sin IEMBI a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=170$ MPa de la Fig. 4.55a en la zona de origen de falla, en busca de posibles puntos nucleantes de grieta que ocasionaron la falla del material. Se logró localizar una partícula correspondiente a una inclusión de óxido de aluminio (Al_2O_3) a una distancia desde la superficie de la fractura de $18.5 \mu m$. Por lo cual el mecanismo de inicio de grieta estaría asociado a una condición inhomogénea en el MS debido a

la presencia de inclusiones e intermetálicos ricos en Cr como agentes nucleantes y concentradores de esfuerzos cerca de la superficie, que al ser sometidos a cargas cíclicas induce la propagación grieta desde la superficie hacia el interior de la probeta. Otro aspecto importante a tener en consideración son las micro-grietas secundarias generadas por la micro-segregación interdendrítica y las hojuelas irregulares encontradas en el MS ricas en Mo y Nb, sin dejar a un lado también los TiN, que coalescen con la grieta principal y se genera la etapa de propagación rápida de grieta produciendo la zona rugosa de rápida propagación.

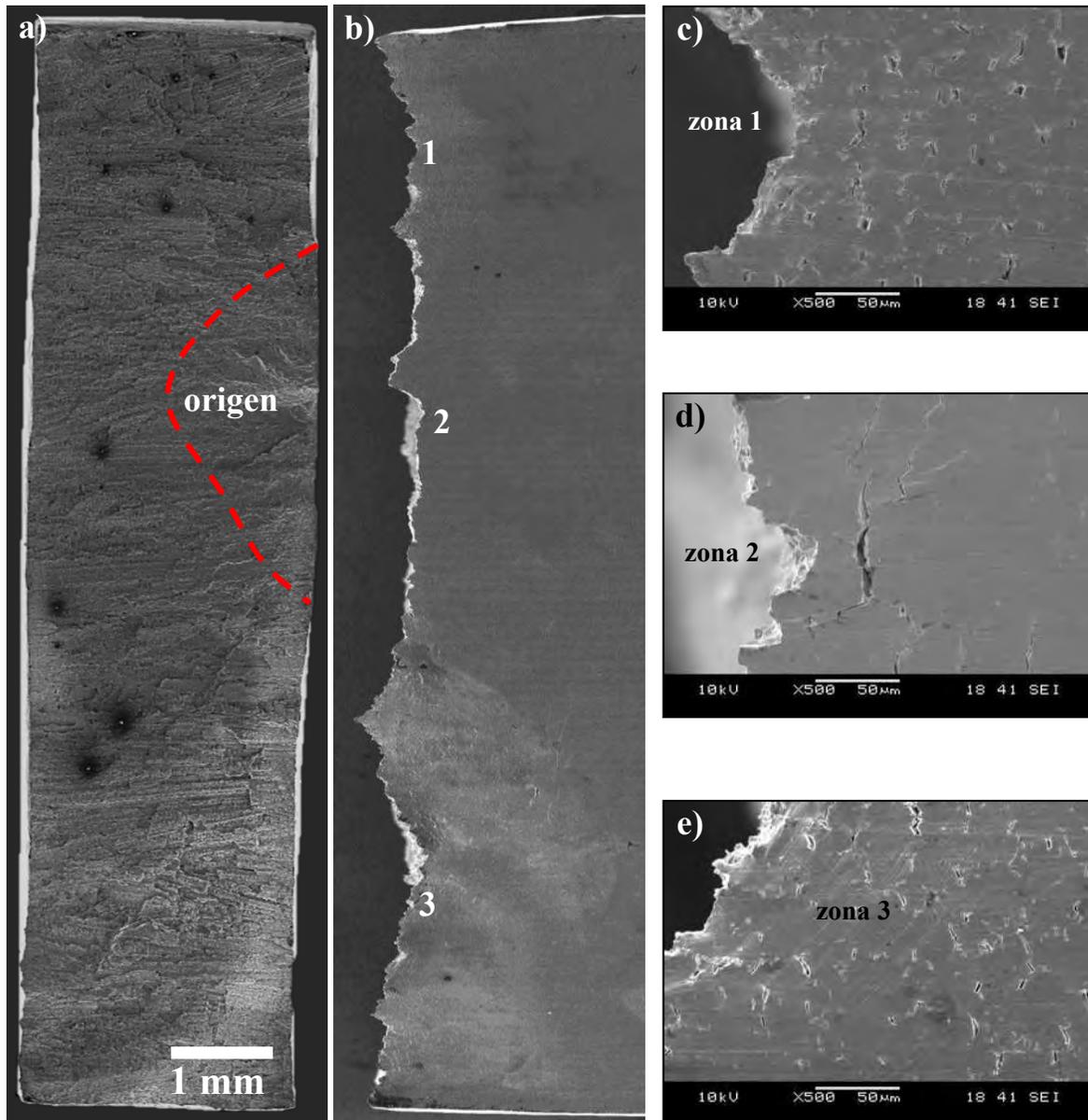


Figura 4.54. Imágenes obtenidas por MEB del la unión soldada sin IEMBI a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=170$ MPa: a) superficie de la fractura; b) vista lateral de la superficie de la fractura; c, y e) zonas laterales de la etapa de propagación de grieta rápida y d) zona lateral de origen de falla.

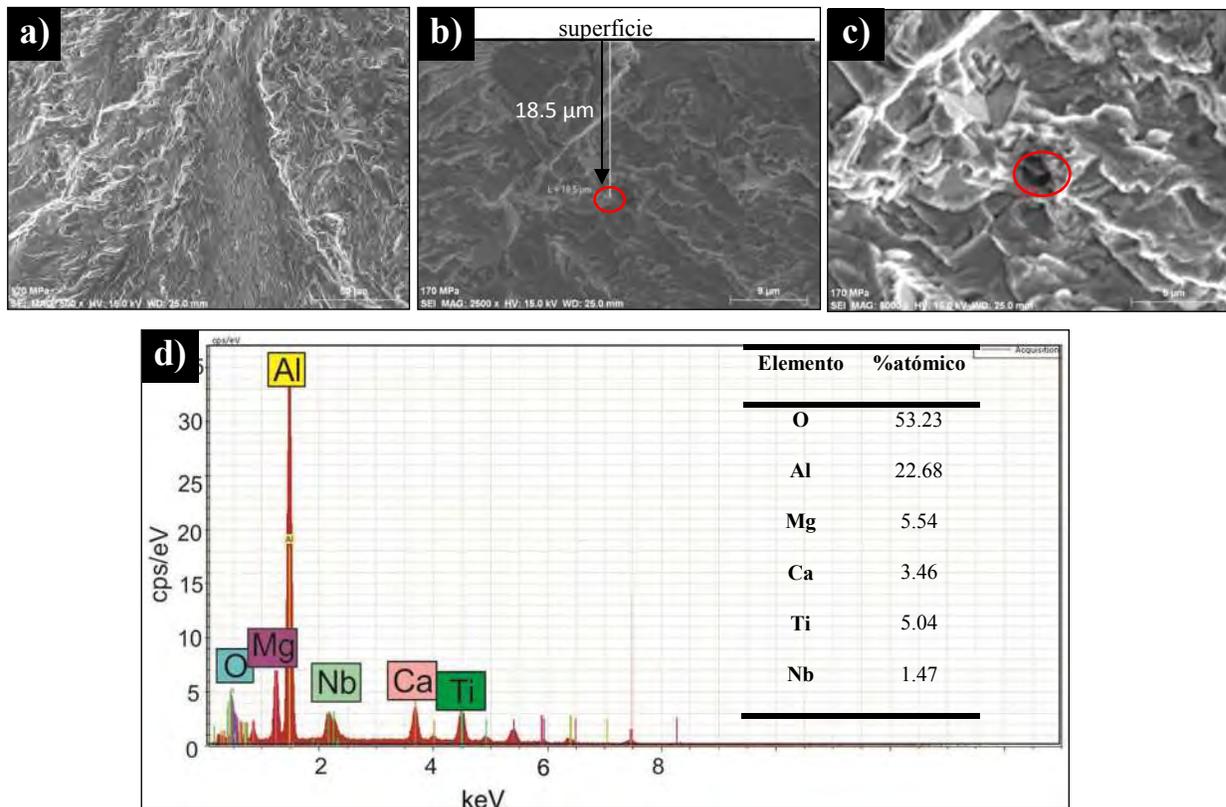


Figura 4.55. Imágenes obtenidas por MEB de la unión soldada sin IEMBI a una amplitud de esfuerzo de $\Delta\sigma/2=170$ MPa: a) zona de origen; b) distancia desde la superficie de la partícula encontrada ($18.5\mu\text{m}$) y c) inclusión de óxido de aluminio y d) espectro correspondiente al microanálisis indicado en la partícula 4.55c.

Lukás y col. [102] reportaron que el inicio de grieta por fatiga en materiales libres de defectos nuclea con mayor frecuencia en la superficie de la probeta. En materiales que contienen defectos, las grietas se originan en dichos defectos debido a la concentración de esfuerzos que se inducen localmente durante la deformación plástica cíclica. En este contexto, cuando el inicio de grieta comienza en la superficie se atribuye a una mayor concentración de esfuerzos cerca de la superficie de los materiales, esto es debido a que los granos en la superficie tienen un menor número de granos vecinos que los granos al interior y/o a través del espesor del material, y consecuentemente las restricciones se ven relajadas, por lo cual la deformación plástica cíclica es más favorable para el progreso de generación y movimiento de dislocaciones [102].

Es bien sabido que las grietas por fatiga en uniones soldadas frecuentemente comienzan muy temprano en la vida a la fatiga, esto debido a defectos característicos de la soldadura tales como



defectos planares, volumétricos o geométricos [99]. Por lo cual, es importante mencionar que el proceso de fatiga es muy sensible a la superficie y es fuertemente influenciado por el acabado y tratamiento superficial como un factor determinante en la etapa de inicio de grieta [102, 103].

De acuerdo a los resultados obtenidos de la evaluación al comportamiento a la fatiga para uniones con y sin IEMBI durante el proceso de soldadura, los resultados son bastante similares bajo condiciones de carga iguales, por lo cual, en términos de vida a la fatiga, el uso de IEMBI durante el proceso de soldadura no induce un efecto relevante que signifique en una marcada mejora en la vida a la fatiga de las uniones soldadas, por lo que se correlacionan los resultados obtenidos de caracterización microestructural, resistencia a la tracción y perfiles de microdureza Vickers de las uniones soldadas con y sin IEMBI. En los cuales se ha demostrado que los resultados son prácticamente los mismos para ambas condiciones de soldadura en la caracterización mecánica y microestructural.



CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES



CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- 1) En lo referente a los tratamientos térmicos de envejecido realizados en el acero inoxidable superasutenítico AL6XN[®]:
 - A una temperatura de 750 °C, los cambios de microestructura se producen de manera más lenta que para las condiciones de 850 °C y 900 °C, con presencia de precipitación de carburos de cromo y fase χ a un tiempo de 480h. Para 850 °C y 900 °C la cinética de precipitación se ve acelerada ya que desde 3h se tiene fase χ , y fase η , mientras que la fase σ e incluso nitruros “ ϵ ” de composición (Cr_2N) aparecen a 480h para 900 °C. Se tiene una tendencia positiva de incremento de porcentaje de precipitados con respecto al incremento de temperatura y tiempo de permanencia, como consecuencia aumentan los valores de dureza HRB, alcanzando un incremento máximo del 12% (104.2 ± 0.7 HRB) a una temperatura de 750 °C a 480h, con respecto al MB (93 HRB).
 - Conforme aumenta la dureza debido al cambio de microestructura, las mediciones de PTE disminuyen, siendo la condición de 750 °C la que obtuvo mayores valores de PTE. Para las temperaturas de 850 °C y 900 °C, se obtuvo un comportamiento muy similar entre ambas condiciones. Los resultados indican que se puede utilizar la técnica no destructiva de medición de PTE para valorar cambios microestructurales en el material de una manera rápida, sencilla y confiable.
 - El MB envejecido a una temperatura de 850 °C y diferentes tiempos de permanencia, la resistencia a la corrosión intergranular y resistencia a la corrosión por picado fueron excelentes, ya que el material es capaz de regenerar de manera muy rápida la capa pasiva evitando la corrosión localizada. Este comportamiento se puede atribuir al elevado contenido de Mo y Cr remanentes en la zona adjunta a los precipitados, en la interfaz entre el precipitado y la matriz austenítica, que ayudan a evitar tanto la corrosión intergranular como la corrosión por picado.



- 2) Se obtuvieron soldaduras con apariencia superficial aceptable, de penetración completa en una sola pasada de soldadura y libres de defectos superficiales como socavados, falta de fusión, agrietamiento en caliente, porosidades relevantes, etc.
- 3) La instrumentación y digitalización de las señales durante el proceso de soldadura de los diferentes transductores se implementó de una forma adecuada. Las mediciones indicaron un valor promedio de intensidad de corriente de 241 ± 25 A, una velocidad promedio de avance del cabezal correspondiente a 4 ± 0.2 mm; de los termopares se lograron obtener las curvas de temperatura en la ZAT durante los ciclos térmicos del proceso de soldadura, registrando una temperatura pico máxima de 943°C a 4.5 mm de la cara lateral del talón de la placa del MB.
- 4) En base a la caracterización microestructural de las uniones con y sin IEMBI, se encontraron hojuelas irregulares con altos contenidos de Mo y Nb en las regiones interdendríticas en todo el MS, junto con pequeñas partículas semiesféricas de TiN y NbN. Así mismo, en la ZAT se localizó la presencia de bandas de composición con partículas de fase Sigma, las cuales se disuelven hasta una distancia aproximada entre 0.5 y 0.7 mm desde la línea de fusión por efecto de las temperaturas alcanzadas durante el ciclo térmico de soldadura.
- 5) De los perfiles de microdureza Vickers, en ambas condiciones se mantiene una tendencia a incrementar la dureza en los 3 niveles de la ZAT izquierda hacia el centro del MS y una tendencia a disminuir del centro del MS hacia la ZAT derecha de la unión soldada, registrando valores entre 223.0 ± 13 HRB y 246.3 ± 17 HRB. El comportamiento de microdureza para ambas condiciones de soldadura fue muy similar, por lo que la aplicación de IEMBI no tuvo efecto en las mediciones de dureza.
- 6) Con respecto al tamaño de grano del MB en los 3 niveles de la ZAT, considerando como referencia el tamaño de grano del MB 55 ± 20 μm , para la condición de soldadura sin IEMBI (0mT) las mediciones de tamaño de grano estuvieron entre 55 ± 17 μm y 60 ± 20 μm a través del espesor de las placas soldadas. En la condición de soldadura con IEMBI de 3mT, de igual manera, el tamaño de grano promedio es muy semejante al valor del MB, registrando valores promedio de 52 ± 20 μm para las 3 regiones a través del espesor de las



placas soldadas. Por lo cual se puede aseverar la aplicación de IEMBI no tienen injerencia sobre el tamaño de grano en la ZAT.

- 7) La caracterización mecánica de las uniones soldadas con y sin IEMBI exhibieron una eficiencia mecánica promedio a la tracción del 83% con respecto a las propiedades mecánicas del MB, por lo cual no se obtuvo una mejora en las propiedades mecánicas al utilizar IEMBI durante el proceso de soldadura para la aleación AL6XN. El origen de falla se generó cerca de la línea central del MS debido a la microestructura de granos columnares dendríticos que se generan como última zona en solidificar durante el proceso de soldadura y a la elevada densidad de precipitados de TiN y hojuelas irregulares sobresaturadas en elementos de aleación como el Mo y Nb localizadas en las regiones interdendríticas en un estado de no equilibrio que fragilizan el MS ya que son puntos concentradores de esfuerzos que al ser sometidos a cargas dan origen al inicio de falla, el tipo de fractura fue predominantemente dúctil.
- 8) El comportamiento a la fatiga de las uniones soldadas fue evaluado bajo amplitud de esfuerzo constante ($\Delta\sigma/2$) entre 135 y 170 MPa, encontrando que para la condición de 0mT presenta una tendencia de límite de fatiga a 140 MPa, mientras que para la condición de 3mT se obtuvo una ligera mejora con un límite de fatiga cercano a 145MPa. Sin embargo, los resultados del diagrama de Wöhler indican que el comportamiento a la fatiga es prácticamente el mismo para ambas condiciones de soldadura. Las fallas fueron caracterizadas por un tipo de fractura frágil debido al mecanismo de clivaje en la zona de origen en el MS, debido a la presencia de intermetálicos ricos en Ni, partículas de TiN₂ y Al₂O₃, las cuales fragilizan la unión soldada al ser puntos concentradores de esfuerzos locales y actuar como agentes nucleantes de grieta.
- 9) Finalmente, en base a la caracterización mecánica y microestructural de las soldaduras con y sin IEMBI, los resultados son bastante similares, por lo cual, se puede concluir que la interacción electromagnética inducida por una bobina externa durante el proceso de soldadura, para este tipo de aleación no generó un cambio relevante que ayudara en la mejora de propiedades mecánicas.



RECOMENDACIONES

Tomando en consideración los resultados obtenidos en este trabajo de investigación, se pueden hacer las siguientes recomendaciones como áreas de oportunidad para ayudar a complementar y fortalecer la evaluación hasta este punto realizada. Las recomendaciones son:

- a) Realizar un balance energético a detalle utilizando la información recopilada por las mediciones en tiempo real durante el proceso de soldadura y a su vez compararlo con una simulación y modelado matemático.
- b) Realizar una caracterización microestructural a mayor detalle por TEM tanto en el MS como en la ZAT para ambas condiciones de soldadura.
- c) Si bien es cierto que los resultados indicaron que para uniones soldadas de la aleación AL6XN con IEMBI (3mT) no existió una mejora en propiedades mecánicas, es interesante el poder realizar una evaluación electroquímica para analizar y comparar el comportamiento electroquímico entre uniones soldadas con y sin IEMBI utilizando un electrolito extremadamente agresivo con base de cloruro férrico (FeCl_3) que permita romper la capa pasiva y logre manifestar indicios de corrosión para poder comparar el comportamiento electroquímico entre ambas condiciones de soldadura.
- d) En lo que respecta a la información obtenida para el MB sometido a tratamientos térmicos de envejecido, es importante culminar la caracterización microestructural por TEM, ya que si bien se obtuvo bastante información relevante de los tratamientos térmicos de envejecido, es necesario respaldar los resultados con evidencia más certera por medio de TEM que complemente lo que hasta ahora se tiene para la construcción de un diagrama Precipitación-Temperatura-Tiempo.



BIBLIOGRAFÍA

1. ATI, *AL-6XN Alloy*. 2010, ATI: Pittsburgh U.S.A.
2. E.S. Puchi, R.A. Sayra, and J.G. Barrera, *Vida a la fatiga de juntas soldadas del acero inoxidable AISI 316L obtenidas mediante el proceso GMAW*. Revista de Metalurgia, 2007. 43(0034-8570): p. 215-227.
3. V. Moura, et al., *Investigation of cracks and sensitization in an stainless steel exposed to 500-600 °C*. Engineering Failure Analysis, 2008: p. 545-551.
4. C.S. Kusko, J.N. Dupont, and A.R. Merder, *The influence of microstructure on fatigue crack propagation behavior of stainless steel welds*. Welding Journal, 2004: p. 6-14.
5. B. Van Der Schaaf, and M.I. De Vries, *Fatigue and crack growth properties of type 316 steel for fusion applications*. Radiation Effects, 1987. 101(1-4): p. 173-187.
6. J. Anburaj, et al., *Ageing of forged superaustenitic stainless steel: Precipitate phases and mechanical properties*. Materials Science and Engineering: A, 2012. 535(0): p. 99-107.
7. A.C. Lewis, et al., *Two- and three-dimensional microstructural characterization of a super-austenitic stainless steel*. Materials Science and Engineering A, 2006. 418(1-2): p. 11-18.
8. A. Toppo, et al., *Enhancement of Corrosion Resistance of Type 304 Stainless Steel Through a Novel Thermo-mechanical Surface Treatment*. Journal of Materials Engineering and Performance, 2013. 22(2): p. 632-639.
9. H. Kokawa., *Weld decay-resistant austenitic stainless steel by grain boundary engineering*. Journal of Materials Science, 2005. 40(4): p. 927-932.
10. A.Y. Kina, et al., *Influence of heat treatments on the intergranular corrosion resistance of the AISI 347 cast and weld metal for high temperature services*. Journal of materials processing technology, 2008. 199(1): p. 391-395.
11. F.F. Curiel, et al., *Transmission Electron Microscopy in the Heat Affected Zone of an AISI 304 Austenitic Stainless Steel Welded with the Application of a Magnetic Field of Low Intensity*. 2012.
12. F.F. Curiel, et al., *Effect of magnetic field applied during gas metal arc welding on the resistance to localised corrosion of the heat affected zone in AISI 304 stainless steel*. Corrosion Science, 2011. 53(7): p. 2393-2399.
13. M.A. Rentería, V.L. Morelos, and R.G. Hernández, *Efecto de la interacción electromagnética de baja intensidad en la microestructura y propiedades mecánicas de soldaduras de acero inoxidable dúplex*. Ingenius, 2014(12): p. 40-45.
14. M.A. Rentería, et al., *Effect of electromagnetic interaction during fusion welding of AISI 2205 duplex stainless steel on the corrosion resistance*. Applied Surface Science, 2017. 396: p. 1187-1200.
15. M.A. Rentería, et al., *Electrochemical Characterization of AISI 2205 Duplex Stainless Steel Welded Joints with Electromagnetic Interaction*. Procedia Materials Science, 2015. 8: p. 950-958.



16. R. García, et al., *Effect of the Perpendicular Electromagnetic Field in the 304 Austenitic Stainless Steel Welding in a Single Pass*, in *Materials Characterization*, Springer International Publishing: Cham. 2015: p. 119-127.
17. R. García, et al., *Efecto de la inducción de un campo magnético centrado en el refinamiento de la microestructura en la soldadura de aceros microaleados*. Foro de ingeniería e investigación en materiales, 2005. 2: p. 212 - 217.
18. F.F. Curiel, et al., *Enhancing corrosion resistance of 304 stainless steel GMA welds with electromagnetic interaction*. *Materials Transactions*, 2011. 52(8): p. 1701-1704.
19. J. C. Villafuerte and H.W. Kerr, *Electromagnetic stirring and grain refinement in stainless steel GTA welds*. *Welding Journal*, 1990: p. 1-13.
20. F. Matsuda, K. Nakata, and N. Sano, *Effect of electromagnetic stirring on weld solidification structure of austenitic stainless steels*. *Transactions of JWRI*, 1986. 15(2): p. 155s-166s.
21. Y.C. Lim, et al., *Effect of magnetic stirring on grain structure refinement: Part 1.- Autogenous nickel alloys welds*. *Science and Technology of Welding and Joining*, 2010. 15(7): p. 583-589.
22. I.S. Cortés, *Caracterización mecánica y microestructural de una soldadura disímil AL6XN/316L obtenida por el proceso GMAW*, Tesis in *Instituto de Investigaciones Metalúrgicas*. 2011, U.M.S.N.H.
23. S. Kou, *Welding metallurgy*. John Wiley & Sons. 2003.
24. J. C. Lippold and D.J. Kotecki, *Welding metallurgy and weldability of stainless steels*. United States of America: John Wiley & Sons. 2006
25. D. Bernstein, *Handbook of Stainless Steels*. Mc.Graw Hill Book Company, 1997: p. 4-1,4-75.
26. D.T. Llewellyn and R.C. Hudd, *Steels: Metallurgy and Applications*, Butterworth-Heinemann, Editor. 1998: Oxford E.U.A. p. 294.
27. S. Venugopal, *Materials Science Technology*. 1993. p. 899-906.
28. *The Atlas Specialty Metals. Thechnical Handbook of Stainless Steel*: www.atlasmetals.com.au. 2003
29. A.A. Popov, A.S. Bannikova, and S.V. Belikov, *Physical metallurgy materials*. 2009: p. 586-592.
30. T. Sourmail, *Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels*. *Materials Science and Technology*, 2001. 17: p. 1-14.
31. L.J. Meng, et al., *Serrated flow behavior in AL6XN austenitic stainless steel*. *Journal of Nuclear Materials*, 2009. 394(1): p. 34-38.
32. F. Chavez, *Apuntes de Metalurgia del Convertidor*. Instituto Politecnico Nacional, 1995: p. 111-112.



33. R. Jones, V. Randle, and G. Owen, *Carbide precipitation and grain boundary plane selection in overaged type 316 austenitic stainless steel*. *Materials Science and Engineering: A*, 2008. 496(1): p. 256-261.
34. ASM, *Properties and Selection Iron Steels and High Performance Alloys*, in *Metals Handbook*. 1990: p. 871-875.
35. Schwind, M., et al., *σ -phase precipitation in stabilized austenitic stainless steels*. *Acta Materialia*, 2000. 48(10): p. 2473-2481.
36. R.W. Fonda, et al., *Two-dimensional and three-dimensional analyses of sigma precipitates and porosity in a superaustenitic stainless steel*. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2007. 38A(11): p. 2721-2726.
37. J.R. Medrano, *Mejoramiento de las propiedades mecánicas de las juntas soldadas de aceros inoxidable austeníticos mediante tratamientos térmicos*. Tesis de grado 2006: p. 55-60.
38. M.H Lewis and B. Hattersley, *Precipitation of $M_{23}C_6$ in austenitic steels*. *Acta Metallurgica*, 1965. 23(11): p. 1159-1168.
39. N. Terao and B. Sasmal, *Precipitation of $M_{23}C_6$ type carbide on twin boundaries in austenitic stainless steels*. *Metallography*, 1980: p. 117-133.
40. D.N. Wasnik, et al., *Precipitation stages in a 316L austenitic stainless steel*. *Scripta Materialia*, 2003. 49: p. 135-141.
41. L.J. Meng, J. Sun, and J. Xing, *Creep and precipitation behaviors of AL6XN austenitic steel at elevated temperatures*. *Journal of Nuclear Materials*, 2012. 427(1-3): p. 116-120.
42. M. Vach, et al., *Evolution of secondary phases in austenitic stainless steels during long-term exposures at 600, 650 and 800 C*. *Materials Characterization*, 2008. 59(12): p. 1792-1798.
43. T. Koutsoukis, A. Redjaimia, and G. Fourlaris, *Phase transformations and mechanical properties in heat treated superaustenitic stainless steels*. *Materials Science and Engineering: A*, 2013. 561(0): p. 477-485.
44. A.C. Stauffer, D.A. Koss, and J.B. McKirgan, *Microstructural banding and failure of a stainless steel*. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2004. 35A(4): p. 1317-1324.
45. C. García, et al., *Pitting corrosion of welded joints of austenitic stainless steels studied by using an electrochemical minicell*. *Corrosion Science*, 2008. 50: p. 1184-1194.
46. R. Messler, *Principles of Welding Processes, Physics, Chemistry and Metallurgy*. Wilvy-Vch Verlag GmbH & Co. KGaA, 2004: p. 553.
47. D.J. Lee, et al., *Pitting corrosion behavior on crack property in AISI 304L weld metals with varying Cr/Ni equivalent ratio*. *Materials & Design*, 2009. 30: p. 3269-3273.
48. L. Zamora, A.L. Medina, and C.Rivera, *Evaluación de una Soldadura Disimilar de Acero Inoxidable AL6XN y AISI 316L*. *El Hombre y La Máquina*, 2011: p. 16-21.



49. S. Heino, E. Knutson-Wedel, and B. Karlsson, *Precipitation behaviour in heat affected zone of welded superaustenitic stainless steel*. *Materials Science and Technology*, 1999. 15(1): p. 101-108.
50. A. Demiskii and V.I. Dyatlov, *Magnetic control during gas shielded arc welding with a consumable electrode*. *Welding Journal*, 1963. 4: p. 67-68.
51. D.B. Serdyuk and A.N. Kornienko, *The welding arc in an alternating transverse magnetic field*. *Automatic welding*, 1963. 10: p. 8-14.
52. H. Moffatt, *Electromagnetic stirring*. *Physics of Fluids A: Fluid Dynamics*, 1991. 3(5): p. 1336-1343.
53. S. Asai, *Electromagnetic processing of materials*, in *Electromagnetic Processing of Materials*. 2012, p. 87-111.
54. W. Czernysz and E. Turyk, *Influence of the electromagnetic effect in welding on the increase in weld resistance to hot cracking*. *Welding International*, 2004. 18: p. 257-262.
55. M. Malinowski, G. D. Ouden, and J.P. Vink, *Effect of electromagnetic stirring on GTA welds in austenitic stainless steel*. *Welding Journal*, 1990: p. 52-59.
56. ASTM 240M-04, *Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications*. 2004, West Conshohocken, PA, USA: American Society for Testing and Materials.
57. ASTM E8M, *Standard test methods for tension testing of metallic materials*. 2015, West Conshohocken, PA, USA: American Society for Testing and Materials. p. 6.
58. C. Fosca, et al., *Metalografía en color de los aceros inoxidable mediante la técnica de ataque coloreado*. *Revista de Metalurgia*, 1996. 32(4): p. 223-230.
59. ASTM E18-15, *Standard test method for Rockwell hardness of metallic materials*, in *American Society for Testing and Materials: West Conshohocken*,. 2015.
60. N. Auparay, *Room Temperature Seebeck Coefficient Measurement of Metals and Semiconductors*. Oregon State University, 2013. 11: p. 8-9.
61. N. Ortiz, et al., *Nondestructive assessing of the aging effects in 2205 duplex stainless steel using thermoelectric power*. *NDT&E International*, 2011. 44: p. 463-468.
62. A.P. Majidi, and M.A. Streicher, *The double loop reactivation method for detecting sensitization in type 304 stainless steel*. *Corrosion-NACE*, 1984: p. 393-394.
63. AWS, *Standard welding procedure specification for shielded metal arc welding of austenitic stainless steel*, in *AWS B2.1*,. 2005.
64. ASME QW - 409, *Electrical characteristics*, in *Seccion IX*,. 2007. p. 68.
65. J. DuPont, and A. Marder, *Thermal efficiency of arc welding processes*. *Welding Journal-Including Welding Research Supplement*, 1995. 74(12): p. 406.



66. C. Maldonado, *Proceso de soldadura GMAW*, in *Diplomado de Soldadura*. 2005: U.M.S.N.H.
67. L. John, and J.K. Damian, *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*. John Wiley and Son. 2005.
68. B. Small, K. and E.A. David, *Guide to etching specialty alloys*, in *Advanced materials and processes*. 2008, Carpenter Technology Corp.: Pennsylvania U.S.A. p. 32-37.
69. ASTM E384-06, *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*. 2006.
70. ASTM E466, *Standard Practice for Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials*. 2004: p. 24.
71. British-Standard, *Code of practice for fatigue design and assessment of steel structures*. 1993: p. 88.
72. H.O. Pierson, *Handbook of Refractory Carbides & Nitrides: Properties, Characteristics, Processing and Apps*. William Andrew: 1996.
73. D.R. Askeland, and P.P. Phulé, *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. International Thomson Editores: 1998.
74. A. Bedford, et al., *Mecánica de materiales*. Pearson educación: 2002.
75. A.Pytel, F.L. Singer, and F.L.S. Andrew Pytel, *Resistencia de materiales*. Oxford University Press: 2004.
76. H. Bhadeshia, and R. Honeycombe, *Steels: microstructure and properties*. 2017: Butterworth-Heinemann.
77. M.N. Salán and M.J. Anglada, *Formación de maclas durante el enfriamiento en aceros inoxidables superferríticos envejecidos*. Revista De Metalurgia, 2005: p. 217-221.
78. T.H Chen, K.L Weng, and J.R. Yang, *The effect of high temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel*. Materials Science and Engineering A, 2002. 338(1-2): p. 259-270.
79. M. Milad, et al., *The effect of cold work on structure and properties of AISI 304 stainless steel*. Journal of Materials Processing Technology, 2008. 203(1-3): p. 80-85.
80. S.K. Ghosh and S. Mondal, *High temperature ageing behaviour of a duplex stainless steel*. Materials Characterization, 2008. 59: p. 1776-1783.
81. Y.S. Park, et al., *Analysis of microstructure using thermoelectric diagnostics for non-destructive evaluation of materials*. Review of quantitative Nondestructive Evaluation, 2005. 24: p. 1308-1315.
82. H. Carreón, et al., *Assessment of blasting induced effects on medical 316 LVM stainless steel by contacting an non-contacting thermoelectric power techniques*. Surface & Coatings Technology 2006: p. 2941-2946.



83. A.N. Lasseigne, et al., *Microstructural assessment of nitrogen-strengthened austenitic stainless-steel welds using thermoelectric power*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2005. 36(11): p. 3031-3039.
84. N. Ortiz, et al., *Nondestructive assessing of the aging effects in 2205 duplex stainless steel using thermoelectric power*. Ndt & E International, 2011. 44(5): p. 463-468.
85. J. Wang, et al., *Improvement of thermoelectric power of n-type earth-abundant iron rich alloy by microstructure engineering*. Journal of Alloys and Compounds, 2016. 665: p. 7-12.
86. F.G. Caballero, et al., *Thermoelectric power studies on a martensitic stainless steel*. Scripta Materialia, 2004. 50(7): p. 1061-1066.
87. A.J. Sedriks, *Corrosion of stainless steel*, 2. 1996.
88. K.D. Adams, J.N. DuPont, and A.R. Marder, *The influence of centerline Sigma (σ) phase on the through-thickness toughness and tensile properties of Alloy AL-6XN*. Journal of Materials Engineering and Performance, 2007. 16(1): p. 123-130.
89. L. Zhang, F. Zhu, and R. Tang, *Corrosion mechanisms of candidate structural materials for supercritical water-cooled reactor*. Frontiers of Energy and Power Engineering in China, 2009. 3(2): p. 233-240.
90. Y.S. Kim, S. Park, and H.Y. Chang, *Lifespan estimation of seal welded super stainless steels for water condenser of nuclear power plants*. Metals and Materials International, 2014. 20(1): p. 69.
91. ASTM G48-03, *Standard Test Methods for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution*. 2003.
92. ASTM G150, *Standard Test Methods for Electrochemical Critical Pitting Temperature Testing of Stainless Steels*. 2004.
93. S.W. Banovic, J.N. Dupont, and A.R. Marder, *Dilution Control in Gas-Tungsten-Arc Welds Involving Superaustenitic Stainless Steels and Nickel-Based Alloys*. Metallurgical and Materials Transactions B, 2001. 32B: p. 1171-1175.
94. J.L. Garin, R.L. Mannheim, and M.A. Camus, *Estudio sobre la disolución de fase sigma en un acero dúplex S31803*. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, 2010: p. 46-53.
95. A.K. Lakshminarayanan, and V. Balasubramanian, *An assessment of microstructure, hardness, tensile and impact strength of friction stir welded ferritic stainless steel joints*. Materials & Design, 2010. 31(10): p. 4592-4600.
96. S. Kumar, and A.S. Shahi, *Effect of heat input on the microstructure and mechanical properties of gas tungsten arc welded AISI 304 stainless steel joints*. Materials & Design, 2011. 32(6): p. 3617-3623.
97. W. Chuaiphan, and L. Srijaroenpramong, *Effect of welding speed on microstructures, mechanical properties and corrosion behavior of GTA-welded AISI 201 stainless steel sheets*. Journal of Materials Processing Technology, 2014. 214(2): p. 402-408.



98. Y. Sato, et al., *Evaluation of microstructure and properties in friction stir welded superaustenitic stainless steel*. Science and Technology of welding and Joining, 2009. 14(3): p. 202-209.
99. J. Schijve, *Fatigue of welded joints*. Fatigue of Structures and Materials, 2009: p. 535-557.
100. F.C. Campbell, *Fatigue of Weldments*, in *Fatigue and Fracture (understanding the basics)*. 2012, ASM International. p. 401-425.
101. J.L. Arana Bilbao, and J.J. González Martínez, *Mecánica de fractura*. Servicio Editorial de la EHU-UPV: 2002.
102. P. Lukáš, and L. Kunz, *Small cracks—nucleation, growth and implication to fatigue life*. International Journal of Fatigue, 2003. 25(9–11): p. 855-862.
103. C.A. Bloem, et al., *Fatigue behaviour of GMAW welded aluminium alloy AA7020*. Welding International, 2009. 23(10): p. 773-777.



ANEXOS



ANEXO 1

Certificado de composición química y propiedades mecánicas de la aleación Al6XN® realizado por el proveedor ATI.

	Certificate of Test		 <small>Stephen Wolff - Director, Corporate Quality Assurance</small>					
	Mill Information		Customer Information					
500 Green Street Washington, PA 15301	Cert Number 0003520-00 Sales Order 50-101-056 Cert Date Jan-12-2012	Name ROLLED ALLOYS INC PO T81046 PO Date Oct-05-2011						
Sold to: ROLLED ALLOYS INC PO BOX 310 TEMPERANCE, MI 48182		Ship to: ROLLED ALLOYS INC. 125 WEST STERNS ROAD TEMPERANCE, MI 48182						
Material Information								
"AL-6XN" STAINLESS STEEL PMP HOT ROLLED PLATE ANNEALED* PICKLED COMMERCIAL CUT EDGE								
ASTM-B-688-96 REAPPROVED 2009 ASME-SB-688 ED 2010 NACE MR0103:2007		ASTM-A-240-11A NACE MR0175/ISO 15156-3:10/2009 UNS N08367						
Piece Information								
	Gauge	Width	Length		Total Wt			
Pcs	(in)	(in)	(in)	Heat #	Piece ID	Section id	Lot #	(lbs)
Item: 001	Cust-Id: 145032799021		Govt-Contract-#:		Govt-DO-Rating:			
	Cust-Job:		ScheduleB:					
1	.2500	96.0000	254.0000	836092	AA29626	---	406614	1916
Chemistry Testing								
Element	Requirements		Final Heat Analysis					
	Min	Max	836092	Loc				
C	---	.030	.014	BN				
MN	---	2.00	.42	BN				
P	---	.040	.024	BN				
S	---	.030	< .001	BN				
SI	---	1.00	.36	BN				
CR	20.00	22.00	20.72	BN				
NI	23.50	25.50	23.77	BN				
MO	6.00	7.00	6.16	BN				
CU	---	.75	.30	BN				
N	.18	.25	.22	BN				
FE	---	---	47.78	BN				

HEAT# 836092

TRACER# 254423



	Certificate of Test		 <small>Stephen Moler - Director, Corporate Quality Assurance</small>
	Mill Information		
500 Green Street Washington, PA 15301	Cert Number 0003520-00 Sales Order 50-101-056 Cert Date Jan-12-2012	Name ROLLED ALLOYS INC PO T81046 PO Date Oct-05-2011	

Chemistry Testing

Allegheny Ludlum performs chemical analysis by the following techniques:
 C, S by combustion/infrared; N, O, H by inert fusion/thermal conductivity;
 Mn, P, Si, Cr, Ni, Mo, Cu, Cb, Co, V, by WDXRF; Pb, Bi, Ag by GFAA;
 B by OES; Al and Ti (>=0.10%) by WDXRF, otherwise by OES.

836092 - Material was produced by EF melting with AOD refining.

Mechanical Testing

Test ID:	LOT 406614		
Condition:	ANNEALED		
Direction:	TRANSVERSE		
Temperature:	ROOM TEMP		
Spec:			
Test Limit	Units	Result	Loc
YIELD 0.2%	psi	61000.	TC
TENSILE	psi	109000.	TC
ELONGATION	%	50.	TC
RED OF AREA	%	76.	TC
HARDNESS	—	208.	HBW TC

Mechanical Property Requirements

Condition:	ANNEALED		
Direction:	TRANSVERSE		
Temperature:	ROOM TEMP		
Spec:			
Test Limit	Units	Min	Max
YIELD 0.2%	psi	45000.	---
TENSILE	psi	95000.	---
ELONGATION	%	30.	---
RED OF AREA	%	---	---
HARDNESS	—	---	240. HBW



	Certificate of Test		 <small>Stephen Wolff - Director, Corporate Quality Assurance</small>
	Mill Information		Customer Information
500 Green Street Washington, PA 15301	Cert Number 0003520-00 Sales Order 50-101-056 Cert Date Jan-12-2012	Name ROLLED ALLOYS INC PO T81046 PO Date Oct-05-2011	

Certification Statements

Allegheny Ludlum does not use mercury in the testing or production of its products. To the best of Allegheny Ludlum's knowledge, understanding, and belief, this material was not contaminated by mercury while it was being produced in our facilities.

Material is of USA melt and manufacture.

No welds/weld repairs performed.

Knowingly and willfully recording any false, fictitious or fraudulent statement or entry on this document may be punished as a felony under Federal Statutes, including Federal Law, Title 18, Chapter 47.

Material was solution annealed at 2025F (1107C) minimum for a time commensurate with thickness and rapidly cooled with air or water.

DIN EN 10204:2005 3.1 Certificate

General Statements

TESTING WAS PERFORMED AT THE FOLLOWING LOCATIONS
 BN = ATI-ALLEGHENY LUDLUM; 100 River Road; Brackenridge, PA 15014
 TC = ATI-ALLEGHENY LUDLUM; 1300 Pacific Avenue; Natrona Heights, PA 15065
 WARNING: Processing that makes fumes, dust, or solutions may cause lung disease. Please see MSDS for further information which has been supplied to your Purchasing Department. For an additional copy, please refer to our web site at www.allegheny-ludlum.com/pages/assistance/MSDS.asp.

For access to online certifications of test, please register at www.atlextra.com.

The above is a true copy of the data on file. The material and test results conform to the sales contract and specification(s) as set forth in ATI Allegheny Ludlum's order acknowledgement. This certificate of test may not be reproduced except in full without the written authorization of the company.

ATI Allegheny Ludlum's web site contains a listing of current quality and company accreditations, materials produced, general technical and contact information. Please visit us at www.allegheny-ludlum.com.

ROLLED ALLOYS QUALITY ASSURANCE
 APPROVED:
 DATE: 1-24-12



ANEXO 2

Certificado de composición química de la aleación Al6XN® realizado por Durkee Testing Laboratories.

Durkee Testing Laboratories, Inc.

CHEMICAL ANALYSIS REPORT

P.O. BOX 1401 • 15700 Texaco Street • Paramount, CA 90723 • (562) 531-7111

Page 1 of 1

ENTRY AG

C U S T O M E R	UNIVERSIDAD MICHOACANA	CUSTOMER	VICTOR HUGO LOPEZ	SHIPPER / W.O.	LAB NO.	LOGG NO.
	de SAN NICOLAS de HIDALGO		S *COMMERCIAL LIMITS		K2714	343836A
	SANTIAGO TAPIA 403, CENTRO,					DATE REC.
	CP 58000					10/10/13
	MORELIA, MICH., MEXICO UMS300101KE3					DATE COMP.
						10/21/13

Item	Quantity	Cust Item	Test	Description	Material
3-01	1	3	CHEM-ALLOY		

Desc.: RECEIVED: (1) SAMPLE, IDENTIFIED AS FOR:
STAINLESS - IVAN

*CORRECTED TEST REPORT DATED 11/06/13

Alloy: *AL6XN

	Carbon	Manganese	Phosphorus	Sulfur	Silicon
Min:	*0.03%	*0.33%	*0.012%	*0.001%	*0.40%
Max:	0.03	2.00	0.040	0.030	1.00
	Copper	Nickel	Chromium	Molybdenum	Iron
Min:	*0.55%	*24.09%	*20.78%	*6.12%	REMAINDER
Max:		23.50	20.00	6.00	REMAINDER
		25.50	22.00	7.00	
	Nitrogen				
Min:	0.22%				
Max:					

By: GL / Material(s) conform to specifications

ANALYSIS BY EMISSION SPECTROSCOPY AND INERT GAS FUSION METHOD.

The recording of false, fictitious, or fraudulent statements or entries on the test report may be punished as a felony under federal law.



Results provided on this Certified Test Report related only to items tested. This report shall not be reproduced except in full without the written permission of Durkee Testing Laboratories, Inc.

Respectfully Submitted,

By: GARDENIA LIAMAS
ASSISTANT GENERAL MANAGER