



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE
HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN METALURGIA Y MATERIALES

**“ESTUDIO DEL CRECIMIENTO DE GRIETAS POR FATIGA, LA TENACIDAD
A LA FRACTURA Y LA EVALUACIÓN NO DESTRUCTIVA DE UN ACERO
INOXIDABLE DÚPLEX 2205 ENVEJECIDO TÉRMICAMENTE”**

TESIS

Para obtener el grado de:
MAESTRA EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

PRESENTA
MARÍA DEL CARMEN VÁZQUEZ BECERRA

ASESOR:
PhD. ALBERTO RUIZ MARINES

CO-ASESOR:
PhD. CARLOS RUBIO GONZÁLEZ
IDESI, Querétaro

Morelia Michoacán, Junio del 2014

ÍNDICE

CAPÍTULO I	9
INTRODUCCIÓN	9
Justificación	12
Objetivo general	13
Objetivos particulares	13
Hipótesis	13
CAPÍTULO II	14
MARCO TEÓRICO	14
2.1 Reacciones de precipitación en los AID	17
2.2 Propiedades mecánicas	20
2.3 Principios básicos de ultrasonido	21
2.3.1 Cambios de velocidad ultrasónica en materiales con textura cristalina	23
2.4 Termoelectricidad	25
2.4.1 El efecto Seebeck	25
2.4.2 El efecto de Thomson	27
2.4.3 El efecto de Peltier	28
2.4.4 Potencial termoeléctrico	29
2.5 Crecimiento de grieta	31
2.5.1 Conceptos básicos de crecimiento de grieta	31
2.5.2 Comportamiento del crecimiento de grietas por fatiga de los materiales	32
2.5.3 Prueba de tasa de crecimiento de grieta por fatiga y análisis de datos	34
2.6 Mecánica de la fractura	37
2.6.1 Determinación experimental de la tenacidad a la fractura K_{IC}	41
CAPÍTULO III	47
DESARROLLO EXPERIMENTAL	47
3.1 Determinación de la composición química del acero inoxidable dúplex 2205	49
3.2 Preparación y maquinado de probetas	49
3.3 Tratamiento de envejecimiento	50
3.4 Caracterización microestructural	51

3.5 Mediciones de velocidad ultrasónica longitudinal.....	51
3.6 Mediciones de velocidad ultrasónica con ondas de corte	53
3.7 Mediciones de potencial termoeléctrico	54
3.8 Ensayos de tensión.....	56
3.9 Ensayos de microdureza y dureza.....	56
3.10 Ensayos de crecimiento de grieta.....	57
3.11 Prueba de tenacidad a la fractura	58
CAPÍTULO IV	60
ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	60
4.1 Caracterización microestructural	61
4.2 Medición de velocidad de ondas longitudinales	66
4.3 Medición de velocidad de onda de corte.....	67
4.4 Mediciones de potencial termoeléctrico	69
4.5 Ensayos de Tensión	70
4.6 Dureza.....	73
4.7 Microdureza	74
4.8 Crecimiento de grieta por fatiga	75
4.9 Tenacidad a la fractura.....	76
4.10 Estudio de fractura de probetas de tensión compacta	79
Conclusiones.....	83
Referencias	85

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Región bifásica a elevada temperatura de los aceros inoxidables dúplex.	
La región punteada muestra las aleaciones dúplex comerciales [17].	18
Figura 2.2 Diagrama de precipitación de fases secundarias en los aceros inoxidables dúplex [17].....	19
Figura 2.3 Diagrama de una onda armónica plana que muestran las definiciones de longitud de onda y velocidad de fase.....	23
Figura 2.4 Ilustración de la naturaleza anisotropica del material que desarrolla durante la manufactura.....	24
Figura 2.5 Diagrama esquemático de las mediciones termoeléctricas más comunes usadas en la caracterización no destructiva.....	27
Figura 2.6 Esquema del efecto Thomson.	28
Figura 2.7 Esquema del efecto Peltier.	28
Figura 2.8 Tasa de crecimiento de grieta, cubriendo un amplio rango de intensidades de esfuerzos para un acero dúctil de un recipiente a presión [25].....	33
Figura 2.9 Efecto de la relación de R , sobre la razón de crecimiento de grieta para un acero aleado [25].....	34
Figura 2.10 Razón de crecimiento de grieta para obtener puntos pares adyacentes de a en función de N [27].....	35
Figura 2.11 Tipo de fractura de acuerdo a la extensión de la zona plástica.	38
Figura 2.12 a) modo de deformación por apertura, b) esquema de un elemento diferencial y los esfuerzos presentes a una distancia r de la raíz de la grieta.	39
Figura 2.13 Variación de K_{IC} con respecto al espesor.....	40
Figura 2.14 Probeta estandarizada por la norma ASTM E399 [34].	41
Figura 2.15 Determinación de P_Q de cada uno de los tres principales desplazamiento de carga [16].....	42
Figura 2.16 Iniciación de la resistencia a la fractura de la placa de 50, 30 y 10 mm del acero inoxidable dúplex 2205 [36].....	45

Figura 2.17 Efecto del tratamiento de envejecimiento con respecto a la energía absorbida de impacto (ensayo Charpy V) de un acero inoxidable dúplex 2205 a diferentes temperaturas isotérmicas [3].....	46
Figura 3.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental del proyecto.....	48
Figura 3.2. Probeta de tensión bajo la norma ASTM E8.....	49
Figura 3.3. Dimensiones de la probeta para determinar el crecimiento de grieta y la tenacidad a la fractura	50
Figura 3.4 Diagrama esquemático del proceso de envejecido.....	51
Figura 3.5 Arreglo experimental de ultrasonido pulso-eco para las mediciones de velocidad longitudinal.....	52
Figura 3.6 Cruces positivos en cero para la medición del tiempo.....	53
Figura 3.7 Diagrama esquemático de la técnica de contacto pulso-eco para las mediciones de la velocidad de corte ultrasónica.....	54
Figura 3.8 Diagrama esquemático de las mediciones de potencial termoeléctrico.....	55
Figura 3.9 Ajuste lineal de calibración del equipo para determinar la ecuación que se utilizó para obtener el PTE.	56
Figura 3.10 Equipo utilizado para realizar el crecimiento de grieta por fatiga, a-b) arreglo experimental y c) longitud de la grieta vista de cerca.	58
Figura 4.1 Micrografías de microscopía electrónica de barrido (MEB) a 500X del acero inoxidable dúplex: a) metal base y envejecido térmicamente a 750 °C por: b) 5, c) 15 y d) 30 minutos, e) 1, f) 6 y g) 24 horas	62
Figura 4.2 Microscopia electrónica de barrido (MEB) a 2500X del acero inoxidable dúplex a) metal base, b) 5 minutos, c) 15 minutos, d) 30 minutos e) 1 hora y f) 6 horas y g) 24 horas de envejecido a 750°C.....	63
Figura 4.3 a) Micrografía de microscopía electrónica de barrido (MEB) a 2500X y b) mapeo elemental del acero inoxidable dúplex envejecido térmicamente a 750 °C por 24 horas.....	64
Figura 4.4 Mapeo elemental del a) Fe, b) Mo, c) Cr y d) Ni del acero inoxidable dúplex envejecido térmicamente a 750 °C por 24 horas.....	65

Figura 4.5 a) Micrografía de microscopía electrónica de barrido (MEB) a 5000X y b) mapeo elemental del acero inoxidable dúplex envejecido térmicamente a 750 °C por 24 horas.....	65
Figura 4.6 Espectro por EDS tomado de la región enriquecida de Cr para 24 h de envejecido del acero inoxidable dúplex 2205.....	66
Figura 4.7 Velocidad longitudinal ultrasónica en función del tiempo de envejecimiento del acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 750°C.	67
Figura 4.8 Influencia del tiempo de envejecimiento en la velocidad de propagación de los modos lento y rápido de la onda ultrasónica de corte.....	68
Figura 4.9 Potencial termoeléctrico en función del tiempo de envejecimiento de un acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 750 °C.....	70
Figura 4.10 Curvas <i>esfuerzo vs deformación</i> obtenida de los ensayos de tensión.	71
Figura 4.11 Esfuerzo de fluencia en función del tiempo de envejecimiento de un acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 750 °C.....	72
Figura 4.12 Esfuerzo máximo en función del tiempo de envejecimiento de un acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 750 °C.....	72
Figura 4.13 Dureza Rockwell C en función del tiempo de envejecimiento de un acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 750 °C.....	73
Figura 4.14 Promedios de microdureza HV ₂₀ de los especímenes de acero inoxidable dúplex 2205 tratados térmicamente a 750 °C.	75
Figura 4.15 Tasa de crecimiento de grieta por fatiga en función del rango del factor de intensidad de esfuerzos a en especímenes de acero inoxidable dúplex 2205 envejecidos térmicamente a 750°C.	76
Figura 4.16 Trazo de la línea disminuida en un 5% en la gráfica “Carga contra desplazamiento”, del acero inoxidable dúplex 2205.....	77
Figura 4.17 a) Curvas de carga en función del desplazamiento para la determinación de la tenacidad a la fractura K _{IC} y b) valores de tenacidad a la fractura en especímenes de acero inoxidable dúplex 2205 envejecidos térmicamente a 750 °C.....	78

Figura 4.18 a) Ensayo de tenacidad a la fractura, b) probeta ensayada y c) probeta fracturada después de aplicar una sobrecarga de un acero dúplex 2205.....	80
Figura 4.19 Fractografías a 500X en la zona de crecimiento de grieta estable: a) metal base y probetas envejecidas a 750 °C por: b) 5 minutos, c) 15 minutos, d) 30 minutos e) 1 hora, f) 6 horas y g) 24 horas.....	81
Figura 4.20 Fractografías a 500X de la zona de sobrecarga: a) metal base, y probetas envejecidas a 750 °C por: b) 5 minutos, c) 15 minutos, d) 30 minutos, e) 1 hora f) 6 horas y g) 24 horas.	82

RESUMEN

En los últimos años se ha incrementado el uso de los aceros inoxidables dúplex (AID) para fabricar diversos componentes de ingeniería para diferentes procesos de producción en las industrias petrolera, nuclear y química entre otras. Esto debido a sus excelentes propiedades mecánicas, tenacidad y resistencia a la corrosión. Desde el punto de vista de la integridad estructural de componentes, el estudio del comportamiento de las variables de mecánica de la fractura es de gran interés en el diseño mecánico. En esta investigación, se estudiaron los efectos de un tratamiento térmico de envejecimiento a una temperatura de 750 °C, en el crecimiento de grieta por fatiga y en la tenacidad a la fractura. Además de esto, este trabajo se complementó con el estudio de los efectos del tratamiento térmico en las variables de velocidad ultrasónica y potencial termoeléctrico. Los resultados experimentales muestran el efecto del tratamiento de envejecimiento en el crecimiento de grieta por fatiga, encontrando que el umbral de fisuración es similar en el metal base y en todos los especímenes tratados térmicamente. La velocidad de crecimiento de grieta es similar en las probetas envejecidas en tiempos cortos (0 a 30 minutos), sin embargo, a medida que incrementa el tiempo de envejecimiento, la velocidad de crecimiento de la grieta aumenta significativamente a partir del tiempo de 1 hora. En contraste, el efecto de la tenacidad a la fractura (K_{IC}) disminuye con el tiempo de envejecimiento; incluso en tiempos muy cortos, mostrando la susceptibilidad de este acero al efecto dañino de la precipitación de segundas fases. La velocidad de onda longitudinal, ondas de corte y el potencial termoeléctrico mostraron que son sensibles a los cambios en el contenido de austenita, ferrita y fase Sigma, los cuales están relacionados con cambios las propiedades mecánicas.

Palabras clave: Crecimiento de grietas por fatiga, tenacidad a la fractura, fase Sigma, tratamiento de envejecimiento.

ABSTRACT

In recent years, the use of duplex stainless steels (DSS) has increased in the fabrication of in various engineering components for different production processes in the oil, nuclear and petrochemical industries. The reason for this is due to its excellent mechanical properties, toughness, and corrosion resistance. From the structural integrity of components, the study of the behavior of the fracture mechanics variables is of great interest in mechanical design. In this research, the effects of an aging heat treatment at a temperature of 750 ° C in the fatigue crack growth and the fracture toughness were studied. Furthermore, this work was complemented with the study of the effects of the aging treatment on the ultrasonic velocity and thermoelectric potential. Experimental results show the effect of aging treatment on fatigue crack growth, finding that the crack threshold is similar in the base metal and in all heat-treated specimens. The crack growth rate is similar in the untreated and short time treatments (0 to 30 minutes) specimens; however, as the aging time increases 1 h, the rate of crack growth rate increases significantly. In contrast, the effect of the fracture toughness (K_{IC}) decreases with aging time, even at very short times, showing the susceptibility of the steel to the harmful effect of the precipitation of second phases. Longitudinal wave velocity, shear wave and the thermoelectric potential showed that are sensitive to changes in the content of austenite, ferrite and sigma phase, which are related to changes mechanical properties.

Keywords: Fatigue crack growth, fracture toughness, sigma phase, aging time.

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

El nombre de los aceros inoxidables dúplex (AID) proviene de su microestructura, la cual, consta de cantidades aproximadamente iguales de ferrita (δ) y austenita (γ). Gracias a esto, estos aceros cuentan con excelentes propiedades mecánicas y buena resistencia a la corrosión. En los últimos años el uso de los aceros inoxidables dúplex se ha incrementado en diversas aplicaciones tales como industria petroquímica, química, naval, nuclear, entre muchas otras [1]. La evolución microestructural de los aceros inoxidables dúplex durante el envejecimiento ha sido estudiada por varios investigadores [2-6], sus estudios muestran que la ferrita se transforma mediante la reacción $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ y que la fase σ precipita en las fronteras de grano de austenita/ferrita y ferrita/ferrita a través de un proceso de nucleación heterogénea. La austenita es poco magnética, blanda, muy dúctil y tenaz. La ferrita es blanda, magnética y dúctil [7]. Sin embargo, algunos procesos de fabricación como la soldadura, tratamientos térmicos o procesos de conformado de estos aceros los hacen susceptibles a la precipitación de segundas fases, entre ellas, la precipitación de la fase sigma. La fase sigma es un intermetálico, duro y frágil, no es magnética, tiene una estructura tetragonal y es termodinámicamente estable, precipita en el rango de temperaturas de 650 a 900 °C [4, 8]. La rápida formación de fase sigma disminuye drásticamente las propiedades de resistencia al impacto y la resistencia a la corrosión de este acero [9-11]. Es por eso la importancia de la identificación temprana de esta fase, con este fin los ensayos no destructivos han adquirido auge en los últimos años a nivel industrial ya que es una manera rápida y eficaz de detectar defectos en los materiales. Una de las técnicas más utilizadas es el ultrasonido donde a partir de mediciones de velocidades ultrasónicas se pueden calcular las constantes elásticas.

Las constantes elásticas son parámetros que caracterizan el comportamiento elástico de un sólido deformable, las más usadas con frecuencia en ingeniería estructural son el módulo de Young, el coeficiente de Poisson, módulo de rigidez, módulo de compresibilidad, y las constantes de Lamé. Estas constantes dependen del grado de anisotropía, por lo que depende de la orientación cristalográfica. La anisotropía de un sólido tiende a aumentar conforme aumenta la cantidad de deformación plástica. Estos aceros se pueden producir por deformación en caliente y en frío, aunque el método de producción principal son placas laminadas en caliente [12, 13]. Este proceso deja una textura residual en el material. Conforme este acero es envejecido, las transformaciones microestructurales afectan la

textura cristalográfica. Ruiz y colaboradores [7] han encontrado que la velocidad de ondas de corte cambia conforme transcurre el tiempo de envejecimiento. Sin embargo, los cambios en la velocidad se dan cuando el daño está muy avanzado. Recientemente, han propuesto que el parámetro no lineal (β) puede ser usado para varias aplicaciones, una de las cuales es: la deformación elástico-plástica del material. La investigación de Kim y colaboradores [14], desarrollaron un modelo para cuantificar el parámetro de no linealidad acústica causado por la deformación elástico-plástica. Ruiz y colaboradores [15] reportan que es una alternativa para determinar la precipitación de fase sigma en tiempos cortos de envejecimiento. El parámetro no lineal está relacionado con las constantes elásticas de Lamé las cuales pueden ser obtenidas mediante mediciones de velocidad ultrasónica.

La presencia de grietas en componentes de máquinas o estructuras puede debilitarlos y eventualmente generar la falla por fractura. Esto puede ocurrir a niveles de esfuerzo inferiores al esfuerzo de fluencia del material, en el cual podría esperarse que ordinariamente ocurra la falla. Es importante analizar y predecir el comportamiento de cuerpos agrietados bajo diferentes condiciones de carga, de ahí el estudio de *Mecánica de Fractura* la cual se aplica en aquellas situaciones donde es difícil evitar la presencia de grietas para analizar y diseñar disminuyendo la posibilidad de fractura [16].

Justificación

La tenacidad a la fractura y la resistencia al crecimiento de grietas son de gran importancia en aplicaciones de diseño de componentes que operaran en condiciones extremas, como intercambiadores y tuberías fabricados de acero inoxidable dúplex 2205. La precipitación de fase sigma y sus efectos en las propiedades mecánicas de este tipo de aceros ha sido de gran preocupación en la industria en los años recientes por lo que es de gran interés conocer la capacidad de este acero para contener la propagación de una grieta y estudiar la tenacidad a la fractura utilizando especímenes con diferentes cantidades de fase Sigma. La detección de pequeñas cantidades de esta fase es de suma importancia desde el punto de vista de la integridad estructural del componente y los ensayos no destructivos ofrecen una alternativa para este propósito ya que una detección temprana de esta fase permitirá establecer metodologías que puedan ayudar a inspeccionar componentes y predecir la vida remanente de componentes que estén en servicio, contribuyendo de esta manera a ahorrar costos y tiempos en reparación.

Objetivo general

Estudiar el efecto del tratamiento de envejecimiento a una temperatura de 750 °C de un acero inoxidable dúplex 2205 en el crecimiento de grietas por fatiga, la tenacidad a la fractura y en los parámetros medibles de las técnicas no destructivas.

Objetivos particulares

- Medir la propagación del crecimiento de grieta por fatiga en especímenes con diferentes tiempos de envejecimiento.
- Calcular la tenacidad a la fractura estática en probetas con diferentes tiempos de permanencia.
- Determinar la dureza en los especímenes tratados térmicamente.
- Caracterizar los especímenes mediante microscopía electrónica de barrido para tratar de relacionar los cambios microestructurales con las variaciones producidas por el tratamiento térmico en las propiedades mecánicas.
- Determinar mediante ensayos no destructivos la velocidad ultrasónica de onda longitudinal, velocidad de ondas de corte y potencial termoeléctrico.

Hipótesis

El envejecimiento térmico en el acero inoxidable dúplex promueve la precipitación gradual de fase sigma por lo que se prevé que diferentes porcentajes de fase sigma disminuirán en forma significativa en la resistencia en el crecimiento de grietas por fatiga, la tenacidad a la fractura, mientras que los parámetros ultrasónicos y el potencial termoeléctrico serán sensibles a los cambios microestructurales inducidos por el envejecido de AID.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

Los aceros inoxidables dúplex (AID) son conocidos desde 1930 y se han desarrollado rápidamente desde 1980. Los primeros aceros inoxidables fueron desarrollados con un bajo contenido de carbono, principalmente para aplicaciones donde se requería de una elevada resistencia a la corrosión [17]. Estos aceros poseen una elevada resistencia mecánica, ventaja adicional que hace estas aleaciones altamente recomendables para utilizarse en aplicaciones que involucren esfuerzos mecánicos intensos expuestos a ambientes corrosivos que contienen medios químicos agresivos [8]. Tienen un comportamiento superior a los aceros estructurales en ambientes corrosivos y su resistencia mecánica es superior [6]. Su aplicación es en la industria petroquímica para la producción y transporte de gas crudo así como en aplicaciones en la industria química o plantas recicadoras de agua, etc.

En comparación con los aceros inoxidables austeníticos o aceros inoxidables ferríticos, el uso de aceros inoxidables dúplex ha incrementado debido a sus excelentes propiedades mecánicas y su resistencia a la corrosión. Por ejemplo, el acero inoxidable austenítico 304, no es recomendable para aplicaciones en ambientes muy corrosivos debido a que es altamente susceptible a la corrosión por esfuerzos en presencia de cloruros [18].

Los aceros inoxidables son magnéticos, debido a su alto contenido de ferrita, además tienen mayor conductividad térmica y menor expansión térmica. Son seleccionados por su resistencia a la corrosión y han ido sustituyendo a las aleaciones austeníticas en muchas aplicaciones en donde el agrietamiento y corrosión por picadura son preocupantes, tienen una cantidad considerable de elementos de aleación con el objetivo de mejorar las propiedades mecánicas, la resistencia a la corrosión o para controlar la microestructura. Los principales elementos de aleación son: cromo, carbono en los ferríticos y martensíticos, el níquel en los austeníticos y dúplex. A todos los aceros inoxidables se les adiciona manganeso y silicio. Otros elementos de aleación son el molibdeno, niobio, titanio, aluminio, cobre, tungsteno y nitrógeno para mejorar los procesos de fabricación, desarrollar propiedades especiales, realzar la resistencia a la corrosión o cambiar la microestructura. Algunos elementos indeseables y/o impurezas son encontrados comúnmente en los inoxidables entre los cuales están el oxígeno, azufre y fósforo. Todos estos elementos e impurezas afectan de alguna manera la microestructura y propiedades de estos aceros.

Cromo: El cromo se agrega principalmente para proporcionar resistencia a la corrosión. Es muy efectivo en ambientes oxidantes como el ácido nítrico. Con la adición de cromo, un óxido de estequiométrica Cr_2O_3 se forma en la superficie del acero. La presencia del cromo incrementa la estabilidad del óxido puesto que tiene más afinidad por el oxígeno que el hierro. En ambientes muy agresivos se requiere una mayor cantidad de cromo. El cromo es un promotor de la ferrita, el incremento en su contenido promueve la formación y retención de la ferrita en los inoxidables martensíticos, austeníticos y dúplex. En los inoxidables ferríticos, el cromo es el principal elemento aleante estabilizador de la estructura ferrítica. El cromo también es un elemento clave en la formación de compuestos intermetálicos, muchos de los cuales tienden a fragilizar los aceros inoxidables. El más común es la fase sigma (σ), la cual en el sistema Fe-Cr es un compuesto que se forma por debajo de los 850°C [3]. La fase sigma puede estar en todos los aceros inoxidables pero es más común en los aceros con alto contenido de cromo ya sea austenítico, ferrítico o dúplex. Desde el punto de vista de las propiedades mecánicas, el cromo proporciona un cierto grado de refuerzo en la solución sólida dado que es un átomo sustitucional en las estructuras cúbica centrada en el cuerpo y cúbica centrada en las caras. Altos contenidos de cromo en los aceros ferríticos pueden provocar poca tenacidad y ductilidad, particularmente cuando el carbono y el nitrógeno están presentes.

Níquel: La función principal de este elemento es fomentar la fase austenita que predomina en los aceros dúplex y austeníticos. Mediante la adición de suficiente níquel, el campo de la austenita se puede expandir de tal manera que la austenita es estable a temperatura ambiente. El níquel no es un formador de carburos y generalmente no promueve la formación de compuestos intermetálicos.

Manganeso: En los aceros inoxidables austeníticos, el manganeso normalmente se presenta en el rango de 1 a 2 % en peso. En los ferríticos y martensíticos contiene comúnmente menos del 1%. El manganeso es generalmente considerado como un promotor de la austenita, aunque su efecto es dependiente de la cantidad presente y el nivel de níquel. Este elemento es muy eficiente en la estabilización de la fase austenita a bajas temperaturas para prevenir la transformación a martensita [17].

Silicio: El silicio es agregado principalmente para la desoxidación durante la fusión en el rango de 0.3 a 0.6 % en peso. Se ha reportado que mejora la resistencia a la corrosión en niveles de 4 a 5% [17]. En los aceros ferríticos y martensíticos el silicio es un elemento promotor de la ferrita, a su vez expande el rango de composición donde se forma la fase sigma. El silicio es conocido por formar segregados durante la solidificación, resultando en la formación de eutécticos de bajo punto de fusión, particularmente con el níquel. Por esta razón generalmente se mantiene por debajo de 1% en peso.

Molibdeno: El molibdeno es adicionado para obtener diferentes funciones dependiendo del grado de acero. Para los ferríticos, austeníticos y dúplex el molibdeno es adicionado en cantidades arriba al 6% o más en los superausteníticos para mejorar la resistencia a la corrosión, en particular la corrosión por picadura y hendidura. El molibdeno es un promotor de la ferrita, y su presencia promoverá la formación de la ferrita y su retención en la microestructura. Debido a que los aceros inoxidables dúplex forman precipitados a temperaturas relativamente bajas, estos no son recomendados para aplicaciones de servicio en donde se alcanzan temperaturas por arriba de los 280°C [2].

2.1 Reacciones de precipitación en los AID

La curvatura de la región bifásica de ferrita/austenita en la figura 2.1 indica que un mayor porcentaje de austenita se formará a expensas de la ferrita a medida que disminuye la temperatura. Sin embargo, habrá un límite de temperatura debido a la aparición de fases indeseables a partir de la ferrita [19].

Estas reacciones de precipitación son dependientes de la temperatura como se muestra esquemáticamente en la figura 2.2. La mayoría de ellas, tienden a fragilizar a las aleaciones dúplex, afectando su comportamiento.

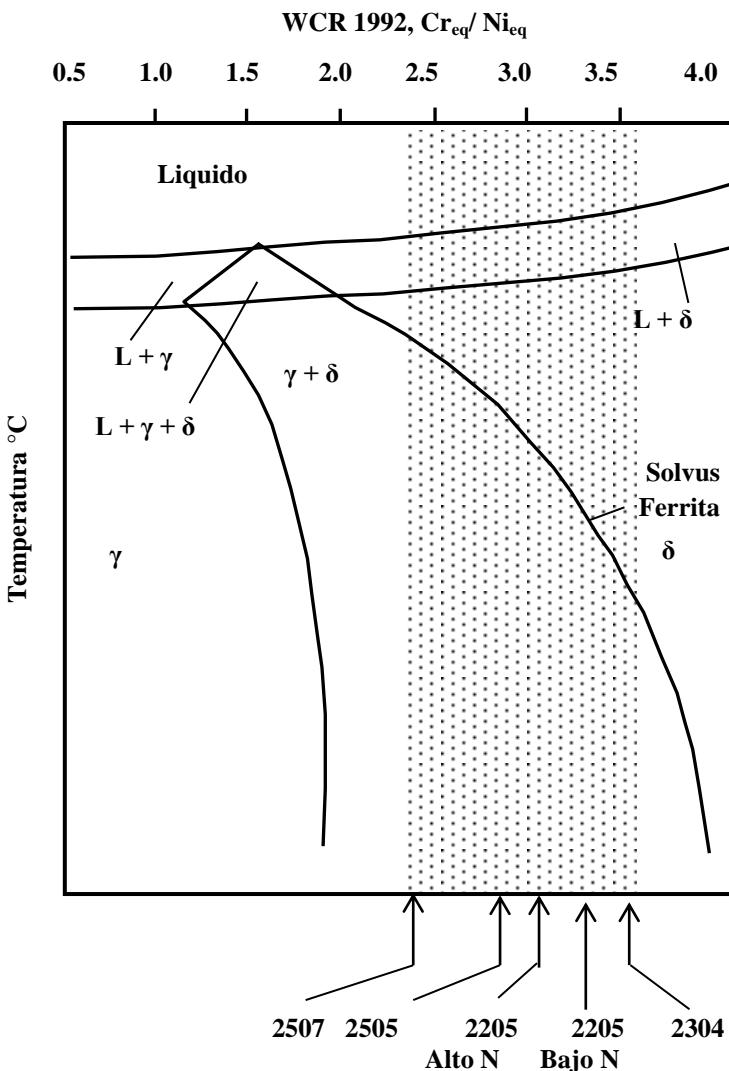


Figura 2.1 Región bifásica a elevada temperatura de los aceros inoxidables dúplex. La región punteada muestra las aleaciones dúplex comerciales [17].

Debido a su composición química, los AID son altamente propensos a la precipitación de fases secundarias, estas son: fase sigma (σ), fase chi (χ), alfa prima (α'); carburos del tipo M_7C_3 , M_{23}C_6 y nitruros del tipo Cr_2N en un rango aproximado de 600-1000°C.

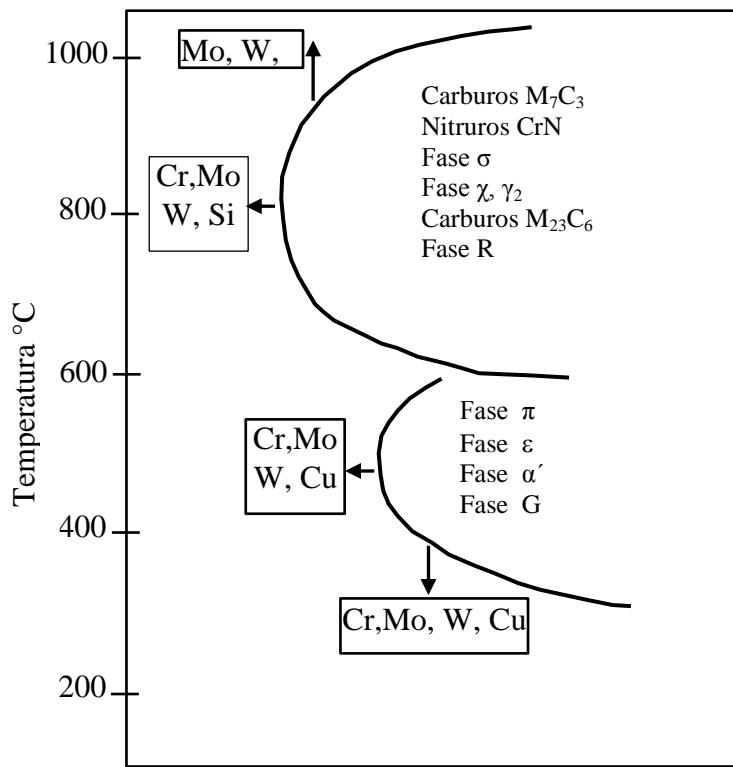


Figura 2.2 Diagrama de precipitación de fases secundarias en los aceros inoxidables dúplex [17].

Las aleaciones de cromo, molibdeno y tungsteno tienden a acelerar la formación de las fases intermetálicas particularmente sigma y chi. Dentro de las fases secundarias, se destacan significativamente la fase sigma, la austenita secundaria (γ') y los nitruros de cromo [19]. Se ha demostrado que la fase sigma es la fase más dañina de todas, afectando significativamente la tenacidad y resistencia a la corrosión en los aceros inoxidables dúplex [8]. La expansión térmica de aceros dúplex es similar a los aceros al carbono y aceros de baja aleación. Como resultado, pueden encontrar aplicaciones en recipientes a presión, donde son unidos con aceros al carbono. Sin embargo, debido a la formación de precipitados que ocurren en aceros dúplex a una temperatura relativamente baja, su aplicación en tratamientos térmicos después de ser soldados es generalmente inapropiada [19, 20]. La evolución microestructural de los aceros inoxidables dúplex durante el envejecimiento ha sido estudiada, muestran que la fase sigma precipita en las fronteras de los granos de ferrita a través de un proceso de nucleación heterogénea [21].

2.2 Propiedades mecánicas

Los aceros inoxidables dúplex tienen excelentes propiedades mecánicas, las cuales se listan en la Tabla 2.1, donde se pueden observar de acuerdo a la norma de clasificación UNS (Sistema de Numeración Unificado).

Tabla 2.1. Propiedades mecánicas de los aceros inoxidables dúplex. [13]

Clasificación UNS	Nombre comercial	σ_y [MPa]	$\sigma_{máx}$ [MPa]	ϵ [%]
S32003	AL2003	450	655-760	25
S32101	LDX2101	450	650	30
S32304	SAF2304	400	600-820	25
S32205	SAF2205	450	680-880	25
S32250	255	550	760	15
S31260	DP3	485	690	20
S32750	SAF2505	550	800-1000	15
	DP-3W	550	800	25
S32760	ZERON100	550	750	25

Elmer y colaboradores [2] realizaron un seguimiento de la fase sigma en tiempo real con difracción de rayos X con un sincrotrón. La difracción de rayos X in situ, la realizaron durante el calentamiento del espécimen, el ciclo de calentamiento consistió de una rampa de 20°C/s hasta la temperatura de 850°C en la que permaneció durante 30 minutos para formar una cantidad considerable de fase sigma. La temperatura se elevó a 1000°C y fue regresada a 850°C con una velocidad lenta de 0.25°C/s determinando la temperatura que disuelve la fase sigma. A 850°C se dejó en permanencia otros 30 minutos, donde observaron la reformación de la fase sigma, después se enfrió la muestra hasta temperatura ambiente. Durante la permanencia inicial a 850°C, se formó en los primeros 30 minutos 13.4% de fase sigma. La disolución de la fase sigma se presenta a 985 ± 2.8 °C. La cinética de formación de la fase sigma fue significativamente más lenta después de la disolución a

1000°C. Este cambio es relacionado con la homogenización que tuvo lugar en el pico de temperatura, además a la reducción de sitios preferenciales para la nucleación de fase sigma. Como se menciona anteriormente la técnica de ultrasonido es una manera rápida y eficaz para detectar defectos en los materiales. Un análisis más descriptivo de esta técnica se muestra a continuación.

2.3 Principios básicos de ultrasonido

La inspección ultrasónica es un tipo de ensayo no destructivo. Un método muy antiguo que utiliza ondas de sonido para determinar defectos. Si una pieza de metal es golpeada con un martillo, producirá ciertas notas audibles, las cuales pueden alterarse en resonancia y tono por la presencia de imperfecciones internas. Sin embargo, esta técnica de golpear con un martillo y escuchar el sonido correspondiente es útil para detectar sólo grandes defectos. Un método más depurado consiste en utilizar ondas de sonido fuera del intervalo auditivo, con frecuencias de 1 MHz a 20 MHz (megaciclos por segundo), de aquí el término ultrasónico. Las ondas ultrasónicas para ensayos no destructivos generalmente las producen transductores, que son materiales piezoeléctricos, los cuales sufren un cambio en su dimensión física cuando se someten a un campo eléctrico. Esta conversión de energía eléctrica a energía mecánica se conoce como efecto piezoeléctrico. Si se aplica un campo eléctrico alterno a un cristal piezoeléctrico, el cristal se expandirá durante la primera mitad del ciclo y se contraerá cuando el campo eléctrico se invierta. Al variar la frecuencia del campo eléctrico alterno, se puede variar la frecuencia de la vibración mecánica (onda sonora) producida en el cristal. La inspección ultrasónica se utiliza para detectar y localizar defectos como cavidades de contracción (rechupes), vacíos o fisuras internas, porosidad y grandes inclusiones no metálicas, así como su forma y tamaño. El espesor de pared se puede medir en recipientes cerrados o en casos en que tal medición no puede hacerse de otra manera. Con las mediciones de las características de las ondas ultrasónicas reflejadas por el material, tales como velocidad y atenuación, podemos caracterizar la composición del material, estructura, propiedades elásticas, densidad y hasta su geometría. Finalmente, un transductor puede escanear a través de una superficie para crear una imagen en dos o aún en tres dimensiones de la muestra.

En ultrasonido se involucra la propagación de ondas, por lo que es necesario entender las características básicas de la propagación de ondas y algunas de sus ecuaciones matemáticas.

Una onda es una perturbación que transmite energía a través del espacio en una forma que depende de la posición y del tiempo. La representación matemática más simple es la de una onda que se propaga en una dimensión y está dada por la expresión:

$$u(x,t) = A \sin(kx - \omega t) = A \sin k(x - c_0 t) \quad (1)$$

Dónde:

$u(x,t)$ = Valor de la perturbación en el espacio en determinada posición y tiempo

A = Amplitud de la perturbación [volts];

ω = Frecuencia angular [rad/s];

k = Número de onda

c_0 = Velocidad de onda

La frecuencia angular ω está relacionada a la frecuencia f de la onda por la expresión $\omega = 2\pi f$. La frecuencia es el número de ondas que pasan por un punto determinado en una unidad de tiempo (ciclo/segundo o Hertz (Hz)). Por ejemplo si por un punto pasan 20 ondas cada segundo, la frecuencia es 20 Hz. El número de onda k está relacionado al inverso de la longitud de onda por $k = 2\pi/\lambda$. En otras palabras, k es el número de ondas contenidas en una distancia con escala 2π . El número de onda y la frecuencia angular (o la longitud de onda y frecuencia) están relacionados a la velocidad a la cual un punto de la onda se mueve o propaga a través del espacio por la relación:

$$c = \frac{\omega}{k} = f\lambda \quad (2)$$

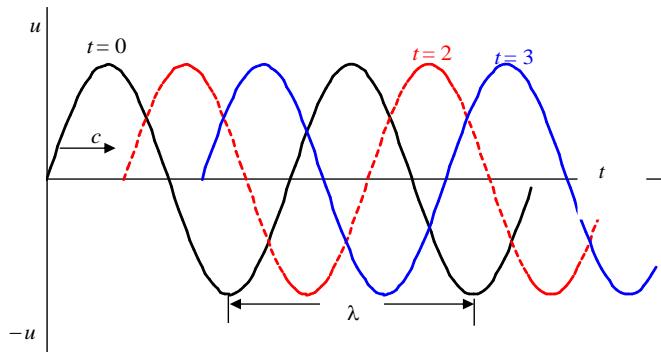


Figura 2.3 Diagrama de una onda armónica plana que muestran las definiciones de longitud de onda y velocidad de fase.

La Figura 2.3 muestra la representación esquemática de una onda que se propaga en la dirección positiva x para un valor particular de longitud de onda λ ya que $k = 2\pi/\lambda$, podemos dibujar $u(x,t)$ para varios valores de tiempo t . El ángulo de fase ϕ es el argumento de la función seno:

$$\phi = kx - \omega t = k(x - c_0 t) \quad (3)$$

Haciendo un análisis de la ecuación (3) se observa que, conforme el tiempo aumenta, x debe de aumentar una cantidad $c_0\Delta t$ para mantener una fase constante, es decir para que todos los puntos de la onda se propaguen a la misma velocidad. Ya que cuando $x = c_0\Delta t$, dos cosas pueden ocurrir:

- a) $f(x - c_0 t)$ una onda que se propague a la derecha, ya que x debe de ser positiva.
- b) $f(x + c_0 t)$ una onda que se propague a la izquierda, ya que si x debe de ser negativa.

2.3.1 Cambios de velocidad ultrasónica en materiales con textura cristalina

La velocidad de onda se considera constante en todas las direcciones en un material dado, y esta suposición es adecuada para la mayoría de las situaciones. Un material que tiene la misma velocidad de onda en cualquier dirección se considera que es isotrópico con respecto a la propagación de onda. Dos excepciones particulares a esta consideración de isotropía

ocurren cuando un material es sometido a esfuerzos (efecto acustoelástico) o cuando es trabajado mecánicamente (fenómeno de birrefringencia). La naturaleza de anisotropía de un material se desarrolla durante la manufactura, laminado en frío y tratamiento térmico. En cuanto se refiere al laminado en frío la Figura 2.4 muestra el desarrollo de la anisotropía, los granos se alargan, así mismo a través de un número de fenómenos tales como dependencia de la velocidad acústica en la dirección, birrefringencia, desviación entre las direcciones de fase y de energía, cuasimodos etc., deformando plásticamente al material produciendo una reorientación relativa a la dirección del esfuerzo aplicado, textura cristalográfica (orientación preferencial). Esta reorientación cristalográfica, resulta en un comportamiento anisotrópico del material de tal forma que las propiedades mecánicas varían dependiendo de la orientación en la que son medidas. Como se mencionó anteriormente la textura cristalográfica afecta la velocidad ultrasónica por el llamado fenómeno de birrefringencia. La birrefringencia significa la refracción de las ondas ultrasónicas propagándose en una dirección dada en dos ondas que tienen velocidades diferentes y polarizaciones mutuamente ortogonales. De tal forma que la orientación preferencial de un espécimen puede ser determinada al medir la diferencia en tiempo de viaje de las dos ondas de corte para una misma distancia de propagación.

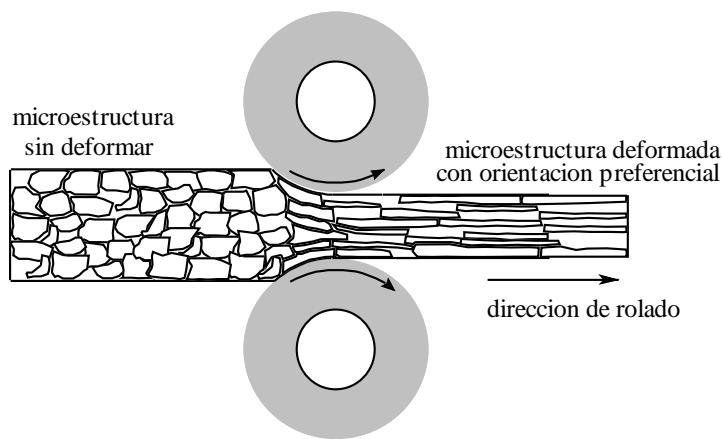


Figura 2.4 Ilustración de la naturaleza anisotrópica del material que desarrolla durante la manufactura.

Albuquerque y colaboradores [22], han estudiado el efecto térmico a 475 °C en un acero inoxidable dúplex (UNSS31803) utilizando mediciones de velocidad de onda ultrasónica y

se encontró que la velocidad longitudinal es sensible y podría detectar las transformaciones de fase por el fenómeno de descomposición espinodal el cual consiste en un mecanismo por medio del cual una solución de dos o más componentes puede separarse en fases diferenciadas de distinta composición química y propiedades físicas diferentes [23].

Otra técnica no destructiva realizada en este proyecto es el fenómeno de termoelectricidad en el cual dos conductores eléctricos de un metal conocido se encuentran unidos por sus extremos y generan una corriente eléctrica mediante la aplicación de una diferencia de temperatura entre sus uniones. Este fenómeno es descrito más a detalle a continuación.

2.4 Termoelectricidad

La termoelectricidad se considera como la rama de la termodinámica superpuesta a la electricidad donde se estudian fenómenos en los que intervienen el calor y la electricidad, el fenómeno más conocido es el de electricidad generada por la aplicación de calor a la unión de dos materiales diferentes. Si se unen por ambos extremos dos alambres de distinto material (este circuito se denomina termopar), y una de las uniones se mantiene a una temperatura superior a la otra, surge una diferencia de potencial que hace fluir una corriente eléctrica entre las uniones caliente y fría. Este fenómeno fue observado por primera vez en 1821 por el físico alemán Thomas Seebeck, y se conoce como efecto Seebeck. Posteriormente se demostró que esta diferencia de potencial proviene en realidad de efectos diferentes los cuales fueron relacionados al efecto Seebeck mediante: (efecto Peltier y efecto Thompson) los cuales serán descritos a continuación.

2.4.1 El efecto Seebeck

Para explicar el efecto Seebeck considérese una barra conductora de electricidad ilustrada en la Figura 2.5, con un extremo caliente y otro frío. Los electrones de mayor energía en el extremo caliente pueden disminuir su energía por difusión hacia el extremo frío. En esta forma, el extremo frío se carga negativamente, el extremo caliente se carga positivamente produciendo un voltaje inducido a lo largo de la barra. El voltaje inducido hace que fluya

una corriente, lo que es igual al voltaje dividido por la resistencia eléctrica de la barra. Se produce un equilibrio cuando la corriente es igual al flujo de electrones debido a la diferencia de temperatura y el voltaje inducido es constante. Debe notarse que el voltaje inducido entre los extremos de la barra depende solamente de las temperaturas de los extremos. Se producirá el mismo voltaje entre los extremos cualquiera que sea la distribución de temperaturas.

Para medir el voltaje inducido, se conecta un voltímetro a los extremos de la barra como se indica en la Figura 2.5. Si los alambres de conexión, 1, son del mismo material que el espécimen, la diferencia de temperatura inducirá el mismo voltaje en los alambres de conexión y en la barra no habrá voltaje entre las terminales del instrumento. Por otra parte, si los conectores son de otro material, se inducirá un voltaje diferente en 1 y se observará el voltaje neto $V_1 - V_0$ en el medidor. Si aumentamos la diferencia de temperatura $T_1 - T_0$ en una pequeña cantidad ΔT , los voltajes inducidos aumentarán en una pequeña cantidad. El voltaje neto, designado por V_{10} , cambiará. El régimen de cambio del voltaje con la temperatura se define como la potencia termoeléctrica S_{10} de la unión 1-0:

$$S_{10} = \frac{dV_{10}}{dT} = \frac{dV_1}{dT} - \frac{dV_0}{dT} = S_1 - S_0 \quad (4)$$

Aunque S_{10} recibe el nombre de potencia termoeléctrica de la unión, no es una propiedad de la unión. Depende solamente de las propiedades S_1 y S_0 de los dos materiales en bruto. La expresión potencia, aunque inapropiada, se usa corrientemente de todas maneras. El voltaje inducido térmicamente V_{10} , denominado potencial de Seebeck, se usa a menudo para medir temperatura. Una unión del termopar se mantiene a una temperatura conocida. El voltaje V_{10} es entonces una función de la temperatura de la otra unión.

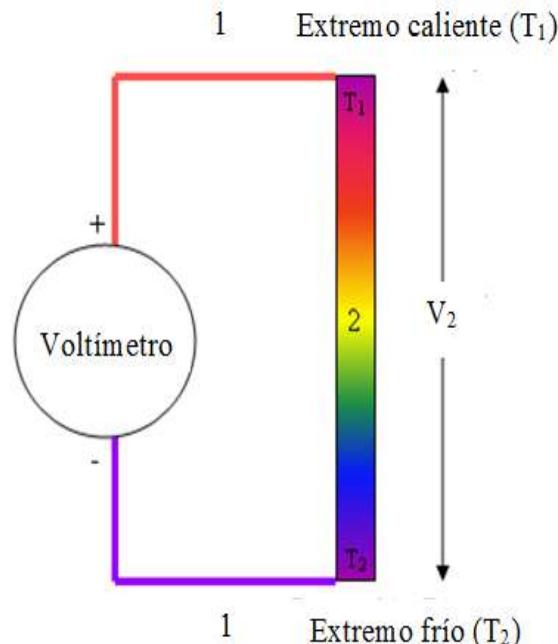


Figura 2.5 Diagrama esquemático de las mediciones termoeléctricas más comunes usadas en la caracterización no destructiva.

2.4.2 El efecto de Thomson

Con referencia nuevamente a la barra de la Figura 2.5, con un extremo caliente y otro frío, los extremos se cargarán y se generará un voltaje a lo largo de la barra. Si pasa corriente eléctrica convencional por la barra desde el extremo caliente al frío, los electrones fluyen desde el extremo frío al caliente, ya que va del extremo negativo al positivo de la barra. Esto aumenta su energía potencial por la absorción de energía en forma de calor. Si se invierte el flujo de corriente, los electrones disminuirán sus energías potenciales emitiendo calor. Esta absorción o emisión de calor debe sumarse a la pérdida de potencia o calor de Joule $I^2 R$ junto con el flujo de calor debido al gradiente térmico en la barra, para obtener la producción y el flujo total de calor. La absorción o emisión de calor recibe el nombre de efecto Thomson, y la ecuación (5) define al coeficiente de Thomson $\mu_T \cdot J_x$ y dT / dx son la densidad de corriente y el gradiente térmico a lo largo de la barra en la Figura 2.6 y dQ / dt es el calor emitido por unidad de volumen por segundo.

$$\frac{dQ}{dt} = -\mu_T J_x \frac{dT}{dx} \quad (5)$$

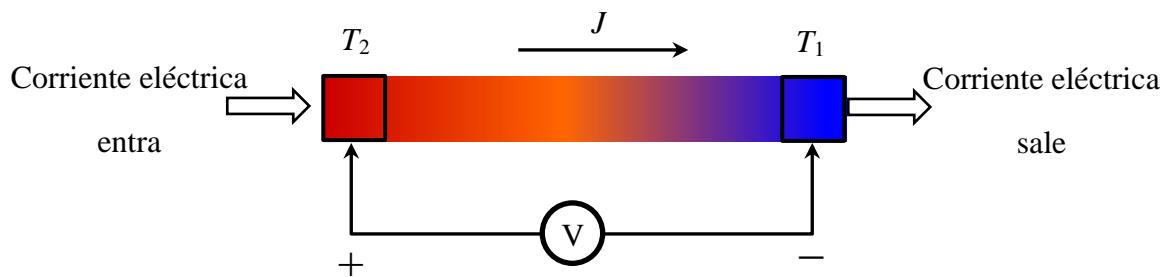


Figura 2.6 Esquema del efecto Thomson.

2.4.3 El efecto de Peltier

Un tercer efecto termoeléctrico importante es el efecto de Peltier, ilustrado en la Figura 2.7.

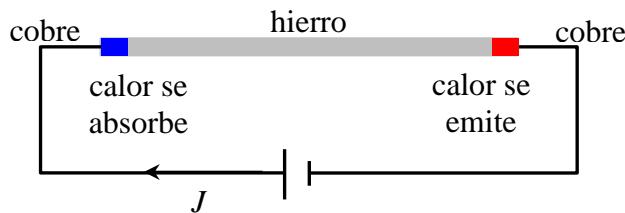


Figura 2.7 Esquema del efecto Peltier.

Cuando una corriente eléctrica pasa a través de una unión termopar y dependiendo de la dirección de esta, la unión absorberá o emitirá calor. El calor de Peltier μ_{12} se define como el calor reversible emitido en la unión por unidad de tiempo por unidad de corriente eléctrica que fluye de 1 a 2, ilustrado en la ecuación (6).

$$\frac{dQ}{dt} = \mu_{12} \quad (6)$$

Por definición $\mu_{12} = \mu_{21}$

En la discusión del efecto Thomson se dijo que los electrones pueden convertir calor en energía potencial y viceversa. En general, los electrones pueden transportar calor en las

formas de energía térmica y potencial. La proporción de calor que llevan los electrones depende de la temperatura, campos eléctricos y del material por el cual fluyen los electrones y su valor por mol de electrones es diferente para diferentes materiales, y en consecuencia sus potencias termoeléctricas y coeficientes de Thomson difieren. Cuando los electrones fluyen del material 1 al material 2 (ver Figura 2.7), cambia la cantidad de calor que llevan y la diferencia tiene que ser absorbida o liberada, dependiendo de la dirección del flujo de corriente en la unión. En consecuencia, el *efecto de Peltier* es proporcional a la diferencia en el calor llevado por los electrones de conducción de los dos materiales. El calor absoluto de Peltier puede definirse de la misma manera que la potencia termoeléctrica absoluta, teniendo:

$$\mu_{12} = \mu_1 - \mu_2 \quad (7)$$

Ni el efecto de Peltier ni el efecto Seebeck dependen de la naturaleza de la unión entre los dos materiales. La unión puede ser soldada en diferentes formas o fundida. Los efectos se deben a los materiales mismos y no a las propiedades de la unión.

2.4.4 Potencial termoeléctrico

El potencial termoeléctrico es muy sensible a varias características del material que pueden afectar su medición. La composición química es una de estas características que tienen un efecto fuerte sobre el potencial termoeléctrico donde la aplicación básica de esta técnica dentro del campo de caracterización, es la selección de materiales [24]. Sin embargo, los materiales con composiciones químicas iguales pueden causar cambios en el potencial termoeléctrico provocados por el proceso de conformado, tratamiento térmico, endurecimiento, etc., lo cual puede ser explotado dentro del campo de los ensayos no destructivos. El potencial termoeléctrico, es una propiedad electrónica dependiente de la temperatura del material que puede ser descrita como la entropía de electrones libres en la aleación [25]. Varios factores controlan el potencial termoeléctrico, entre ellos: la concentración electrónica, la masa efectiva de electrones y la distribución electrónica en una aleación. Todos estos factores son influenciados por el contenido de soluto, deformación de red, cambios microestructurales, conformado del material y cambios de

fase dependientes del tiempo. En las aleaciones metálicas el valor y el signo del potencial termoeléctrico dependen de las características electrónicas en la vecindad del nivel de energía de Fermi, el tensor de masa efectiva, la densidad de estados electrónicos y los mecanismos de dispersión dominantes [24]. El potencial termoeléctrico involucra interesantes fenómenos, algunos de los cuales pueden ser explotados en ensayos no destructivos y caracterización de materiales. La técnica termoeléctrica está basada en el efecto Seebeck la cual es comúnmente utilizada en termocoples para medir la temperatura en la unión entre dos diferentes conductores. El equipo para medir potencial termoeléctrico consta de dos electrodos de referencia, uno de ellos es calentado por medios eléctricos hasta cierta temperatura T_h , mientras que el otro permanece a temperatura ambiente T_c . Las mediciones de potencial termoeléctrico son dadas por la ecuación (8).

$$V = \int_{T_c}^{T_h} [S_S(T) - S_R(T)] dT = \int_{T_c}^{T_h} S_{SR}(T) dT \quad (8)$$

Donde T es la temperatura, SS y SR denotan el potencial termoeléctrico del espécimen y del electrodo de referencia, respectivamente. Cualquier cambio en las características del material puede afectar el potencial termoeléctrico $S_{SR} = S_S - S_R$, el cual es la diferencia del potencial termoeléctrico del espécimen con respecto al del electrodo de referencia. En muchos casos, la dependencia de la temperatura en el potencial puede ser despreciada en el rango de operación y entonces puede ser aproximado a $V \approx (T_h - T_c) S_{SR}$. Existen varios factores que pueden afectar las mediciones de potencial termoeléctrico de un espécimen, los más importantes son asociadas con el contacto y volumen [26]. El volumen afecta las mediciones termoeléctricas debido a la cinética de difusión de los electrones a través del material. El contacto se refiere a como se colocan los electrodos o puntas en el espécimen, la presión ejercida y la temperatura de los electrodos.

La presencia de grietas en componentes de máquinas o estructuras puede debilitarlos y eventualmente generar la falla por fractura. Esto puede ocurrir a niveles de esfuerzo inferiores al esfuerzo de fluencia del material, en el cual podría esperarse que ordinariamente ocurra la falla, es por ello que este trabajo analiza el efecto que produce la

precipitación de fase sigma en la rapidez de propagación de una grieta y la tenacidad a la fractura, a continuación se describen los conceptos básicos de estos temas.

2.5 Crecimiento de grieta

La presencia de una grieta puede reducir significativamente la resistencia de un componente crítico provocando la fractura frágil. La situación más común se presenta como una pequeña imperfección, dentro de la cual se desarrolla una grieta, está crece hasta alcanzar su tamaño crítico y provoca la fractura frágil.

El crecimiento de grieta puede ser causado por cargas cíclicas, debido a un comportamiento llamado: *crecimiento de grietas por fatiga*. El análisis de crecimiento de grietas es obtenido usando el concepto de factor de intensidad de esfuerzos K , donde la mecánica de la fractura cuantifica la severidad del efecto de la grieta y K depende de la combinación de longitud de grieta, cargas y geometría. El factor de intensidad de esfuerzos puede ser calculado con:

$$K = F\sigma\sqrt{\pi a} \quad (9)$$

Donde a es la longitud de la grieta, σ es el esfuerzo nominal, F es función dimensional de la geometría. Por lo tanto, bajo amplitudes de carga cíclica constante, la dependencia de K en a y F provoca un acelerado crecimiento en las grietas.

2.5.1 Conceptos básicos de crecimiento de grieta

Considerar un crecimiento de grieta que incrementa la longitud por una cantidad Δa durante la aplicación de un número de ciclos ΔN . La tasa de crecimiento con respecto a los ciclos puede ser caracterizada con la relación $\Delta a/\Delta N$, o por intervalos pequeños como da/dN (mm/ciclo). La tasa de crecimiento de grieta por fatiga, es la pendiente sobre un punto de una curva a en función de N . Asumiendo que las cargas aplicadas son cíclicas con valores constantes de carga P_{max} y P_{min} , por lo tanto valores constantes de esfuerzo nominal de $\sigma_{máx}$ y σ_{min} . Para el crecimiento de grieta por fatiga es común el uso del rango y la relación de esfuerzos:

$$\Delta\sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min} \quad \text{y} \quad R = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}} \quad (10)$$

La variable principal que afecta la tasa de crecimiento de una grieta es el rango del factor de intensidad de esfuerzos como muestra la ecuación (11):

$$\Delta K = F\Delta\sigma\sqrt{\pi a} \quad (11)$$

El valor de F depende solamente de la geometría del espécimen y de la longitud relativa de grieta (a/W). Si la carga no fuera cíclica, el rango máximo y el mínimo de R estaría dado por:

$$K_{\max} = F\sigma_{\max}\sqrt{\pi a}, \quad K_{\min} = F\sigma_{\min}\sqrt{\pi a}$$

$$\Delta K = K_{\max} - K_{\min} \quad R = \frac{K_{\min}}{K_{\max}} \quad (12)$$

Es importante para especímenes de pruebas de laboratorio, utilizar la expresión alternante de K en términos de carga aplicada P , ecuación (13):

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B\sqrt{W}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (13)$$

2.5.2 Comportamiento del crecimiento de grietas por fatiga de los materiales

Para un material, el comportamiento del crecimiento de la grieta puede ser descrito por la relación entre la tasa de crecimiento de grieta cíclico da/dN y el rango del factor de intensidad de esfuerzos ΔK . Los datos de prueba y curva aptos para un material son mostrados en el grafico log-log en la Figura 2.8. Para los valores intermedios de ΔK , se observa una línea recta sobre el rango log-log, para el caso de la Figura 2.5, la ecuación que representa esta línea es la siguiente:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad (14)$$

Donde C es una constante y m es la pendiente sobre el grafico log-log, asumiendo que las décadas sobre ambas escalas logarítmicas tienen la misma longitud. Esta ecuación fue identificada por Paris y fue influenciada en la primera aplicación de la mecánica de la fractura sobre fatiga alrededor de los 60's [27].

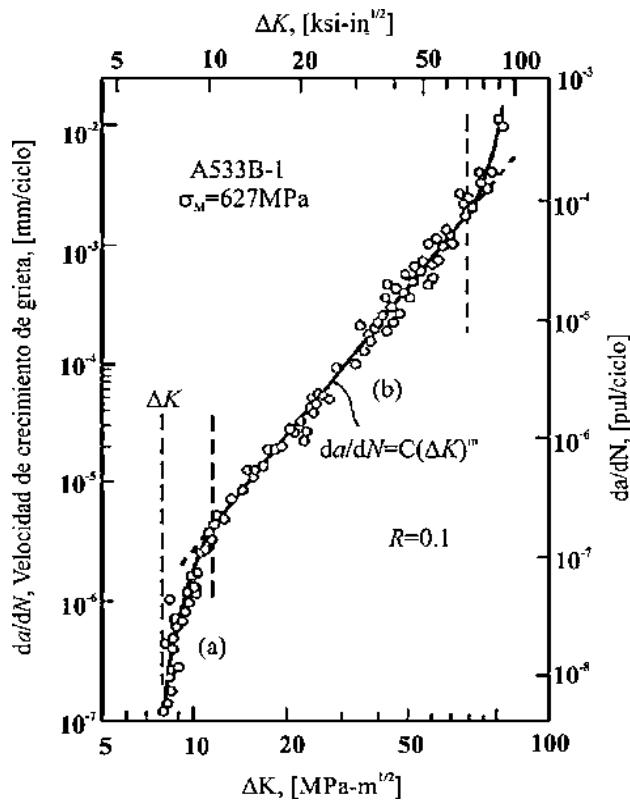


Figura 2.8 Tasa de crecimiento de grieta, cubriendo un amplio rango de intensidades de esfuerzos para un acero dúctil de un recipiente a presión [25].

Para tasas de crecimiento bajas, la curva generalmente comienza a inclinarse y se acerca a una asintótica vertical denominada como ΔK , la cual es llamada umbral del crecimiento de grieta por fatiga. Esta cantidad es interpretada como el valor límite más bajo de ΔK para el cual el crecimiento de grieta no ocurre ordinariamente. Para tasas de crecimiento altas, la curva puede empezar a inclinarse. Esto debido al inestable crecimiento de grieta, que ocurre justo antes de la falla final del espécimen de prueba. Tal comportamiento puede ocurrir donde la zona plástica es pequeña, en tal caso la curva asintótica se aproxima a la tenacidad a la fractura K_{IC} para el material y espesor de interés.

El valor de la relación de esfuerzos R , afecta la tasa de crecimiento, Para un ΔK dado, incrementando R , incrementa la tasa de crecimiento y viceversa. Este es mostrado en la Figura 2.9.

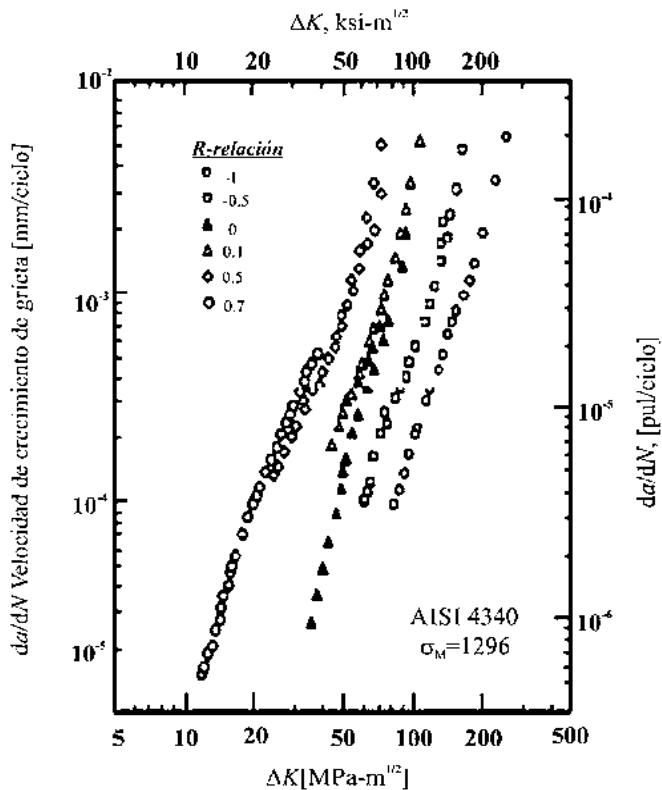


Figura 2.9 Efecto de la relación de R , sobre la razón de crecimiento de grieta para un acero aleado [25].

2.5.3 Prueba de tasa de crecimiento de grieta por fatiga y análisis de datos

En una prueba típica, se aplica una carga cíclica de amplitud constante a un espécimen de prueba. Antes de comenzar la prueba es necesario hacer un pre-agrietamiento. Esto es realizando un maquinado previo, que consiste en una muesca en el espécimen y después, comenzando a agrietar por medio de un ciclo con bajo nivel de esfuerzo. Una vez generada la pre-grieta, la carga es aplicada al más alto nivel de esfuerzo para el resto de la prueba. El progreso de la grieta es registrado en términos del número de ciclos requeridos para alcanzar entre diez, veinte o más valores diferentes de longitud de grieta, estos son del orden de 1mm de distancia para un espécimen con tamaño $W = 50$ mm. Los resultados de

longitud de grieta pueden ser graficados como puntos discretos contra el correspondiente número de ciclos como se muestra en la siguiente Figura 2.10.

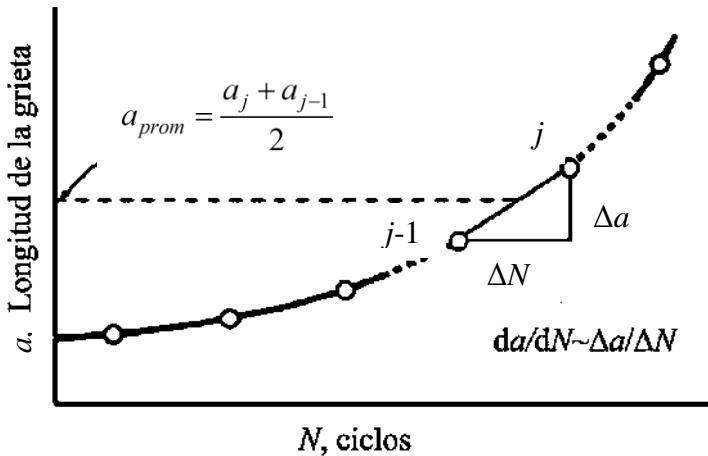


Figura 2.10 Razón de crecimiento de grieta para obtener puntos pares adyacentes de a en función de N [27].

Para medir la longitud de la grieta, una aproximación es por observación visual, a través de un microscopio a bajos aumentos (de 20 a 50 X) cuando la grieta alcanza varias longitudes, las cuales han sido marcadas previamente sobre los especímenes. Existen otros métodos sofisticados se utilizan para medir la longitud de la grieta, por ejemplo, en el crecimiento de la grieta, la deflexión del espécimen se incrementa, resultando con ello un decremento en la rigidez. El cambio de rigidez puede ser medido y usado para calcular la longitud de la grieta. Otra aproximación es la de pasar una corriente eléctrica a través del espécimen, midiendo cambios en el campo de voltaje durante el crecimiento de la grieta, se puede obtener la longitud de la grieta. Las ondas ultrasónicas pueden ser también reflejadas de la grieta y usadas para medir este progreso.

Para obtener tasas de crecimiento de longitud de la grieta contra número de ciclos, una aproximación conveniente es calcular las pendientes entre los puntos de los datos, como lo muestra la Figura 2.10. Si los datos de los puntos son numerados como 1, 2, 3, 4... j , entonces la tasa de crecimiento para el segmento final del punto j es:

$$\left(\frac{da}{dN} \right)_j \approx \left(\frac{\Delta a}{\Delta N} \right)_j = \frac{a_j - a_{j-1}}{N - N_{j-1}} \quad (15)$$

El correspondiente ΔK es calculado del promedio de la longitud de la grieta en el intervalo:

$$\Delta K_j = F \Delta \sigma \sqrt{\pi a_{avg}}, \quad \Delta K_j = \frac{\Delta P}{B \sqrt{W}} f \left(\frac{a_{avg}}{W} \right) \quad (16)$$

Dónde:

$$a_{avg} = \frac{a_j + a_{j-1}}{2}, \quad \frac{a_{avg}}{W} = \frac{a_j - a_{j-1}}{2W} \quad (17)$$

Este procedimiento es válido solamente si la longitud de la grieta es medida en intervalos equivalentemente pequeños. De lo contrario, la tasa de crecimiento y K pueden diferir mucho entre observaciones adyacentes. La norma ASTM E647 establece los criterios experimentales para llevar a cabo la prueba de crecimiento de grieta por fatiga [28].

La iniciación de grieta por fatiga en aceros inoxidables dúplex (AID) dependen de la orientación, fuerza inherente, ya que determinan la evolución del daño a la fatiga. La evolución del daño por fatiga en AID se complica cuando el material es envejecido a altas temperaturas y la diferencia en las propiedades mecánicas se vuelve más pronunciada [29]. Stolarz y colaboradores [30] estudiaron sobre características específicas en una aleación de doble fase a la deformación cíclica y encontraron que los sitios de iniciación de la grieta (fase frágil, dúctil e interfaces), en el modo de daño cíclico, la vida a la fatiga depende de parámetros morfológicos en la microestructura además de la diferencia en las propiedades mecánicas de las fases constitutivas. Marinelli y colaboradores [31] observaron la propagación de las grietas para los AID fragilizados y encuentran que existe una buena correlación entre la propagación de grietas experimentalmente y las obtenidas por simulación. Algunos autores [15, 32] han informado que la tasa de propagación de la grieta está fuertemente influenciada por la mala orientación de la grieta y la dirección de deslizamiento entre los granos. Krupp y colaboradores [33] propusieron un modelo capaz

de describir el efecto de diferentes barreras microestructurales contra la propagación de grietas por un mecanismo orientado a la forma.

2.6 Mecánica de la fractura

El campo de mecánica de la fractura se enfoca en prevenir la fractura. Es una disciplina relativamente joven menos de 50 años de existencia. Aunque el concepto de fractura frágil no es nuevo, este problema se ha conocido desde la antigüedad y los diseñadores evitaban este problema al hacer que la estructura estuviera en compresión como en el caso de los arcos romanos en puentes. Cuando en el siglo XIX se introdujo el hierro maleable, se permitió un avance considerable en las industrias de puentes y ferrocarriles [16]. Esto dio auge como consecuencia un nuevo comportamiento de falla, la falla por fatiga. La teoría de la época decía que las fallas que se presentaron se debían a la acción de esfuerzos cíclicos que cambiaban la naturaleza fibrosa del hierro para transformarlo en una forma cristalina frágil. Fue Rankine el primero en discutir las fallas por fatiga ya que desechar la teoría de recristalización y afirmó que pequeñas grietas se generaban en la superficie y parecía que ellas penetraban gradualmente hacia el centro del componente. Esta descripción es característica de las grietas por fatiga en ejes rotatorios de maquinarias.

La mecánica de fractura relaciona el tamaño, forma de una grieta y las fuerzas o cargas que conducen a la fractura de un componente de forma y dimensiones definidas. Para esto, se apoya en el cálculo de la distribución de esfuerzos, deformaciones, desplazamientos alrededor de una grieta. Existen varias metodologías de análisis de componentes agrietados, dependiendo de la extensión de la deformación plástica que precede a la fractura. De acuerdo con la extensión de la deformación plástica, las categorías de la fractura son:

- **Fractura lineal elástica:** cuando la extensión de la zona plástica está confinada a una pequeña región frente a la punta de la grieta y la deformación del resto del cuerpo es elástica.
- **Fractura elasto plástica:** la zona plástica se extiende en el total remanente del ancho de la pieza, pero permaneciendo como una región relativamente estrecha alrededor del plano de la grieta.

- **Colapso plástico:** la fractura es precedida de deformación plástica y es generalizada.

La mecánica de fractura considera que el proceso de fractura inicia con una grieta que se propaga hasta la separación final o fragmentación de la pieza. Si durante la propagación de la grieta, ésta puede detenerse al disminuir o desaparecer los esfuerzos, se dice que la propagación es *estable* y si la grieta se propaga de manera rápida, autoacelerada y es prácticamente imposible de detener, entonces la propagación es *inestable*. La mecánica de fractura también separa la fractura en función de su dependencia del tiempo.

De acuerdo con esto, la fractura se clasifica en:

- **Fractura estática:** es la fractura bajo una sola aplicación de carga, relativamente independiente del tiempo y con una rapidez de propagación muy grande en condiciones de inestabilidad. Estos tipos de fractura incluyen la fractura frágil, la ruptura dúctil y el colapso plástico.
- **Fractura retardada o propagación de grietas:** se presenta cuando la propagación de las grietas trascurre a través del tiempo o por la acción de cargas repetitivas o fluctuantes. Es de carácter estable e incluye a la fatiga, la propagación por termofluencia y al agrietamiento por corrosión y esfuerzos. La Figura 2.11 muestra esquemáticamente los tres tipos de fractura que se pueden presentar bajo la acción de cargas o esfuerzos.

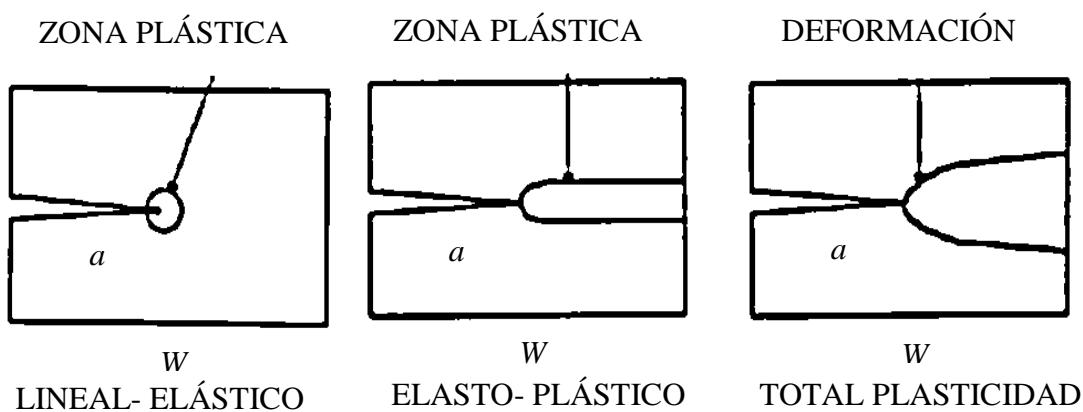


Figura 2.11 Tipo de fractura de acuerdo a la extensión de la zona plástica.

Existen dos enfoques en la mecánica de la fractura elástico-lineal (MFEL), el enfoque de energía y el enfoque de concentración de esfuerzos. La Figura 2.12 (a) muestra el modo de apertura (modo I) comúnmente adoptado en mecánica de la fractura.

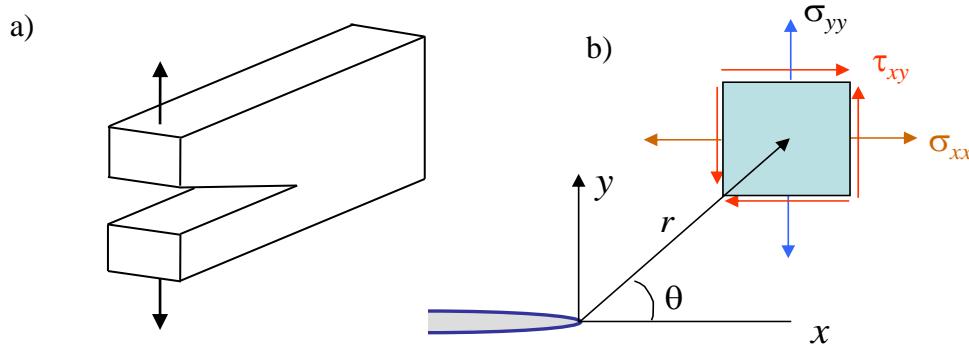


Figura 2.12 a) modo de deformación por apertura, b) esquema de un elemento diferencial y los esfuerzos presentes a una distancia r de la raíz de la grieta.

El enfoque de distribución de esfuerzos con el modo de deformación por apertura en una región al frente de la raíz de la grieta se muestra en la Figura 2.12 (b) y tiene una forma funcional ecuación (18).

$$\begin{aligned}\sigma_x &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right] \\ \sigma_y &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left[1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right] \\ \tau_{xy} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2}\end{aligned}\quad (18)$$

Donde K_I es el factor de intensidad de esfuerzos en el modo I y depende de la geometría del espécimen, σ_x , σ_y son los esfuerzos en la dirección x y y respectivamente, τ_{xy} es el esfuerzo de corte. Cada componente de esfuerzo es proporcional a una constante K_I . Si esta es conocida, entonces la distribución total de los esfuerzos en la raíz de la grieta puede ser calculada con las ecuaciones (18). K_I caracteriza completamente las condiciones de la raíz de la grieta en un material linealmente elástico.

Si asumimos que un material falla localmente con unas combinaciones de esfuerzo y deformación, entonces podríamos decir que la fractura deberá ocurrir en una intensidad de factores crítica K_{IC} . Por lo tanto la falla, ocurre cuando $K_I = K_{IC}$, esta es la ley de fractura frágil y es equivalente al requerimiento de que:

$$K_I \text{ en fractura} = K_{IC} \quad (19)$$

Donde, K_{IC} es una medida de la resistencia del material a la fractura, la cual es una propiedad del material. Las cantidades opuestas por el signo igual en la ecuación (19) representan fundamentalmente dos cantidades diferentes ya que K_I depende de la geometría del espécimen, por eso es conocido como *factor geométrico de intensidad de esfuerzo*, el cuál puede determinarse mediante diferentes técnicas entre ellas tenemos métodos analíticos, métodos numéricos y métodos experimentales. Experimentalmente se ha encontrado que la tenacidad a la fractura varía con el espesor del espécimen de prueba, teniendo su mínimo valor precisamente en condiciones de deformación plana, como se muestra en la Figura 2.13. Aunque no se sabe con exactitud la causa de esto, es posible que que se deba al menor tamaño de la zona plástica y la mayor restricción plástica en deformación plana, que hacen que la energía global consumida en el proceso de fractura y por lo tanto la tenacidad a la fractura, sean menores que en esfuerzo plano.

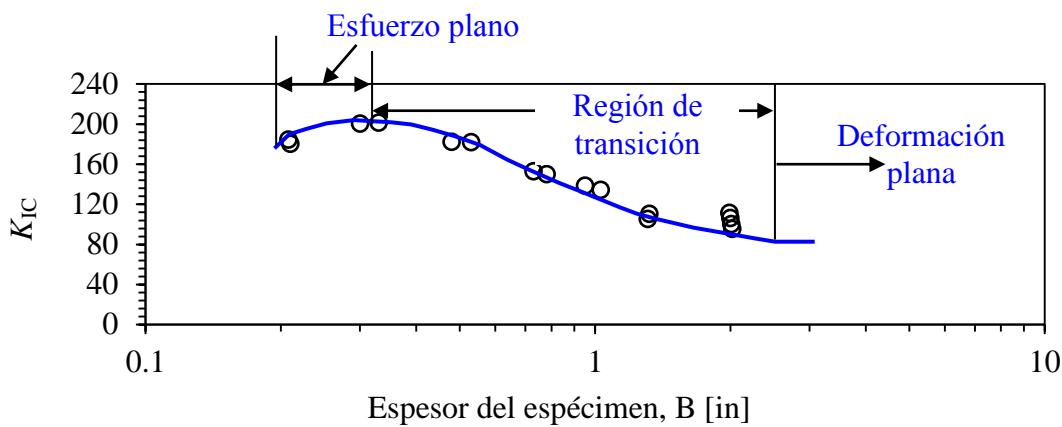


Figura 2.13 Variación de K_{IC} con respecto al espesor.

2.6.1 Determinación experimental de la tenacidad a la fractura K_{IC}

De acuerdo a la norma ASTM E399 se recomiendan cinco tipos de especímenes para la determinación de K_{IC} , el tamaño y la forma de estas muestras han sido seleccionados en base a las necesidades establecidas para las pruebas de fractura y la disponibilidad de calibraciones precisas geométricas del factor de intensidad de esfuerzos. Para todas las geometrías de los especímenes, la punta de la grieta debe estar cerca del centro de la muestra por el requisito de que $0.45 \leq a/W \leq 0.55$.

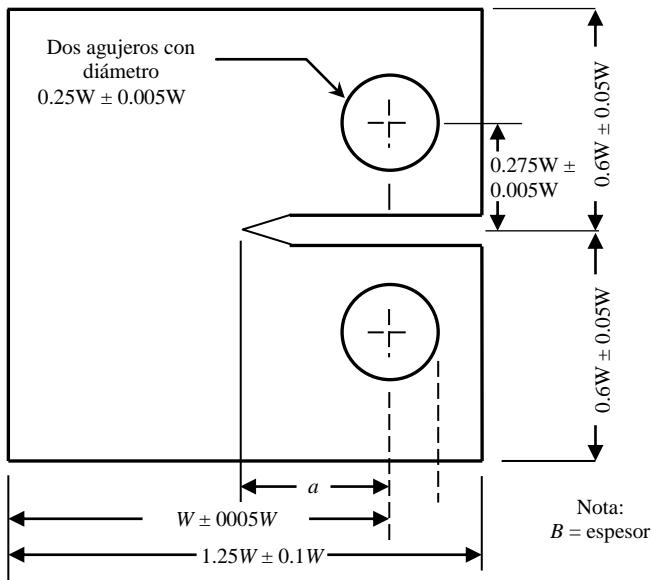


Figura 2.14 Probeta estandarizada por la norma ASTM E399 [34].

En esta investigación se utilizaron especímenes con geometría de tensión compacta, ver Figura 2.14 con una relación de ancho/espesor (W/B) de 4, aunque ahora se permite una gama de valores de acuerdo a $2 \leq W/B \leq 4$. Para esta geometría, el factor de intensidad de esfuerzos está dado por la ecuación

$$K_Q = \frac{P_Q}{BW^{1/2}} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (20)$$

Donde

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{\left(2 + \frac{a}{W}\right)0.886 + 4.64\frac{a}{W} - 13.62\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14.72\left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5.6\left(\frac{a}{W}\right)^4}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{\frac{3}{2}}} \quad (21)$$

El procedimiento para la realizar la prueba es sencillo, y la instrumentación requerida está ampliamente disponible. Sólo dos parámetros se registran en esta prueba: la carga remota aplicada (P), y el desplazamiento de la boca de la grieta (δ), medido con un extensómetro de clip. El registro de desplazamiento–carga se verá como una de las tres curvas mostradas en la Figura 2.15. De los gráficos generados, se obtienen dos valores fundamentales: P_Q y P_{max} . En todos los casos, P_Q es el valor de carga sustituido en la fórmula apropiada por encima de K_Q ; y P_{max} es la carga máxima o la carga de falla. Todas las muestras deben fallar por completo con el fin de ser considerados en los cálculos. Cada una de las tres curvas representa un mecanismo diferente de falla, y en consecuencia, la carga crítica correspondiente a la falla, P_Q , se determina de manera diferente.

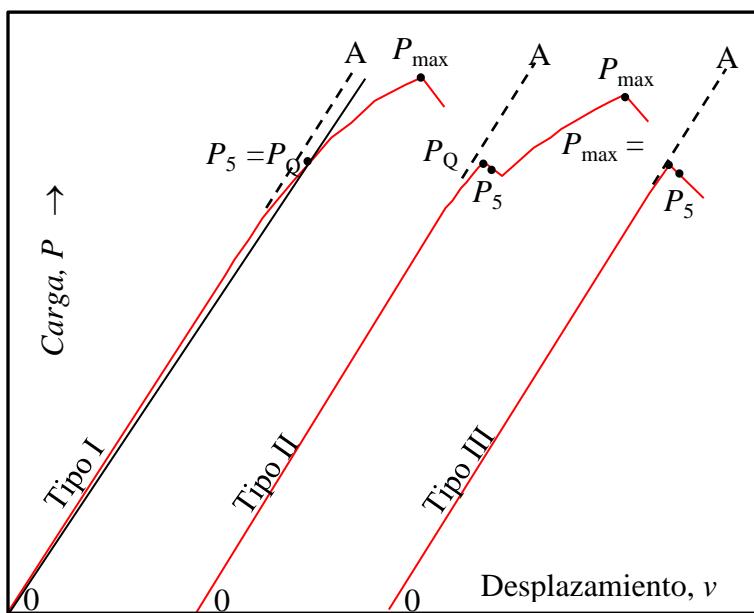


Figura 2.15 Determinación de P_Q de cada uno de los tres principales desplazamiento de carga [16].

En el caso de un comportamiento de tipo I, la desviación gradual de la falta de linealidad precedente indica un período de crecimiento estable de la grieta. Si se asume que es deseable limitar la extensión del crecimiento estable de la grieta, Δa , a un valor menor que el radio de la zona plástica.

En el caso de Tipo II, hay un ligero descenso que precede a la carga máxima, esto indica un repentino pero breve período de extensión rápida de la grieta que precede a la falla total. Esta condición, conocida como *pop-in*, corresponde al límite inferior de resistencia a la falla de material, y en este caso, P_Q se toma como la carga en el instante del *pop-in*.

Finalmente, las fallas del tipo III son aquellas en las cuales la falla continua propagándose a través del ligamento restante del espécimen y por lo tanto $P_Q = P_{max}$. Para todos los tipos de curva de carga-desplazamiento, el estándar 399E requiere que P_{max} sea mayor al 10 % del valor de P_Q como se define para cada uno de los tipos de error. Esta restricción asegura que P_Q definida para cada tipo de falla sea un valor representativo de la carga en el instante del inicio de la fractura [35].

$$B_{min} = 2.5 \left(\frac{K_Q}{\sigma_y} \right)^2 \quad (22)$$

y que

$$a_{min} = 2.5 \left(\frac{K_Q}{\sigma_y} \right)^2 \quad (23)$$

Si cumple este requisito, entonces $K_Q = K_{IC}$ y un resultado puede ser reportado.

Los valores de K_{IC} para metales de ingeniería están en el rango de 20 a 200 MPa, incrementando la resistencia de algunos metales, para el caso de los polímeros los valores de K_{IC} están en el intervalo de 1 a 5 MPa. En el caso de materiales compuestos de matriz polimérica y reforzados con fibras largas, se pueden alcanzar altos valores de la tenacidad a la fractura debido a que las fibras obstaculizan el crecimiento de las grietas. Los materiales

cerámicos tienen también bajos niveles de K_{IC} , típicamente en el rango de 1 a 5 MPa. Este comportamiento es de esperarse por la poca ductilidad de estos materiales.

Ruiz y colaboradores [7], llevaron a cabo mediciones ultrasónicas lineales y no lineales, además de realizar pruebas destructivas y microscopía electrónica de barrido con el propósito de evaluar el tratamiento de envejecimiento de especímenes de acero inoxidable dúplex 2205, se observó que cuando el acero es sometido a altas temperaturas de 650 °C, 700 °C y 900 °C se presenta una transformación de fase y se da la precipitación de fases secundarias a través de la reacción $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ (la ferrita se transforma en austenita secundaria y fase sigma) lo cual reduce drásticamente las propiedades de impacto de este acero, Se encontró que el parámetro no lineal es más sensible al daño térmico en tiempos de permanencia cortos en comparación con la velocidad ultrasónica y la atenuación.

Johan y colaboradores [36], analizaron las delaminaciones de las superficies de fractura, llamadas divisiones. Es un fenómeno importante que se produce a temperaturas inferiores a cero, en aceros inoxidables dúplex laminados en caliente, observaron el comportamiento en la tenacidad a la fractura y como afectan la microestructura del fenómeno de división, su enfoque fue probar en barras con muescas curva, SE (B), con espesores de 50, 30 y 10 mm. Los valores de K_{JC} indican que el espesor de la muestra no influye en la resistencia a la fractura de iniciación como se muestran en la Figura 2.16. Las divisiones se comportan prácticamente constantes a la tenacidad a la fractura independientemente del espesor de la probeta.

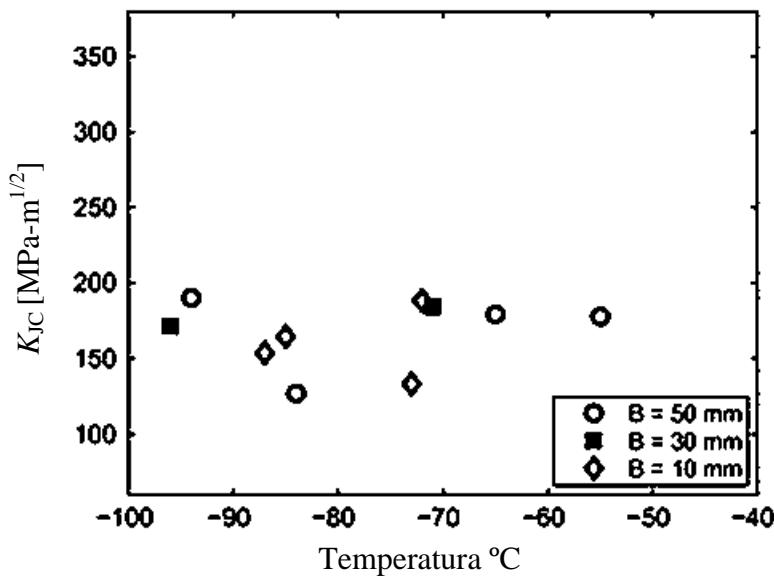


Figura 2.16 Iniciación de la resistencia a la fractura de la placa de 50, 30 y 10 mm del acero inoxidable dúplex 2205 [36].

Chen y colaboradores [3] determinaron el efecto de tenacidad en el envejecimiento a altas temperaturas sobre la evolución microestructural en el acero inoxidable dúplex 2205. Ellos calculan la resistencia al impacto Charpy a temperatura ambiente usando tres muestras para cada combinación de tiempo de envejecimiento y temperatura. Los resultados se presentan en la Figura 2.17, donde se observa que la tenacidad disminuye con el tiempo de tratamiento térmico. En el caso de envejecimiento a 900 y 875 °C, existe una caída drástica en la tenacidad que se produce después de que el tiempo de envejecimiento es de sólo 5 min. Sin embargo, la disminución de la tenacidad en la etapa inicial es más lenta en el caso de envejecimiento a 650 °C. El grave deterioro de la tenacidad para el acero envejecido a temperaturas más altas es debido a la formación de fase σ que es conocida por su efecto perjudicial en la tenacidad. El mecanismo de deformación plástica en metales está íntimamente relacionado con su microestructura, particularmente con la estructura de dislocaciones durante el endurecimiento por fatiga [3].

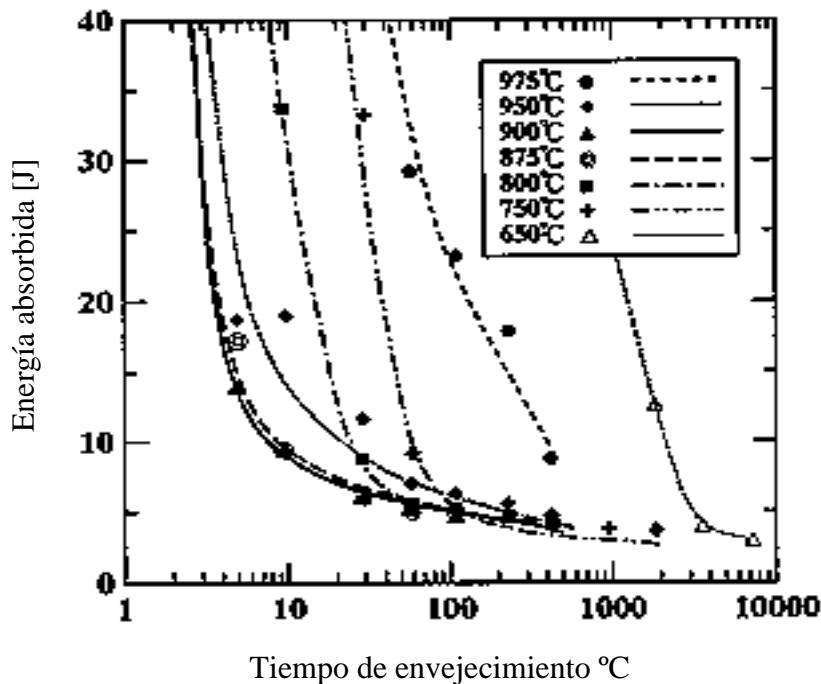


Figura 2.17 Efecto del tratamiento de envejecimiento con respecto a la energía absorbida de impacto (ensayo Charpy V) de un acero inoxidable dúplex 2205 a diferentes temperaturas isotérmicas [3].

Rubio y colaboradores [37], examinaron el efecto laser shock peening (LSP) sobre el comportamiento en la fatiga en especímenes de acero inoxidable dúplex 2205. Los parámetros del proceso tales como la densidad de pulsos son variados y demuestran que la elaboración por el LSP es una técnica de tratamiento de superficie eficaz para mejorar las propiedades de fatiga del acero inoxidable dúplex 2205 en la tasa de crecimiento de grietas por fatiga, tenacidad a la fractura, micro-dureza y esfuerzos residuales.

CAPÍTULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se describen los diferentes experimentos realizados en esta tesis. La Figura 3.1 los muestra:

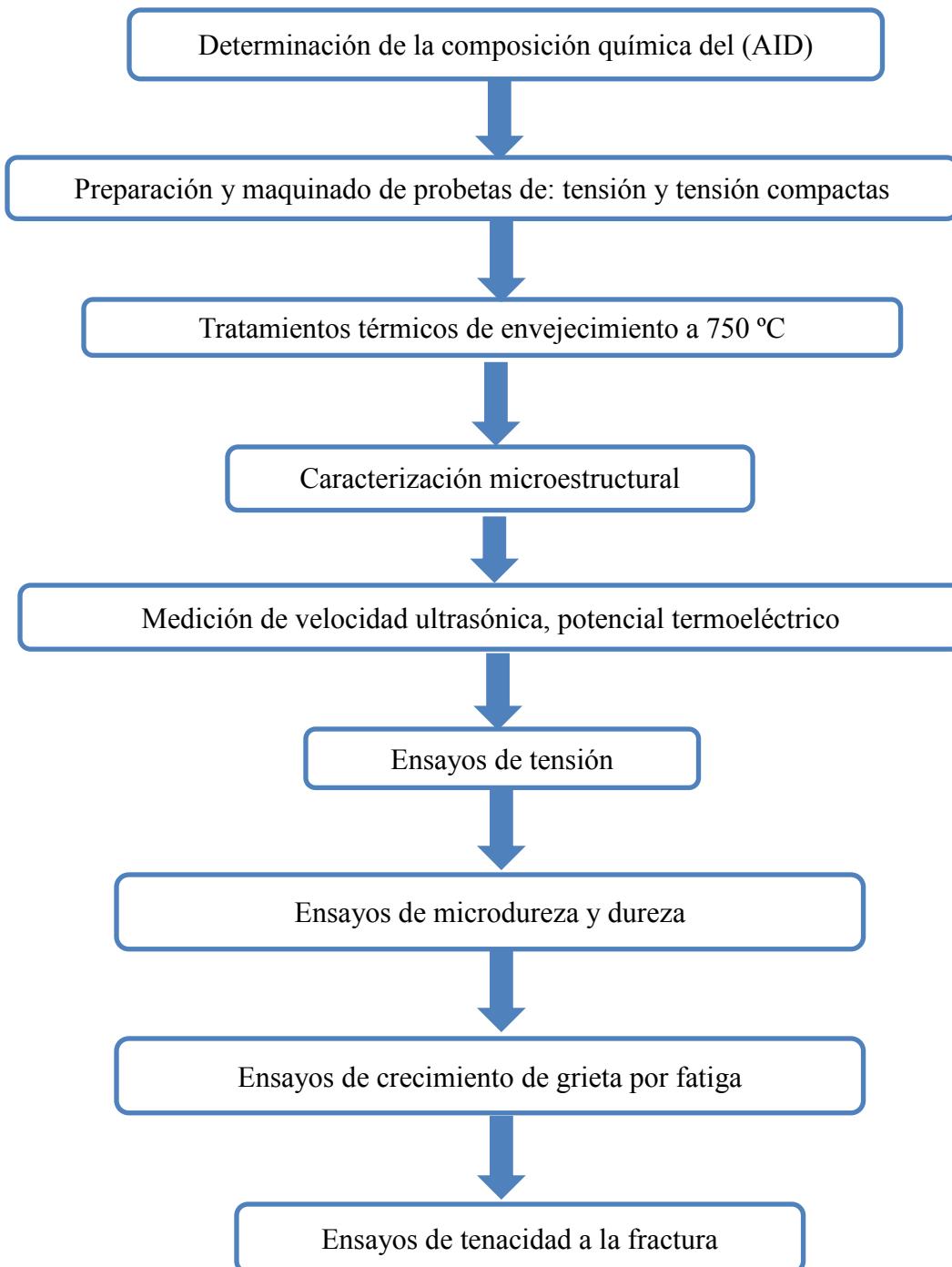


Figura 3.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental del proyecto.

3.1 Determinación de la composición química del acero inoxidable dúplex 2205

El análisis químico para determinar la composición química del acero inoxidable dúplex 2205 fue realizado por la compañía METALTEST, el reporte de los resultados se muestra en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Porcentaje en peso de los principales elementos de aleación del acero inoxidable dúplex 2205.

Composición química [% en peso]								
C	Cr	Ni	Mo	Fe	V	W	Co	Mn
0.02	22.5	5.8	3.1	66.01	0.159	0.02	0.055	1.5

3.2 Preparación y maquinado de probetas

Se maquinaron especímenes de tensión de acuerdo a la norma ASTM E8 [38] para las pruebas de tensión (ver Figura 3.2) y especímenes de tensión compacto bajo la norma ASTM E399 para las pruebas de crecimiento de grieta y tenacidad a la fractura (ver Figura 3.3), para la realización de ambos ensayos.

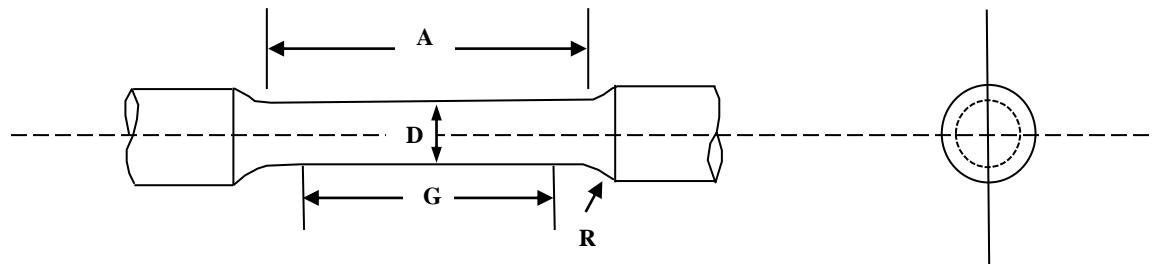


Figura 3.2. Probeta de tensión bajo la norma ASTM E8.

Tabla 3.2. Especificaciones de la norma ASTM E8 para la fabricación de probetas redondas de especímenes con espesores pequeños

Nomenclatura de Dimensión	Dimensiones (mm)
G- Longitud calibrada	16.256±0.127
D- Diámetro	4±0.0762
R- Radio de filete, mínimo	3.97
A- Longitud de la sección reducida, mínimo	31.75

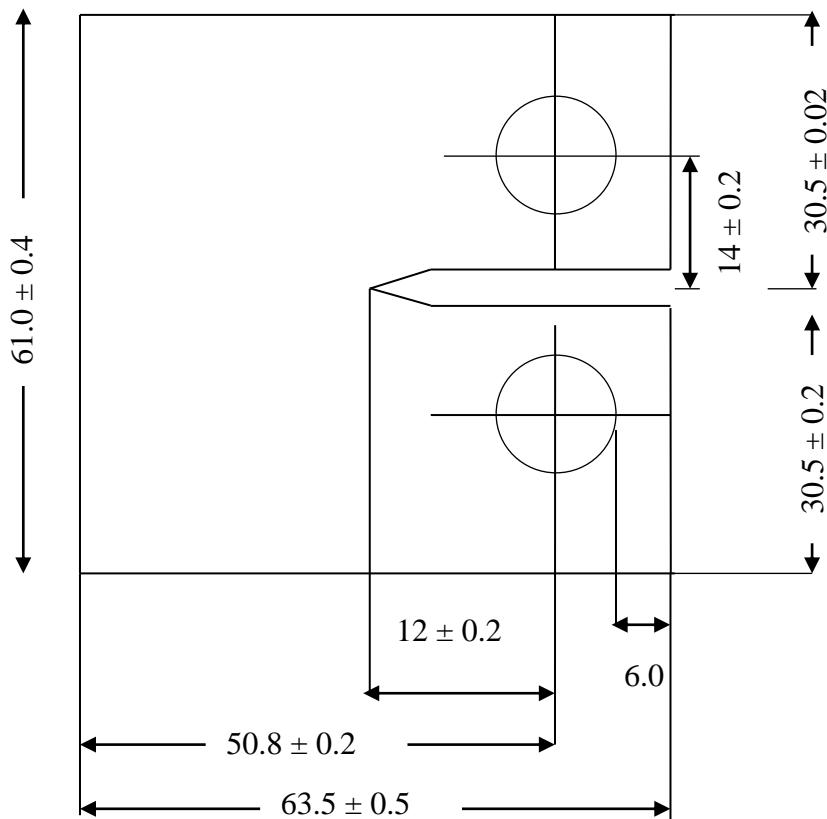


Figura 3.3. Dimensiones de la probeta para determinar el crecimiento de grieta y la tenacidad a la fractura

3.3 Tratamiento de envejecimiento

Para los especímenes maquinados antes mencionados se llevó a cabo el tratamiento térmico de envejecido a 750°C (ver Figura 3.4) en intervalos de tiempo de permanencia de 5, 15, 30, 60, 360 y 1440 minutos respectivamente. Los especímenes fueron enfriados rápidamente en agua a temperatura ambiente. El propósito de estos tratamientos es el de obtener diferentes cantidades de fase Sigma en función del tiempo de envejecimiento para poder observar los cambios en microestructura y en las propiedades mecánicas del acero inoxidable dúplex 2205.

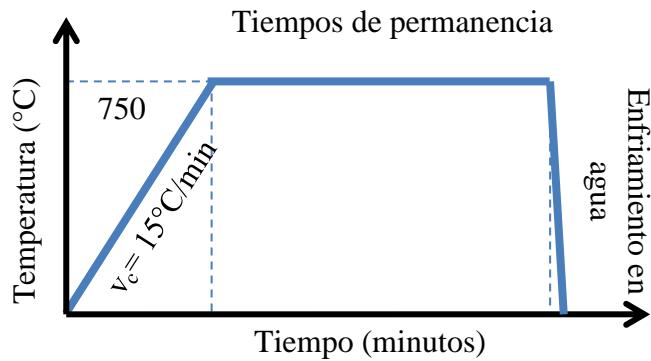


Figura 3.4 Diagrama esquemático del proceso de envejecido

3.4 Caracterización microestructural

Las especímenes tratados térmicamente fueron cortados en forma rectangular y se analizaron en el microscopio electrónico de barrido (MEB) para cada tiempo de permanencia del tratamiento, estos se desbastaron con lijas de carburo de silicio desde el numero 80 hasta el 1200; posteriormente se realizó un electropulido con una solución de 10mL de ácido perclórico y 90 mL de etanol durante 2 minutos a 12 V. Para revelar la microestructura se realizó un electroataque con una solución de 25g de hidróxido de potasio en 50 mL de agua destilada durante 10 segundos a 3V.

3.5 Mediciones de velocidad ultrasónica longitudinal

La velocidad ultrasónica longitudinal se midió utilizando un transductor de ondas longitudinales con frecuencia nominal de 5 MHz. El pulso ultrasónico se transmite de la muestra al transductor y al recibir la vibración, este produce un pulso eléctrico que es registrado por el pulsador/receptor el cual está conectado al osciloscopio para desplegar la señal en la pantalla. Para determinar la velocidad se utilizó la técnica de cruce en cero que consiste en medir el tiempo de arribo de cada señal como se muestra en la Figura 3.5. La Figura 3.6 muestra dos ecos consecutivos de la pared posterior de un espécimen. La velocidad de la onda se calcula midiendo la diferencia en tiempo entre los puntos P_1 y P_2 lo cual es conocido como el tiempo de vuelo Δt .

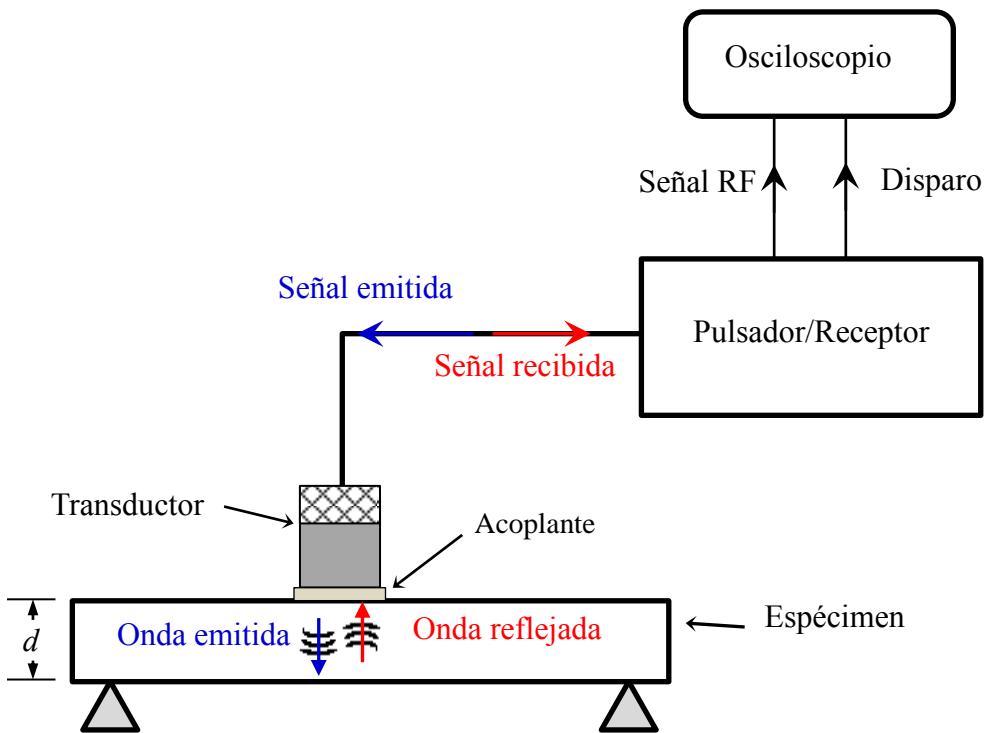


Figura 3.5 Arreglo experimental de ultrasonido pulso-eco para las mediciones de velocidad longitudinal.

La velocidad ultrasónica longitudinal c_d es calculada con la ecuación siguiente.

$$c_d = \frac{2d}{\Delta t}$$

Donde, c_d representa la velocidad longitudinal, d es el espesor de la placa, Δt es tiempo que tarda la onda en recorrer el espesor de la placa dos veces; este tiempo se mide en la pantalla del osciloscopio como se puede observar en la Figura 3.6.

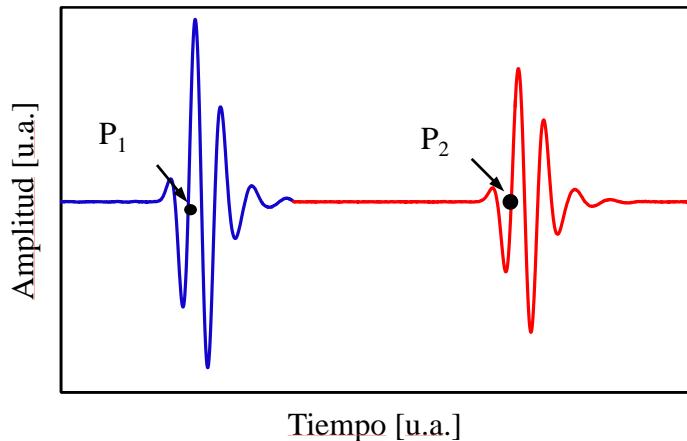


Figura 3.6 Cruces positivos en cero para la medición del tiempo.

3.6 Mediciones de velocidad ultrasónica con ondas de corte

Para las mediciones de velocidad ultrasónica se utilizó un transductor de ondas de corte de 5 MHz de incidencia normal, el cual fue montado en el espécimen y excitado por un pulsador marca Panametrics 5073PR. La señal ultrasónica fue digitalizada y promediada en un osciloscopio. Para determinar el tiempo que la onda tarda en recorrer el espesor del material se mide el tiempo de viaje de la onda de corte a través de los ecos consecutivos de la superficie inferior del espécimen, se realizaron cinco mediciones para cada tiempo de permanencia y para los dos modos de polarización. El arreglo experimental se muestra en la Figura 3.7, la velocidad de ondas de corte se midió en el modo de propagación rápido en la dirección del espesor d con la polarización a través de la longitud l , la cual es la dirección de laminación. El modo de propagación lento, en la dirección del espesor d con polarización en la dirección del ancho w la cual es perpendicular a la dirección de laminación. La velocidad de ondas de corte se determina por la fórmula:

$$c_s = \frac{2d}{\Delta t} \quad (24)$$

Donde, c_s representa la velocidad de corte, d es el espesor de la placa, Δt es tiempo que tarda la onda en recorrer el espesor de la placa dos veces; este tiempo se mide en la pantalla del osciloscopio.

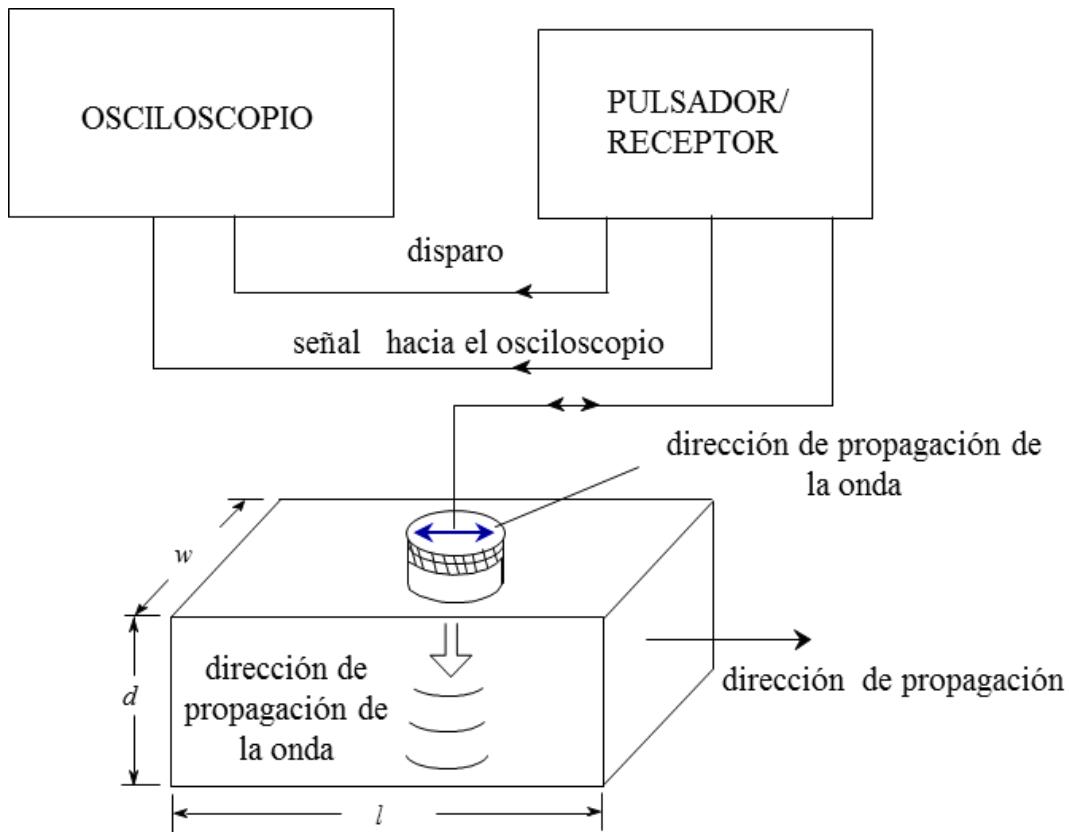


Figura 3.7 Diagrama esquemático de la técnica de contacto pulso-eco para las mediciones de la velocidad de corte ultrasónica.

3.7 Mediciones de potencial termoeléctrico

Las mediciones de potencial termoeléctrico (PTE) se realizaron en el equipo marca ATS-6044T. La Figura 3.8 muestra el diagrama esquemático de las mediciones termoeléctricas, uno de los electrodos de referencia es calentado por medios eléctricos hasta una temperatura de 260°C mientras el otro electrodo está a temperatura ambiente; en este caso se utilizó un electrodo con punta de oro para las mediciones. Los electrodos son colocados en el espécimen que se desbastó para tener un mejor contacto para cerrar el circuito y así

obtener la señal. La medición se realizó primeramente colocando la punta fría en el espécimen y posteriormente la punta fría con un tiempo de medición aproximado de 2 segundos, tiempo suficiente para mostrar el microvoltaje generado en la pantalla del equipo sin variaciones, se obtuvieron 40 mediciones de cada espécimen , se promediaron y después se hizo un ajuste por medio de una regresión lineal con materiales de potenciales termoeléctricos conocidos como alumel y cromel entre los cuales se encuentran los potenciales de este material. En la figura 3.9 se muestra la gráfica del ajuste lineal de calibración del equipo obteniendo la siguiente ecuación para calcular el potencial termoeléctrico $PTE = -0.0672\mu V + 2.0052$, donde μV es el promedio de 40 mediciones de micro-voltaje realizadas y PTE es el potencial termoeléctrico.

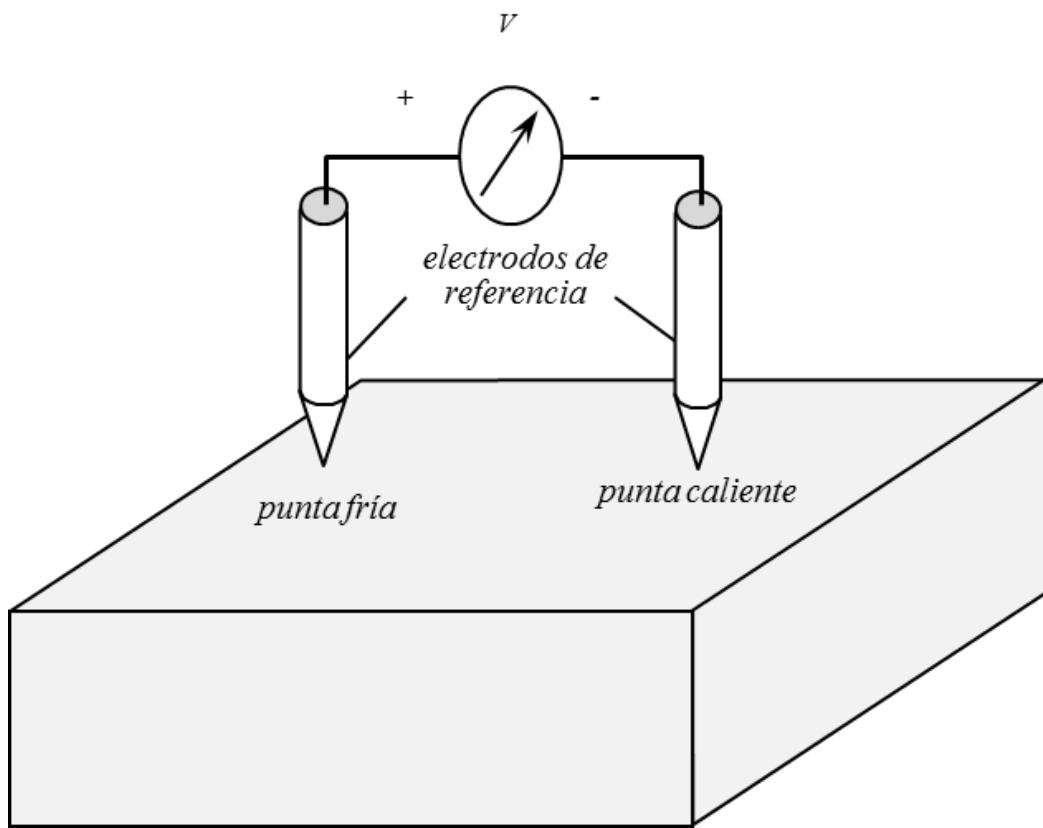


Figura 3.8 Diagrama esquemático de las mediciones de potencial termoeléctrico.

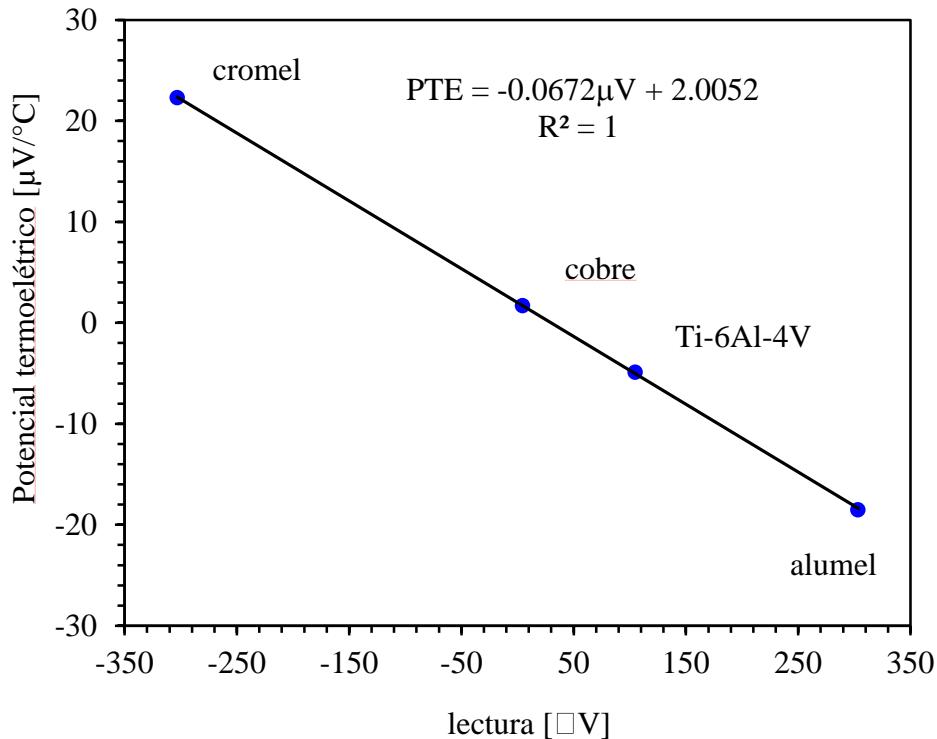


Figura 3.9 Ajuste lineal de calibración del equipo para determinar la ecuación que se utilizó para obtener el PTE.

3.8 Ensayos de tensión

Este ensayo nos permite conocer las características de un material cuando se somete a esfuerzos de tracción. El objetivo es determinar la resistencia a la rotura y las principales propiedades mecánicas del material que es posible apreciar en el diagrama carga-deformación tales como: límite elástico, punto de fluencia, límite de fluencia y punto de fractura. Se realizó utilizando probetas de acuerdo a la norma ASTM E8 [38] en una máquina universal Zwick/ Roell Z100. La velocidad de desplazamiento utilizada fue de 1mm/min.

3.9 Ensayos de microdureza y dureza

El ensayo de microdureza se realizó utilizando un microdurómetro Vickers, aplicando una carga de 20 g, para estas mediciones se desbastaron los especímenes y se atacaron con el

objetivo de hacer las indentaciones en cada una de las fases presentes en el acero. Para el ensayo de dureza se utilizó un durómetro Rockwell C [HRC], las muestras se desbastaron y para cada pieza se realizaron 10 indentaciones a partir de las cuales se obtuvo un valor promedio.

3.10 Ensayos de crecimiento de grieta

La prueba de crecimiento de grieta se realizó como lo indica la norma ASTM E647. Ésta describe cómo determinar la tasa de crecimiento de grieta da/dN como una función del rango del factor de intensidad de esfuerzo ΔK . Este ensayo se llevó a cabo en una máquina servo-hidráulica MTS810 a temperatura ambiente como se muestra en la Figura 3.10. La razón de carga $R = P_{\min} / P_{\max}$ se mantuvo en $R = 0.1$. La carga máxima aplicada fue 19kN utilizando una función sinusoidal a una frecuencia de 20 Hz. La longitud final de la grieta se determinó por el método de la complianza y fue verificada utilizando una cámara digital de una resolución 1624×1236 pixeles (ver Fig. 3.10 a-c). La longitud de la grieta que se generó fue de 27 mm aproximadamente, el número de ciclos se registró cada vez que la grieta tenía un incremento 0.5 mm de longitud. Una vez obtenidos los datos de número de ciclos N y la longitud de la grieta a se utilizaron las ecuaciones (15) y (16) para determinar la tasa de crecimiento de grieta y el rango del factor de intensidad de esfuerzos.

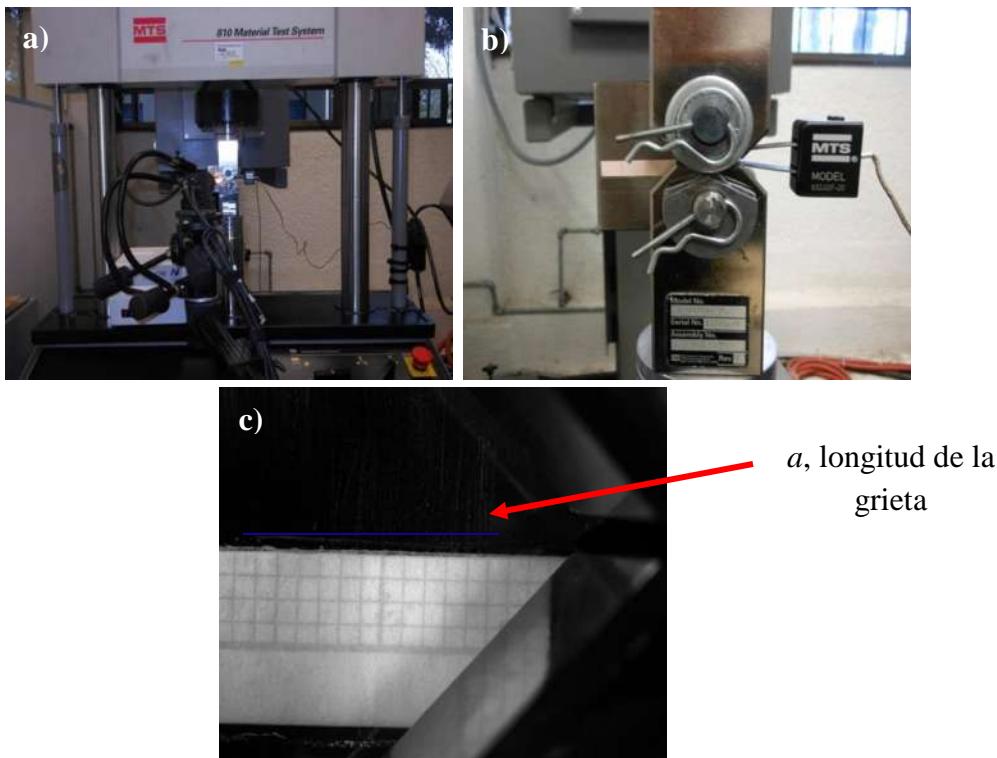


Figura 3.10 Equipo utilizado para realizar el crecimiento de grieta por fatiga, a-b) arreglo experimental y c) longitud de la grieta vista de cerca.

3.11 Prueba de tenacidad a la fractura

La prueba de tenacidad a la fractura se realizó como lo indica la norma ASTM E399 [22]. Esta prueba consiste en aplicar una carga monotónica hasta la fractura a un espécimen que contiene una grieta preexistente. Para realizar esta prueba se utilizó una maquina servohidráulica MTS810 con probetas de tensión compactas. En el desarrollo de la prueba, se generaron dos bases de datos, una de la carga y la otra del desplazamiento del pistón de la maquina MTS810. Posteriormente estos datos se graficaron (*Carga vs. Desplazamiento*), una vez obtenida se determinó una carga P_Q . Esta se obtuvo de la intersección de una línea recta con pendiente disminuida en un 5%, en relación a la pendiente de la recta de la gráfica *Carga vs. Desplazamiento*, como se muestra en la Figura 2.11. Una vez que se obtuvo esta carga, se aplicó la ecuación (25) para determinar la tenacidad a la fractura (K_{IC}).

$$K_{IC} = \frac{P_Q}{B\sqrt{W}} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (25)$$

Dónde $f\left(\frac{a}{W}\right)$ para este tipo de espécimen fue:

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{2 + \frac{a}{W}}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^2} \left[0.886 + 4.64\left(\frac{a}{W}\right) - 13.62\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14.72\left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5.6\left(\frac{a}{W}\right)^4 \right] \quad (26)$$

B es el espesor de la probeta, W es el ancho y a es la longitud de la grieta preexistente antes de realizar la prueba.

CAPÍTULO IV
ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados experimentales obtenidos de la caracterización microestructural, mediciones de velocidad ultrasónica de ondas longitudinales, mediciones de velocidad ultrasónica de ondas de corte, mediciones de potencial termoeléctrico, caracterización del comportamiento mecánico mediante: ensayo de tensión, mediciones de dureza, mediciones de crecimiento de grieta por fatiga y mediciones de tenacidad a la fractura del acero inoxidable envejecido térmicamente. Se discuten las relaciones existentes entre los resultados de técnicas no destructivas y pruebas mecánicas. Finalmente se discuten los cambios microestructurales que ocurren en el acero inoxidable con los diferentes tiempos de envejecimiento.

4.1 Caracterización microestructural

Cuando el acero inoxidable 2205 es sometido a altas temperaturas del rango de 650 °C a 900 °C se somete a la precipitación de fases secundarias entre ellas fase Chi y fase Sigma [4, 8]. En la Figura 4.1 (a) se muestra la metalografía obtenida mediante microscopía electrónica de barrido del material base, se observan cantidades similares de aproximadamente 52% de ferrita y 48% de austenita, granos de austenita alargados (color claro) en una matriz ferrita (color gris). El efecto del tratamiento térmico en diferentes tiempos se muestra en la secuencia de Figuras 4.1 (b), 53% de austenita y 47% de ferrita hasta 4.1 (c) 54% de austenita con 46% de ferrita aproximadamente, se puede ver en las Figuras antes mencionadas la relación que existe entre ellas en morfología y contenido inicial de fase ferrita y austenita. Se ha reportado que conforme el tiempo de permanencia aumenta, la fase χ precipita en los límites de grano ferrita/ferrita antes de la precipitación de la fase σ , la cual se produce preferentemente en la interface ferrita/austenita y en los límites de granos de ferrita/ferrita [4, 39]. En las Figuras 4.1f - 4.1g se observan la presencia de lo que pudieran ser estas fases de acuerdo a los porcentajes en peso reportados en la literatura 24% Cr, 10.6% Mo y 4.6% Ni para la fase Chi y para la fase Sigma 29% Cr, 6.8% Mo y 5.6% Ni [39, 40]. Un análisis microestructural a mayor magnificación se observa en la Figura 4.2, donde se puede observar que en tiempos cortos de exposición no existe un cambio significativo en sus contenidos de austenita-ferrita, en cuanto a la Figura 4.2 (f) y (g) muestra la formación de las fronteras de grano en la ferrita y la precipitación gradual de fase Chi y Sigma presentándose en los tiempos más largos de permanencia.

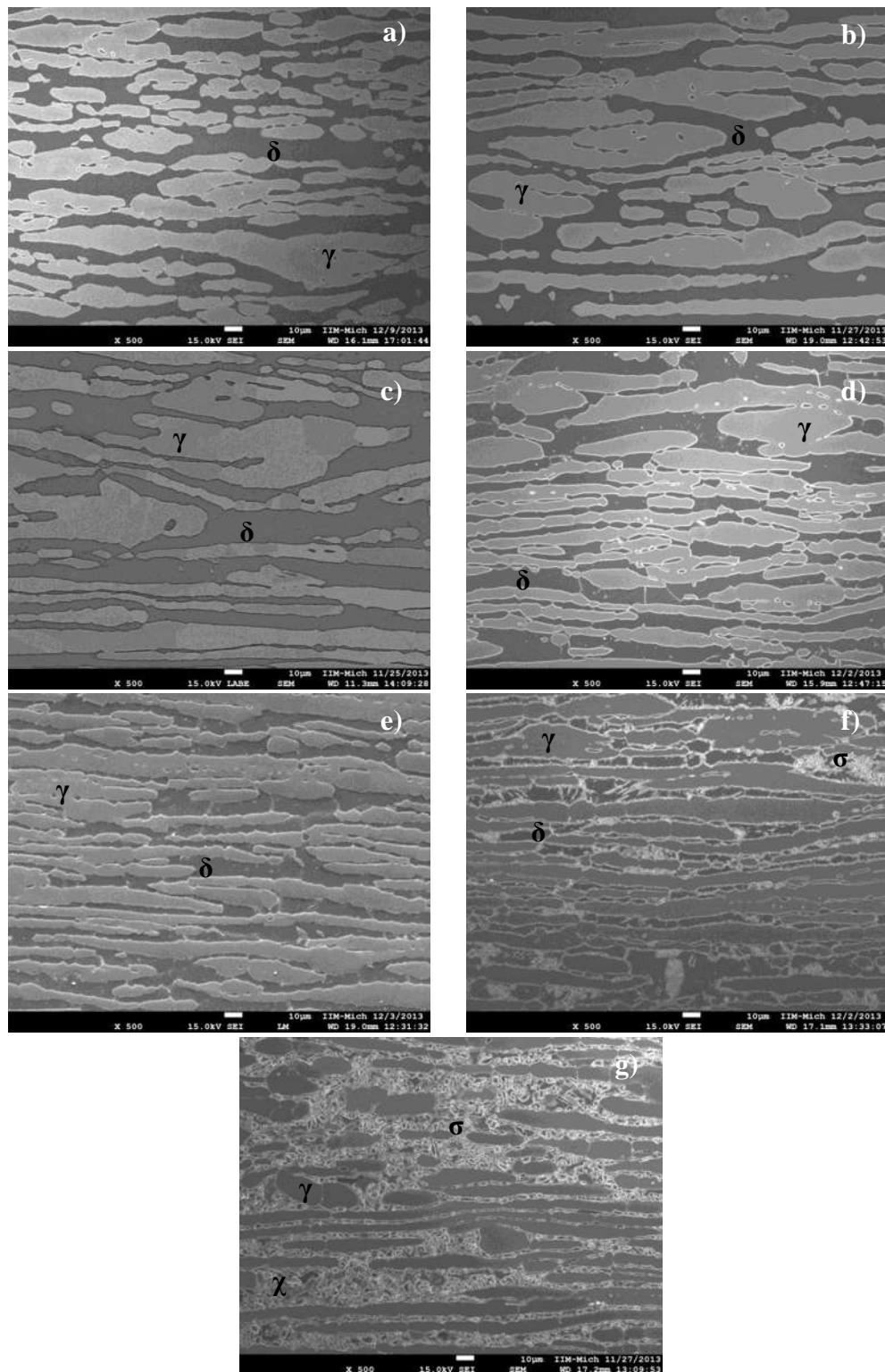


Figura 4.1 Micrografías de microscopía electrónica de barrido (MEB) a 500X del acero inoxidable dúplex: a) metal base y envejecido térmicamente a 750 °C por: b) 5, c) 15 y d) 30 minutos, e) 1, f) 6 y g) 24 horas

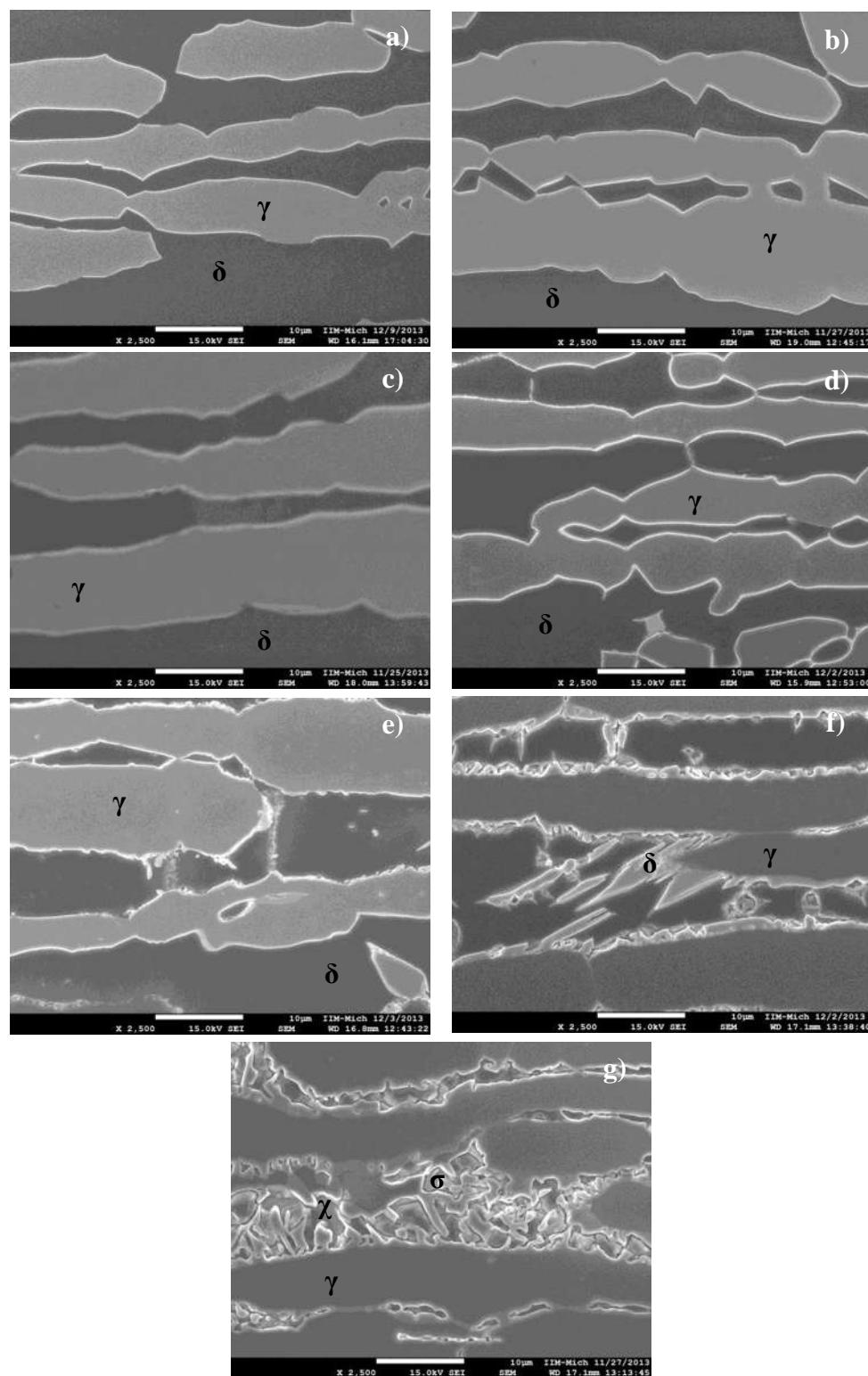


Figura 4.2 Microscopia electrónica de barrido (MEB) a 2500X del acero inoxidable dúplex
 a) metal base, b) 5 minutos, c) 15 minutos, d) 30 minutos e) 1 hora y f) 6 horas y g) 24
 horas de envejecido a 750°C.

Dentro de los resultados de microscopía electrónica de barrido en la Figura 4.3 (a) muestra la metalografía del material tratado térmicamente a 24 h y la Figura 4.3 (b) presenta el mapeo con todos los elementos correspondientes, el cual presenta la precipitación de fases Chi y Sigma. Como se ha mencionado anteriormente la fase σ es un intermetálico, su composición se basa en el sistema Fe-Cr, tiene una estructura cristalográfica tetragonal y es termodinámicamente estable. En contraste con la fase sigma, la precipitación de la fase χ se basa en el sistema Fe-Cr-Mo y no es termodinámicamente estable. En cuanto a la precipitación de fase χ se da a temperaturas de 750-850 °C precipitando antes que la fase σ [39]. Por otra parte en la Figura 4.4 (a-d) se muestran de forma separada los mapeos de los elementos más importantes como son Fe, Cr, Mo y Ni observándose el enriquecimiento de dichos elementos. Un análisis mas detallado de los elementos Cr (color rojo) y Mo (color azul) se muestran en la Figura 4.5 con su respectivo mapeo ya que como se mencionó anteriormente las fases Chi y Sigma son enriquecidas por estos elementos [10]. La Figura 4.6 muestra el EDS de la composición química observándose los porcentajes en peso de estos elementos Fe, Cr, Mo y Ni.

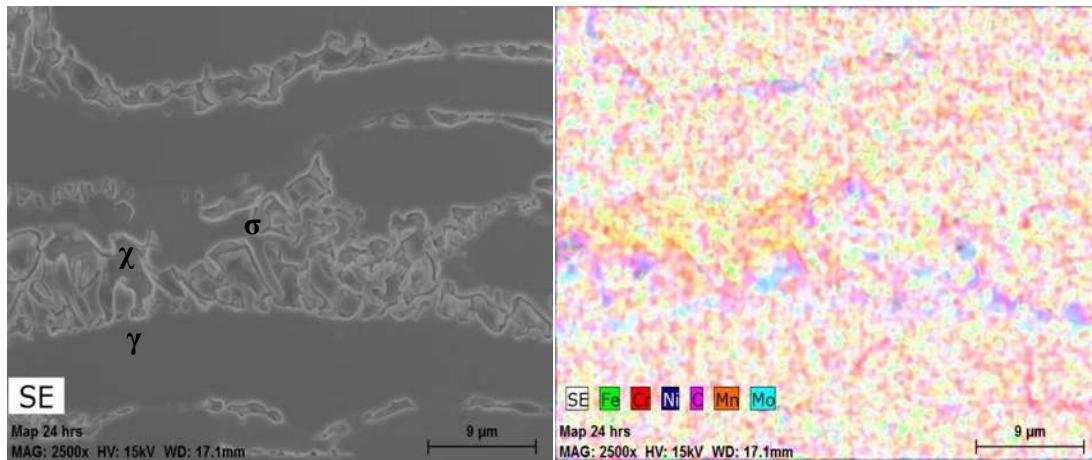


Figura 4.3 a) Micrografía de microscopía electrónica de barrido (MEB) a 2500X y b) mapeo elemental del acero inoxidable dúplex envejecido térmicamente a 750 °C por 24 horas.

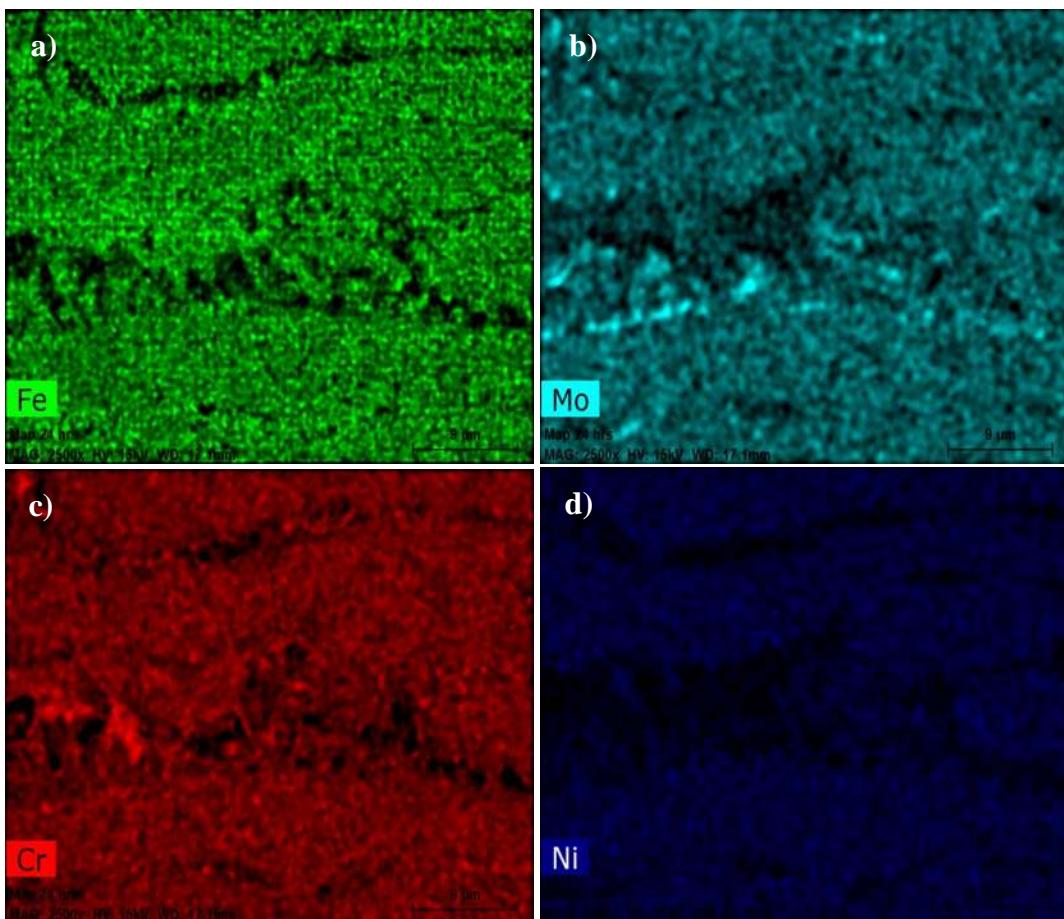


Figura 4.4 Mapeo elemental del a) Fe, b) Mo, c) Cr y d) Ni del acero inoxidable dúplex envejecido térmicamente a 750 °C por 24 horas.

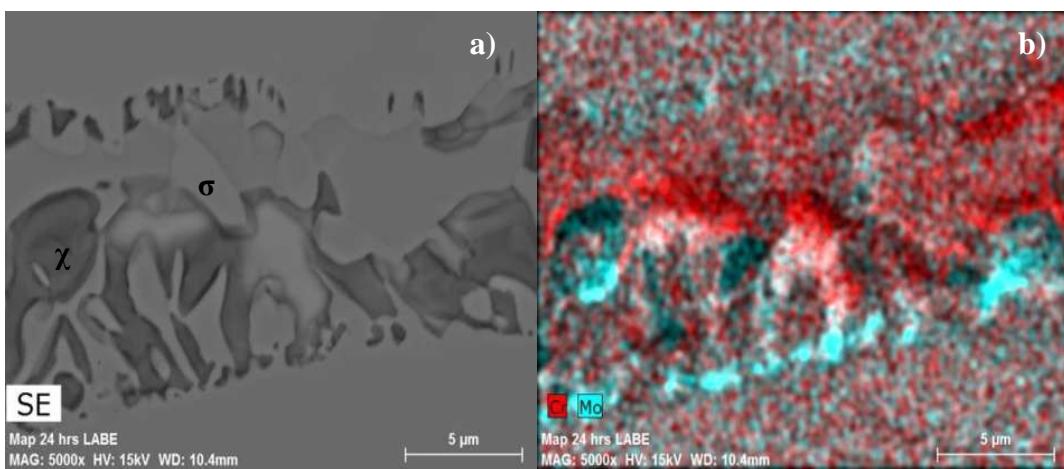


Figura 4.5 a) Micrografía de microscopía electrónica de barrido (MEB) a 5000X y b) mapeo elemental del acero inoxidable dúplex envejecido térmicamente a 750 °C por 24 horas.

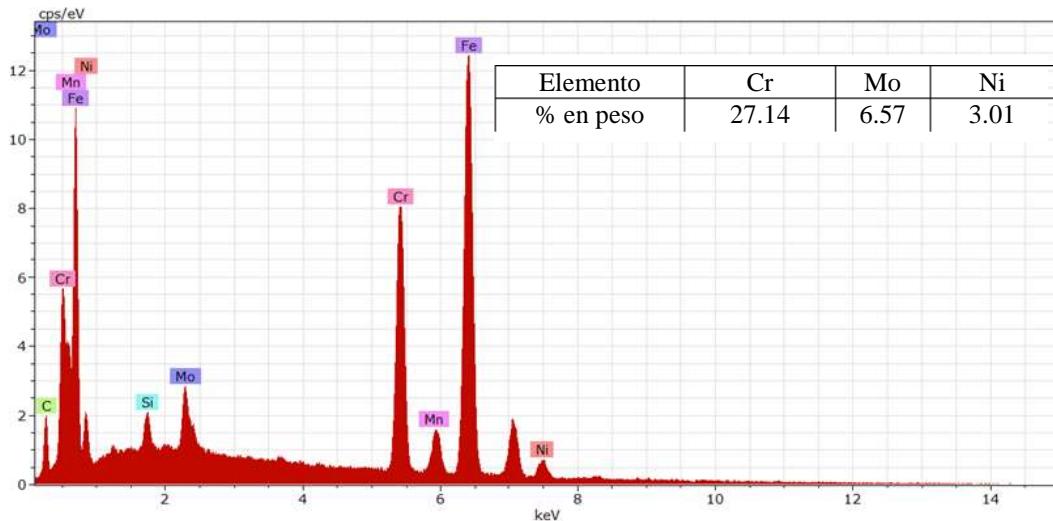


Figura 4.6 Espectro por EDS tomado de la región enriquecida de Cr para 24 h de envejecido del acero inoxidable dúplex 2205.

4.2 Medición de velocidad de ondas longitudinales

La velocidad ultrasónica es usada para caracterizar propiedades mecánicas de los materiales que se encuentran fuertemente ligadas con la microestructura, existe evidencia experimental que relaciona a la dureza con la velocidad ultrasónica [41]. En la Figura 4.7 se muestran los resultados de la velocidad de onda ultrasónica longitudinal en los especímenes envejecidos térmicamente a 750 °C, los puntos de grafica son el promedio de 10 mediciones, las barras de error son la desviación estándar de estas mediciones y muestran que el error de medición es mucho menor que los cambios de velocidad observados. Se puede apreciar en la Figura 4.7, que en tiempos de envejecido cortos de exposición, existe un pequeño incremento en la velocidad de aproximadamente 0.02 mm/μs (0.87%) con respecto al valor del metal base, posteriormente la velocidad permanece sin cambios aparentes en el rango de tiempo de 5 minutos hasta 1 hora. Conforme el tiempo de envejecimiento es mayor a una hora, la velocidad se incrementa en 0.11 mm/μs (1.92 %) con respecto al valor del metal base. Finalmente en 24 horas alcanza el máximo valor de velocidad aumentado en 0.15 mm/μs (2.58 %). Por lo que estos resultados muestran que la velocidad ultrasónica longitudinal es sensible al cambio inicial producido por el tratamiento térmico de 5 minutos, 1, 6 y 24 horas. El hecho de que la velocidad cambie de forma significativa en tiempos mayores a 1 hora es atribuido a los cambios microestructurales que

este acero presenta y son mostrados en las Figuras 4.1 y 4.2. Estos cambios se presentan en morfología dada por la desaparición gradual de ferrita y precipitación gradual de las fases χ y σ . Se ha encontrado anteriormente por algunos autores [8, 22] que existe una relación directa entre las mediciones de velocidad y dureza, es decir que la velocidad aumenta conforme aumenta la dureza. El incremento en la dureza es atribuido a precipitación de segundas fases, por lo que autores concluyen que esta precipitación se puede monitorear indirectamente mediante la velocidad ultrasónica.

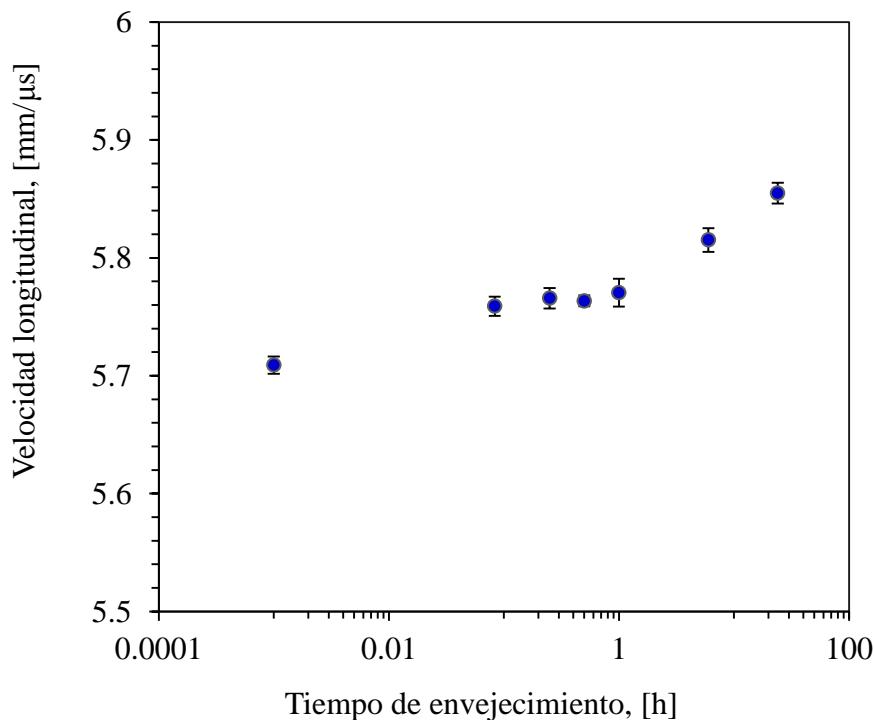


Figura 4.7 Velocidad longitudinal ultrasónica en función del tiempo de envejecimiento del acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 750°C.

4.3 Medición de velocidad de onda de corte

Durante el proceso de fabricación del acero inoxidable dúplex 2205, este es deformado plásticamente produciendo una reorientación cristalográfica que resulta en un comportamiento anisotrópico del material de tal forma que las propiedades mecánicas varían dependiendo de la dirección en las que son medidas. La textura afecta a la propagación de ondas de corte mediante el fenómeno de birrefringencia el cual consiste en la refracción de una onda de corte (que se propaga en una dirección dada) en dos modos de

ondas de corte con velocidades ligeramente diferentes y polarización mutuamente ortogonal. Las mediciones de velocidad de onda de corte confirman que el fenómeno de birrefringencia se presenta en el material indicando de esta forma la presencia de textura cristalográfica producida por el proceso de fabricación. El primer modo es conocido como *modo rápido* es una onda de corte que polariza en la dirección de laminación y se propaga en la dirección del espesor, el segundo modo es conocido como *modo lento* es una onda de corte que polariza en la dirección transversal a la laminación y se propaga en la dirección del espesor [41]. La Figura 4.8, muestra el promedio de 10 mediciones y sus barras de error determinado por la desviación estándar, se observa que la velocidad de propagación con polarización en la dirección de laminación (modo rápido) en las muestras envejecidas a 750°C no cambia en los primeros 15 minutos, sin embargo la velocidad aumenta ligeramente en 0.012 mm/μs (0.37%) en 30 minutos para después disminuir gradualmente hasta un valor de 3.23 mm/μs en 24 horas. Por otra parte, la velocidad de propagación con polarización en la dirección perpendicular a la laminación (modo lento) no muestra cambios significativos conforme aumenta el tiempo de envejecimiento.

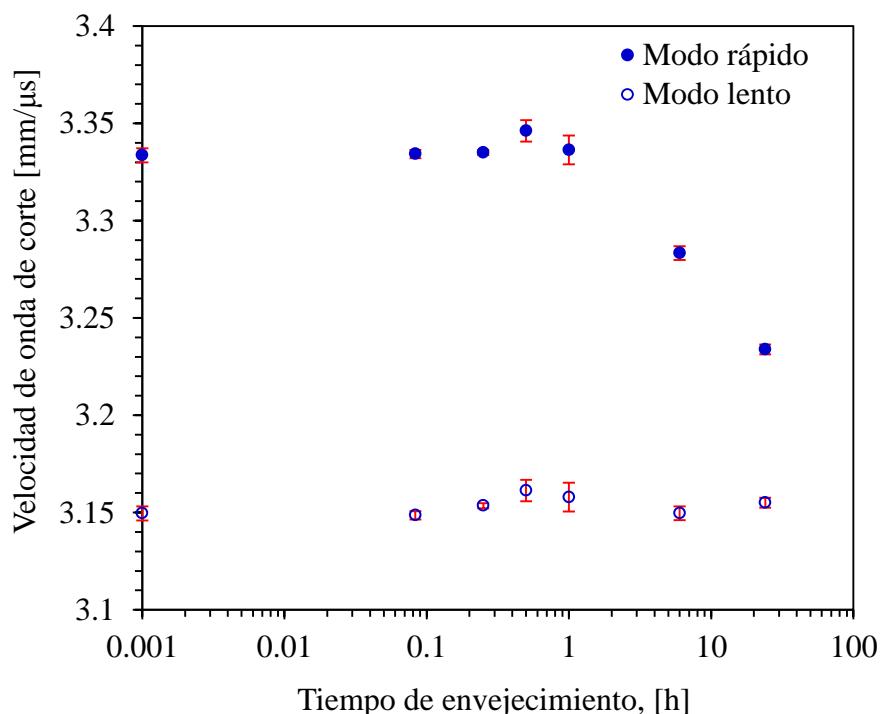


Figura 4.8. Influencia del tiempo de envejecimiento en la velocidad de propagación de los modos lento y rápido de la onda ultrasónica de corte.

La disminución de la velocidad del modo rápido conforme aumenta el tiempo de envejecimiento puede atribuirse a que la textura cristalográfica disminuye por efecto del tratamiento térmico ya que la fase ferrita tiende a desaparecer.

4.4 Mediciones de potencial termoeléctrico

En la Figura 4.9, se muestran las mediciones experimentales del potencial termoeléctrico (PTE) de los especímenes envejecidos en los diferentes tiempos de permanencia, donde presentan valores similares de PTE en metal base, 5, 15 y 30 minutos respectivamente, sin embargo a partir de 30 minutos disminuye lentamente hasta el tiempo de 1 hora. Finalmente el PTE disminuye rápidamente después de 1 hora hasta alcanzar un valor mínimo de $-1.6 \mu\text{V}^\circ\text{C}$ en el tiempo de 24 horas. Benkirat [42] menciona que los cambios en el potencial termoeléctrico se atribuye a la formación de carburos en aceros al carbono. De acuerdo a Lee [21] la precipitación de la fase Sigma es más lenta que la del carburo $M_{23}C_6$ debido a la nucleación retardada. Ortiz y colaboradores [24], muestran mediciones de PTE en un acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 700°C y 900°C , ellos encontraron una relación lineal a la cantidad de ferrita, es decir, la ferrita y el PTE disminuyen conforme el tiempo de envejecimiento aumenta lo que ocurre en los resultados experimentales de esta investigación. Los resultados experimentales de mediciones de velocidad de ondas de corte sugieren que la transformación $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ también afecta a la textura cristalográfica al disminuirla, por lo que la disminución del PTE puede atribuirse a dos fenómenos: el primero debido a un cambio en las características eléctricas del acero por la precipitación de la fase sigma y el segundo por efecto de la disminución de la textura cristalográfica por efecto del tratamiento térmico. Carreón y colaboradores [43], han estudiado la caracterización de la textura cristalográfica por la técnica de potencial termoeléctrico Ti-6Al-4V, ellos encuentran que la anisotropía del material afecta al PTE y este depende de la dirección en la que es medido.

El efecto de la precipitación y de la textura debe de investigarse más a fondo para determinar la contribución de cada uno de ellos en el cambio de potencial termoeléctrico.

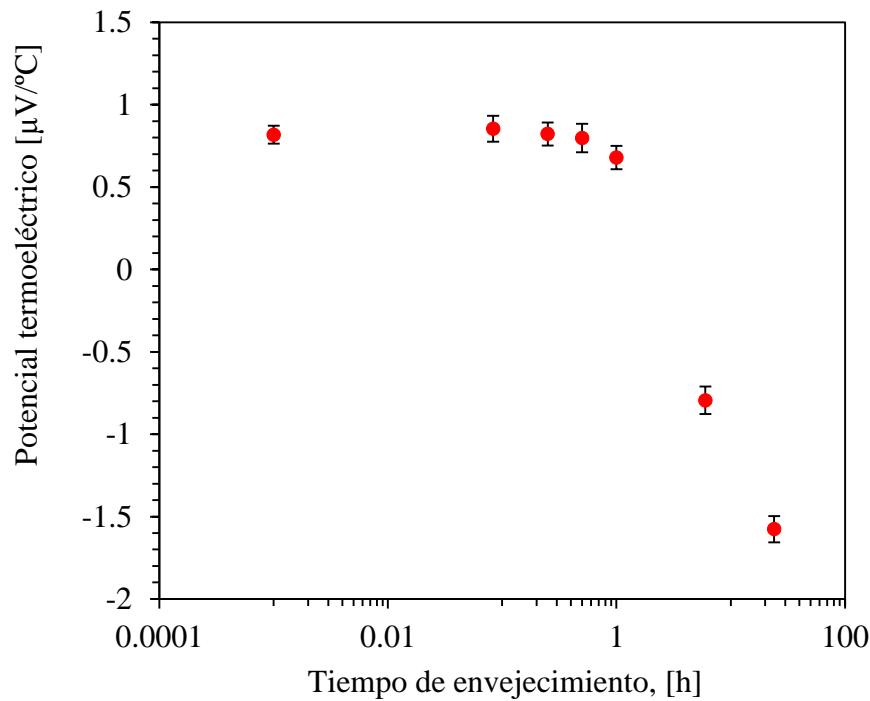


Figura 4.9 Potencial termoeléctrico en función del tiempo de envejecimiento de un acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 750 °C.

4.5 Ensayos de Tensión

Los resultados de los ensayos de tensión para las probetas envejecidas se muestran en la Tabla 4.1, la Figura 4.10 muestra las curvas *esfuerzo vs deformación* obtenidas para cada probeta.

Tabla 4. 1. Resultados del límite de elasticidad y esfuerzo máximo de los especímenes envejecidos a 750° C del acero inoxidable dúplex 2205.

Espécimen	σ_f [MPa]	$\sigma_{máx}$ [MPa]
MB	546	745
5 min	588	754
15 min	593	748
30 min	594	756
1 h	596	765
6 h	644	802
24 h	795	830

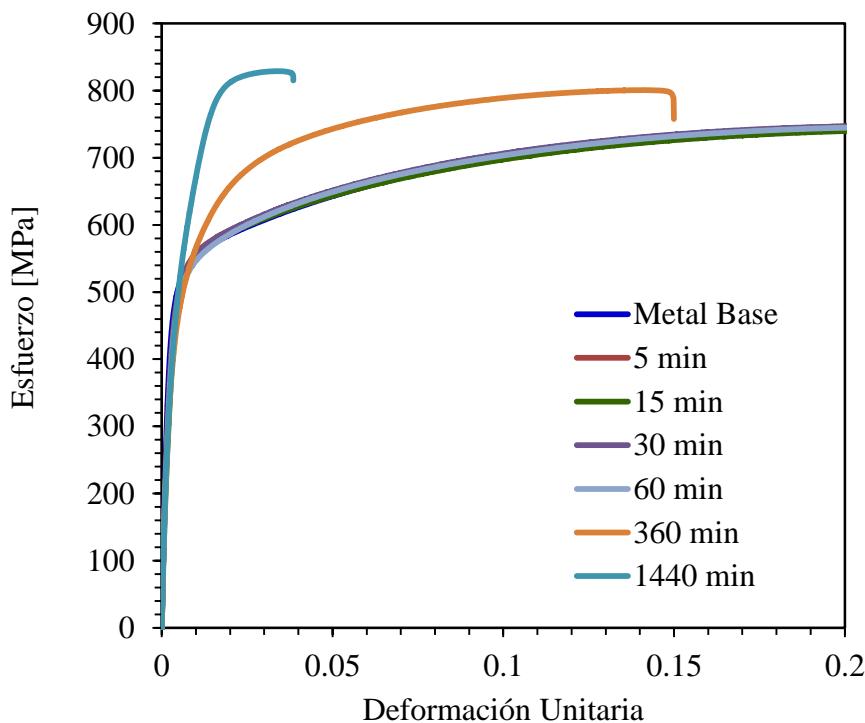


Figura 4.10 Curvas *esfuerzo vs deformación* obtenida de los ensayos de tensión.

En la Figura 4.11 se puede observar el valor del esfuerzo de fluencia para metal base y para los diferentes tiempos de permanencia y en la Figura 4.12 se muestra el esfuerzo máximo envejecido a 750 °C del acero inoxidable dúplex 2205, para los valores del metal base se reportan valores similares en la literatura [37, 44], no se observan cambios significativos en tiempos menores a 1 hora. En cambio, cuando el acero es envejecido térmicamente el esfuerzo de fluencia y el esfuerzo máximo aumentan significativamente en tiempos de 6 y 24 horas debido a la precipitación de segundas fases en el acero (ver Figuras 4.1 y 4.2).

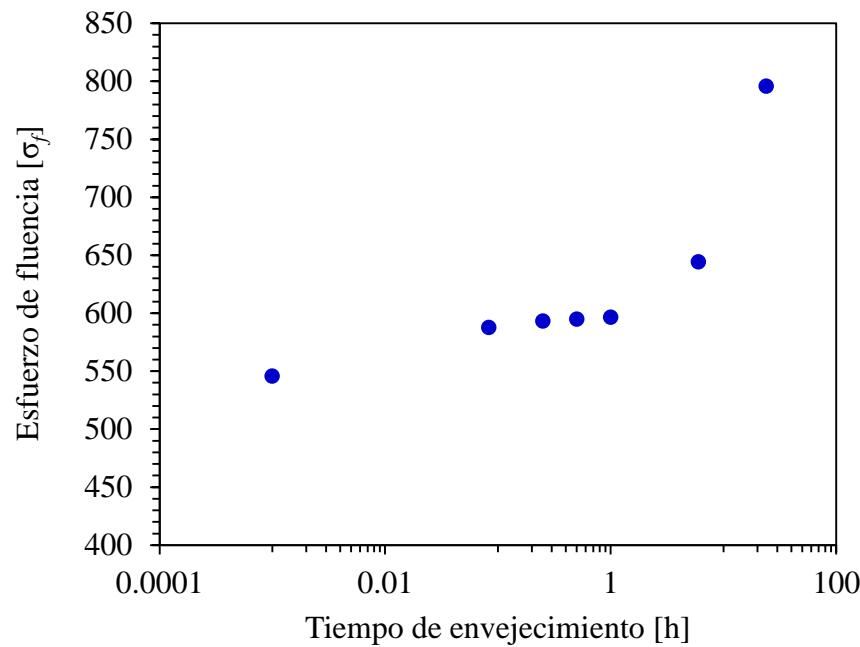


Figura 4.11 Esfuerzo de fluencia en función del tiempo de envejecimiento de un acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 750 °C

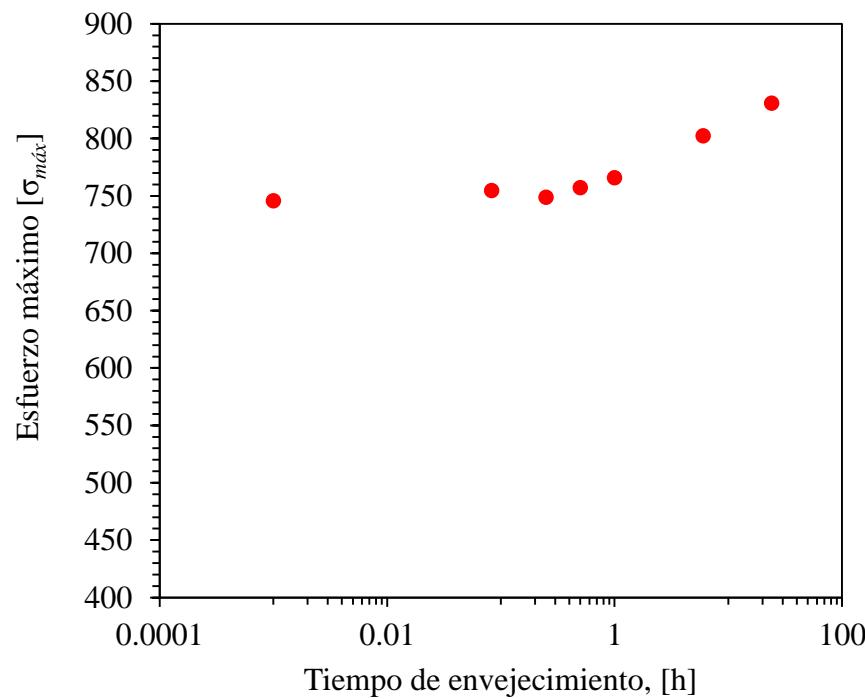


Figura 4.12 Esfuerzo máximo en función del tiempo de envejecimiento de un acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 750 °C.

4.6 Dureza

La Figura 4.13 muestra los resultados de las mediciones de dureza Rockwell C con respecto al tiempo de tratamiento de envejecido a 750 °C. En esta gráfica es posible ver el efecto que tiene el tratamiento térmico sobre la dureza; se observa que las muestras envejecidas por 5, 15, 30, 60 minutos tienen valores similares y que el pequeño incremento respecto del metal base no es muy significativo, comienza a aumentar a partir de 1 hora para después de 24 horas de envejecimiento incrementar hasta un valor de aproximadamente 36 Rockwell C.

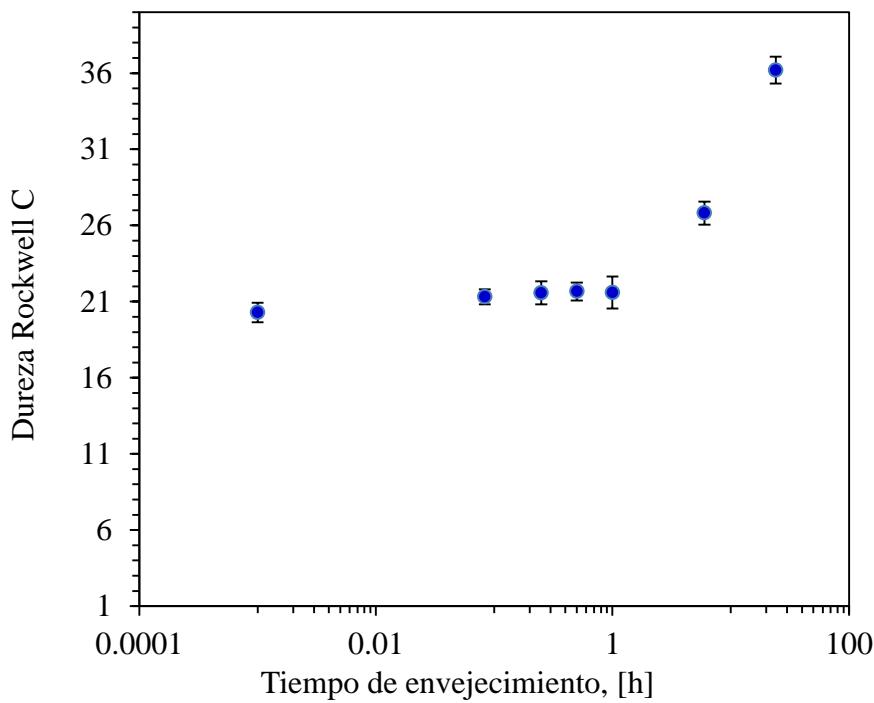


Figura 4.13 Dureza Rockwell C en función del tiempo de envejecimiento de un acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 750 °C.

Albuquerque y colaboradores [22], estudiaron el efecto térmico por fragilización a temperaturas de 425 y 475 °C respectivamente. Para ello realizaron mediciones de velocidad ultrasónica longitudinal y de dureza en acero inoxidable dúplex (UNSS31803), encontraron que existe una relación directa entre la dureza y la velocidad ultrasónica, es decir, las transformaciones de fase que existen en el acero se pueden monitorear

indirectamente mediante la velocidad ultrasónica. Glish y colaboradores [44], estudiaron el efecto de los cambios microestructurales en el rango de temperaturas de 700-900 °C en la propiedad de la dureza encuentran que incrementa con respecto a la temperatura, es decir, conforme la temperatura va en aumento en el rango de 700-900 °C, el valor de dureza incrementa. Ellos afirman que tal incremento es causado por cantidades sustanciales de fases secundarias (γ_2 , χ y σ).

En la investigación desarrollada en esta tesis, se encontró evidencia experimental de la precipitación de fases las cuales son consistentes con la fase Sigma y la fase Chi, siendo estas las causantes del incremento en dureza al aumentar el tiempo de envejecimiento.

4.7 Microdureza

La microdureza Vickers HV₂₀ que se obtuvo de cada indentación realizada en los especímenes envejecidos, en la Figura 4.14 se puede observar que el valor de dureza en la austenita no varía significativamente en los primeros tiempos, para después disminuir un 9% en los tiempos finales de dureza en la austenita esto puede deberse a la disminución en los elementos Cr y Mo que inicialmente tiene el acero que se da en los tiempos de 6 y 24 horas como se observa en la Tabla 4.1 que presenta el microanálisis por EDS de la austenita, sin embargo, la dureza de la ferrita en los primeros tiempos de envejecido permanece constante y a partir de una hora ésta incrementa hasta en un 56.48% del valor de metal base. Es importante resaltar que estas mediciones deben de tomarse con precaución ya que la ferrita se transforma en parte en fase Sigma por lo que las mediciones en las probetas de 6 y 24 horas pudieran estar afectadas en parte por la presencia de esta fase.

Tabla 4.1. Porcentaje en peso de austenita para MB, 6h y 24 h de tratamiento de envejecimiento.

Elemento	Fe (%)	Cr (%)	Mn (%)	Ni (%)	Mo (%)	Si (%)
MB (γ)	65	19.17	1.8	6.72	1.96	0.36
6 h (γ)	64	18.93	1.95	5.27	1.42	0.69
24 h (γ)	63	18.37	1.8	6.76	1.83	0.35

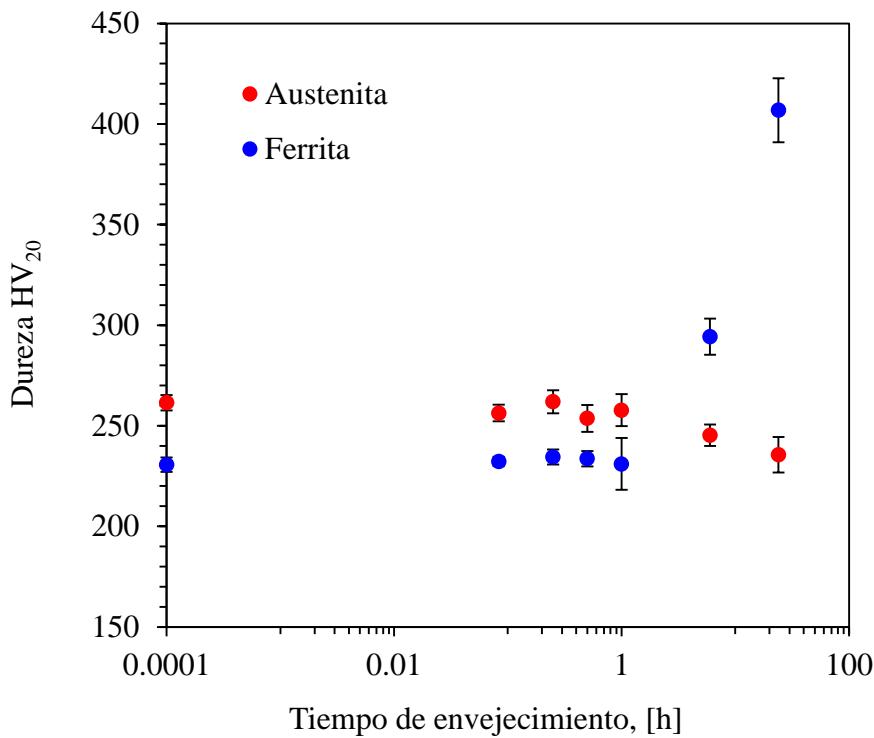


Figura 4.14 Promedios de microdureza HV₂₀ de los especímenes de acero inoxidable dúplex 2205 tratados térmicamente a 750 °C.

4.8 Crecimiento de grieta por fatiga

Los resultados de crecimiento de grieta en función del rango de factor de intensidad de esfuerzos (da/dN vs ΔK) se muestran en la Figura 4.15 en escala log-log, estos resultados experimentales exponen el efecto del tiempo de permanencia a altas temperaturas en el crecimiento de grieta por fatiga. Los especímenes MB, 5, 15, 30 y 60 minutos muestran un comportamiento similar, para los especímenes de 6 y 24 horas existe un efecto importante del tratamiento de envejecimiento en la velocidad de crecimiento de la grieta. Se puede observar que los resultados obtenidos de esta grafica concuerdan con los cambios en otros ensayos practicados donde existe una influencia del envejecimiento a partir de 6 horas. De acuerdo a la literatura se sabe que la evolución de la rugosidad de la superficie, posterior a la nucleación y crecimiento de grieta por carga cíclica, está influenciada por los parámetros microestructurales, tales como, el tamaño de grano, orientación del grano, límites de fase y geometría del espécimen [29]. En este proyecto se observa claramente la diferencia entre especímenes, en 24 horas la velocidad de crecimiento de grieta es mayor, esto se atribuye a

la presencia de fases indeseables tales como fases Chi y Sigma que en este acero se presentan. Algunos autores [31, 32, 45] han informado de que la tasa de propagación de la grieta está fuertemente influenciada por la orientación de la grieta y la dirección de deslizamiento entre los granos. En la presente investigación, la dirección de propagación de la grieta es perpendicular a la dirección de laminación.

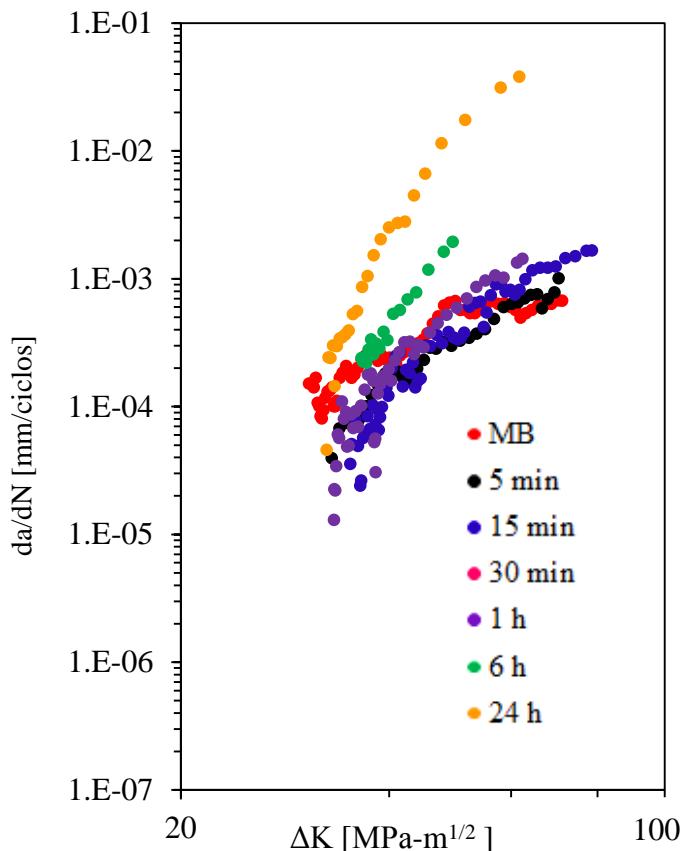


Figura 4.15 Tasa de crecimiento de grieta por fatiga en función del rango del factor de intensidad de esfuerzos ΔK en especímenes de acero inoxidable dúplex 2205 envejecidos térmicamente a 750°C.

4.9 Tenacidad a la fractura

Para determinar la tenacidad a la fractura, se registró la curva carga-desplazamiento para cada uno de los especímenes. Las pruebas típicas se muestran en la Figura 4.17 (a). Estas se realizaron con control de carga. De acuerdo con la norma ASTM 399E [16], el valor de carga P_Q se determina a partir de la intersección de una línea tangente a la parte lineal de la

curva *carga-desplazamiento* con una línea recta que tiene una pendiente del 95% de la pendiente a la tangente de la parte lineal de la curva (Figura 4.16). Los valores calculados de P_Q se utilizan en la ecuación (23) para calcular la tenacidad a la fractura [16].

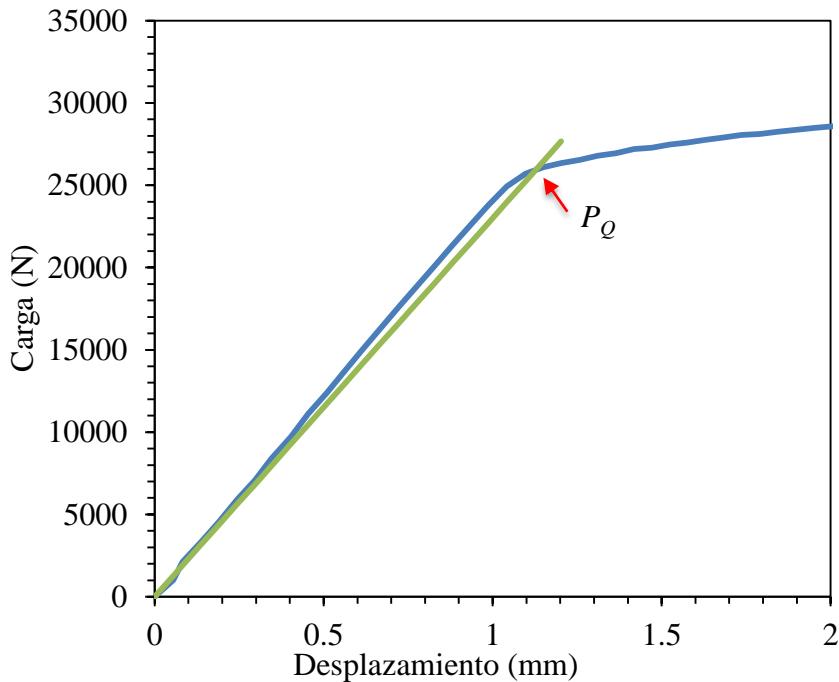


Figura 4.16. Trazo de la línea disminuida en un 5% en la gráfica “Carga contra desplazamiento”, del acero inoxidable dúplex 2205.

Los resultados obtenidos de tenacidad a la fractura para metal base muestran valores menores en comparación con los mencionados en la literatura [20, 37]. Esto podría deberse a el hecho de que el espesor de las muestras en la literatura son de 6 mm no cumple la condición de deformación plana para tener un K_{IC} valido esto puede observarse de mejor manera en la Figura 2.13, a medida que el espesor aumenta la tenacidad a la fractura logra la condición de deformación plana de lo cual no cumplen el requisito de deformación plana necesario para determinar un valor de tenacidad a la fractura real [34]. Algunos autores [37, 46] afirman que los resultados podrían interpretarse como valores representativos para el espesor de la placa. De acuerdo a la Figura 2.13 se puede concluir que el espesor de 12.5 mm usado en esta investigación están más cerca de tener un valor real de tenacidad a la fractura. En este trabajo se observa el efecto del tiempo de envejecimiento y se puede apreciar que la tenacidad a la fractura es la propiedad más afectada inclusive en tiempos

cortos de permanencia, debido a la formación de fases intermetálicas a esta temperatura [9, 24]. Analizando la Figura 4.17 (b) es importante notar que aun en tiempos cortos de exposición, la tenacidad a la fractura disminuye drásticamente (21.5%). La disminución en la tenacidad a la fractura puede ser debida a la precipitación de fase χ la cual comienza a precipitar en la interface δ/γ antes que la fase σ precipite [14]. Ortiz y colaboradores [24], muestran el comportamiento de las propiedades de impacto en especímenes de aceros inoxidables envejecidos a 650°C, 700°C y 900°C. Ellos encuentran que la energía de impacto absorbida disminuye rápidamente debido a la formación de fase sigma que este acero presenta, aun en tiempos cortos de permanencia esta capacidad para absorber energía se ve afectada.

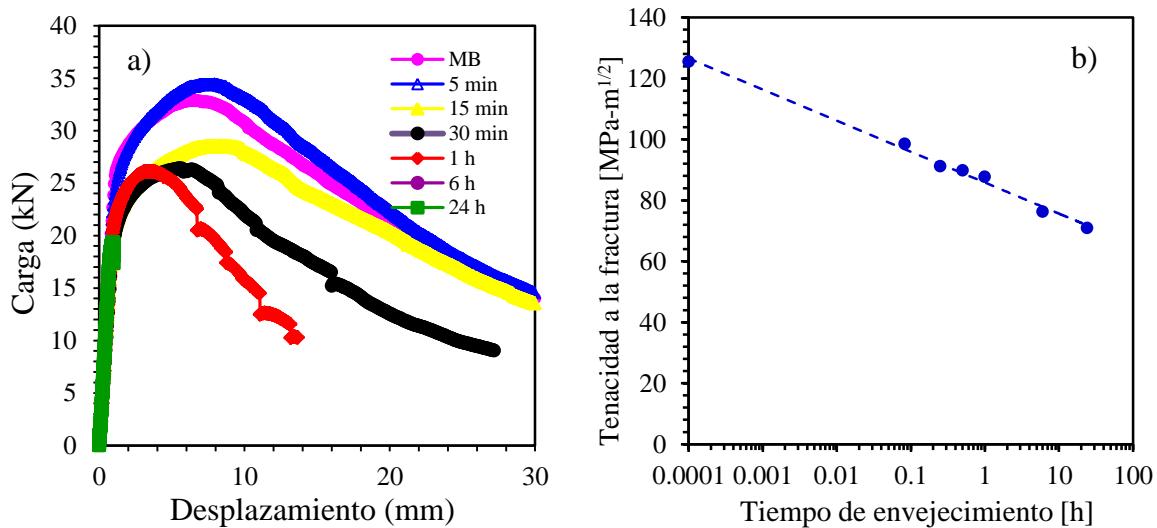


Figura 4.17 a) Curvas de carga en función del desplazamiento para la determinación de la tenacidad a la fractura K_{IC} y b) valores de tenacidad a la fractura en especímenes de acero inoxidable dúplex 2205 envejecidos térmicamente a 750 °C.

4.10 Estudio de fractura de probetas de tensión compacta

La superficie de fractura de las probetas ensayadas fueron analizadas una vez que se realizaron los ensayos de tenacidad a la fractura (ver Figura 4.18 a-b), la probeta de tensión compacta se fracturó en dos partes al aplicar una sobrecarga (ver Figura 4.18 c). Dentro de las etapas de la superficie de fractura por fatiga en su etapa de inicio no presentan rasgos importantes, siendo éstas superficies lisas, planas y brillantes. En la Figura 4.19, se observa la zona de crecimiento *estable* de los especímenes para cada tiempo de envejecimiento. Usualmente el límite de la zona de iniciación está definido por el frente de propagación con una superficie relativamente plana, orientada perpendicularmente a la dirección del esfuerzo principal máximo. La principal característica de esta superficie es la presencia de marcas paralelas en formas de ondas paralelos entre sí, conocidos como marcas de playa, estas son formadas cuando éste sufre alguna alteración por variación de la amplitud de la carga, otra característica de esta superficie son una serie de escalones o bordes radiales, paralelos a la dirección de propagación de grieta y que se forma cuando la grieta se propaga en niveles ligeramente diferentes. En la Figura 4.20 muestra las fractografías de la zona de sobrecarga, se aprecia el comportamiento de fractura que cada espécimen tiene, el metal base Figura 4.20 (a), (b) y (c), presentan una fractura dúctil con la formación de micro hoyuelos en material base, comportamiento dúctil-frágil se puede observar en la Figura 4.20 (d) y (e) y finalmente un comportamiento frágil con desprendimiento de material Figura 4.20 (f) y (g). La zona de *fractura final* es cuando la grieta esta próxima a alcanzar su tamaño crítico, la alta concentración de esfuerzos provoca una transición de fractura, se hace más rugosa y comienza a inclinarse hasta una ángulo cercano a los 45° , formando un labio en la zona de desprendimiento e incluso un cuello en esta zona.

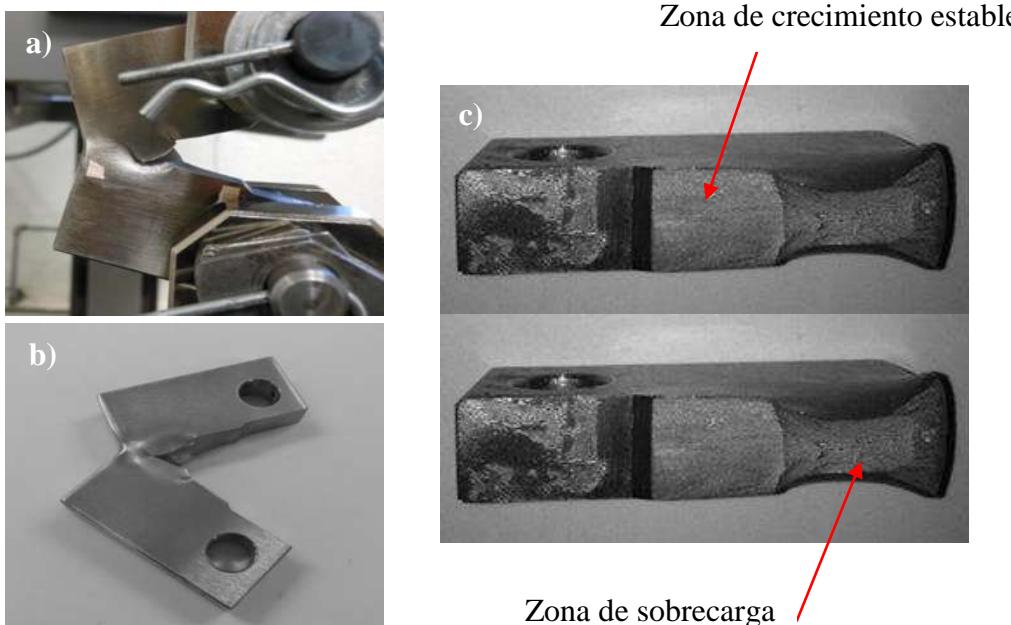


Figura 4.18 a) Ensayo de tenacidad a la fractura, b) probeta ensayada y c) probeta fracturada después de aplicar una sobrecarga de un acero dúplex 2205.

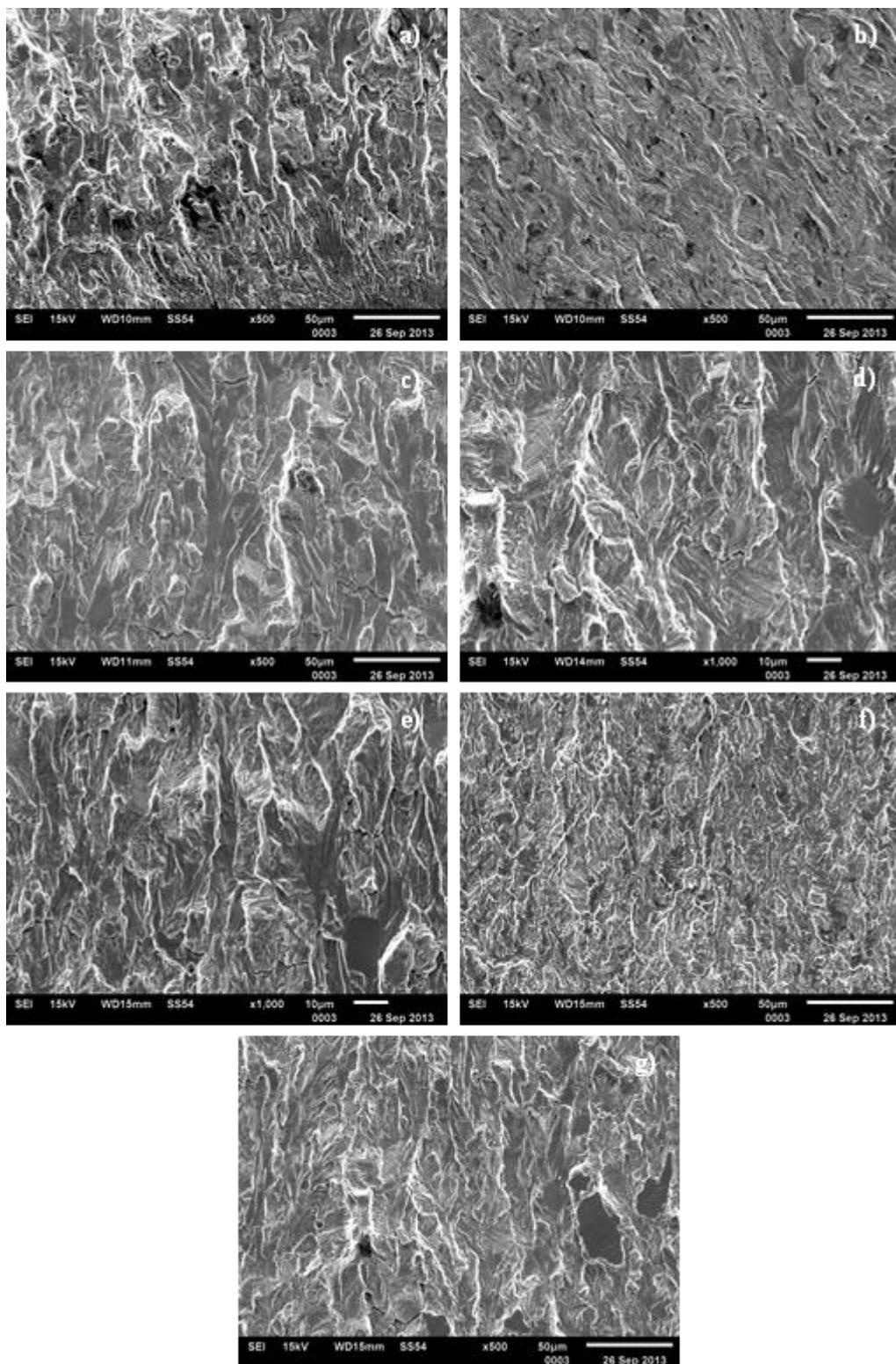


Figura 4.19 Fractografías a 500X en la zona de crecimiento de grieta estable: a) metal base y probetas envejecidas a 750 °C por: b) 5 minutos, c) 15 minutos, d) 30 minutos e) 1 hora, f) 6 horas y g) 24 horas.

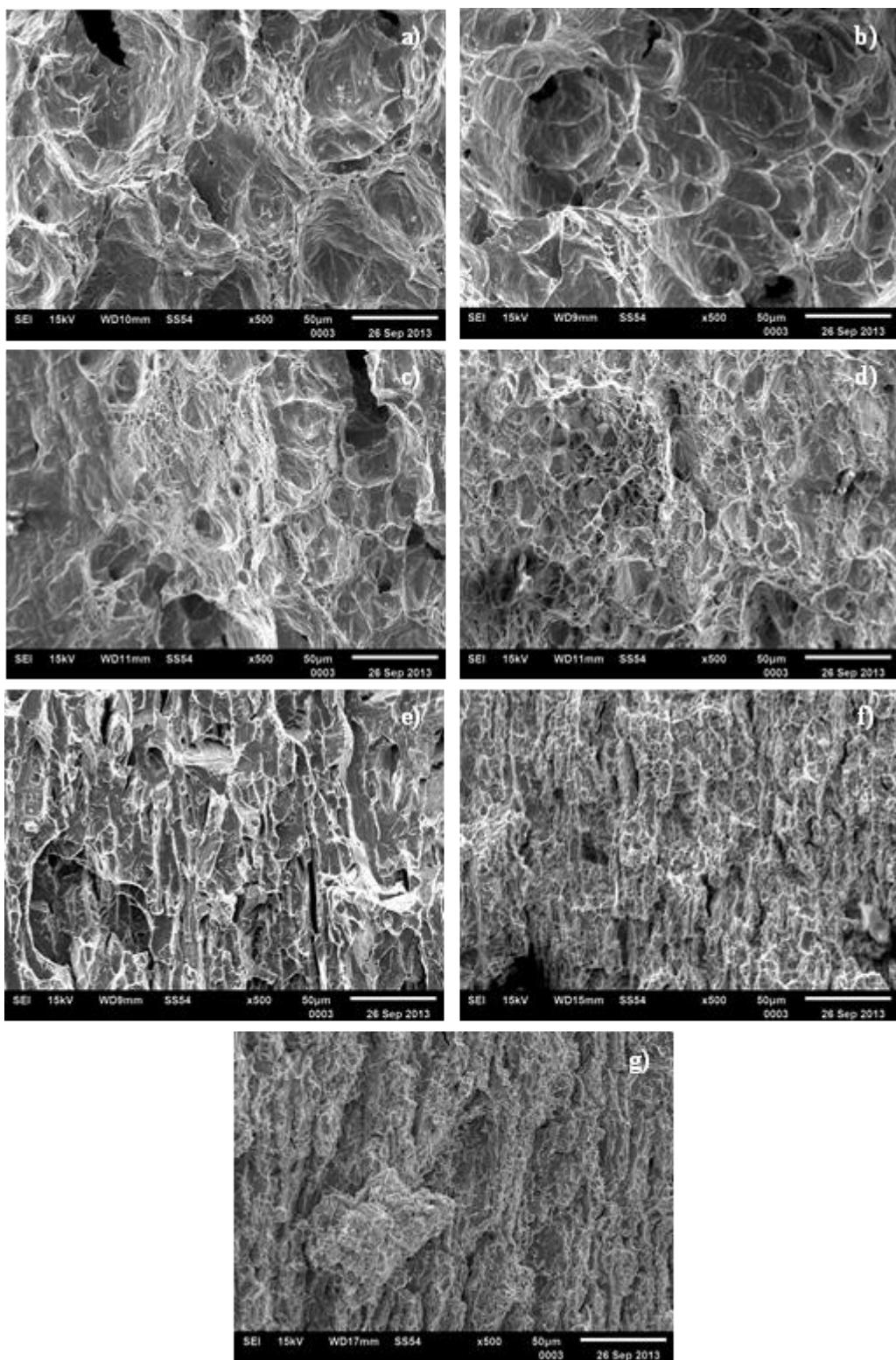


Figura 4.20 Fractografías a 500X de la zona de sobrecarga: a) metal base, y probetas envejecidas a 750 °C por: b) 5 minutos, c) 15 minutos, d) 30 minutos, e) 1 hora f) 6 horas y g) 24 horas.

Conclusiones

En este trabajo de investigación se encontraron que los cambios microestructurales producidos por el envejecimiento térmico tienen dos efectos en la microestructura del material y ambos están relacionados con la transformación de ferrita. El primero produce una precipitación de segundas fases. El segundo produce una disminución en la textura del material. Estos cambios afectan el crecimiento de grieta por fatiga, la tenacidad a la fractura, la propagación de ondas y el potencial termoeléctrico en base a esto tenemos las siguientes conclusiones:

- El crecimiento de grieta por fatiga en los primeros tiempos de envejecimiento muestra un comportamiento similar, es decir la grieta avanza lentamente hasta tiempos menores a 6 horas. Este comportamiento parece estar relacionado a que la microestructura no presenta cambios significativos en cuanto a su tamaño de grano y morfología.
- La velocidad de crecimiento de grieta por fatiga comienza a verse afectado en el tiempo de 1 hora, y esta disminuye notablemente en 6 y 24 horas debida a la precipitación de las fases Chi y Sigma que este acero presenta al ser envejecido a 750° C.
- La tenacidad a la fractura (K_{IC}) de los aceros inoxidables dúplex 2205, disminuye rápidamente en 5 minutos de permanencia de (~21%) mostrando la susceptibilidad de este acero a la exposición a altas temperaturas.
- La disminución gradual en la textura inicial es detectada por el cambio en la birrefringencia de ondas de corte, este cambio en la textura puede ser debido a la desaparición gradual de la fase ferrita.
- La precipitación de fases secundarias afecta la velocidad ultrasónica de onda longitudinal debido a que el endurecimiento del acero cambia las constantes elásticas de este.

- La velocidad ultrasónica de onda longitudinal presenta la misma tendencia que la dureza, es decir; ambas tienden a aumentar conforme aumenta el tiempo de envejecimiento térmico.
- El potencial termoeléctrico presenta un comportamiento inverso a la velocidad y la dureza, es decir; mientras estas aumentan, el potencial termoeléctrico disminuye conforme aumenta el tiempo de envejecimiento.

Referencias

- 1 R. Badji, B. Bacroix and M. Bouabdallah. Texture, microstructure and anisotropic properties in annealed 2205 duplex stainless steel welds, *Materials Characterization*, 62 9, 833-843. 2011.
- 2 J. W. Elmer, T. A. Palmer and E. D. Specht. Direct Observations of Sigma Phase Formation in Duplex Stainless Steels Using In-Situ Synchrotron X-Ray Diffraction, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 38 3, 464-475. 2007.
- 3 T. H. Chen, K. L. Weng and J. R. Yang. The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel, *Materials Science and Engineering: A*, 338 1–2, 259-270. 2002.
- 4 M. Pohl, O. Storz and T. Glogowski. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel, *Materials Characterization*, 58 1, 65-71. 2007.
- 5 R. Badji, M. Bouabdallah, B. Bacroix, C. Kahloun, K. Bettahar and N. Kherrouba. Effect of solution treatment temperature on the precipitation kinetic of σ -phase in 2205 duplex stainless steel welds, *Materials Science and Engineering: A*, 496 1–2, 447-454. 2008.
- 6 R. Badji, M. Bouabdallah, B. Bacroix, C. Kahloun, B. Belkessa and H. Maza. Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds, *Materials Characterization*, 59 4, 447-453. 2008.
- 7 A. Ruiz, N. Ortiz, H. Carreón and C. Rubio. Utilization of Ultrasonic Measurements for Determining the Variations in Microstructure of Thermally Degraded 2205 Duplex Stainless Steel, *Journal of Nondestructive Evaluation*, 28 3-4, 131-139. 2009.
- 8 A. Ruiz, N. Ortiz, A. Medina, J. Y. Kim and L. J. Jacobs. Application of ultrasonic methods for early detection of thermal damage in 2205 duplex stainless steel, *NDT & E International*, 54 0, 19-26. 2013.
- 9 K. L. Weng, H. R. Chen and J. R. Yang. The low-temperature aging embrittlement in a 2205 duplex stainless steel, *Materials Science and Engineering: A*, 379 1–2, 119-132. 2004.
- 10 H. Sieurin and R. Sandström. Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205, *Materials Science and Engineering: A*, 444 1–2, 271-276. 2007.

- 11 N. Ortiz, F. F. Curiel, V. H. López and A. Ruiz. Evaluation of the intergranular corrosion susceptibility of UNS S31803 duplex stainless steel with thermoelectric power measurements, *Corrosion Science*, 69 0, 236-244. 2013.
- 12 H. SIEURIN. *Fracture toughness properties of duplex stainless steels* Doctorado. Materials Science and Engineering, Royal Institute of Technology Instituto Real de Tecnología de Estocolmo., Suecia. 2006
- 13 R. S. Henrik Sieurin. Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205, *Materials Science and Engineering*, 2006.
- 14 J. Y. Kim, J. Qu, L. J. Jacobs, J. W. Littles and M. F. Savage. Acoustic Nonlinearity Parameter Due to Microplasticity, *Journal of Nondestructive Evaluation*, 25 1, 28-36. 2006.
- 15 I. Alvarez-Armas, U. Krupp, M. Balbi, S. Hereñú, M. C. Marinelli and H. Knobbe. Growth of short cracks during low and high cycle fatigue in a duplex stainless steel, *International Journal of Fatigue*, 41 0, 95-100. 2012.
- 16 T. L. ANDERSON,*Fracture mechanics: fundamentals and applications*.ed. 2005. p
- 17 D. I. V. VERA. *Precipitación de la fase sigma bajo la aplicación de ciclos térmicos en un acero inoxidable superdúplex SAF 2507*. Doctorado. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas Universidad Michoacana de San Nicolas de Hidalgo, Morelia, Michoacan 2011
- 18 T. Bai, P. Chen and K. Guan. Evaluation of stress corrosion cracking susceptibility of stainless steel 304L with surface nanocrystallization by small punch test, *Materials Science and Engineering: A*, 561 0, 498-506. 2013.
- 19 J. C. LIPPOLD and D. J. KOTECKI,*Welding metallurgy and weldability of stainless steels*.ed. 2005. p
- 20 H. Sieurin and R. Sandström. Fracture toughness of a welded duplex stainless steel, *Engineering Fracture Mechanics*, 73 4, 377-390. 2006.
- 21 K. M. Lee, H. S. Cho and D. C. Choi. Effect of isothermal treatment of SAF 2205 duplex stainless steel on migration of δ/γ interface boundary and growth of austenite, *Journal of Alloys and Compounds*, 285 1–2, 156-161. 1999.
- 22 V. H. C. de Albuquerque, E. de Macedo Silva, J. Pereira Leite, E. P. de Moura, V. L. de Araújo Freitas and J. M. R. S. Tavares. Spinodal decomposition mechanism study

- on the duplex stainless steel UNS S31803 using ultrasonic speed measurements, *Materials & Design*, 31 4, 2147-2150. 2010.
- 23 F. R. MORRAL, E. JIMENO and P. MOLERA, *Metalurgia general.ed. 1985. p*
- 24 N. O. Lara, A. Ruiz, C. Rubio, R. R. Ambriz and A. Medina. Nondestructive assessing of the aging effects in 2205 duplex stainless steel using thermoelectric power, *NDT & E International*, 44 5, 463-468. 2011.
- 25 A. N. Lasseigne, D. L. Olson, H. J. Kleebe and T. Boellinghaus. Microstructural assessment of nitrogen-strengthened austenitic stainless-steel welds using thermoelectric power, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36 11, 3031-3039. 2005.
- 26 P. Paufler. J. F. Nye. *Physical Properties of Crystals*. Clarendon Press — Oxford. First published in paperback with corrections and new material 1985. XVII + 329 p. £ 15.00. ISBN 0-19-851165-5, *Crystal Research and Technology*, 21 12, 1508-1508. 1986.
- 27 N. E. DOWLING, *Mechanical behavior of materials.2da ed. Prentice Hall. 1999. p*
- 28 ASTM, *Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack growth Rates*.2002.
- 29 J. K. Sahu, U. Krupp and H. J. Christ. Fatigue crack initiation behavior in embrittled austenitic–ferritic stainless steel, *International Journal of Fatigue*, 45 0, 8-14. 2012.
- 30 J. Stolarz and J. Foct. Specific features of two phase alloys response to cyclic deformation, *Materials Science and Engineering: A*, 319–321 0, 501-505. 2001.
- 31 M. C. Marinelli, U. Krupp, M. Kübbeler, S. Hereñú and I. Alvarez-Armas. The effect of the embrittlement on the fatigue limit and crack propagation in a duplex stainless steel during high cycle fatigue, *Engineering Fracture Mechanics*, 110 0, 421-429. 2013.
- 32 G. P. Potirniche and S. R. Daniewicz. Finite element modeling of microstructurally small cracks using single crystal plasticity, *International Journal of Fatigue*, 25 9–11, 877-884. 2003.
- 33 U. Krupp and I. Alvarez-Armas. Short fatigue crack propagation during low-cycle, high cycle and very-high-cycle fatigue of duplex steel – An unified approach, *International Journal of Fatigue*, 0,

- 34 ASTM, *Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{Ic} of Metallic Materials*. 2013.
- 35 J. L. G. VELÁZQUEZ, *Mecánica de fractura*. ed. 2004. p
- 36 J. Pilhagen and R. Sandström. Loss of constraint during fracture toughness testing of duplex stainless steels, *Engineering Fracture Mechanics*, 99 0, 239-250. 2013.
- 37 C. Rubio-González, C. Felix-Martinez, G. Gomez-Rosas, J. L. Ocaña, M. Morales and J. A. Porro. Effect of laser shock processing on fatigue crack growth of duplex stainless steel, *Materials Science and Engineering: A*, 528 3, 914-919. 2011.
- 38 ASTM, *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*. 2002.
- 39 D. M. Escriba, E. Materna-Morris, R. L. Plaut and A. F. Padilha. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel, *Materials Characterization*, 60 11, 1214-1219. 2009.
- 40 J. Michalska and M. Sozańska. Qualitative and quantitative analysis of σ and χ phases in 2205 duplex stainless steel, *Materials Characterization*, 56 4–5, 355-362. 2006.
- 41 C. HELLIER, *Handbook of Nondestructive Evaluation*. ed. 2001. p
- 42 D. Benkirat, P. Merle and R. Borrelly. Effects of precipitation on the thermoelectric power of iron-carbon alloys, *Acta Metallurgica*, 36 3, 613-620. 1988.
- 43 H. Carreon. Thermoelectric non-destructive texture characterization in Ti-6Al-4V, *NDT & E International*, 39 6, 433-440. 2006.
- 44 S. K. Ghosh and S. Mondal. High temperature ageing behaviour of a duplex stainless steel, *Materials Characterization*, 59 12, 1776-1783. 2008.
- 45 M.-C. Marinelli, A. El Bartali, J. W. Signorelli, P. Evrard, V. Aubin, I. Alvarez-Armas and S. Degallaix-Moreuil. Activated slip systems and microcrack path in LCF of a duplex stainless steel, *Materials Science and Engineering: A*, 509 1–2, 81-88. 2009.
- 46 W. Guo, H. Dong, M. Lu and X. Zhao. The coupled effects of thickness and delamination on cracking resistance of X70 pipeline steel, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 79 6, 403-412. 2002.