



UNIVERSIDAD MICHOACANA
DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN METALÚRGICAS Y DE MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRIA EN
METALURGIA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES

EVALUACION NO DESTRUCTIVA MEDIANTE POTENCIAL TERMOELÉCTRICO Y
CORRIENTES INDUCIDAS PARA LA CUANTIFICACIÓN DE FASES EN UNA
UNION SOLDADA DE ACERO INOXIDABLE DÚPLEX

Tesis que para obtener el Grado de
Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales presenta:

Ing. Oscar José Ruiz Alfaro.

Director de tesis

Dr. Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas

Co-Director

Dr. Melchor Salazar Martínez

Morelia, Michoacán.

febrero del 2022.



Instituto de Investigación
en Metalurgia y Materiales

Of. Num. IIMM-027-2022

Morelia, Mich., a 12 de enero de 2022

C. ING. OSCAR JOSE RUIZ ALFARO
Presente

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Maestría en Metalurgia y Ciencias de los Materiales con la tesis titulada: "Evaluación no destructiva mediante PTE y corrientes inducidas para la cuantificación de fases en una unión soldada de acero inoxidable duplex", le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

03003795	DR. HECTOR GUILLERMO CARREON GARCIDUEÑAS	(PRESIDENTE)
18010081	DR. MELCHOR SALAZAR MARTINEZ	(Co-director)
97003948	DR. ALBERTO RUIZ MARINES	(Vocal)
15010073	DRA. NOEMI ORTIZ LARA	(Vocal)
82008604	DR. RAFAEL GARCIA HERNANDEZ	(Vocal)
02000334	DR. ARIOSTO MEDINA FLORES	(Suplente)

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

Atentamente


Dr. Víctor Hugo López Morelos
Director

Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



Agradecimientos

Primeramente, quiero agradecer a la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo por permitirme ser parte de ella, utilizando sus laboratorios e instalación, por ser una institución seria de alta calidad y haberme acogido en esta etapa de mi vida.

Al Instituto de Investigaciones Metalúrgica y de Materiales (IIMM), a su personal docente, personal técnico, administrativo y de mantenimiento por haberme ayudado en mi formación.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca otorgada durante la realización de mis estudios de posgrado.

Quiero agradecer a mi asesor Dr. Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas y a mi co-asesor Dr. Melchor Salazar Martínez por haberme dado la oportunidad de trabajar con ellos como parte de su grupo de investigación y brindarme todo su apoyo tanto académico como personal, mostrándome el camino para poder superar esta etapa de mi vida, por su amistad sincera, confianza y paciencia las cuales fueron claves en la culminación de este proyecto contribuyendo a mi superación como profesionista y ser humano.

Quiero agradecer a mis sinodales revisores de tesis Dra. Noemí Ortiz Lara, Dr. Alberto Ruiz Marines, Dr. Rafael García Hernández, Dr. Ariosto Medina Flores por haberse tomado el tiempo necesario para revisar mi proyecto y por sus valiosas aportaciones.

Quiero agradecer a mi familia por siempre apoyarme y aportar en a mis estudios, por comprender y apoyar el esfuerzo que realice para culminar este proyecto a mi padre Oscar Ruiz Urbano, a mi madre Gloria Alfaro Trujillo, a mis hermanos Heidi Ruiz Alfaro e Isaac Ruiz Alfaro, a mi novia Roció Itxel Mancera González, a mis abuelos, primos y tíos.

Quiero agradecer al director del instituto Dr. Víctor Hugo López Morelos por su apoyo y amistad a lo largo de todo este proceso.

Quiero agradecer a mis compañeros de grupo de trabajo Luis Alberto Hernández Ramón, Ricardo Gonzales Cavares, Cesar, Arturo, Víctor y Conejo a mis compañeros de generación Alan, Jorge, Inti, Marcos, Martin y Juan y a mis demás compañeros del instituto, por su apoyo y amistad sincera a lo largo de este proceso.

Gracias a todos los compañeros y amigos que asistían a los juegos de futbol en el instituto ya que fue un aporte tanto físico como emocional fundamental para la culminación de mi proyecto.

Finalmente, gracias a todas las personas que influyeron en mi vida directa e indirectamente para poder culminar este proceso.

Gracias a todas estas personas, fueron un pilar de apoyo en esta bella etapa de mi vida les reitero mis más sinceros agradecimientos, siempre formaran parte de este logro y de mi vida.

ÍNDICE GENERAL

Capítulo 1. INTRODUCCION.....	1
1.1 Justificación.....	2
1.2 Objetivo general	2
1.2.1 <i>Objetivos particulares</i>	2
1.3. Hipótesis	3
1.4 Metas científicas.....	3
Capítulo 2. MARCO TEORICO	4
2.1 Aceros inoxidables dúplex.....	4
2.1.1 <i>Importancia de mantener la relación de fase entre ferrita y austenita</i>	5
2.1.2 <i>Control en el porcentaje de ferrita en la soldadura dúplex</i>	5
2.1.3 <i>Control en el porcentaje de austenita en la soldadura dúplex</i>	6
2.2 Composición química del Acero Inoxidable Dúplex.	6
2.3 Tratamientos térmicos en acero inoxidable dúplex.	8
2.3.1 <i>Tratamiento térmico posterior a la soldadura Dúplex</i>	8
2.3.2 <i>Efecto de la temperatura de recocido en la soldadura dúplex</i>	11
2.3.3 <i>Contenido de elementos aleantes después del recocido</i>	12
2.4 Corrosión en acero inoxidable dúplex.....	12
2.5 Soldadura en acero inoxidable dúplex.....	14
2.5.1 <i>Proceso de soldadura GMAW</i>	14
2.5.2 <i>Cordón de soldadura (CS)</i>	15
2.5.3 <i>Zona Afectada térmicamente (ZAT)</i>	15
2.6 Mediciones de fases mediante métodos convencionales en acero inoxidable dúplex. .	16
2.6.1 <i>Mediciones del porcentaje de ferrita mediante microscopía óptica (MO)</i>	16
2.6.2 <i>Mediciones del porcentaje de ferrita mediante el ferritoscopio</i>	17
2.7 Métodos magnéticos de medición	18
2.7.1 <i>Mediciones en soldadura dúplex utilizando métodos magnéticos</i>	18
2.7.2 <i>Comparación entre la medición de ferrita por métodos magnéticos y utilizando diagramas CMR-92 o análisis químicos</i>	18
2.7.3 <i>Variación de las propiedades magnéticas por el tratamiento térmico</i>	19
2.7. Técnica de medición de corrientes inducidas o corrientes de Eddy	21
2.7.1 <i>Esquema de las pruebas por medio de las corrientes de inducidas</i>	22
2.7.2 <i>Campo Magnético</i>	23
2.7.3 <i>Flujo Magnético</i>	24

2.7.4	<i>Parámetros de ensayo</i>	25
2.7.5	<i>La impedancia</i>	25
2.7.6	<i>Conductividad eléctrica</i>	27
2.7.7	Permeabilidad magnética.	28
2.7.8	<i>Grietas</i>	30
2.7.9	<i>Profundidad de penetración</i>	30
2.7.10	<i>Efecto de separación (lift-off)</i>	31
2.7.11	<i>Efecto de borde</i>	32
2.8	Técnica de medición de potencial termoeléctrico	32
2.8.1	<i>Fenómenos que componen al PTE</i>	34
2.8.2	<i>El PTE absoluto de materiales</i>	34
2.8.3	<i>Mediciones en soldadura dúplex utilizando potencial termoeléctrico</i>	35
Capítulo 3.	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	35
3.1	Materiales.....	37
3.2	Tratamiento térmico	38
3.3	Caracterización Metalográfica.	39
3.4	Microscopio óptico (MO).....	40
3.4.1	<i>Conteo de porcentaje de fases mediante software Sigma Scan Pro 5</i>	40
3.5	Microscopio electrónico de barrido (MEB)	41
3.6	Potencial termoeléctrico	42
3.7	Mediciones por corrientes de Eddy o corrientes inducidas	47
3.7.1	<i>Mediciones de la conductividad eléctrica con la punta tipo panque</i>	48
3.7.2	<i>Mediciones de la conductividad eléctrica con la punta tipo lápiz</i>	49
3.7.3	<i>Cálculo de la profundidad de penetración del campo magnético secundario para las muestras</i>	50
3.8	Matriz de correlación estadística.	52
Capítulo 4.	RESULTADOS.	56
4.1	Simulación de porcentaje de fases mediante JMatPro	56
4.2	Caracterización microestructural mediante microscopía óptica.....	59
4.3	Caracterización microestructural mediante microscopía electrónica de barrido (MEB).....	69
4.4	Potencial Termoeléctrico	74
4.4.1	<i>Mediciones de PTE con punta de oro</i>	74
4.4.2	<i>Mediciones de PTE con punta de níquel</i>	77
4.4.3	<i>Mediciones de PTE con punta de cobre</i>	80
4.5	Corrientes inducidas o corrientes de Eddy	84
4.5.1	<i>Conductividad eléctrica mediante la sonda tipo pancake</i>	84

4.5.2 Conductividad eléctrica mediante la sonda tipo lápiz	87
4.5.3 Calculo del ángulo de impedancia	92
4.6 Matriz de Correlación estadística de resultados.	93
4.6.1 Matriz de correlación metal base para técnicas no destructivas.....	93
4.6.2 Matriz de correlación metal base para microelementos de aleación.....	96
4.6.3 Matriz de correlación cordón de soldadura para técnicas no destructivas.....	100
4.6.4 Matriz de correlación cordón de soldadura para microelementos de aleación....	103
4.6.5 Matriz de correlación zona afectada térmicamente para técnicas no destructivas.	105
4.6.6 Matriz de correlación zona afectada térmicamente para microelementos de aleación.	108
Capítulo 5.- Conclusiones.....	111
REFERENCIAS	114

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Efecto al añadir níquel en una estructura BCC con poco o nada en contenido de Ni [1].	7
Figura 2.2 Microestructura del acero inoxidable dúplex con contenido intermedio de níquel cristaliza en una estructura FCC [1].	8
Figura 2.3 Dependencia de la fracción de volumen de ferrita y la dureza de vickers sobre la temperatura del calor aplicado en el tratamiento térmico [2].	9
Figura 2.4 Micrografía después del tratamiento térmico a 700 °C. La zona color negro representan la fase ferrita, las grises son la fase austenita y los pequeños puntos blancos son los precipitados [2].	10
Figura 2.5 Micrografía después del tratamiento térmico a 800 °C. La zona color negro representan la fase ferrita, las grises son la fase austenita y las zonas blancas en crecimiento son los precipitados [2].	10
Figura 2.6 Microestructuras obtenidas con diferentes temperaturas de tratamiento térmico (a) Recocido a 1000 °C, (b) Recocido a 1040 °C, (c) Recocido a 1080 °C, (d) Recocido a 1120 °C, la fase obscura corresponde a la ferrita y la fase clara a la austenita [3].	11
Figura 2.7. Curvas de polarización potenciodinámica cíclica a diferentes temperaturas de recocido [3].	13
Figura 2.8 Imagen de microscopia óptica de las picaduras después de la polarización potenciodinámica cíclica. Picaduras formadas a (a) 1000 °C, (b) 1040 °C, (c) 1080 °C y (d) 1120 °C respectivamente [3].	14
Figura. 2.9 Micrografía del acero inoxidable dúplex a diferentes ampliaciones en el cordón de soldadura [4].	15

Figura 2.10 Micrografía de la Zona afectada térmicamente producida por la soldadura GMAW [4].	16
Figura 2.11 Saturación (B_{max}), la inducción remanente (B_r) y el campo coercitivo (coercitividad H_c), afectación de las propiedades magnéticas con la temperatura del tratamiento térmico [2].	20
Figura 2.12 Microestructura basada en el estrés generado en la fase de ferrita, mostrando la permeabilidad relativa máxima de la fase ferrita y la correlación entre la dureza y permeabilidad magnética [2].	20
Figura 2.13. Relación entre el ruido de Barkhausen RMS y la temperatura del tratamiento térmico [2].	21
Figura 2.14 Generación del campo de corrientes inducidas o Eddy [12].	22
Figura 2.15 Diferentes sondas de inspección dependiendo la morfología de la probeta [15].	23
Figura 2.16 a) Campo magnético de un imán, b) Campo magnético en un alambre por el cual circula una corriente [16].	24
Figura 2.17 Flujo magnético en una superficie [16].	25
Figura 2.18 Circuito de la corriente alterna [12].	26
Figura 2.19 Triangulo de impedancias [12].	27
Figura 2.20 Corriente Inducidas o de Eddy en un material con grietas [16].	30
Figura 2.21 Variación de la impedancia a medida que se aleja la bobina a la pieza ocasionando en el efecto de separación o efecto LIFT-OFF [12].	31
Figura 2.22 Colocación de bobina para evitar efecto de borde, muestra la colocación correcta en la bobina y la incorrecta en el borde [12].	32
Figura 2.23 Principio de la medición de potencial termo eléctrico, dos juntas se mantienen a dos diferentes temperaturas T y $T + \Delta T$ dentro de un circuito $A - B - A$. El potencial termo eléctrico (PTE) o coeficiente de Seebeck es la relación de la diferencia de potencial generado ΔV sobre el gradiente de temperatura ΔT [17].	33
Figura 3.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental.....	36
Figura 3.2 Imágenes de muestras a) muestras tipo 1 únicamente metal base b) muestras tipo 2 con las tres zonas de la unión (Mb, Cs, Zat).	37
Figura 3.3 Mufla utilizada para llevar acabo los tratamientos térmicos de solubilizado.....	38
Figura 3.4 Diagrama de tratamientos térmicos aplicados.	39
Figura 3.5 Microscopio óptico de banco.	40
Figura 3.6 Mediciones de porcentaje de fases medidas con el software sigma scan pro 5.	41
Figura 3.7 Equipo para medición de potencial termoeléctrico.	42
Figura 3.8 Posiciones de la medición de potencial termoeléctrico A) posición de punta en metal base, B) posición de punta en cordón de soldadura, C) posición de punta en zona afectada térmicamente.	43
Figura 3.9 Calibración de la punta de níquel en mediciones de potencial termoeléctrico. ...	44
Figura 3.10 Calibración de la punta de oro en mediciones de potencial termoeléctrico.....	45

Figura 3.11 Calibración de la punta de cobre en mediciones de potencial termoeléctrico. ...	46
Figura 3.12 Equipo NORTEC® 500 serie D marca OLYMPUS.	47
Figura 3.13 Materiales usados para la calibración de la conductividad eléctrica del equipo de corrientes de Foucault.	48
Figura 3.14 Sondas tipo Pancake de 60 KHz y 480 KHz.....	49
Figura 3.15 Sonda tipo lápiz con frecuencias de 4-6 MHz.....	50
Figura 3.16 Posiciones de la medición de corrientes inducidas con la sonda tipo lápiz.	50
Figura 3.17 Matriz de correlación de datos Pearson para distribución normal.....	55
Figura 3.18 Matriz de correlación de datos Spearman para distribución no normal.....	55
Figura 4.1 Simulación termodinámica de las fases ferrita-austenita en un rango de temperaturas de 25°C hasta 1500°C para la composición del metal base.	57
Figura 4.2 Simulación termodinámica de las fases ferrita-austenita en un rango de temperaturas de 1000°C hasta 1200°C para la composición del metal base UNS 32205. ...	57
Figura 4.3 Simulación termodinámica de las fases ferrita-austenita en un rango de temperaturas de 25°C hasta 1500°C para la composición del cordón de soldadura un ER2209.....	58
Figura 4.4 Simulación termodinámica de las fases ferrita-austenita en un rango de temperaturas de 1000°C hasta 1200°C para la composición del Cordón de soldadura ER 2209.	59
Figura 4.5 Micrografías obtenidas del metal base tratadas térmicamente a las temperaturas [de, 0) Sin tratamiento térmico, a) pieza 1 a 1000 °C, b) pieza 2 a 1025°C, c) pieza 3 a 1050°C, d) pieza 4 a 1075°C, e) pieza 5 a 1100°C, f) pieza 6 a 1125°C, g) pieza 7 a 1150°C, h) pieza 8 a 1175°C, i) pieza 9 a 1200°C.	62
Figura 4.6 Comportamiento en la relación de fases ferrita-austenita tratadas a diferente temperatura de tratamiento térmico en el metal base.	63
Figura 4.7 Relación de fases ferrita- austenita en el cordón de soldadura tratadas a diferentes temperaturas de tratamiento térmico.	64
Figura 4.8 Micrografías obtenidas del cordón de soldadura tratadas térmicamente a las temperaturas, a) pieza X sin tratamiento térmico, b) pieza A a 1000 °C, c) pieza B a 1100°C, d) pieza C a 1150°C, e) pieza D a 1200°C, donde la fase oscura es la fase ferrita y la clara es la fase austenita.	66
Figura 4.9 Relación de fases ferrita- austenita en la ZAT, tratadas a diferentes temperaturas de tratamiento térmico.	67
Figura 4.10 Micrografías obtenidas de la zona afectada térmicamente, tratadas térmicamente a las temperaturas de, a) pieza X sin tratamiento térmico, b) pieza A a 1000 °C, c) pieza B a 1100°C, d) pieza C a 1150°C, e) pieza D a 1200°C, donde la fase oscura es la fase ferrita y la clara es la fase austenita.....	68
Figura 4.11. Imágenes de metal base tratado a diferentes temperaturas solubilizado a) pieza 1 a 1000 °C, b) pieza 5 a 1100 °C, c) pieza 9 a 1200 °C.....	69
Figura 4.12. Análisis puntual realizado a la zona del metal base a) puntos donde se realizó EDS b) microanálisis EDS.	70

Figura 4.13. Imágenes del cordón de soldadura tratado a diferentes temperaturas solubilizado a) pieza A a 1000 °C, b) pieza B a 1100 °C, c) pieza D a 1200 °C.	71
Figura 4.13. Análisis puntual realizado a la zona de cordón de soldadura a) puntos donde se realizó EDS b) microanálisis EDS.	71
Figura 4.14. Imágenes de la zona afectada térmicamente tratado a diferentes temperaturas solubilizado a) pieza A a 1000 °C, b) pieza B a 1100 °C, c) pieza D a 1200 °C.	73
Figura 4.15. Análisis puntual realizado a la zona afectada térmicamente a) puntos donde se realizó EDS b) microanálisis EDS.	73
Figura 4.16 Mediciones de PTE mediante punta de oro en probetas de metal base, zona afectada térmicamente y soldadura.	75
Figura 4.17 Mediciones de PTE mediante punta de oro en probetas de metal base.	76
Figura 4.18 Mediciones de PTE mediante punta de oro en probetas de zona afectada térmicamente.	76
Figura 4.19 Mediciones de PTE mediante punta de oro en probetas de cordón de soldadura.	77
Figura 4.20 Mediciones de PTE mediante punta de níquel en probetas de metal base, zona afectada térmicamente y soldadura.	78
Figura 4.21 Mediciones de PTE mediante punta de níquel en probetas de metal base.	78
Figura 4.22 Mediciones de PTE mediante punta de níquel en probetas de zona afectada térmicamente.	79
Figura 4.23 Mediciones de PTE mediante punta de níquel en probetas de cordón de soldadura.	79
Figura 4.24 Mediciones de PTE mediante punta de cobre en probetas de metal base, zona afectada térmicamente y soldadura.	80
Figura 4.25 Mediciones de PTE mediante punta de cobre en probetas de metal base.	81
Figura 4.26 Mediciones de PTE mediante punta de cobre en probetas de zona afectada térmicamente.	81
Figura 4.27 Mediciones de PTE mediante punta de cobre en probetas de cordón de soldadura.	82
Figura 4.28 Mediciones de PTE en el metal base con las puntas de Oro, Cobre y Níquel. .	83
Figura 4.29 Mediciones de PTE en zona afectada térmicamente con las puntas de Oro, Cobre y Níquel.	83
Figura 4.30 Mediciones de PTE en el cordón de soldadura con las puntas de Oro, Cobre y Níquel.	84
Figura 4.31 Comportamiento de la conductividad eléctrica en el metal base medido con la sonda tipo panque de 480 KHz.	86
Figura 4.32 Comportamiento de la conductividad eléctrica en el metal base medido con la sonda tipo panque de 60 KHz.	87
Figura 4.33 Curvas de conductividad eléctrica a una frecuencia de 6 MHz con punta tipo lápiz en el metal base, R) Inox 304, 0) DSS sin tratamiento térmico, 1) DSS 1000°C, 3) DSS 1050 °C, 5) DSS 1100 °C, 7) DSS 1150°C, 9) DSS 1200°C.	88

Figura 4.34 Curvas de conductividad eléctrica a una frecuencia de 6 MHz con punta tipo lápiz en cordón de soldadura, R) Inox 304, X) DSS sin tratamiento térmico, A) DSS 1000°C, B) DSS 1100 °C, C) DSS 1150 °C, D) DSS 1200 °C.	89
Figura 4.35 Curvas de conductividad eléctrica a una frecuencia de 6 MHz con punta tipo lápiz en la zona afectada térmicamente, R) Inoxidable 304, X) DSS sin tratamiento térmico, A) DSS 1000°C, B) DSS 1100 °C, C) DSS 1150 °C, D) DSS 1200 °C.	91
Figura 4.36 Matriz de correlación de Pearson para metal base.	94
Figura 4.37 Matriz de correlación de Spearman para metal base.	94
Figura 4.38 Gráfico de correlación de técnicas no destructivas aplicadas en metal base comparadas contra el porcentaje de fases obtenido en microscopía óptica.	96
Figura 4.39 Gráfico de correlación de los elementos estabilizadores y la fase ferrita en el metal base.	97
Figura 4.40 Correlación de los elementos estabilizadores y las mediciones de corrientes inducidas con punta de lápiz a 6 MHz.	99
Figura 4.41 Correlación de los elementos estabilizadores y las mediciones de potencial termoeléctrico con punta de cobre en el metal base.	99
Figura 4.42 Correlación de los elementos estabilizadores y las mediciones de potencial termoeléctrico con punta de níquel en el metal base.	100
Figura 4.43 Matriz de correlación de Pearson para cordón de soldadura.	101
Figura 4.44 Matriz de correlación de Spearman para cordón de soldadura.	101
Figura 4.45 Gráfico de correlación de técnicas no destructivas aplicadas en cordón de soldadura comparadas contra el porcentaje de fases obtenido en microscopía óptica.	103
Figura 4.46 Gráfico de correlación de los elementos estabilizadores y la fase ferrita en el cordón de soldadura.	104
Figura 4.47 Correlación de los elementos estabilizadores y las mediciones de corrientes inducidas con punta de lápiz a 6 MHz en el cordón de soldadura.	105
Figura 4.48 Matriz de correlación de Pearson para zona afectada térmicamente.	106
Figura 4.49 Matriz de correlación de Spearman para zona afectada térmicamente.	106
Figura 4.50 Gráfico de correlación de técnicas no destructivas aplicadas en zona afectada térmicamente comparadas contra el porcentaje de fases obtenido en microscopía óptica.	108
Figura 4.51 Gráfico de correlación de los elementos estabilizadores y la fase ferrita en zona afectada térmicamente.	109
Figura 4.52 Correlación de los elementos estabilizadores y las mediciones de corrientes inducidas con punta de lápiz a 6 MHz en zona afectada térmicamente.	110
Figura 4.53 Correlación de los elementos estabilizadores y las mediciones de potencial termoeléctrico con punta de níquel en zona afectada térmicamente.	110

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Fracción del área superficial de la fase ferrita para cada temperatura de recocido medidos mediante el ferritoscopio [3].....	11
Tabla 2.2 Composición química de la fase ferrita y austenita a diferentes temperaturas del recocido [3].	12
Tabla 2.3 Mediciones de porcentaje de ferrita en una soldadura dúplex de composición SAF 2205 DSS (UNS S31803) [11].....	17
Tabla 2.4 Conductividad eléctrica de algunos metales en siemens por metro y en porcentaje IACS [16].	28
Tabla 2.5 Permeabilidad magnética relativa de algunos materiales [16].	29
Tabla 3.1 Composición química del acero inoxidable UNS 32205 (metal base) y del electrodo ER2209 (cordón de soldadura) en porciento en peso para cada elemento (wt. %) [4].	37
Tabla 3.2 Metales utilizados para la calibración del equipo NORTEC® 500 serie D marca OLYMPUS	48
Tabla 3.3 Calculo de profundidad de penetración del campo magnético secundario con la sonda tipo pancake.....	51
Tabla 3.4 Calculo de profundidad de penetración del campo magnético secundario con la sonda tipo lápiz.....	52
Tabla 3.5 Prueba de normalidad de Shapor-Wilks en las 3 zonas de la unión, aplicados a las pruebas no destructivas y a los micro elementos del material.....	53
Tabla 4.1 Porcentaje de fases ferrita-austenita obtenidos por microscopia óptica del metal base.....	60
Tabla 4.2 Porcentaje de fases ferrita-austenita obtenidos por microscopia óptica en el cordón de soldadura.	64
Tabla 4.3 Porcentaje de fases ferrita-austenita obtenidos por microscopia óptica en la ZAT.	67
Tabla 4.4 Porcentaje en peso de los elementos de aleación en el metal base tanto en la fase ferrita como en la fase austenita, para diferentes temperaturas de tratamiento térmico.	70
Tabla 4.5 Porcentaje en peso de los elementos de aleación en el cordón de soldadura tanto en la fase ferrita como en la fase austenita, para diferentes temperaturas de tratamiento térmico.....	72
Tabla 4.6 Conductividad eléctrica en el metal base mediante la sonda tipo panque con una frecuencia de 480 KHZ.	85
Tabla 4.7 Conductividad eléctrica en el metal base mediante la sonda tipo pancake con una frecuencia de 60 KHZ.	86
Tabla 4.8 Conductividad eléctrica en el metal base medida mediante la sonda tipo lápiz con una frecuencia de 6 MHZ comparado con el contenido de derrita medido mediante microscopia óptica.	88

Tabla 4.9 Conductividad eléctrica en el cordón de soldadura medida mediante la sonda tipo lápiz con una frecuencia de 6 MHZ comparado con el contenido de ferrita medido mediante microscopia óptica.	90
Tabla 4.10 Conductividad eléctrica en la zona afectada térmicamente medida mediante la sonda tipo lápiz con una frecuencia de 6 MHZ comparado con el contenido de ferrita medido mediante microscopia óptica.	91
Tabla 4.11 Calculo de los ángulos de conductividad para la sonda tipo lápiz.	93
Tabla 4.12 Correlación de las técnicas de ensayos no destructivos comparados contra porcentaje de fases medido en microscopia óptica en el metal base.	95
Tabla 4.13 Correlación de los elementos microaleantes y el porcentaje de ferrita en el metal base.....	97
Tabla 4.14. Resultados de la correlación entre elementos estabilizadores y técnicas de ensayos no destructivos aplicados en metal base.	98
Tabla 4.15 Correlación de las técnicas de ensayos no destructivos comparados contra porcentaje de fases medido en microscopia óptica en cordón de soldadura.....	102
Tabla 4.16 Resultados de la correlación entre elementos estabilizadores y fase ferrita, PTE punta de Ni y EC punta de lápiz a 6MHz aplicados en el cordón de soldadura.....	105
Tabla 4.17 Correlación de las técnicas de ensayos no destructivos comparados contra porcentaje de fases medido en microscopia óptica en zona afectada térmicamente.....	107
Tabla 4.18 Resultados de la correlación entre elementos estabilizadores y fase ferrita, PTE punta de Ni, Cu, Ni y EC punta de lápiz a 6MHz aplicados en ZAT.	109

RESUMEN

Los aceros inoxidable dúplex son usados en una amplia gama de industrias, entre ellas la petrolera, la petroquímica y la de gas, debido a sus mejores propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión y un ahorro significativo en costos y peso sobre otros aceros inoxidables. Los procesos microestructurales inducidos por el tratamiento térmico de solubilizado en la unión soldada son estudiados en este trabajo mediante los métodos no destructivos de potencial termoeléctrico y de corrientes inducidas. Se investiga el acero inoxidable dúplex del tipo UNS 32205 soldado con un material de aporte ER 2209. Esta aleación contiene un porcentaje de fases de 1:1 (50% ferrita/50% austenita) en su condición inicial. La ferrita no es estable, por lo tanto, puede descomponerse precipitando fases intermetálicas (chí, sigma, laves, austenita secundaria, etc.) aumentando la dureza y fragilizando el material en las zonas afectadas térmicamente en la soldadura, además todas las propiedades mecánicas, magnéticas y de resistencia a la corrosión se ven fuertemente influenciadas por el incremento en de esta fase. El estudio tiene como objetivo detectar los cambios de relación de fases por medio de las técnicas no destructivas de potencial termoeléctrico y corrientes inducidas. Inicialmente, para caracterizar al material se dividió en tres zonas: metal base (MB), cordón de soldadura (CS) y zona afectada térmicamente (ZAT), se prepararon dos tipos de probeta una con las 3 zonas y otra únicamente el metal base. Todas las muestras se les aplico un tratamiento térmico de solubilizado en los rangos de temperatura de 1000°C -1200 °C para poder variar contenido de ferrita y austenita en las muestras y tener presentes únicamente estas dos fases en toda la unión, posterior a ellos se caracterizaron por métodos convencionales de detección de fases como son microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (SEM) y mediante los métodos propuestos en el proyecto, al correlacionar los resultado obtenidos se deduce que tanto la técnica de potencial termoeléctrico como corrientes inducidas son sensibles a los cambios en contenido de fases en las 3 zonas de la unión estudiadas MB, CS y ZAT. Además de encontrarse una relación de dicha sensibilidad con la fase ferrita y los elementos que estabilizan esta fase para determinar los elementos que más influyen en la sensibilidad de los equipos.

PALABRAS CLAVE: CORRIENTES INDUCIDAS; POTENCIAL TERMOELÉCTRICO; UNIÓN SOLDADA; ACERO DÚPLEX; FERRITA.

ABSTRACT

Duplex stainless steel is used in a broad variety of industries, among them petroleum, petrochemistry and natural gas; it is applied in this industries due to their divers properties in mechanics, high resistance to corrosion and significant cost savings over other stainless steel. The microstructural processes induced under the solubilized heat treatment in the welded joint are researched in this study through the nondestructive methods of thermoelectric potential and eddy currents. It is researched duplex stainless steel type UNS 32205 welded with material type ER 2209. This alloy contains a phase ratio of 1: 1 (50% ferrite / 50% austenite) in its initial condition. Ferrite is not stable, therefore, it can decompose precipitating intermetallic phases (chi, sigma, laves, secondary austenite, etc.) increasing the hardness and fragility the material in the thermally affected areas in the weld, in addition to all the mechanical properties, Magnetic resistance and corrosion resistance are strongly influenced by the increase in of this phase. The objective of the study is to detect the changes in the phase relationship by means of non-destructive techniques of thermoelectric potential and induced currents. Initially, to characterize the material, it was divided into three zones: base metal (MB), weld bead (CS) and Thermally Affected Zone (ZAT), two types of specimen were prepared, one with the 3 zones and the other only the base metal. All the samples were subjected to a solubilized heat treatment in the temperature ranges of 1000 ° C -1200 ° C to be able to vary the content of ferrite and austenite in the samples and have only these two phases present in the entire joint, after them. were characterized by conventional phase detection methods such as optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) and by the methods proposed in the project, when correlating the results obtained it is deduced that both the thermoelectric potential technique and eddy currents are sensitive to changes in phase content in the 3 junction zones studied MB, CS and ZAT. In addition to finding a relationship of said sensitivity with the ferrite phase and the elements that stabilize this phase to determine the elements that most influence the sensitivity of the equipment.

Key words : Eddy currents, thermoelectric potential, welded joint, duplex stainless steel, ferrite.

Capítulo 1. INTRODUCCION

Los aceros inoxidable dúplex son usados en una amplia gama de industrias, entre ellas la petrolera, la petroquímica, la de gas, la de producción de papel y en aquellas dedicadas al control de la contaminación, debido a sus mejores propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión y un ahorro significativo en costos y peso sobre los aceros inoxidable austeníticos [1]. Las aplicaciones típicas de estos aceros son muy amplias y van desde líneas de flujo, colectores submarinos, tubos de producción y sistemas de tuberías, para esto existen normas bien establecidas con los requisitos de aplicación de los aceros inoxidable dúplex. Entre sus excelentes propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión, presentan casi el doble de límite elástico con respecto a los aceros inoxidable austeníticos, y una amplia tenacidad respecto del acero inoxidable ferrítico, es especialmente bueno en medios que contengan iones cloruro y dióxido de carbono. Aunque, dichas propiedades pueden estar afectadas al someterlos a condiciones de tratamientos térmicos y durante procesamientos como recocido y soldadura, afectando la relación entre las fases ferrita y austenita, por lo general esta relación es de 1:1 (50% ferrita- 50% austenita) entre las fases es esencial preservar esta relación lo más cercano posible. En las uniones soldadas, las cuales son analizadas en este trabajo, cuando la relación sale de equilibrio esto tiene repercusiones directas en las propiedades microestructurales de los aceros dúplex, en las zonas donde existe aporte de calor, cordón de soldadura (CS) y zona afectada térmicamente ZAT propiciando la aparición de fases inter-metálicas perjudiciales en estas zonas; las cuales fragilizan el material y reducen la resistencia a la corrosión del material. Esto principalmente está relacionado al aumento en el contenido de ferrita en la aleación, debido a que la tasa de difusión de algunos elementos presentes en la fase ferrita son hasta 100 veces más difusivos que los elementos presentes en la fase austenita, causando una mayor cantidad de transformaciones y precipitados en la aleación con su aumento [2]. Se tiene como objetivo principal realizar las mediciones de contenido de ferrita y austenita en una aleación de aceros dúplex del tipo UNS S32205 con un material de relleno ER2209, caracterizados mediante ensayos no destructivos principalmente por los métodos de corrientes inducidas y potencial termoeléctrico (PTE), los cuales parecen ser adecuados para estudiar aceros inoxidable dúplex, por ser métodos prácticos, fáciles de utilizar y con una respuesta rápida en las mediciones, son métodos ideales para las mediciones de contenido de fases en los aceros inoxidable dúplex, tanto en su aplicación en laboratorio como en la industria, además que por su versatilidad y exactitud en las mediciones sin afectar destructivamente al material analizado, los vuelven

especialmente atractivos sobre todo tratándose de uniones soldadas, en este trabajo también son comparadas las mediciones por END con otros métodos de detección de cantidades de ferrita y con esto demostrar las ventajas que tiene la medición mediante estos métodos. Otro concepto tratado en este trabajo; es relación de entrada de calor y velocidad de enfriamiento en las uniones soldadas de aceros dúplex, las cuales afectan directamente al balance de la relación ferrita/austenita. Por lo tanto, al aplicar una serie de tratamientos térmicos a las uniones soldadas, buscando modificar el contenido de ferrita y austenita presente en el cordón de soldadura (CS) y la zona afectada térmicamente (ZAT), finalmente se comparan estos métodos con métodos de aplicación actual que se encuentran comprobados como son microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido para poder determinar la efectividad de las mediciones en la relación de fases ferrita y austenita en el acero inoxidable dúplex 2205 mediante potencial termoeléctrico y corrientes inducidas.

1.1 Justificación

La caracterización de la relación de fases en una unión soldada de acero dúplex mediante potencial termoeléctrico y corrientes inducidas nos pueden traer como resultado una detección de alta precisión y practicidad sobre las técnicas aplicadas actualmente, debido a que no es requerido destruir el material, pudiendo ser aplicados en sitio y con una respuesta relativamente rápida de los resultados, adicional a esto se pueden hacer detecciones de defectos en la unión una ventaja de la cual carecen los equipos utilizados en la actualidad como el ferritoscopio que únicamente puede ser utilizado para hacer la detección de relación de fases con una precisión menor, debido a todas estas ventajas mencionadas, se generara un ahorro en costos y tiempos de inspección.

1.2 Objetivo general

Estudiar el comportamiento de la relación de fases ferrita/austenita en una unión soldada de aceros dúplex, caracterizándola mediante corrientes inducidas y potencial termo eléctrico.

1.2.1 Objetivos particulares

- Simular la modificación en la relación de fases ferrita-austenita en el material base y la unión soldada mediante tratamientos térmicos, donde el contenido de ferrita

osciló entre 61% y 39%.

- Determinar el contenido de ferrita-austenita del material base y la unión soldada utilizando las técnicas de corrientes inducidas y potencial termoeléctrico.
- Correlacionar y analizar las mediciones realizadas con PTE y corrientes inducidas para hacerlas comparativas con métodos utilizados actualmente como lo son microscopia óptica, microscopia electrónica de barrido y así determinar la viabilidad de la aplicación en campo para dichas técnicas.

1.3. Hipótesis

Al aplicar los tratamientos térmicos al acero inoxidable dúplex 2205 en altas temperaturas (1000-1200 °C) con enfriamientos rápidos la relación de fases ferrita-austenita cambiará para cada una de las temperaturas a las que se apliquen los tratamientos térmicos, dicha variación, será detectada mediante las técnicas no destructivas de potencial termoeléctrico y corrientes inducidas. En la técnica de potencial termoeléctrico el flujo de electrones a través del material será sensible a los cambios microestructurales y de fases provocados por el tratamiento térmico mostrando su efectividad para detectar dicho cambio, respecto a las corrientes inducidas, ya que su mecanismo principal es la conductividad eléctrica y campos magnéticos, será posible detectar el cambio en la relación de fases debido a las cualidades electromagnéticas de las dos fases, resultando en la detección en cambios de fase presentes en el acero inoxidable dúplex 2205 por las técnicas propuestas con una alta efectividad y corto tiempo de procesamiento.

1.4 Metas científicas

- Modificar la relación de fases ferrita-austenita oscilando el contenido de la fase ferrita entre los valores de 40% y 60% para las 3 zonas tanto en metal base, cordón de soldadura y zona afectada térmicamente.
- Identificar la interacción del flujo de electrones medido mediante el efecto seebeck con el contenido de la fase ferrita y austenita del acero inoxidable dúplex 2205.
- Identificar la interacción del fenómeno de inducción electromagnética entre la fase ferrita y austenita del acero inoxidable dúplex 2205.
- Correlacionar los valores obtenidos de potencial termoeléctrico y corrientes inducidas para obtener una relación estadística de los resultados para poder ponderar la efectividad de las técnicas.

Capítulo 2. MARCO TEORICO

2.1 Aceros inoxidables dúplex

Los aceros inoxidables dúplex tienen una amplia aplicación en la industria de la pulpa y el papel, también en la industria del petróleo, como en el medio marino. Los aceros inoxidables dúplex combinan alta resistencia mecánica y alta resistencia a la corrosión con relación de fase entre la fase de ferrita (α) y la fase de austenita (γ) 50:50. Mediante tratamiento térmico o durante el procesamiento, como recocido y soldadura, la relación ferrita/austenita y la composición de fase cambian, lo que podría ocasionar una precipitación de fases secundarias no deseadas [3].

Además, los aceros inoxidables dúplex están siendo ampliamente utilizados por la industria del petróleo, gas e industrias petroquímicas debido a ahorros significativos en costos y peso mayores que en el acero inoxidable austenítico. Aplicaciones típicas de los aceros inoxidables dúplex son líneas de flujo, tubos de producción, colectores submarinos, proceso superior y sistemas de tuberías. Los aceros inoxidables dúplex son usados como alternativa al acero inoxidable austenítico para la construcción de tuberías, líneas de flujo y elevadores por lo que es cada vez más utilizado para aplicaciones que requieren una alta resistencia a la corrosión y al agrietamiento por corrosión bajo tensión, se requiere sobre todo en medios que contienen cloruros y dióxido de carbono. Las propiedades mecánicas y la resistencia a la corrosión se ven afectadas por la fabricación, así como los cambios microestructurales pueden variar con el proceso de soldadura y las características dimensionales del componente a ser soldado [4].

Los aceros inoxidables dúplex fueron desarrollados considerando que los aceros inoxidables austeníticos son vulnerables al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzos en ambientes de cloruro, aunque presentan una excelente soldabilidad. Los aceros inoxidables ferríticos tienden a ser más frágiles y son difíciles de soldar respecto de los aceros inoxidables austeníticos [2], pero resisten el agrietamiento por corrosión bajo esfuerzos, los aceros inoxidables dúplex combinan algunas de las mejores características de los aceros inoxidables austeníticos y ferríticos. La austenita proporciona ductilidad y la ferrita resistencia al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzos. Debido al balance existente entre estas dos fases, presentan ventajas en severas condiciones de temperatura y contenido de cloruros, donde los inoxidables austeníticos sufren agrietamiento por corrosión bajo esfuerzos, picaduras y hendiduras. Ejemplos de aleaciones dúplex son los grados 2205, 2209, 2304, 2507, 2003, 2005, 312, 315,

318, 325 y 329. La aleación 2205 (UNS S31803) es una de las aleaciones dúplex más ampliamente usada [1].

2.1.1 Importancia de mantener la relación de fase entre ferrita y austenita

Es esencial preservar una relación ferrita-austenita cercana a 50/50 para mantener las propiedades en los aceros inoxidable dúplex, pero esto depende del aporte de calor y la velocidad de enfriamiento involucrados durante la soldadura. Las condiciones de soldadura deben controlarse de modo que el enfriamiento sea lo suficientemente lento para la formación adecuada de austenita, pero lo suficientemente rápido como para evitar precipitación de fases intermetálicas perjudiciales (por ejemplo, sigma, chi y austenita secundaria) [4].

2.1.2 Control en el porcentaje de ferrita en la soldadura dúplex

El exceso de ferrita y fase sigma precipitada en el cordón de soldadura CS y ZAT afectan negativamente tanto la resistencia a la corrosión como dureza. La tenacidad muestra una aparente dependencia del contenido de ferrita junto con otros factores que incluyen tensiones residuales y la formación de partículas intergranulares juegan un rol importante en esta propiedad. Las soldaduras con mayor cantidad de fase de ferrita son más susceptibles a la fragilidad por hidrógeno [4]. Se necesita considerablemente más níquel en el metal soldado que en la base tratada térmicamente y/o trabajada en caliente, para obtener un metal de soldadura con razonable ductilidad y tenacidad. A niveles de níquel similares en el metal soldado a los del metal base, la estructura de fundición del depósito de soldadura consiste en una estructura columnar gruesa en los granos de ferrita y una austenita casi continua a lo largo de los límites del grano de la ferrita, pero no hay mucha austenita dentro de los granos de ferrita columnar individuales. Por lo tanto, el tamaño de grano grueso de ferrita columnar causa la propagación de grietas, fragilizando el metal en la región de la soldadura [9].

Por otro lado, cuando el nivel del níquel es lo suficientemente alto en el metal de aporte de soldadura, entonces se formará suficientes austenita Widmanstätten dentro del granos de ferrita columnar impidiendo así la propagación de grietas continuas dentro de la ferrita, generando una mejor resistencia al agrietamiento en la unión soldada, de acuerdo a esto, la austenita es apreciablemente más resistente que la ferrita y ayuda a detener la propagación de grietas en la soldadura. Contenidos de ferrita por debajo del 60 % en el depósito de soldadura casi coincidentes para aleaciones 2205 y 255 proporciona suficiente ductilidad y dureza. Además,

con contenidos de ferrita bajos (por encima de 30%) en la condición de soldadura para aleaciones 2205 y 255 proporciona un límite elástico y resistencia a la tracción en el metal de soldadura similar a las del metal base [9].

2.1.3 Control en el porcentaje de austenita en la soldadura dúplex.

Un bajo contenido de austenita en la zona de fusión es responsable de la baja resistencia al impacto, el aumento del contenido de austenita en la zona de fusión mejora la resistencia al impacto. Con el aumento del contenido de austenita, también se espera que mejore la resistencia al agrietamiento inducida por hidrógeno, la susceptibilidad al agrietamiento inducida por el hidrógeno disminuye con el aumento del contenido de austenita en el metal de soldadura [4]. Cuando el acero inoxidable dúplex se calienta arriba 1100 °C, la fase de austenita tiende a disolverse parcial o completamente, dependiendo de la composición química de la aleación. Al enfriarse, la transformación de austenita debe realizarse de acuerdo con diagrama de fase del acero inoxidable dúplex, pero dado que la soldadura puede sufrir un enfriamiento rápido, la difusión lenta a temperaturas más bajas favorecerá una menor cantidad de austenita y más fase ferrítica en los aceros inoxidables dúplex [10].

2.2 Composición química del Acero Inoxidable Dúplex.

Las interacciones de los elementos de aleación más importantes, especialmente el cromo, molibdeno, nitrógeno y níquel, son bastante complejas. Para conseguir una estructura dúplex estable que responda bien al procesado y a la fabricación, se debe cuidar la obtención del nivel correcto de cada uno de estos elementos. Cromo: es necesario un mínimo de alrededor del 10.5% de cromo para formar una película pasiva de óxido de cromo estable que proteja eficazmente un acero contra la corrosión atmosférica leve, el cromo es un formador de ferrita, un contenido alto de cromo también favorece la formación de fases intermetálicas, normalmente, el contenido mínimo de cromo en los aceros inoxidables austeníticos es del 16% y en los tipos dúplex del 20%. Molibdeno: el molibdeno actúa para apoyar al cromo en la resistencia contra la corrosión por picaduras de los aceros inoxidables. El molibdeno es un formador de ferrita y también aumenta la tendencia de los aceros inoxidables a formar fases intermetálicas perjudiciales. Su contenido se reduce del 4% en los inoxidables dúplex. Nitrógeno: el nitrógeno aumenta la resistencia a la corrosión por picaduras y por intersticios de los aceros inoxidables dúplex, también aumenta sustancialmente su resistencia mecánica, la

mejor tenacidad de los inoxidables dúplex con nitrógeno se debe a su mayor contenido de austenita y al menor contenido de fases intermetálicas, no impide la precipitación de fases intermetálicas, pero retrasa su formación lo suficiente como para permitir el procesado y fabricación de los aceros inoxidables dúplex, es un potente formador de austenita, además reduce la energía de los defectos de apilamiento. Níquel: el níquel es un estabilizador de la austenita, de la microestructura de los tipos dúplex, los inoxidables dúplex contienen una cantidad entre reducida e intermedia, del 1.5% al 7%, la adición de níquel retrasa la formación de fases intermetálicas perjudiciales en los inoxidables austeníticos, pero es mucho menos eficaz que el nitrógeno en el retraso de su formación en los inoxidables dúplex. La figura 2.1 se observa el cambio en la microestructura al añadir poco níquel a una estructura BCC cambia a FCC. La figura 2.2 muestra la micrografía del acero inoxidable a diferentes contenidos de níquel [1].

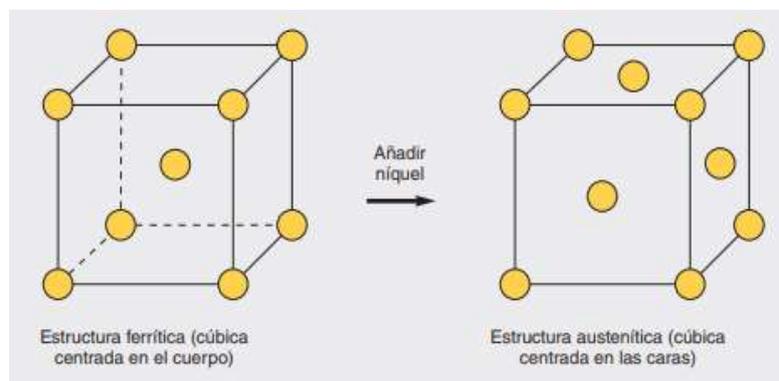


Figura 2.1 Efecto al añadir níquel en una estructura BCC con poco o nada en contenido de Ni [1].

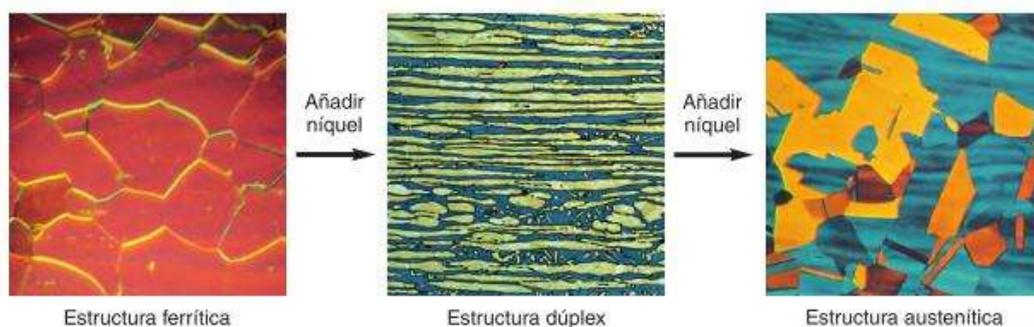


Figura 2.2 Microestructura del acero inoxidable dúplex con contenido intermedio de níquel cristaliza en una estructura FCC [1].

La formación de algunos compuestos (como nitruros de cromo, carburos de cromo y fase sigma) conduce a la pérdida tanto en resistencia a la corrosión como resistencia a la fractura. La fase sigma es dura y frágil y su formación provoca pérdida de tenacidad [1]. Las estructuras cristalinas de las partículas también pueden desempeñar un papel importante, la precipitación de la fase sigma provoca un aumento significativo de la dureza, ya que es una estructura tetragonal compacta con una naturaleza muy frágil. Por lo tanto, una mayor fase sigma en la zona de soldadura proporcionará mayores valores de dureza y fragilidad. La resistencia de la soldadura dúplex está determinada por la resistencia de la fase de ferrita continua, con contenidos de nitrógeno por debajo del 0.1%, la austenita es una fase débil, pero una cantidad adicional de nitrógeno fortalece la austenita, por lo tanto, por encima del 0.2% de nitrógeno, la austenita se convierte en la fase más resistente [4].

2.3 Tratamientos térmicos en acero inoxidable dúplex.

2.3.1 Tratamiento térmico posterior a la soldadura Dúplex.

Debido a la aplicación de tratamientos térmicos en los aceros inoxidables dúplex, diferentes fases metalúrgicas pueden precipitar (G-, Alpha prima, Fases-Laves, etc.) [2]. Las fases intermetálicas causan cambios en las propiedades mecánicas y de corrosión de los aceros inoxidables dúplex; Las fases intermetálicas ocurren en particular en los rangos de temperatura de 500 a 1000 °C con tiempos de exposición prolongados que van desde unos cuantos minutos hasta horas de permanencia en el tratamiento térmico además que puede afectar al implicar un enfriamiento después del tratamiento. La formación de estas fases intermetálicas es más severa en soldaduras [20]. La mayoría de estas transformaciones de fase están relacionadas con la ferrita, porque las tasas de difusión de elementos son aproximadamente 100 veces más rápidas en la ferrita que en la austenita. Los procesos metalúrgicos más importantes en el acero inoxidable dúplex es la descomposición eutéctica de la ferrita en fase sigma (σ) y austenita secundaria (γ') que ocurre debido a los efectos térmicos, naturalmente, esta transformación de fase afecta fuertemente la cantidad de fase ferrita presente en la soldadura dúplex [2]. El alivio de esfuerzos, posterior a la soldadura no es necesario con los inoxidables dúplex y probablemente sea perjudicial, porque el tratamiento térmico puede precipitar fases intermetálicas o agrietamiento (475 °C), con pérdida de tenacidad y de resistencia a la corrosión.

La temperatura de tratamiento térmico posterior a la soldadura superior a 315 °C puede afectar negativamente la tenacidad y resistencia a la corrosión de los inoxidables dúplex [1]. Cualquier tratamiento térmico posterior a la soldadura debería incluir el tratamiento de solubilizado completo seguido de un temple en agua ya que el tratamiento de solubilizado puede eliminar problemas asociados al exceso de ferrita y de fases intermetálicas [1]. El proceso de descomposición de la ferrita en la soldadura dúplex debido al tratamiento térmico, comienza en los límites de grano de la interface ferrita-austenita durante el proceso de descomposición los granos secundarios de austenita crecen a expensas de la fase ferrita [2]. La figura 2.3 muestra la dependencia de la fracción en volumen de ferrita y la dureza Vickers en relación con la temperatura y calor aplicados en el tratamiento térmico, se observa que la cantidad de fase ferrita comienza a disminuir a aproximadamente a 500 °C y por encima de los 700 °C, la descomposición de la ferrita se vuelve más intensiva, como se muestra en la figura 2.4, la descomposición más rápida se encontró alrededor de 800 °C que corresponde al "punto de nariz" de las curvas C en el diagrama TTT, como se observa en la figura 2.5 según los diagramas TTT, el tiempo de incubación más corto del proceso de descomposición esta entre 800–900 °C [2].

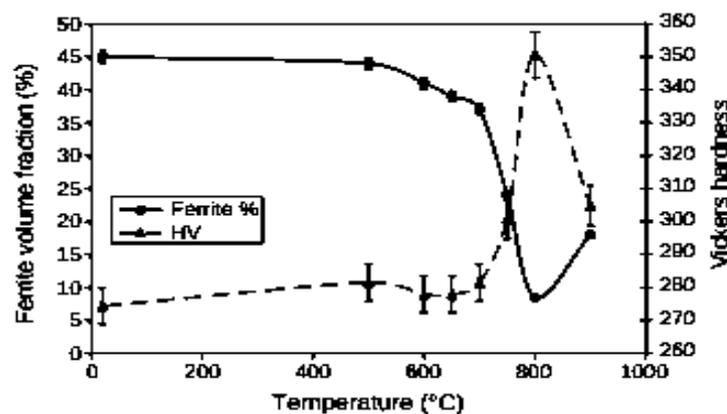


Figura 2.3 Dependencia de la fracción de volumen de ferrita y la dureza de vickers sobre la temperatura del calor aplicado en el tratamiento térmico [2].

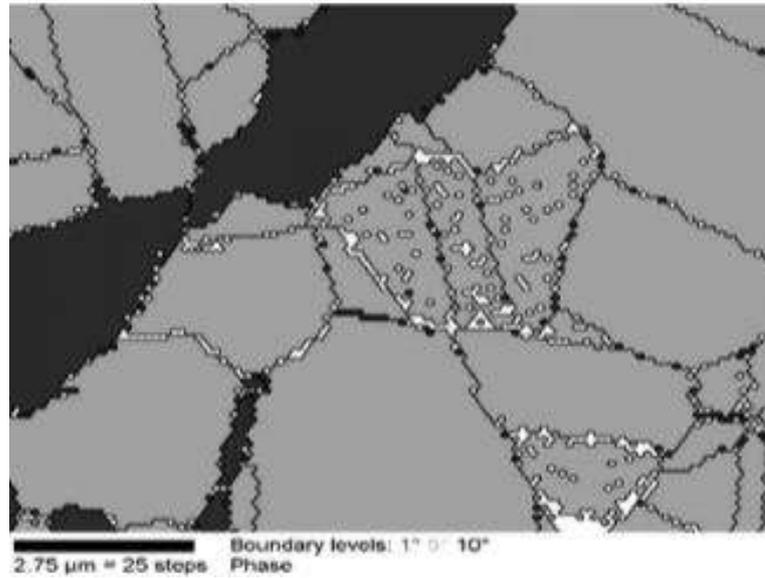


Figura 2.4 Micrografía después del tratamiento térmico a 700 °C. La zona color negro representan la fase ferrita, las grises son la fase austenita y los pequeños puntos blancos son los precipitados [2].

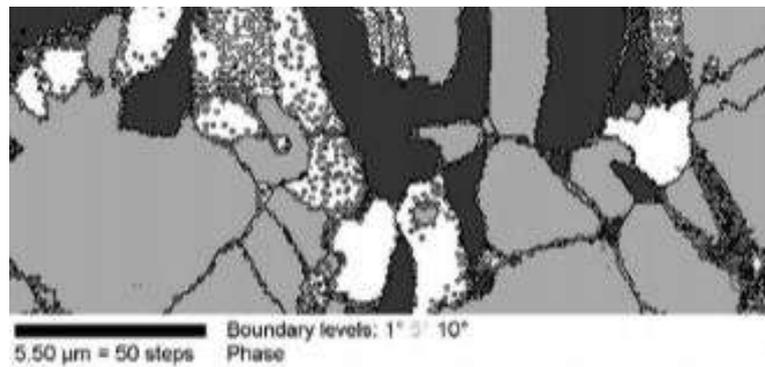


Figura 2.5 Micrografía después del tratamiento térmico a 800 °C. La zona color negro representan la fase ferrita, las grises son la fase austenita y las zonas blancas en crecimiento son los precipitados [2].

2.3.2 Efecto de la temperatura de recocido en la soldadura dúplex

Mediante el método de conteo de puntos se analizó cuantitativamente la fracción del área de superficie de la fase de ferrita, como se muestra en la Tabla 2.2. A medida que aumenta la temperatura de recocido, ambas fases tanto la fase ferrita y fase austenita engrosan como se muestra en la figura 2.6

La fracción del área superficial de la fase ferrita aumentó de 45.3% a 1000 °C a 56.7% a 1120 °C y el número de ferrita obtenido de ferritoscopio también mostró un aumento de la fase de ferrita a medida que aumentaba la temperatura de recocido [3].

Tabla 2.1 Fracción del área superficial de la fase ferrita para cada temperatura de recocido medidos mediante el ferritoscopio [3].

Annealing Temperature (°C)	Surface Area Fraction of Ferrite (%)	Measured Ferrite Number (FN)
1000	45.3±4.1	51.6±0.6
1040	50.2±4.6	54.0±2.9
1080	53.7±4.1	72.8±2.2
1120	56.7±6.0	72.1±1.1

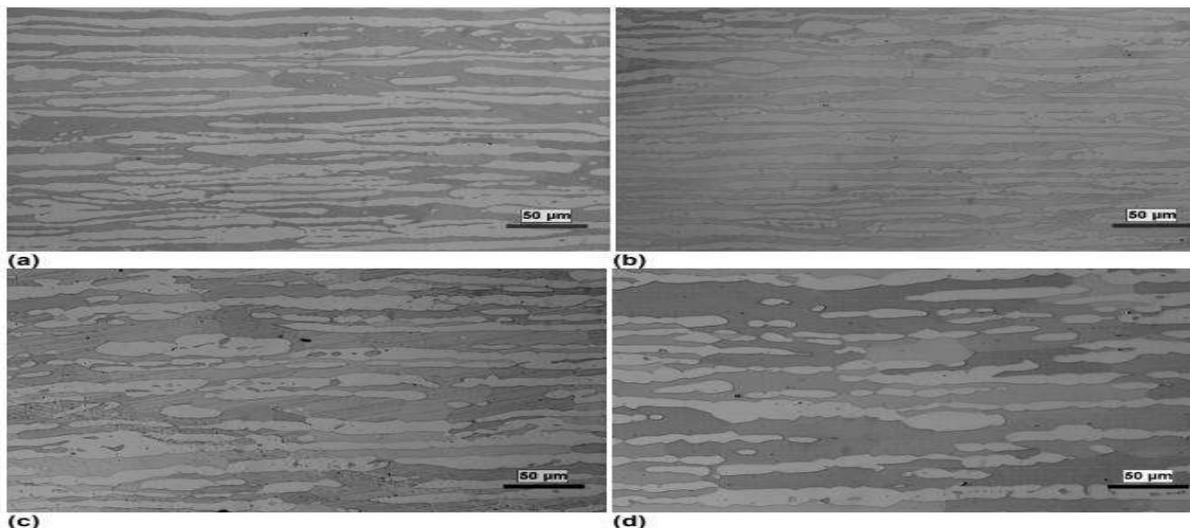


Figura 2.6 Microestructuras obtenidas con diferentes temperaturas de tratamiento térmico (a) Recocido a 1000 °C, (b) Recocido a 1040 °C, (c) Recocido a 1080 °C, (d) Recocido a 1120 °C, la fase oscura corresponde a la ferrita y la fase clara a la austenita [3].

2.3.3 Contenido de elementos aleantes después del recocido

El contenido del elemento principal en ambas fases analizadas usando EDS se muestra en la tabla 2.3. La fase ferrita posee un mayor contenido de Cr y Mo, mientras que elementos como Ni y Mn se dividieron en fase de austenita.

A temperatura de recocido elevadas, tanto el contenido de Cr como el de Mo contribuyen para la resistencia a la corrosión disminuyendo esta resistencia en la fase ferrita a medida que se eleva la temperatura [3].

Tabla 2.2 Composición química de la fase ferrita y austenita a diferentes temperaturas del recocido [3].

	1000 °C				1080 °C				1120 °C			
	Austenite		Ferrite		Austenite		Ferrite		Austenite		Ferrite	
	Avg	SD	Avg	SD	Avg	SD	Avg	SD	Avg	SD	Avg	SD
Fe	67.8	0.17	66.4	0.12	67.5	0.19	66.2	0.12	66.4	0.15	64.9	0.44
Cr	19.9	0.23	23.3	0.08	20.0	0.14	22.9	0.09	19.7	0.07	22.1	0.26
Ni	4.68	0.10	2.73	0.05	4.70	0.06	3.05	0.08	4.58	0.15	3.08	0.05
Mn	2.0	0.05	1.73	0.05	1.98	0.04	1.78	0.04	1.94	0.09	1.63	0.05
Mo	1.18	0.13	1.90	0.08	1.15	0.05	1.93	0.10	1.16	0.05	1.78	0.10

2.4 Corrosión en acero inoxidable dúplex

Para comparar la resistencia a la corrosión por picadura de las muestras recocidas a diferentes temperaturas, se realizaron pruebas de polarización cíclica potenciodinámicas en solución de NaCl 0,1M a 60 °C. Las muestras recocidas a diferentes temperaturas se compararon en la figura 2.7, donde el mayor potencial de picadura fue obtenido en las muestras recocidas a 1080 °C, lo que indica que la mayor resistencia a las picaduras para una aleación UNS S2003 cuando se recoce, será a 1080 °C. Por otro lado, el potencial de picadura se redujo en mayor medida para las muestras recocido a 1120 °C [3].

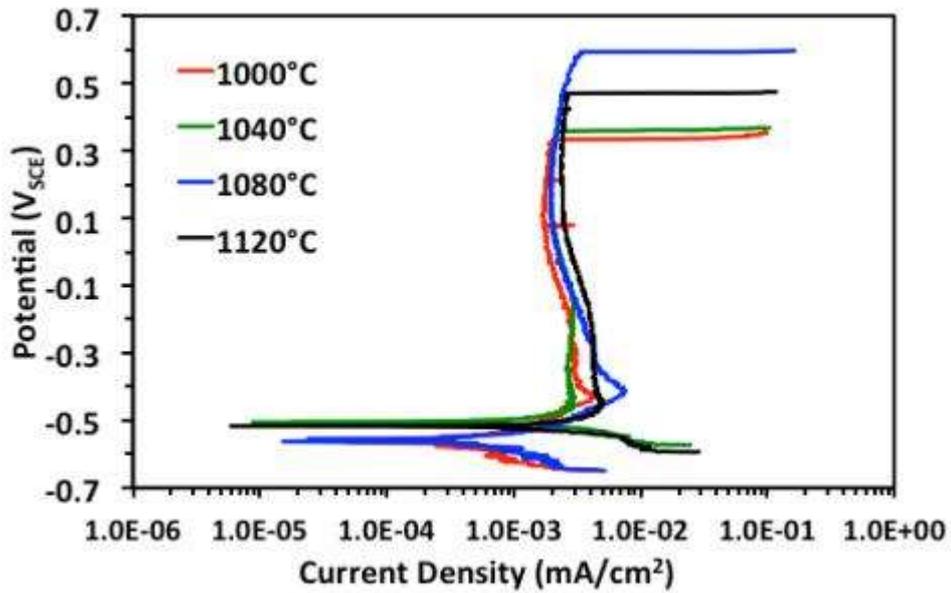


Figura 2.7. Curvas de polarización potenciodinámica cíclica a diferentes temperaturas de recocido [3].

la corrosión por picadura inicio dentro de la fase de austenita en muestras recocido a 1000 ° C y 1040 ° C, mientras que, para muestras recocidas a 1080 ° C y 1120 ° C, se inicia la picadura dentro de la fase ferrita, esto se puede ver en la figura 2.8. La variación del potencial de picadura en la solución y el cambio de los sitios de iniciación de las picaduras desde la fase de austenita a la fase ferrita podría atribuirse al cambio de composición de las dos etapas, lo que indica una mayor susceptibilidad a picaduras de la fase de ferrita cuando los aceros son recocidos a una temperatura más alta, lo que podría atribuirse al menor contenido de Cr y Mo [3].

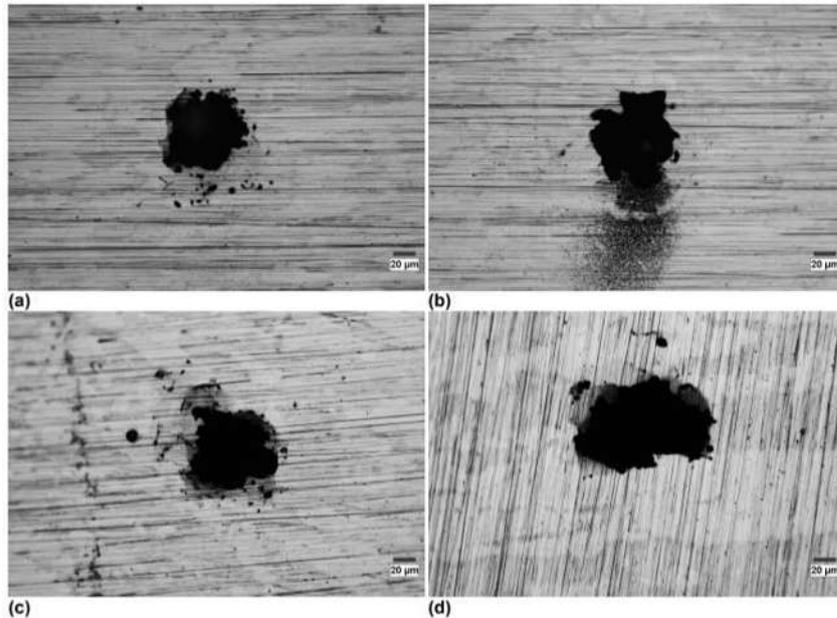


Figura 2.8 Imagen de microscopía óptica de las picaduras después de la polarización potenciodinámica cíclica. Picaduras formadas a (a) 1000 °C, (b) 1040 °C, (c) 1080 °C y (d) 1120 °C respectivamente [3].

La supresión del crecimiento de fases perjudiciales como fase sigma y carburos de cromo y nitruros, se da por consecuencia al agotamiento de cromo en la matriz, mejorando la resistencia a la corrosión de unión soldada. Pero es necesario saber que todos los aceros inoxidable tienen alto susceptibilidad a la corrosión localizada, específicamente picaduras. Esta forma de corrosión es realmente agresiva y es producida por las acciones de los iones de cloruro contra la capa pasiva provocando la ruptura de esta capa [9].

2.5 Soldadura en acero inoxidable dúplex

2.5.1 Proceso de soldadura GMAW

El proceso GMAW para soldaduras dúplex requiere una buena y consistente preparación de bordes, alineación y separación en la raíz. Debido a que los inoxidables dúplex son sensibles a la contaminación superficial por cobre, en algunas situaciones, pueden provocar un temple demasiado rápido [1]. Los procesos de soldadura (GTAW y SMAW) determinaron algunas diferencias en la microestructura final de CS: SMAW, debido a su menor aporte de calor, provocó la formación de una estructura dendrítica más fina en los pases de llenado, pero se obtuvo un mayor nivel de micro porosidad con respecto a GTAW [11].

2.5.2 Cordón de soldadura (CS)

En micrografías realizadas mediante microscopía óptica (OM) a diferentes ampliaciones, figura 2.9, en el cordón de soldadura de una unión soldada de aceros dúplex 2205 se pudo observar una estructura columnar de grano grueso, a lo que se le atribuye la fragilización y propiedades mecánicas malas en el cordón de soldadura [4].

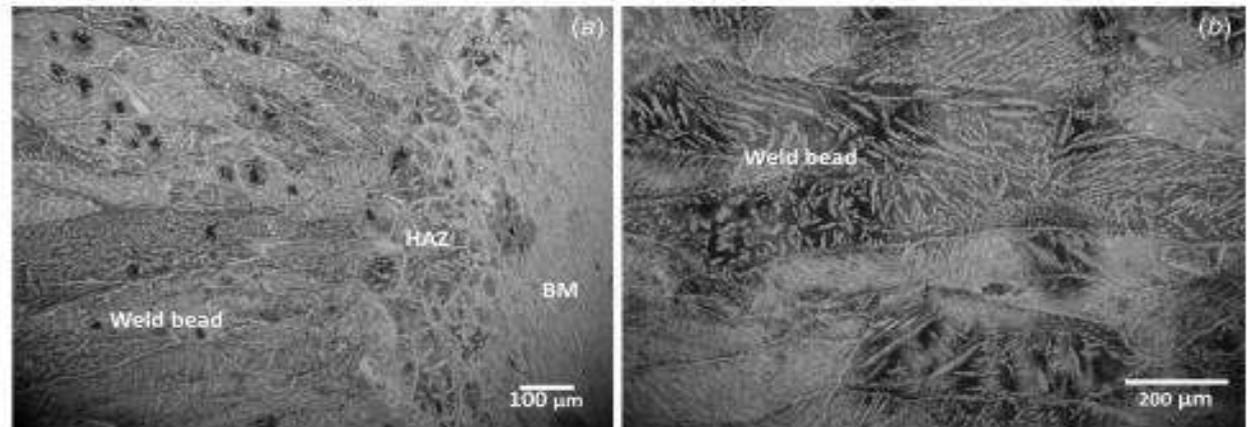


Figura. 2.9 Micrografía del acero inoxidable dúplex a diferentes ampliaciones en el cordón de soldadura [4].

Las diferentes microestructuras de austenita/ferrita en las regiones de soldadura, como la presencia de capas discontinuas de austenita en los límites de grano, placas laterales de austenita Widmanstätten, precipitados intergranulares en la austenita y la ferrita acicular intergranular, se cree que están asociados con los términos de variaciones en las tasas de transformación y el grado de subenfriamiento. La formación del límite de grano y las fracciones de la placa lateral requieren de menos energía libre, por lo tanto, puede ocurrir a temperaturas más altas con poco subenfriamiento por otro lado, la formación de ferrita acicular intragranular, requiere un mayor grado de subenfriamiento [8].

2.5.3 Zona Afectada térmicamente (ZAT)

En la zona afectada por el calor (ZAT), todos los factores cinéticos que cambian la relación de fases pueden conducir a disminución de la resistencia a las picaduras y el ataque de corrosión local. Se recomienda limitar la entrada de calor para acero inoxidable dúplex soldadura entre 1.5 y 2.0 kJ mm^{-1} para evitar la formación de fases perjudiciales, la entrada de calor y la temperatura entre pasadas son los dos parámetros principales de soldadura que influyen en la velocidad de enfriamiento. En la figura 2.10 se pueden observar la microestructura en las ZAT

en una unión soldada de acero dúplex 2205, observados mediante microscopía óptica, La precipitación de austenita Widmanstätten que se forma en los límites de grano en estas micrografías es evidente junto con el tamaño de grano de la matriz ferrítica en el ZAT [4].

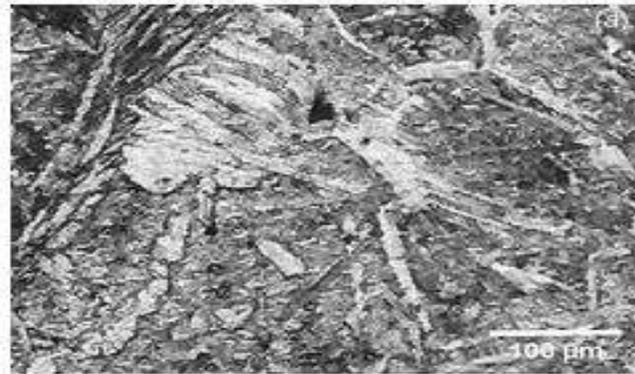


Figura. 2.10 Micrografía de la Zona afectada térmicamente producida por la soldadura GMAW [4].

2.6 Mediciones de fases mediante métodos convencionales en acero inoxidable dúplex.

2.6.1 Mediciones del porcentaje de ferrita mediante microscopía óptica (MO).

Las pruebas de uniones soldadas requieren un sistema de medición sistemático del porcentaje de ferrita (% FE) en diferentes partes de la articulación - material base (MB), zona afectada por el calor (ZAT) y cordón de soldadura (CS). Los estándares internacionales de referencia determinan cómo evaluar (% FE). El procedimiento estándar internacional más aceptado es la detección cuantitativa de fases mediante microscopía óptica (MO), después se realiza un pulido y ataque químico, seguido de las disposiciones de ASTM normas E562-11 (conteo manual de puntos), el cual proporciona información sobre la selección del tipo de patrón y el número de campos a analizar y aseguran un conteo bien definido y con exactitud. Por otro lado, el recuento de puntos a través del análisis automático de imágenes es posible, de acuerdo con las disposiciones de las normas ASTM E1245-03 (análisis automático de imágenes). Sobre el método automático de MO en los aceros inoxidables dúplex, las micrografías se pueden editar fácilmente usando análisis de imagen, porque el reactivo empleado oscurece la ferrita y deja la austenita sin afectar; por lo tanto, las imágenes aparecen en escala de grises apuntando hacia una imagen en blanco y negro, con un contraste de fase neto, lo que permite una determinación

simple de la fracción de volumen de ferrita y disminución de las fases. Las imágenes MO son casi en blanco y negro y, por lo tanto, el análisis posterior puede realizarse fácilmente, ya que los valores de umbral están mejor definidos y los "problemas" relacionados con la elección de la rejilla adecuada son automáticamente eliminado por el programa [11].

2.6.2 Mediciones del porcentaje de ferrita mediante el ferritoscopio

Esta técnica se basa en medir el campo magnético generado por una sonda de corrientes inducidas, al colocarlo en contacto con la superficie metálica; ya que la ferrita es una fase magnética mientras que la austenita es paramagnética. Este dispositivo proporciona el porcentaje en contenido de ferrita (% FE) midiendo la respuesta magnética del material. Sin embargo, este método es muy sensible al acabado de la superficie de contacto y no se puede aplicar cerca de bordes o esquinas, debido a la distorsión del campo magnético. Además, el uso del ferritoscopio se limita a la investigación de amplias áreas de soldaduras y material base, mientras que ZAT no es fácilmente controlable, debido a su tamaño reducido. En este método, los resultados se dan en unidades llamadas Número de ferrita (FN) y se convierten automáticamente a porcentaje de ferrita (% FE) a través de una correlación interna, en la tabla 2.1 se muestra la comparativa en la medición de OM, SEM y ferritoscopio en una soldadura de acero inoxidable 2205 [11].

Tabla 2.3 Mediciones de porcentaje de ferrita en una soldadura dúplex de composición SAF 2205 DSS (UNS S31803) [11].

Method	%FE (st.dev.)						
	Forged BM	Upper HAZ	Lower HAZ	Upper FZ	Middle FZ	Lower FZ	HIP BM
manual OM 16 pt. grid (500x)	52 (12)	60 (13)	55 (9)	37 (9)	-	30 (6)	-
	51 (7)	58 (8)	57 (6)	41 (10)		30 (9)	
manual OM 96 pt. grid (500x)	52 (5)	61 (3)	57 (5)	32 (3)	-	30 (3)	-
	50 (6)	62 (4)	58 (5)	37 (4)		31 (3)	
automatic OM (500x)	54 (1)	59 (1)	60 (1)	34 (2)	55 (4)	32 (2)	33 (9)
	52 (1)	59 (2)	56 (2)	38 (1)	-	32 (1)	-
manual OM (var. magn.)	50 (7)	-	-	36 (3)	46 (3)	29 (4)	56 (2)
	56 (10)			43 (5)	37(6)	34 (8)	57 (2)
SEM (var. magn.)	44 (6)	58 (7)	59 (8)	38 (4)	40 (4)	26 (5)	49 (3)
	47 (7)	64 (8)	65 (9)	43 (6)	36 (9)	32 (7)	52 (2)
Ferritoscope	53 (1)	-	-	37 (1)	-	32 (1)	-
	58 (1)			40 (2)		26 (1)	

2.7 Métodos magnéticos de medición

2.7.1 Mediciones en soldadura dúplex utilizando métodos magnéticos

Los métodos magnéticos o micro magnéticos parecen ser adecuados para probar aceros inoxidable dúplex, ya que son sensible a la cantidad y estructura de la fase de ferrita ferromagnética, la saturación magnética y la transición. La temperatura es proporcional al contenido de ferrita, durante la fragilización, la coercitividad solo cambia una pequeña cantidad, pero debido a la descomposición espinodal, la temperatura de curie aumenta. Se verificó que en la precipitación de las partículas α prima dentro de la fase α aumentó la fuerza coercitiva (H_c) y el endurecimiento mecánico después del tratamiento térmico a 475 C. La cinética de la transformación de los aceros inoxidable dúplex, puede ser monitoreada por métodos magnéticos, los ruidos acústicos y magnéticos de Barkhausen también son aptos para la caracterización de materiales [2]. También es posible utilizar el estado de estrés ferrítico utilizando un microscopio de sonda de exploración en imágenes magnéticas, conocido como microscopía de fuerza magnética (MFM), que habilita las regiones de ferrita para distinguirse de las regiones de austenita, utilizando sus características magnéticas. Las regiones de ferrita son ferromagnéticas, en contraste con las regiones de austenita, que son paramagnético, con la variación espacial de la interacción de la fuerza magnética entre estas regiones se pueden estudiar utilizando MFM. Variaciones en las distribuciones relativas de las regiones de austenita y ferrita se pueden observar no solo en diferentes áreas de soldadura para cualquier configuración dada, sino también entre soldaduras específicas regiones sobre todas las configuraciones examinadas [8].

2.7.2 Comparación entre la medición de ferrita por métodos magnéticos y utilizando diagramas CMR-92 o análisis químicos

J.C.M. Farrar y col. realizaron mediciones de ferrita en soldaduras de acero inoxidable dúplex en 17 laboratorios en 8 países diferentes con el objetivo de medir el contenido en porcentaje de ferrita en las soldaduras con instrumentos magnéticos en cinco diferentes soldaduras de acero inoxidable que cubrían rangos diferentes de porcentaje de ferrita en el metal base y con diferentes acabados superficiales. Adicional a esto, cada laboratorio realizó un análisis químico

usando el diagrama CMR-92 para medir los valores de porcentaje de ferrita a partir de la composición química de la soldadura. Se compararon los resultados obtenidos por los métodos magnéticos y la variación en las mediciones fue de aproximadamente $\pm 20\%$ del valor medio medido. Cuando las predicciones de ferrita se basaron en el diagrama de la CMR-92, utilizando análisis químicos, la dispersión aumento a aproximadamente $\pm 40\%$ del valor medio. Lo que nos indica que, para una evaluación más precisa porcentaje de ferrita en el metal de soldadura en los aceros inoxidable dúplex se tendrá mayor exactitud midiendo por métodos magnéticos que utilizando diagrama CMR-92 o análisis químicos [5].

2.7.3 Variación de las propiedades magnéticas por el tratamiento térmico

I. Mészáros y P.J. Szabo observaron la dependencia de la temperatura del tratamiento térmico en las cualidades magnética clásicas, saturación, la inducción remanente y el campo coercitivo (coercitividad) se pueden ver en figura 2.11. Donde se sabe que el valor de inducción de saturación es proporcional a la cantidad relativa de fase ferromagnética (ferrita). La curva que pertenece a la inducción de saturación está en buen acuerdo con la relación de ferrita medida. Por otro lado, la coercitividad prácticamente no es influenciado por la descomposición de la ferrita. Por lo tanto, se puede concluir que dentro de los granos de ferrita no hay transformaciones de fase que podrían afectar al comportamiento magnético de esta fase [2]. Se puede afirmar que en el caso del acero inoxidable dúplex no hay conexión entre los valores de coercitividad y dureza contrariamente en el caso de los aceros con bajo contenido de carbono casi todos prácticamente todos tienen correlación lineal entre dureza y valores de coercitividad [2].

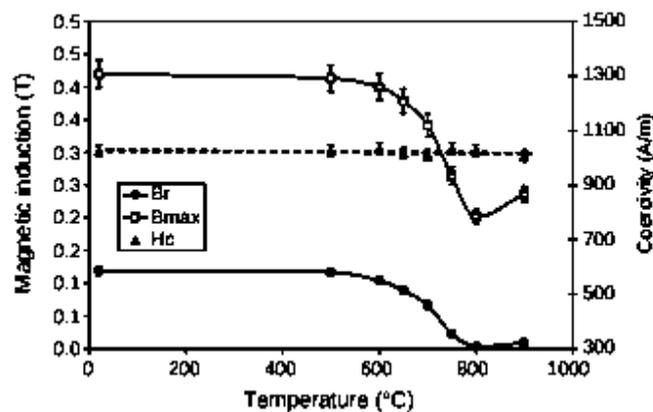


Figura 2.11 Saturación (B_{max}), la inducción remanente (B_r) y el campo coercitivo (coercitividad H_c), afectación de las propiedades magnéticas con la temperatura del tratamiento térmico [2].

I. Mészáros y P.J. Szabo [2] introdujeron un parámetro magnético para caracterizar la microestructura basada en el estrés generado en la fase de ferrita, este es el valor de intensidad del campo magnético que está asociado a la permeabilidad relativa máxima (H_{pm}), como se ve en la figura 2.12. Se encontró que en el caso del acero inoxidable dúplex en lugar de coercitividad, el valor de H_{pm} se puede usar para caracterizar no destructivamente la dureza. La buena correlación lineal. entre los valores de H_{pm} y la dureza vickers [2].

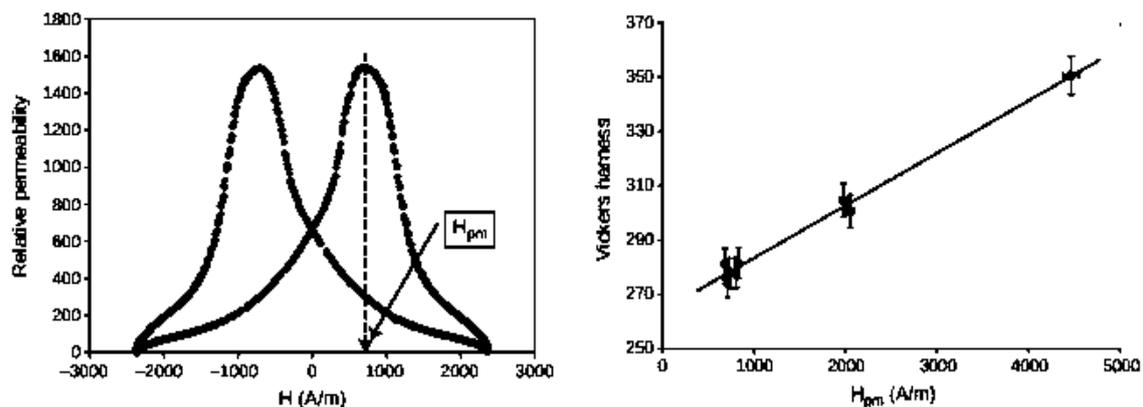


Figura 2.12 Microestructura basada en el estrés generado en la fase de ferrita, mostrando la permeabilidad relativa máxima de la fase ferrita y la correlación entre la dureza y permeabilidad magnética [2].

En la medición magnética, el ruido de Barkhausen se ve afectado por el estado de esfuerzos y cambios microestructurales como la cantidad de fase ferrita ferromagnética, inclusiones dentro de los granos ferromagnéticos, cambios en la cantidad de dislocaciones, etc. En casos complejos es prácticamente imposible distinguir la diferencia entre los efectos de ferrita medida y la saturación por inducción, la dependencia que se puede ver es muy similar al cambio de la fracción de volumen de ferrita. En el caso particular que la cantidad de fase ferrita disminuyo y el estado de estrés de la ferrita restante cambiado debido al tratamiento térmico. Pero la disminución de la fase ferromagnética parece tener un efecto más fuerte en el ruido de Barkhausen que el cambio del estado de estrés, esto se puede ver en la figura 2.13. Por lo tanto, la medición de Barkhausen no es adecuada para caracterizando la dureza de los aceros inoxidables dúplex [2].

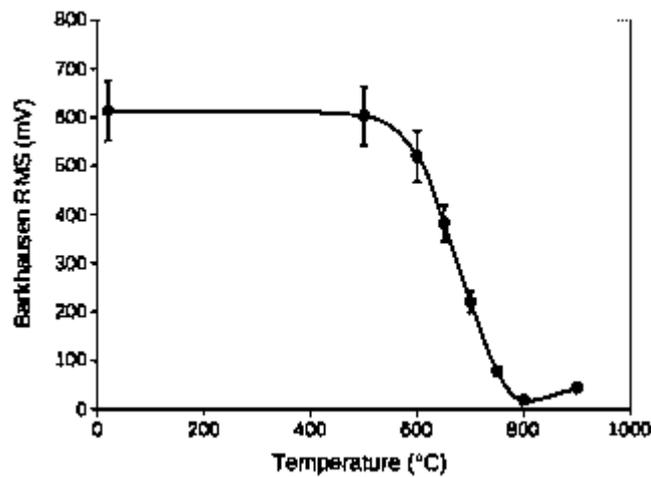


Figura 2.13. Relación entre el ruido de Barkhausen RMS y la temperatura del tratamiento térmico [2].

2.7. Técnica de medición de corrientes inducidas o corrientes de Eddy

Es una técnica de inspección no destructiva, que se basa en la generación de un campo magnético y que permite la detección de discontinuidades a nivel superficial y subsuperficial. El ensayo por corrientes inducidas consiste en hacer pasar una corriente alterna por una bobina, la cual genera un campo magnético. Al colocar la pieza a inspeccionar en dirección perpendicular al campo magnético creado por la bobina, se generan corrientes inducidas (Corrientes de Eddy) circulares en la pieza. Las corrientes eléctricas inducidas van a producir un campo magnético (secundario), que se va a oponer al campo magnético de la bobina (primario) modificando la impedancia. La consiguiente variación de la corriente eléctrica que circula por la bobina es el parámetro que se mide y registra. Los defectos existentes en la pieza interrumpen las Corrientes inducidas, lo que provoca que el campo magnético producido por dichas corrientes sea menor. En la figura 2.14 se muestra un esquema de este método [12].

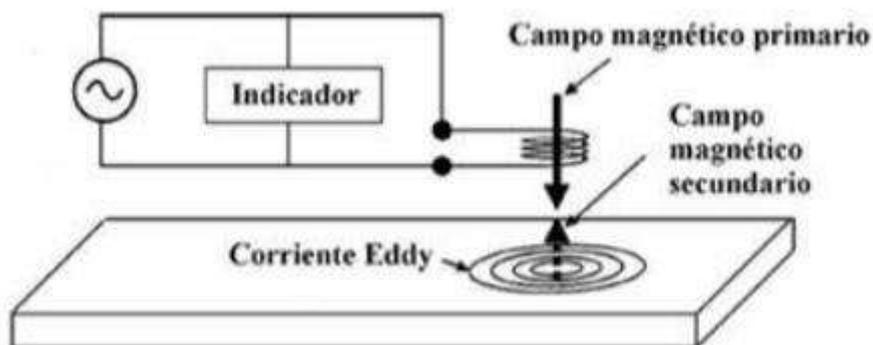


Figura 2.14 Generación del campo de corrientes inducidas o Eddy [12].

La versatilidad del método de corrientes de Eddy ha resultado en un amplio uso de aplicaciones. Sin embargo, las principales áreas de aplicación incluyen lo siguiente:

- Inspección en servicio de tubos en empresas de energía nuclear y de combustibles fósiles, en químicos y plantas petroquímicas, en submarinos nucleares y en sistemas de aire acondicionado.
- Inspección de estructuras y motores aeroespaciales.
- Pruebas de producción de tubos, tuberías, alambres, varillas y barras [13].

2.7.1 Esquema de las pruebas por medio de las corrientes de inducidas.

Sistema de inspección.

- Fuente de campo magnético variable, por ejemplo, una bobina que lleva una corriente alterna de frecuencias que van por debajo de 1 kHz hasta por encima de 10 MHz (una fuente de pulsos también puede ser usada).
- Sensor para detectar diminutos cambios en el campo magnético ($\sim 0,01\%$), por ejemplo, una sonda o gausímetro.
- Un circuito electrónico para ayudar a la interpretación de las variaciones del campo magnético.

En general, hay tres posibles disposiciones de la bobina figura 2.15, es decir, cerco para tubos y varillas, axial interno para tubos y barrido de superficies. Las bobinas de escaneo de superficie se utilizan para probar superficies que son planos o tienen una curvatura muy pequeña dentro de la región directamente debajo de la sección transversal de la bobina.

Se pueden utilizar embobinados de transmisión y recepción para mejorar sensibilidad, tal vez, si se requiere una penetración profunda de las corrientes inducidas en el material bajo prueba. Los análisis son igualmente aplicables a sondas de bobina simple y sondas de transformador. Con sondas de transformador, la impedancia relevante es la impedancia de la bobina secundaria, es decir, el detector. Antes de cualquier prueba de corrientes inducidas, se debe realizar una calibración con una muestra estándar si está libre de defectos, las relaciones entre la impedancia de los componentes de la bobina, la frecuencia y las propiedades eléctricas y magnéticas del material a menudo pueden ser aproximadas debido a la necesidad de simplificar los análisis, para longitudes infinitas rodeando la bobina y muestra. Con la detección de defectos, es una práctica normal calibrar instrumentos de detección utilizando bloques de prueba que contienen defectos modelados teniendo varias profundidades. Por lo general, toman la forma de cortes de sierra para simular grietas y agujeros cilíndricos para representar huecos, pero las relaciones con defectos reales son solo aproximadas [15].

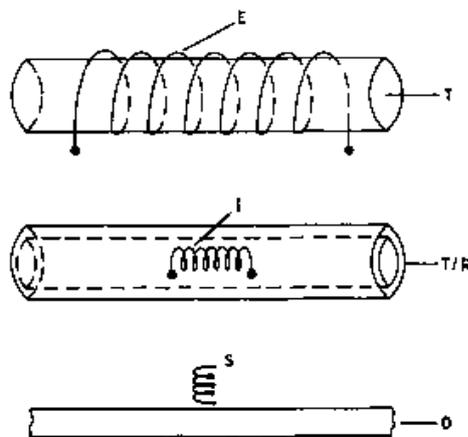


Figura 2.15 Diferentes sondas de inspección dependiendo la morfología de la probeta [15].

2.7.2 Campo Magnético

La corriente eléctrica va siempre acompañada de fenómenos magnéticos. Este efecto de la corriente eléctrica desempeña una función importante en casi todos los aparatos y máquinas eléctricas. El espacio alrededor de un imán permanente o de un conductor que conduce corriente donde actúan fuerzas magnéticas se le conoce como campo magnético [12].

La relación entre la polaridad magnética de una espira y el sentido de la corriente que circula

por ella la establece la regla de la mano derecha. Siempre depende de la posición del observador, ya que si la corriente circula de derecha a izquierda vista desde la posición del observador este polo sería el polo norte y sur en caso contrario. La figura 2.16 muestra un esquema del campo magnético de un imán y la dirección del campo magnético por la regla de la mano derecha en un alambre [16].

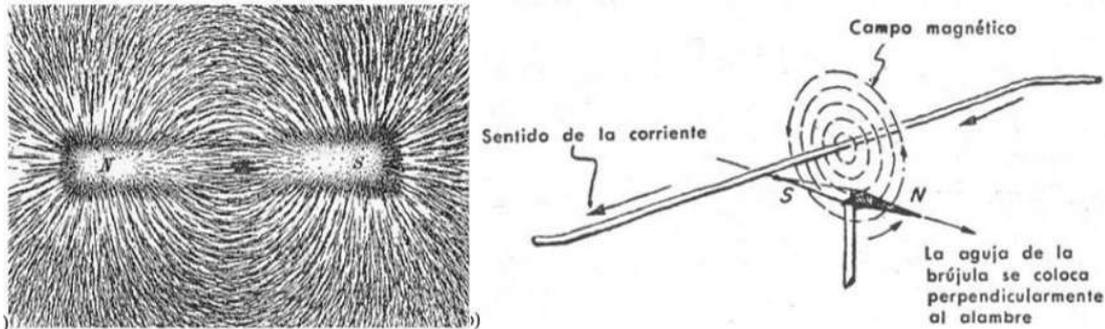


Figura 2.16 a) Campo magnético de un imán, b) Campo magnético en un alambre por el cual circula una corriente [16].

2.7.3 Flujo Magnético

Se define flujo magnético, como la cantidad de líneas de fuerza (vectores) creadas por un campo magnético que atraviesan una determinada superficie (A) en el espacio como se muestra en la (figura 2.17). Se representa con la letra griega Φ (phi), y tiene como unidad el Weber (W). El flujo magnético se determina mediante el producto del valor absoluto de los vectores densidad de flujo ($\vec{\beta}$) y superficie de área (\vec{S}), debido a que el campo magnético es perpendicular a la superficie, representado en la siguiente ecuación [12].

$$\Phi = |\vec{\beta}| \cdot |\vec{S}| \dots \dots \dots \text{(ec. 1.1)}$$

Donde:

Φ : flujo magnético weber [Wb].

$\vec{\beta}$: Inducción magnética (densidad de flujo magnético) en tesla [T].

\vec{S} : Superficie en [m²].

La inducción magnética (densidad de flujo) es el número total de líneas de fuerza del campo

magnético que pasan a través de una unidad de superficie normal al campo o inducción magnética. Se representa con la letra B y tiene como unidad la Tesla (T) [12].

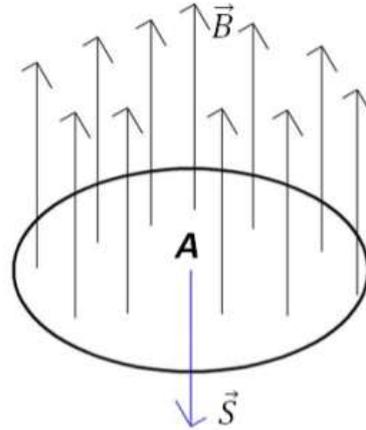


Figura 2.17 Flujo magnético en una superficie [16].

2.7.4 Parámetros de ensayo

Las técnicas de inspección por corrientes inducidas dependen de varios parámetros que corresponden a las propiedades del material que se va a inspeccionar, características de las bobinas, o del procedimiento mismo de inspección. Los factores más importantes durante las pruebas son las siguientes: impedancia, conductividad eléctrica, permeabilidad magnética, grietas, profundidad de penetración, efecto de separación, y el efecto de borde [16].

2.7.5 La impedancia

La impedancia total en una bobina es la suma de la resistencia óhmica y la reactancia inductiva, las cuales están separadas por ángulo de fase, ambas expresadas en ohm (Ω), por tanto, la unidad de la impedancia está en ohm (Ω), se representa por la letra Z, y es la oposición que presenta la bobina al paso de la corriente. Si hacemos circular por la bobina una corriente continua, la resistencia eléctrica (R), de la bobina es lo único que se opone a dicha corriente, se verificará por medio de la ley de Ohm:

$$V = I * R \dots\dots\dots (ec.1.2)$$

Donde

V: Caída de tensión a través de la bobina en voltios [V].

I: Corriente que circula a lo largo de la bobina en amperios [A].

R: Resistencia equivalente de la bobina en ohms [Ω]

Por el contrario, al aplicar una corriente alterna, como se muestra en la figura 2.18, la resistencia a la corriente se compone de dos parámetros: la resistencia equivalente (R), y la reactancia inductiva (X_L), de la bobina. La reactancia inductiva X_L se expresa como:

$$X_L = 2\pi f L_o \dots\dots\dots (ec.1.3)$$

Donde

f: Es la frecuencia de la corriente alterna en Hertz (Hz);

L_o : La auto inductancia de la bobina en Henrios

Nótese que la reactancia inductiva, X_L , depende de los parámetros de la bobina y la frecuencia de prueba.

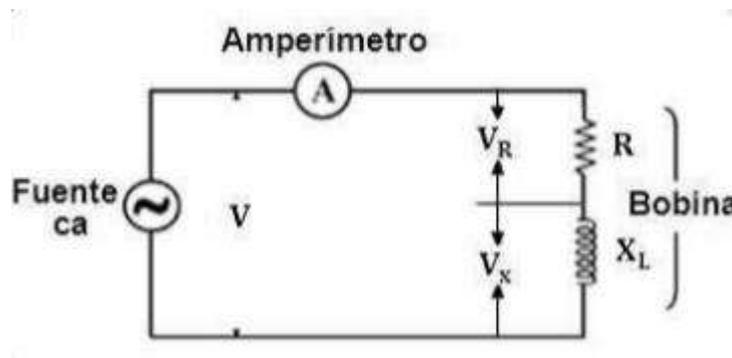


Figura 2.18 Circuito de la corriente alterna [12].

La aplicación de la ley de Ohm nos conduce a la nueva fórmula:

$$V = I * Z \dots\dots\dots (ec.1.4)$$

Dónde:

Z: Es la impedancia de la bobina y está compuesta de una parte reactiva y una resistiva.

$$Z = R + jX_L \dots \dots \dots \text{(ec.1.5)}$$

Cuando la frecuencia es alta, la impedancia de la bobina también lo es, por lo que la intensidad del campo magnético primario es bajo, y, en consecuencia, es baja la intensidad de la corriente inducida en la pieza que se evalúa. También se puede utilizar una representación rectangular como se muestra en la figura 2.19, formado por los catetos y R, y la hipotenusa Z, para calcular el valor de la impedancia. El ángulo entre el voltaje de un generador y su corriente se denomina ángulo de fase del circuito. Su símbolo es θ (theta).

En la Figura el ángulo entre la resistencia (R) y la resistencia total Z, es el ángulo de fase. Se puede calcular de la siguiente forma:

$$\cos \theta = \frac{R}{Z} \dots \dots \dots \text{(ec.1.6)}$$

El valor (R) en las bobinas utilizadas en corrientes inducidas es bajo, por lo que, su impedancia puede considerarse como puramente reactiva [12].

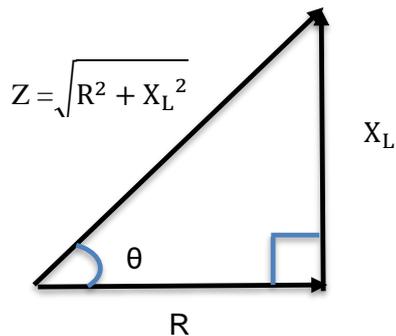


Figura 2.19 Triangulo de impedancias [12].

2.7.6 Conductividad eléctrica

La conductividad eléctrica es una propiedad que tienen los metales para dar paso, con mayor o menor resistencia al flujo de corriente, se representa con la letra σ (sigma), y su unidad es Siemens por metro (S/m). La conductividad eléctrica depende de la distribución y energía de

los electrones que rodean al núcleo. Los materiales recocidos (estructura ordenada), conducen mejor que los materiales deformados (estructura desordenada). Con la aplicación de corrientes de Eddy posibilita la medición de conductividad eléctrica, en términos de porcentaje IACS (Patrón Internacional de Cobre Recocido). La medida de la conductividad se hace tomando como referencia la del cobre no aleado y recocido, que se toma como 100% IACS. La tabla 2.4 presenta la conductividad eléctrica de algunos metales en siemens por metro y en porcentaje IACS [16].

Tabla 2.4 Conductividad eléctrica de algunos metales en siemens por metro y en porcentaje IACS [16].

METAL	CONDUTIVIDAD ELÉCTRICA ABSOLUTA [S/m]	CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA [% IACS]
Plata	$6.30 \cdot 10^7$	105
Cobre recocido	$5.96 \cdot 10^7$	100
Oro	$4.55 \cdot 10^7$	70
Aluminio	$3.55 \cdot 10^7$	61
Magnesio	$2.15 \cdot 10^7$	37
Latón (70Cu, 30Zn)	$1.62 \cdot 10^7$	28
TI-6AL-4V	$9.99 \cdot 10^6$	17.24
Acero inoxidable AISI 304	$1.45 \cdot 10^6$	2.5

2.7.7 Permeabilidad magnética.

La permeabilidad magnética del material es una de las variables más importantes dentro de la inspección no destructiva, en particular en las corrientes de Eddy. La permeabilidad magnética es un parámetro usado para evaluar el comportamiento de un material frente al campo magnético. Así mismo, se define como la capacidad de un material para concentrar líneas magnéticas. La permeabilidad magnética se representa con la letra griega minúscula μ (mu) y está definida por:

$$\mu = \frac{\vec{B}}{\vec{H}} \dots \dots \dots \text{(ec.1.7)}$$

μ : Permeabilidad magnética.

\vec{B} : Densidad de campo magnético.

\vec{H} : Intensidad de campo magnético.

Como las Corrientes de Eddy se inducen por el campo magnético de la bobina, la permeabilidad del material influye de manera importante en la corriente inducida y, por tanto, en el campo magnético secundario. La permeabilidad magnética es igual a:

$$\mu = \mu_r * \mu_0 \dots \dots \dots \text{(ec.1.8)}$$

Donde:

μ_0 : Es la permeabilidad magnética en el vacío, cuyo valor es $4\pi * 10^{-7}$ [H/m]

μ_r : Es la permeabilidad magnética relativa del material.

La permeabilidad magnética relativa permite clasificar a los materiales como ferromagnéticos, paramagnéticos y diamagnéticos. Para materiales diamagnéticos la permeabilidad magnética relativa tiene un valor menor a la unidad ($\mu_0 < 1$), mientras que para materiales paramagnéticos su valor es mayor que la unidad ($\mu_0 > 1$) Para ferromagnéticos, el valor de la permeabilidad magnética es mucho mayor a uno, ($\mu_0 \gg 1$), lo que significa que el campo magnético inducido se intensifica con el material. Para los materiales ferromagnéticos plantea un problema potencial cuando se utilizan las corrientes de Eddy en pruebas no destructivas, ya que las variaciones en el campo magnético pueden producir cambios de impedancia mayores a los debidos por los parámetros de interés (grietas, espesor, conductividad, etc.). En la tabla 2.5 se indican los valores de permeabilidad magnética de algunos materiales [12].

Tabla 2.5 Permeabilidad magnética relativa de algunos materiales [16].

METAL	TIPO	PERMEABILIDAD MAGNÉTICA RELATIVA (μ_r)
Cobre recocido	Diamagnético	0.9999991
Plata	Diamagnético	0.999974
Aire	Paramagnético	1.0000001
Aluminio	Paramagnético	1.00002
TI-6AL-4V	Paramagnético	1.0000706
Cobalto	Ferromagnético	250
Níquel	Ferromagnético	660
Hierro	Ferromagnético	5000

La solución para realizar mediciones en los materiales ferromagnéticos es saturar

magnéticamente el material por medio de una bobina de corriente directa, para que los cambios en el campo magnético no se amplifiquen y no superen a los que se generan por las propiedades de interés. Al saturar la muestra hacemos que la permeabilidad pase a valer 1, y por tanto el material se pueda ensayar como si se tratara de un material no ferromagnético [16].

2.7.8 Grietas

La impedancia de la bobina también se ve afectada por la presencia de grietas superficiales o subsuperficiales que provocan distorsión en el flujo de las corrientes de Eddy [16].

Alguna irregularidad en el material, por ejemplo, una grieta, como se aprecia en la figura 2.20, obstruye el paso de las Corrientes de Eddy ya que estas tienen que rodearla, esto genera que la intensidad de las corrientes disminuya y por lo tanto el campo magnético generado por ellas y el efecto reactivo del campo secundario también disminuya y la reactancia en la bobina continúa incrementándose. Este efecto es utilizado en el método de Corrientes de Foucault con el fin de detectar las discontinuidades [16].

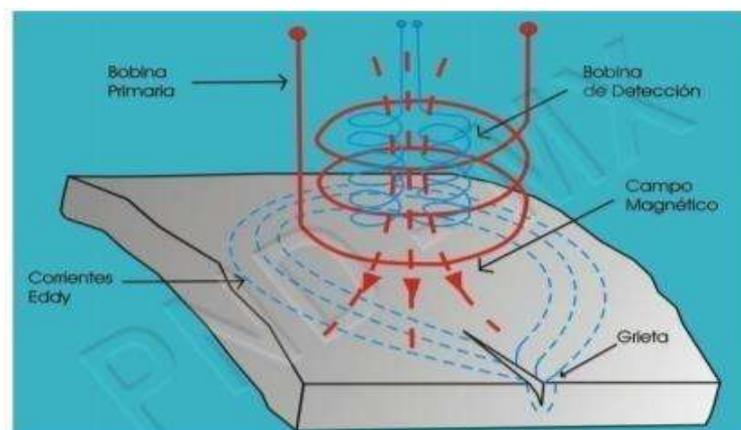


Figura 2.20 Corriente Inducidas o de Eddy en un material con grietas [16].

2.7.9 Profundidad de penetración

Las corrientes inducidas no se distribuyen uniformemente en toda la masa de la muestra; por lo contrario, su densidad es máxima en la superficie y disminuye exponencialmente según penetran hacia el interior de la muestra. Este fenómeno, llamado efecto pelicular, es tanto más acusado cuanto mayor sea la frecuencia de la corriente, la conductividad de muestra y la permeabilidad magnética [12].

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi\mu f\sigma}} \dots\dots\dots (\text{ec. 1.9})$$

Donde

δ : profundidad de penetración estándar en metro [m]

μ : permeabilidad magnética de la muestra en Henrios por metro [H/m]

f: frecuencia de inspección en Hertz [Hz]

σ : conductividad eléctrica en Siemens por metro [S/m]

2.7.10 Efecto de separación (lift-off)

Las indicaciones de las corrientes inducidas son muy sensibles a la distancia entre la bobina y la superficie del material inspeccionado, debido a que la densidad de corriente disminuye rápidamente a medida que la bobina se aleja de la superficie de la pieza como se muestra figura 2.21 [12].

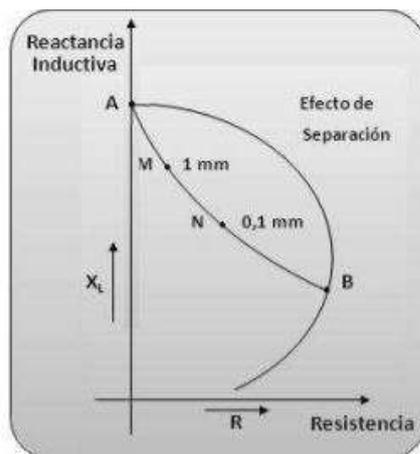


Figura 2.21 Variación de la impedancia a medida que se aleja la bobina a la pieza ocasionando en el efecto de separación o efecto LIFT-OFF [12].

Con la bobina en vacío, el vector impedancia tiene su extremo en A, como se muestra en la figura, mientras que, para una muestra de conductividad, por ejemplo $4.55 \cdot 10^7$ S/m en contacto con la bobina, el nuevo extremo estaría en B. Sin embargo, el paso de A B no es brusco, sino

que se produce a medida que la bobina se va aproximando a la muestra. Esta variación de la impedancia en función de la distancia es lo que se llama efecto de separación (lift-off). Si vamos tomando valores de la impedancia al variar la distancia, podemos construir el lugar geométrico que representa la línea de trazos (AMNB). Hay que subrayar que las variaciones sensibles de impedancia comienzan a producirse a muy poca distancia de la muestra (1 cm o menos), y que las variaciones son mucho más pronunciadas en las proximidades del contacto [12].

2.7.11 Efecto de borde

El efecto de borde se relaciona con la distorsión en el flujo de corriente inducida, cuando la bobina se aproxima al borde de la pieza o a una unión entre materiales. Una distorsión grande en el flujo de corriente puede tener cambios importantes en las mediciones y, por tanto, enmascarar variaciones por otro tipo de anomalías. A pesar de que existen diseños de bobinas que reducen el área de inspección minimizando el efecto de borde, éste no se puede eliminar completamente, y es recomendable que el área de inspección se mantenga a una distancia determinada de los bordes o fronteras. En general, se establece 3,175 mm como la distancia mínima a la que se puede aproximar el área de inspección al borde; sin embargo, el valor depende del tipo y tamaño de bobina y la frecuencia de la corriente alterna de prueba, en la figura 2.22 muestra la forma correcta de colocar la bobina en la muestra a inspeccionar [12].



Figura 2.22 Colocación de bobina para evitar efecto de borde, muestra la colocación correcta en la bobina y la incorrecta en el borde [12].

2.8 Técnica de medición de potencial termoeléctrico

Considere un circuito abierto B/A/B compuesto por dos metales A y B (ver figura 2.23). Si la diferencia de temperatura ΔT se crea entre las dos juntas del circuito A/B, una diferencia de voltaje ΔV aparece entre los dos segmentos B. El PTE S_{AB} del circuito, también es conocido como coeficiente Seebeck, se define como:

$$S_{AB} = \frac{\Delta V}{\Delta T} \dots \dots \dots \text{(ec. 1.10)}$$

S_{AB} , se refiere como el PTE relativo del metal A con respecto al metal B, y es la diferencia entre el PTE absoluto de ambos metales: $S_{AB} = S_A - S_B$. Los dos bloques de referencia son mantenidos a una temperatura T y $T + \Delta T$ (generalmente $T = 15^\circ\text{C}$ y $\Delta T = 10^\circ\text{C}$). El PTE relativo se da para la temperatura media de la muestra ($T + \Delta T / 2 = 20^\circ\text{C}$). Cada medición toma cerca de un minuto (tiempo necesario para obtener un perfil de 49 temperatura estacionaria dentro de la muestra). Para muestras homogéneas, el PTE es independiente de la forma y tamaño de la muestra, el cual es una ventaja notable de esta técnica comparada con la técnica de medición de resistividad, también usada en metalurgia. Para materiales heterogéneos (heterogeneidades macroscópicas) la situación es más compleja y requiere de un análisis específico para tratar los resultados [17].

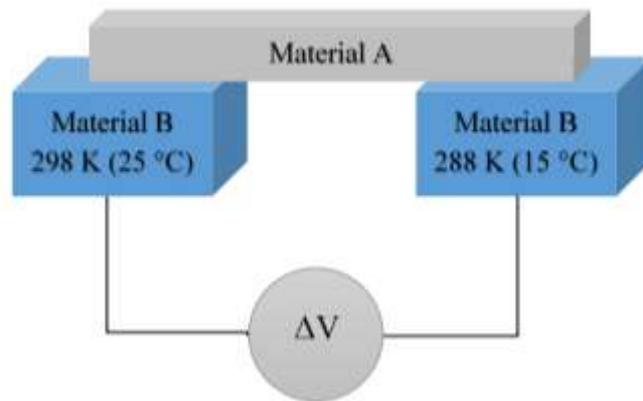


Figura 2.23 Principio de la medición de potencial termo eléctrico, dos juntas se mantienen a dos diferentes temperaturas T y $T + \Delta T$ dentro de un circuito $A - B - A$. El potencial termo eléctrico (PTE) o coeficiente de Seebeck es la relación de la diferencia de potencial generado ΔV sobre el gradiente de temperatura ΔT [17].

Es importante tener en cuenta que la medición de PTE también se puede lograr en los materiales a utilizando el dispositivo de potencial termoelectrónico de punta caliente. Con un circuito de este

tipo, se aplica un gradiente de temperatura y se mide la diferencia de voltaje que permite la estimación relativa del PTE [17].

2.8.1 Fenómenos que componen al PTE

Desde el punto de vista teórico, el PTE de los materiales metálicos deriva de la contribución de dos componentes. En primero, la contribución del arrastre de fonones, es debido a la interacción entre los electrones con los fonones del cristal. La mayoría del tiempo, esta interacción es dominante a bajas temperaturas con una temperatura máxima cercana a la quinta parte de la temperatura de Debye (θ_D). Para temperatura altas $T > \theta_D$, tal interacción puede ser despreciable. La segunda, la contribución de la difusión al PTE es la más importante a temperatura ambiente. Esta es el resultado de la interacción de los electrones con el cristal y sus defectos. [17].

2.8.2 El PTE absoluto de materiales

Los efectos termoeléctricos de un material están asociados con el flujo de electrones que ocurre cuando el material es sujeto a un gradiente de potencial electroquímico o a un gradiente de temperatura. El PTE absoluto de una aleación este considerado como la resultante que asocia al PTE de la interacción de los electrones y los fonones con todos los centros dispersivos. La difusión electrónica se debe a una distribución aleatoria de centros dispersivos producen un PTE difusional que se denota como S_d , que es la contribución dominante en el PTE a altas temperaturas y que varía linealmente con la temperatura. En el caso de la interacción entre la conducción de electrones con la porción de los fonones distribuidos fuera del equilibrio, Se referirá a la contribución denominado por arrastre de fonones al PTE cómo S_g . Esta contribución es importante a bajas temperaturas y tiene un máximo alrededor de una quinta parte de la temperatura Debye del material. A temperatura ambiente, que es la temperatura a la que las mediciones son hechas, el PTE él principalmente difusional. El PTE absoluto de un metal (S^*) es la suma de dos componentes: $S^* = S_d^* + S_g^*$ dónde: S_d^* es el componente de difusión el cual está asociado con la dispersión de electrones de conducción y que varía casi linealmente con la temperatura absoluta. S_g^* es el componente de red el cual toma en cuenta la interacción entre los fonones y electrones. Por lo tanto, en la mayoría de los casos, el PTE absoluto de un metal puro a temperatura ambiente se debe esencialmente al componente de difusión. [17].

2.8.3 Mediciones en soldadura dúplex utilizando potencial termoeléctrico

Dado que la energía termoeléctrica es una propiedad de evaluación microestructural, las características del metal de soldadura pueden ser directamente relacionadas con las mediciones de PTE. Las mediciones de PTE proporcionan una forma rápida y eficaz de evaluar el envejecimiento de la aleación, contenidos elementales intersticiales, y otros cambios microestructurales que potencialmente pueden conducir a defectos significativos y posibles fallas estructurales. Debido a su alta sensibilidad a la composición química, la medición de PTE se ha utilizado para clasificar y caracterizar los metales. La medición de PTE ha hecho posible, entre otras cosas, el seguimiento de la cinética de precipitación, estudios de recuperación y recristalización. La técnica de punta caliente también se ha utilizado con éxito para caracterizar espesores de recubrimiento, así como la segregación en los materiales, y transformaciones de fases. Sin embargo, la falta de información en soldadura está presente, por lo que existe la necesidad de ahondar un poco más en este tema [17].

Capítulo 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Con el objeto de recabar datos confiables y obtener las mejores condiciones para la caracterización y variación de porcentaje de fases de la unión soldada (soldadura, zona afectada térmicamente y material base) se aplicó un tratamiento térmico de solubilizado a las temperaturas entre 1000-1200 °C en las muestras del acero inoxidable dúplex 2205 y con ello se evaluó la variación de ferrita y austenita en las 3 zonas caracterizadas, dichas variaciones se caracterizaron primeramente mediante métodos tradicionales microscopias óptica y microscopia electrónica de barrido para ser comparables con los resultados de los ensayos no destructivos y poder dar un veredicto respecto a la eficiencia de los métodos para este tipo de mediciones, se procedió de acuerdo al diagrama de la figura 3.1.

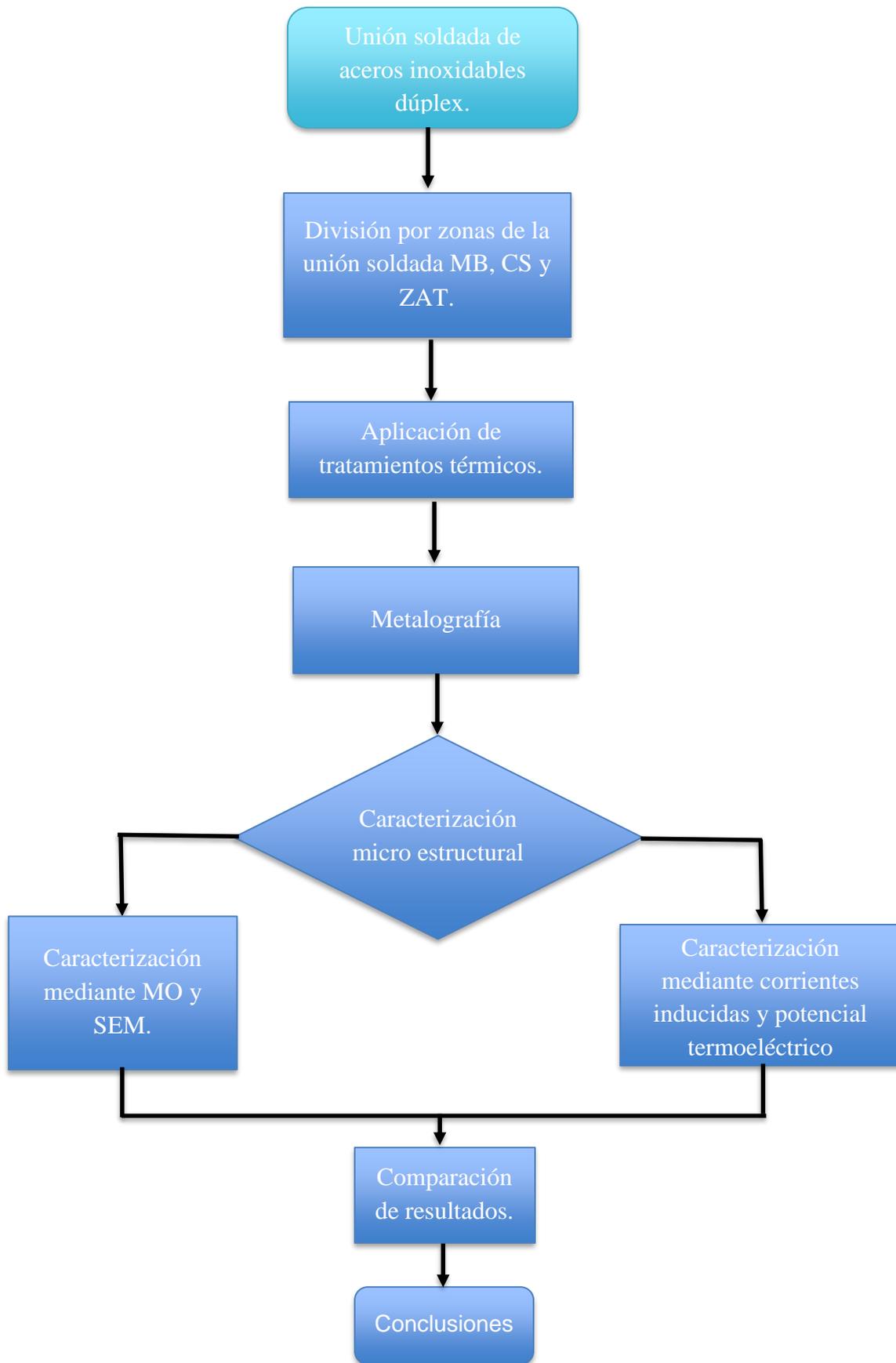


Figura 3.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental

3.1 Materiales

Para este trabajo se seleccionó como material un acero inoxidable dúplex del tipo UNS S32205, soldado mediante el proceso de soldadura GMAW con una soldadura en V doble y unos parámetros de soldadura para hacer la unión soldada en la referencia [4], utilizando un material de aporte ER2209 en la soldadura con una composición química establecida en la referencia [4]. Tabla 3.1 muestra la composición química del metal base y cordón de soldadura con los porcentajes en peso de cada elemento en la aleación [4].

Tabla 3.1 Composición química del acero inoxidable UNS 32205 (metal base) y del electrodo ER2209 (cordón de soldadura) en por ciento en peso para cada elemento (wt. %) [4].

Material	Cr	C	Ni	Mo	N	Si	Mn	Cu	P
UNS 32205	22	0.03	5	3.20	0.18	1	2	-	0.03
ER 2209	22.7	0.01	8.66	3.12	-	0.38	1.57	0.09	0.02

Se prepararon dos tipos de muestras las cuales se dividieron por zonas para efectos de caracterización del material, la muestra tipo 1 consta únicamente de una zona de metal base de las cuales se obtuvieron 10 probetas con dimensiones 20x20x10 mm, las muestras del tipo 2 se conforman de 3 zonas metal base, zona afectada térmicamente y cordón de soldadura de las cuales se obtuvieron 5 probetas con dimensiones de 65x15x10 mm en la figura 3.2 dos se pueden observar los dos tipos de muestras obtenidas.

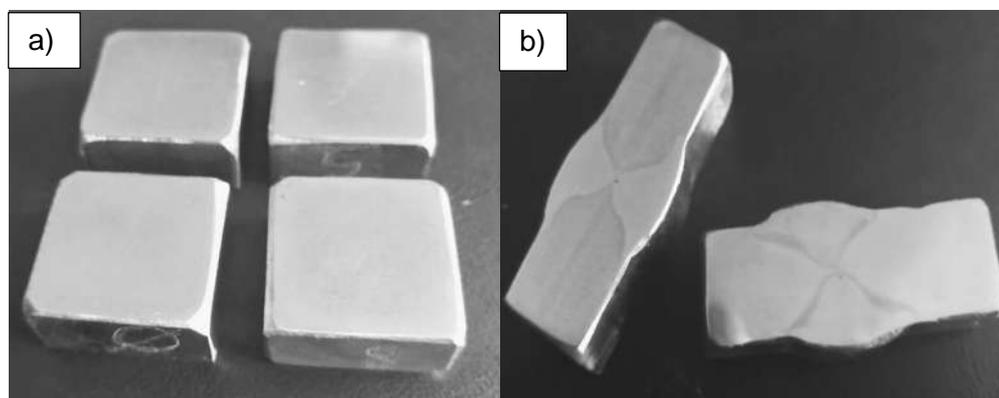


Figura 3.2 Imágenes de muestras a) muestras tipo 1 únicamente metal base b) muestras tipo 2 con las tres zonas de la unión (Mb, Cs, Zat).

3.2 Tratamiento térmico

Las probetas anteriormente mencionadas se les aplicó un tratamiento térmico de solubilizado completo con el fin de obtener diferentes porcentajes en la relación de las fases del acero inoxidable dúplex, las temperaturas aplicadas a las muestras del tipo 1 fueron 1000 °C, 1025°C, 1050°C, 1075°C, 1100°C, 1125°C, 1150°C, 1175°C y 1200°C respectivamente y manteniéndolas a esa temperatura durante un tiempo de 30 minutos con un enfriamiento rápido posterior en agua. Para las muestras del tipo 2 las temperaturas de tratamiento térmico que se manejaron fueron las siguientes 1000 °C, 1100°C, 1150°C y 1200°C respectivamente de igual manera se mantuvieron a esas temperaturas por un tiempo de 30 minutos y se enfriaron rápidamente en agua para evitar la formación de precipitados en el material. El horno utilizado es de la marca Nabertherm, modelo LOS/14 a 220V con una frecuencia de 60 HZ y una temperatura máxima de alcance de 1400 °C como se muestra en la figura 3.3, para cada una de las piezas se aplicó un ciclo de tratamiento térmico, la velocidad de precalentamiento del horno fue de aproximadamente 70 °C/min tardando alrededor de 15-18 minutos en alcanzar las temperaturas de 1000-1200 °C.



Figura 3.3 Mufla utilizada para llevar acabo los tratamientos térmicos de solubilizado.

En la figura 3.4 se muestra el diagrama de tratamiento térmico aplicado a las probetas a diferentes temperaturas de solubilizado. Adicional a ello, una probeta de cada una de los tipos de muestra tanto del tipo 1 como tipo 2 se conservaron sin aplicar tratamiento térmico para

utilizarlos como referencia en las caracterizaciones al material. Se marcaron las muestras y se procedió a hacer la preparación metalográfica.

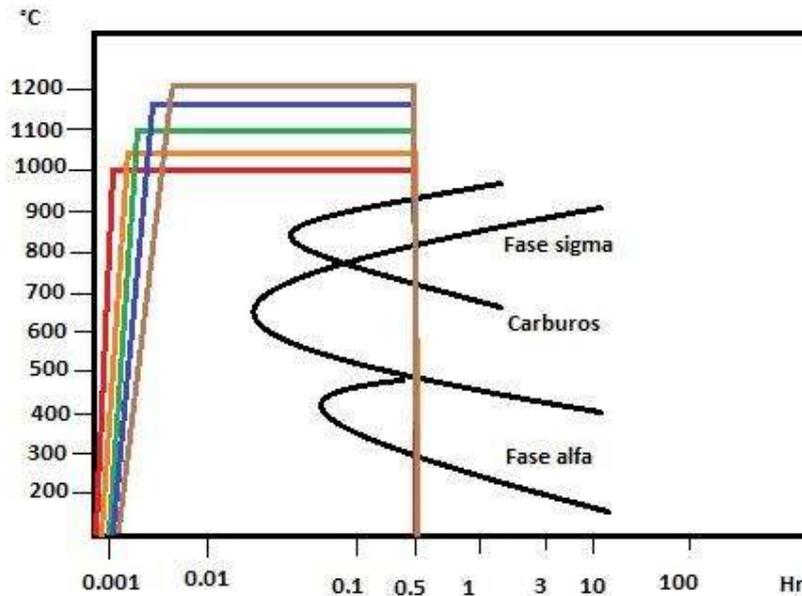


Figura 3.4 Diagrama de tratamientos térmicos aplicados.

3.3 Caracterización Metalográfica.

Posterior al tratamiento térmico aplicado, las muestras se prepararon con técnicas metalográficas convencionales con el fin de ver la microestructura resultante, las probetas se lijaron con lija de carburo de silicio con una granulometría de 80, 220, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500 y 2000 para remover la capa de óxido formada en el material al aplicarle los tratamientos térmicos y con esto poder pulir las piezas.

Una vez lijadas las piezas se pulieron con pasta de diamante de 5μ , 3μ y 1μ hasta quedar en pulido espejo y poder revelar las fases presentes con un ataque químico.

Se aplicó un ataque electrolítico, utilizando una solución de NaOH y agua destilada con una proporción de 10 gr de NaOH diluidos en 50 ml de H_2O , el ataque electrolítico se realizó a 3V por 40 segundos de permanencia para cada una de las muestras, con este ataque electrolítico se revelaron las dos fases presentes en el acero inoxidable dúplex mostrando la fase ferrita de color oscuro y la fase austenita de un color claro, las cuales fueron observadas posteriormente mediante microscopía óptica en un banco metalográfico para obtener imágenes de interés.

3.4 Microscopio óptico (MO)

El estudio metalográfico para la caracterización de los especímenes se llevó a cabo mediante microscopía óptica donde obtuvieron micrografías mediante un microscopio de la marca SEISS número de serie 1028237376 como se muestra en la figura 3.5 esto inmediatamente después de haber aplicado el ataque químico a las muestras, todas ellas se obtuvieron imágenes a 20 x ampliaciones (5μ) y se obtuvieron 10 imágenes de cada una de las zonas estudiadas en todas las muestras tanto en metal base de las muestras tipo uno y en las muestras tipo 2 en el cordón de soldadura y zona afectada térmicamente, en las imágenes se observa la fase ferrita de un color oscuro y la fase austenita de un color claro esto debido al ataque químico aplicado a la muestra para poder revelar su microestructura.

Con la información recabada en microscopía óptica se buscó obtener el porcentaje de fases real en cada zona y para cada muestra a las diferentes temperaturas de tratamiento térmico aplicadas para ello se necesitó la ayuda de un software con el cual se analizaron las imágenes obtenidas.

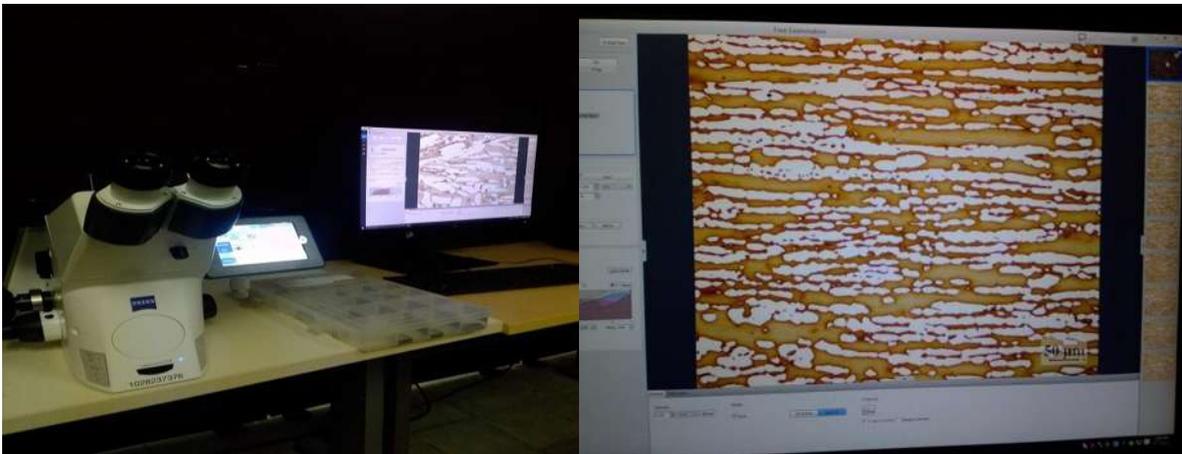


Figura 3.5 Microscopio óptico de banco.

3.4.1 Conteo de porcentaje de fases mediante software Sigma Scan Pro 5

Una vez obtenidas las imágenes en el microscopio óptico de cada una de las zonas estudiadas, estas fueron analizadas con la ayuda del software Sigma Scan Pro 5 con el fin de obtener el porcentaje de fases más certero posible en cada una de las muestras. Dicho software, obtiene los porcentajes de fase en la micrografía mediante los píxeles de las imágenes los cuales se promedian y obtienen los valores de austenita y de ferrita para cada muestra, este promedio se realiza a cada una de las imágenes. Debido a que se obtuvieron 10 imágenes en cada zona este

procedimiento se realizó 10 veces todas en cada una de las temperaturas aplicadas de tratamiento térmico al igual que para cada una de las zonas MB, CS, ZAT para poder realizar un promedio nuevamente y garantizar la precisión de los porcentajes de fase obtenidos en el software, en la figura 3.6 se muestra una micrografía obtenida mediante microscopía óptica y su posterior medición de fases mediante el programa Sigma Scan pro 5 donde la fase oscura mostrada es la fase ferrita, la fase clara es la austenita y al realizar el conteo mediante el software torna la fase medida (ferrita) de un color rojo para observar el área donde se hace el conteo de píxeles.

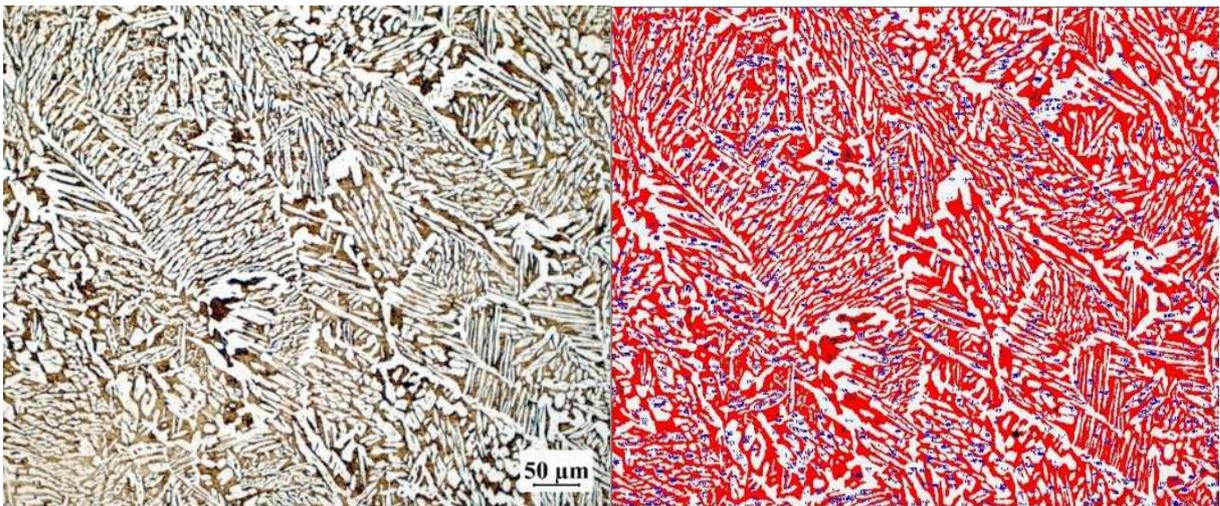


Figura 3.6 Mediciones de porcentaje de fases medidas con el software sigma scan pro 5.

3.5 Microscopio electrónico de barrido (MEB)

Para lograr un análisis más profundo en las muestras se caracterizaron también mediante microscopio electrónico de barrido donde se obtuvieron microscopías de cada una de las muestras del tanto tipo 1 como tipo 2 para cada zona de las muestras analizadas en MB, CS y ZAT obteniendo imágenes de 50 ampliificaciones en todas las muestras.

Además, se llevó a cabo un análisis puntual en todas muestras analizadas para conocer la composición química de las zonas estudiadas en cada una de las muestras para lo cual se realizaron 10 EDS dentro de la fase ferrita como en la fase austenita para obtener el porcentaje de elementos en cada fase para todas las muestras analizadas, esto debido a que es un procedimiento semicuantitativo se promedió el porcentaje de elementos obtenidos en los EDS y así lograr obtener el porcentaje más preciso posible..

3.6 Potencial termoelectrico

Para este ensayo no destructivo se utilizó el método de punta caliente el cual consta de dos puntas metálicas de metales diferentes, con una punta a temperatura ambiente (punta fría, aproximadamente 25°C) y otra punta con una temperatura superior (punta caliente aproximadamente 50°C), teniendo así un diferencial de 67 temperatura entre ambas de $\approx 25^{\circ}\text{C}$. La forma de hacer la medición del PTE relativo se coloca primeramente la punta fría en la probeta y posteriormente la punta caliente con un tiempo de medición aproximado de 2 segundos, tiempo suficiente para mostrar en la pantalla del equipo el voltaje generado en la figura 3.7 se muestra el equipo utilizado para hacer las mediciones de la marca Walker Scientific. Debido a que al hacer mediciones de coeficiente Seebeck con el equipo se obtienen resultados relativos, y para traducir dichos resultados a medidas absolutas es necesario hacer una calibración.



Figura 3.7 Equipo para medición de potencial termoelectrico.

Se utilizaron también tres diferentes puntas Au (oro), Cu (cobre) y Ni (níquel) la posición en la que se realizó la medición se expresa en la figura 3.8 en las muestras tipo uno de metal base se realizó tocando únicamente la pulida de la muestra mientras que para las probetas tipo dos en el cordón de soldadura se realizaron colocando primeramente la punta fría en la parte superior del cordón de soldadura y posteriormente la punta caliente en la zona pulida del cordón de soldadura, de igual manera para la ZAT se colocó en la parte superior de la probeta entre el cordón de soldadura y el metal base y la punta caliente en la zona pulida de la muestra entre cordón de soldadura y el metal base. Se calibro el equipo para el acero inoxidable dúplex en cada una de las puntas utilizando como referencia valores de materiales conocidos como son el

cromel, alumen, cobre, Ti-6Al-4V posterior a la calibración se realizaron 50 mediciones por cada una de las muestras del tipo 1 en el metal base con el objetivo de promediar los valores obtenidos y así tener los valores más precisos posibles, en las muestras de tipo 2 se realizaron 50 mediciones en cada una de las zonas de la muestra CS, ZAT y obtener el potencial termoeléctrico relativo en cada una de las 3 diferentes zonas una vez obtenidos todos los resultados se promediaron y evaluaron.



Figura 3.8 Posiciones de la medición de potencial termoeléctrico A) posición de punta en metal base, B) posición de punta en cordón de soldadura, C) posición de punta en zona afectada térmicamente.

Posteriormente a tener las mediciones relativas realizadas se obtuvo la media aritmética de todas las mediciones realizadas, posterior a ello los valores absolutos. Para la punta de níquel se muestra la calibración en la figura 3.9 mediante la ecuación obtenida en la regresión lineal (ec 3.1) para poder convertir los valores relativos en valores absolutos (ec 3.2)

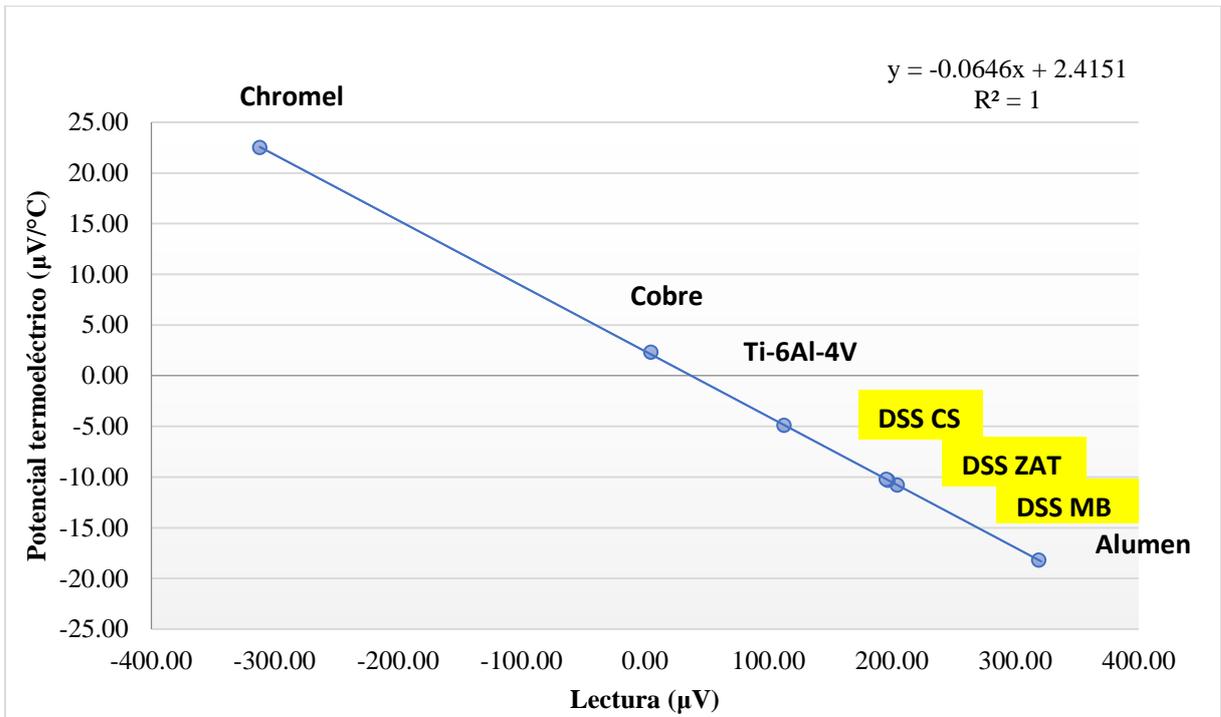


Figura 3.9 Calibración de la punta de níquel en mediciones de potencial termoeléctrico.

$$y = -0.0646x + 2.415 \dots\dots\dots (ec 3.1)$$

$$\text{Absoluto} \left(\frac{\mu V}{^{\circ}C} \right) = [(-0.0646 * \text{Relativo} (\mu V)) + 2.4151] \dots (ec 3.2)$$

Donde:

x: Valor Relativo (µV)

y: Valor Absoluto $\left(\frac{\mu V}{^{\circ}C} \right)$

Para la punta de oro se muestra la calibración en la figura 3.10 mediante la ecuación obtenida en la regresión lineal (ec 3.3) para poder convertir los valores relativos en valores absolutos (ec 3.4).

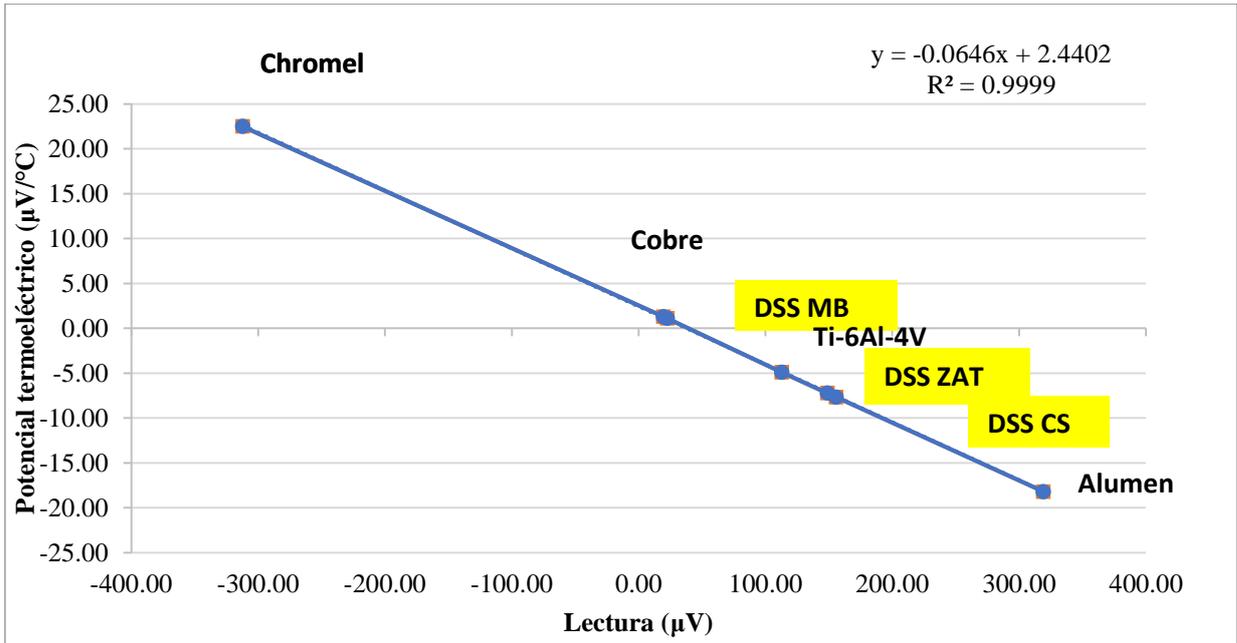


Figura 3.10 Calibración de la punta de oro en mediciones de potencial termoeléctrico.

$$y = -0.0646x + 2.4402 \dots\dots\dots (\text{ec } 3.4)$$

$$\text{Absoluto} \left(\frac{\mu\text{V}}{^{\circ}\text{C}} \right) = [(-0.0646 * \text{Relativo} (\mu\text{V})) + 2.4402] \dots (\text{ec } 3.6)$$

Donde:

x: Valor Relativo (μV)

y: Valor Absoluto $\left(\frac{\mu\text{V}}{^{\circ}\text{C}} \right)$

Para la punta de oro se muestra la calibración en la figura 3.11 mediante la ecuación obtenida en la regresión lineal (ec. 3.5) para poder convertir los valores relativos en valores absolutos (ec 3.6).

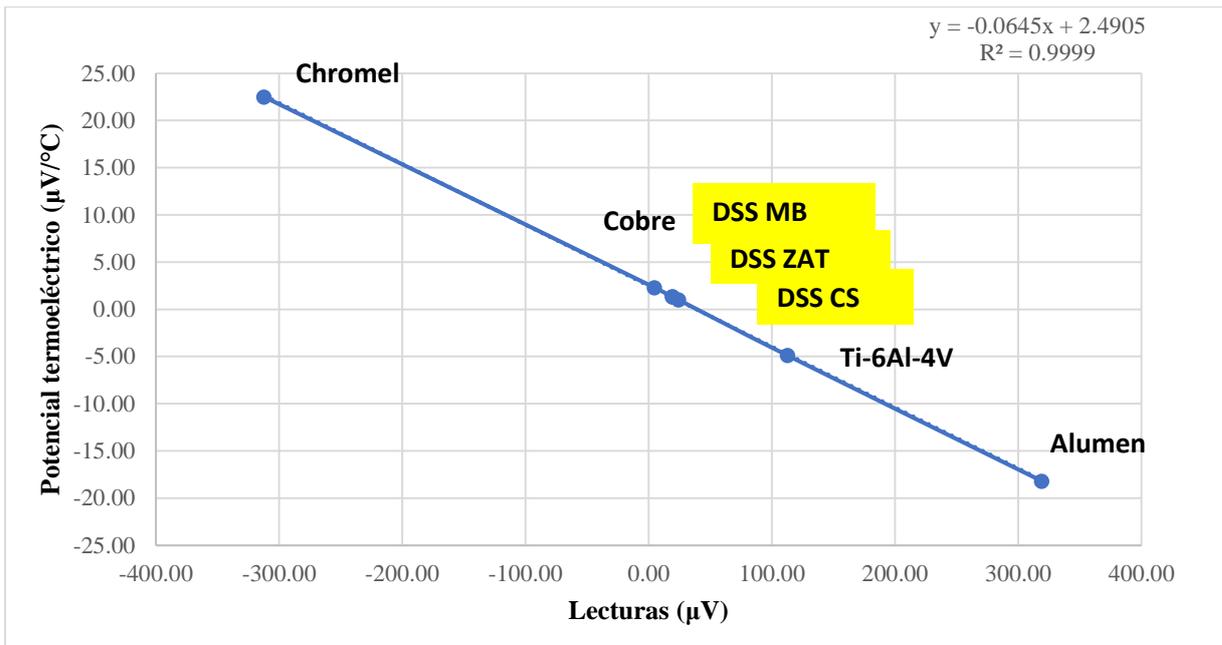


Figura 3.11 Calibración de la punta de cobre en mediciones de potencial termoelectrico.

$$y = -0.0645x + 2.4905 \dots\dots\dots (\text{ec. 3.5})$$

$$\text{Absoluto} \left(\frac{\mu\text{V}}{^\circ\text{C}} \right) = [(-0.0645 * \text{Relativo} (\mu\text{V})) + 2.4905] \dots (\text{ec. 3.6})$$

Donde:

x: Valor Relativo (µV)

y: : Valor Absoluto $\left(\frac{\mu\text{V}}{^\circ\text{C}} \right)$

Con las figuras (3.7, 3.8, 3.9) se puede realizar la calibración de la punta de níquel, oro y cobre respectivamente, indicando estas que los valores obtenidos se ajustan a los encontrados en literatura como valores absolutos de PTE para distintos materiales. El cálculo del PTE absoluto mediante la aplicación de la calibración del equipo por la ecuación de regresión de una recta, elimina el error de la medición del diferencial de temperatura ΔT en las uniones de la probeta con el material de referencia, ya que no es necesaria la aplicación de las ecuaciones del PTE

que involucran el ΔT , únicamente se toman en cuenta los valores de voltaje producido ΔV , por el diferencial de temperatura ΔT , y mediante la ecuación de regresión lineal obtenemos el PTE absoluto ($\mu\text{V}/^\circ\text{C}$).

3.7 Mediciones por corrientes de Eddy o corrientes inducidas

Las mediciones de la conductividad eléctrica por medio de las corrientes inducidas se llevaron a cabo buscando detectar la variación de la conductividad en las muestras tratadas térmicamente para lo que se necesitaron utilizar dos tipos de sondas y realizar una previa calibración a las mismas. Las mediciones se hicieron asegurando tener la repetitividad necesaria para tomarlas como una medición correcta y por lo tanto reducir el error al hacer la evaluación de la conductividad. Las mediciones se realizaron en el equipo NORTEC® 500 serie D marca OLYMPUS figura 3.12, las probetas estudiadas fueron colocadas sobre la mesa de trabajo lejos de materiales conductores para que no hubiera influencia de los materiales circundantes conductores en las medidas realizadas.



Figura 3.12 Equipo NORTEC® 500 serie D marca OLYMPUS.

Para la calibración se utilizaron materiales con conductividad eléctrica conocida, dichos materiales se muestran en la tabla 3.2 y figura 3.13 para la calibración del equipo únicamente es necesario dos materiales de conductividad eléctrica conocida además la conductividad del material debe caer dentro del rango de los dos materiales con que se calibra. Las unidades

empleadas por el equipo son las unidades IACS *International Annealed Cooper Standard* (Estándar Internacional de cobre recocido) o MS/m (Mega Siemens por metro) para este caso nos enfocamos en las unidades IACS únicamente para efectos de uniformidad de unidades en los resultados obtenidos. La calibración es necesaria en cada uno de los tipos de punta.

Tabla 3.2 Metales utilizados para la calibración del equipo NORTEC® 500 serie D marca OLYMPUS

Metal	Conductividad eléctrica (%IACS)
Cobre	100
Acero al carbón C1010	12
Cu-Ni (70/30)	4.5
Acero inoxidable 304	2..39



Figura 3.13 Materiales usados para la calibración de la conductividad eléctrica del equipo de corrientes de Foucault.

3.7.1 Mediciones de la conductividad eléctrica con la punta tipo panque.

Para la medición de la conductividad eléctrica por medio de la sonda tipo panqué (la cual nos da un resultado de la conductividad de forma inmediata en % IACS o en MS/m según se requiera) se tiene que calibrar el equipo con dos materiales de conductividad eléctrica conocida como se menciona como se mencionó anteriormente. Los materiales usados para la calibración se muestran en la tabla 3.2 y fueron para esta punta el Cu-Ni (70/30) y el acero al carbono

C1010 ya que son materiales que están dentro del rango de conductividad eléctrica del material a las diferentes temperaturas de tratamiento térmico aplicados, esta calibración nos permite realizar mediciones precisas con el equipo. Debido que con las puntas tipo pancake no es posible variar la frecuencia de la probeta se cuentan con dos sondas tipo pancake de 60 KHz y 480 KHz para realizar las mediciones. La medición de la conductividad eléctrica de las probetas se realizó primeramente por medio de la sonda tipo panqué de 60 KHz seguido de la sonda de 480 KHz esto únicamente en las muestras tipo 1 con el metal base ya que debido a su morfología este tipo de puntas no puede ser utilizada en la zona del cordón de soldadura ni en la zona afectada térmicamente. En la figura 3.14 se muestra una imagen de la sonda tipo pancake de su morfología junto con la cara y posición en la que fueron medidas las muestras del material, se realizaron 10 mediciones por cada una de las muestras y con las dos frecuencias utilizadas en estas puntas para poder promediar los resultados y así obtener el resultado más preciso.



Figura 3.14 Sondas tipo Pancake de 60 KHz y 480 KHz

3.7.2 Mediciones de la conductividad eléctrica con la punta tipo lápiz.

Para la medición de la conductividad eléctrica por medio de la sonda tipo lápiz (la cual nos da un resultado de la conductividad eléctrica en forma de una curva de conductividad) no es necesario calibrar el equipo ya que nos muestras un espectro de conductividad eléctrica de los materiales y se visualizan las curvas de conductividad de las muestras por lo tanto solo es necesario utilizar materiales de referencia para poder ponderar las curvas de conductividad obtenidas en las muestras analizadas. Para la medición de la conductividad eléctrica se utilizó la sonda tipo lápiz con una frecuencia que puede oscilar en los rangos de 4-6 MHz se muestra en la figura 3.15 aun que para este caso se utilizó únicamente la frecuencia más alta de 6 MHz. Los materiales usados para realizar un espectro de la conductividad eléctrica son cobre

recocido, acero inoxidable 304, además de las muestras de acero inoxidable dúplex tratadas térmicamente tanto de metal base cordón de soldadura y zona afectada térmicamente como se muestra en la tabla 3.2; la cual nos servirá para dimensionar en que rango se encuentran las muestras del acero inoxidable dúplex 2205. En la figura 3.16 se puede observar las posiciones y las caras donde fueron hechas las mediciones en las muestras mediante la punta de lápiz tanto en el metal base, cordón de soldadura y zona afectada térmicamente.



Figura 3.15 Sonda tipo lápiz con frecuencias de 4-6 MHz.



Figura 3.16 Posiciones de la medición de corrientes inducidas con la sonda tipo lápiz.

3.7.3 Cálculo de la profundidad de penetración del campo magnético secundario para las muestras.

Se realizaron los cálculos de profundidad de penetración del campo magnético secundario para poder tener un resultado cuantitativo de la profundidad alcanzada de los equipos en las muestras analizadas esto con el fin de saber si las sondas utilizadas son adecuadas para las muestras del material, la ecuación para el cálculo de la profundidad se muestra a continuación (ec. 3.7).

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f \mu \sigma}} \quad (\text{ec.3.7})$$

Donde:

δ : Profundidad de penetración estándar en metros [m].

μ : Permeabilidad magnética de la muestra en Henrios por metro [H/m].

f : Frecuencia de inspección en Hertz [Hz].

σ : Conductividad eléctrica en Siemens por metro [S/m].

inicialmente se realizaron los cálculos para la sonda tipo panque tomando en cuenta la conductividad obtenida directamente del equipo, así como la permeabilidad magnética del acero inoxidable dúplex 2205 y las frecuencias obtenidas de las dos sondas utilizadas los resultados de la profundidad se muestran en la tabla, la cual nos muestra que existe una profundidad aceptable para el análisis de las muestras.

Tabla 3.3 Calculo de profundidad de penetración del campo magnético secundario con la sonda tipo pancake.

Sonda tipo pancake		
Temperatura de TT	$\delta/ 60 \text{ KHz}$	$\delta/ 480 \text{ KHz}$
°C	mm	mm
25	0.756	0.260
1000	0.782	0.292
1025	0.775	0.288
1050	0.770	0.272
1075	0.773	0.278
1100	0.777	0.278
1125	0.775	0.275
1150	0.767	0.264
1175	0.783	0.287
1200	0.782	0.283

Posteriormente se realizó el cálculo de la profundidad de penetración de las muestras medidas mediante la sonda tipo lápiz utilizando el valor de permeabilidad magnética del acero

inoxidable dúplex 2205, la conductividad eléctrica obtenida mediante el cálculo de los ángulos de impedancia en las mediciones de las curvas de conductividad obtenidas mediante la punta tipo lápiz, los resultados de los cálculos de la profundidad se muestran en la tabla 3.4, tomando en cuenta los resultados podemos afirmar que existe una profundidad aceptable para el estudio de las muestras, sabiendo que lo que buscamos principalmente con esta sonda es tener una alta sensibilidad de las mediciones.

Tabla 3.4 Calculo de profundidad de penetración del campo magnético secundario con la sonda tipo lápiz.

Sonda tipo lápiz			
Temperatura de TT	Mb / 6MHz	Cs / 6MHz	Zat / 6MHz
25	0.074	0.085	0.087
1000	0.076	0.079	0.084
1050	0.073	-	-
1100	0.069	0.073	0.074
1150	0.067	0.067	0.071
1200	0.066	0.061	0.069

3.8 Matriz de correlación estadística.

Para poder tener una comparación clara y precisa entre los resultados obtenidos se realizó una comparación estadística, mediante matrices de correlación, el modelo consiste en medir los resultados, mostrando la interdependencia de las variables obtenidas en relaciones asociadas o en pareja de variables mostrando la correlación de las variables en una sola matriz ponderando la relación de los resultados con un valor que va desde 0 a 1.

La correlación de los resultados se llevó a cabo mediante el software Rstudio y se realizaron pruebas de normalidad mediante el test de Shapor-Wilks.

Para saber si una serie de resultados obtenidos tiene una distribución normal o no dependiendo del valor obtenido se determinará si es normal o no la muestra. Si el valor de la prueba es menor

a 0.05 la distribución no es normal en cambio si la prueba es mayor a 0.05 la distribución es normal, los cálculos de los valores de normalidad se obtuvieron de igual manera en el programa RStudio, en la tabla 3.5 se muestran los valores obtenidos de la prueba de normalidad para la técnica de PTE y corrientes inducidas, así como el de los micro elementos de la aleación en las 3 zonas de la unión MB, CS y ZAT.

Tabla 3.5 Prueba de normalidad de Shapor-Wilks en las 3 zonas de la unión, aplicados a las pruebas no destructivas y a los micro elementos del material

Metal base		
Variable	Valor obtenido	Coeficiente a utilizar
PTE- Ni	0.495	Pearson
PTE- Au	0.5588	Spearman
PTE- Cu	0.7072	Pearson
%IACS (480 kHz)	0.6971	Pearson
%ICS (600 kHz)	0.2082	Pearson
%IACS (6 MHz)	0.5759	Pearson
% C- α	0.69	Pearson
% Cr- α	0.000008714	Spearman
% Fe- α	0.0212	Spearman
% Mn- α	0.1541	Pearson
% Ni- α	0.9891	Pearson
% Mo- α	0.6918	Pearson
% Si- α	5.314E-07	Spearman
% N- α	0.009854	Spearman
Cordón de soldadura		
PTE- Ni	0.002	Spearman
PTE- Au	0.0008	Spearman
PTE- Cu	0.8	Pearson
%IACS (480 kHz)	n/a	-
%IACS (600 kHz)	n/a	-
%IACS (6 MHz)	0.82	Pearson
% C- α	0.1	Spearman
% Cr- α	0.5	Pearson
% Fe- α	0.047	Pearson
% Mn- α	0.1313	Spearman
% Ni- α	0.123	Pearson
% Mo- α	0.69	Pearson
% Si- α	0.1753	Pearson
Zona Afectada Térmicamente		
PTE- Ni	0.0004	Spearman
PTE- Au	0.5588	Pearson

PTE- Cu	0.8672	Pearson
%IACS (6 MHz)	0.45	Pearson
% C-α	0.3	Pearson
% Cr-α	0.23	Pearson
% Fe-α	0.19	Pearson
% Mn-α	0.3011	Pearson
% Ni-α	0.3287	Pearson
% Mo-α	0.5	Pearson
% Si-α	0.09	Pearson

Una vez obtenidas las pruebas de normalidad se obtuvieron las matrices de correlación de igual manera mediante el programa RStudio correlacionando los datos obtenidos en las mediciones previamente aplicadas en el material. Debido a que en los resultados obtenidos existen dos tipos de distribución, tanto normal como no normal, se obtuvieron dos diferentes matrices de correlación.

La matriz de correlación de Pearson figura 3.17 la cual correlaciona los valores con una distribución normal y la matriz de correlación de Spearman figura 3.18 para los valores de distribución no normal todo esto se realizó para cada una de las zonas estudiadas tanto metal base, cordón de soldadura y zona afectada térmicamente. Se tomó como valores base para correlación los resultados obtenidos en microscopia óptica para el porcentaje de fases tanto de la ferrita obtenidos mediante el software y se comparó contra las técnicas de potencial termo eléctrico con cada una de sus puntas (Au, Ni, Cu) así como la de técnica de corrientes inducidas medidas mediante la punta tipo lápiz a una frecuencia de 6 MHz y tipo panque (pancake) con frecuencias de 60 y 480 KHZ. Además, se compararon las variaciones en porcentaje de fases con la variación de los elementos estabilizadores de acero inoxidable dúplex en las 3 zonas de la unión obtenidos mediante microscopia óptica para poder tener una relación estadística entre el comportamiento de los elementos microaleantes y la relación de fases del material.

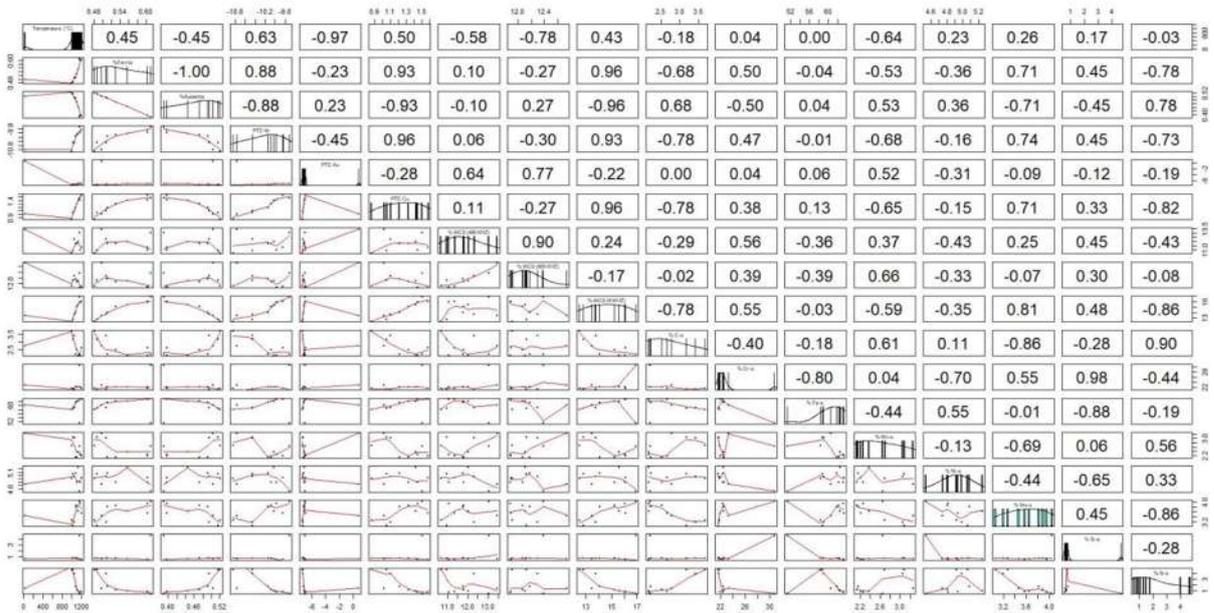


Figura 3.17 Matriz de correlación de datos Pearson para distribución normal.

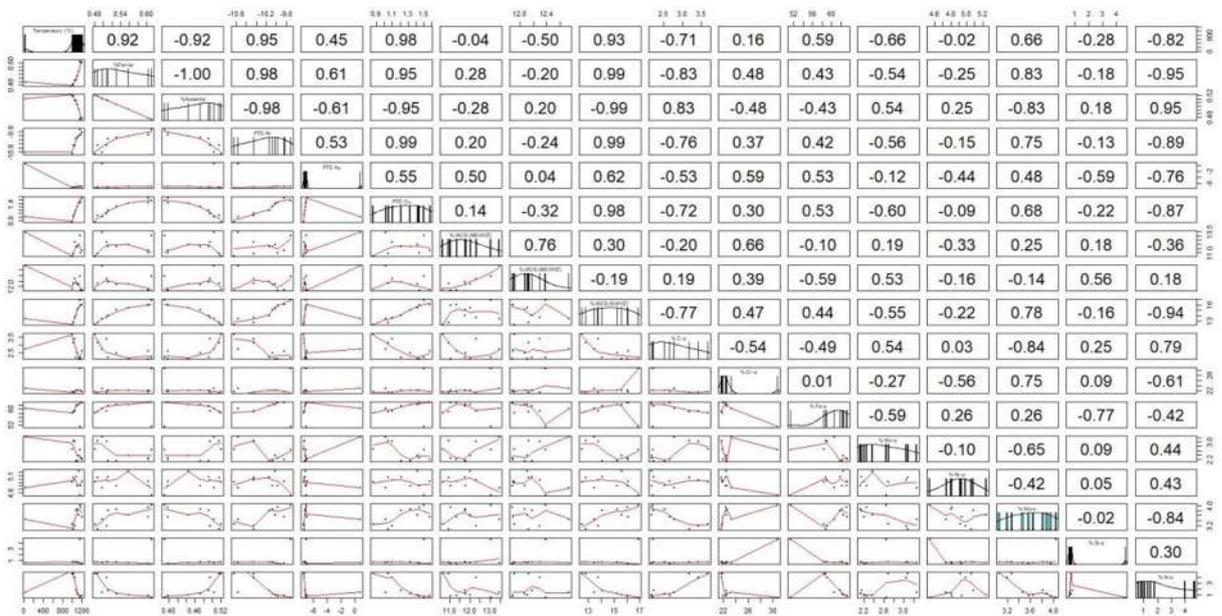


Figura 3.18 Matriz de correlación de datos Spearman para distribución no normal.

Finalmente, los datos obtenidos en la matriz de correlación se graficaron y se relacionó el comportamiento de los datos obtenidos con los porcentajes de fase y los métodos no destructivos utilizado para comparar el comportamiento de los micro elementos y conocer el de mayor y menor influencia en las técnicas no destructiva.

Capítulo 4. RESULTADOS.

4.1 Simulación de porcentaje de fases mediante JMatPro

Se realizaron simulaciones termodinámicas mediante el programa JMatPro para predecir el comportamiento de la fase ferrita y austenita en el inoxidable dúplex, una para la composición química del metal base y otra para el cordón de soldadura.

Las predicciones se realizaron en función de los tratamientos térmicos aplicados específicamente en los rangos de temperatura de entre 1000 °C y 1200 °C para poder observar el comportamiento en la relación de las fases ferrita-austenita, de acuerdo a los resultados obtenidos al incrementar la temperatura por encima de los 1000 °C la fase ferrita va en aumento y por el contrario la austenita en decremento [3]. La figura 4.1 muestra una predicción del comportamiento de las fases en la aleación del acero inoxidable dúplex 2205 en un rango de temperatura amplio desde 25 °C hasta 1500 °C termodinámicamente hablando y en estado de equilibrio, tomando en cuenta las fases secundarias que podrían aparecer, donde es claro que a las temperaturas de 1000 °C y 1200 °C donde se aplicó solubilizados las únicas fases presentes son la fase ferrita y la fase austenita, por otro lado por debajo de la temperatura de 1000°C comienza la aparición de precipitados, pero por encima de dicha temperatura no existe la presencia de precipitados. La figura 4.2 nos muestra el rango de temperatura con el cual se aplicaron los tratamientos térmicos a las muestras, el comportamiento de las fases austenita y ferrita en la aleación del acero inoxidable 2205, en la temperatura inicial de tratamiento térmico (1000 °C) la fase predominante sería la fase austenita sobre la ferrita con aproximadamente 58% de austenita y 42% de ferrita logrando un balance de 50-50 a la temperatura de 1080°C y al aumentar la temperatura la fase ferrita aumenta con un porcentaje de fases aproximado de 31% de austenita y 69% de ferrita. Este comportamiento es debido a que las velocidades de difusión en la fase ferrita son aproximadamente 100 veces más rápidas que en la austenita provocando cambios micro estructurales más rápidamente en esta fase [21].

Cr-22 Mn-2 Mo-3.2 Ni-5 Si-0.1 C-0.03 N-0.18 P-0.03 wt(%)

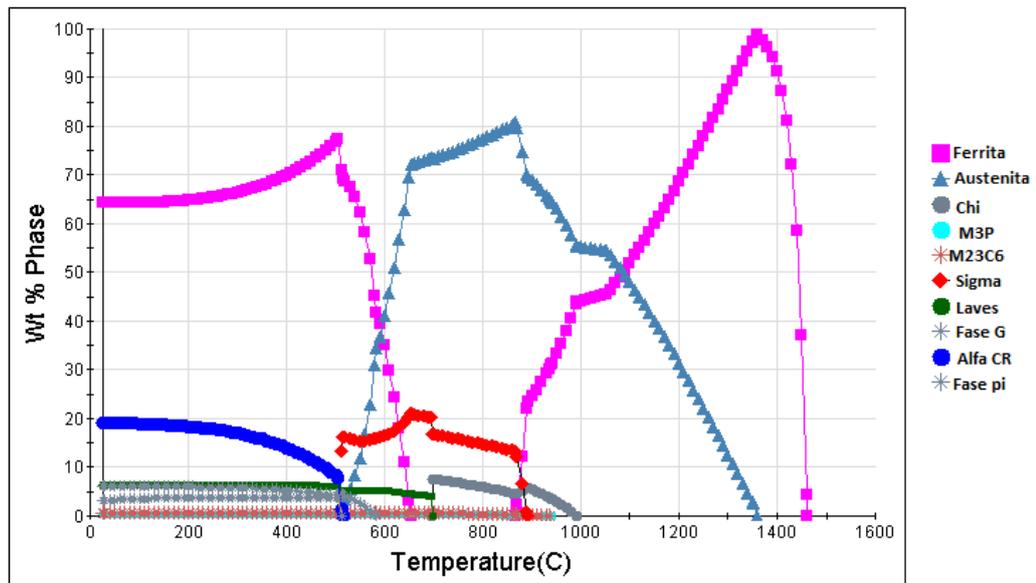


Figura 4.1 Simulación termodinámica de las fases ferrita-austenita en un rango de temperaturas de 25°C hasta 1500°C para la composición del metal base.

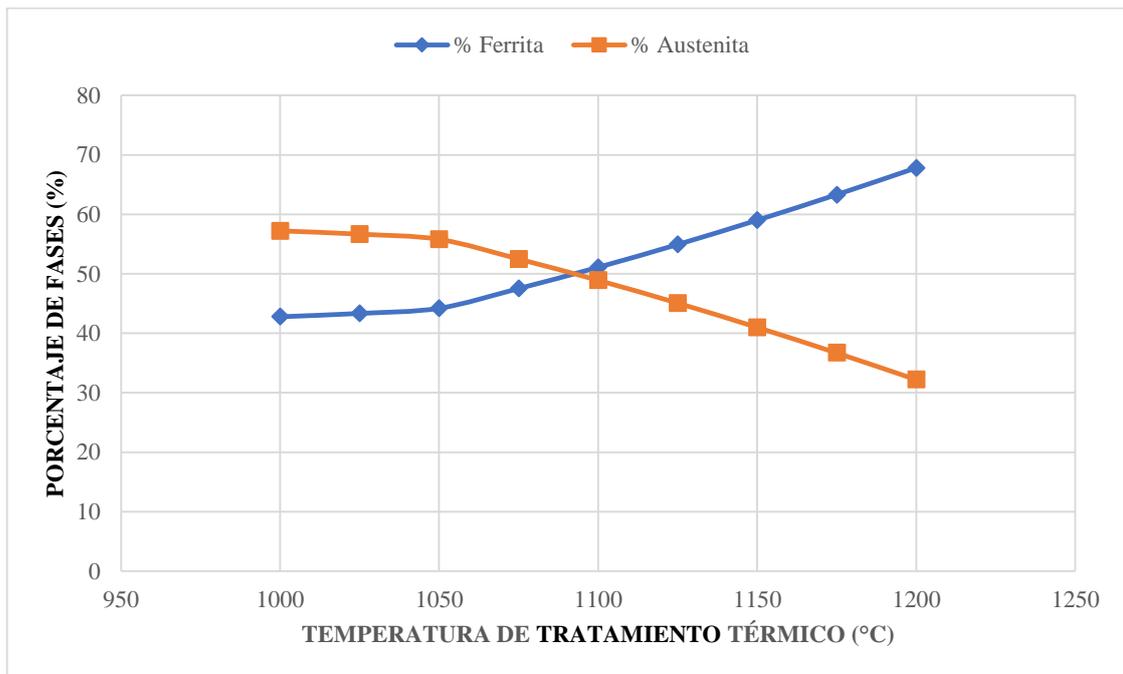


Figura 4.2 Simulación termodinámica de las fases ferrita-austenita en un rango de temperaturas de 1000°C hasta 1200°C para la composición del metal base UNS 32205.

La figura 4.3 muestra las predicciones termodinámicas del comportamiento de las fases ferrita y austenita para el metal de aporte en el cordón de soldadura (ER 2209) de igual manera que para el metal base en condiciones de equilibrio y tomando en cuenta los precipitados que pueden aparecer en la aleación en el rango de temperaturas de entre 200-1500°C el cual tiene un comportamiento similar que el obtenido por el metal base donde por encima de la temperatura de 1000 °C las únicas fases presentes son la fase ferrita y austenita. En la figura 4.4 nos enfocamos únicamente en las temperaturas a las cuales se aplicó el tratamiento térmico de solubilizado completo y con esto poder observar la predicción en el comportamiento de las fases ferrita-austenita en ese rango de temperaturas, donde, encontramos nuevamente una gran similitud entre el comportamiento del material de aporte (ER2209) y el metal base (UNS 32205) en el rango de temperaturas 1000-1200°C respecto de la relación de fases con un aumento en la fase ferrita y un decremento en la austenita al incrementar la temperatura del tratamiento térmico. Una vez comprobado esto se espera que en las condiciones practicas el comportamiento de los dos materiales sea similar.

Cr-22.7 Cu-0.09 Mn-1.57 Mo-3.12 Ni-8.66 Si-0.38 C-0.01 P-0.02 wt (%)

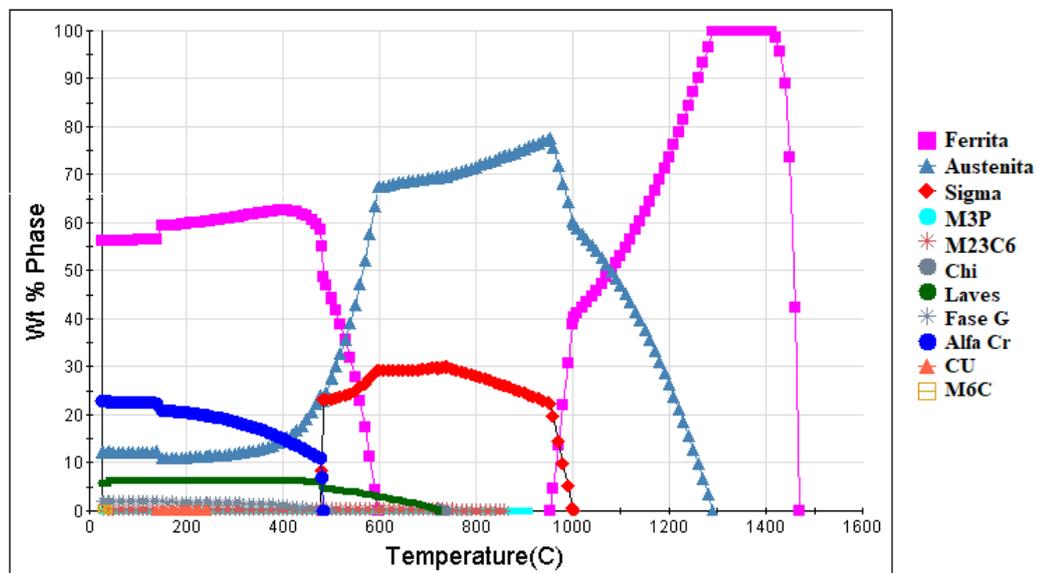


Figura 4.3 Simulación termodinámica de las fases ferrita-austenita en un rango de temperaturas de 25°C hasta 1500°C para la composición del cordón de soldadura un ER2209.

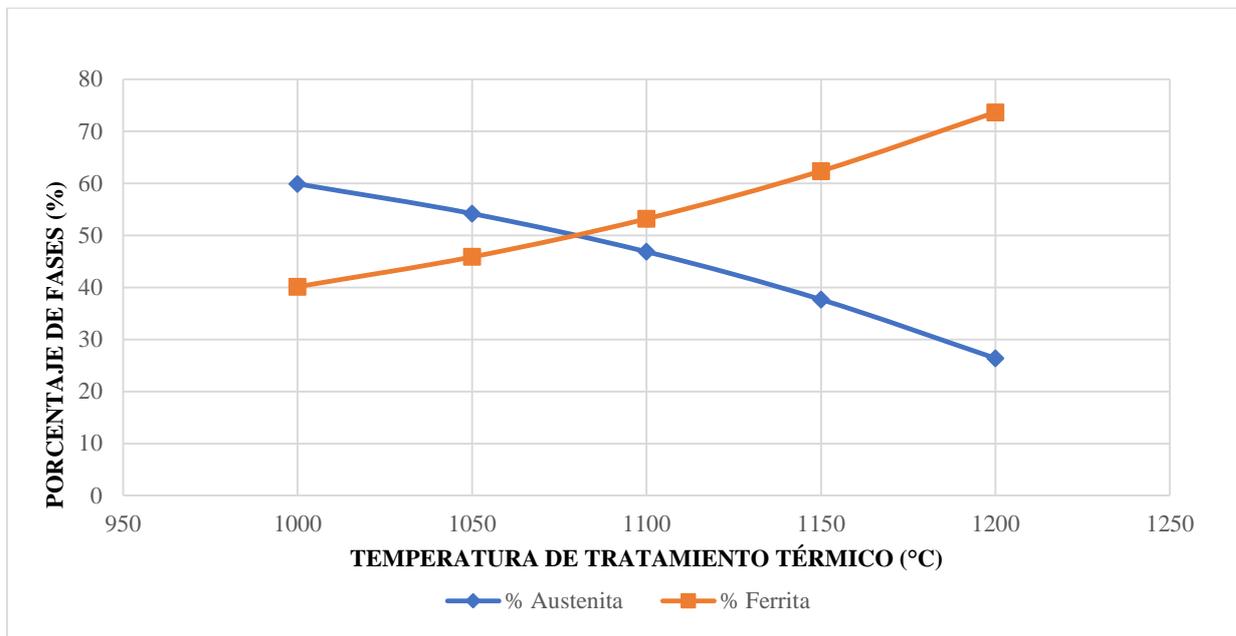


Figura 4.4 Simulación termodinámica de las fases ferrita-austenita en un rango de temperaturas de 1000°C hasta 1200°C para la composición del Cordón de soldadura ER 2209.

4.2 Caracterización microestructural mediante microscopía óptica.

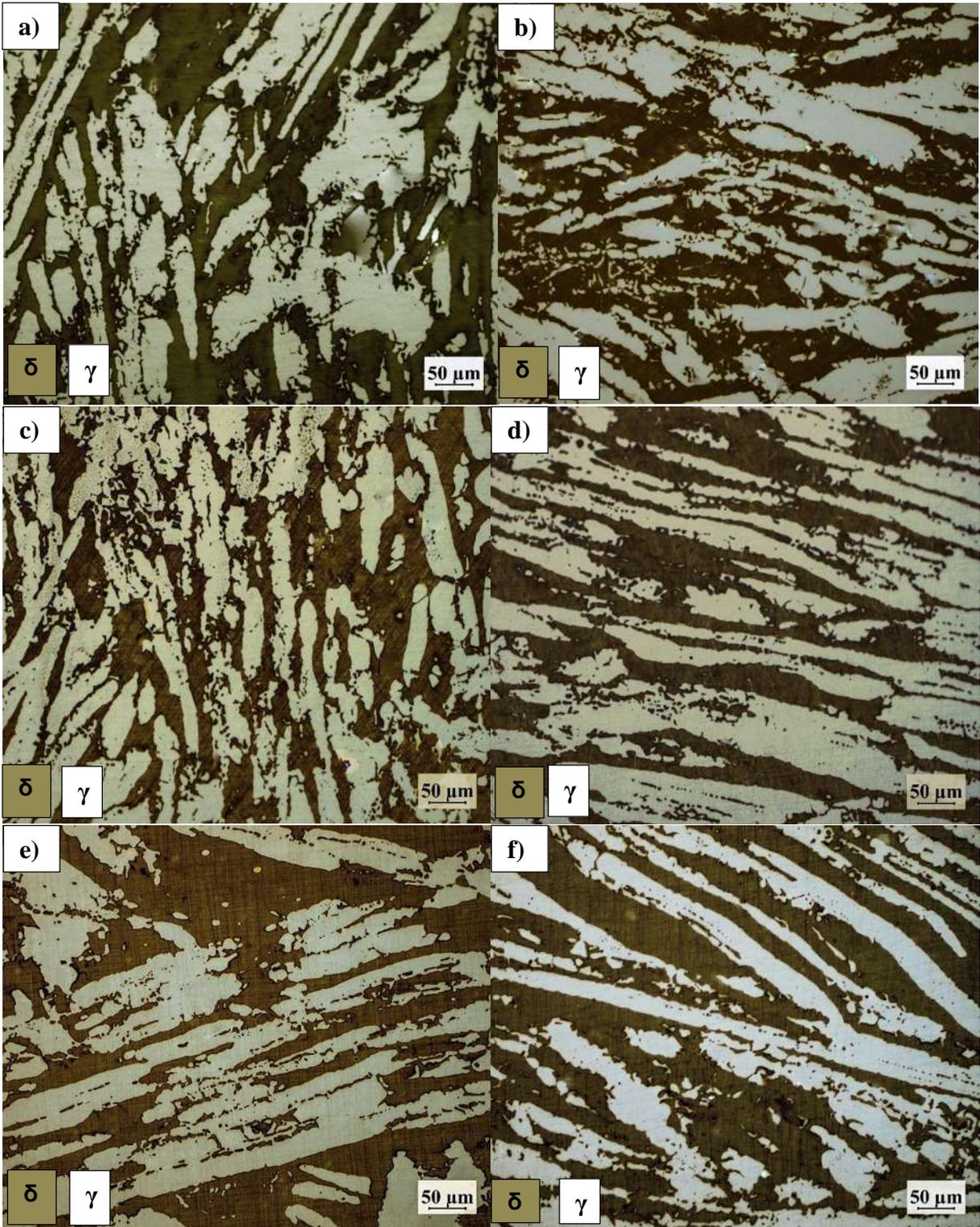
Se realizaron 10 micrografías a cada una de las probetas a diferentes temperaturas para poder obtener la relación de fases en cada una de ellas para con esto promediar los resultados y tener un porcentaje de fases más certero, esta medición de porcentaje de fases se realizó mediante del software Sigma Scan Pro 5 donde se obtuvo el porcentaje de fases a cada temperatura. En la tabla 4.1 tenemos los resultados obtenidos mediante el conteo de fases en las muestras de metal base, como resultado obtuvimos el porcentaje de fases inicial esperado con la muestra de referencia sin tratamiento térmico (muestra 0) 50 % ferrita y 50% austenita, a partir de esto las muestras 1 y 2 también cumplen con el comportamiento esperado por la simulación ya que el contenido de austenita es mayor en este caso que el de ferrita y el cual va en decremento a partir de la muestra 3, donde la ferrita comienza aumentar hasta llegar a su punto máximo a 1150 ° (muestra 7) y posterior mente en la muestra 8 y muestra 9 el porcentaje de ferrita disminuye ligeramente, lo que causa una discrepancia con el comportamiento por la simulación aunque continua siendo mucho mayor el contenido de la fase ferrita a estas temperaturas en comparación con la fase austenita.

En la figura 4.5 consta de una serie de micrografías tomadas en MO de la fase ferrita y austenita donde se aprecia el cambio microestructural de las fases al aumentar la temperatura de

tratamiento térmico se observa como la fase ferrita (fase oscura) va en aumento por tanto el tamaño de grano de esta fase aumenta y el de la austenita (fase clara) disminuye en porcentaje, pero de igual manera el tamaño de los granos es mayor que en el tratamiento térmico inicial. Los granos ferríticos son alargados y tienen una dirección de crecimiento definida en cambio los granos austeníticos redondos en la matriz de ferrita exhiben un crecimiento de grano significativo y no exhiben ninguna dirección de crecimiento preferente [21]. También es claro en las micrografías que en los tiempos y temperaturas establecidos para los solubilizados las únicas fases presentes en el metal base son la fase ferrita y la fase austenita lo cual es crítico para los requerimientos del proyecto. En los tratamientos térmicos pueden inducir fenómenos de precipitación complejos si la temperatura y la velocidad de enfriamiento no están bien definidas en los aceros inoxidables dúplex. [21]

Tabla 4.1 Porcentaje de fases ferrita-austenita obtenidos por microscopía óptica del metal base.

Metal base			
Numero de muestra	Temperatura de tratamiento térmico	% ferrita	% austenita
0	25 °C	50%	50%
1	1000 °C	48%	52%
2	1025 °C	49%	51%
3	1050 °C	51%	49%
4	1075 °C	51%	49%
5	1100 °C	53%	47%
6	1125 °C	56%	44%
7	1150 °C	61%	39%
8	1175 °C	60%	40%
9	1200 °C	60%	40%



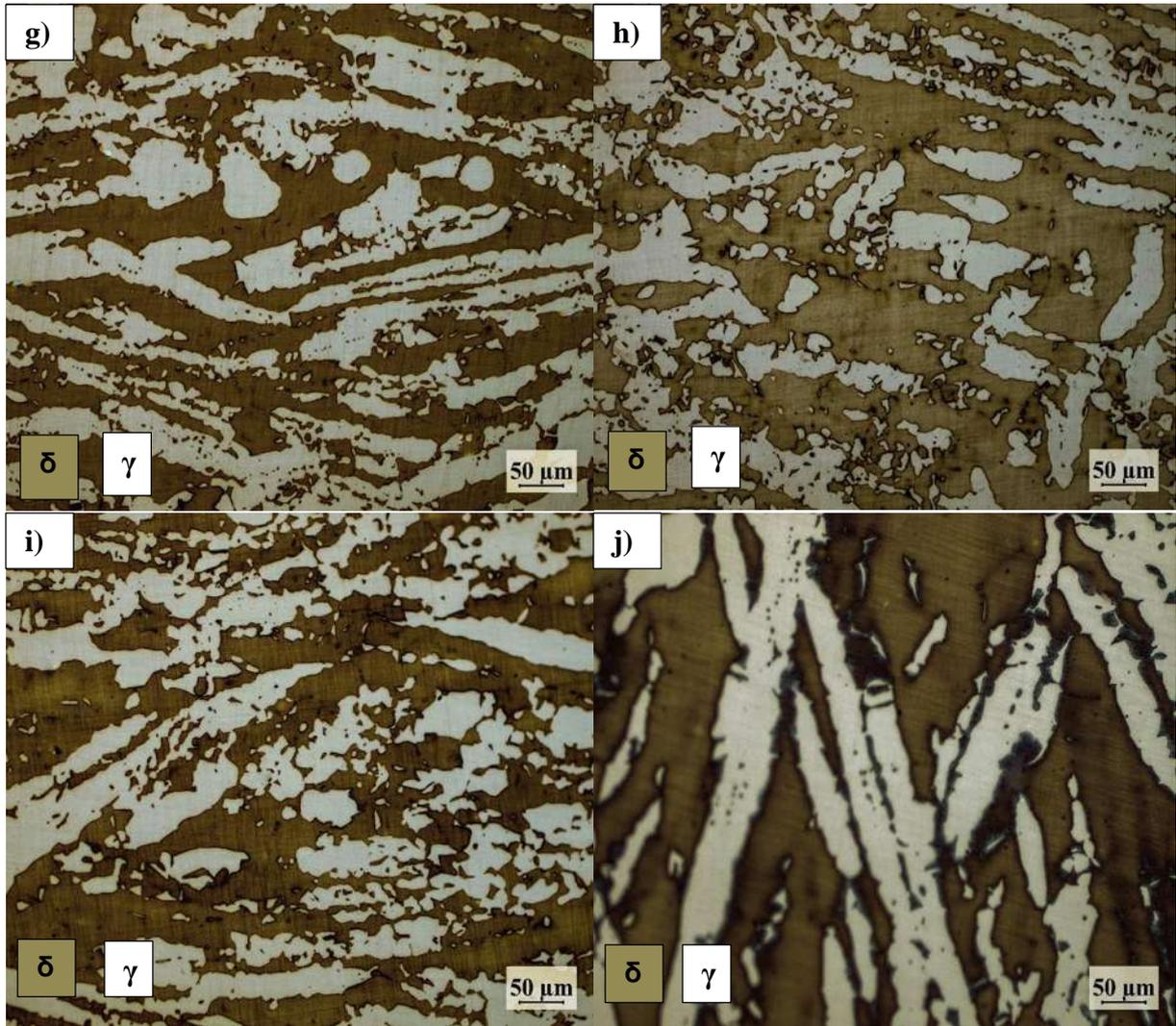


Figura 4.5 Micrografías obtenidas del metal base tratadas térmicamente a las temperaturas (de, 0) Sin tratamiento térmico, a) pieza 1 a 1000 °C, b) pieza 2 a 1025°C, c) pieza 3 a 1050°C, d) pieza 4 a 1075°C, e) pieza 5 a 1100°C, f) pieza 6 a 1125°C, g) pieza 7 a 1150°C, h) pieza 8 a 1175°C, i) pieza 9 a 1200°C.

En la figura 4.6 tenemos un gráfico donde se muestra esquemáticamente el comportamiento descrito de la tabla 4.1 y la relación que tiene la ferrita y la austenita en el metal base al aplicarle los tratamientos térmicos de solubilizado completo en el rango de temperaturas de 1000-1200 °C.

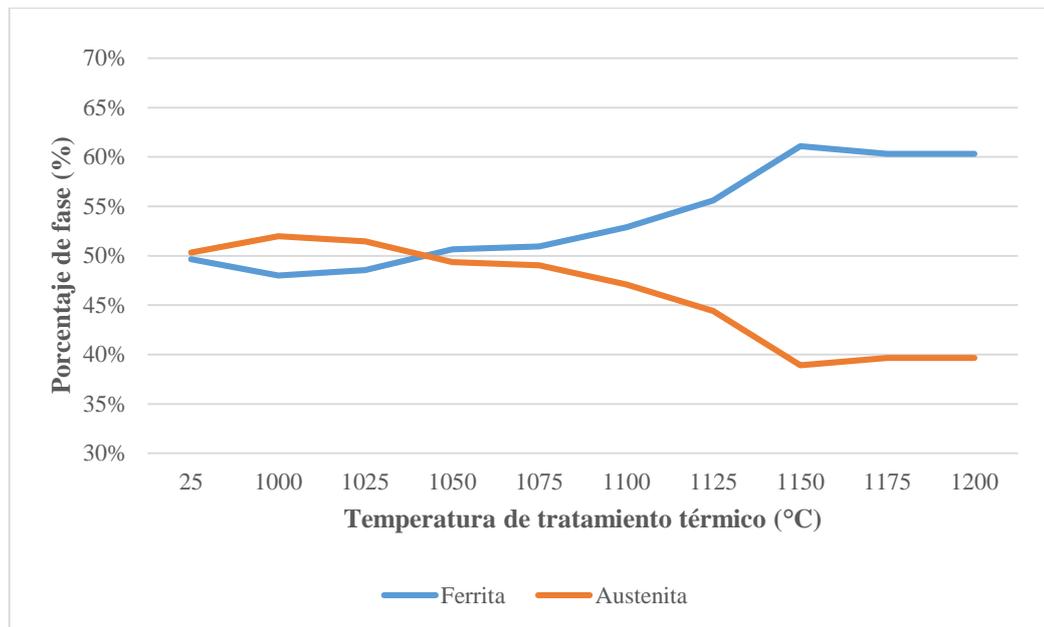


Figura 4.6 Comportamiento en la relación de fases ferrita-austenita tratadas a diferente temperatura de tratamiento térmico en el metal base.

También se realizaron mediciones de la relación de fases mediante microscopia óptica en el Cordón de soldadura, en la tabla 4.2 se muestran los resultados obtenidos del porcentaje de cada una de las dos fases a las diferentes temperaturas de tratamiento térmico al que fueron expuestos, como era de esperarse el comportamiento tuvo variaciones respecto de la simulación esperada con en material en equilibrio inicialmente en la muestra X sin tratamiento térmico la relación de fases muestra un porcentaje mayor de contenido de austenita en el cordón de soldadura.

El metal base de acero inoxidable dúplex se somete a una serie de ciclos térmicos, como resultado, complejas transformaciones microestructurales ocurren, afectando el equilibrio de fase δ / γ en el acero [21].

Posterior a ello en las piezas a, b, c y d el comportamiento del porcentaje de fases se regularizo con lo que se esperaba al aplicar tratamiento térmico de solubilizado completo la fase austenita disminuyo y la fase ferrita fue en aumento a las temperaturas por encima de los 1000 °C hasta los 1200 °C. Un tratamiento térmico de solubilizado posterior a la operación de soldadura restablece el equilibrio entre austenita y ferrita, y reduce la segregación de elementos de aleación como Cr y Mo que pueden haber ocurrido durante la solidificación del metal de soldadura [21].

En la figura 4.7 se muestra un gráfico del mismo comportamiento en la relación de fases para cada una de las temperaturas de tratamiento térmico aplicadas.

Tabla 4.2 Porcentaje de fases ferrita-austenita obtenidos por microscopia óptica en el cordón de soldadura.

Cordón de soldadura			
Muestra	Temperatura de tratamiento térmico (°C)	Ferrita (wt %)	Austenita (wt %)
X	25	34%	66%
A	1000	48%	52%
B	1100	53%	47%
C	1150	56%	44%
D	1200	62%	38%

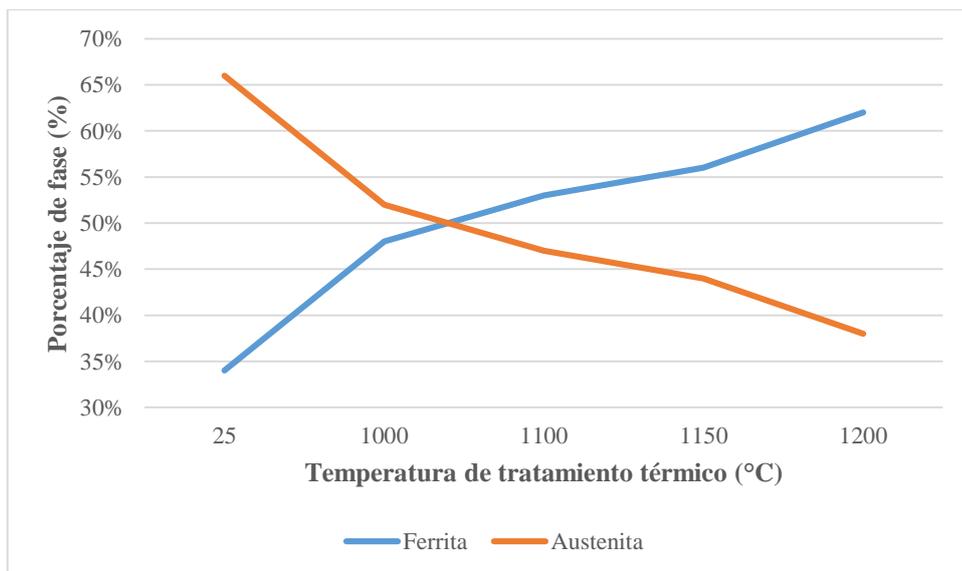
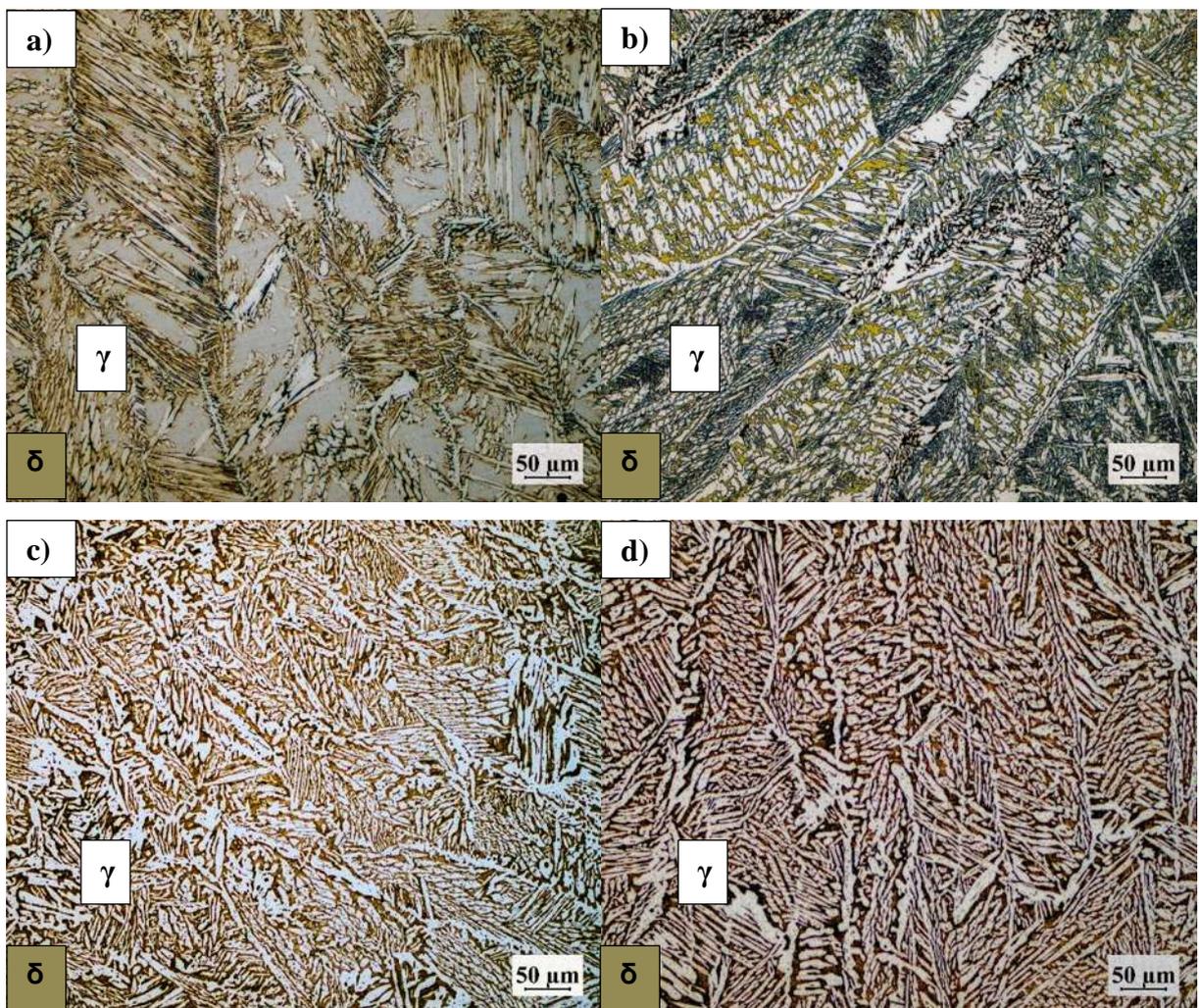


Figura 4.7 Relación de fases ferrita- austenita en el cordón de soldadura tratadas a diferentes temperaturas de tratamiento térmico.

Las imágenes mostradas en la figura 4.8 fueron obtenidas del cordón de soldadura a las diferentes temperaturas de solubilizado aplicado, la micrografía X muestra la imagen de la muestra sin aplicación de solubilizado la cual en su mayoría se mayor porcentaje de fase clara (austenita) con grano columnar pequeño, en su mayoría se observa que la fase oscura (ferrita) es muy tenue, conforme comienza aplicarse el solubilizado en la imagen A es claro que la fase ferrita comienza a disminuir y la ferrita va en aumento, esto es más notorio en las imágenes donde va aumentando la temperatura de tratamiento térmico (B, C, D) con un claro mayor porcentaje de fase ferrita y una disminución considerable de la fase austenita, además de un importante aumento en el tamaño del grano al igual que en la imágenes de metal base.



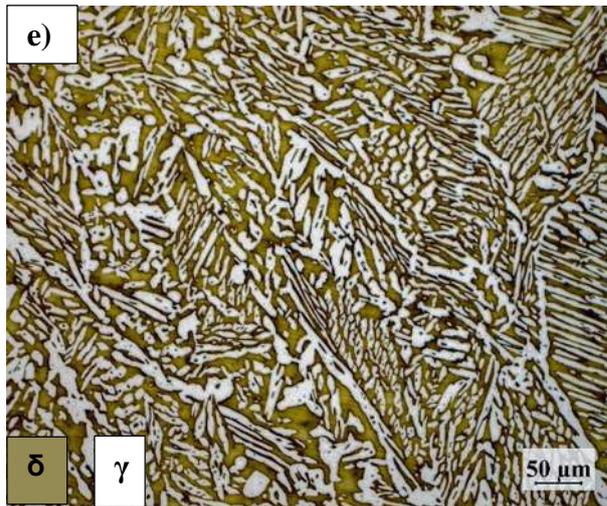


Figura 4.8 Micrografías obtenidas del cordón de soldadura tratadas térmicamente a las temperaturas, a) pieza X sin tratamiento térmico, b) pieza A a 1000 °C, c) pieza B a 1100°C, d) pieza C a 1150°C, e) pieza D a 1200°C, donde la fase oscura es la fase ferrita y la clara es la fase austenita.

La tabla 4.3 muestra el porcentaje de fases obtenido mediante microscopía óptica en la zona afectada térmicamente con un comportamiento similar al del cordón de soldadura ya que el porcentaje de austenita en la muestra sin tratamiento térmico es muy elevada al igual que la del cordón de soldadura en la muestra X, al aplicar el tratamiento térmico de solubilizado la ferrita fue en aumento y la fase austenita disminuyó considerablemente generando un balance mayor entre las fases.

En la zona afectada por el calor (ZAT), la microestructura sufre tanto ciclo rápido de calentamiento y enfriamiento que impulsan la transformación δ / γ a distintos niveles de finalización [21].

La figura 4.9 nos muestra una gráfica del comportamiento de las dos fases de acuerdo con los datos de la tabla 4.3.

Tabla 4.3 Porcentaje de fases ferrita-austenita obtenidos por microscopia óptica en la ZAT.

Zona Afectada térmicamente			
Muestra	Temperatura de tratamiento térmico (°C)	Ferrita (wt %)	Austenita (wt %)
X	25	34%	66%
A	1000	49%	51%
B	1100	52%	48%
C	1150	55%	45%
D	1200	61%	39%

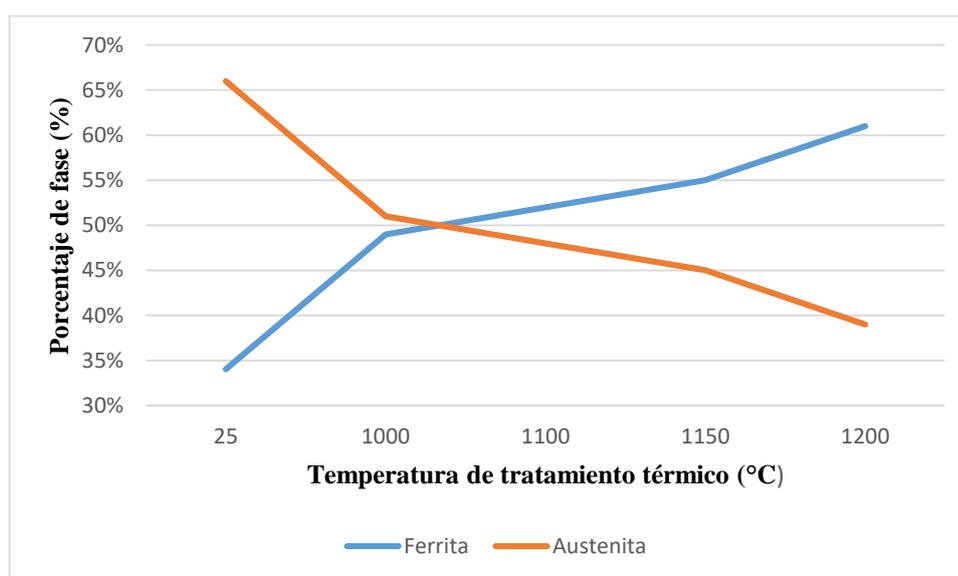


Figura 4.9 Relación de fases ferrita- austenita en la ZAT, tratadas a diferentes temperaturas de tratamiento térmico.

Para la imagen 4.10 se muestran las microfotografías de la zona afectada térmicamente en las diferentes temperaturas de tratamiento térmico a las que fue sometida. Inicialmente se observa la imagen X sin tratamiento térmico, como en la ZAT se encuentra en su mayoría la fase austenita (clara) con una cantidad mínima de fase ferrita (oscura), sin embargo, al aplicar tratamientos térmicos de 1000 °C pieza A las proporciones se invierten y la fase predominando se convierte la fase ferrita dejando una carente cantidad de fase austenita, esto es más notorio a medida que aumenta la temperatura de tratamiento térmico aplicado como se puede observar en las imágenes A, B, C y D de la figura 4.9.

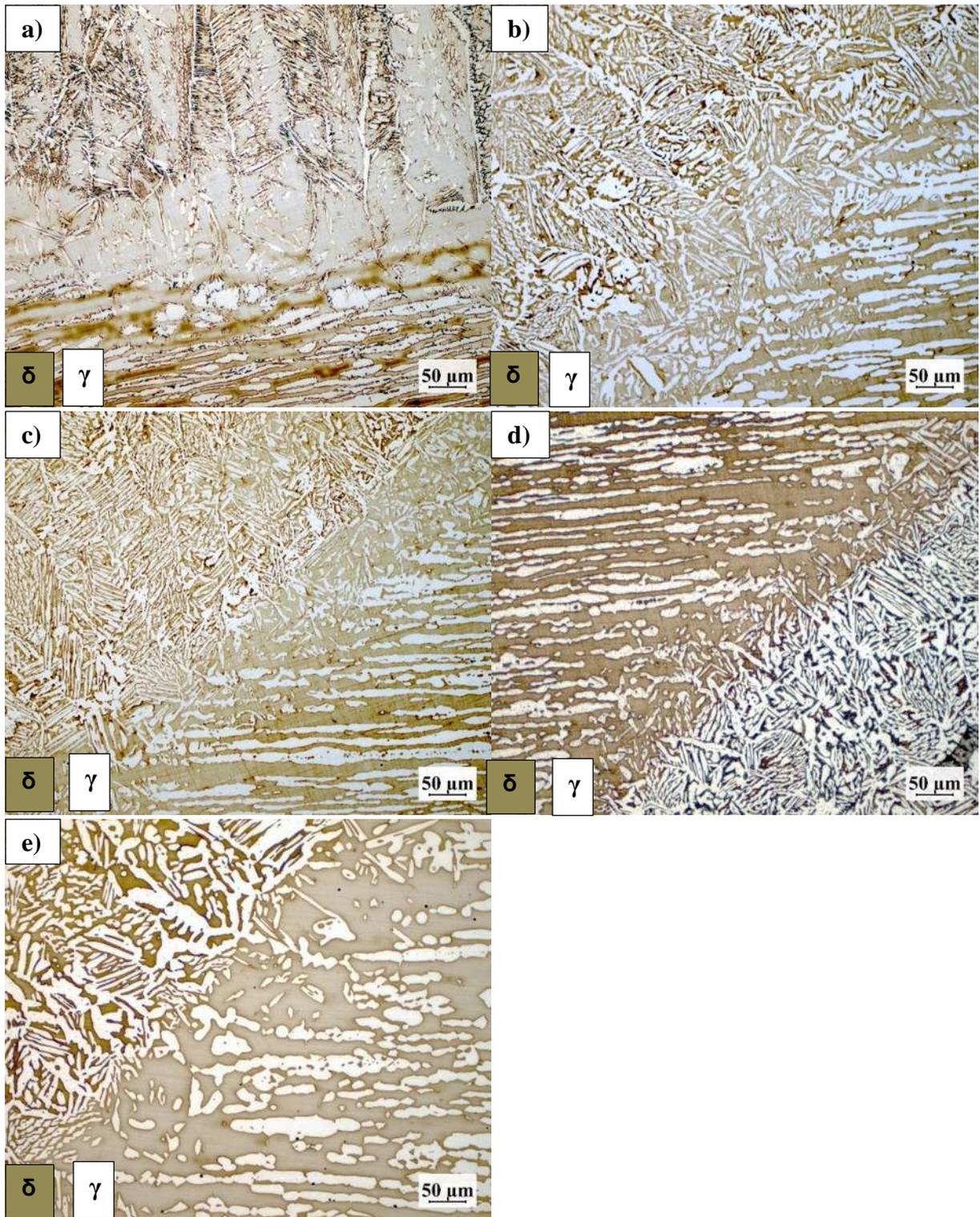


Figura 4.10 Micrografías obtenidas de la zona afectada térmicamente, tratadas térmicamente a las temperaturas de, a) pieza X sin tratamiento térmico, b) pieza A a 1000 °C, c) pieza B a 1100°C, d) pieza C a 1150°C, e) pieza D a 1200°C, donde la fase oscura es la fase ferrita y la clara es la fase austenita.

4.3 Caracterización microestructural mediante microscopía electrónica de barrido (MEB)

Con la finalidad de obtener información más detallada tanto microestructuralmente como de los elementos químicos de la aleación del acero inoxidable dúplex en las diferentes zonas de la unión, se realizó la caracterización mediante microscopía electrónica de barrido, donde se obtuvieron imágenes de la microestructura a 500 X magnificaciones para el observar el comportamiento de las fases. En la figura 4.11 se muestran micrografías del metal base trata térmicamente a diferentes temperaturas, donde es claro que la fase austenita va en decremento y la fase ferrita va en aumento rectificándolo que se observó en microscopía óptica además que conforme aumento la temperatura de tratamiento térmico el tamaño de grano aumenta.

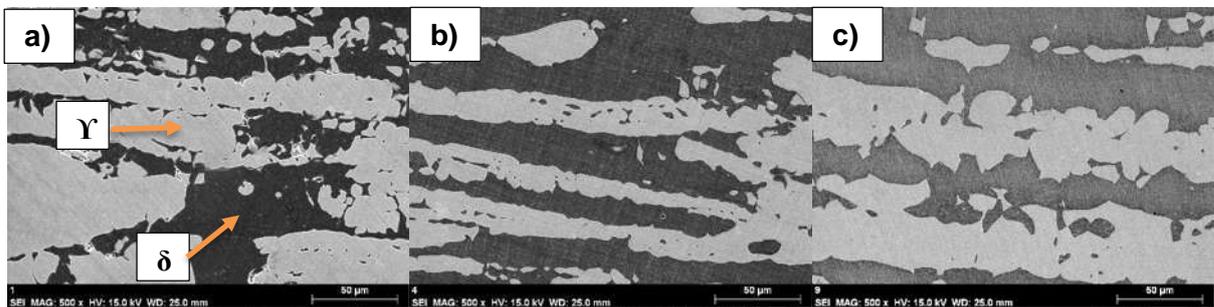


Figura 4.11. Imágenes de metal base tratado a diferentes temperaturas solubilizado a) pieza 1 a 1000 °C, b) pieza 5 a 1100 °C, c) pieza 9 a 1200 °C.

Para la caracterización mediante microscopía electrónica de barrido se realizaron EDS en cada una de las zonas aplicando 10 EDS en cada una de las fases tanto ferrita como austenita ya que los EDS son semicuantitativos se promediaron y se obtuvo un valor para cada porcentaje en peso de los elementos con un margen de error muy bajo, esto para todas las zonas tanto MB, ZAT y CS, en la figura 4.12 muestra los puntos donde se realizaron los EDS y la cantidad de análisis puntuales así como los elementos encontrados en ellos para el caso del metal base que nos muestra la imagen se encontraron los elementos C, Cr, Fe, Mn, Ni, Mo, Si. La tabla 4.4 nos muestra el porcentaje en peso de los elementos de aleación tanto en la fase ferrita como en la fase austenita para el metal base, en ello se observa que en la fase austenita únicamente los elementos de Ni, Si, van en incremento y los elementos C, Cr, Fe, Mn, Mo van en decremento conforme aumenta la temperatura de tratamiento térmico, por otro lado, en la fase ferrita los

elementos Cr, Fe y Mo van en incremento al aumentar dicha temperatura con una disminución muy ligera en el resto de los elementos.

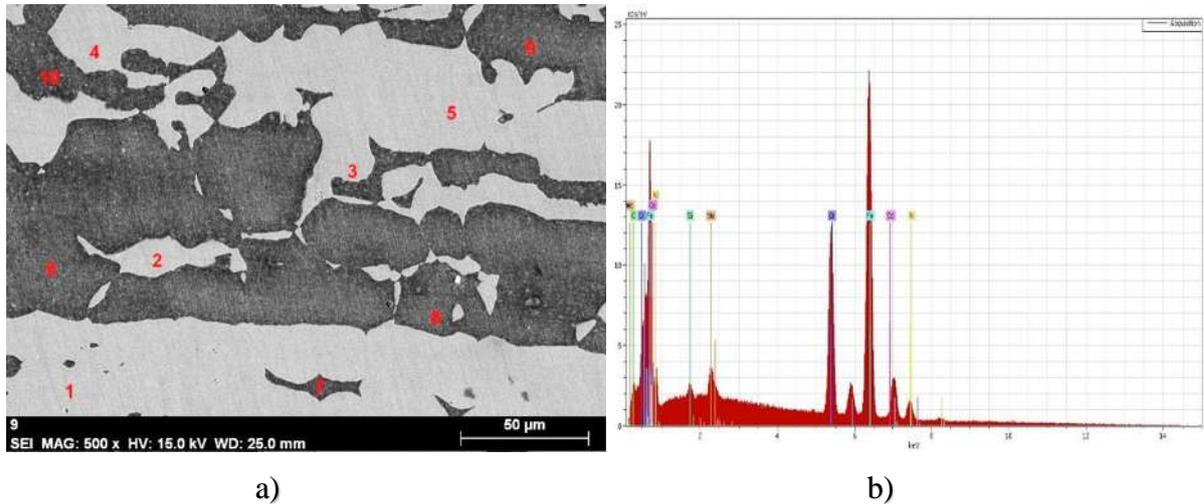


Figura 4.12. Análisis puntual realizado a la zona del metal base a) puntos donde se realizó EDS b) microanálisis EDS.

Tabla 4.4 Porcentaje en peso de los elementos de aleación en el metal base tanto en la fase ferrita como en la fase austenita, para diferentes temperaturas de tratamiento térmico.

Metal base										
Elementos	%wt	%wt	%wt	%wt	%wt	%wt	%wt	%wt	%wt	%wt
Austenita	25 °C	1000 °C	1025 °C	1050 °C	1075 °C	1100 °C	1125 °C	1150 °C	1175 °C	1200 °C
Carbón	2.03	2.11	1.98	2.07	1.78	1.81	1.85	1.91	1.81	1.99
Cromo	21.42	21.02	21.59	21.31	20.61	20.68	20.99	20.49	20.42	20.54
Hierro	63.94	64.56	63.89	64.02	65.04	64.96	64.77	65.19	65.13	64.92
Manganeso	3.29	2.71	3.29	3.27	2.47	2.32	2.33	2.41	2.46	2.50
Níquel	6.65	6.83	6.41	6.62	6.99	7.06	6.87	7.00	7.03	6.87
Molibdeno	2.34	2.38	2.45	2.30	2.66	2.69	2.70	2.56	2.69	2.71
Silicio	0.33	0.40	0.38	0.40	0.44	0.49	0.49	0.43	0.45	0.48
Ferrita	25 °C	1000 °C	1025 °C	1050 °C	1075 °C	1100 °C	1125 °C	1150 °C	1175 °C	1200 °C
Carbón	2.77	3.68	3.18	3.42	2.23	2.52	2.17	2.22	2.17	2.65
Cromo	23.19	21.78	21.51	21.63	22.41	22.48	22.40	30.77	22.31	21.89
Hierro	60.49	58.28	58.71	59.00	61.77	62.21	62.50	51.29	63.19	63.28
Manganeso	3.26	2.69	3.08	3.05	2.14	2.12	2.37	2.64	2.25	2.20
Níquel	4.74	4.91	5.05	4.98	5.08	4.80	5.24	4.53	4.81	4.93
Molibdeno	3.46	3.27	3.06	3.19	3.81	3.88	3.64	4.03	3.94	3.56
Silicio	0.61	0.76	0.73	0.76	0.79	0.72	0.63	4.66	0.54	0.59

Posteriormente se obtuvieron micrografías del cordón de soldadura como se muestra en la figura 4.13 encontrando el mismo comportamiento que el obtenido en microscopia óptica, grano columnar en una matriz ferrítica con un aumento considerable de la fase ferrita en el cordón de soldadura al aumentar la temperatura de tratamiento térmico además de un engrosamiento de grano conforme aumenta la temperatura, para el análisis EDS en esta zona se muestra la figura 4.14 donde se muestran los puntos donde se realizó el microanálisis además de los elementos químicos encontrados en esta zona al realiza el análisis puntual EDS, que fueron C, Cr, Fe, Mn, Ni, Mo, Si prácticamente los mismos que los encontrados en el metal base.

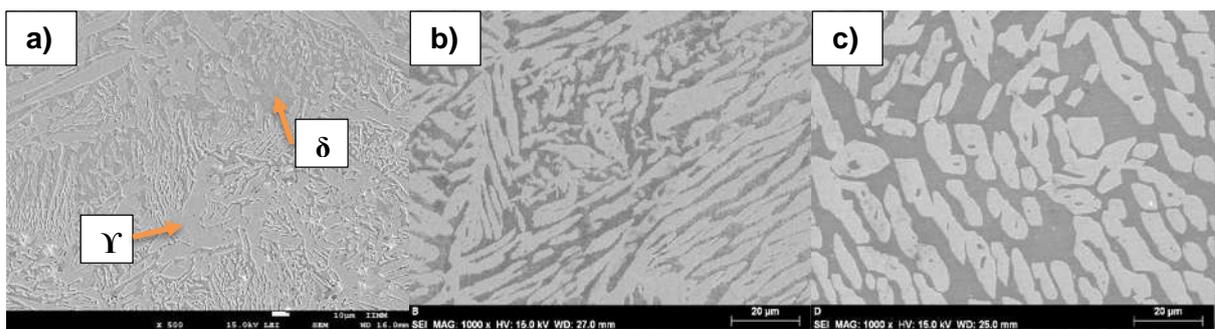


Figura 4.13. Imágenes del cordón de soldadura tratado a diferentes temperaturas solubilizado a) pieza A a 1000 °C, b) pieza B a 1100 °C, c) pieza D a 1200 °C.

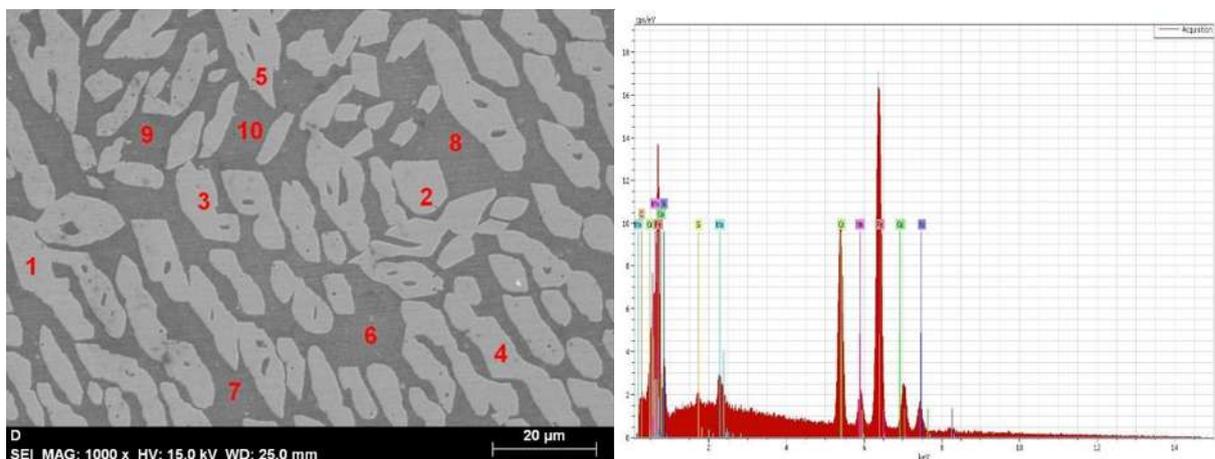


Figura 4.13. Análisis puntual realizado a la zona de cordón de soldadura a) puntos donde se realizó EDS b) microanálisis EDS.

En la tabla 4.5 tenemos el porcentaje en peso de los elementos microaleantes en el cordón de soldadura tanto en la fase ferrita como en la fase austenita, donde podemos observar de una manera más marcada que los elementos estabilizadores en cada fase aumentan y los demás disminuyen, para el caso de la fase austenita los elementos C, Mn y Ni aumentan mientras que el Fe, Cr, Mn y Si disminuyen, mientras que, por el lado contrario el Cr, Mo, Fe aumentan en la fase ferrita y los demás elementos disminuyen.

Tabla 4.5 Porcentaje en peso de los elementos de aleación en el cordón de soldadura tanto en la fase ferrita como en la fase austenita, para diferentes temperaturas de tratamiento térmico.

Cordón de soldadura					
Austenita	25 °C	1000 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
Carbón	1.02	1.07	2.22	1.90	2.19
Cromo	22.71	22.83	19.40	21.17	19.52
Hierro	63.13	64.09	62.78	63.06	62.22
Manganeso	1.30	1.41	2.30	2.39	2.56
Níquel	7.21	6.66	8.27	8.70	8.55
Molibdeno	3.15	2.85	2.44	2.75	2.39
Silicio	0.48	0.45	0.38	0.43	0.34
Ferrita	25 °C	1000 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
Carbón	0.95	1.56	3.02	2.91	2.84
Cromo	23.44	23.92	21.47	22.48	21.26
Hierro	63.25	60.57	59.46	59.26	59.56
Manganeso	1.44	1.26	2.28	2.20	2.38
Níquel	6.65	5.02	6.05	6.73	6.50
Molibdeno	3.13	3.48	3.54	3.29	3.42
Silicio	0.47	0.94	0.57	0.65	0.48

Finalmente, para la zona afectada térmicamente también se obtuvieron micrografías para rectificar el comportamiento observado en microscopía óptica obteniendo el mismo resultado, ya que se observó a temperaturas baja de tratamiento térmico mayor de la fase austenita que de la ferrita y conforme aumento la temperatura se fue disipando hasta convertirse la fase ferrita en la fase mayoritaria, con un engrosamiento en el grano para las dos fases. En la imagen 4.15 se muestran los puntos donde se realizaron los análisis puntuales de elementos EDS y los elementos encontrados en la zona afectada por el calor los cuales fueron los mismo que en las zonas anteriores C, Cr, Fe, Mn, Ni, Mo y Si. Los elementos tuvieron un comportamiento similar que tuvieron el metal base y el cordón de soldadura en cuanto a su porcentaje en peso al aumentar la temperatura de tratamiento térmico, los elementos estabilizadores de cada fase fueron en aumento

mientras que los que no eran estabilizadores disminuyeron en las dos fases, esto con base a lo observado en la tabla 4.5.

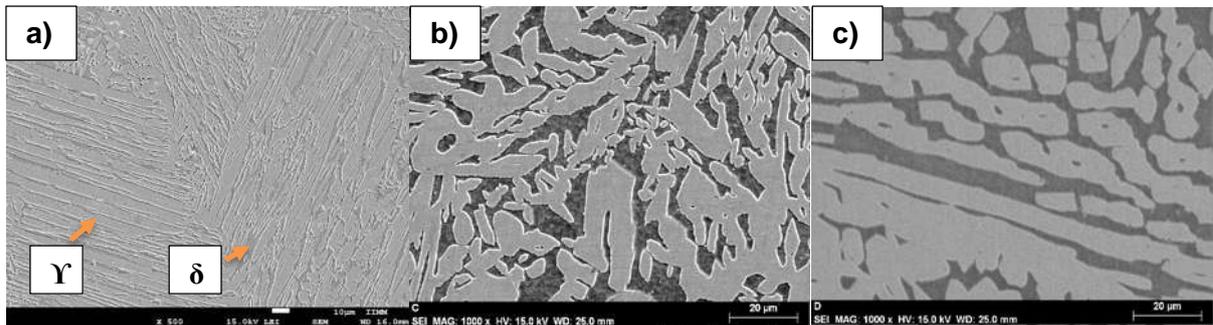


Figura 4.14. Imágenes de la zona afectada térmicamente tratado a diferentes temperaturas solubilizado a) pieza A a 1000 °C, b) pieza B a 1100 °C, c) pieza D a 1200 °C.

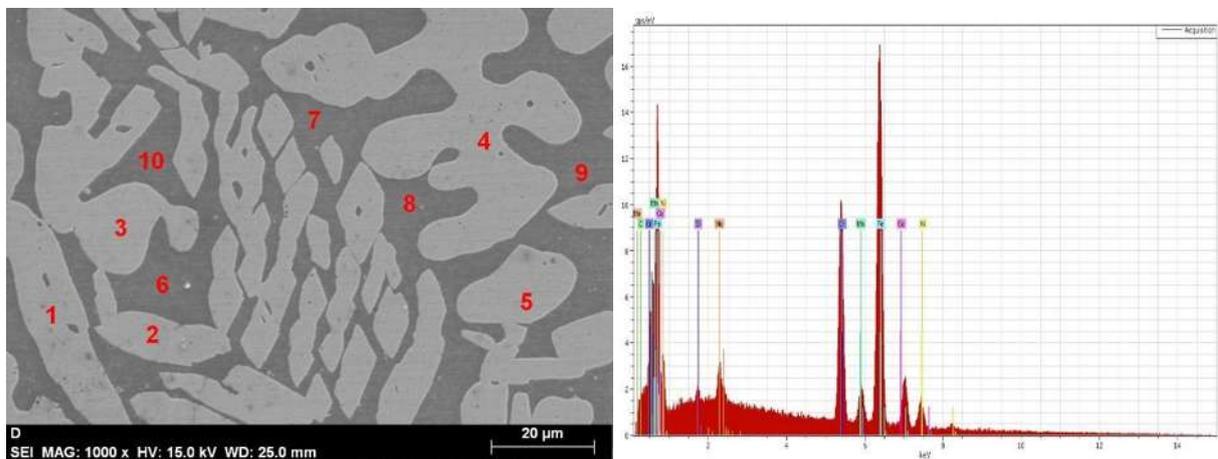


Figura 4.15. Análisis puntual realizado a la zona afectada térmicamente a) puntos donde se realizó EDS b) microanálisis EDS.

Tabla 4.5 Porcentaje en peso de los elementos de aleación en el cordón de soldadura tanto en la fase ferrita como en la fase austenita, para diferentes temperaturas de tratamiento térmico.

Zona afectada térmicamente					
Austenita	25 °C	1000 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
Carbón	0.90	1.01	1.89	1.95	2.12
Cromo	21.60	22.97	20.84	21.45	19.59
Hierro	65.81	62.74	65.33	62.94	62.51
Manganeso	1.68	1.42	2.25	2.39	2.38
Níquel	6.66	7.77	6.90	8.34	8.38
Molibdeno	2.38	3.05	2.37	2.86	2.43
Silicio	0.50	0.46	0.43	0.44	0.36
Ferrita	25 °C	1000 °C	1100 °C	1150 °C	1200 °C
Carbón	1.09	1.97	2.80	3.28	3.28
Cromo	22.95	23.12	20.75	21.81	20.83
Hierro	63.60	58.05	62.22	58.37	58.99
Manganeso	1.41	1.17	2.07	2.20	2.34
Níquel	5.56	5.33	5.18	6.47	6.27
Molibdeno	3.30	3.65	3.39	3.74	3.43
Silicio	0.59	1.43	0.53	0.87	0.50

4.4 Potencial Termoeléctrico

Con estudios anteriores se ha demostrado que esta técnica de PTE es muy sensible a cambios microestructurales como presencia de precipitados, tamaño de grano, fracción volumétrica de fases presentes, texturas cristalográficas, esfuerzos residuales, entre otras [29]

Se realizaron mediciones a través del método de punta caliente a cada una de las 16 probetas tratadas térmicamente a diferentes temperaturas, con tres distintas puntas, oro, cobre y níquel en las zonas importantes de la unión (metal de soldadura, zona afectada térmicamente y metal base).

4.4.1 Mediciones de PTE con punta de oro

Se realizaron 50 mediciones en cada zona de la unión con la punta de oro para disminuir el margen de error, posteriormente se hizo uso de la ecuación de regresión lineal para obtener los resultados en valores absolutos y graficarlos contra las diferentes zonas de la unión. En la figura

4.16 podemos observar que existe sensibilidad o cambio en el potencial al aplicar el método de punta caliente con la punta de oro las mediciones efectuadas en las 3 diferentes zonas del material mostrando la sensibilidad del método ante cada zona ya que existe una variación, con una tendencia similar para la temperatura de tratamiento térmico, pero a un nivel más alto o bajo dependiendo de la zona donde se efectuó la medición, de igual manera en la figura 4.17 nos muestra las variaciones obtenidas en el metal base medido por la punta de oro de acuerdo con la variación del contenido de fases causado por el tratamiento térmico, muy similares a los obtenidos por MO. La figura 4.18 y 4.19 muestran las mediciones individuales la zona afectada térmicamente y el cordón de soldadura, respectivamente, donde, es notoria una disminución en la sensibilidad para esta punta en la zona de cordón de soldadura y zona afectada térmicamente respecto de la obtenida en metal base.

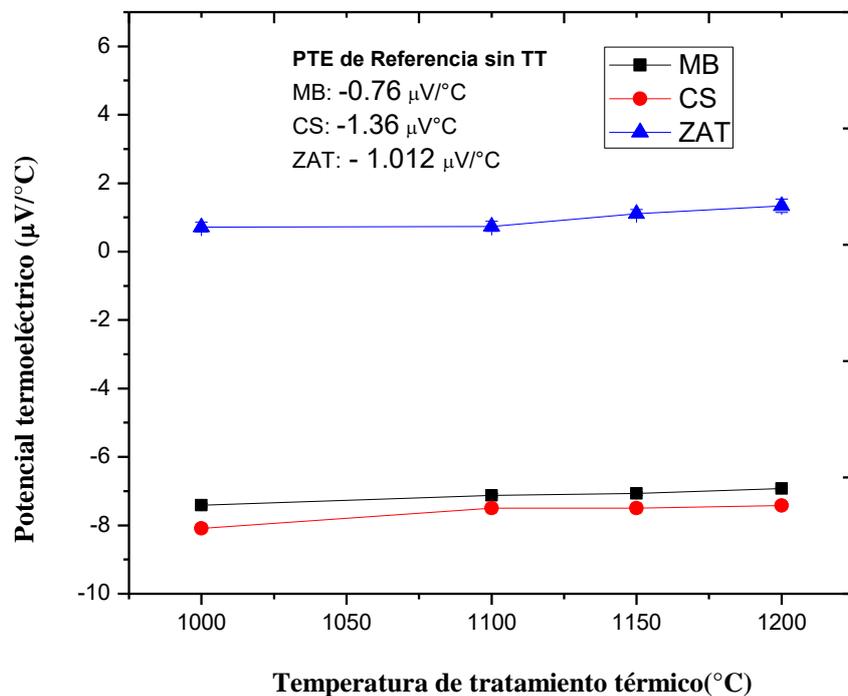


Figura 4.16 Mediciones de PTE mediante punta de oro en probetas de metal base, zona afectada térmicamente y soldadura.

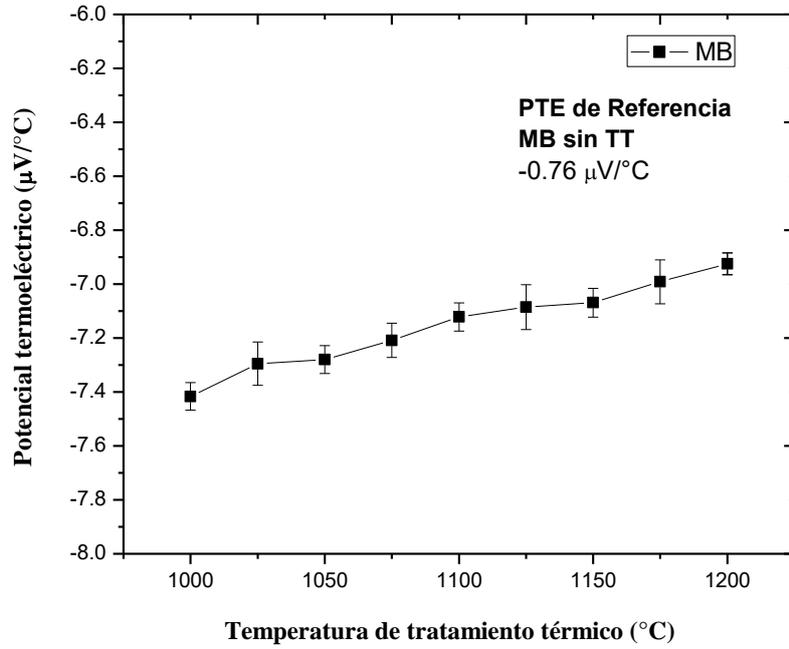


Figura 4.17 Mediciones de PTE mediante punta de oro en probetas de metal base.

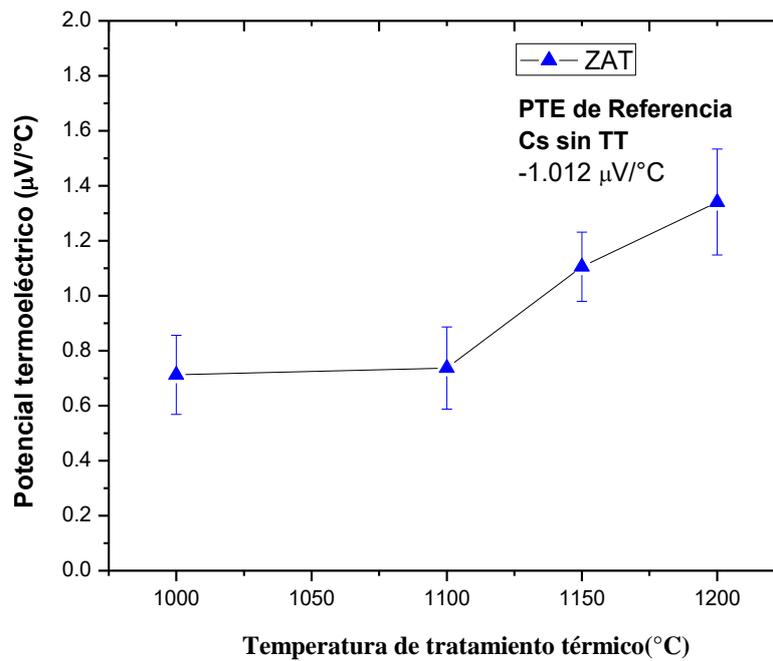


Figura 4.18 Mediciones de PTE mediante punta de oro en probetas de zona afectada térmicamente.

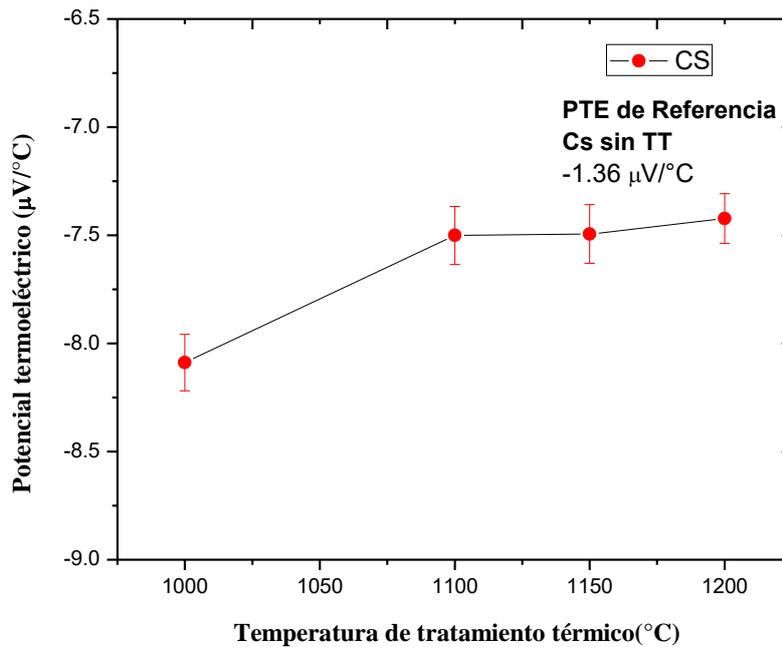


Figura 4.19 Mediciones de PTE mediante punta de oro en probetas de cordón de soldadura.

4.4.2 Mediciones de PTE con punta de níquel

Se realizó de igual manera 50 mediciones para cada una de las muestras y con esto disminuir el margen de error posterior a ello se hizo uso de la ecuación de regresión lineal para obtener los resultados en valores absolutos y graficarlos contra las diferentes zonas de la unión en la figura 4.20 se puede observar un comportamiento muy similar entre las dos puntas, tanto punta de oro como punta de níquel pero con una percepción mayor en cuanto a sensibilidad en la punta de níquel ya que es más clara la diferencia en la gráfica entre las mediciones del MB y el CS. Como se puede observar en las figuras 4.21, 4.22 y 4.23 existe sensibilidad en la punta de ante cada probeta tratadas a diferentes temperaturas, ya que estas figuras nos muestran las tendencias medidas en el metal base, zona afectada térmicamente y cordón de soldadura respectivamente donde existe una variación respecto a los tratamientos térmicos aplicados y por ende de la variación en la relación de fases, mostrando la efectividad y sensibilidad de las punta de níquel en la detección de variación de fases.

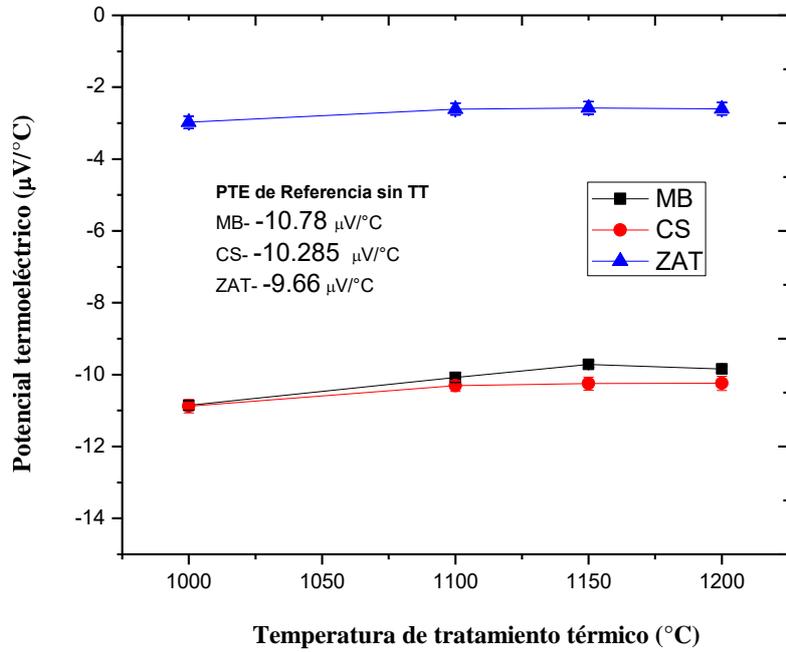


Figura 4.20 Mediciones de PTE mediante punta de níquel en probetas de metal base, zona afectada térmicamente y soldadura.

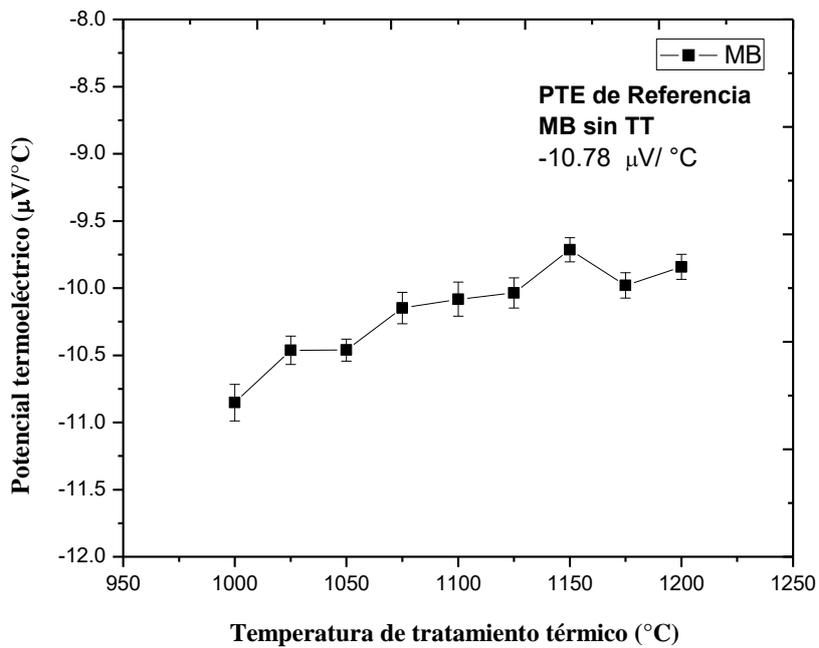


Figura 4.21 Mediciones de PTE mediante punta de níquel en probetas de metal base.

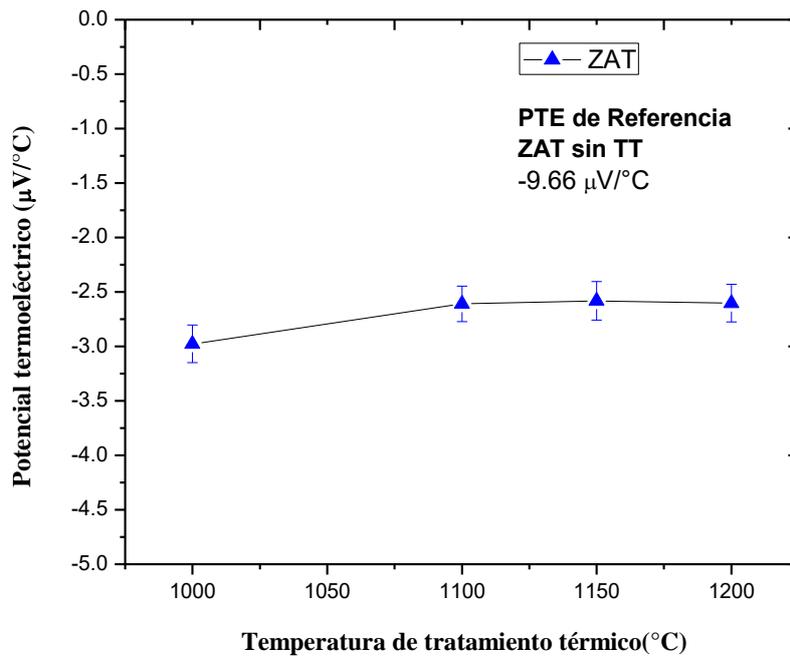


Figura 4.22 Mediciones de PTE mediante punta de níquel en probetas de zona afectada térmicamente.

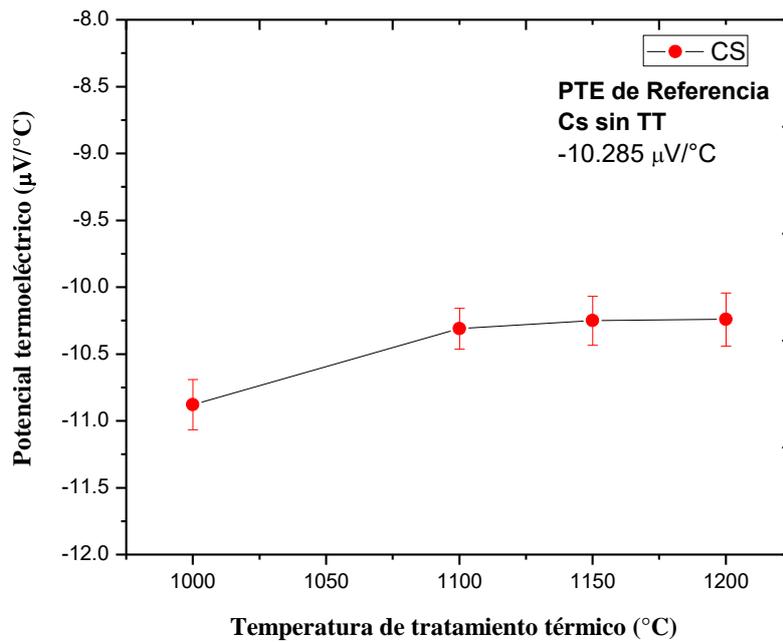


Figura 4.23 Mediciones de PTE mediante punta de níquel en probetas de cordón de soldadura.

4.4.3 Mediciones de PTE con punta de cobre

Se realizó el mismo procedimiento para la aplicación del método de punta caliente con la punta de cobre realizando 50 mediciones y utilizando la ecuación de regresión lineal para convertir valores relativos en absolutos al igual que con las dos puntas anteriores (oro y níquel). En la figura 4.24 se pueden distinguir las 3 diferentes zonas de la unión sobre todo la diferencia en cuanto al MB con las otras dos secciones de la unión, hay una tendencia muy similar en aumento a medida que aumenta la temperatura de tratamiento térmico igual a los resultados obtenidos en el conteo de fases mediante microscopía óptica lo que muestra que hay una alta sensibilidad sobre todo en la muestra de metal base medida con punta de cobre. Aunque, de igual manera es posible hacer las mediciones para cada una de las 3 regiones por separado como se muestra en la Figura 4.25 vemos que hay una tendencia en cuanto al cambio de fases con la punta de cobre similar en el metal base respecto del de las dos anteriores puntas pero con una tendencia de aumento más marcada, en la Figura 4.26 muestra el comportamiento en la ZAT donde la punta de cobre tiene una menor precisión y por último la figura 4.27 tenemos las mediciones en el CS donde hay una sensibilidad aceptable pero menor respecto del metal base medido con la punta de cobre.

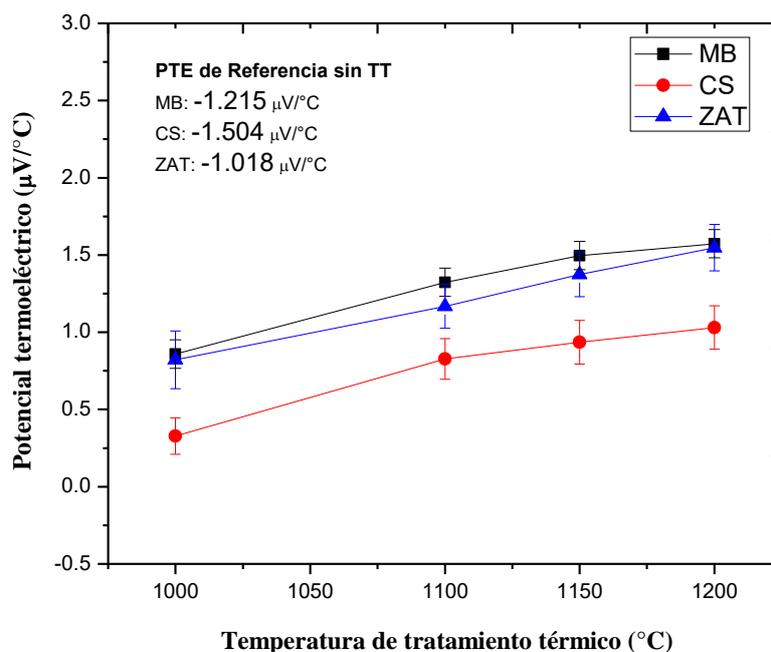


Figura 4.24 Mediciones de PTE mediante punta de cobre en probetas de metal base, zona afectada térmicamente y soldadura.

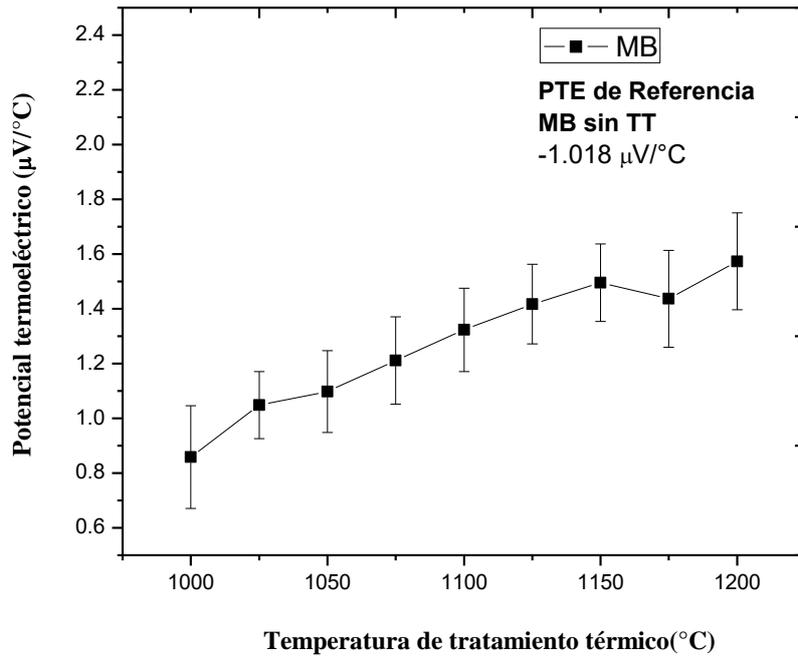


Figura 4.25 Mediciones de PTE mediante punta de cobre en probetas de metal base.

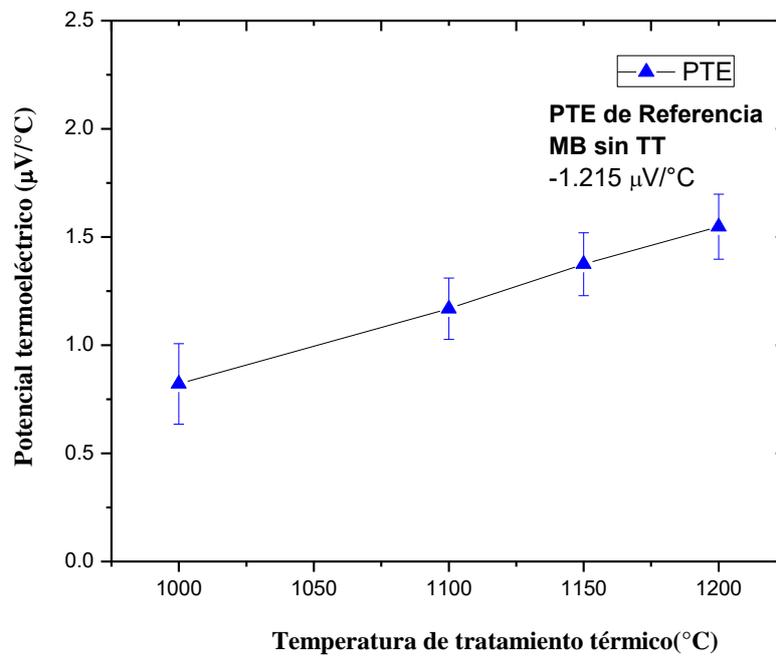


Figura 4.26 Mediciones de PTE mediante punta de cobre en probetas de zona afectada térmicamente.

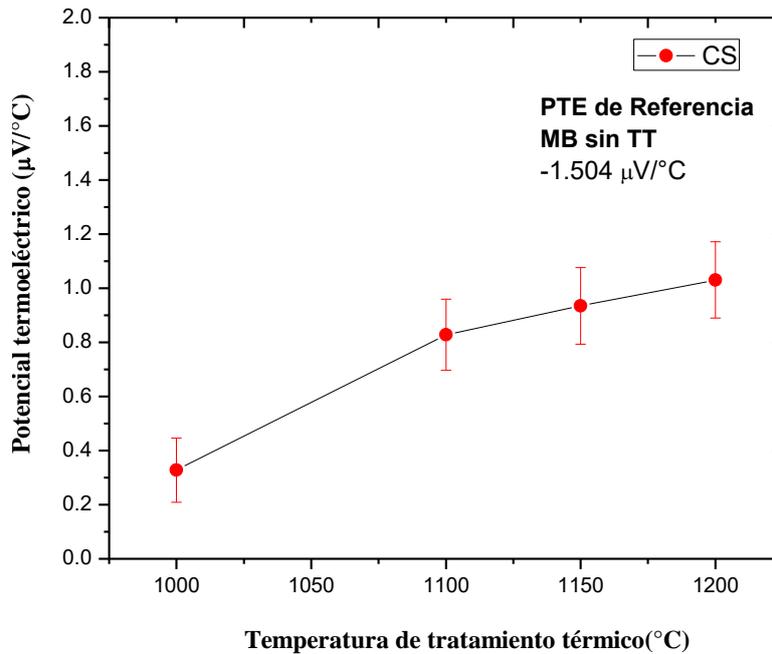


Figura 4.27 Mediciones de PTE mediante punta de cobre en probetas de cordón de soldadura.

Finalmente se realizó una comparativa entre la medición con las 3 puntas en la figura 4.28 tenemos la comparativa entre las mediciones con las 3 diferentes puntas medidas en el metal base, así como en la figura 4.29 y 4.30 la diferencia en las 3 puntas, pero ahora para el caso de la ZAT y CS respectivamente. Se encontró un comportamiento muy similar en las 3 puntas utilizadas para las 3 diferentes zonas en el acero inoxidable dúplex 2205 por lo que no es posible definir a simple vista que tanta eficiencia tiene un método sobre otro y hacer la comparativa entre las puntas para cada una de las zonas por lo que se optó por utilizar un método estadístico y compararlo contra las mediciones obtenidas de porcentaje de fases en microscopía óptica y así dar un veredicto de cuál es la punta de mayor sensibilidad en las diferentes zonas de la unión estudiada, por lo que en el proyecto se realizó una correlación estadística de los resultados.

Por otro lado, lo que sí es posible definir ya que es notorio a simple vista en los gráficos es el aumento en PTE con el aumento de la temperatura de tratamiento térmico donde existe un aumento de la fase ferrita, lo que nos lleva a deducir que el aumento del potencial termo eléctrico está directamente relacionado con el aumento de la fase ferrita y por lo tanto con los elementos que estabilizan esa fase por lo que también se correlaciono en el estudio estadístico para analizar cuales elementos están directamente relacionados con las mediciones para cada una de las puntas.

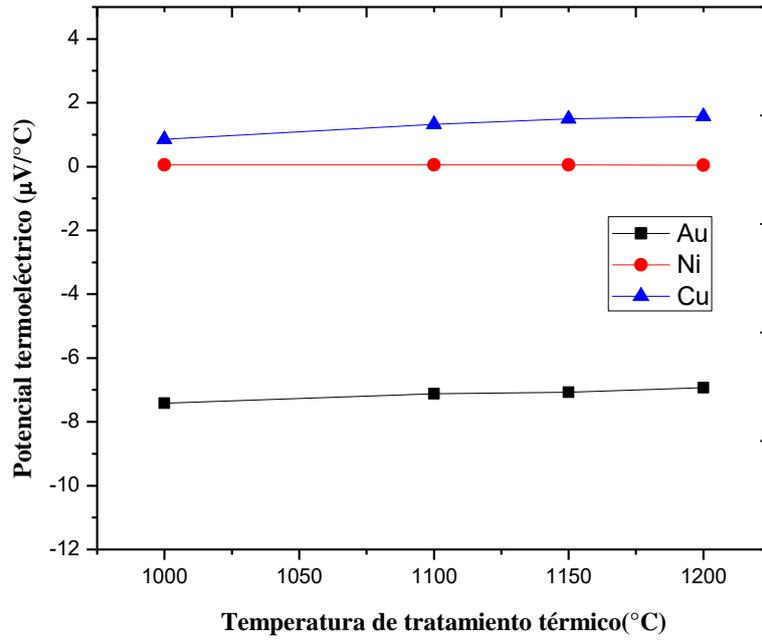


Figura 4.28 Mediciones de PTE en el metal base con las puntas de Oro, Cobre y Níquel.

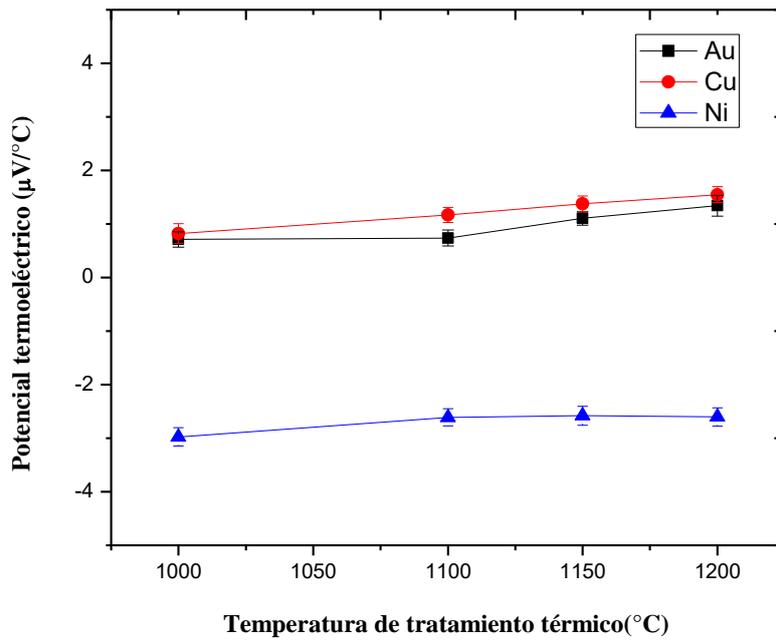


Figura 4.29 Mediciones de PTE en zona afectada térmicamente con las puntas de Oro, Cobre y Níquel.

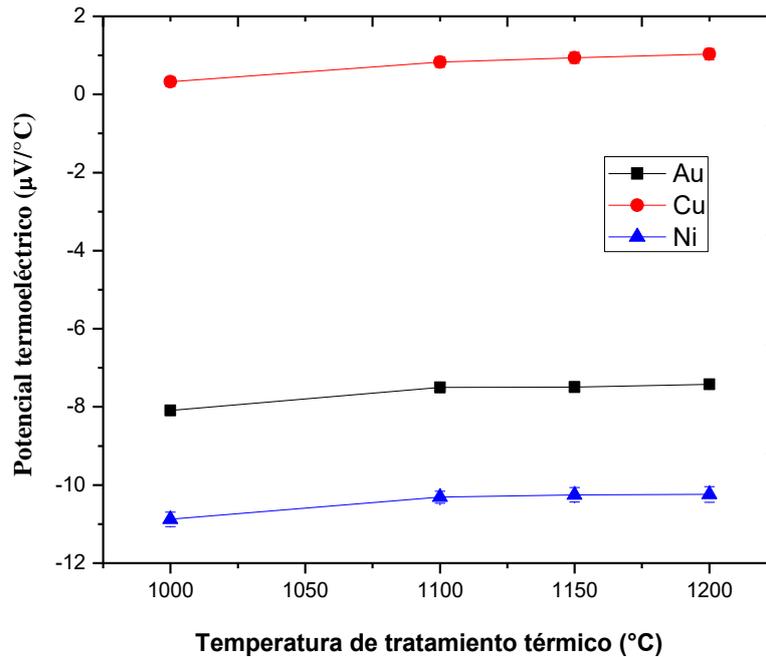


Figura 4.30 Mediciones de PTE en el cordón de soldadura con las puntas de Oro, Cobre y Níquel.

4.5 Corrientes inducidas o corrientes de Eddy

Para realizar las mediciones de conductividad eléctrica de las probetas de la unión soldada de acero inoxidable dúplex se usó el equipo de corrientes de Foucault. Se usaron dos tipos de sondas, una sonda tipo panqué la cual mide la conductividad eléctrica de forma directa; la conductividad eléctrica se puede medir en % IACS o en MS/m según se requiera, para este caso se trabajó con % IACS.

La otra modalidad con la que se midió es mediante la sonda tipo lápiz la cual despliega la curva de conductividad eléctrica del material en la pantalla del equipo al realizar la medición.

4.5.1 Conductividad eléctrica mediante la sonda tipo pancake

Para las mediciones de conductividad eléctrica se utilizaron dos tipos de sonda tipo panque una de 480 KHZ y otra de 60 KHZ, primeramente, la tabla 4.6 y la figura 4.31 muestran el comportamiento de la conductividad eléctrica en el metal base medidos con la sonda de 480 KHZ la cual muestra sensibilidad en cuanto a las mediciones debido a los picos formados con un aumento en las muestras donde se encuentra un porcentaje mayor de la fase ferrita por las técnicas anteriores de caracterización microestructural, con un sentido de aumento de la conductividad en las muestras donde se tiene mayor porcentaje de ferrita, lo que podemos

deducir es que la sonda de 480 KHZ es sensible a la variación de la relación de fases y está directamente relacionada con la fase ferrita ya que aparentemente las mediciones de conductividad van en aumento al con respecto aumenta la temperatura de tratamiento térmico, para poder definir qué tanta sensibilidad se realizó una correlación de los resultados obtenidos con los porcentajes de fase medidos a través de microscopia óptica.

Tabla 4.6 Conductividad eléctrica en el metal base mediante la sonda tipo panque con una frecuencia de 480 KHZ.

Metal base (480 KHZ)	
Temperatura de tratamiento térmico (°C)	Conductividad eléctrica (% IACS)
25	13.45
1000	10.66
1025	10.94
1050	12.31
1075	11.76
1100	11.80
1125	12.02
1150	13.01
1175	11.05
1200	11.45

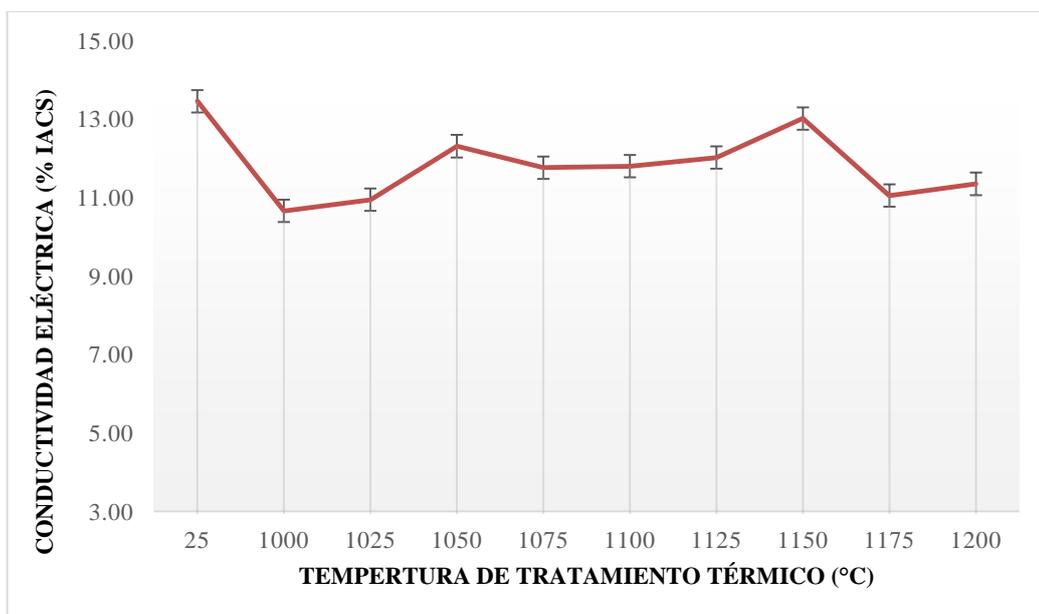


Figura 4.31 Comportamiento de la conductividad eléctrica en el metal base medido con la sonda tipo panque de 480 KHz.

Posteriormente se realizaron mediciones de la conductividad eléctrica en el metal base con la sonda tipo panque de 60 Hz y se pudo observar que si existe sensibilidad ante la fase ferrita como con la sonda 480 KHz, pero en menor proporción y por ende es más complicado distinguir las mediciones causadas por el aumento en la fase ferrita como se muestra en la tabla 4.7 y la figura 4.32.

Tabla 4.7 Conductividad eléctrica en el metal base mediante la sonda tipo pancake con una frecuencia de 60 KHz.

Metal base (60 KHZ)	
Temperatura de tratamiento térmico (°C)	Conductividad eléctrica (% IACS)
25	12.729
1000	11.914
1025	12.129
1050	12.288
1075	12.172
1100	12.069
1125	12.108
1150	12.373
1175	11.88
1200	11.891

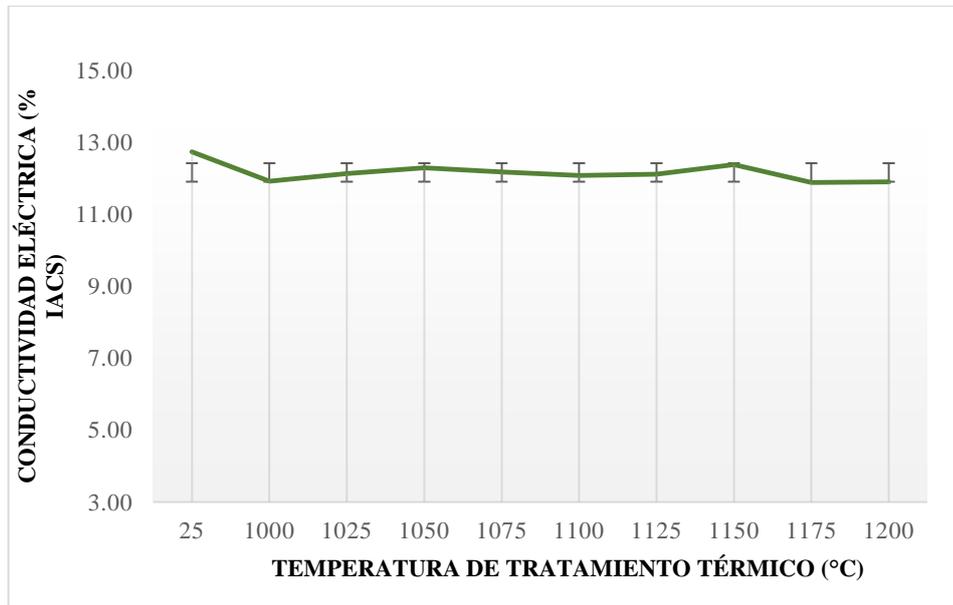


Figura 4.32 Comportamiento de la conductividad eléctrica en el metal base medido con la sonda tipo panque de 60 KHz.

4.5.2 Conductividad eléctrica mediante la sonda tipo lápiz

Para la medición de la conductividad eléctrica por medio de la sonda tipo lápiz la cual nos da un resultado de la conductividad eléctrica en forma de una curva de conductividad, no es necesario calibrar el equipo para hacer las mediciones aun que se utilizó una muestra de acero inoxidable 304 el cual tiene una conductividad eléctrica conocida, como referencia para comparar las mediciones de conductividad eléctrica del acero inoxidable dúplex. La sonda utilizada es de 6 MHZ los parámetros utilizados se muestran en la figura 4.33, en esta figura podemos observar la variación de conductividad en las piezas medidas ya que a medida que la conductividad eléctrica aumenta las curvas van en sentido anti horario y si la conductividad eléctrica disminuye se acercan al material de referencia el cual tiene una conductividad de 2.39 IACS, mediante los ángulos de impedancia se calculó la conductividad en IACS para cada una curva de conductividad esto se muestra en la tabla 4.8 donde es claro que con el aumento en la fase ferrita con la que se compara la conductividad eléctrica aumenta y nos muestra la sensibilidad del equipo ante esta fase.

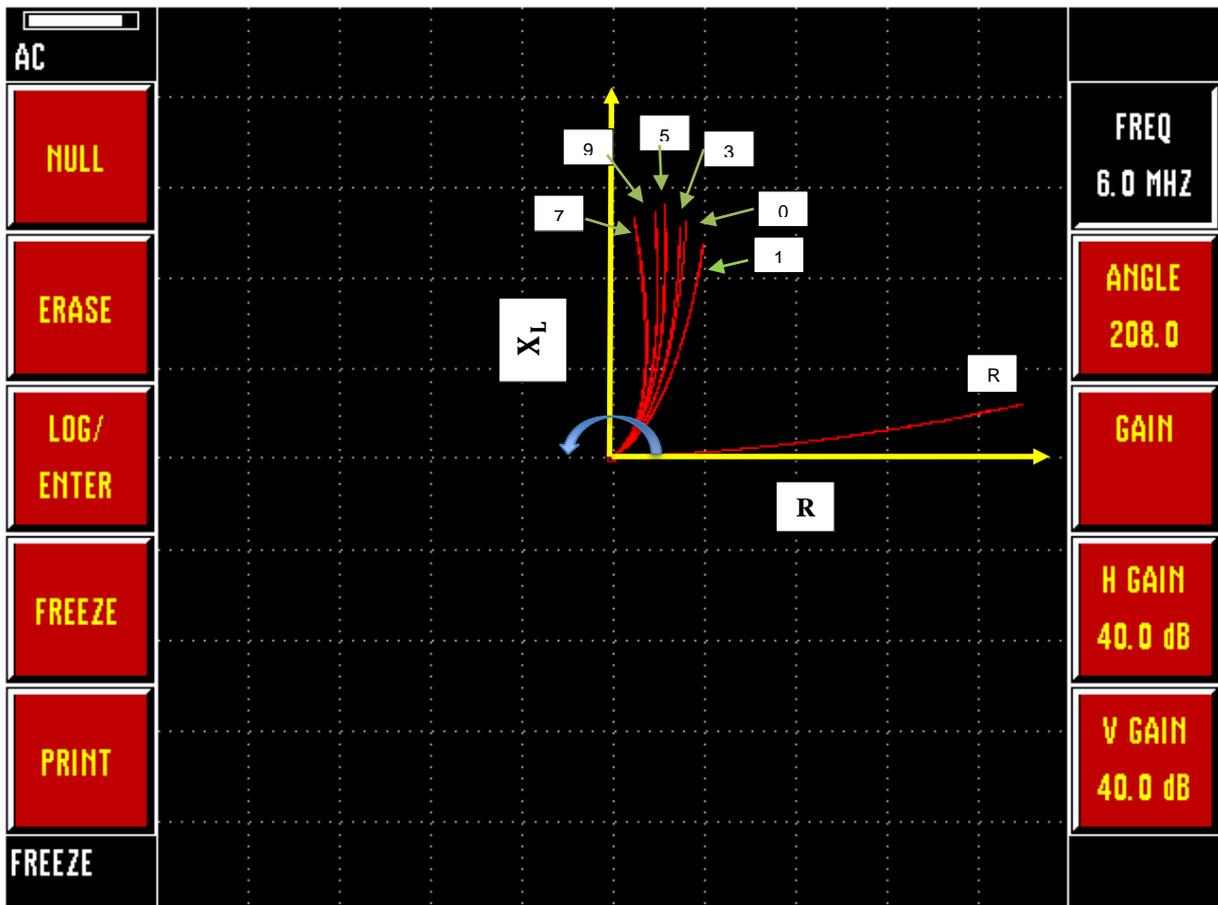


Figura 4.33 Curvas de conductividad eléctrica a una frecuencia de 6 MHz con punta tipo lápiz en el metal base, R) Inox 304, 0) DSS sin tratamiento térmico, 1) DSS 1000°C, 3) DSS 1050 °C, 5) DSS 1100 °C, 7) DSS 1150°C, 9) DSS 1200°C.

Tabla 4.8 Conductividad eléctrica en el metal base medida mediante la sonda tipo lápiz con una frecuencia de 6 MHz comparado con el contenido de ferrita medido mediante microscopía óptica.

Conductividad eléctrica sonda tipo lápiz en metal base		
Pieza	% IACS	Ferrita en OM(%)
R	2.39	-
1	12.47	48
0	13.45	50
3	13.72	51
5	15.20	53
9	16.06	60
7	16.88	61

Para la figura 4.34 también se utilizó una sonda tipo lápiz, pero esta vez en el cordón de soldadura, en esta se puede observar que también existe sensibilidad para cada una de las piezas tratadas a diferentes temperaturas de solubilizado las cuales tienen un contenido de fases diferente entre sí. En la tabla 4.9 se hace la comparativa entre la conductividad eléctrica medida y el porcentaje de fases medido mediante microscopia óptica el cual tiene un comportamiento similar con el aumento de la conductividad en el equipo de corrientes inducida mostrando la sensibilidad en el cordón de soldadura.

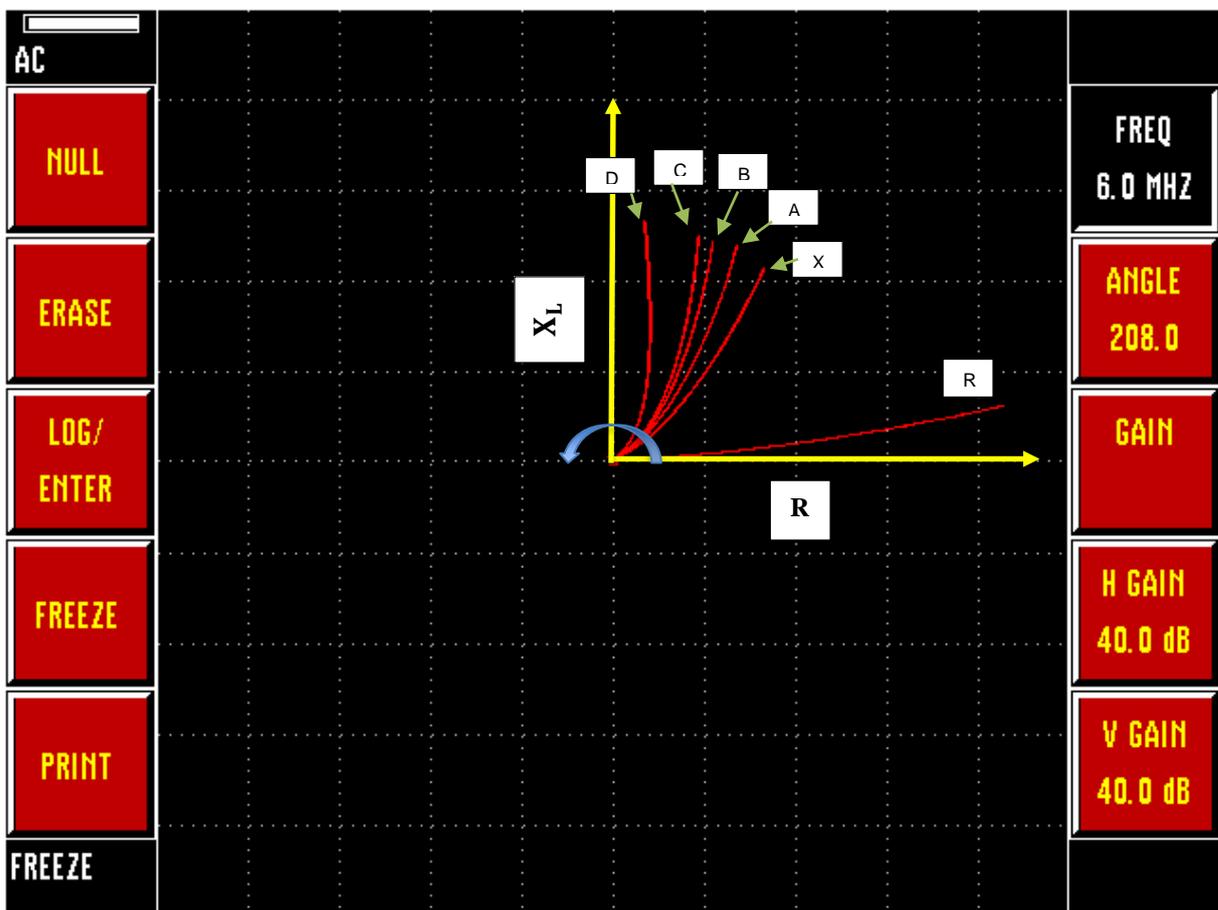


Figura 4.34 Curvas de conductividad eléctrica a una frecuencia de 6 MHz con punta tipo lápiz en cordón de soldadura, R) Inox 304, X) DSS sin tratamiento térmico, A) DSS 1000°C, B) DSS 1100 °C, C) DSS 1150 °C, D) DSS 1200 °C.

Tabla 4.9 Conductividad eléctrica en el cordón de soldadura medida mediante la sonda tipo lápiz con una frecuencia de 6 MHZ comparado con el contenido de derrita medido mediante microscopia óptica.

Conductividad eléctrica sonda tipo lápiz en CS		
Pieza	% IACS	Ferrita en OM(%)
R	2.39	-
X	10.00	37
A	11.53	48
B	13.71	51
C	16.46	53
D	19.53	56

Finalmente se realizaron mediciones con la sonda tipo lápiz de 6 MHZ en la zona afectada térmicamente en la figura 4.35 se muestran las curvas de conductividad de la ZAT donde es claro que es sensible a la variación de conductividad de esta zona, se realizaron los cálculos de ángulos de impedancia para cada una de las curvas de conductividad con el fin de obtener los valores de conductividad eléctrica en cada una de las piezas, finalmente en la tabla 4.10 se hizo la comparativa con los valores obtenidos de la conductividad eléctrica mediante la sonda tipo lápiz con los porcentajes de ferrita obtenidos mediante microscopia óptica y observar que tienen un comportamiento similar, posterior a ello se realizó una correlación entre los resultados obtenidos y los porcentajes fase medidos mediante microscopia óptica con el fin de definir de una manera estadística cuanta sensibilidad existe en este método para la detección en la variación de la relación de fases.

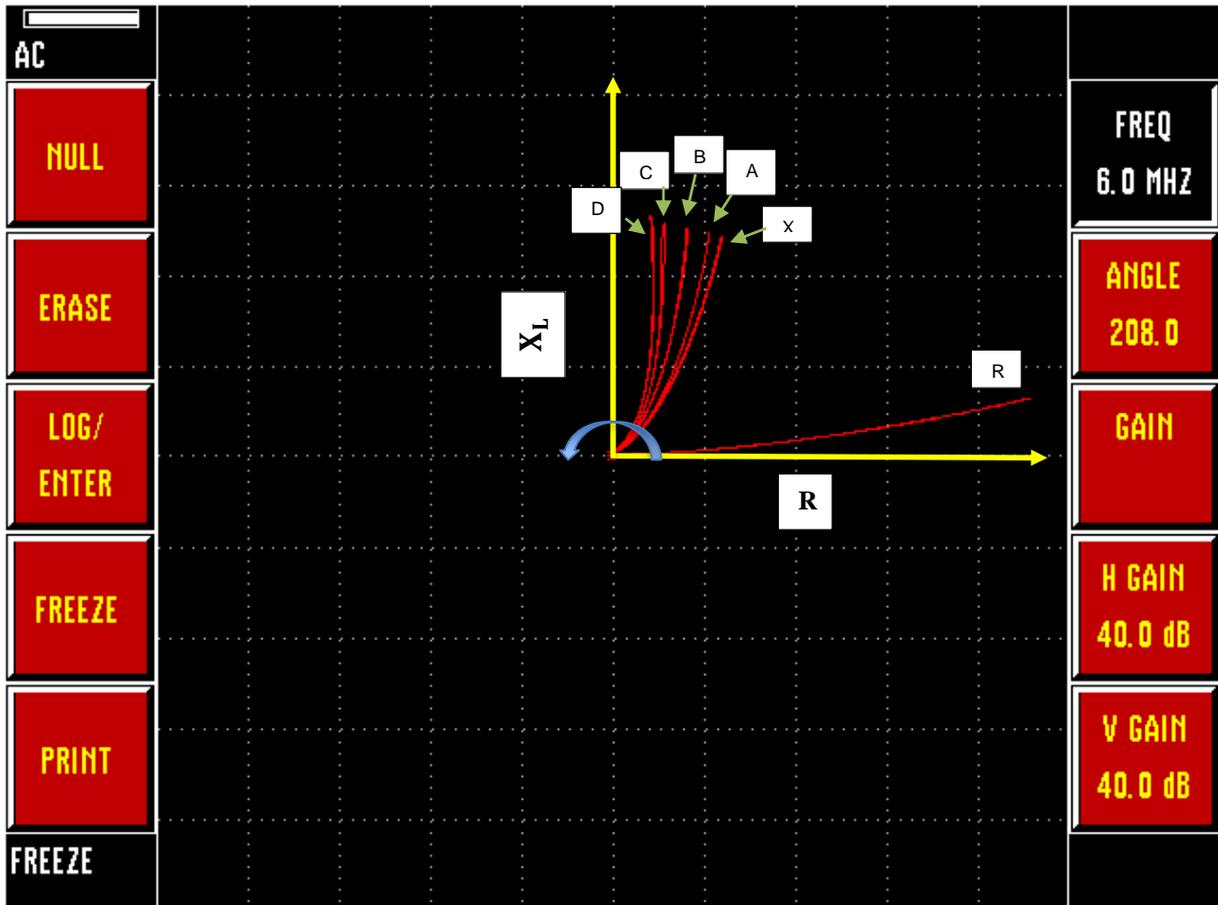


Figura 4.35 Curvas de conductividad eléctrica a una frecuencia de 6 MHz con punta tipo lápiz en la zona afectada térmicamente, R) Inoxidable 304, X) DSS sin tratamiento térmico, A) DSS 1000°C, B) DSS 1100 °C, C) DSS 1150 °C, D) DSS 1200 °C.

Tabla 4.10 Conductividad eléctrica en la zona afectada térmicamente medida mediante la sonda tipo lápiz con una frecuencia de 6 MHz comparado con el contenido de derrita medido mediante microscopía óptica.

Conductividad eléctrica sonda tipo lápiz en ZAT		
Pieza	% IACS	Ferrita en OM(%)
X	9.62	34
A	10.43	49
B	13.28	52
C	14.60	55
D	15.41	61

4.5.3 *Calculo del ángulo de impedancia*

Debido a que las mediciones obtenidas mediante la punta tipo lápiz en el método de corrientes inducidas nos muestran únicamente curvas de conductividad eléctrica y no un resultado como tal de la conductividad, es necesario hacer el cálculo de los ángulos de impedancia y así poder obtener el valor de la conductividad en cada una de las curvas de conductividad medidas en el espectro de curvas de conductividad medidos en cada una de las zonas.

Inicialmente se obtuvieron los espectros de conductividad de cada una de las zonas posteriores a ello se calcularon los espectros de conductividad. Posterior a ello para poder hacer el cálculo del ángulo se utilizó la ecuación de recta (ec 4.1) con la ayuda del software Origin pro 8 los datos necesarios para resolver la ecuación tanto el valor de X1 y X2 como el Y1 y Y2 en todas las curvas de conductividad.

$$\theta_{Arc\ tan} = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1} \dots\dots\dots (ec.4.1)$$

Después de obtener el valor del ángulo de impedancia en cada uno de las curvas de conductividad se utilizó como referencia el acero inoxidable 304 que tiene un valor de conductividad eléctrica conocida para por medio de interpolación obtener el valor de la conductividad eléctrica en cada uno de las muestras medidas con la punta de lápiz este mismo procedimiento se utilizó para todas las zonas estudiadas metal base, cordón de soldadura y zona afectada térmicamente en la tabla 4.11 se muestran los resultados obtenidos tanto del ángulo de impedancias como de valor de conductividad en as 3 zonas.

Tabla 4.11 Calculo de los ángulos de conductividad para la sonda tipo lápiz.

Metal base					
	X	Y	Pendiente m	Angulo de Fase (Grados)	% IACS
Origen	0.01474	0.00254			
1	1.89571	1.94371	1.032	0.01398	15.16
0	1.80227	2.09712	1.172	0.01509	13.45
3	1.54633	1.86189	1.214	0.01539	13.72
5	1.55648	2.28531	1.481	0.01705	15.20
9	1.32288	1.93144	1.475	0.01801	16.06
7	1.10148	2.0603	1.894	0.01894	16.88
Cordón de soldadura					
X	2.67609	1.55619	0.583782667	0.009222488	10
A	2.59467	1.80185	0.697425899	0.01062899	11.5250792
B	2.23437	1.967	0.885039398	0.012644698	13.7107231
C	1.7723	2.08466	1.184665104	0.015179575	16.4593059
D	1.29597	2.24981	1.753994209	0.01801	19.528353
Zona afectada térmicamente					
X	2.33652	1.74676	0.751242581	0.011245085	9.62
A	2.02182	1.68703	0.83927397	0.012186482	10.4253515
B	1.65065	2.01867	1.232421099	0.015518352	13.2757161
C	1.45295	2.13814	1.48490137	0.017071335	14.6042689
D	1.26736	1.94863	1.553615622	0.01801	15.407283

4.6 Matriz de Correlación estadística de resultados.

Inicialmente se tomaron los datos obtenidos en las diferentes técnicas aplicadas para posteriormente realizar pruebas de Shapor-Wilks y obtener que datos tiene un comportamiento normal y cuales uno no normal, con ello poder utilizar los datos de la matriz de correlación adecuada ya sea Pearson o Spearman para después ponderar la precisión de cada una de las técnicas en la detección de la variación de la relación de fases en el acero inoxidable dúplex.

4.6.1 Matriz de correlación metal base para técnicas no destructivas

En la zona de metal base de la unión se aplicaron las técnicas no destructivas de potencial termoeléctrico para sus 3 diferentes puntas (Cu, Au, Ni), en cuanto a corrientes inducidas se utilizó la punta de lápiz a 6 MHZ y el tipo pancake a 600 y 480 KHZ con los datos obtenidos

en las mediciones aplicadas se creó la matriz de correlación Pearson figura 4.36 para metal base y la matriz de correlación de Spearman figura 4.37 para metal base.



Figura 4.36 Matriz de correlación de Pearson para metal base.

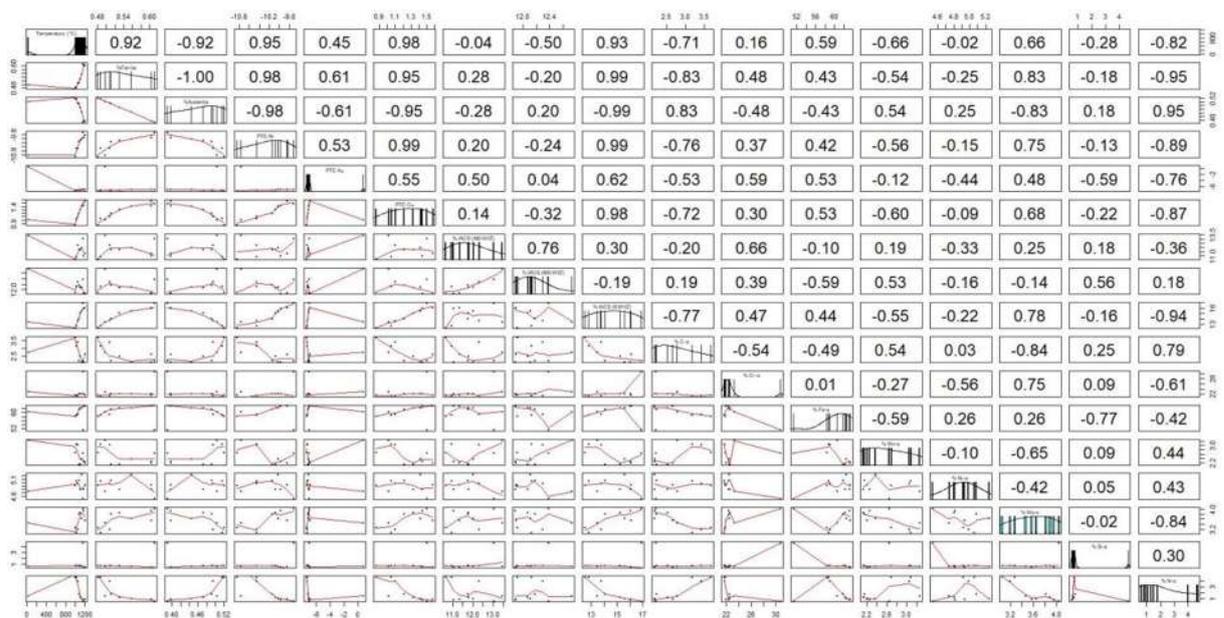


Figura 4.37 Matriz de correlación de Spearman para metal base.

De acuerdo a los resultados en las matrices se pondero la precisión de las técnicas aplicadas en el metal base como se muestra en la tabla 4.12 y la figura 4.38 donde es claro que la técnica de mayor presión es la de corrientes inducidas con la punta tipo lápiz asemejándose en un 96% a los resultados obtenidos en microscopia óptica. Por otro lado, la punta tipo pancake utilizada en corrientes inducidas tiene los resultados en la correlación más bajos con 27% para la de 600 KHz y apenas un 1 % para la de 480 KHz. Mientras que en la técnica de potencial termoeléctrico los valores se mantuvieron más estables, aunque hubo variación entre los resultados obtenidos en cada una de las puntas, la punta de cobre fue la de la correlación más alta con un 93% además de la punta de níquel la cual mostro un 88% de correlación y por último la punta de oro la cual fue la de menos precisión en esta técnica obteniendo un 61% de correlación.

Tabla 4.12 Correlación de las técnicas de ensayos no destructivos comparados contra porcentaje de fases medido en microscopia óptica en el metal base.

Metal Base	
END	Coefficiente
Punta de lápiz (6 MHz)	0.96
PTE-Cu	0.93
PTE-Ni	0.88
PTE-Au	0.61
Punta pancake (60 KHz)	0.27
Punta pancake (480 KHz)	0.1

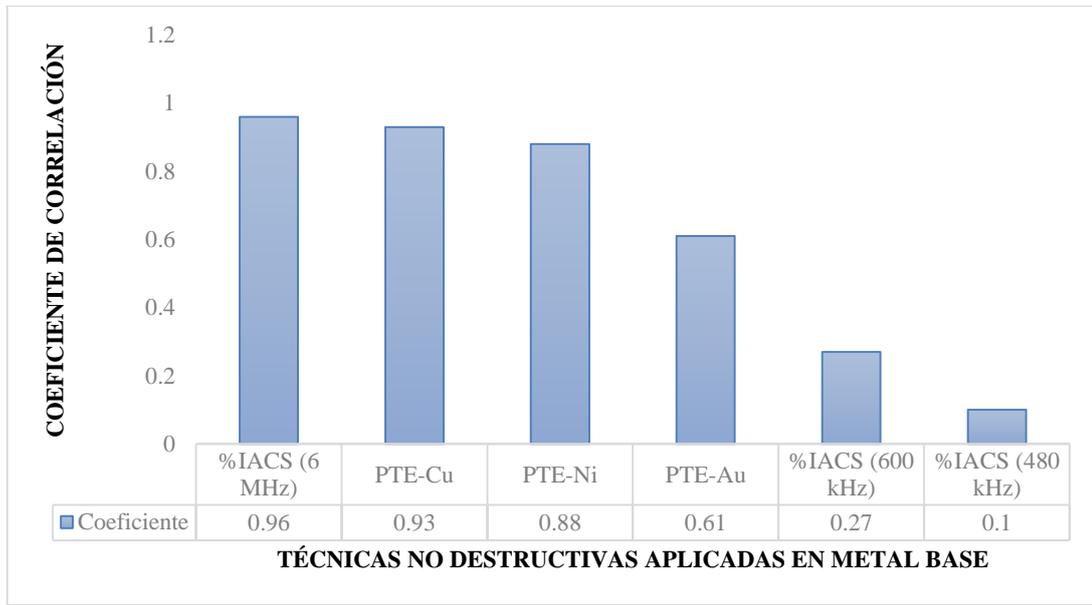


Figura 4.38 Gráfico de correlación de técnicas no destructivas aplicadas en metal base comparadas contra el porcentaje de fases obtenido en microscopía óptica.

4.6.2 Matriz de correlación metal base para microelementos de aleación.

Una vez obtenida la precisión de las técnicas de acuerdo a la matriz de correlación se correlacionaron los resultados obtenidos de porcentaje de elemento recabados en los mapeos químicos mediante microscopía electrónica de barrido en la tabla 4.13 la correlación del porcentaje de ferrita en el acero inoxidable dúplex y los elementos de aleación y el grafico 4.39 que muestras los elementos estabilizadores de cada fase correlacionados con el contenido de ferrita de esto se obtenemos que los elementos que se entran en el lado positivo del grafico son los elementos estabilizadores de la ferrita y los elementos que se encuentran en el lado negativo son los elementos estabilizadores de la austenita. Esto concuerda con las referencias [1] donde se expresa que el Cr, Mo y Fe son elementos estabilizadores de la ferrita por otro lado el C, Mn, Ni, N, Si son elementos estabilidades de la Austenita.

Tabla 4.13 Correlación de los elementos microaleantes y el porcentaje de ferrita en el metal base

Elemento estabilizador-ferrita		
Elemento estabilizador	Valor del Coeficiente	Fase estabilizada
% C- α	-0.68	Austenita
% Cr- α	0.48	Ferrita
% Fe- α	0.43	Ferrita
% Mn- α	-0.53	Austenita
% Ni- α	-0.36	Austenita
% Mo- α	0.71	Ferrita
% Si- α	-0.18	Austenita
% N- α	-0.95	Austenita

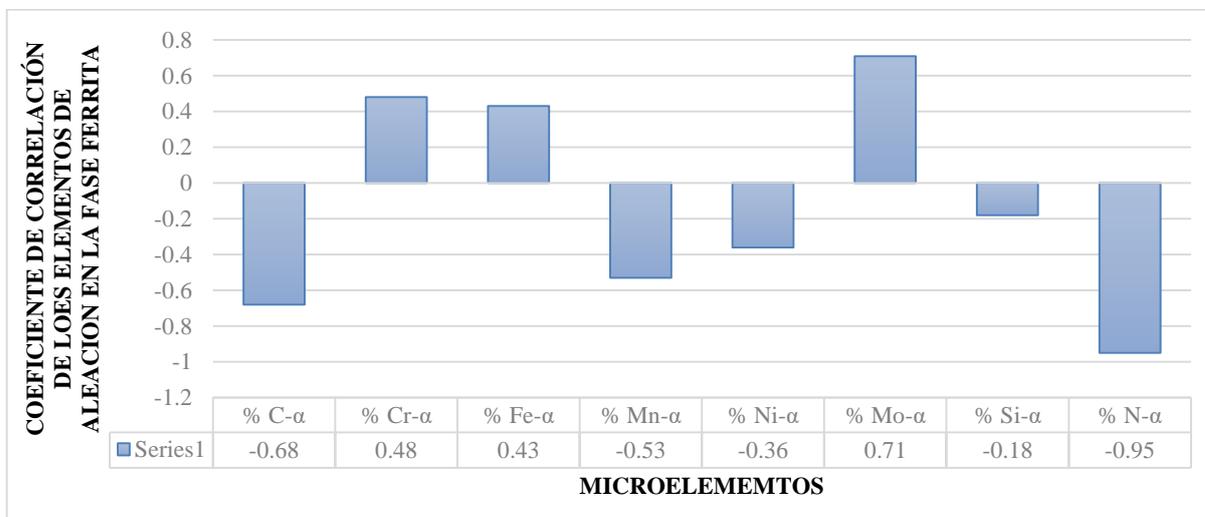


Figura 4.39 Gráfico de correlación de los elementos estabilizadores y la fase ferrita en el metal base.

También se hizo una correlación entre los valores obtenidos de las técnicas no destructivas con los elementos de microaleación para poder definir qué elementos son los que influyen mayormente en las mediciones de las técnicas no destructivas en la tabla 4.14 se muestra la ponderación de los microelementos en la técnica de potencial termoeléctrico para las 3 puntas (Cu, Ni, Au) además de la ponderación de la técnica corrientes inducidas con punta de lápiz a 6MHz y tipo pancake a 600 y 480 KHz, los resultados muestran valores con signo positivo lo que significa que el microelemento iba en aumento al aumentar la temperatura del tratamiento

térmico aplicado, por otro lado, los de signo negativo nos muestran los elementos en decremento con el aumento de la temperatura de tratamiento térmico aun que mientras mayor sea el valor de la ponderación ya sea positivo o negativo la correlación es mayor con las mediciones de cada técnica.

Tabla 4.14. Resultados de la correlación entre elementos estabilizadores y técnicas de ensayos no destructivos aplicados en metal base.

Elemento Estabilizador	PTE-Cu	PTE-Ni	PTE-Au	EC Punta lápiz (6MHZ)	EC Punta pancake (600 KHZ)	EC Punta pancake (480 KHZ)
% C	-0.78	-0.78	0	-0.78	-0.02	-0.29
% Cr	0.3	0.37	0.59	0.47	0.39	0.66
% Fe	0.53	0.42	0.53	0.44	-0.59	-0.01
% Mn	-0.65	-0.68	0.52	-0.59	0.66	0.37
% Ni	-0.15	-0.16	-0.31	-0.35	-0.33	-0.43
% Mo	0.71	0.74	-0.09	0.81	-0.07	0.25
% Si	-0.22	-0.13	-0.59	-0.16	0.56	0.18
% N	-0.87	-0.89	-0.76	-0.94	0.18	0.36

Se graficaron las 3 técnicas de mayor correlación que son corrientes de Eddy con punta de lápiz a 6 MHZ figura 4.40, potencial termoelectrico con punta de cobre y punta de níquel en la figura 4.41 y 4.42 respectivamente. Donde las 3 técnicas coinciden al estar fuertemente influenciadas por los mismos elementos que son el C, N, Mo y en una proporción menor el Mn lo que no ocurre en las técnicas de menos efectividad dejando claro que estos son los elementos que principalmente influyen para las mediciones en las técnicas no destructivas aplicados en el acero inoxidable dúplex 2205 en metal base.

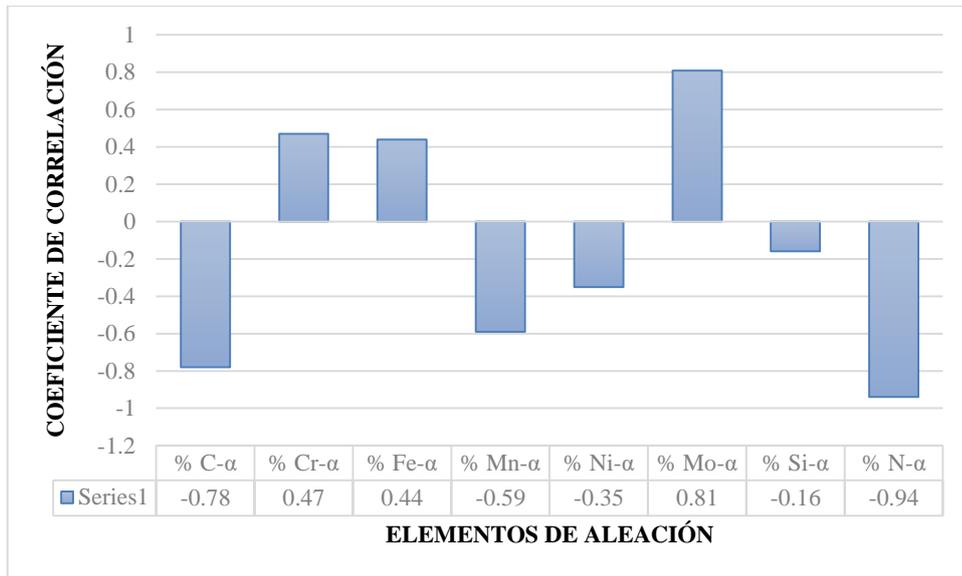


Figura 4.40 Correlación de los elementos estabilizadores y las mediciones de corrientes inducidas con punta de lápiz a 6 MHz.

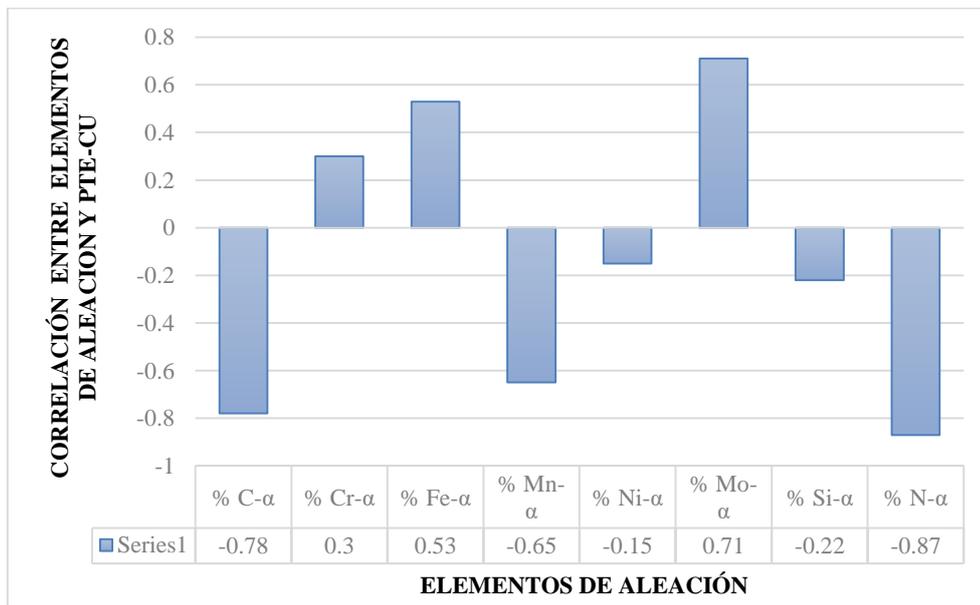


Figura 4.41 Correlación de los elementos estabilizadores y las mediciones de potencial termoelectrico con punta de cobre en el metal base.

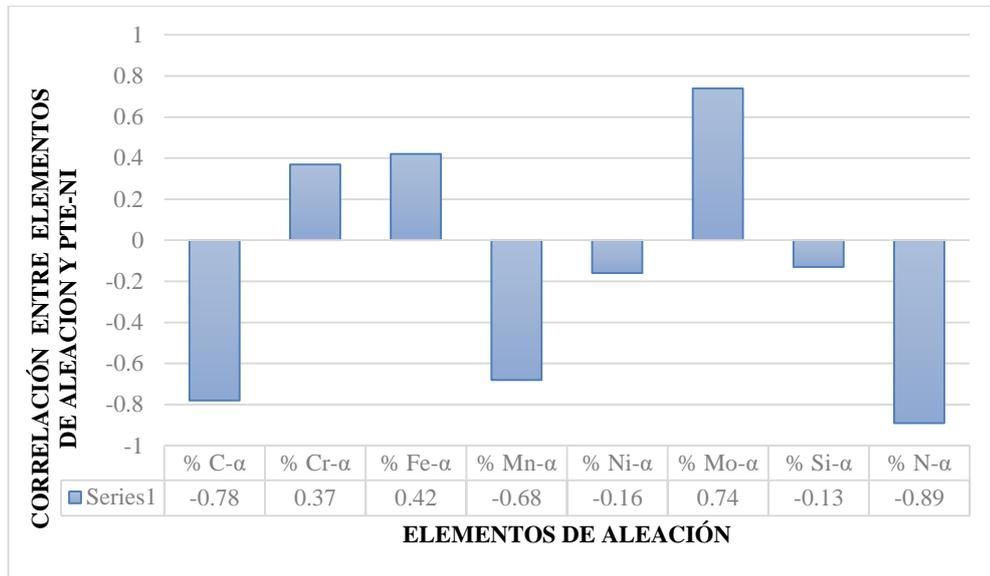


Figura 4.42 Correlación de los elementos estabilizadores y las mediciones de potencial termoeléctrico con punta de níquel en el metal base.

4.6.3 Matriz de correlación cordón de soldadura para técnicas no destructivas.

En la zona de cordón de soldadura únicamente se aplicó la técnica de potencial termoeléctrico para sus 3 puntas (Cu, Ni, Au) y la de corrientes inducidas con punta de lápiz a 6 MHz ya que las puntas tipo pancake no son factibles para ser utilizadas en esta zona. Al igual que en metal base con los resultados obtenidos en las mediciones de las técnicas se creó una matriz de correlación para datos lineales Pearson figura 4.43 y otra matriz para datos lineales Spearman figura 4.44 esta vez con los valores obtenidos en las mediciones de cordón de soldadura.

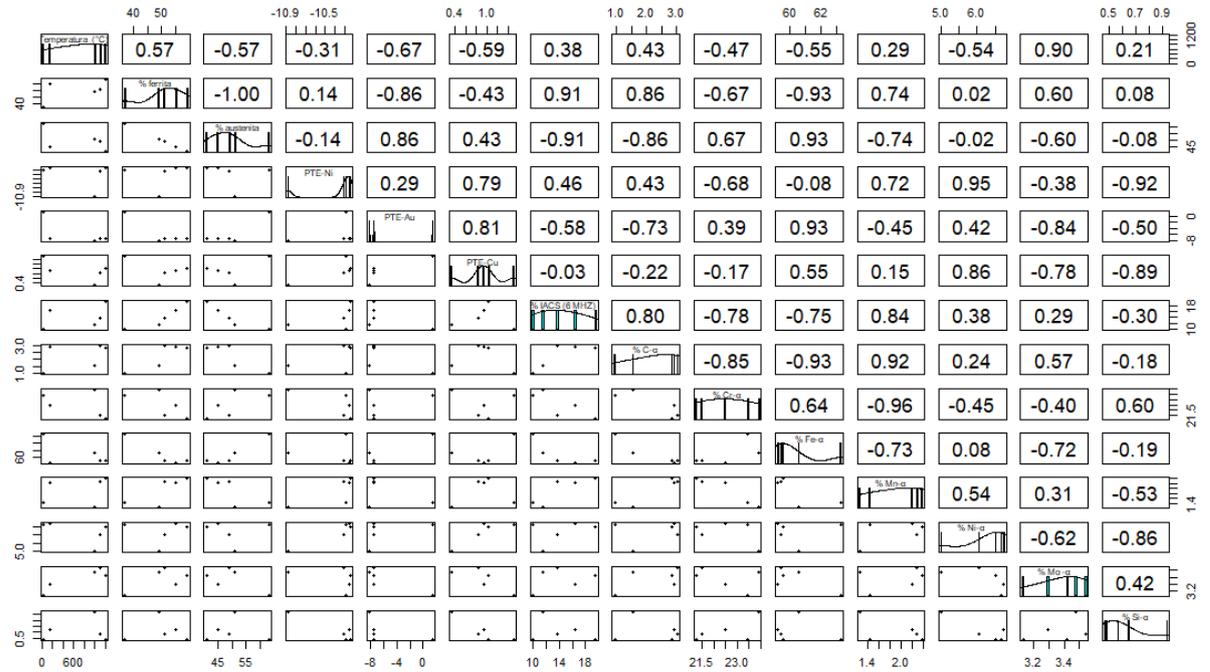


Figura 4.43 Matriz de correlación de Pearson para cordón de soldadura.

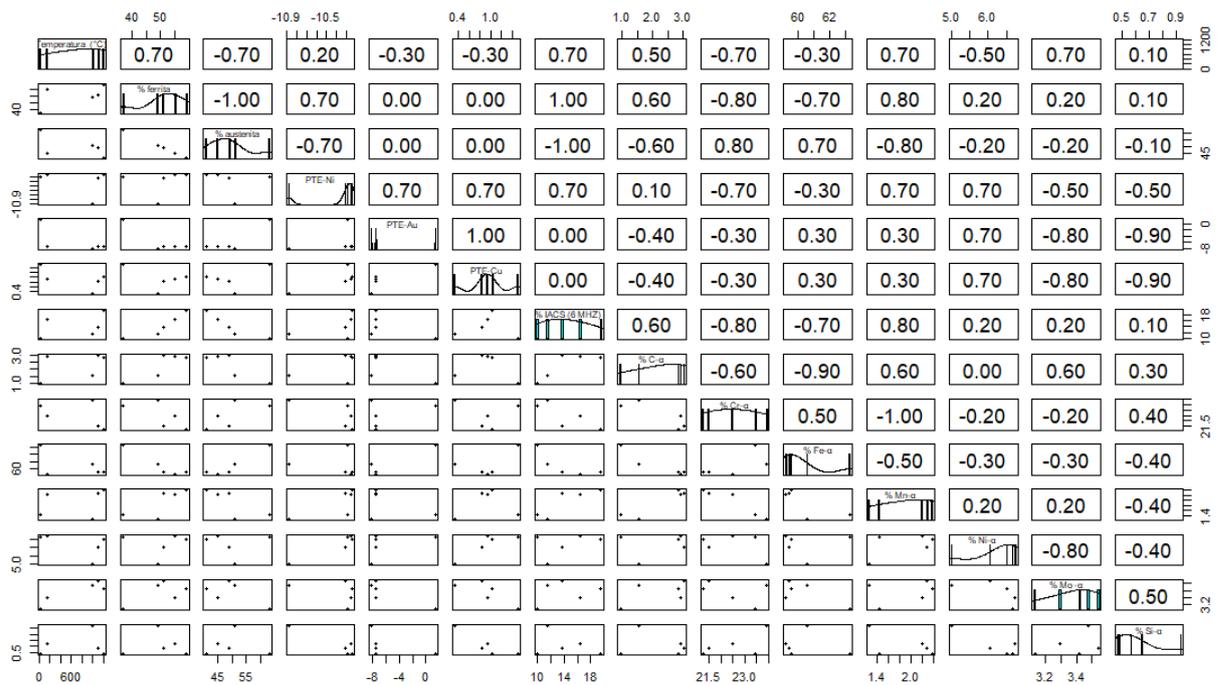


Figura 4.44 Matriz de correlación de Spearman para cordón de soldadura.

De igual manera que en el metal base, de acuerdo con las ponderaciones obtenidas en las matrices ya sea lineal o no lineal el valor, se realizó una tabla 4.15 donde se expresa la técnica con mayor precisión correlacionándola con los valores obtenidos en los porcentajes de fase ferrita medida con microscopia óptica y el software Sigma Scan pro 5. Además de graficar los resultados en la figura 4.45, de acuerdo a los datos obtenidos en la correlación la técnica con mayor precisión en la zona de soldadura es la de corrientes inducidas con punta de lápiz que tiene una correlación de 91%, seguido de la técnica de potencial termo eléctrico con punta de níquel con tan solo un 70 % de correlación las cuales serían las técnicas que se asemejan más a las mediciones obtenidas por el software en microscopia óptica. Por otro lado, las técnicas de potencial termoelectrónico con punta de Cu y Au tienen una correlación muy baja de tan solo 43 y 14 por ciento junto con la punta tipo pancake que no tiene correlación alguna con los resultados.

Tabla 4.15 Correlación de las técnicas de ensayos no destructivos comparados contra porcentaje de fases medido en microscopia óptica en cordón de soldadura.

END	Coficiente
Punta lápiz (6 MHz)	0.91
PTE-Ni	0.7
PTE-Cu	0.43
PTE-Au	0.14
Punta pancake (480 kHz)	0
Punta de pancake (60 kHz)	0

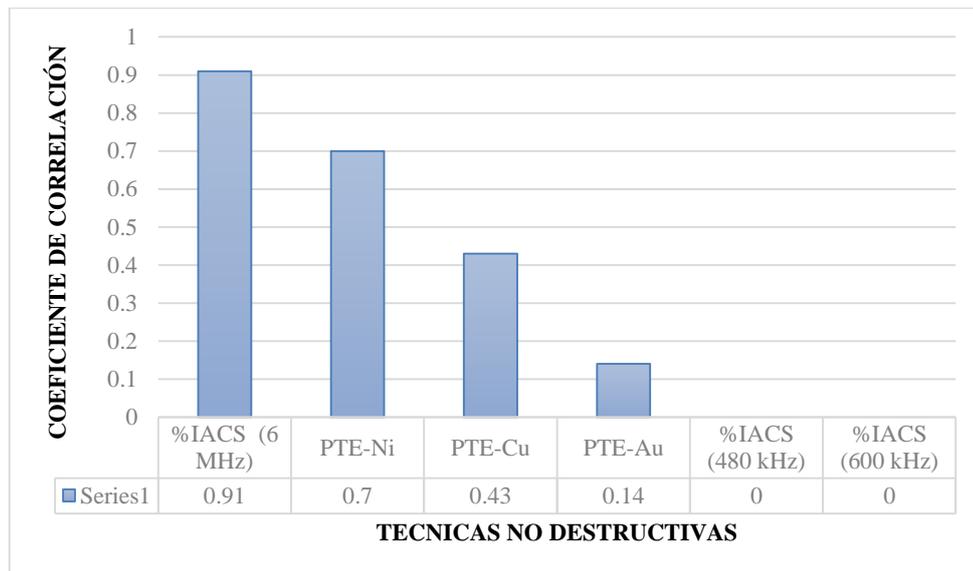


Figura 4.45 Gráfico de correlación de técnicas no destructivas aplicadas en cordón de soldadura comparadas contra el porcentaje de fases obtenido en microscopía óptica.

4.6.4 Matriz de correlación cordón de soldadura para microelementos de aleación.

Para la correlación de los elementos en el cordón de soldadura con la fase ferrita se utilizaron los valores obtenidos por los mapeos químicos aplicados mediante microscopía electrónica de barrido y se comparó contra el porcentaje de fases obtenido en microscopía óptica como se muestra en la figura 4.46, donde observamos que los elementos C, Mn, Ni y Mo son elementos que van en aumento en la fase ferrita en el cordón de soldadura por otro lado el Cr, Fe y el Si van en decremento esto debido al aumento de la fase ferrita y la disminución de la fase austenita con el aumento de la temperatura de tratamiento térmico.

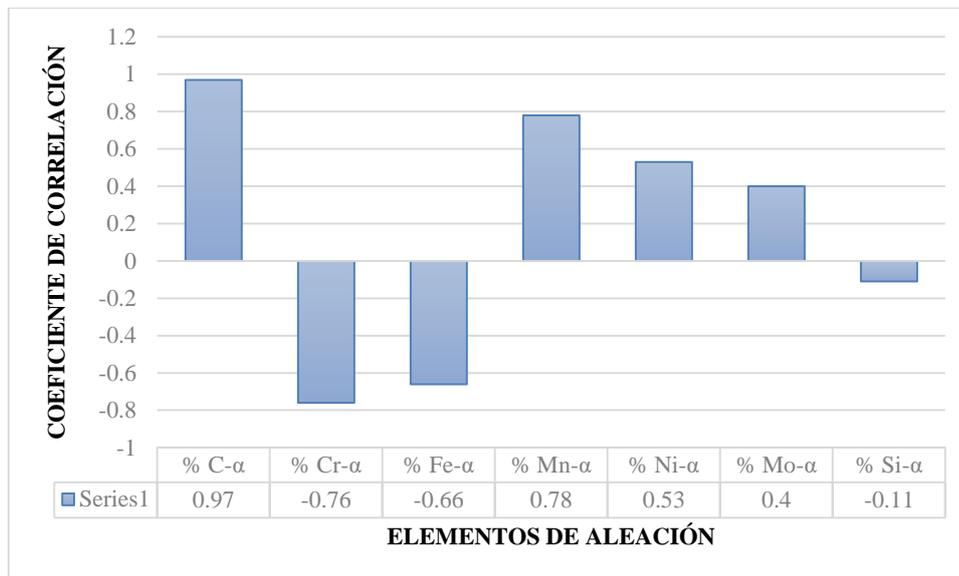


Figura 4.46 Gráfico de correlación de los elementos estabilizadores y la fase ferrita en el cordón de soldadura.

Debido a que únicamente las técnicas de punta de lápiz a 6 MHz y potencia termoeléctrico punta de lápiz se consideraron como eficientes para la detección de cambio en relación de fases en el cordón de soldadura para el acero inoxidable dúplex se analizaron los elementos de aleación que estaban mayormente influenciando las mediciones en la tabla 4.16 se muestran los resultados de las dos técnicas observando la similitud que se tiene con los resultados obtenidos para la fase ferrita sobre todo en la técnica de corrientes inducidas la cual tiene la mayor correlación con las mediciones de porcentaje de fases medida por microscopía óptica, en la figura 4.47 se puede observar el comportamiento que tiene los elementos en correlación con las mediciones de corrientes inducidas punta de lápiz comparándola con la figura 4.38 coinciden en que los elementos más representativos en las mediciones son C, Cr, Fe y el Mn dentro de los cuales el carbono y el manganeso van en aumento y el Fe y el Cr en decremento dentro de la fase ferrita con esto se consolida que las mediciones las mediciones de ensayos no destructivos por punta de lápiz son sensibles a dichas variaciones y en un medida menor pero también aceptable la técnica de potencial termoeléctrico con punta de Níquel.

En cambio, las técnicas de potencial termoeléctrico con punta de Au y Cu tienen una sensibilidad muy baja a estos cambios por lo que se consideran técnicas no adecuadas para hacer dichas mediciones en cuanto a la variación en relación de fases en el cordón de soldadura.

Tabla 4.16 Resultados de la correlación entre elementos estabilizadores y fase ferrita, PTE punta de Ni y EC punta de lápiz a 6MHz aplicados en el cordón de soldadura.

Elementos	Ferrita	% IACS (6 MHz)	PTE-Ni
% C- α	0.86	0.8	0.43
% Cr- α	-0.67	-0.78	-0.68
% Fe- α	-0.7	-0.7	-0.3
% Mn- α	0.74	0.84	0.72
% Ni- α	0.02	0.38	0.95
% Mo- α	0.6	0.29	-0.38
% Si- α	0.08	-0.3	-0.92

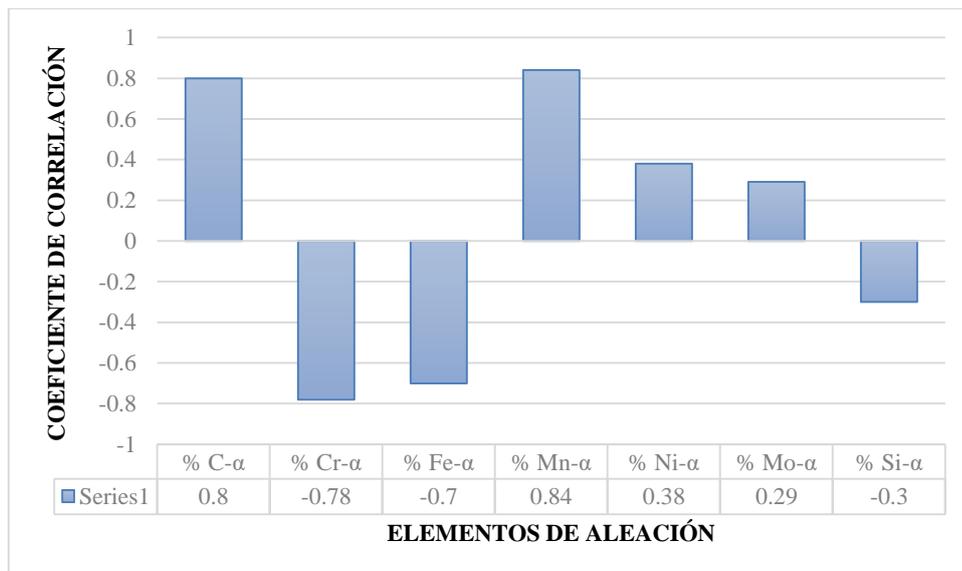


Figura 4.47 Correlación de los elementos estabilizadores y las mediciones de corrientes inducidas con punta de lápiz a 6 MHz en el cordón de soldadura.

4.6.3 Matriz de correlación zona afectada térmicamente para técnicas no destructivas.

La última zona analizada fue la zona afectada térmicamente, en la cual se aplicaron las mismas técnicas aplicadas en el cordón de la soldadura, potencial termoelectrico con punta de Au, Cu, Ni además de corrientes inducidas con punta de lápiz, ya que por su morfología la punta tipo pancake no puede ser utilizada en esta zona.

A través de los datos recabados al hacer las mediciones en dicha zona con las técnicas antes mencionadas se crearon las matrices de correlación de Pearson y Spearman que se muestran en la figura 4.48 y 4.49 respectivamente.

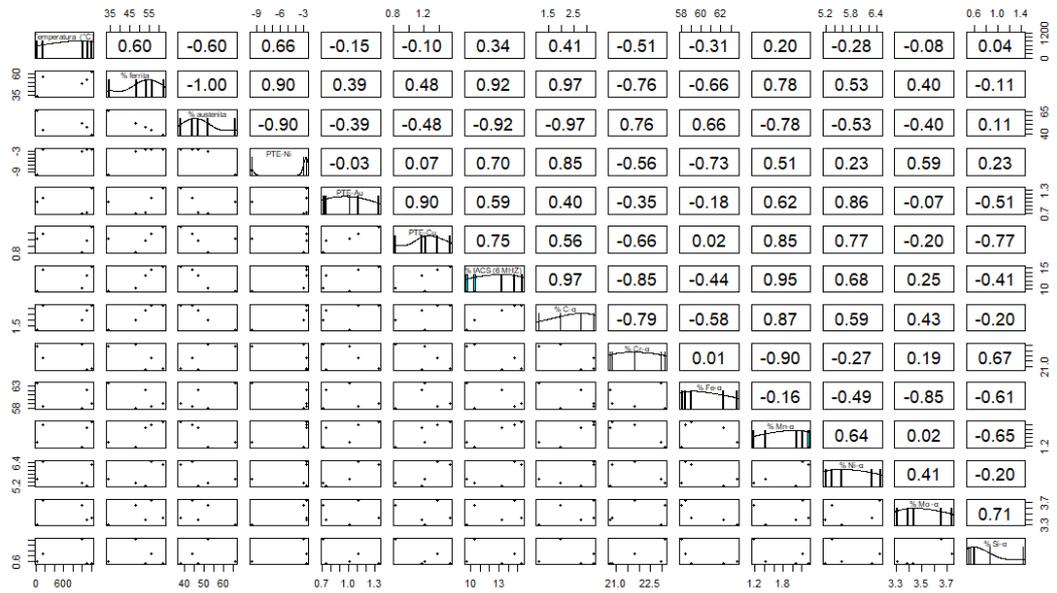


Figura 4.48 Matriz de correlación de Pearson para zona afectada térmicamente.

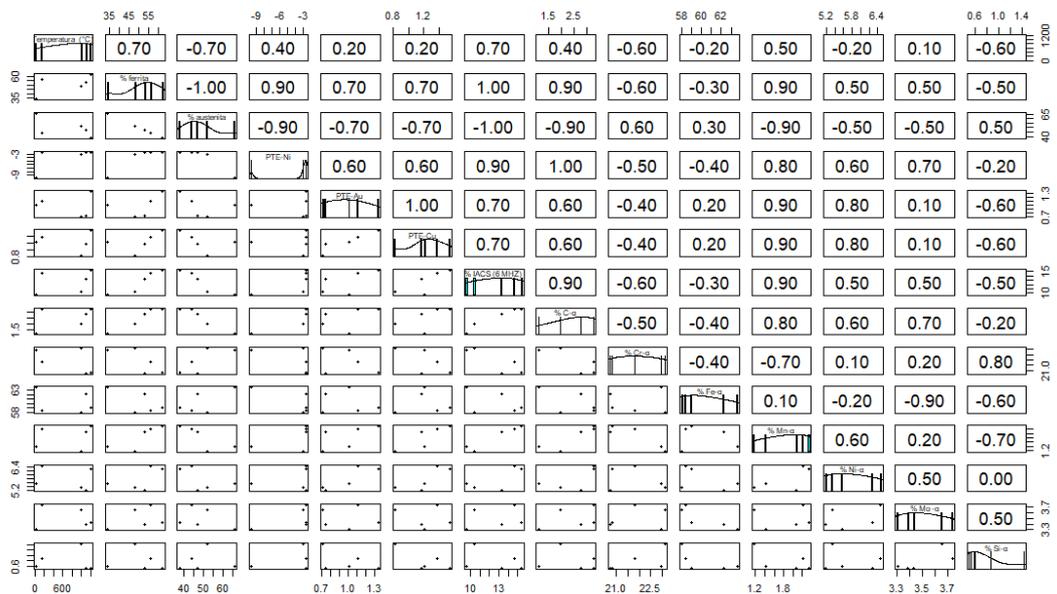


Figura 4.49 Matriz de correlación de Spearman para zona afectada térmicamente.

De acuerdo con los resultados obtenidos en las matrices se obtuvo la técnica más precisa para las mediciones de la variación en la relación de fases en esta zona la cual sería nueva mente como en las zonas anteriores la técnica de corrientes de Eddy punta de lápiz con una correlación del 92% seguido de la técnica de potencial termoeléctrico con punta de lápiz la cual tiene una correlación muy similar de un 90 % resultado muy aceptable ya que se considera una técnica apta para hacer dichas mediciones, posterior a ello la correlación de las técnica descienden de manera muy significativa, la técnica de PTE punta de Cu únicamente tiene un 48% de correlación y la de punta Au de 39%. Los resultados se expresan en la tabla 4.17 y se muestran gráficamente en la figura 4.50 dejando claro que las mejores técnicas para emplear en la zona afectada térmicamente son corrientes de Eddy punta de lápiz a 6 MHz y PTE con punta de níquel.

Tabla 4.17 Correlación de las técnicas de ensayos no destructivos comparados contra porcentaje de fases medido en microscopia óptica en zona afectada térmicamente.

Correlación de técnicas ensayos no destructivos	
END	Coefficiente
%IACS (6 MHz)	0.92
PTE-Ni	0.9
PTE-Cu	0.48
PTE-Au	0.39

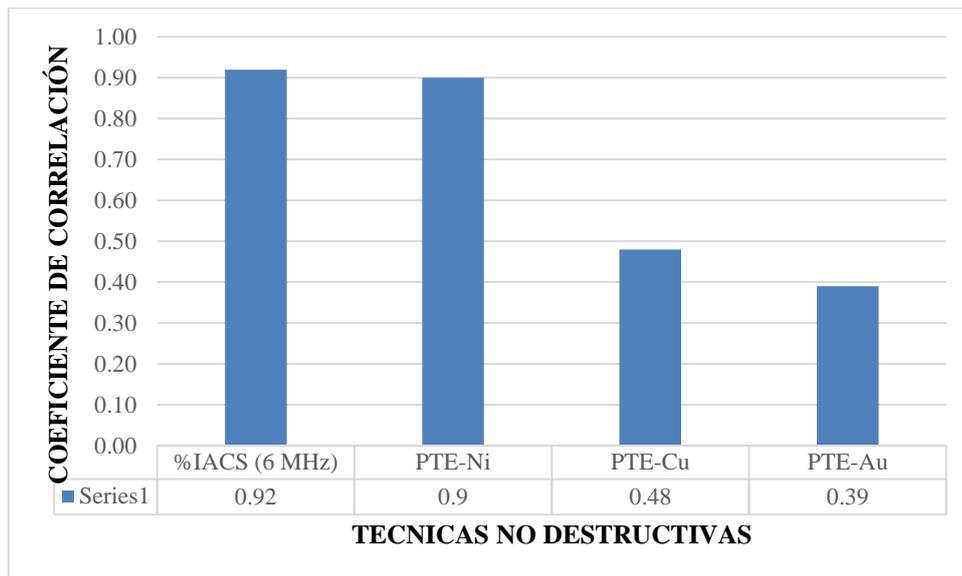


Figura 4.50 Gráfico de correlación de técnicas no destructivas aplicadas en zona afectada térmicamente comparadas contra el porcentaje de fases obtenido en microscopia óptica.

4.6.4 Matriz de correlación zona afectada térmicamente para microelementos de aleación.

Por ultimo también se realizó una comparativa al igual que en la zona del metal base y cordón de soldadura de los resultados obtenido con los elementos de aleación del material, por medio de los mapeos químicos obtenidos en microscopia electrónica de barrido, tanto para los porcentajes de fase ferrita obtenidos como con las técnicas de END utilizadas en esta zona para poder obtener los elementos que más influyen en las mediciones.

Se realizó la tabla 4.18 donde se muestran las técnicas utilizadas y los coeficientes de correlación de cada elemento en las técnicas con ellos se graficó la figura 4.51 en la cual se muestra la comparativa para el porcentaje de ferrita y los elementos de la aleación del acero inoxidable dúplex donde el elemento de mayor correlación es el carbono con un 97 % que sería el elemento con mayor influencia el cual va en aumento seguido del Mn 78% estos dos en aumento conforme aumenta la temperatura de tratamiento térmico aplicado y el Cr que va en decremento y tiene una correlación de 76%.

Las técnicas que tenían mayor correlación con los resultados obtenidos en los porcentajes de fase comparados con microscopia óptica que fueron CE (corrientes de Eddy) punta de lápiz a 6 MHz y PTE-Ni en la figura 4.52 se observa la correlación de la técnica de corrientes inducidas con punta de lápiz la cual coincide con los elementos que influyen con la gráfica 4.51 de la fase ferrita que son el C con 97%, Mn con 95 % y el Cr que va en decremento 85 % por otra parte

en la figura 4.53 se muestra el comportamiento de los elementos de aleación comparados con la técnica de potencial termoeléctrico punta de níquel que coincide con los mismo 3 elementos como los de mayor correlación C con 85 %, Mn 51% y Cr 56%.

Lo que nos permite concluir que los elementos C, Mn y Cr son los elementos que mayor influencia tiene en las mediciones de técnicas no destructivas para la detección de la variación de fases en el acero inoxidable dúplex en la zona afectada térmicamente.

Tabla 4.18 Resultados de la correlación entre elementos estabilizadores y fase ferrita, PTE punta de Ni, Cu, Ni y EC punta de lápiz a 6MHz aplicados en ZAT.

Coeficiente de correlación					
Elementos	Ferrita	PTE-Ni	PTE-Au	PTE-Cu	EC punta lápiz
% C- α	0.97	0.85	0.4	0.56	0.97
% Cr- α	-0.76	-0.56	-0.35	-0.66	-0.85
% Fe- α	-0.66	-0.73	-0.18	0.02	0.44
% Mn- α	0.78	0.51	0.62	0.85	0.95
% Ni- α	0.53	0.23	0.86	0.77	0.68
% Mo- α	0.4	0.59	-0.07	-0.2	0.25
% Si- α	-0.11	0.23	-0.51	-0.77	-0.41

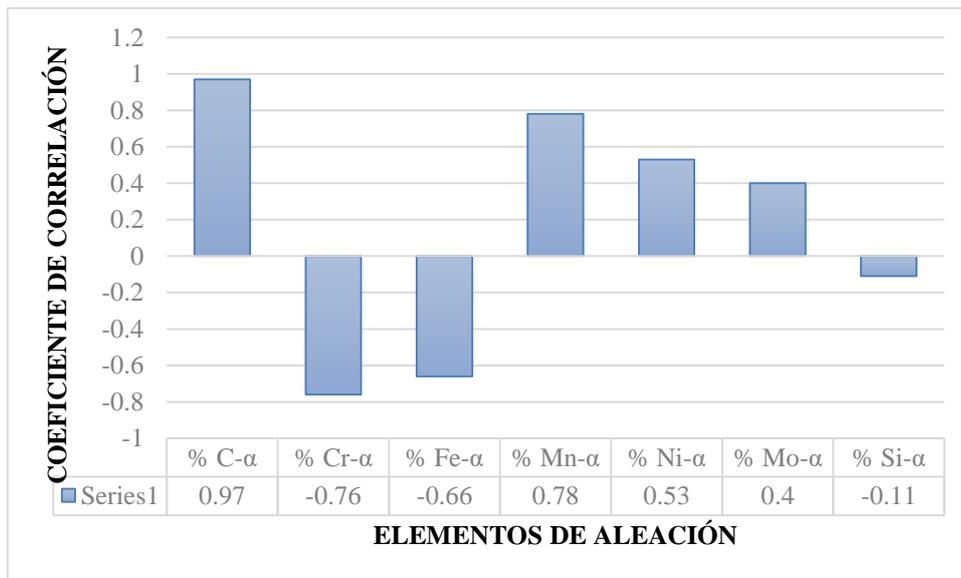


Figura 4.51 Gráfico de correlación de los elementos estabilizadores y la fase ferrita en zona afectada térmicamente.

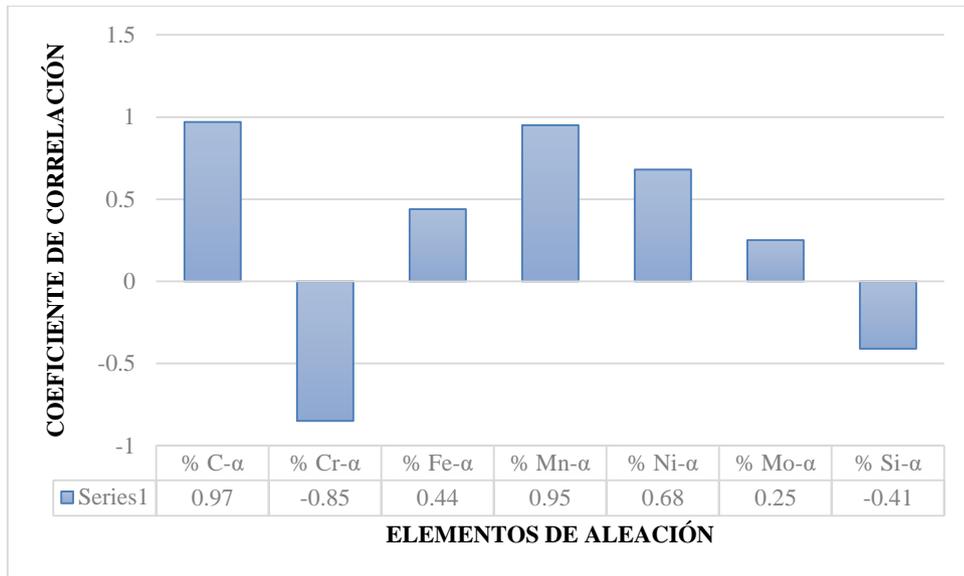


Figura 4.52 Correlación de los elementos estabilizadores y las mediciones de corrientes inducidas con punta de lápiz a 6 MHz en zona afectada térmicamente.

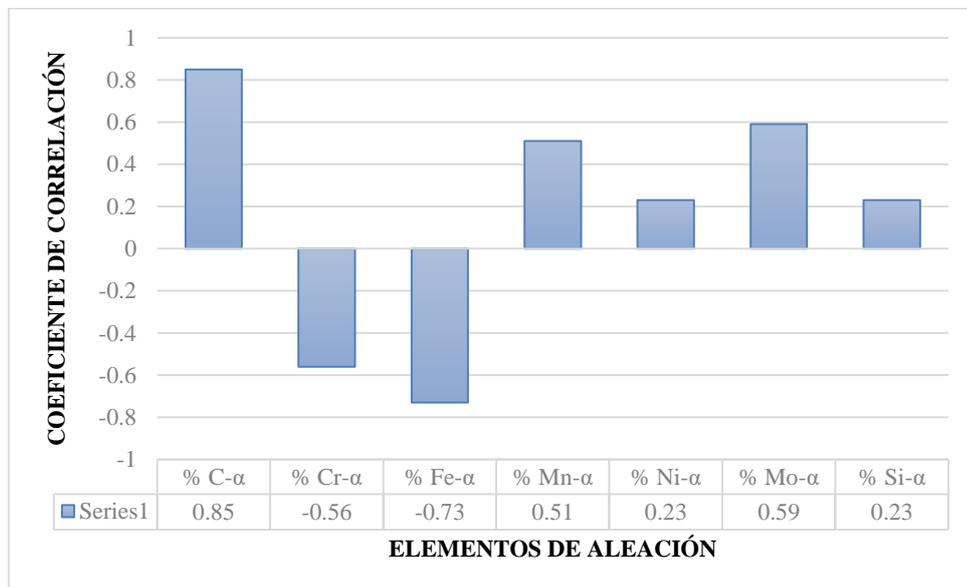


Figura 4.53 Correlación de los elementos estabilizadores y las mediciones de potencial termoeléctrico con punta de níquel en zona afectada térmicamente.

Capítulo 5.- Conclusiones

- El porcentaje de ferrita aumento conforme aumento la temperatura de tratamiento térmico al aplicar el solubilizado en el metal base, cordón de soldadura y zona afectada térmicamente.
- La microestructura en metal base está compuesta únicamente por granos de ferrita y austenita al aplicar un solubilizado completo entre los rangos de temperatura 1000 °C y 1200 °C con un sentido de aumento en el porcentaje de la fase ferrita, aun que dichos granos engrosan en ambas fases conforme aumenta la temperatura.
- La técnica de potencial termoeléctrico es sensible a los cambios de fase en el metal base, las puntas de Cu y Ni estas son las idóneas para ser utilizadas en esta zona debido a que son las que muestran mejor sensibilidad en el metal base, por otro lado, la punta de Au muestra una sensibilidad menor.
- La técnica de potencial termoeléctrico es sensible a los cambios de fase en el cordón de soldadura y la zona afectada térmicamente, pero es idóneo medirlos mediante la punta de Ni ya que es la punta con mayor sensibilidad en estas dos zonas, aunque, la punta de Au y Cu tiene sensibilidad está muy por debajo de la sensibilidad en la punta de Ni para estas dos zonas de la unión.
- La técnica de corrientes inducidas medida mediante la sonda tipo pancake a las dos frecuencias utilizadas (60 KHz y 480 KHz) muestran una sensibilidad muy baja en la variación de relación de fases, por lo tanto, esta técnica no es recomendable para ser aplicada en este caso, además no es posible utilizarla en las zonas de cordón de soldadura y ZAT.
- La técnica de corrientes inducidas medida mediante la sonda tipo lápiz (6 MHz) es sensible a los cambios en la relación de fase medidos en el metal base del acero inoxidable dúplex, debido a su alta sensibilidad es la técnica más recomendable para hacer esta medición.

- La técnica de corrientes inducidas medida con la sonda tipo lápiz (6 MHz), es sensible a la variación de porcentaje de fases en el cordón de soldadura y zona afectada térmicamente, debido a su morfología permite una alta accesibilidad a todas las zonas por tanto se define como la técnica idónea para realizar las mediciones de variación de fase en el acero inoxidable dúplex.
- Los elementos de aleación que más influencia tiene sobre las mediciones en las técnicas no destructivas al hacer las mediciones en el metal base para el acero inoxidable dúplex son el C, N, Mo.
- Los elementos de aleación que más influencia tiene sobre las mediciones de variación de fases en las técnicas no destructivas al hacer las mediciones en el cordón de soldadura y la zona afectada térmicamente son el C, Mn y Cr.

De acuerdo a los resultados obtenidos es posible concluir que se logró satisfacer las metas propuestas al inicio del proyecto, cumpliendo con el estudio del comportamiento en la relación de fases mediante los métodos propuestos de potencial termoeléctrico y corrientes inducidas, ya que fue posible simular la variación en relación de fases ferrita- austenita en los porcentajes establecidos de 40% a 60% al aplicar tratamientos térmicos en la unión, determinando también el contenido ferrita tanto en metal base, cordón de soldadura y zona afectada térmicamente con la técnica de potencial termoeléctrico, pudiendo llegar a concluir, que es una técnica que puede medir de manera confiable para hacer las mediciones de la variación en relación de fases del acero inoxidable dúplex 2205 en cualquiera de las zonas de una unión soldada. Las puntas recomendadas para utilizar en metal base son preferentemente la punta de Cu y la Ni las cuales presentaron la mejor sensibilidad en las mediciones, mientras que para el cordón de soldadura y la zona afectada térmicamente es recomendable utilizar la punta de Ni ya que es la que presenta una mayor sensibilidad en estos casos. Por otro lado, la técnica de corrientes inducidas o corrientes de Eddy de igual manera es una técnica completamente confiable para realizar las mediciones de variación de relación de fases ferrita-austenita en cualquiera de las 3 zonas de la unión utilizando una sonda tipo lápiz a altas frecuencias, es sensible a dichas mediciones, mostrando una alta efectividad respecto de las técnicas tradicionales para la medición de este porcentaje de fases, aunque la utilización de puntas tipo pancake, es poco precisa debido a su morfología y su baja sensibilidad no le permite obtener una buena sensibilidad para la detección de variación de fases. De acuerdo a los resultados también es posible concluir de acuerdo con la correlación establecida que las técnicas de potencial termoeléctrico y corrientes inducidas son técnicas de una alta sensibilidad, asemejándose a los valores obtenidos por los métodos

tradicionales de Mo y MEB utilizados para la detección de fases, mostrando que estas técnicas no destructivas son aptas para ser utilizadas tanto en campo con el laboratorio con una alta efectividad y una respuesta relativamente rápida de resultados. Por último, podemos afirmar el cumplimiento de la hipótesis establecida de acuerdo con las respuestas del acero inoxidable dúplex al aplicar el tratamiento térmico de solubilizado a las temperaturas entre 1000-1200 °C ya que los valores de ferrita y austenita variaron como se esperaba y las técnicas de potencial termoeléctrico y corrientes inducidas fueron sensibles a dichas variaciones estableciéndose como técnicas aptas y sensibles con una alta efectividad para la medición de dichos cambios.

Metas científicas

- Se modificó la relación de fases ferrita-austenita en las 3 zonas de la unión (Metal base, cordón de soldadura, zona afectada térmicamente) al aplicar los tratamientos térmicos de solubilizados a los valores de entre 40 y 60 %.
- Se midió la interacción del flujo de electrones mediante el efecto seebeck con el contenido de fase ferrita y austenita del acero inoxidable dúplex 2205.
- Se midió la interacción del fenómeno de inducción electromagnética con la relación de fases ferrita y austenita del acero inoxidable dúplex 2205.
- Se correlacionaron los valores obtenidos de potencial termoeléctrico y corrientes inducidas estadísticamente para poder ponderar numéricamente la precisión de las técnicas.

REFERENCIAS

- [1] TRM Stainless, *Directrices Prácticas para la Fabricación de los Aceros Inoxidables Dúplex*. Londres, Reino Unido: International Molybdenum Association (IMOA), 2012.
- [2] I. Me´sza´ros y P. Szabo. “Complex magnetic and microstructural investigation of duplex stainless steel”. *NDT&E International*. 38, 517-521. 2005.
- [3] L. He y P. M. Singh. "Effects of annealing temperature on pitting corrosion of UNS S32003 duplex stainless steels". *NACE International*. vol. 0. 2017.
- [4] M. Salazar, R. Garcia, V. H. López, R. Galván y A. Contreras. “*Improvement of UNS S32205 Duplex Welds by GMAW and Controlled Magnetic Field for Offshore Pipelines and Flowlines Applications*”. *Journal of Offshore Mechanics and Arctic Engineering by ASME*. Vol. 139/051302-1. 2017.
- [5] J.C.M. Farrar y Col. *The Measurement of Ferrite Number (FN) in Real Weldments- Final Report*. *Welding in the world*. Vol.49. N 5/6. 2005.
- [6] M. Lindgren, T. Lepisto. *On the stress vs. Barkhausen noise relation in a duplex stainless steel*. *NTD&E International*. Vol 37,403-410. 2004.
- [7] H. Astrom. “*Welding of Duplex Stainless steel*”. Conference: ELGA Sales meeting 2013, At Partille, Sweden. 2015.
- [8] B. Gideon, L. Ward y K. Short. “*Characterization of the Weld Regions within Duplex Stainless Steels using Magnetic Force Microscopy*”. *Environmental and Chemical Engineering*. Vol 7. No.2. 115-126. 2007.
- [9] D. J. Kotecki. “*Ferrite Control in Duplex Stainless Steel Weld Metal*”. *Welding Research Supplement*. WRC Bulletin 314, Vol 1, No. 6, 276-S. 1986.
- [10] A. Bhattacharya, P M Singh, H Leinonen y J Mahmood. “*Effect of welding related*

microstructure on stress corrosion cracking susceptibility in caustic solutions". Nace international. 2006.

[11] M. Breda, J. Basoni, F. Toldo, C. Bastianello, S.A. Ontiveros y I. Calliari. "*Comparative analysis on phase quantification methods in duplex stainless steels weldments*". La Metallurgia Italiana. N0.4. 2015.

[12] D. R. López, M. A. Pilco y C. Flores. "*Diseño y Construcción de un Instrumento (Prototipo) para la Medición de Parámetros Físicos, Basado en el Principio de Corrientes Inducidas, para el Laboratorio de Ensayos No Destructivos*". Tesis. Facultad de Ingeniería Mecánica de La Escuela Politécnica Nacional, 2011.

[13] Charles J. Hellier, "*Handbook of Nondestructive Evaluation*". McGraw Hill, 2001.

[14] L. Cartz. "*Nondestructive Testing*", ASM International, 1995.

[15] Springer-science. "*Electrical and Magnetic Methods of Non-destructive Testing*". BUSINESS MEDIA, B.V. 1997.

[16] H. García. y H. Carreón. "*Estudio del envejecimiento en una aleación de titanio por medio de corrientes de Foucault*". Tesis. Facultad de Ingeniería Mecánica. Morelia Michoacán; Junio, 2013.

[17] H. García. y H. Carreón. "*Uso de ensayos no destructivos para el estudio del envejecimiento de una unión soldada de tuberías de acero micro aleado*". Tesis de grado Maestría. Instituto de investigación en metalurgia y materiales. Morelia Michoacán; Febrero, 2016.

[18] A. Forgas, J. Otubo y R. Magnabosco. *Ferrite Quantification Methodologies for Duplex Stainless Steel*. J. Aerosp. Technol. Manag., São José dos Campos, Vol.8, No 3, pp.357-362. 2016.

- [19] C. D. Lundin W. Ruprecht G. Zhou *Ferrite measurement in austenitic and duplex stainless steel castings final report* By The University of Tennessee Knoxville, TN. 1999.
- [20] P. Paulraj, R. Garg. “*Effect of intermetallic phases on corrosion behavior and mechanical properties of duplex stainless steel and super-duplex stainless steel*”. *Advances in Science and Technology Research Journal* Vol 9. 27. 87–105. 2015.
- [21] R. Badjia, M. Bouabdallah, Bacroixa, Kahlouna, Belkessac y H. Mazac. “*Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds*” *Materials characterization*. 59. 447–453. 2008.
- [22] T. Chen, K. Weng, J. Yang. “*The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless Steel*”. *Materials Science and Engineering*. 338. 259- 270. (2002).
- [23] N. Ortiz, A. Ruiz, F. Curiel y V. López. “*Evaluation of the intergranular corrosion susceptibility of UNS S31803 duplex stainless steel with thermoelectric power measurements*”. *Corrosion Science*. 69. 236–244. 2013.
- [24] G. Gutiérrez, A. Ruiz, V. López, J. Kim y R. Ambriz. “*Evaluation of thermal embrittlement in 2507 super duplex stainless steel using thermoelectric power*”. *Nuclear Engineering and Technology*. 51. 1816-1821. (2019).
- [25] N. Ortiz, A. Ruiz, A. Medina, C. Rubio y R. Ambriz, “*Nondestructive assessing of the aging effects in 2205 duplex stainless steel using thermoelectric power*”. *NDT&E International*. 44 463–468. (2011).
- [26] S. Geng, J. Sun, L. Guo y H. Wang. “*Evolution of microstructure and corrosion behavior in 2205 duplex stainless steel GTA-welding joint*”. *Journal of Manufacturing Processes*. 19 32–37. (2015).
- [27] F. Caballero, C. Capdevila y L. Alvarez. “*Thermoelectric power studies on a martensitic stainless steel*”, *Scripta Materialia*, Elsevier. Vol. 50, 7, 1061-1066. 2004.

[28] D. Macdonald, *Thermoelectricity, and Introduction to the Principle*; Dover Publications, Inc. first. Edition (2006).

[29] Y. Snir, M. Pinkas, Y. Gelbstein, O. Yeheskel y A. Landau. “*Applying TEP measurements to assess the aging stage of maraging 250 steel*”, *Review Quantitative Nondestructive Evaluation*. 27, 1148-1153. (2008).

[30] Y. He, N. Zhu, X. Lu y L. Li. “*Experimental and computational study on microstructural evolution in 2205 duplex stainless steel during high temperature aging*” *Materials Science and Engineering A* 528 721–729. (2010).

[31] C. Camerini , R. Sacramento , M. Areiza , A. Rocha , R. Santos y J. M. Rebello. “Eddy current techniques for super duplex stainless steel”. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. nº 388, pp. 96-100. 2015.

[32] E. Todorov, M. Lozev, N. Ames y L. Skogh. "CORRELATION BETWEEN NDT MEASUREMENTS AND SIGMA PHASE CONTENTS IN DUPLEX STAINLESS STEELS." in *AIP Conference Proceedings*. 2009.

[33] B. Varbai, T. Pickle y K. Májlinger, “Development and Comparison of Quantitative Phase Analysis for Duplex Stainless Steel Weld”, *Period. Polytech. Mech. Eng.*, vol. 62, no. 3, pp. 247–253, 2018.

[34] M. Biezma , U. Martin , P. Linhardt y J. Ress. "Non-destructive techniques for the detection of sigma phase in duplex stainless steel: A comprehensive review". *Engineering Failure Analysis*. no. 122. pp. 105-227. 2021.

[35] E. Macedo Silva, J. Pereira Leite, J. Pereira Leite y W. M. Lins Fialho. "Induced Magnetic Field Used to Detect the Sigma Phase of a 2205". *J Nondestruct Eval*. pp. 35-28. 2016.

[36] J. Rebello, C. Camerini, M. Areiz, R. Carneval y R.. Santos. «SATURATED LOW FREQUENCY EDDY CURRENT TECHNIQUE APPLIED TO PHASES CHARACTERIZATION IN DUPLEX APPLIED TO PHASES CHARACTERIZATION IN

DUPLEX STAINLESS STEEL». de *The 39th Annual Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*. 2013.

[37] K. Doughten, D. Bauer, M. Rakos y P. Domenico. "NON-DESTRUCTIVE TESTING OF DUPLEX STAINLESS STEEL". in *Stainless Steel World Americas Conference & Expo*. 2012.

[38] P. Normandoa, E. Mouraa, J. Souza, S. Tavaresb y L. Padovesec. "Ultrasound, eddy current and magnetic Barkhausen noise as tools for sigma phase detection on a UNS S31803 duplex stainless steel". *Materials Science and Engineering A*. no. A 527. p. 2886–2891. 2010.

[39] G. Psuj, T. Chady y C. Giron Cam. "Eddy Current Transducer Dedicated for Sigma Phase Evaluation in Duplex Stainless Steel". *Hindawi Publishing Corporation*. 2012.

[40] L. DUPREZ, B. COOMAN y N. AKDUT. "Flow Stress and Ductility of Duplex Stainless Steel during High-Temperature Torsion Deformation". *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS*. vol. 33A. 2002.

[41] S. H. Arabi, M. Pouranvari y M. Movahedi. «Pathways to improve the austenite–ferrite phase balance during resistance spot welding of duplex stainless steel». *Science and Technology of Welding and Joining*. 2018.

[42] T. Palmer, J. Elmer y S. Babu. "Observations of ferrite/austenite transformations in the heat affected zone of 2205 duplex stainless steel spot welds using time resolved X-ray diffraction". *Materials Science and Engineering*. vol. A 374. p. 307–321. 2004.

[43] M. Pouranvari, M. Alizadeh-Sh y S. Mara. "Welding metallurgy of stainless steels during resistance spot welding Part I: fusion zone,» *Science and Technology of Welding and Joining*". vol. 20. n° 6. pp. 502-511. 2015.

[44] T. Santos, E. Torres, J. Lippold y A. Ramirez. "Detailed Microstructural Characterization and Restoration Mechanisms of Duplex and Superduplex Stainless Steel Friction-Stir-Welded Joints". *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2016.

[45] A. Cunha, M. Lopez , S. Tavares y J. Rebello. «MICROSTRUCTURAL EVALUATION OF A LEAN DUPLEX UNS S32304 - X-RAY DIFFRACTION AND SCANNING

ELECTRON MICROSCOPY TECHNIQUES CORRELATED WITH EDDY CURRENT TESTING». de *Annual meeting supplemental proceedings TMS*. 2014.

[46] G. Yalçiner, G. Özer, A. Kisasoz y A. Karaaslan. "Influence of the phase balance and cooling conditions on the microstructure and corrosion behavior of solution-treated 1.4462 duplex stainless steel". *Materials Research Express*. 2019.

[47] K. W. Chan y S. C. Tjong. "Effect of Secondary Phase Precipitation on the Corrosion Behavior of Duplex Stainless Steels". Department of Physics and Materials Science, Hong Kong. 2014.

[48] M. E. Rocha, S. Nakama, C. A. Della , S. E. Kuria y N. Aparecida. "Effect of Cooling Rate on the Corrosion Behavior of As-Cast SAF 2205 Duplex Stainless Steel After Solution Annealing Treatment". *Cronemberger et al.* pp. 138-142. 2015.

[49] B. Varbai y K. Májlínger. *Thermoelectric Power Measurements on Duplex Stainless Steel Weldments*, Budapest, Department of Materials Science and Engineering. 2018. pp. 789-799.

[50] S. Tavares, J. Pardal, L. Noris y M. Diniz. "Microstructural characterization and nondestructive testing and of welded joints of duplex stainless steel in flexible pipes". *journal of materials research and technology*. vol. 1 5. pp. 3 3 9 9-3 4 0 8. 2 0 2 1.