



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN CIENCIA E INGENIERÍA
DE MATERIALES.

ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL Y DE PROPIEDADES DE UN CORDÓN DE
SOLDADURA DE ACERO INOXIDABLE 347

TESIS
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
MAESTRA EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRESENTA:
CINTHIA KAREN FLORES FRANCO

TUTOR PRINCIPAL:
JULIO ALBERTO JUÁREZ ISLAS, IIM.
COMITÉ TUTOR:
OCTAVIO ÁLVAREZ FRAGOSO, IIM.
ARTURO BARBA PINGARRON, FQ.

MÉXICO, D. F., DICIEMBRE 2015.



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



COORDINACIÓN DEL POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES
UNIDAD DE POSGRADO, EDIFICIO "C", UNAM
CIRCUITO DE POSGRADOS, CIUDAD UNIVERSITARIA
04511 MEXICO, D.F.
TEL: 56224130 Y 56237017
pceim@posgrado.unam.mx

Of: PCEIM/1304/15

**C. CINTHIA KAREN FLORES FRANCO,
P R E S E N T E**

De acuerdo a su solicitud, para presentar su examen de grado de Maestra correspondiente al Programa de Maestría en Ciencia e Ingeniería de Materiales, en el que defenderá su tesis titulada "Análisis microestructural y de propiedades de un cordón de soldadura de acero inoxidable 347", le informo que el Comité Académico en su sesión del 30 de septiembre de 2015, acordó nombrar al siguiente jurado:

CARGO	NOMBRE	ADSCRIPCIÓN
Presidente	Dr. José Alejandro García Hinojosa	Facultad de Química
Primer Vocal	Dr. Julio Alberto Juárez Islas	Instituto de Investigaciones en Materiales
Segundo Vocal	Dr. Adrián Pozos Estrada	Instituto de Ingeniería
Tercer Vocal	Dr. Carlos Lira Galeana	Instituto Mexicano del Petróleo
Secretario	Dr. José Antonio Barrera Godínez	Facultad de Química

Agradeceré a usted entregar en esta coordinación los votos aprobatorios con la firma de cada jurado, en las formas anexas, y ponerse de acuerdo con su jurado para definir la fecha del examen y hacérmelo saber.

Se le informa al jurado que cuenta con un plazo de 20 días hábiles para evaluar la tesis y emitir su dictamen. Y por acuerdo del Comité Académico del 27 de agosto de 2014, la validez de este jurado será hasta el 11 de diciembre de 2015.

Sin otro particular de momento, aprovecho la ocasión para enviarle un saludo cordial.

Atentamente

Cd. Universitaria, D.F., a 5 de octubre de 2015.
"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"

DR. HERIBERTO PFEIFFER PEREA,
COORDINADOR

c.c.p.-Integrantes del Jurado:

AGRADECIMIENTOS:

Agradezco primero a los miembros de mi comité tutor:

Dr. Julio Alberto Juárez Islas (IIM) (tutor principal)

Dr. Octavio Álvarez Fragoso (IIM)

Dr. Arturo Barba Pingarrón (FQ)

También a los miembros del jurado:

Presidente: Dr. José Alejandro García Hinojosa (FQ)

Primer vocal y director: Dr. Julio Alberto Juárez Islas (IIM)

Segundo vocal: Dr. Adrián Pozos Estrada (II)

Tercer vocal: Dr. Carlos Lira Galeana (IMP)

Secretario: Dr. José Antonio Barrera (FQ)

Por sus observaciones y correcciones a mi trabajo final.

Doy gracias al IIM por permitirme realizar mis estudios de maestría, a conacyt por el apoyo económico, para mi educación, durante los dos años, pero sobre todo agradezco a la gran institución que es la UNAM por poner una educación de primer nivel a mi alcance.

DEDICATORIAS:

Dedico este trabajo a los seres amados que hoy ya no están conmigo pero que fueron los responsables de mi crianza y de la persona que el día de hoy soy. A mi padre y hermanos por creer en mí.

A mi amado esposo por instarme a terminar lo que yo, ya daba por perdido, pero sobre todo a mi hermoso hijo quien se ha convertido en el motor de mi vida, quien me inspira a cada día ser una mejor persona.

A NPC quien me da fuerza extra, cuando la mía se ha terminado y me brinda un amor incondicional en todos los aspectos de mi vida.



CONTENIDO

RESUMEN	4
INTRODUCCIÓN	6
OBJETIVO	8
CAPITULO 1. MARCO TEÓRICO	9
1.1 Aceros	9
1.1.1 Aleaciones Fe-Cr-Ni	10
1.1.2 Diagrama de fases ternario Fe-Cr-Ni	10
1.2 Clasificación de los aceros inoxidable	11
1.2.1 Precipitación de fases intermetálicas	13
1.2.2 Acero inoxidable austenítico 347	16
1.3 Solidificación en la soldadura	17
1.4 Imperfecciones de soldadura	22
1.5 Procesos de soldadura	26
1.5.1 Soldadura por arco metálico (SMAW)	27
1.5.2 Soldadura por arco de gas tungsteno (GTAW)	27
CAPITULO 2. METODOLOGÍA	29
2.1 Preparación de la muestra.	29
2.2 Análisis con el MEB.	31
2.3 Difracción de Rayos X	31
2.4 Pruebas mecánicas.	32
2.5 Tratamiento térmico.	33
CAPITULO 3. RESULTADOS	35
3.1 Evaluación microestructural.	35
3.2 Pruebas mecánicas	42
3.3 Muestra tratada térmicamente.	43
CAPITULO 4. CONCLUSIONES.	48
BIBLIOGRAFÍA	49
ANEXOS	



ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA	NOMBRE	PAG.
Figura 1	Diagrama esquemático de la zona bajo estudio, se muestra la procedencia del cordón de soldadura, donde se detectó la presencia de grietas.	7
Figura 2	Sección del diagrama ternario Fe-Cr-Ni a 650°C [26].	11
Figura 3	Aparición de la fase sigma en el diagrama Fe-Cr-Ni [28].	15
Figura 4	Estabilidad del frente de solidificación sólido-líquido [5].	18
Figura 5	Crecimiento columnar de los granos, desde la línea de fusión [10].	18
Figura 6	Proyecciones del liquidus y solidus en el sistema Fe-Cr-Ni, junto con sus constituyentes binarios [28].	19
Figura 7	Modos de solidificación [9].	20
Figura 8	Muestra de una grieta de solidificación.	24
Figura 9	Grieta de solidificación.	24
Figura 10	a) Raíz de la grieta (debajo del grano).b) Punta de la grieta por inducción de hidrogeno.	25
Figura 11	Proceso de Soldadura por arco metálico [5].	27
Figura 12	Proceso de soldadura GTAW [4].	28
Figura 13	Corte de la muestra.	29
Figura 14	Papel de carburo de Silicio utilizado para el desbaste de la muestra.	30
Figura 15	Microscopio electrónico de barrido (MEB) Jeol stereoscan.	31
Figura 16	Difractometro Siemens 500.	32
Figura 17	Máquina Instron 1200.	32
Figura 18	Medidas de la probeta de acuerdo a la norma ASTM E8 [10].	33
Figura 19	Grieta que presentó el reactor DC-101.	36
Figura 20	Estructuras dendríticas obtenidas en el cordón de soldadura.	37
Figura 21	Rayos X realizados a las zonas segregadas marcadas.	38
Figura 22	Microanálisis más profundo en las zonas interdendríticas.	39
Figura 23	Diagrama de fases Fe-Cr, en función de la temperatura [10].	40
Figura 24	Difracción de rayos-x en el cordón de soldadura.	41
Figura 25	Metalografía del cordón de soldadura, en zonas apartadas de las grietas.	42
Figura 26	Curva tensión-deformación a 25°C y 450°C.	43
Figura 27	Tratamiento térmico de la muestra 2.	44
Figura 28	Microestructura encontrada en la muestra tratada térmicamente. a) Pertenece al cordón de soldadura, b)zona afectada por el calor y c)material base.	45
Figura 29	Difractograma obtenido de la muestra tratada térmicamente.	46
Figura 30	Curva de tensión-deformación a 25°C y a 450°C.	47



ÍNDICE DE TABLAS

TABLA	NOMBRE	PAG.
Tabla 1	Efecto del % de carbono y otros elementos en los aceros.	9
Tabla 2	Clasificaciones principales de los carburos.	13
Tabla 3	Propiedades del acero inoxidable austenítico 347.	17
Tabla 4	Composición química obtenida por espectrometría de masas (% p/p).	35
Tabla 5	Composiciones del microanálisis realizado en las zonas segregadas.	38
Tabla 6	Concentraciones en las regiones interdendríticas de la figura 22.	40
Tabla 7	Fracción en volumen de fases presentes en el cordón de soldadura.	41
Tabla 8	Propiedades mecánicas de todas las muestras obtenidas a partir de un tratamiento térmico.	43
Tabla 9	Fracción volumen de las fases presentes en la muestra tratada térmicamente.	47



RESUMEN

Este trabajo intento enfatizar la relación entre la microestructura de una muestra y sus propiedades mecánicas. En la planta catalítica de la Refinería Miguel Hidalgo en Tula, se realizó una inspección de ingeniería, en donde se detectaron grietas en el reactor DC-101, estas se inician en el cordón de soldadura. Anteriormente el crecimiento de estas grietas condujo a la fractura del reactor, lo que generó la interrupción de la operación en la planta. Por ello se pretende realizar un estudio microestructural y de propiedades, que permita determinar la causa de las grietas, en el cordón de soldadura. También se propone un tratamiento térmico posterior al proceso de soldadura con el propósito de evitar la generación de estas.

Iniciando con el análisis metalúrgico se llevó a cabo la preparación metalográfica, la caracterización microestructural y de propiedades mecánicas, esto mediante el uso de un microscopio electrónico de barrido, difracción de rayos-x y pruebas mecánicas de tensión.

Se encontró que la generación de grietas se debe a una segregación de Fe mayor al 10%, ya que esta concentración provoca la generación de fases intermetálicas tales como la fase sigma "σ" y la fase chi "X", estas suelen nuclarse y crecer en las fronteras de grano, produciendo un material duro y frágil.

Para evitar la formación de estas fases se propusieron 5 tratamientos térmicos que permitan homogenizar la muestra. Se eligió y presentó solo el resultado del tratamiento que generó mejores propiedades mecánicas.



INTRODUCCIÓN

Los aceros son los materiales metálicos más ampliamente usados gracias a que pueden ser manufacturados en grandes cantidades y con especificaciones precisas, proporcionando así un extenso rango de propiedades mecánicas a un costo relativamente bajo. Dentro de estos materiales están los aceros al carbón, aceros de media aleación, aceros aleados, aceros de alta resistencia, aceros de herramienta y los aceros inoxidable [10].

Los aceros inoxidables son aleaciones base hierro que contienen cromo y níquel, así como otros elementos, tales como molibdeno, manganeso, silicio, titanio y carbono. Estos se clasifican en cinco familias diferentes: los endurecidos por precipitación, dúplex, ferríticos, martensíticos y austeníticos [9].

Dentro de los aceros inoxidables austeníticos se encuentra el acero 347 estabilizado con Nb y Ta. Este se usa tanto a temperaturas criogénicas como a elevadas temperaturas, es altamente resistente a la corrosión, es muy dúctil, tiene una excelente soldabilidad y un alto factor de higiene. Por lo anterior es frecuentemente utilizado en la fabricación de tanques y tubos para la industria química y petroquímica [9].

Precisamente este trabajo se desarrollo para la industria petroquímica. Donde se inspeccionó el reactor DC-101 de una planta catalítica, en la refinería de Tula Hidalgo, este presentó una fisura, lo que causó la interrupción de su operación. Se detecto que las grietas iniciaron en el cordón de soldadura. Generalmente las fallas en estos equipos se producen en sus uniones [22].

El presente trabajo tiene como objetivo evaluar el comportamiento microestructural y mecánico (tensión) del cordón de soldadura, del reactor catalítico DC-101, el cual se muestra en la figura 1. Esto con el fin de identificar la causa de la generación de las grietas observadas en dicho reactor. Cabe mencionar que este estudio parte de una probeta soldada mediante el procedimiento GTAW-SMAW tipo manual, donde el tipo de acero soldado fue SA-312 T-347 y se utilizó una

mezcla de gases base argón, con un 2% de hidrógeno, como protector de atmosfera.

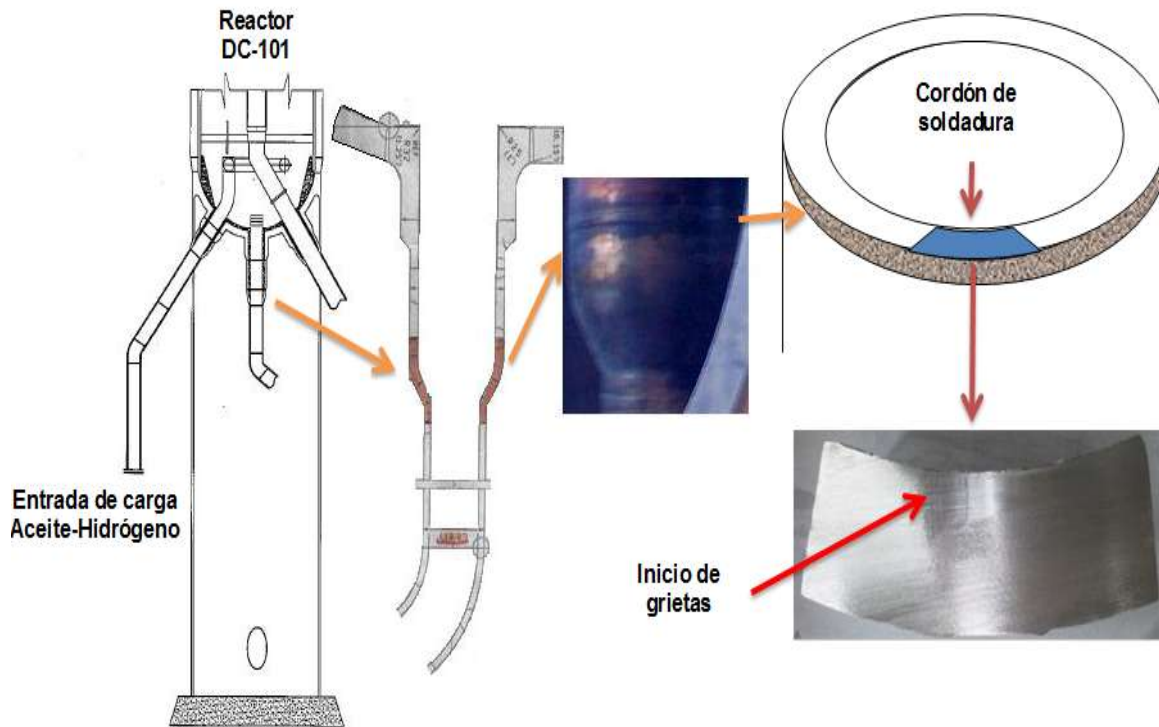


Figura 1. Diagrama esquemático de la zona bajo estudio, se muestra la procedencia del cordón de soldadura, donde se detectó la presencia de grietas.



OBJETIVO

Mediante el análisis metalúrgico del cordón de soldadura de un acero inoxidable 347 con presencia de grietas, proveniente del reactor catalítico DC 101, se determinará la causa de su falla mecánica.

Se propondrá un tratamiento térmico posterior al proceso de soldadura con el propósito de evitar la generación de grietas.

Para cumplir con el objetivo se llevará a cabo la preparación metalográfica, la caracterización microestructural y de propiedades mecánicas, esto mediante el uso de un microscopio electrónico de barrido, difracción de rayos-x y pruebas mecánicas de tensión.



CAPITULO 1. MARCO TEÓRICO

1.1 Aceros

El acero se define como, una aleación Fe-C, aunque no se puede evitar que contenga otros elementos, clasificados como impurezas: S, P, O, N, entre otros; y como elementos de elaboración el Si y el Mn, necesarios para su producción [9].

Las aleaciones industriales de Fe-C se clasifican independientemente de los demás elementos en aleación, según el contenido de carbono en: aceros hasta el 2.1% de carbono y en fundiciones con más de 2.1% de carbono y hasta el 6.69% [9].

Los efectos del carbono cambian la ductilidad y la resistencia de los aceros, también lo endurecen y lo hacen utilizable para una amplia variedad de aplicaciones. Así como el carbono modifica las propiedades del acero, otros elementos también lo hacen como se muestra en la tabla 1.

Tabla 1. Efecto del % de carbono y otros elementos en los aceros.

Elemento	Efecto
Carbono 0.06 a 0.4 %	Permite un revestimiento endurecido.
Carbono 0.4 a 0.6 %	Aumenta la dureza del material.
Carbono arriba de 0.8 %	Aumenta la resistencia, no el endurecimiento.
Manganeso	Aumenta la profundidad de endurecimiento
Silicio	Añade resistencia al desgaste y tenacidad
Cromo	Añade resistencia al desgaste y tenacidad
Níquel	Añade tenacidad y algo de resistencia al desgaste
Tungsteno	Añade resistencia al desgaste
Vanadio	Refina el tamaño del grano
Molibdeno	Añade resistencia al calor y endurecimiento
Cobalto	Imparte resistencia al calor
Niobio	Añade resistencia al desgaste
Azufre, plomo, calcio, fósforo	Imparte mejor maquinabilidad



El hierro puro, al calentarse, experimenta dos cambios de la estructura cristalina antes de fundir. A temperatura ambiente la forma estable se llama ferrita o hierro α y tiene estructura BCC. La ferrita experimenta a 890°C una transformación polimórfica a austenita FCC o hierro γ . La austenita persiste hasta 1394°C , temperatura a la que la austenita vuelve a convertirse en una fase BCC conocida como ferrita δ , que funde a 1538°C [9].

1.1.1 Aleaciones Fe-Cr-Ni

El sistema ternario Fe-Cr-Ni, muestra las dos fases primarias, austenita (γ) y ferrita (α), las cuales distinguen las tres principales familias: austeníticos, ferríticos y dúplex [28].

El cromo forma parte de los elementos alfégenos, es decir, aumenta la existencia de la ferrita y disminuyen la existencia de la austenita. Este se encuentra en un porcentaje siempre mayor al 10% y le confiere la propiedad de ser mucho más resistente a la corrosión. El cromo también forma una película pasivante en la superficie del acero, extremadamente delgada, continua y estable, lo que deja inerte la superficie del acero a las reacciones químicas.

El níquel actúa de dos formas esenciales: primero aumenta el campo de estabilidad de la austenita, los aceros que contienen poco carbono y que contienen más de 24% de níquel, presentan una estructura austenítica a temperatura ambiente, segundo contribuye a la formación de la película pasivante en la superficie de los aceros inoxidable [15].

1.1.2 Diagrama de fases ternario Fe-Cr-Ni

El sistema Fe-Cr-Ni se muestra en la figura 2. Donde, se aprecian las zonas de estabilidad de las fases: ferrita y austenita. Las regiones de la figura 2 muestran las tres familias de aleaciones: austenítico dentro del campo gamma, ferrítico dentro del campo alfa y austeno-ferrítico dentro del campo mixto alfa-gamma ($\alpha+\gamma$) [12].

Para contenidos de cromo, mayores al 20% p/p, se presentan grandes cantidades de fase sigma, tanto en aceros austeníticos como en los ferríticos. La posición de la región de dos fases ($\alpha+\gamma$) depende de la temperatura. Cuando la temperatura desciende por debajo de los 650°C la región bifásica se desplaza hacia la izquierda y su posición se extrema a 20°C . Cuando la temperatura se eleva, esta



región se desplaza hacia la derecha y su posición se extrema hasta los 1100°C [26].

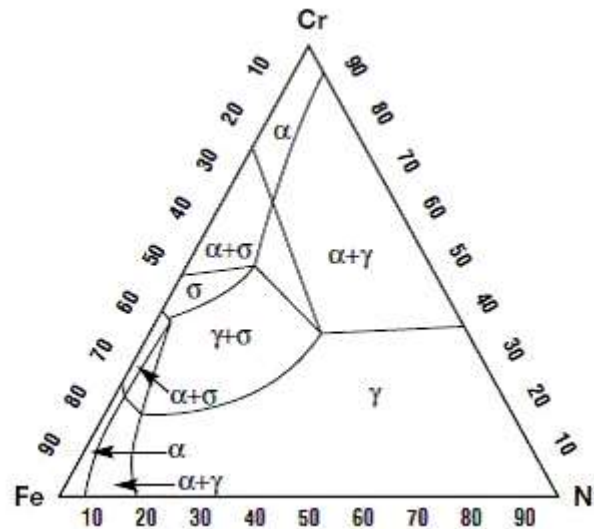


Figura 2. Sección del diagrama ternario Fe-Cr-Ni a 650°C [26].

En la figura 2, se puede ver que para obtener una aleación con un 18% de cromo la estructura austenítica deberá haber necesariamente un 8% de níquel. Si disminuye el contenido de níquel la aleación será bifásica en todo el intervalo de temperatura, incluida la temperatura ambiente; el aumento del cromo por encima del 18%, siendo 8% el contenido del níquel conduce a los mismos resultados. Cuando el contenido de cromo es menor que 14-15%, en la estructura aparece la fase alfa, a temperaturas inferiores de 650°C [12].

Los aceros al cromo-níquel, como es natural, no son aleaciones Fe-Cr-Ni puras, contienen impurezas. Estas se disuelven en las fases principales austenita y ferrita. También influyen en las condiciones de equilibrio y en la cinética de la transformación de austenita a ferrita. Si las impurezas forman nuevas fases como carburos, nitruros, intermetales u otras fases, pueden cambiar considerablemente las propiedades mecánicas del acero y su resistencia a la corrosión [18].

1.2 Clasificación de los aceros inoxidables

Estos se clasifican en 5 familias: austeníticos, ferríticos, martensíticos, dúplex y aleaciones endurecidas por precipitación.



Martensíticos (Serie 400)

Tienen un contenido de carbono relativamente alto de 0.2 a 0.4% y de cromo de 12 a 14%, lo que permite la formación de austenita a altas temperaturas, que se transformará en martensita durante el enfriamiento. Estos tienen elevada dureza (esta se puede incrementar por tratamiento térmico), gran facilidad de maquinado, son magnéticos, los más económicos dentro de los aceros inoxidables y presentan resistencia moderada a la corrosión y oxidación.

Ferríticos (serie 400)

El contenido de cromo varía del 15 al 25%, pero el contenido de carbono es bajo menor al 0.1%. Tienen mejor resistencia a la corrosión y oxidación, aunque menor resistencia al impacto, además de cromo, estos pueden contener molibdeno, silicio, aluminio, titanio y niobio. La dureza no es muy alta y no se puede incrementar por tratamiento térmico, endurecibles también por trabajo en frío, son magnéticos.

Austeníticos (serie 300 y 200)

Los aceros inoxidables austeníticos no son magnéticos y no pueden ser endurecidos por trabajo en frío, su estructura FCC los hace muy dúctiles, tenaces, resistentes al impacto, con gran conformabilidad, además presentan excelente soldabilidad. Tienen un excelente factor de higiene-limpieza y se pueden utilizar tanto a temperaturas criogénicas como a elevadas temperaturas. El contenido de cromo en estos es del 15 al 25%, el de níquel del 7 al 15% y el porcentaje en carbono no excede el 0.08%. No son tratables térmicamente y son caros.

El níquel actúa como estabilizador de la fase austenítica, también retarda la formación de fases intermedias. Aunque es menos efectivo que el nitrógeno, también evita el crecimiento de grano en los tratamientos térmicos, lo que producirá mayor tenacidad en el material.

Estos presentan una mayor resistencia a la corrosión por que los carburos de cromo se descomponen, manteniendo el cromo y carbono en solución sólida, por enfriamiento rápido desde una alta temperatura. Sin embargo si se enfría lentamente como en los procesos de soldadura, entre 870 y 600°C los carburos de cromo precipitan en los bordes de grano dejando pobre en cromo la zona vecina al borde, lo que promueve la corrosión intergranular. Para disminuir este fenómeno se baja el contenido de carbono al mínimo (0.03%) ó se agrega niobio o tantalio que tienen mayor tendencia a formar carburos que el cromo, permitiendo que este



se quede en solución sólida en el hierro y manteniendo su resistencia a la corrosión.

Dúplex.

Estos presentan una microestructura cristalina mixta de ferrita y austenita, la cantidad exacta de cada una depende de la composición y tratamiento térmico. Este acero se obtiene incorporando a un acero ferrítico una pequeña cantidad de níquel. Sus principales ventajas son resistencia a la corrosión general y por picadura, a la corrosión intergranular, a la erosión y abrasión.

1.2.1 *Precipitación de fases intermetálicas*

Consecuencia de la inestabilidad de la ferrita, una gran variedad de fases secundarias indeseables se pueden formar en un rango de temperaturas de 300 a 1000°C, las más frecuentes son carburos, fase sigma, fase R y la fase π [9].

Carburos. En los aceros solo forman carburos los metales que en el sistema periódico se encuentran a la izquierda del hierro. Estos metales al igual que el hierro, corresponden a los elementos de grupo de transición, pero tienen ocupado el subnivel electrónico “d”. Numerosos experimentos demuestran que cuanto menos lleno tenga el subnivel electrónico d, tanto más estable será el carburo. Los carburos poseen dos clasificaciones principales las cuales se muestran a continuación en la tabla 2.

Los carburos reunidos en el grupo I tienen estructura cristalina compleja, un representante típico de este grupo es la cementita (estructura ortorrómbica). La peculiaridad de la estructura de los carburos del grupo II, como fases de inserción, consiste en que tienen una red cristalina simple y cristalizan por lo general con un déficit considerable de carbono. Conviene advertir que las fases de inserción son difícilmente solubles en austenita. En cambio los carburos del grupo I se disuelven fácilmente de la austenita [28].

Tabla 2. Clasificaciones principales de los carburos.

Carburos Grupo I	Carburos Grupo II
M_3C $M_{23}C_6$ M_7C_3	M_2C MC



La inserción de Nb y Ta evita que precipite el carburo de cromo. Promoviendo así que los principales precipitados sean carburos y nitruros tanto de niobio como de tántalo.

Todas las fases de carburo poseen alta temperatura de fusión y gran dureza. Los carburos de todos los elementos de aleación contienen hierro. Los carburos que tienen la misma fórmula química se disuelven mutuamente. Por ejemplo, si en el acero hay, al mismo tiempo, niobio y titanio, no se formarán dos tipos separados de carburos, sino un carburo común. En el cual en iguales condiciones entra el titanio y el niobio [12].

Al principio, los carburos aparecen preferiblemente en los límites de grano, pudiendo aparecer según la composición química de la aleación, dentro del grano (intragranular). Muchas investigaciones han determinado que la morfología del carburo tiene gran influencia sobre las propiedades mecánicas, además puede influenciar la estabilidad química de la matriz removiendo elementos reactantes [9].

Los carburos comunes en las aleaciones austeníticas, son MC, $M_{23}C_6$, y el M_6C . La precipitación de $M_{23}C_6$ ocurre en los bordes de grano, por lo que descende la cantidad de cromo en la zona cerca del borde de grano. Esta zona hará al acero sensible a la corrosión intergranular. El carburo $M_{23}C_6$ tiene una estructura cúbica compleja, la cual si el carbono fuese removido, se convertiría en estructura TCP (tetragonal compacta) mejor conocida como fase sigma (σ). El M_6C puede crecer en la línea sobre el límite de grano y más raramente dentro del grano. La mayoría de los estudios convergen en el hecho de que estos carburos deben ser evitados en los límites de grano para evitar el deterioro de la ductilidad y la vida útil [22].

Fase sigma (σ). Es un compuesto intermetálico concentrado de hierro-cromo, duro y frágil. Se localiza en las fronteras del grano, básicamente destruyendo la estructura compacta. Tiende a crearse entre los 600°C y 900°C, aunque una variación en la composición, cambiará la temperatura a la cual se inicia. El molibdeno y el niobio aceleran la reacción de sigma, mientras que el níquel eleva al máximo la temperatura a la cual esta fase aún está presente. La figura 3 muestra las composiciones en las cuales se genera la fase sigma [28].

A nivel microscópico, se puede identificar la fase sigma, ya que esta se distingue por conformarse en pequeñas esferas, y trazos rectos (formas de agujas o formas aciculares) negros que se encuentran en forma desordenada. La fase sigma causa fragilidad a temperatura ambiente, y cuando se encuentra en cantidades apreciables, la resistencia a la corrosión disminuye.

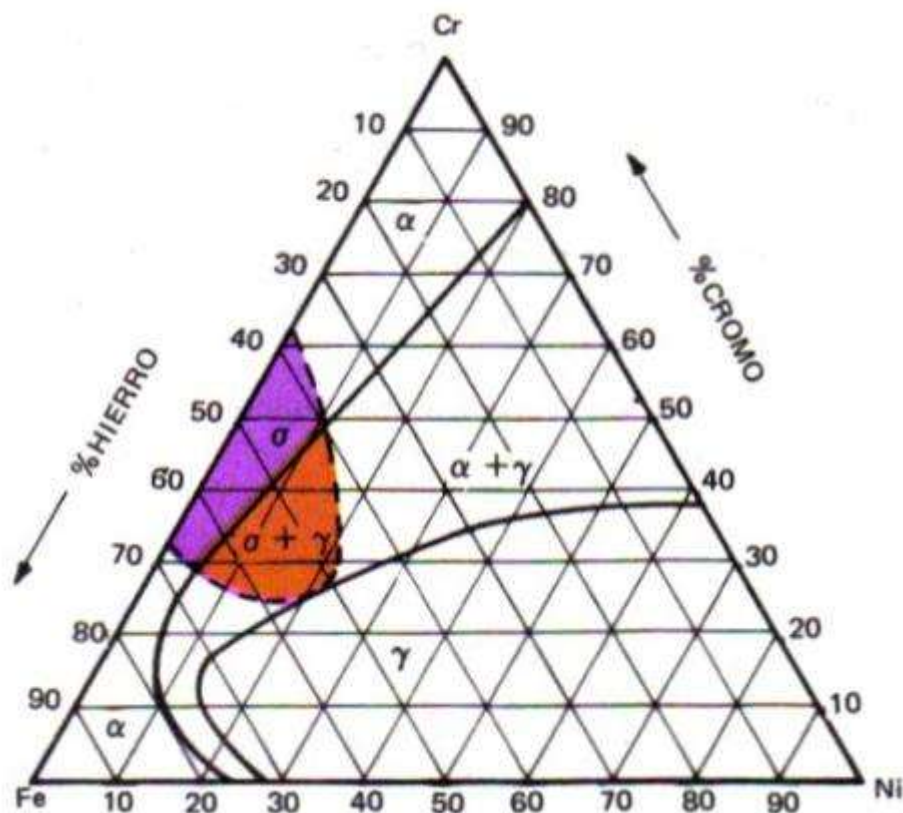


Figura 3. Aparición de la fase sigma en el diagrama Fe-Cr-Ni [28].

Elementos como el carbono, nitrógeno y boro, que están disueltos en la red cristalina, influyen sobre la velocidad de difusión. Otros elementos como silicio, molibdeno, niobio y titanio, son formadores de ferrita, y se sabe que la fase sigma se forma a partir de la ferrita. Por lo tanto, estos aleantes favorecerán la precipitación de esta fase. Además de esto los dos primeros elementos citados desplazan, la zona de estabilidad de la fase sigma, a temperaturas mayores, requiriendo mayores temperaturas para disolverla.

El nitrógeno en el metal de soldadura surge a partir de diversas fuentes, tales como: el contenido del metal base, la adición intencional a través del gas de protección o absorbido inadvertidamente, debido a la protección inadecuada durante la soldadura. Este puede residir en metal de soldadura en las siguientes formas: (i) nitrógeno intersticial, disuelto en la estructura reticular, puede acumularse alrededor de defectos de la red; (ii) nitrógeno combinado como nitruros, y (iii) nitrógeno ocluido en los poros. Las dos primeras formas de nitrógeno afectan al comportamiento metalúrgico del metal soldado. El nitrógeno tiene un gran efecto estabilizante de la austenita cuando está presente en hierro.



La solubilidad del nitrógeno en austenita se ve incrementada por varios solutos tales como Cr, Mn y en mayor medida por V. El Mo aumenta la solubilidad ligeramente, mientras que C, Si y Ni tienden a disminuirla. Sin embargo, en las composiciones comerciales que contienen varios elementos en combinación, existen efectos sinérgicos que hacen que la predicción de cantidad real de nitrógeno en el metal de soldadura sea difícil de determinar [10].

En soldaduras de aceros inoxidable austeníticos el nitrógeno se añade principalmente para recuperar la mayor resistencia y propiedades a temperatura elevada asociada con la pérdida de carbono en comparación con el acero convencional. Este tiene potentes efectos sobre la microestructura y por lo tanto se espera que también tenga una fuerte influencia sobre el comportamiento de la fisuración en caliente.

1.2.2 Acero inoxidable austenítico 347

El acero 347, es una modificación del acero inoxidable austenítico 304. Su composición es similar a la del acero 321. Está estabilizado con niobio y tántalo. El niobio es un estabilizador que no afecta la resistencia a la corrosión, como lo hace el titanio. La adición de niobio es deseable cuando el acero inoxidable será usado en (i) equipos que operan en el rango de temperatura de 400 a 800°C; (ii) bajo severas condiciones de corrosión, y (iii) donde es probable ocurra corrosión por fatiga, la cual es resultado de la combinación de tensión repetida y corrosión.

Su principal ventaja es una excelente resistencia a la corrosión intergranular. A pesar de la constante exposición, al rango de precipitación de carburo de cromo, de 427 a 816°C. Ofrece propiedades superiores de resistencia a la fractura, bajo tensión, que la aleación 304 [9].

Es un acero austenítico, con una estructura cúbica. Es no magnético en su condición recocida y solo se endurece por tratamientos térmico. Dúctil a todas las temperaturas. Tiene buena resistencia a la oxidación, de temperatura ambiente hasta 900°C. Buena resistencia mecánica y a la deformación. Susceptible a la rotura por corrosión bajo tensiones, y a los cloruros en condiciones oxidantes. Soldable (TIG) sin tratamiento térmico. Se puede doblar y expandir. Este acero se puede utilizar a temperaturas altas (500°C-800°C), debido a la buena resistencia a la deformación de la estructura austenítica. Generalmente se recomienda para:

- Juntas para altas temperaturas y juntas de expansión
- Partes de motor para cohetes espaciales



- Anillos de colector de aeronaves y diferentes tubos de escape
- Equipos para producción química
- Tuberías
- Cambiadores de calor
- Calderas

La tabla 3 presenta algunas propiedades del acero inoxidable 347. Especialmente su composición química que es parte esencial del presente trabajo.

Tabla 3. Propiedades del acero inoxidable austenítico 347.

Propiedades Mecánicas	
Alargamiento (%)	< 60
Resistencia a la Tracción (MPa)	520-1100
Propiedades Físicas	
Densidad (g/cm ³)	7.93
Punto de Fusión (°C)	1400-1425
Propiedades Químicas	
Carbono (máx.)	0.08
Manganeso (máx.)	2.00
Fosforo (máx.)	0.045
Azufre (máx.)	0.03
Silicio (máx.)	0.75
Cromo	17.9
Níquel	9-13
Niobio	10x(Cmin) o 1máx

1.3 Solidificación en la soldadura

La resistencia de la soldadura, depende de las condiciones bajo las cuales solidifica. Es decir, la manera en la cual el calor latente de fusión es extraído fuera de la interfase sólido-líquido. Existen dos condiciones de flujo de calor, el crecimiento libre ó crecimiento restringido.

En el crecimiento libre, la solidificación ocurre en un metal subenfriado. El calor latente es disipado a través del líquido (caso a de la figura 4). En el crecimiento restringido el calor latente es llevado fuera a través del sólido y el gradiente de temperatura en el líquido frente de la interfase es positivo (caso b de la figura 4). La condición de crecimiento restringido da lugar a la solidificación direccional (SD) [2].

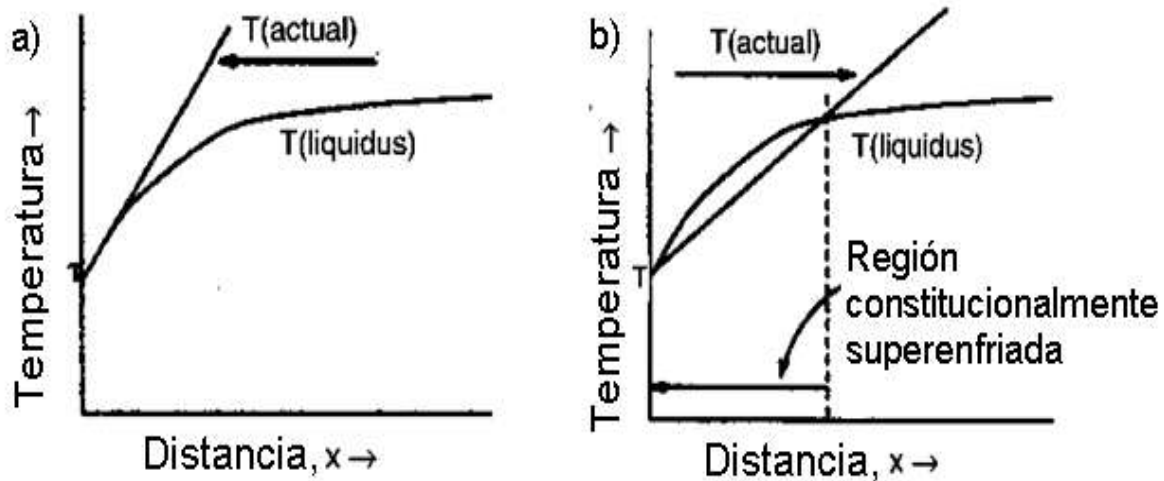


Figura 4. Estabilidad del frente de solidificación sólido-líquido [5].

Las aleaciones solidificadas direccionalmente, exhiben estructuras columnares, como se muestra en la figura 5. Donde todos los límites de grano son paralelos a la dirección de crecimiento. La ausencia de límites transversales mejora significativamente las propiedades a alta temperatura. La condición de solidificación direccional, se presentan en los procesos de soldadura.

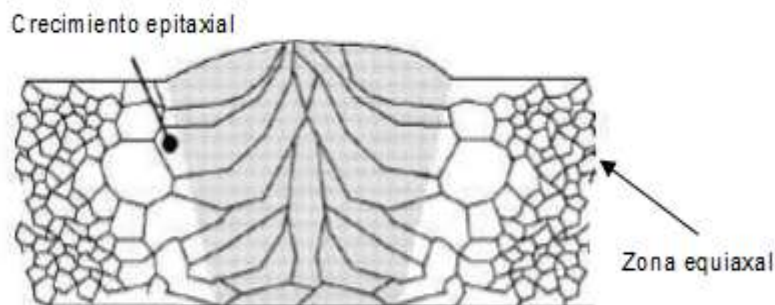


Figura 5. Crecimiento columnar de los granos, desde la línea de fusión [10].

Para comprender el mecanismo de solidificación, en la soldadura de aceros inoxidables, se estudio del diagrama de fases Fe-Cr-Ni. En la figura 6 se muestran las proyecciones líquido y sólido del diagrama ternario Fe-Cr-Ni, con sus constituyentes binarios (Fe-Cr, Cr-Ni, Fe-Ni) [41].

El sistema Fe-Cr es isomorfo (presenta una sola fase α), a temperaturas por debajo del rango de solidificación y hasta temperatura ambiente. El diagrama Cr-Ni presenta una reacción eutéctica a 1345 °C y al 49% de níquel. En el sistema Fe-Ni, la fase ferrita δ , forma un corto loop peritético en el lado del Fe (figura 6). Después el sistema es completamente soluble hasta el 100% de níquel. Debido a

esta reacción, la proyección del líquido en el diagrama ternario, empieza en la reacción peritética. En el diagrama Fe-Ni, se da la reacción L (líquido) + δ (ferrita) $\rightarrow \gamma$ (austenita). Esta se dirige hacia la reacción eutéctica ($L \rightarrow \delta + \gamma$) en el sistema Cr-Ni. La reacción eutéctica ternaria, ocurre aproximadamente a 1300°C, 49% Ni y 51% Cr [41].

La primera fase en solidificar, ya sea austenita o ferrita. Se determina por la posición de la aleación, con respecto a la línea de líquidos (temperatura de inicio de la solidificación). Ya sea en el campo de la austenita ó ferrita y de acuerdo a la composición, se puede experimentar una reacción peritética ó una eutéctica.

La transición desde la reacción peritética, hacia la eutéctica, en las aleaciones Fe-Cr-Ni, ocurre a 17.2% de cromo y 11.9% de níquel. Bajo condiciones de equilibrio, la reacción peritética, sucede para composiciones mayores al 75% de Fe. Sin embargo, experimentos han revelado que esta reacción puede ocurrir para composiciones muy aleadas, probablemente debido a la microsegregación. Como regla general, se dice que composiciones poco aleadas, tienden a experimentar la reacción peritética ($L + \delta \rightarrow \gamma$). Mientras que los grados más aleados, tienden a una reacción del tipo eutéctica [41].

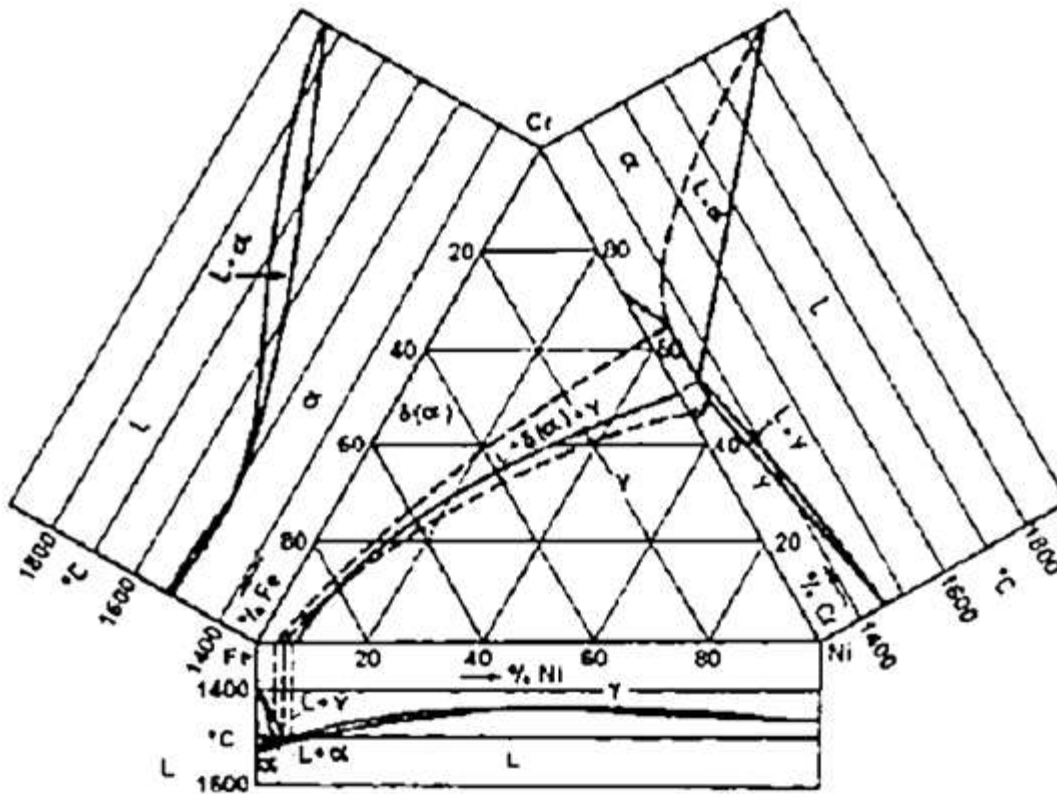


Figura 6. Proyecciones del *liquidus* y *solidus* en el sistema Fe-Cr-Ni, junto con sus constituyentes binarios [28].

Se cree que la ocurrencia de la reacción peritética, es importante, para el agrietamiento en caliente. Una reacción peritética, provoca una interfaz de dos fases, líquido + ferrita \rightarrow austenita. Se tendrán dos fases en contacto con líquido. Esto disminuye la "adherencia" de líquido en los límites de granos heterogéneos, lo cual retardara la formación de microfisuras [41]. Es importante señalar que, al disminuir la temperatura, disminuye la estabilidad térmica de la ferrita transformándose en austenita. Además, debido a las condiciones de no equilibrio (enfriamiento rápido), presentes en la soldadura. Se presenta un determinado porcentaje de ferrita retenida a temperatura ambiente. Este porcentaje generalmente está determinado por la composición de la aleación.

La figura 7 muestra los cuatro modos de solidificación, que pueden existir: austenítico (A), austenítico primario (AF), ferrítico primario (FA) y ferrítico (F). Las aleaciones que solidifican en el modo A presentan una sola fase a temperatura ambiente, mientras que aquellas que se encuentran cerca del ring peritético ($l + \delta + \gamma$) solidificarán en el modo austenítico primario AF, formando ferrita eutéctica. Las composiciones que solidifican en los modos FA, F, pasan a través de la región bifásica ($\delta + \gamma$) aproximadamente a 1300°C , ingresando nuevamente al campo de la austenita [9].

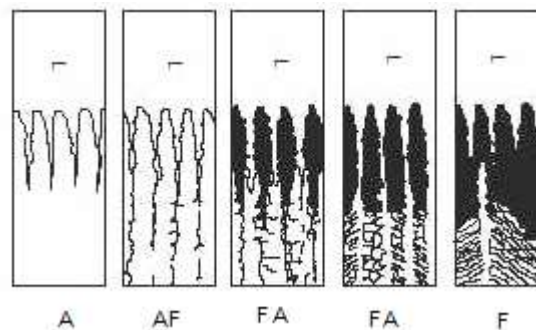


Figura 7. Modos de solidificación [9].

Teniendo en cuenta los diferentes modos de solidificación se puede comentar que, en los aceros con modo de solidificación austenítico, las regiones interdendríticas están ligeramente enriquecidas en cromo y níquel. Para el modo de solidificación austenítico-ferrítico (AF), la austenita solidifica primero y la ferrita delta se forma del líquido retenido entre las dendritas de austenita, presentando un significativo enriquecimiento de cromo y carencia de níquel. Cuando los modos FA y F toman lugar, el núcleo dendrítico está significativamente enriquecido en cromo y carente de níquel. Los núcleos de ferrita en las zonas ricas en cromo y carentes de níquel se presentan como una fase de no-equilibrio. La segregación del cromo en ferrita y del níquel en austenita, juega un rol principal, en estabilizar la ferrita en la



subsiguiente transformación en estado sólido (posterior a la solidificación). Tal como se comentó anteriormente, la austenita crece dentro de la fase ferrita delta, provocando una disminución de la fracción en volumen de ferrita. A temperatura ambiente la estructura será austenítica con un pequeño volumen de ferrita delta [4].

En los modos de solidificación AF y F, entre 70-100% de ferrita delta podría formarse al final de la solidificación, donde la ferrita se transforma casi completamente a austenita en estado sólido, durante el enfriamiento. En los aceros austeníticos la cantidad de ferrita retenida puede variar desde pequeños porcentaje a valores tan altos como 15-20%. Esto se debe a dos factores: primero al modo de segregación del cromo y níquel, posterior a la solidificación y segundo, a las rápidas tasas de enfriamiento durante la soldadura.

Los aceros inoxidable austeníticos son considerados los mejores para la soldadura por arco eléctrico y por fusión. Estos presentan 3 problemas asociados al proceso de soldadura:

- Sensitización
- Formación de fase sigma.
- Fisuración en caliente, conocido como hot cracking

La sensitización se refiere a la pérdida de la resistencia a la corrosión, la cual puede ocurrir si los aceros son enfriados lentamente desde la temperatura de disolución 1100°C ó recalentados en el rango de temperaturas 425–850 °C [7].

En la soldadura el calor que se genera produce un gradiente de temperatura en el metal base, también puede inducir tensiones residuales en el área soldada, lo que en algunos ambientes puede resultar en roturas por corrosión bajo tensión. Uno de los problemas de corrosión relacionados con la soldadura es el ataque intergranular, en la zona soldada afectada por la temperatura. En el rango de temperaturas que va de 425 a 900°C, el carbono se combina con el cromo para formar carburos de cromo en el borde de los granos. El área adyacente a los carburos esta deficiente de cromo. Cuando la red de carburos es continua, la envoltura empobrecida en cromo alrededor de los granos puede ser atacada selectivamente, resultando en corrosión intergranular. En el peor de los casos, la capa empobrecida en cromo se corroe completamente y los granos se separan del metal base [10].

Se conoce que ocurren microfisuras o grietas en soldaduras de aceros inoxidable austeníticos. Pueden aparecer en el metal soldado durante o inmediatamente



después de la soldadura, o pueden ocurrir en la zona afectada por el calor de la capa de soldadura depositada previamente. La microestructura del metal soldado influye fuertemente en la formación de microfisuras. Una soldadura completamente austenítica es más susceptible a las microfisuras que una soldadura con algo de ferrita. Niveles de ferrita de 5 a 10% o más en soldaduras o fundiciones pueden ser bastante beneficiosas en la reducción de grietas producidas en caliente y microfisuras. La cantidad de ferrita en la serie 300 se controla con la composición y velocidad de enfriamiento de la soldadura, cuanto más rápido el enfriamiento, más alto el contenido de ferrita.

La formación de la fase σ es entre los 600 y 900°C, siendo esta un compuesto intermetálico concentrado de hierro-cromo, duro y frágil, como se menciono antes.

1.4 Imperfecciones de soldadura

Imperfección: cualquier derivación de la soldadura ideal. Defecto: una imperfección inaceptable. Clasificación de imperfecciones de acuerdo a BS EN ISO 6520-1. El estándar clasifica las imperfecciones geométricas en soldadura de fusión en 6 grupos:

- Grietas
- Cavidades
- Inclusiones sólidas
- Falta de fusión y penetración
- Forma y dimensiones imperfectas
- Varias imperfecciones

Es tan importante identificar correctamente una imperfección, como el poder establecer la causa y tomar acciones para prevenir que vuelva a ocurrir.

Grietas: Imperfección producida por una rotura local en el estado sólido, que puede surgir del efecto de enfriamiento o tensiones. Las grietas son más graves que otros tipos de imperfecciones ya que su geometría produce una muy larga concentración de tensión en la punta de la grieta haciéndola más vulnerable a una fractura. Existen los siguientes tipos de grietas:

- Longitudinal
- Transversal
- Radiales (grietas que parten de un punto en común)
- Cráter



-
- Ramificación (grupo de grietas conectadas procedentes de una grieta en común)

Estas grietas pueden estar situadas en:

- La soldadura del metal
- Zona Afectada por el Calor (ZAC)
- Metal base

Excepto: Las grietas cráter estas son encontradas solo en la soldadura. Dependiendo de su naturaleza, estas grietas pueden ser:

- En caliente (es decir grietas de solidificación o licuación)
- Inducidas por precipitación (es decir grietas recalentadas presentes en el arrastre de acero resistente)
- En frío (es decir grietas inducidas por hidrogeno)
- Desgarre laminar

Grietas en caliente dependiendo en su localización y su modo de aparecer, la grieta en caliente puede ser:

- Grietas de solidificación: ocurren en el metal de soldadura (usualmente a lo largo del centro de la soldadura) como un resultado del proceso de solidificación.
- Grietas de licuación: ocurren en la zona afectada por el calor de grano grueso, en los vecinos cercanos a la línea de fusión como un resultado de calentar el material a una temperatura elevada, lo suficientemente alto para producir licuación de componentes de bajo punto de fusión localizados en los límites de grano.

Grietas de solidificación:

La figura 8 ejemplifica el agrietamiento en la solidificación, generalmente este puede ocurrir cuando:

- El metal de la soldadura tiene un alto contenido de carbón o impurezas (azufre, etc).
- La relación profundidad y anchura del cordón de soldadura es grande (profundo y estrecho).
- La interrupción de la condición de flujo de calor ocurre.

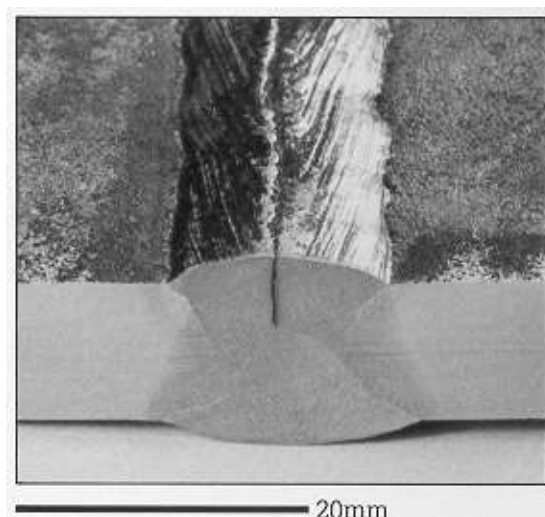


Figura 8. Muestra de una grieta de solidificación.

Las grietas pueden ser amplias y abiertas, como huecos estrechos ó subsuperficies. Las grietas de solidificación ocurren más probablemente en ciertas composiciones y resulta en un amplio rango de temperaturas de congelamiento. En aceros esto es creado comúnmente por un contenido de carbón mayor de lo normal e impurezas de elementos tales como azufre y fósforo. Estos elementos se segregan durante la solidificación, así que el líquido intergranular se mantiene después de que la mayor parte de la soldadura ha solidificado. La contracción térmica del cordón de soldadura puede ser causa de esta ruptura y formar una grieta, lo cual se observa en la figura 9.

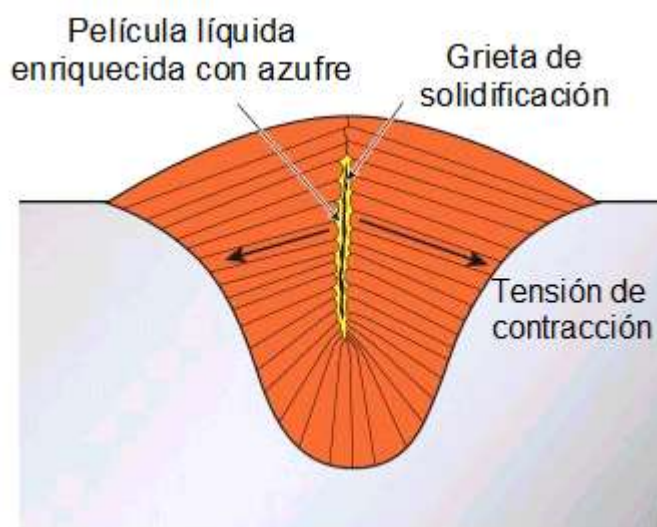


Figura 9. Grieta de solidificación.

Es importante que el fabricante de soldadura no suelde en superficies metálicas cubiertas con escamas ó contaminadas con grasa ó aceite. Las escamas pueden tener un alto contenido del azufre, el aceite y grasa pueden suministrar tanto carbono como azufre. Contaminación con bajo punto de fusión y metales tales como cobre, estaño, plomo y zinc deben evitarse [14].

Agrietamiento inducido por hidrógeno

El agrietamiento inducido por hidrógeno ocurre primeramente en la región de granos uniformes de la zona afectada por el calor, agrietando desde el interior del grano. Su trayectoria es usualmente una combinación de agrietamiento inter y transgranular. La dirección de la tensión de tracción residual principal puede causar el recorrido de la grieta, hasta crecer progresivamente lejos de límite de fusión, hacia una región de menor sensibilidad al agrietamiento de hidrogeno. Cuando esto sucede, la tasa de crecimiento de la grieta decrece y eventualmente se detiene, como se observa en la figura 10.

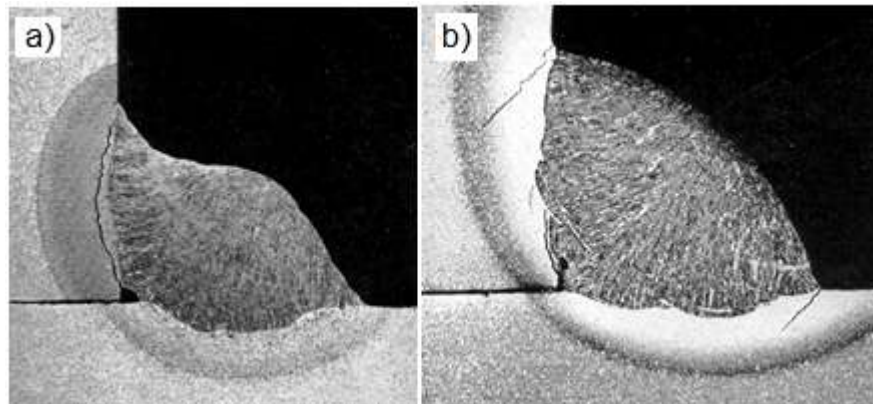


Figura 10. a) Raíz de la grieta (debajo del grano).b) Punta de la grieta por inducción de hidrogeno.

Cuatro factores son necesarios para causar agrietamiento de hidrogeno en la zona afectada por el calor:

Cantidad de hidrogeno	>15ml en metal de soldadura
Esfuerzo	>0.5 del límite elástico
Temperatura	<300°C
Susceptible microestructura	>400HV dureza

Si cualquier factor no se satisface, el agrietamiento no ocurre, así que puede ser evitado a través del control de uno o más factores:



-
- Aplicar precalentamiento para reducir la tasa de enfriamiento y así evitar la formación de microestructuras susceptibles.
 - Mantener una temperatura específica entre pasadas (mismo efecto como precalentamiento).
 - Postcalentamiento al finalizar la soldadura para reducir el contenido de hidrogeno permitiendo que el hidrogeno se difunda de el área de soldadura.
 - Reduce el hidrogeno en el metal de soldadura mediante la selección apropiada del proceso/consumible (por ejemplo usar soldadura TIG en lugar de MMA, básicamente electrodos cubiertos en lugar de celulosa).
 - Usan una técnica de muchos ciclos en lugar de un solo ciclo y eliminar microestructuras susceptibles por el efecto de auto revenido, permite que el hidrogeno se difunda desde la zona de soldadura.
 - Usar austenita ó relleno de níquel para evitar formación de microestructura susceptible y permitir al hidrogeno difundirse fuera de áreas críticas.
 - Usar gases de protección secos o reducir el contenido de hidrogeno.
 - Limpiar el óxido del punto para evitar la contaminación de hidrogeno desde la humedad presente en el óxido.
 - Reducir la tensión superficial.
 - Mezcla el perfil de soldadura para reducir la concentración de tensión en la punta de la soldadura.

1.5 *Procesos de soldadura*

La ciencia de la soldadura se ocupa de estudiar los medios prácticos, para producir uniones átomo a átomo a través de superficies metálicas preexistentes y en un número suficiente para otorgar resistencia mecánica satisfactoria. Uno de los métodos más utilizados en la soldadura es emplear energía térmica para fundir localmente los metales a unir, de esta manera, se logra reducir la tensión de fluencia de los materiales, así como disociar los óxidos, volatilizar la humedad y originar el íntimo contacto de las piezas por la fusión y solidificación de los materiales en contacto. Este se conoce como soldadura por fusión [2].

Durante la soldadura de fusión, los ciclos térmicos producidos por el movimiento de la fuente de calor causan un cambio en el estado físico, transformación de fase metalúrgica, estrés térmico transitorio y movimiento del metal. Después de que la soldadura es completada, el producto final puede contener discontinuidades físicas que son debidas a la solidificación excesivamente rápida, o microestructura adversa que es debido a un enfriamiento inapropiado. Los procesos de soldadura



pueden estar en los modos: manual, semiautomático y automático, los más utilizados en el sector industrial son los siguientes:

- Soldadura por arco metálico (SMAW)
- Soldadura por arco metálico con gas (GMAW)
- Soldadura por arco con fundente (FCAW)
- Soldadura por arco de gas tungsteno (GTAW)
- Soldadura por arco sumergido (SAW)

1.5.1 Soldadura por arco metálico (SMAW)

La soldadura por arco eléctrico manual con electrodo revestido, es un proceso de unión por fusión de piezas metálicas. Para lograr la unión, se concentra el calor de un arco eléctrico establecido entre los bordes de las piezas a soldar y una varilla metálica, llamada electrodo, produciéndose una zona de fusión que, al solidificarse, forma la unión permanente, como se muestra en la figura 11 [5].

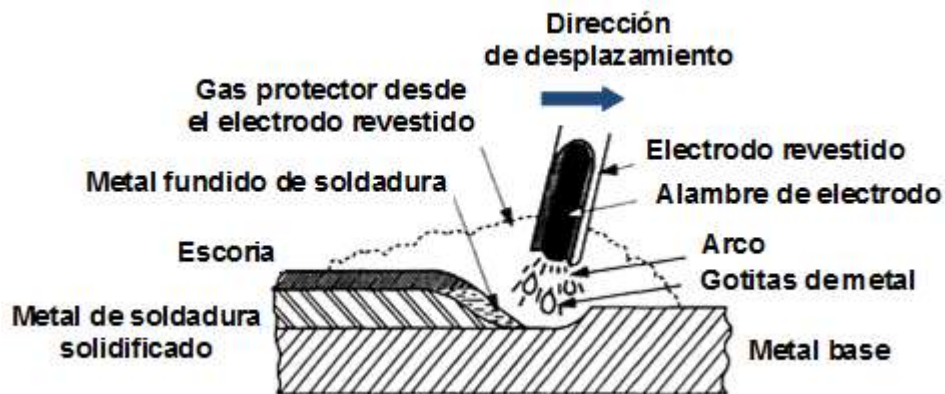


Figura 11. Proceso de Soldadura por arco metálico [5].

Este tiene mayor flexibilidad que todos los demás, ya que puede utilizarse en todas las posiciones: plana, horizontal, vertical y arriba

1.5.2 Soldadura por arco de gas tungsteno (GTAW)

Proceso que produce coalescencia de metales, calentándolos con un arco entre un electrodo de tungsteno protegido por gas (no consumible) y la pieza de trabajo. La protección se obtiene de un gas ó una mezcla de gases. Puede usarse ó no presión y metal de aporte, también se le denomina soldadura TIG. Este método es muy utilizado para soldar aluminio, magnesio y acero inoxidable. Este proceso

cumple donde las normas de calidad son extremadamente exigentes, tales como soldadura nuclear y tuberías a altas presiones [5].

Este proceso funde juntos los metales a unir calentándolos con un arco de un electrodo de tungsteno no consumible (como se muestra en la figura 12). El metal de aporte se obtiene de una varilla de aporte que se aplica manualmente, como el metal de aporte no se transfiere a través del arco, se reduce enormemente la posibilidad de salpicadura. El baño de soldadura está protegido por un gas inerte, el más utilizado es argón por su costo relativamente bajo, este gas protector elimina la necesidad de fundentes para proteger la soldadura, los que pueden quedar retenidos en la soldadura en forma de escoria.

Generalmente se utiliza un reóstato para variar la corriente durante la soldadura, esto con el fin de reducir la producción de calor que se acumula en la pieza. Para acero suelen utilizarse electrodos de aleaciones de tungsteno con 2% de torio, debido a su punto de fusión alto de aproximadamente 3410°C , sus buenas características para iniciar el arco y para mantenerlo estable [5].

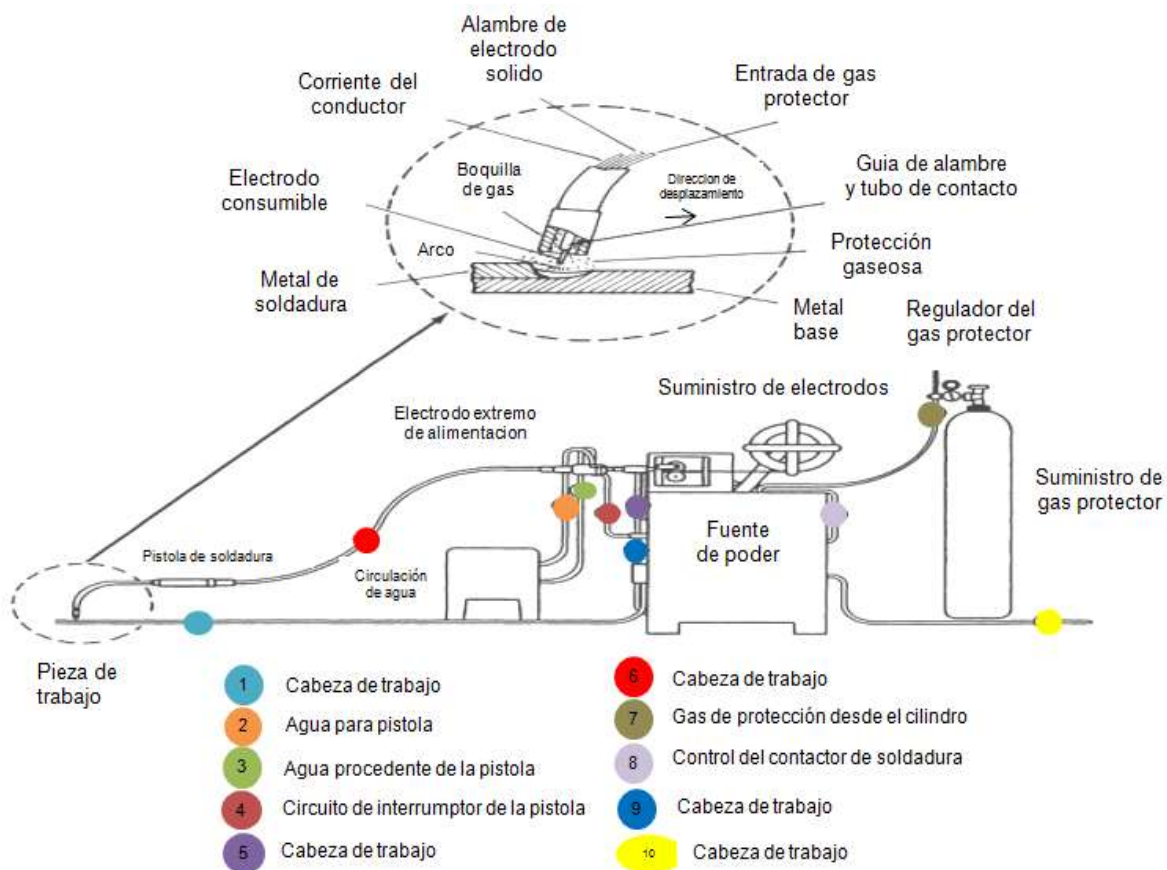


Figura 12. Proceso de soldadura GTAW [4].

CAPITULO 2. METODOLOGÍA

Se propuso realizar un análisis metalúrgico con el fin de identificar la causa de la generación de grietas, partiendo de la muestra de un cordón soldadura entre placas de acero inoxidable austenítico 347, soldado mediante el proceso GTAW-SMAW tipo manual: Donde se utilizó una potencia de 30 volts y 300 amperes, de acuerdo a procedimientos industriales aplicados a estos aceros en campo.

2.1 Preparación de la muestra.

El corte de la muestra se realizó en la parte central del cordón de soldadura (tanto longitudinal como transversalmente), como lo muestra la figura 13. Este se realizó con una máquina de corte, que al momento de cortar, enfría la zona de corte, esto para evitar la generación de esfuerzos, ya que estos alteran la microestructura del material.



Figura 13. Corte de la muestra.

Para verificar que se trata de un acero inoxidable 347, se realizó un análisis químico del acero inoxidable 347, en un espectrómetro de masas, con muestras cortadas de 1in².

En una muestra cortada longitudinalmente se inició el desbaste. Este se llevo a cabo por abrasión con papel de carburo de silicio de diferente tamaño de grano (80,100, 240, 400, 600 y 1200), el cual se exhibe en la figura 14. Se utilizó agua como elemento dispersante, el agua tiene por objeto refrigerar y barrer las partículas de la superficie tanto de la muestra como del abrasivo. Para pasar de un papel a otro, se debe obtener una superficie plana, uniforme y las rayas deben estar en una misma dirección.



Figura 14. Papel de carburo de Silicio utilizado para el desbaste de la muestra.

Para pulir la muestra desbastada, se utilizaron paños de terciopelo con suspensiones de alúmina (Al_2O_3). En las partículas de alúmina se tenía un diámetro de 1 micra.

El ataque químico se realizó sumergiendo la muestra pulida en una solución de ácido oxálico al 10 % p/p con 5ml de ácido clorhídrico durante 45 segundos. Como los cristales del acero 347 tienen distintas orientaciones, al agregar la solución de ataque, los cristales adyacentes se disuelven a diferentes profundidades, produciendo el efecto del altiplano. Después del ataque, los límites de grano atacados en la superficie quedan marcados por una red de escarpaduras poco profundas. Estas superficies casi verticales no reflejan la luz en las lentes objetivos de un microscopio en la misma forma que las superficies horizontales y las formas de los cristales que quedan entre ellos. Como resultado, se observará la posición de los límites de los cristales y la presencia de las diferentes fases.

La limpieza de la muestra se realizó en un baño de ultrasonido, que permite eliminar las impurezas presentes en la superficie de esta. Primero se colocó la muestra en un vaso de precipitados con acetona. Después el vaso de precipitados se puso dentro del baño de ultrasonido durante 10 minutos. La muestra se retiró



antes de apagar el baño de ultrasonidos para evitar que las impurezas se volvieran a depositar sobre la probeta. Finalmente la muestra se seco con aire a presión.

2.2 *Análisis con el MEB.*

Una vez preparada la muestra, se evaluó su microestructura, mediante el uso de un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) Jeol stereoscan 440 que operó a 20kV y 3A. Este también cuenta con un sistema de microanálisis. El equipo se muestra en la figura 15.



Figura 15. Microscopio electrónico de barrido (MEB) Jeol stereoscan.

2.3 *Difracción de Rayos X*

Se utilizó un difractómetro Siemens 500 (figura 16), el cual empleó una radiación de cobre ($\lambda_{Cu} = 1.5418 \text{ \AA}$), un ángulo de barrido 2θ de 6° a 120° y una velocidad de barrido de $1^\circ/\text{min}$. La interpretación de la curva obtenida se hizo mediante la ecuación de Bragg: $\lambda = 2d \sin \theta$, donde λ es la longitud de onda de la fuente de radiación, d es el espaciamiento interplanar de la fase ó compuesto a identificar y θ es el ángulo de barrido.



Figura 16. Difractometro Siemens 500.

En el estudio de difracción de rayos x la muestra, que tenía un enorme número de pequeños cristales, orientados en todas las direcciones posibles, fue expuesta al haz. Cuando el haz de rayos x atravesó el material, se pudo esperar que un número significativo de partículas estuviera orientado de tal manera que cumpliera la condición de Bragg.

2.4 Pruebas mecánicas.

Se utilizó una máquina Instron 1200 de 10 toneladas, la cual se muestra en la figura 17. Durante la prueba se utilizó una velocidad de deformación de 0.5 cm/min. Y se determinaron el 0.2% de limite de fluencia, la última resistencia a la tensión y el % de elongación. Lo anterior se midió a temperatura ambiente y a 450°C.



Figura 17. Máquina Instron 1200.



Las probetas de tensión se maquinaron de acuerdo a la norma ASTM E8, las especificaciones de esta se muestran en la figura 18. Las probetas se tomaron de muestras cortadas transversalmente, del cordón de soldadura.

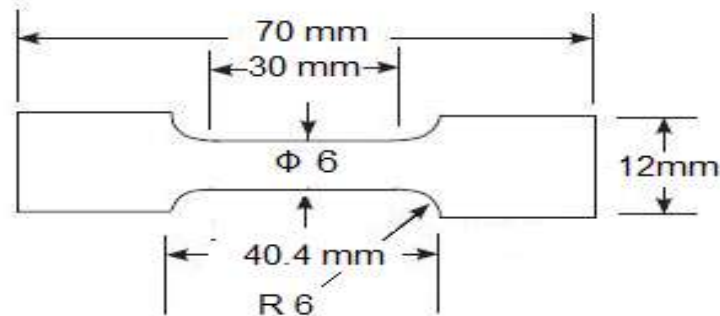


Figura18. Medidas de la probeta de acuerdo a la norma ASTM E8 [10].

La prueba de tensión consistió en someter una probeta, con las dimensiones especificadas, a una velocidad constante de estiramiento. Las probetas se sujetaron mediante unas mordazas al puente superior, el cual estaba fijado a una cédula de carga. El puente se desplazó a una velocidad constante, hasta la rotura de la probeta. Mediante la cédula de carga se determinaron los incrementos en la longitud de la probeta y el alargamiento. A partir de estos datos se calcularon la resistencia a la tracción, alargamiento, límite elástico, etc. La última resistencia a la tensión es una propiedad importante, dado que permite valorar cuanto puede soportar la muestra, antes de fallar por fractura.

2.5 Tratamiento térmico.

Se propusieron 5 tratamientos térmicos, para las probetas soldadas de acuerdo al procedimiento GTAW-SMAW manual con un acero inoxidable TP-347. Estos para favorecer la disolución del Cr y Ni, los tratamientos se describen a continuación:

Muestra 2 (M2): una probeta soldada, se sometió a un ciclo de calentamiento, el cual, de temperatura ambiente a 315°C, se calentó sin restricción, posteriormente se elevó la temperatura de la muestra de 315°C a 899°C, a una tasa de calentamiento de 102°C por hora. Una vez que se alcanzó la temperatura de 899°C, esta se mantuvo constante durante 2 horas. Luego en el ciclo de enfriamiento de 899°C y hasta los 315°C la velocidad de enfriamiento fue a una



taza de 102°C por hora. Después el horno fue apagado y se dejó enfriar hasta temperatura ambiente.

Muestra 3 (M3): Esta muestra luego de ser soldada, se calentó de temperatura ambiente a 315°C sin restricción, en seguida de 315°C hasta 899°C se calentó a una tasa de 102°C por hora, a una temperatura de 899°C se mantuvo por 2 horas. Después con la misma tasa de enfriamiento esta muestra regresó a 315°C, en este punto el horno se apagó y se dejó enfriar hasta temperatura ambiente.

Muestra 4 (M4): Otra probeta soldada se calentó de temperatura ambiente a 315°C sin restricción, después de 315°C a 1066°C se calentó a una tasa de 102°C por hora, esta temperatura se mantuvo durante 1 hora. Posteriormente de 1066°C hasta temperatura ambiente simplemente se dejó enfriar, graficando la disminución de la temperatura.

Muestra 5 (M5): Para esta probeta el tratamiento térmico constó en calentar de temperatura ambiente a 315°C sin restricción, luego de 315°C hasta 600°C se calentó a una tasa de 102°C por hora, esta temperatura se mantuvo por 120 minutos aproximadamente. Después con la misma tasa de enfriamiento la muestra regresó a 315°C, a esta temperatura el horno fue apagado y se dejó enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente.

Muestra 6 (M6): Por último en este tratamiento térmico se calentó sin restricción de temperatura ambiente hasta 315°C, luego de 315°C hasta 600°C se calentó a una tasa de 102°C por hora, esta temperatura se mantuvo por 120 minutos aproximadamente. Después con la misma tasa de calentamiento la muestra se recalentó hasta a 1150°C y se mantuvo por otras 2 horas. El ciclo de enfriamiento fue de 1150°C hasta 950°C, con una tasa de enfriamiento de 102°C por hora y en esta permaneció por 60 minutos, posteriormente de 950°C hasta temperatura ambiente el horno fue apagado y se graficó la caída de la temperatura.

Las 5 muestras resultantes de estos tratamientos térmicos, se sometieron a las mismas pruebas experimentales que el cordón de soldadura original: análisis de su microestructura en el MEB, difracción de rayos “x” y medición de sus propiedades mecánicas a temperatura ambiente (25°C) y a 450°C. En la parte de resultados solo se expuso el tratamiento que mejores propiedades mecánicas arrojó.



CAPITULO 3. RESULTADOS

La composición química se muestra en la tabla 4, esta se obtuvo solo para confirmar que se tenía un acero inoxidable austenítico 347 y que no hubiera excedente de algún componente. Esto se confirmó al comparar esta tabla con la de composición esperada (reportada en la tabla 3).

Tabla 4. Composición química obtenida por espectrometría de masas (% p/p).

Elemento	Porcentaje
Carbono	0.075
Fosforo	0.035
Manganeso	1.99
Azufre	0.035
Cromo	18.89
Níquel	12.24
Niobio	0.75
Tántalo	0.07
Titanio	0.012
Hierro	65.9

3.1 Evaluación microestructural.

Después de desbastar la muestra hasta mostrar el efecto espejo y de realizar el ataque químico adecuado, se evaluó la microestructura en el MEB obteniendo lo siguiente.

Lo primero que se examinó en la muestra fue la grieta de mayor tamaño, ya que esta se veía a simple vista. Fueron precisamente las zonas aledañas a esta y otras grietas las que ayudaron a concluir lo que provocó la fractura. La figura 19 muestra la grieta cuya apertura era de aproximadamente 1.3 mm y de donde se desprendían pequeñas grietas. También se pudo observar una gran cantidad de precipitados cerca de la grieta, lo que alteró la composición deseada en el cordón de soldadura.



Figura 19. Grieta que presentó el reactor DC-101.

La composición es un factor determinante, ya que esta afecta la tendencia del metal hacia el agrietamiento de dos maneras principales: En primer lugar, el modo de solidificación FA / F ha sido encontrado beneficioso en la reducción del agrietamiento, este determina la naturaleza de las interfaces sólidas presentes durante la solidificación. El segundo efecto de la composición es a través de la segregación, que determina las características humectantes y de sobreenfriamiento constitucional en las regiones interdendríticas [42]. La presencia de este tipo de estructura tiene lugar cuando el gradiente de temperatura, en el líquido durante la solidificación es muy grande. De hecho, mientras más grande sea el gradiente mas regiones segregadas con soluto podrían generarse.

La figura 20 muestra la microestructura en el cordón de soldadura, a diferentes aumentos, en esta se observó la presencia de una matriz de color gris que corresponde a la fase austenítica característica de un acero 347. También se encontraron zonas dendríticas columnares con gran segregación de solutos,

ilustrado por un gris más oscuro. Se aplicaron rayos-x en las zonas segregadas para identificar los elementos presentes, con lo que se obtuvo lo siguiente.

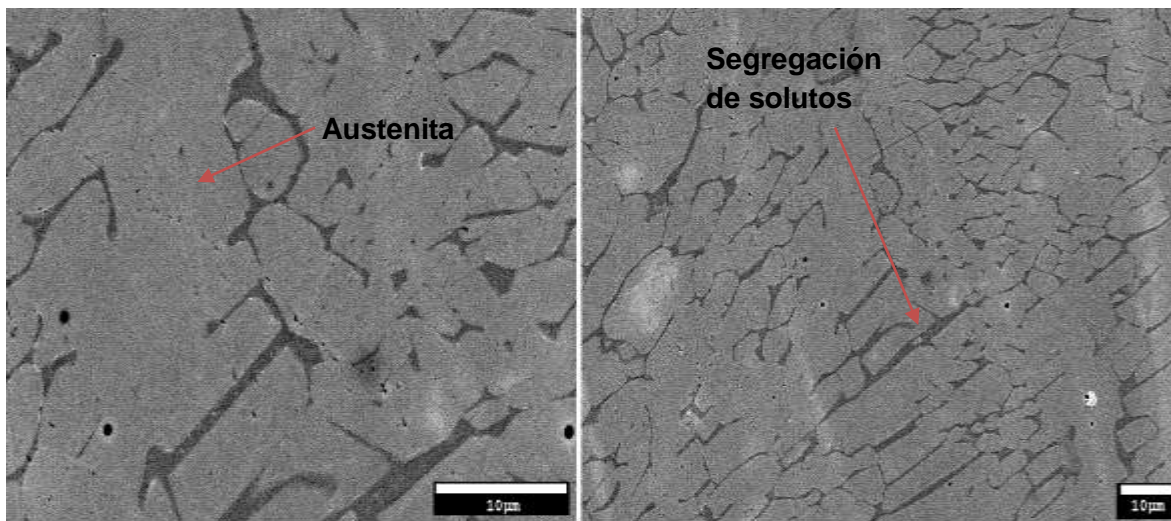


Figura 20. Estructuras dendríticas obtenidas en el cordón de soldadura.

En algunas regiones interdendríticas del cordón de soldadura, las cuales se enumeraron en la figura 21, se llevó a cabo un microanálisis. Con el fin de detectar los elementos presentes en estas regiones y la composición de estos. La tabla 5 presenta los resultados del microanálisis realizado en cada punto. Se detectó la presencia de cromo y níquel, con un ligero incremento en el contenido de cromo del 1% p/p aproximadamente con respecto a su porcentaje inicial y una disminución en el contenido de níquel de aproximadamente un 2% p/p.

En esta zona efectivamente, se encontraron alteraciones en la composición de las regiones interdendríticas, pero estas no fueron lo suficientemente grandes como para que se piense que generaron un cambio en las fases metálicas presentes en el cordón de soldadura ó que propiciaron la generación de grietas, por lo que se detuvo el estudio de esta zona.

En zonas aledañas a la región anterior, también se realizó el microanálisis en algunas de sus zonas interdendríticas, en la figura 22 muestran estas zonas y la tabla 6 presenta los resultados de los microanálisis en cada punto. Donde se observó un incremento del 50% en promedio del contenido de cromo inicial, así como la disminución de 2 veces el contenido inicial de níquel.

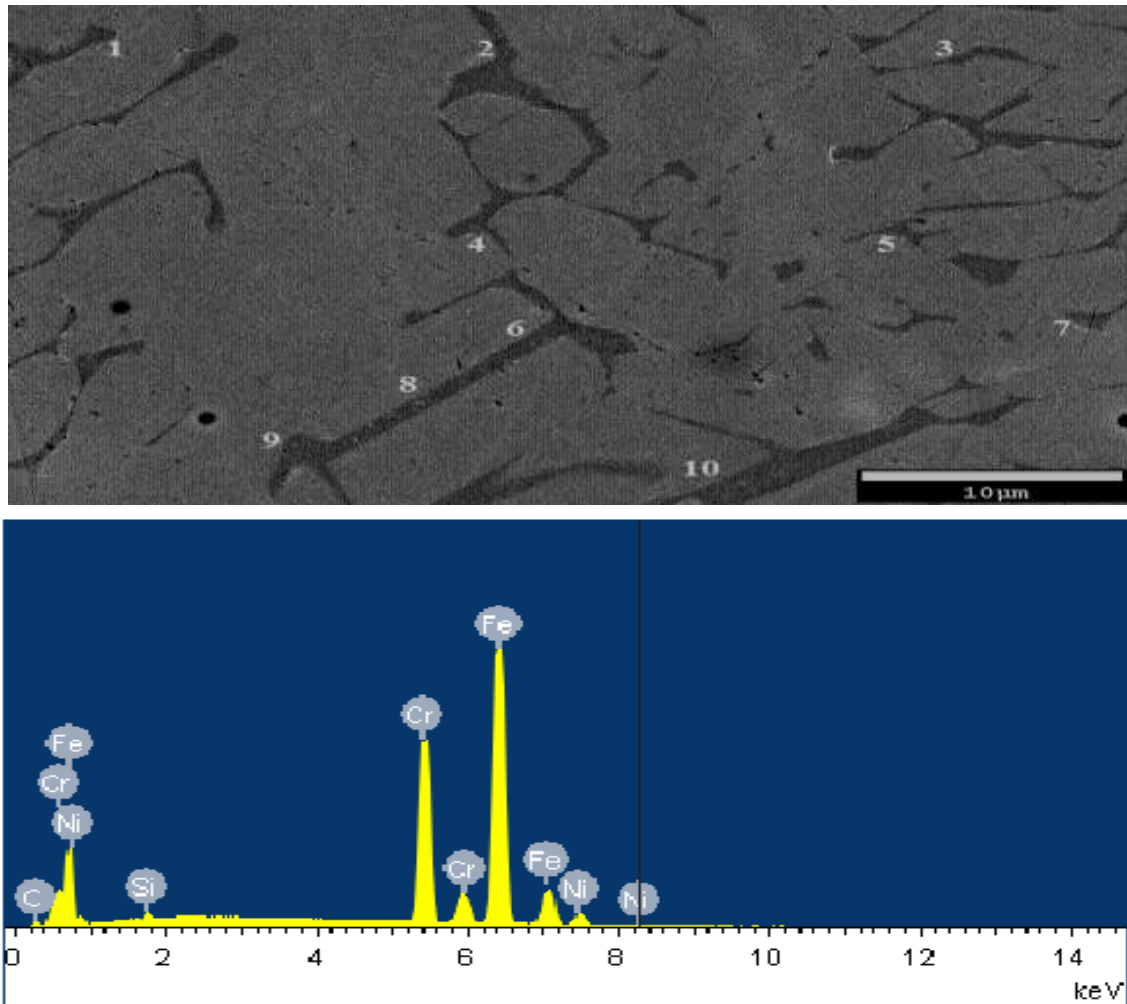


Figura 21. Rayos X realizados a las zonas segregadas marcadas.

Tabla 5. Composiciones del microanálisis realizado en las zonas segregadas indicadas en la figura 21.

Punto	% Cr	% Ni
1	19.81	10.12
2	19.82	10.10
3	19.77	10.23
4	19.76	10.22
5	19.78	10.17
6	19.80	10.17
7	19.74	10.23
8	19.76	10.18
9	19.75	10.22
10	19.75	10.31

La tabla 6 mostró la concentración de cromo y níquel, en los puntos de la zona interdendrítica de la figura 22. En este caso, contrario a la zona anterior que no mostró un cambio significativo en la concentración, en este se observó que el cromo aumento peligrosamente en un 9% aproximadamente y el níquel disminuye un 50%.

Si en esta zona existe un excedente de cromo, muy probablemente en zonas adyacentes a esta, se tenga un déficit de cromo. Algo alarmante ya que este elemento es el responsable de la capa pasivante, característica de los aceros inoxidable. Es decir, el que le da la resistencia a la corrosión. Esto pudo ser la posible causa del agrietamiento en el cordón de soldadura.

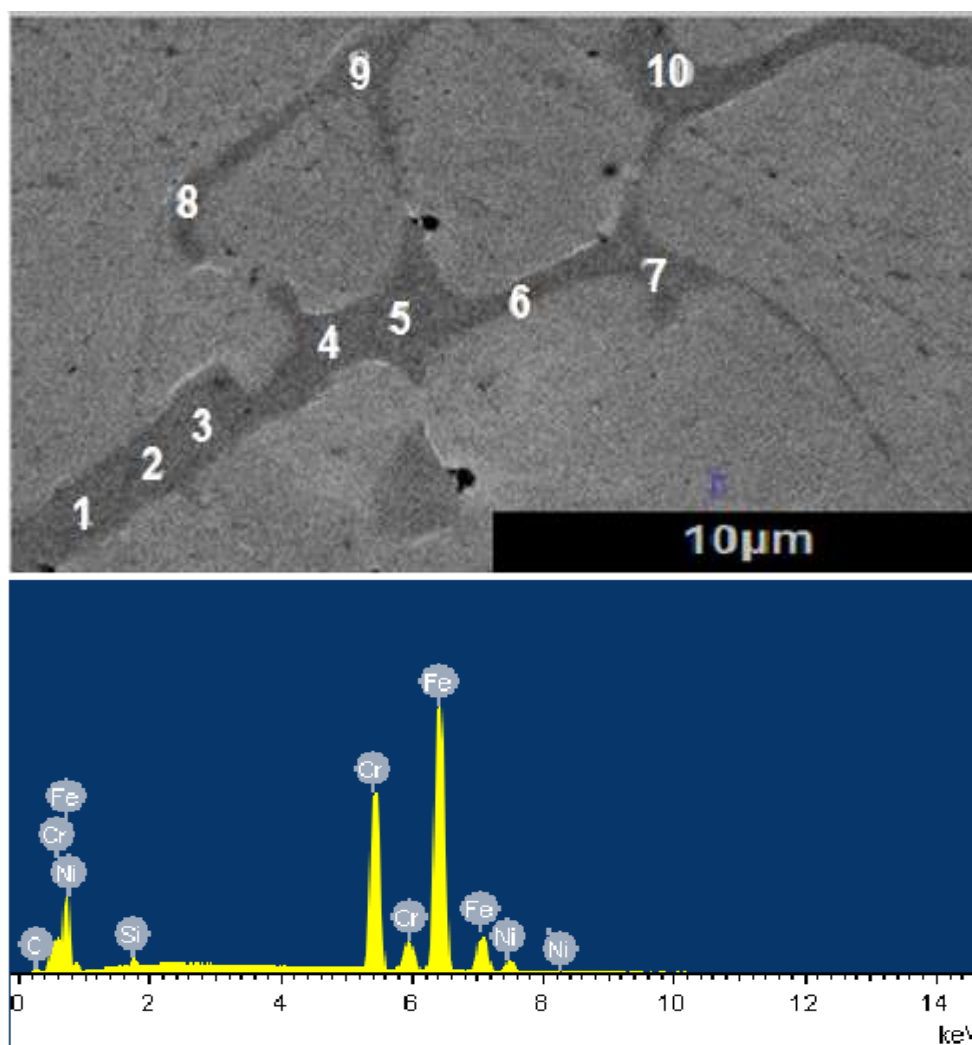


Figura 22. Microanálisis más profundo en las zonas interdendríticas.



Tabla 6. Concentraciones en las regiones interdendríticas de la figura 22.

Punto	Cromo	Níquel
1	27.84	4.34
2	27.8	4.31
3	27.96	4.36
4	27.89	4.39
5	27.93	4.33
6	27.84	4.35
7	27.96	4.38
8	27.82	4.38
9	27.85	4.39
10	27.88	4.33

La figura 23 muestra el diagrama de fases Fe-Cr, en función de la temperatura. Se indicó con la línea roja, el contenido de cromo cuantificado en las regiones interdendríticas de la figura 22. De acuerdo a este diagrama existe la presencia de fase sigma, un compuesto intermetálico que tiende a disminuir la ductilidad y tenacidad del material, además de causar fragilidad a temperatura ambiente y en cantidades considerables también disminuye la resistencia a la corrosión [3].

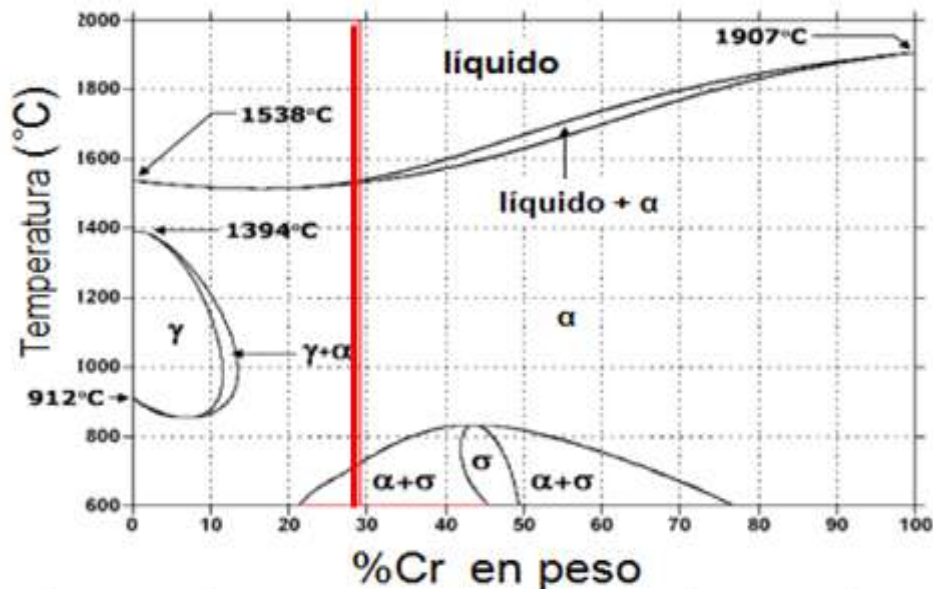


Figura 23. Diagrama de fases Fe-Cr, en función de la temperatura [10].

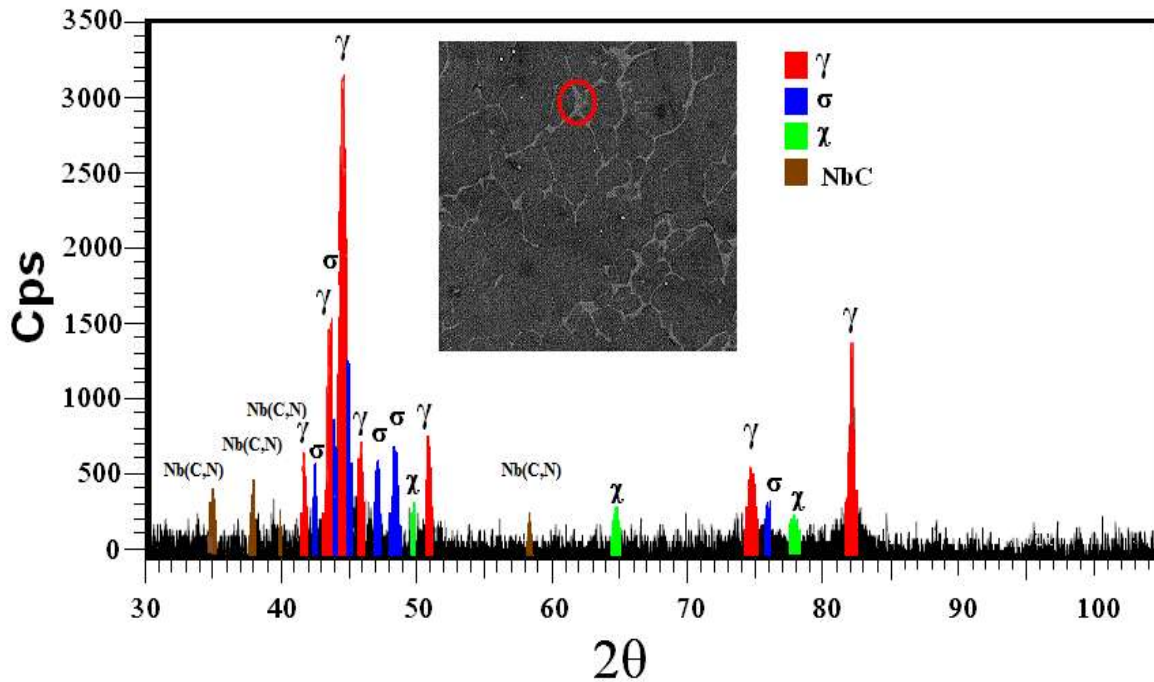


Figura 24. Difracción de rayos-x en el cordón de soldadura.

El difractograma de la figura 24 mostró el microanálisis realizado en la zona interdendrítica. El punto específico se encerró con rojo, este pertenece a la zona donde se encontró segregación de cromo.

El análisis reveló una matriz austenítica, que presentó una estructura cristalina cubica con parámetro de red $a=3.58\text{\AA}$, se identificó la presencia de la fase sigma (σ) y de la fase chi (χ). La fase sigma presentó una estructura cristalina de tipo tetragonal y parámetros de red $a=8.814\text{\AA}$ y $c=4.57\text{\AA}$, mientras que la fase chi presentó una estructura cristalina cubica con parámetro $a=8.89\text{\AA}$, es decir, se habla de un material frágil, con menor resistencia. A partir de estos resultados, se determinó la fracción volumétrica de cada fase. Esta se muestra en la tabla 7.

Tabla 7. Fracción en volumen de fases presentes en el cordón de soldadura.

Fase	Cordón de soldadura (%vol)
σ	8.46
χ	0.17
Nb (C;N)	0.45
γ	90.82

En la figura 25 se mostró la microestructura del cordón de soldadura, en zonas lejanas a las grietas. Donde se observó la presencia de una matriz de color gris claro que corresponde a la fase austenítica característica de un acero 347 y una estructura columnar dendrítica bien definida y uniforme. Dando pie a pensar que fueron solo algunas zonas las afectadas por la segregación de cromo, pero que gran parte del material tiene una microestructura favorable para su función. También se observó que todas las regiones interdendríticas presentaron fases primarias continuas, donde el tamaño promedio de estos brazos dendríticos es de $86\mu\text{m}$.

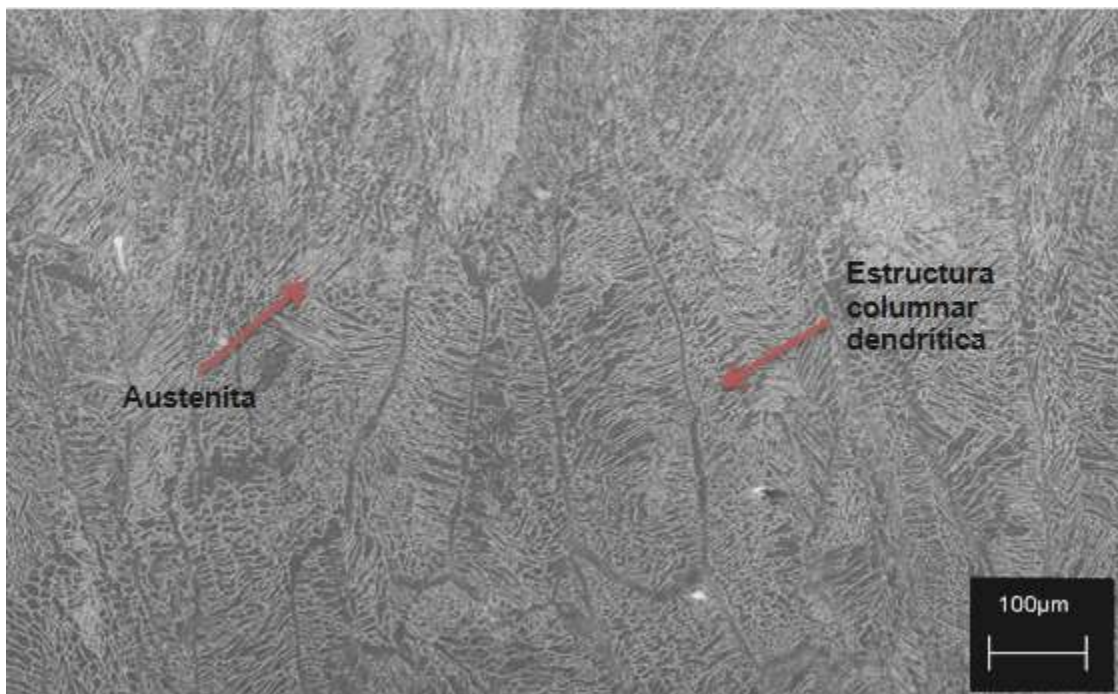


Figura 25. Metalografía del cordón de soldadura, en zonas apartadas de las grietas.

3.2 Pruebas mecánicas

Los resultados de la prueba de tensión en el cordón de soldadura, se reportaron mediante la gráfica mostrada en la figura 26. Donde se encontró un límite de cedencia de 404.6MPa a 25°C que disminuyó a 268.3MPa al elevar su temperatura a 450°C . La resistencia a la tensión a 25°C es de 579MPa , pero a 450°C nuevamente disminuye a 410.1MPa . La elongación a 25°C es de 31.8% y a 450°C solo del 30.7% . En las muestras que se obtuvieron, a partir de los tratamientos térmicos, se buscó mejorar estas propiedades, con énfasis en su límite de cedencia a 450°C .

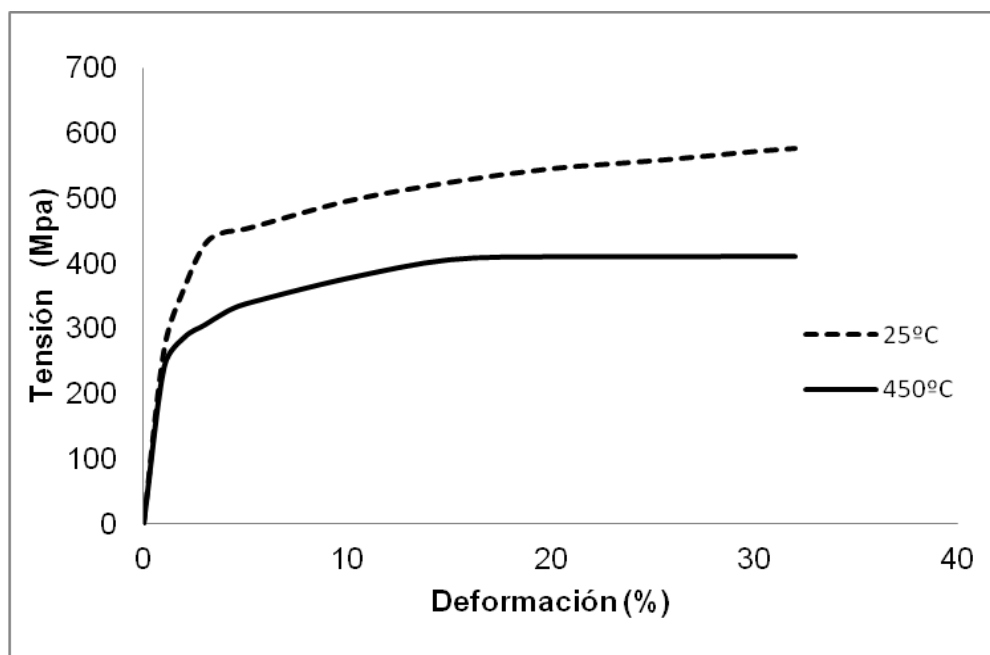


Figura 26. Curva tensión-deformación a 25°C y 450°C.

3.3 Muestra tratada térmicamente.

La tabla 8 muestra las propiedades mecánicas obtenidas a partir de tratamientos térmicos, aplicados a probetas de acero inoxidable 347 soldadas mediante el procedimiento GTAW-SMAW tipo manual. Esta tabla se generó con el fin de seleccionar solo una muestra, los resultados de esta muestra se exponen en esta parte, mientras que los resultados de las otras muestras se pueden consultar en el anexo II. Como se mencionó antes la muestra seleccionada fue la que mejores propiedades mecánicas generó. Esta muestra fue la muestra dos (M2).

Tabla 8. Propiedades mecánicas de todas las muestras obtenidas a partir de un tratamiento térmico.

Muestras	Temperatura ambiente (25°C)		450°C	
	Límite de Cedencia (Mpa)	Última resistencia (Mpa)	Límite de Cedencia (Mpa)	Última resistencia (Mpa)
M1	404.6	579	268.3	410
M2	515	692	342.8	572.2
M3	217	598	194	474.2
M4	241	388.5	200.5	295.2
M5	411	682	274.2	382.8
M6	200	676	200	470

La figura 27 ilustra el ciclo de calentamiento de la muestra 2, donde se observa que la muestra se sometió a una temperatura de 900°C durante 2 horas. Lo que probablemente permitió disolver los compuestos intermetálicos. El tratamiento térmico duró aproximadamente 23 horas.

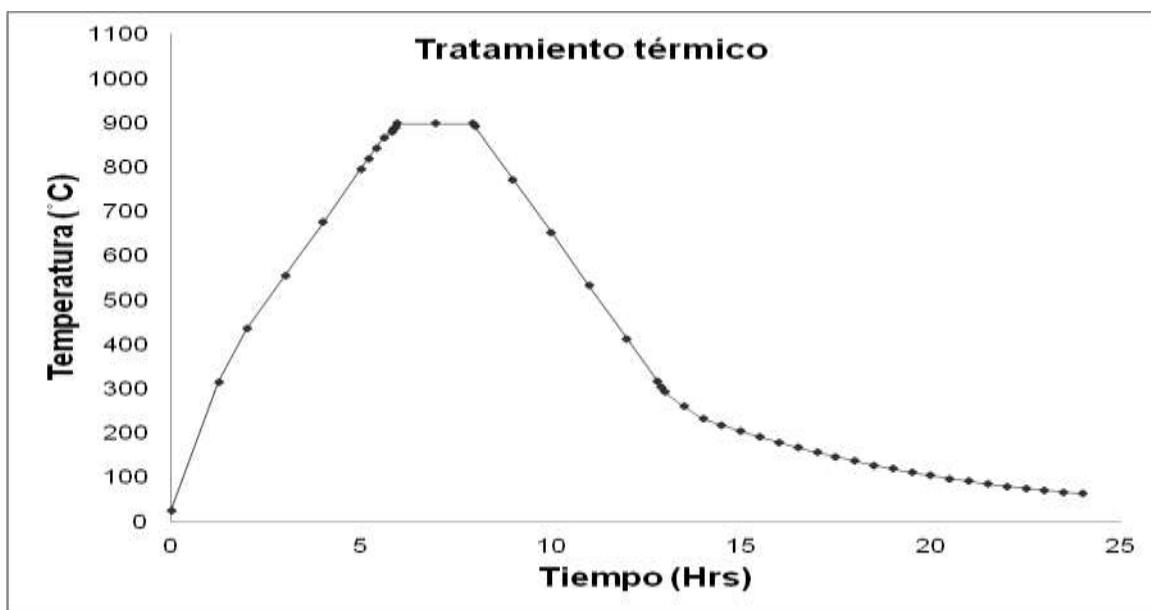


Figura 27. Tratamiento térmico de la muestra 2.

La figura 28a evidencia la microestructura de la muestra dos, esta fue tratada térmicamente. En la parte a) de la figura se observa una microestructura dendrítica columnar, una matriz austenítica de color gris y no se observan fases indeseables, tales como la fase sigma y la fase chi. Aunque aun pueden observarse algunos precipitados no gratos como el FeCr.

El estudio de esta muestra se realizó también para la zona afectada por el calor parte b de la figura 28 y para el material base parte c de la misma figura, esto con el fin de verificar que se obtuvo la estructura austenítica deseada, lo que se comprobó, según se puede observar en la metalografía.

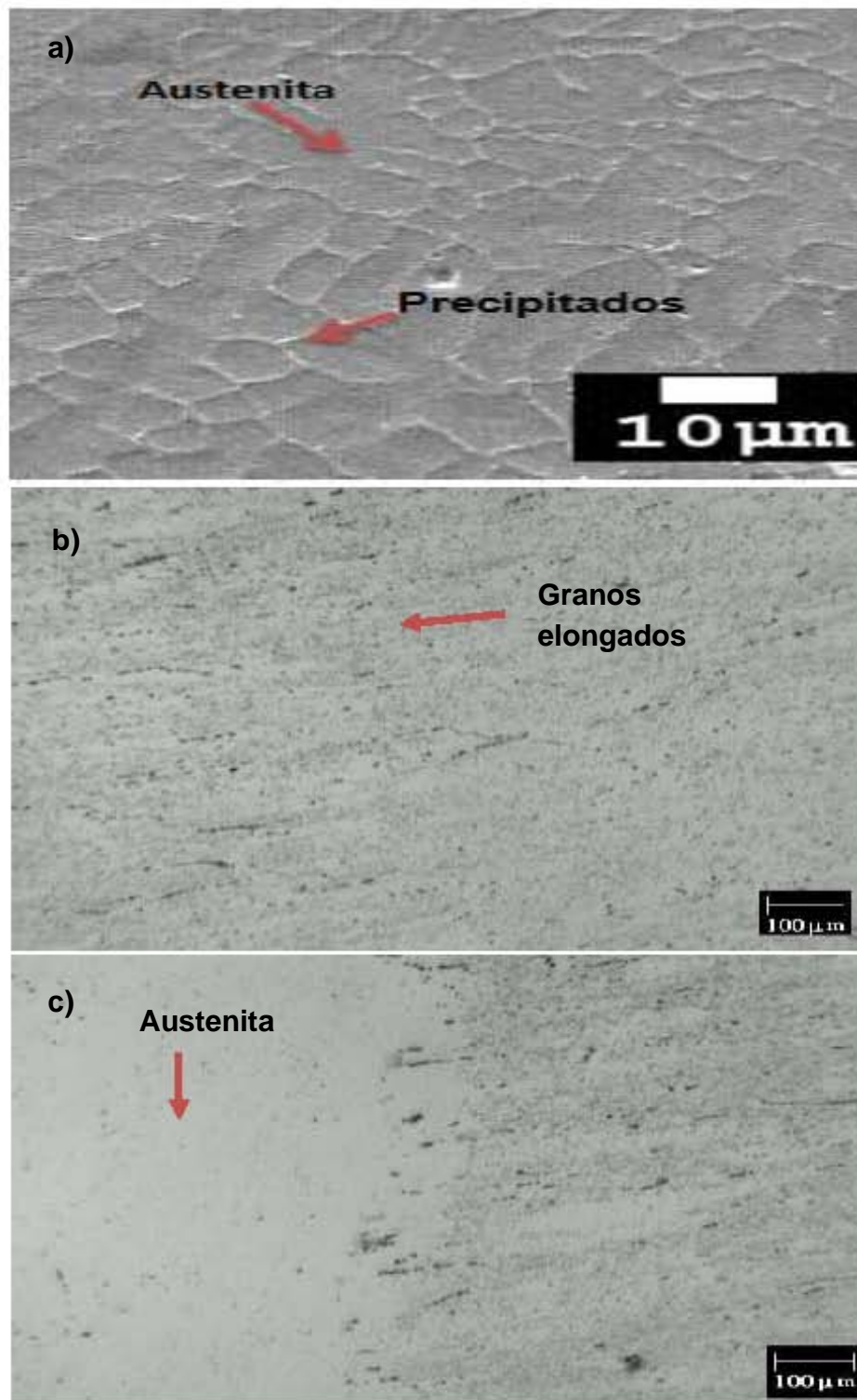


Figura 28. Microestructura encontrada en la muestra tratada térmicamente. La parte a) pertenece al cordón de soldadura, b) a la zona afectada por el calor y c) el material base.

La figura 29 muestra el patrón de difracción de rayos-x perteneciente al cordón de soldadura de la muestra 2. Donde se observó una fase austenítica (γ) cuya morfología es de tipo dendrítico equiaxado/columnar, con una estructura cristalina cúbica y parámetro de red $a=3.75\text{\AA}$, también se detectó la presencia de carbonitruros de niobio, otra característica primordial en los aceros inoxidables austeníticos, con una estructura cristalina cúbica y parámetro $a=4.54\text{\AA}$ y por último se detectó un compuesto intermetálico de tipo FeCr con una estructura cristalina cúbica y parámetro de red $a=5.25\text{\AA}$.

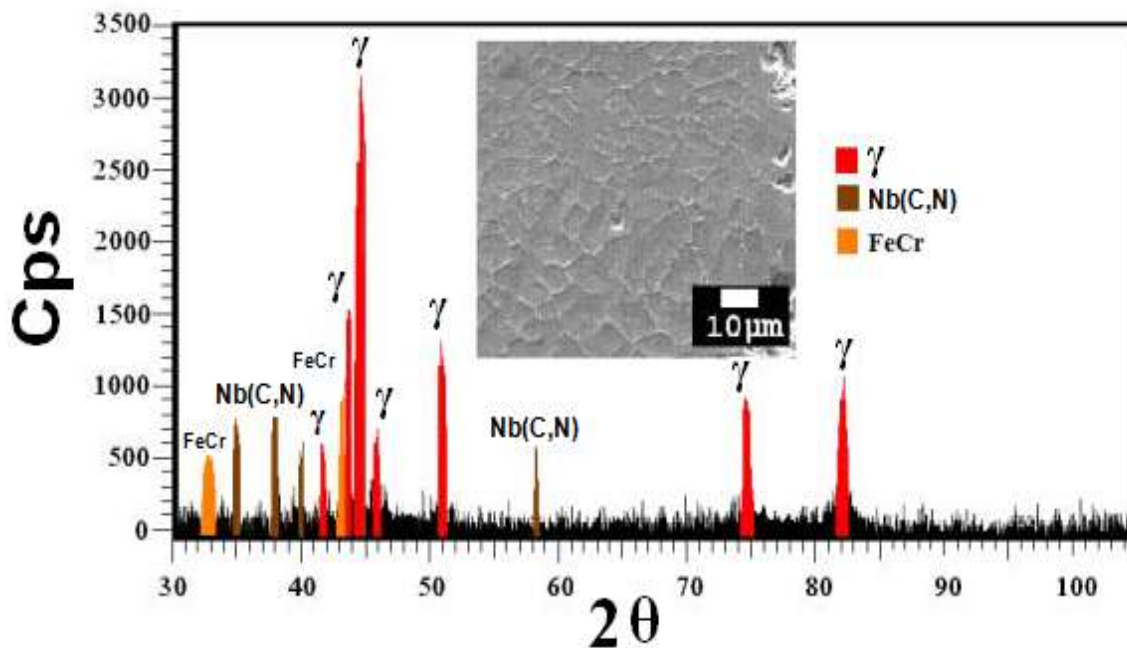


Figura 29. Difractograma obtenido de la muestra tratada térmicamente.

La tabla 9 muestra la fracción volumétrica de fases y precipitados observados en el cordón de soldadura de la muestra tratada térmicamente, no se detectó ni la fase sigma ni la fase chi. Se advirtió la presencia de precipitados de niobio además de un compuesto intermetálico de la forma FeCr. En término general se puede decir, que se tiene una muestra con mayor resistencia a la corrosión que el cordón de soldadura original. Se cree que una microestructura dendrítica equiaxada brinda mejores propiedades mecánicas.



Tabla 9. Fracción volumen de las fases presentes en la muestra tratada térmicamente.

Fase	Cordón de soldadura (%vol)
σ	0.0
X	0.0
FeCr	0.56
Nb (C;N)	1.21
γ	97.93

La figura 30 muestra las curvas tensión-deformación para la muestra tratada térmicamente a temperatura ambiente (25°C) y a 450°C. Se encontró que el límite de cedencia a 25°C es de 515 MPa, mientras que a 450°C disminuyó a 342.8 MPa. El valor de la última resistencia a la tensión a 25°C es de 692 MPa y a 450°C de 572.2 MPa. La elongación a 25°C es de 49.8% disminuyendo a 40% para 450°C.

Precisamente fueron estos resultados los que determinaron que se eligiera este tratamiento térmico, como la mejor elección. Se puso especial atención al límite de cedencia medido a 450°C. Puesto que este límite es una medida indirecta, de la capacidad que posee un material para deformarse elásticamente. Este respecto al del cordón de soldadura original aumento en un 21.8% luego del tratamiento térmico. La medición a 450°C fue debido a que esta es la temperatura a la que opera el reactor DC-101 de la planta catalítica, en la refinería de Tula.

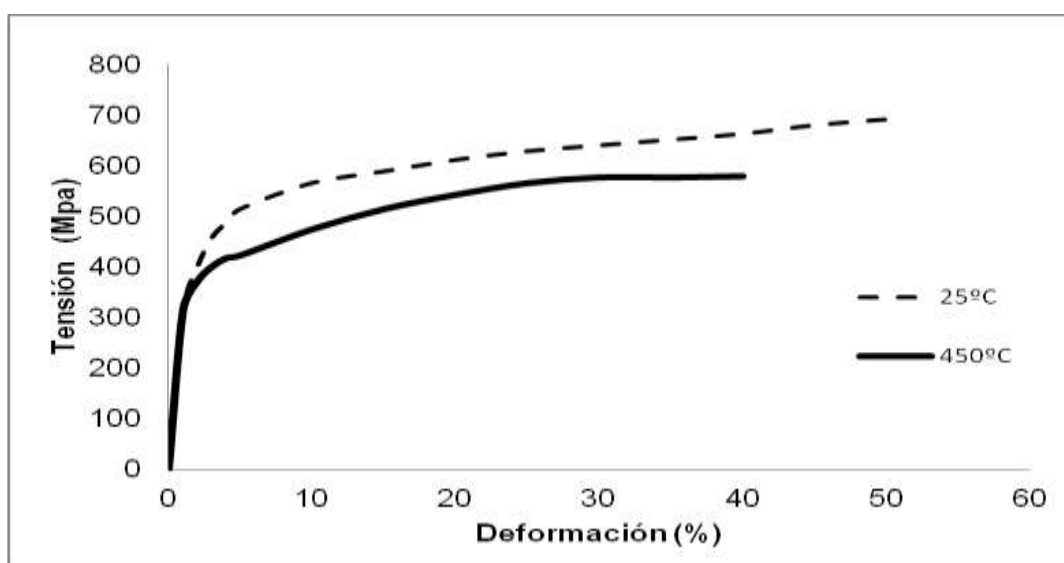


Figura 30. Curva de tensión-deformación a 25°C y a 450°C.



CAPITULO 4. CONCLUSIONES.

La probeta soldada fue expuesta a temperaturas que van de 425 a 900°C, rango en el que el carbono se combina con el cromo para formar carburos de cromo en el borde de los granos. El área adyacente a los carburos tiene menor cantidad de cromo. Cuando la red de carburos es continua, la envoltura empobrecida en cromo alrededor de los granos puede ser atacada selectivamente, resultando en corrosión intergranular. En el peor de los casos, la capa empobrecida en cromo se corroe completamente y los granos se separan del metal de base [10].

Se encontró a una segregación de Cr mayor al 10% en la zona de grietas, de acuerdo al diagrama de fases Fe-Cr esta concentración provoca la generación de fases intermetálicas tales como la fase sigma " σ " y la fase chi " χ ", estas suelen generarse en las fronteras de grano, produciendo un material duro y frágil.

Los resultados de este trabajo destacan la importancia de los tratamientos térmicos, de solubilización y estabilización de estructuras manifiestas en el acero inoxidable 347, al igual que en el trabajo de Motor Tavares [31]. Someter el cordón de soldadura a un tratamiento térmico favorece la solubilización de ferrita y redistribuye el niobio. Lo que produjo una microestructura uniforme, sin fases perjudiciales y esto generó probetas con mejores propiedades mecánicas. Por lo anterior, se concluyó que esto se debe realizar para evitar la precipitación de carburos de cromo y otras fases metálicas no deseadas, lo que también mejora la corrosión intergranular.

El estudio, aunque es relevante y cumplió con los objetivos planteados, no abarca todas las posibles causas que participan en la generación de las fisuras en los reactores. Cabe mencionar que otras condicionantes también pueden causar la aparición de fallas, como lo son: los esfuerzos térmicos y las cargas mecánicas que se producen durante la operación del reactor.



BIBLIOGRAFÍA

- [1] A.E. Ares, S.F. Gueijman, R.Carama, Correlación entre microestructura, propiedades mecánicas y variables de solidificación de aleaciones Zn-Al, Facultad de Ingeniería Mecánica, Universidad Estatal de Campinas, (2005).
- [2] A.E.Ares, "Correlacion entre microestructura, propiedades mecanicas y variables de solidificacion de aleaciones Zn-Al",Universidad nacional de misiones, Departamento de ingenieria de materiales,(2001).
- [3] Askeland, Donald R., Ciencia e ingenieria de los materiales, Thomson, 4a ed. 1004pp, (2004).
- [4] ASM Handbook, Alloy phase diagrams, Volumen 3, (1991).
- [5] ASM Handbook, Heat treating, Volumen 4 ,(1991).
- [6] ASM Handbook, Volumen 1, Properties and selection: irons, steels, and high performance alloys, (1990).
- [7] Bilmes, Pablo B., Dolores Pereda M., Aceros inoxidables, (1993).
- [8] Brooks J A, Thompson AW Microstructural development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless steel weld. Int Mater, (1991).
- [9] Callister, William D., Introduccion a la ciencia e ingenieria de los materiales, Limusa-Wiley, 2a edición, (2009).
- [10] Caracterización termomecánica de los aceros austeníticos.Tesis Doctoral. Capítulo I, pp. 2-15. (<http://www.tdx.cesca.es/TDX-0512103-122109/>), (2005).
- [11] Centro Nacional para el Desarrollo del Acero Inoxidable (CENDI), Técnico especializado en acero inoxidable, (2015).
- [12] Colummbier Hochman, Los aceros inoxidables y refractarios, editorial urmo, segunda edición, (1968).



-
- [13] D.P. Scheweinsberg, B. Sun, V. Otieno-Alego, Corrosión e Inhibición de tubos de caldera viejos de acero inoxidable grado 347, Centro para instrumental y desarrollo de la química, Queensland Universidad Tecnológica, (1994).
- [14] David, Babu, Vitek , Recent advances in modelling and characterisation of weld microstructures, science and technology welding, vol 6, pp 341-345. (www.ingenta.com), (2001).
- [15] Del Castillo Rodríguez, Felipe, Reyes Solis, Alberto, "Aceros, Estructuras y Tratamientos Térmicos", UNAM, FES Cuautitlán, (2012).
- [16] Di Caprio. G, Los aceros inoxidables, editorial Grupinox-milano, (1999).
- [17] Díaz del Castillo Rodríguez, Felipe, "Materiales y sus propiedades", UNAM, FES Zaragoza, (2008).
- [18] Dionisio Padilla, Rosario Francia, Precipitación Martensítica en aceros austeníticos AISI 304 corrosión bajo tensión, Departamento de Metalurgia, UNMSM, pp. 70-71. (<http://www.scielo.org.pe/pdf/iigeo/v5n9/a11v5n9.pdf>), (1994).
- [19] Esmacher, Mel J., "Stress corrosion cracking of stainless steel components in steam servicios", (1999).
- [20] G. Fargas, A. Mestra, "Influencia de la fase sigma en la resistencia al desgaste de los aceros inoxidables dúplex", Universidad Politécnica de Cata luña, Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, (2009).
- [21] G.F. Bolling, in Solidification, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, (1971).
- [22] García Cervantes, María Amparo., Nuñez Cuenca, Sheila., Torres Climent, Verónica., Aceros preparados frente a la corrosión, Materiales de construcción, (1998).
- [23] Glicksman, Martin Eden, "Principles of Solidification", Springer, (2011).
- [24] Gutiérrez, de Saiz-Solabarría. S., San Juan J.M., Valea A., Estudio de la susceptibilidad de un acero inoxidable austenítico estabilizado con niobio al dañado por tensocorrosión en medio H₂S (SSG) y corrosión intergranular (IGG) en otros medios agresivos, Univ. del país Vasco, España, (2008).



-
- [25] High Performance Stainless steel, pp.14-16. (www.stainless-steel-world.net/pdf/11021.pdf), (2008).
- [26] Ibañez Montenegro, Jorge J., Estudio de la soldadura en aceros austeníticos, Piura, Facultad de Ingeniería, (2005).
- [27] Juárez Islas, Julio A., Fundamentos de solidificación, crecimiento dendrítico, UNAM, Instituto de Investigaciones en Materiales, 182pp, (2002).
- [28] Kurz and Fisher, Fundamentals of Solidification, Fourth edition, (1996).
- [29] M.C Fleming, Solidification Processing, Mc Graw-Hill, New York, (1974).
- [30] Marshall P., Austenitic stainless steel, microstructure and mechanical properties, London elsevier, (1984).
- [31] Motor Tavares, Sergio, Maura de Souza, Vanessa, Yae Kina, Aline. Influencia de los tratamientos de estabilización y solubilización de la resistencia y corrosión intergranular de acero inoxidable AISI 347 fundido, (2012).
- [32] NIDI, Welding of Stainless Steel, Nickel Development Institute, pp3-14. <http://www.ssina.com/publications/welding.html>, (1988).
- [33] O. Conejero, E. Mielgo, "Fractura por corrosión de un componente de acero inoxidable AISI 316L debida a la presencia de fase sigma generalizada", ITMA Materials Technology, (2011).
- [34] Oerlikon, Manual de Soldadura, 7ed, (2014).
- [35] P. J. Mazias. J. Met. Vol. 12 pp. 14–20, (1989).
- [36] P. Rozenak, Efectos de Nitrogeno e Hidrogeno en la fragilización de aceros inoxidables austeníticos AISI tipo 316, 321 y 347, Departamento de ingeniería de materiales, Ben-Gurion Universidad de Negev, (1995).
- [37] S.D. Felicelli, D.R. Poirier, P.K. Sung, Simulación numérica de macrosegregación y porosidad durante la solidificación de aleaciones, Centro atómico Bariloche, Argentina, (2000).
- [38] Schaeffler A.L, Constitution Diagram for stainless steel weld metal, Metal progress, 56 (11), pp.680-680b, (1947).
- [39] Seferian D. "Metallurgie de la Soudure", Donod, Paris, (1959).



-
- [40] Stefanescu, Doru Michael, Science and Engineering of Casting Solidificación, Springer, 2edición, (2009).
 - [41] The European Atomic Energy Community, Phase diagrams for Fe-Cr-Ni based alloys, (1985).
 - [42] V. Shankar, "Relation between microestructure, composition, and hot cracking in Ti-stabilized austenitic stainless steel weldments", Metallurgical and materials transactions, (2000).
 - [43] V. Shankar, T.P.S Gill, Agrietamiento en la solidificación de soldaduras de aceros inoxidable austeníticos, Departamento de ingeniería de metalurgia, Instituto de tecnología en la India, (2005).
 - [44] Vitek J M, Iskander Y S, Oblow E M Improved ferrite number prediction in stainless steel arc welds using artificial neural networks. Part II, (2000).
 - [45] W. Kurz, D.J. Fisher, Fundamentals of solidification, Trans Tech Publications, Switzerland-Germany-Uk-USA, p.11, (1989).
 - [46] W.W. Mullins, in Metals Surfaces-Structure, Energetics, and Kinetics, ASM, Metals Park Ohio, p.17, (1963).
 - [47] WonY M, Yeo T-J, Seol D J, Oh K H, A new criterion for internal crack formation in continuously cast steels. Met Mater, (2000).
 - [48] Young-Jun, Oh-Lee, "Precipitation behavior of carbonitrides in type 347 stainless steels with various C and N contents", Metallurgical and materials transactions, (2002).



ANEXO I



Microscopio Electrónico de Barrido (MEB)

El MEB es uno de los instrumentos más utilizados para investigar la microestructura de los materiales gracias a su gran profundidad de campo. Bajo el bombardeo de electrones, varias señales son generadas como electrones secundarios, electrones dispersos, rayos x característicos, etc. que pueden permitir a la caracterización de los materiales. El MEB ofrece posibilidades de formar una imagen fácilmente interpretable ya que revela claramente tanto imágenes de las secciones transversales pulidas y atacadas como imágenes de superficies rugosas y de partículas.

Los componentes principales de un MEB incluyen el generador de electrones, un generador de barrido, una columna que contiene las lentes magnéticas de electrones, los condensadores de lentes y un deflector del haz. La parte baja de la columna tiene unos detectores de electrones y el sistema de vacío necesario al paso de los electrones. La figura 15 presenta las partes principales de un MEB.

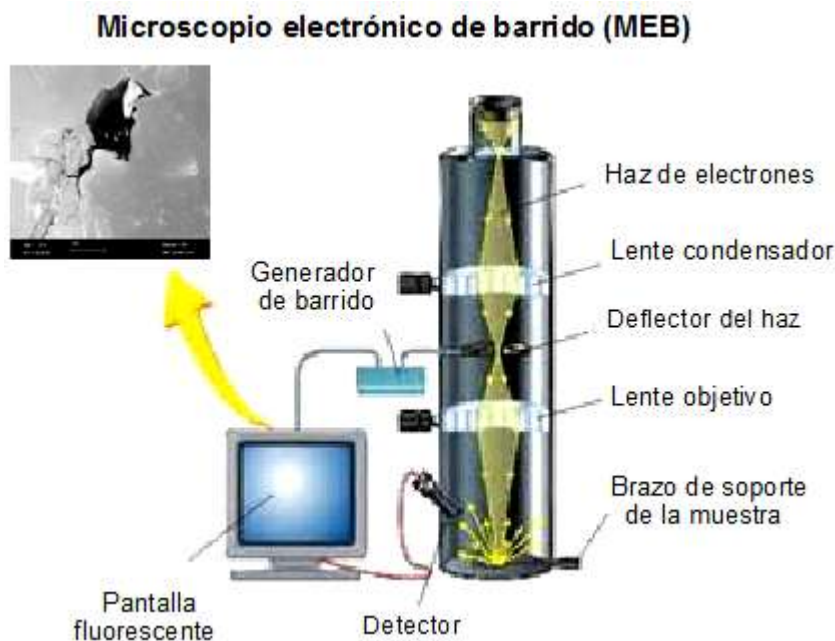


Figura 15. Principales partes del microscopio electrónico de barrido.

Los electrones son generados por emisión termiónica o por un campo eléctrico. Luego, los electrones son acelerados hacia el espécimen. El MEB dotado de un espectrómetro de dispersión de energía, utiliza un filamento de tungsteno que juega el papel de cátodo para acelerar los electrones. El ánodo consiste en una



pequeña apertura que deja pasar los electrones. El voltaje utilizado para acelerar los electrones es de 20 kV. Las lentes sirven para obtener el aumento deseado.

Unas aperturas colocadas entre las lentes permiten limitar el diámetro del haz. El haz de electrones efectúa un barrido y así forma la imagen. El generador de electrones y la columna tienen que estar al vacío para evitar todo daño de la fuente de electrones y toda bajada del voltaje del generador de electrones. El vacío es también necesario para minimizar la dispersión de los electrones durante el pasaje del generador a la superficie de la muestra. El detector de electrones es un equipo que, bajo bombardeo de electrones, produce fotones. Los fotones se convierten en señales eléctricas mediante un fotomultiplicador.

Además de los componentes principales de un MEB descritos antes, el MEB utilizado está equipado de un detector de energía dispersiva de rayos x. Este equipo permite el análisis químico cualitativo y cuantitativo de las muestras.



ANEXO II



Resultados de los tratamientos térmicos de las muestras M3 a la M6.

Las probetas se soldaron de acuerdo al procedimiento de soldadura GTAW-SMAW de tipo manual. El acero soldado fue el TP 347. En la tabla 1 se muestran los resultados de la composición química de las muestras, obtenida a partir de la técnica de espectrometría de masas.

Tabla 1. Composición química de todas las probetas.

Elementos	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6
C	0.075	0.078	0.078	0.077	0.078
Mn	0.035	2.00	1.99	1.99	2.00
P	1.99	0.037	0.037	0.039	0.038
S	0.035	0.021	0.02	0.027	0.023
Cr	18.89	18.88	18.99	18.79	18.92
Ni	12.24	12.36	12.72	12.38	12.55
Nb+Ta	0.82	0.89	0.91	0.91	0.89
Ti	0.012	0.012	0.012	0.011	0.011
Fe	65.9	65.72	65.24	65.78	65.49

Muestra 3.

Esta muestra luego de ser soldada, se calentó de temperatura ambiente a 315°C sin restricción, luego de 315°C hasta 899°C se calentó a una tasa de 102°C por hora, a temperatura de 899°C se mantuvo por 2 horas. Después con la misma tasa de enfriamiento esta muestra regresó a 315°C, en este punto el horno se apagó y se dejó enfriar hasta temperatura ambiente. En la figura 1 se muestra el ciclo de calentamiento. Donde se observó que el tratamiento térmico dura aproximadamente 22 horas en regresar a temperatura ambiente.

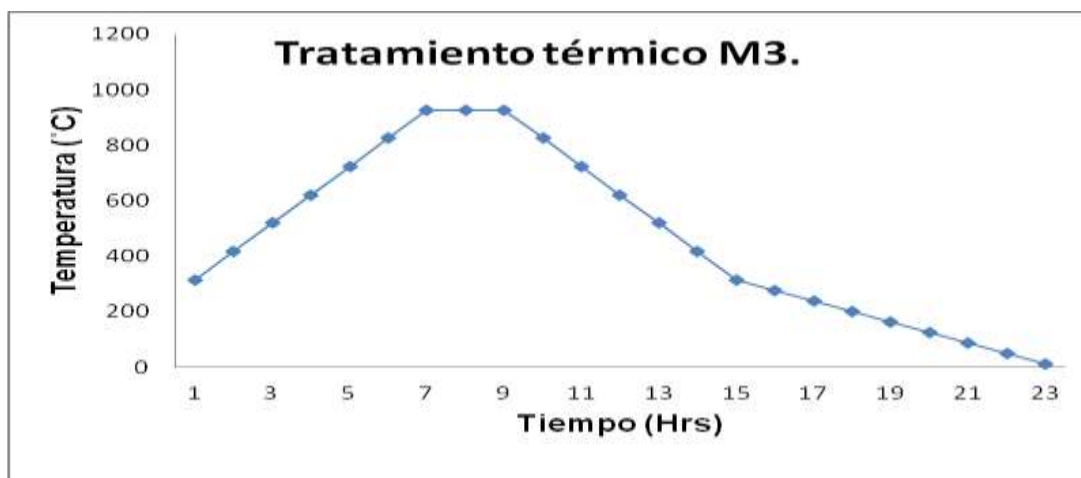


Figura 1. Ciclo de calentamiento y enfriamiento para la muestra 3.

La figura 2a muestra la microestructura del cordón de soldadura, donde se obtuvo de un color gris claro una matriz austenítica con presencia de carburos, de un color más oscuro en los límites de los brazos dendríticos, el tamaño promedio de estos es de $80\mu\text{m}$. En la parte b de la figura 2 se observó nuevamente la matriz de color claro (austenita) con tamaño de grano de $60\mu\text{m}$, con presencia de precipitados alineados en la dirección de deformación, en el límite de grano y en la matriz. Por último en la figura 2 parte c, también se tiene la matriz austenítica con un promedio de grano de $53\mu\text{m}$, en esta se observó la presencia de precipitados alineados en dirección de deformación, en el límite de grano y en la matriz.

En la figura 3 se confirmó la presencia de una fase austenítica, cuya morfología es del tipo dendrítico columnar/equiaxiado con una estructura cristalina cúbica con parámetro de red $a=3.57\text{\AA}$. También se detectó la presencia de carbonitruros de niobio, con estructura cristalina cúbica y parámetro de red $a=4.52\text{\AA}$. Además de la presencia de un compuesto intermetálico de tipo FeCr con una estructura cristalina cúbica y parámetro de red $a= 5.22\text{-}5.28\text{\AA}$.

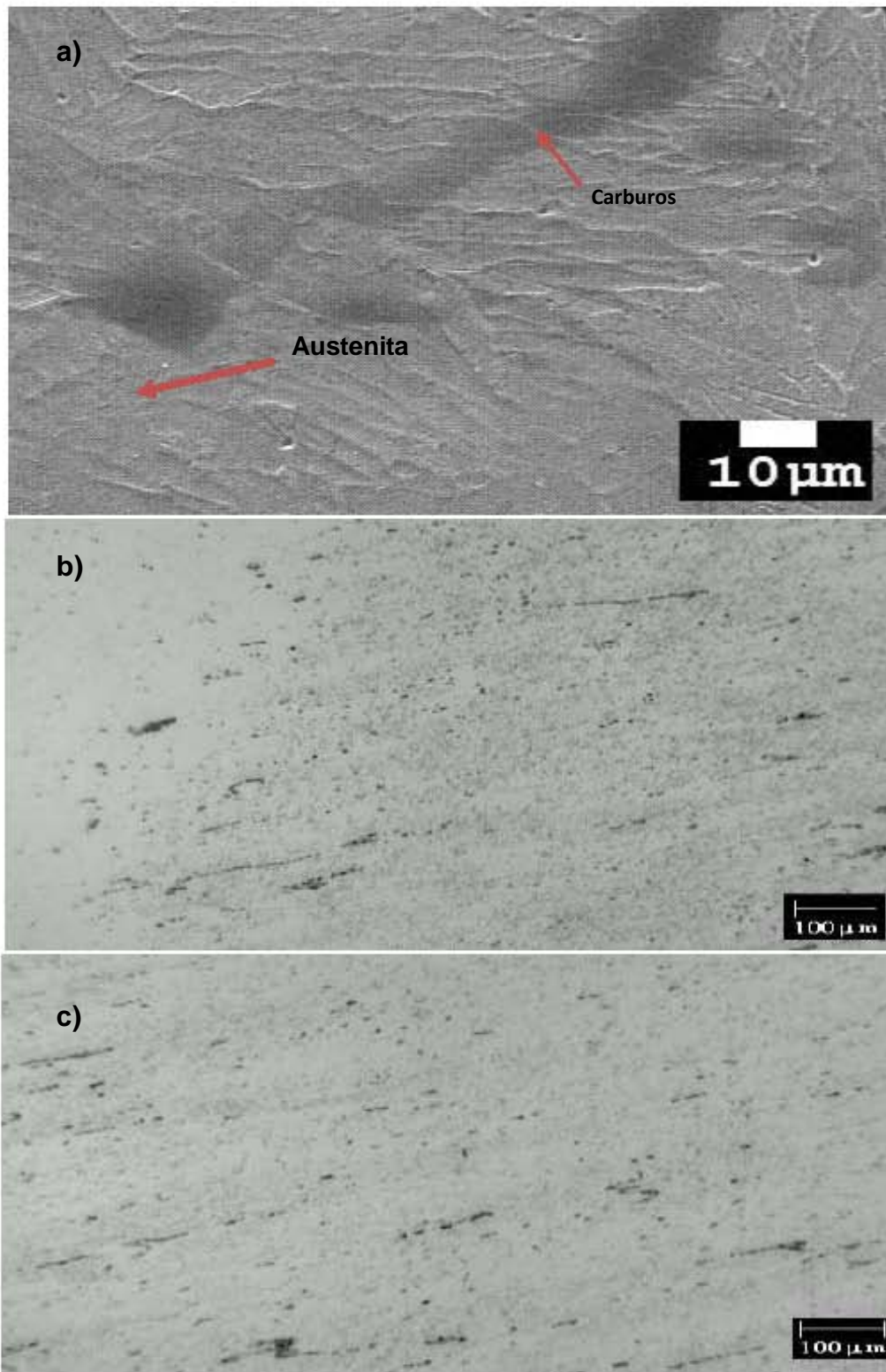


Figura 2. Microfotografía de la muestra 3 a) cordón de soldadura, b) zona afectada por el calor y c) Material base.

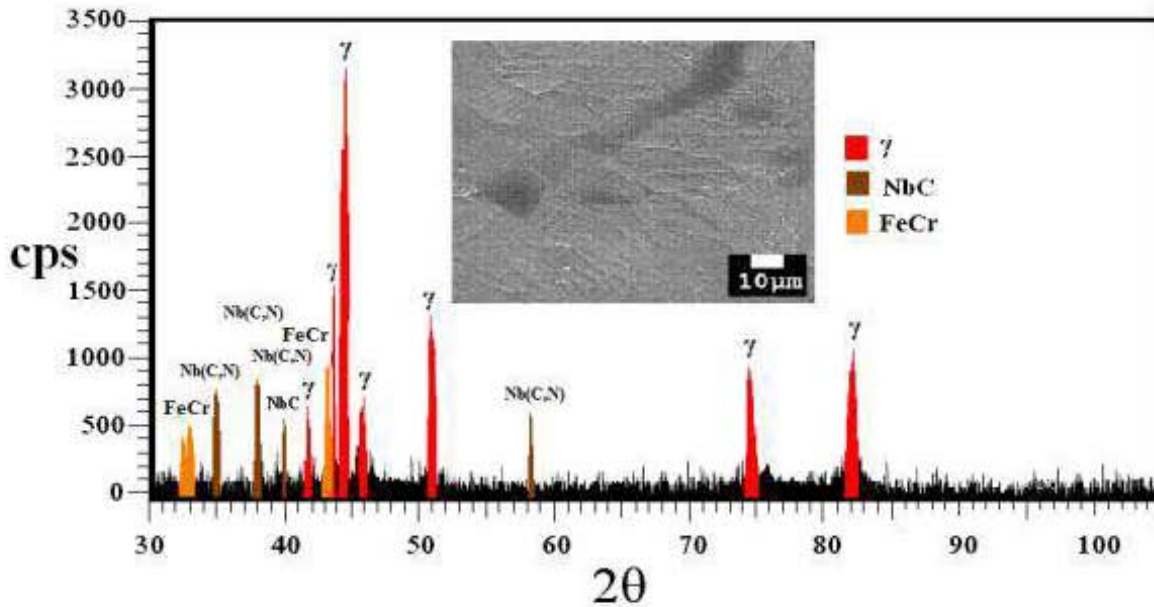


Figura 3. Patrón de difracción de rayos-x en el cordón de soldadura muestra 3.

La figura 4 muestra las curvas tensión-deformación de la muestra 3 (tratada térmicamente) a temperatura ambiente (25°C) y a 450°C, como se puede observar, el límite de cedencia a 25°C es de 217.1 MPa, mientras que a 450°C, este valor disminuye a 194.4 MPa. El valor de ultima resistencia a la tensión a 25°C es de 598.0 MPa mientras que a 450°C disminuye a 474.7 MPa. La elongación a 25°C es de 68.0% y a 450°C disminuye a 56.2%.

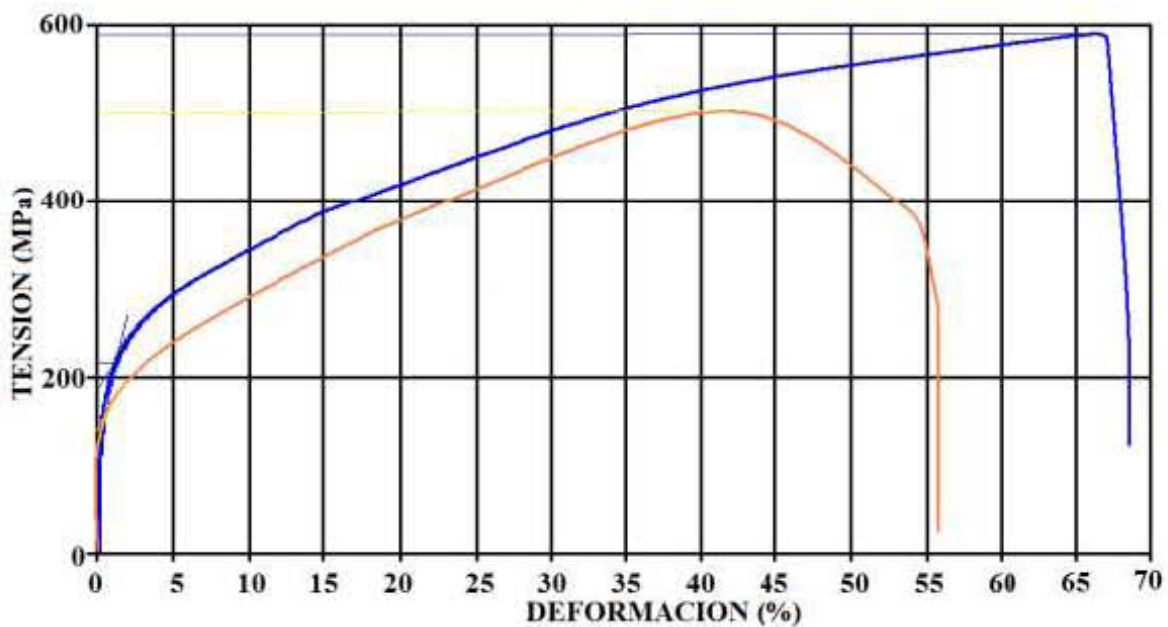


Figura 4. Propiedades mecánicas de la muestra 3. Línea azul a temperatura ambiente, línea naranja a 450°C.

Muestra 4.

Otra probeta soldada se calentó de temperatura ambiente a 315°C sin restricción, después de 315°C a 1066°C se calentó a una tasa de 102°C por hora, esta temperatura se mantuvo durante 1 hora. Posteriormente de 1066°C hasta temperatura ambiente simplemente se dejó enfriar, graficando la caída de esta. La figura 5 esquematiza este tratamiento.

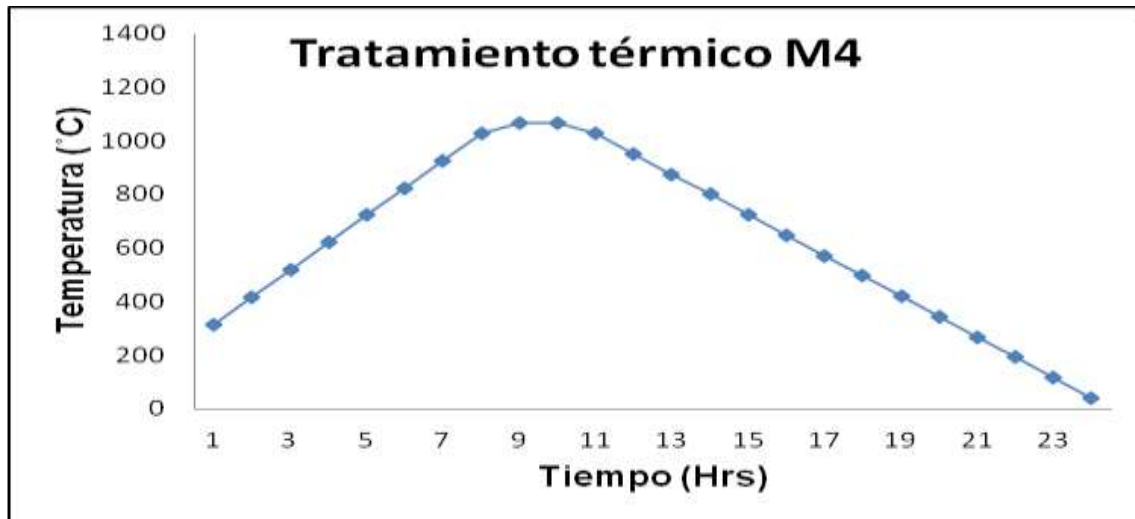


Figura 5. Ciclo de calentamiento y enfriamiento para la muestra 4.

La figura 6 muestra la microestructura que se obtuvo después de llevar a cabo un tratamiento térmico de relevado de esfuerzos a 898.8°C. Como se puede observar, la microestructura muestra la presencia de granos elongados de austenita, con la presencia de compuestos intermetálicos del tipo FeCr (B_2) en el límite de grano y carbonitruros alineados en la matriz. La presencia de este compuesto intermetálico continuo en el límite de grano causa una disminución en las propiedades mecánicas del cordón de soldadura.

La presencia de una matriz de color claro correspondiente a la austenita en el cordón de soldadura, además de carburos en los brazos dendríticos, el tamaño promedio de estos es de 85µm. En la parte b de la figura 6 se obtuvo un tamaño de grano de 68µm de la austenita, se encontró presencia de precipitados y se observaron granos elongados de austenita libres de precipitación. Por último en la figura 6 parte c se registró un tamaño promedio de grano de 32µm, también con presencia de precipitados y granos elongados libres de precipitados.

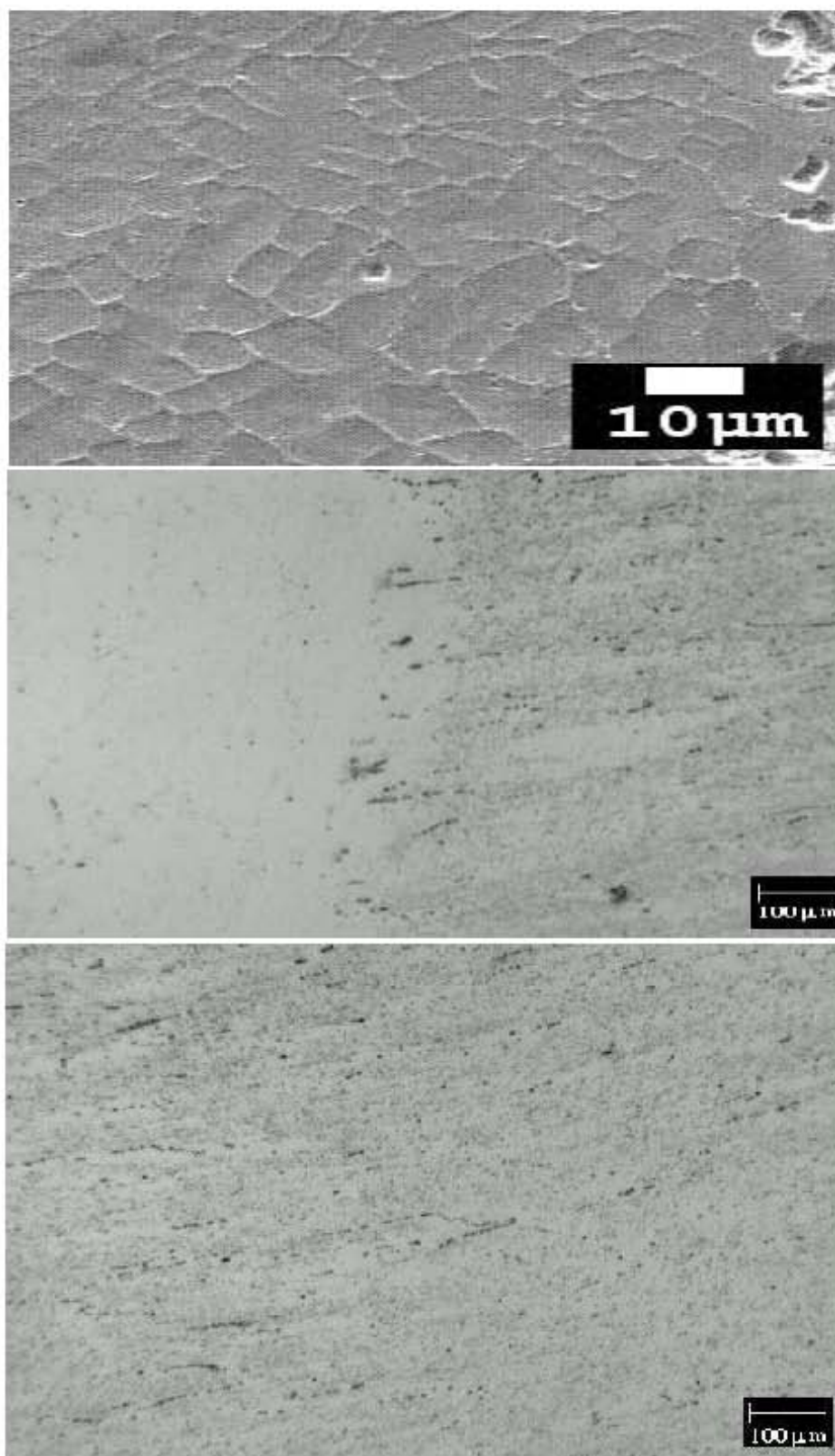


Figura 6. Microfotografía de la muestra 4 a) cordón de soldadura, b) zona afectada por el calor y c) material base.

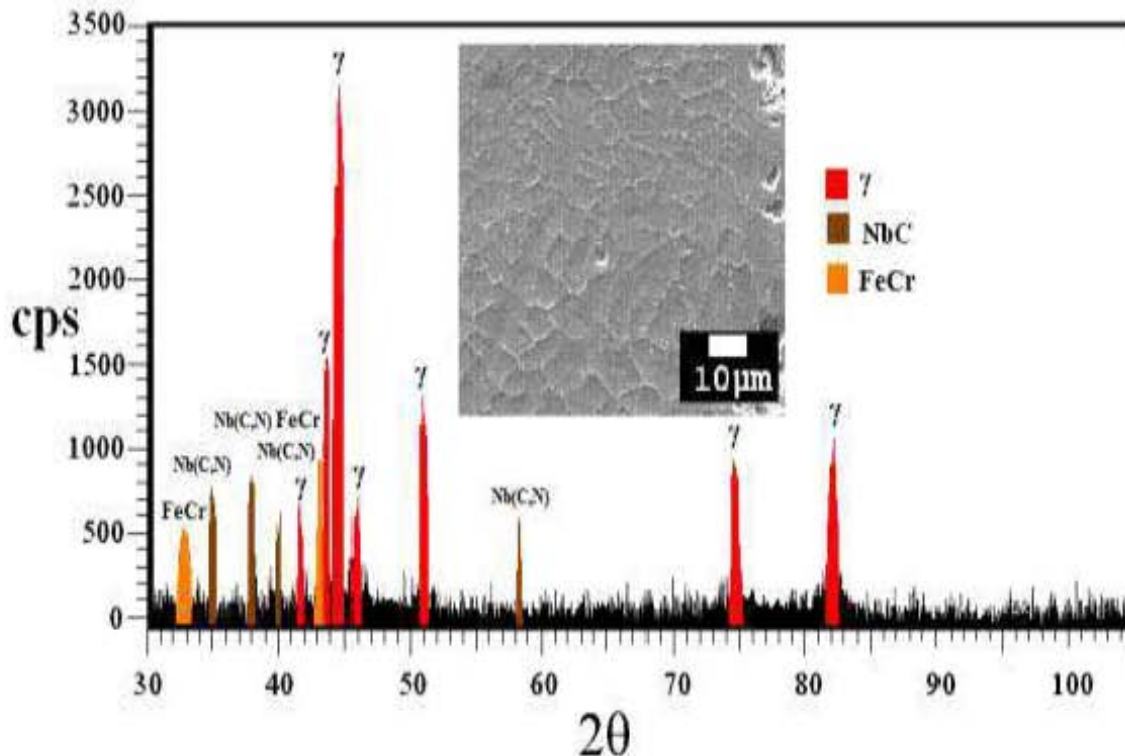


Figura 7. Patrón de difracción de rayos-x en el cordón de soldadura muestra 4.

La figura 7 muestra el patrón de difracción de rayos-x del cordón de soldadura de la muestra 4, como se pudo observar en dicho difractograma, en todas las regiones de soldadura analizadas, se detectó la fase austenítica cuya morfología es del tipo dendrítico equiaxiado/columnar, con una estructura cristalina cúbica y parámetro de red $a=3.57-3.58$ Å. Adicionalmente se detectó la presencia de carbonitruros de niobio, con una estructura cristalina cúbica y parámetro $a=4.52-4.56$ Å. También se detectó la presencia de un compuesto intermetálico de tipo FeCr (B_2), con una estructura cristalina cúbica y parámetro de red $a=5.22-5.28$ Å.

En la figura 8 se muestra el límite de cedencia de la muestra 4 a 25°C es de 241.3Mpa, mientras que a 450°C este valor disminuye hasta 200.5Mpa. Además el valor de la última resistencia a la tensión a 25°C es de 388.5Mpa pero al aumentar la temperatura a 450°C este disminuyó hasta 295.2Mpa. La elongación mantuvo el mismo comportamiento al ser de 15.1% a 25°C y disminuyendo a 13% para 450°C.

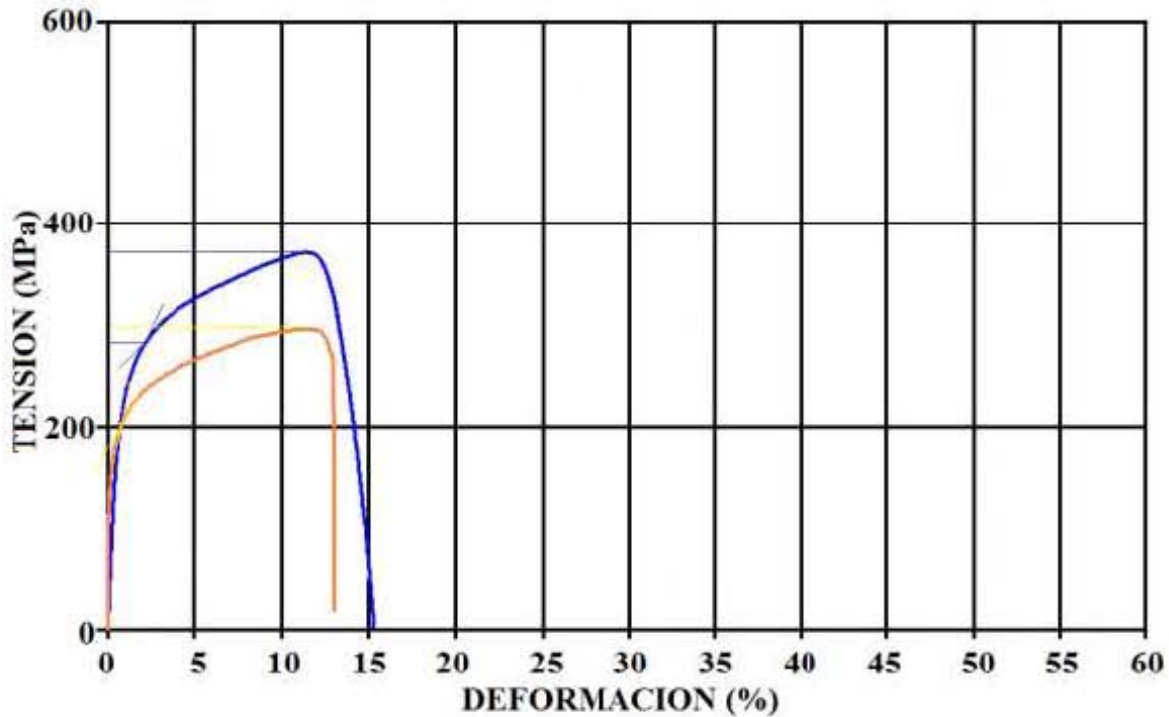


Figura 8. Propiedades mecánicas de la muestra 4. Línea azul a temperatura ambiente, línea naranja a 450°C.

Muestra 5.

Para esta probeta el tratamiento térmico constó en calentar de temperatura ambiente a 315°C sin restricción, luego de 315°C hasta 600°C se calentó a una tasa de 102°C por hora, esta temperatura se mantuvo por 120 minutos aproximadamente. Después con la misma tasa de enfriamiento la muestra regresó a 315°C, a esta temperatura el horno fue apagado y se dejó enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente. En la figura 9 se observó el ciclo de calentamiento del tratamiento. Este tratamiento térmico duró aproximadamente 19 horas.

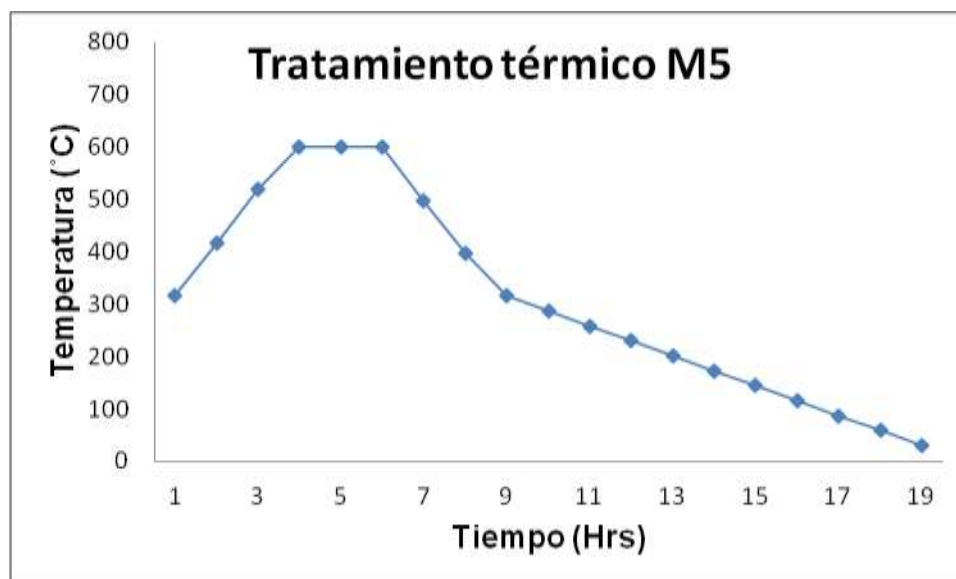


Figura 9. Ciclo de calentamiento y enfriamiento para la muestra 5.

La figura 10 muestra una matriz austenítica, con presencia de carburos en los límites de los brazos dendríticos, los cuales tienen un tamaño promedio de $81\mu\text{m}$. En la parte b se tiene una austenita con tamaño de grano de $63\mu\text{m}$, se tienen precipitados en el límite de grano y alineados en dirección de la deformación, además de granos elongados con una menor cantidad de precipitados. La parte c muestra un tamaño de grano de $30\mu\text{m}$, pero también muestra precipitados.

La figura 11 reflejó que la morfología es del tipo dendrítico equiaxiado/columnar, con una estructura cristalina cúbica y parámetro de red $a=3.57\text{-}3.58\text{ \AA}$. Adicionalmente se detecta la presencia de carbonitruros de niobio, con una estructura cristalina cúbica y parámetro $a=4.52\text{-}4.56\text{ \AA}$. También se detectó la presencia de un compuesto intermetálico de tipo $\text{FeCr} (\text{B}_2)$, con una estructura cristalina cúbica y parámetro de red $a=5.22\text{-}5.28\text{ \AA}$.

La figura 12 exhibe la curva tensión-deformación para la muestra 5, esta presentó que el límite de cedencia a 25°C es de 411.0 MPa , mientras que a 450°C , este valor disminuye a 274.2 MPa . El valor de última resistencia a la tensión a 25°C es de 682.0 MPa mientras que a 450°C disminuye a 382.8 MPa . La elongación a 25°C es de 60.0% y a 450°C disminuye a 44.0% .

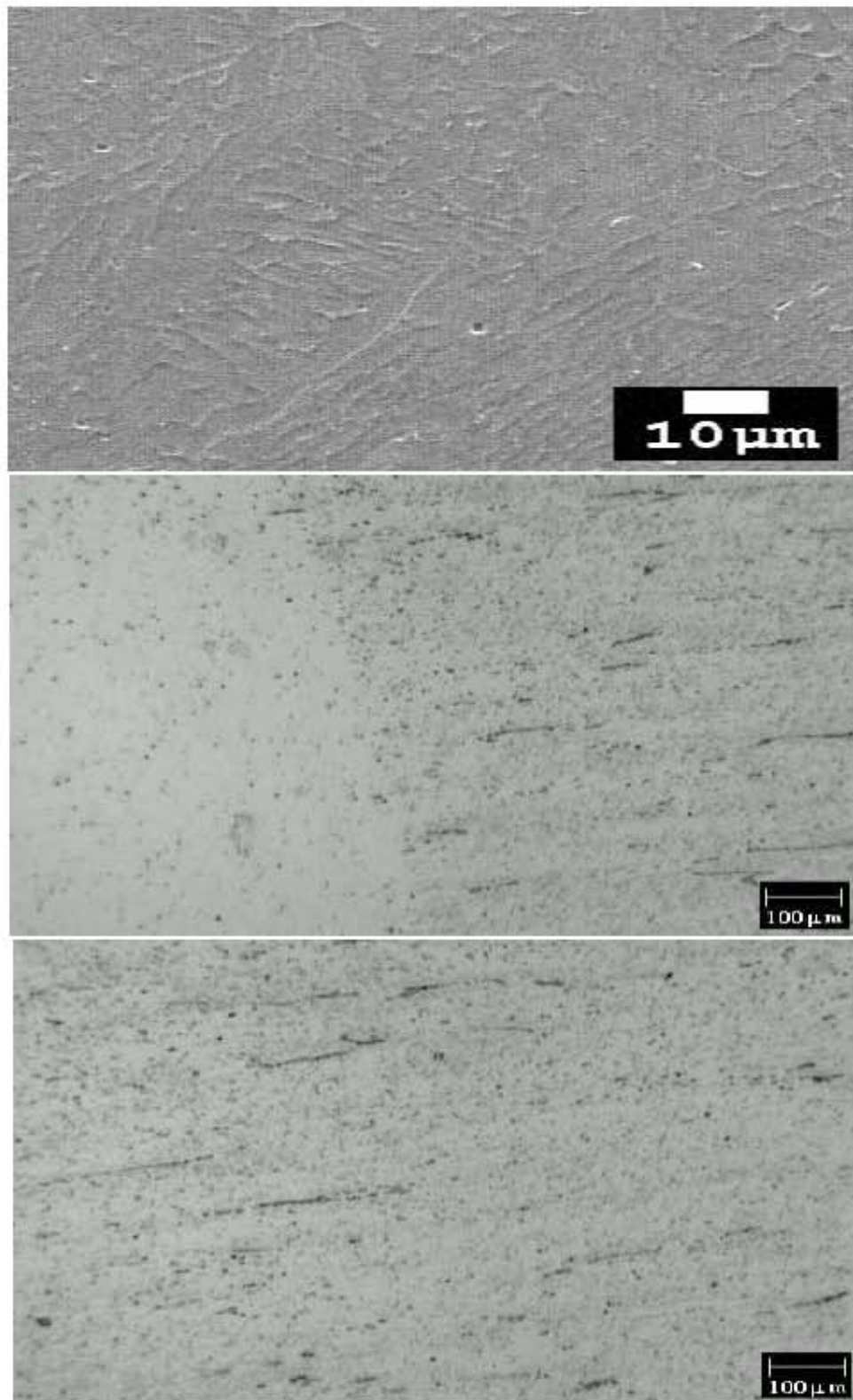


Figura 10. Microfotografía de la muestra 5 a) cordón de soldadura b) zona afectada por el calor y c) material base.

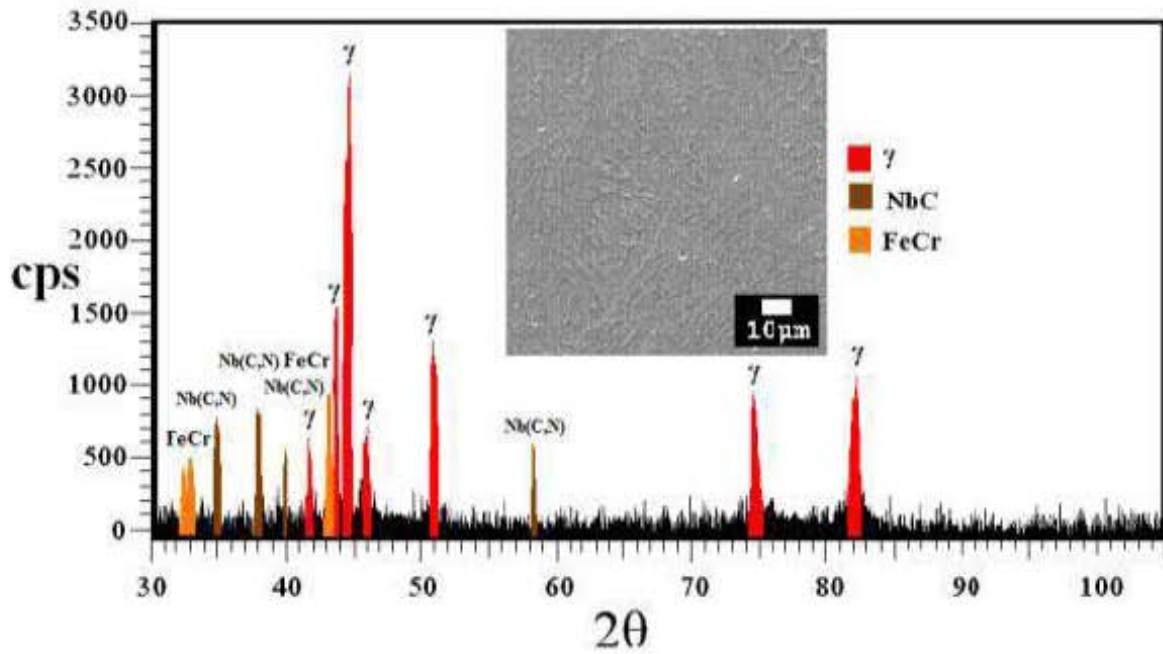


Figura 11. Patrón de difracción de rayos-x en el cordón de soldadura muestra 5.

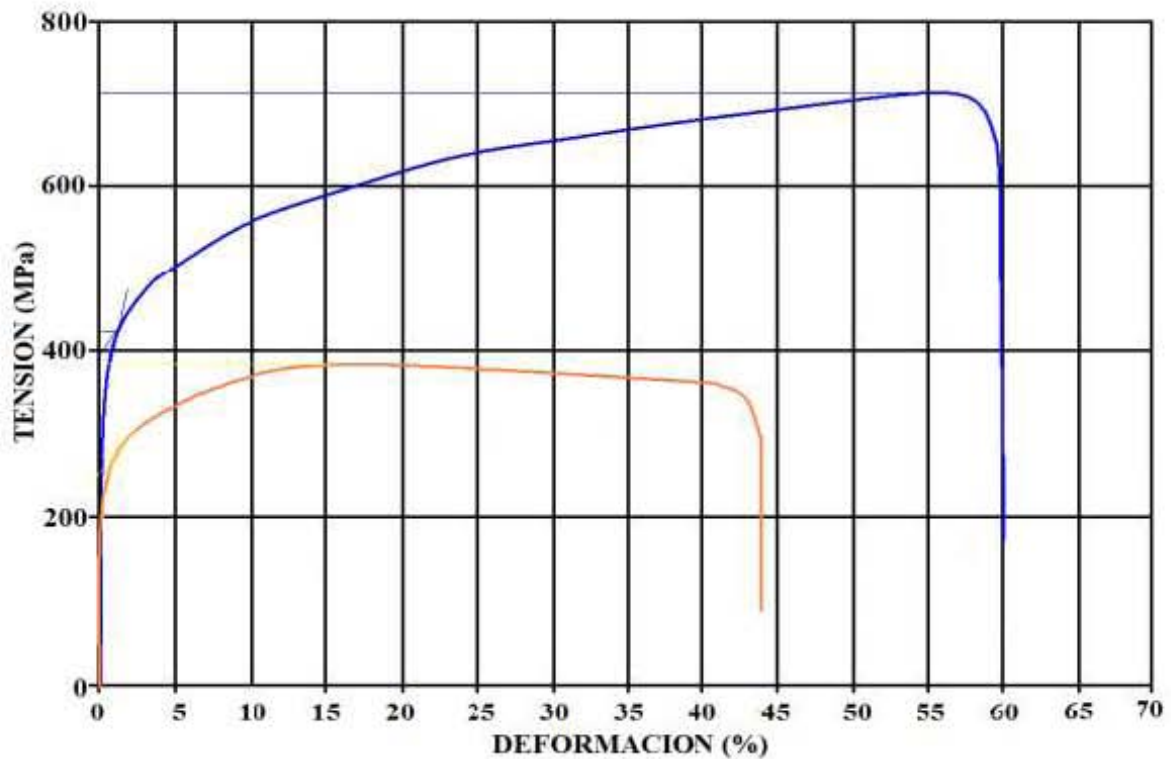


Figura 12. Propiedades mecánicas de la muestra 5. Línea azul a temperatura ambiente, línea naranja a 450°C.

Muestra 6.

Por último, en este tratamiento térmico se calentó sin restricción, de temperatura ambiente hasta 315°C, luego de 315°C hasta 600°C se calentó a una tasa de 102°C por hora, esta temperatura se mantuvo por 120 minutos aproximadamente. Después con la misma tasa de enfriamiento la muestra se recalentó hasta a 1150°C y se mantuvo por otras 2 horas. El ciclo de enfriamiento fue de 1150°C hasta 950°C, con una tasa de enfriamiento de 102°C por hora, a esta temperatura permaneció por 60 minutos, posteriormente de 950°C hasta temperatura ambiente el horno fue apagado y se graficó la caída de la temperatura. En la figura 13 se ejemplificó bien este tratamiento. Donde se observa que el tratamiento duro aproximadamente 27 horas.

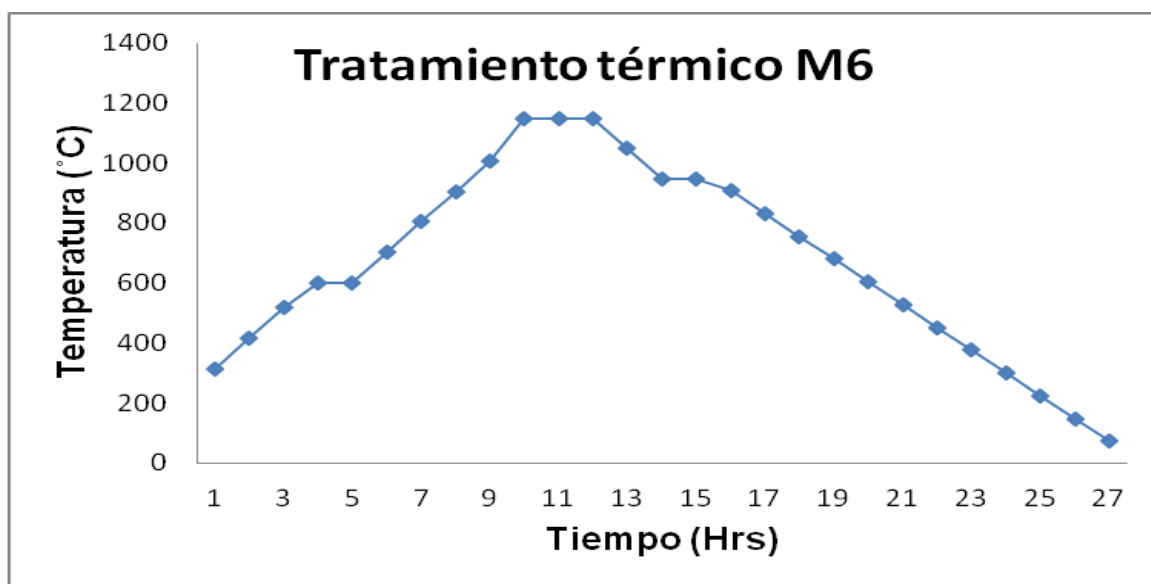


Figura 13. Ciclo de calentamiento y enfriamiento para la muestra 6.

Se observó, en la figura 14, la microestructura que muestra la presencia de granos elongados de austenita, con la presencia de compuestos intermetálicos del tipo FeCr (B₂) en el límite de grano y carbonitruros alineados en la matriz. La presencia de este compuesto intermetálico continuo en el límite de grano causa una disminución en las propiedades mecánicas del cordón de soldadura. Esta figura muestra en la parte "a" una matriz austenítica con presencia de carburos en los límites de grano de los brazos dendríticos, estos tienen un promedio de 86µm. En la parte b se tiene un tamaño de grano de 65µm con precipitados en el límite de este. Por último en la parte c el tamaño de grano de la austenita es de 31µm y es esta muestra la que presento mayor cantidad de precipitados alineados en dirección de la deformación.

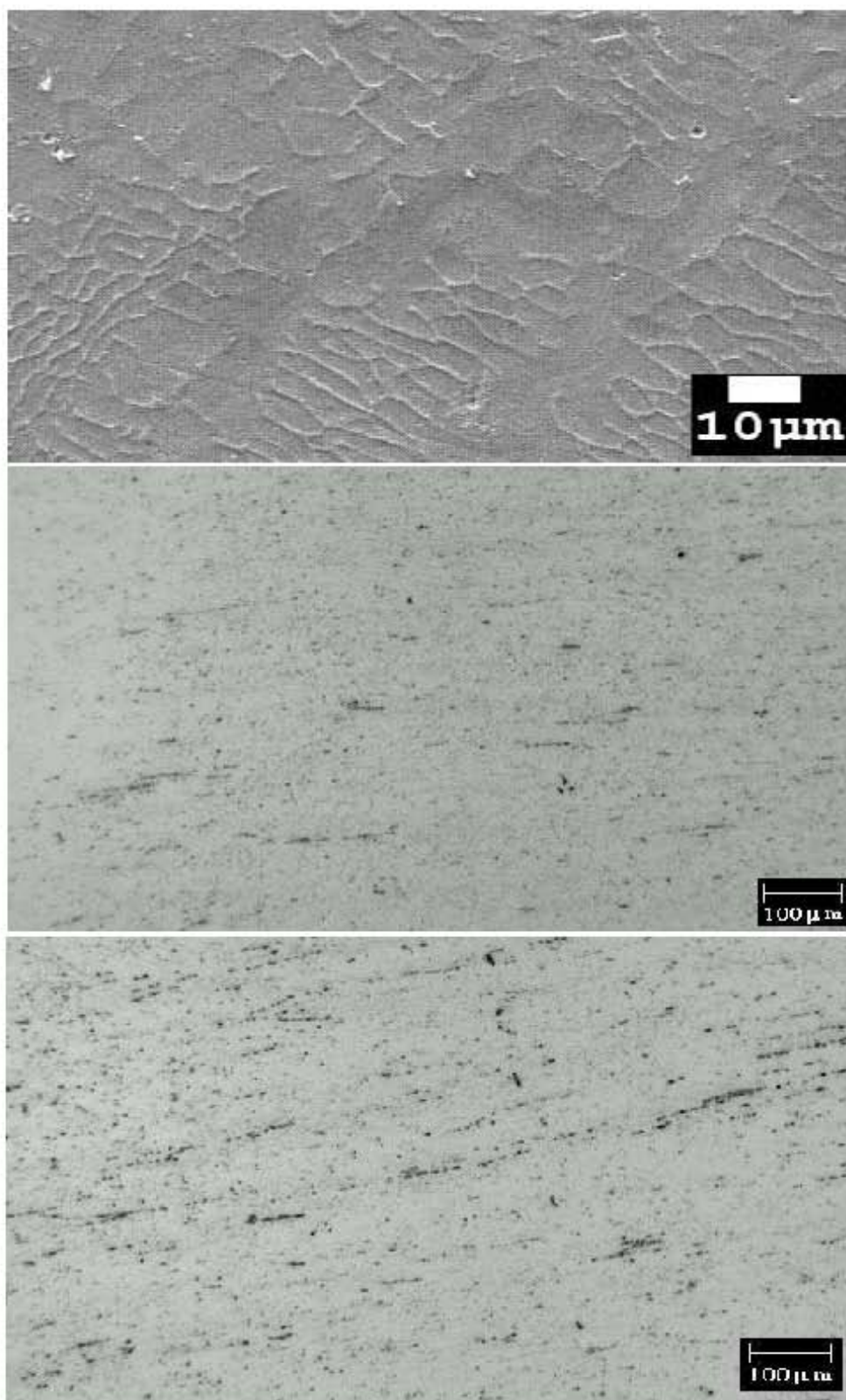


Figura 14. Microfotografía de la muestra 6 a) cordón de soldadura, b) zona afectada por el calor y c) material base.

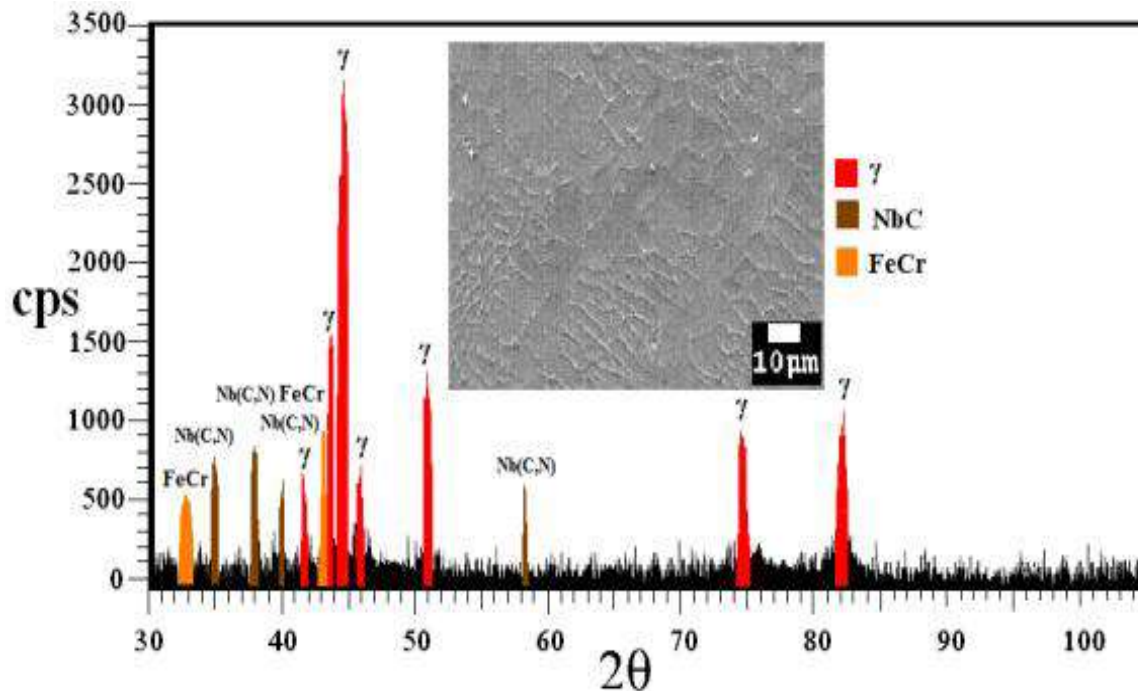


Figura 15. Patrón de difracción de rayos-x en el cordón de soldadura muestra 6.

La figura 15 muestra el patrón de difracción de rayos-x de la muestra 6, donde se detectó la fase austenítica, con una estructura cristalina cúbica y parámetro de red $a=3.55\text{-}3.58 \text{ \AA}$. Adicionalmente se detectó la presencia de carbonitruros de niobio, con una estructura cristalina cúbica y parámetro $a=4.52\text{-}4.55 \text{ \AA}$.

La figura 16 presentó las curvas tensión-deformación para la muestra 6 a temperatura ambiente (25°C) y a 450°C , como se pudo observar, el límite de cadencia a 25°C es de 200.0 MPa, el cual se mantuvo a 450°C . El valor de última resistencia a la tensión a 25°C es de 676.0 MPa mientras que a 450°C disminuyó a 470.0 MPa. La elongación a 25°C es de 58.0% y a 450°C disminuyó a 42.3%.

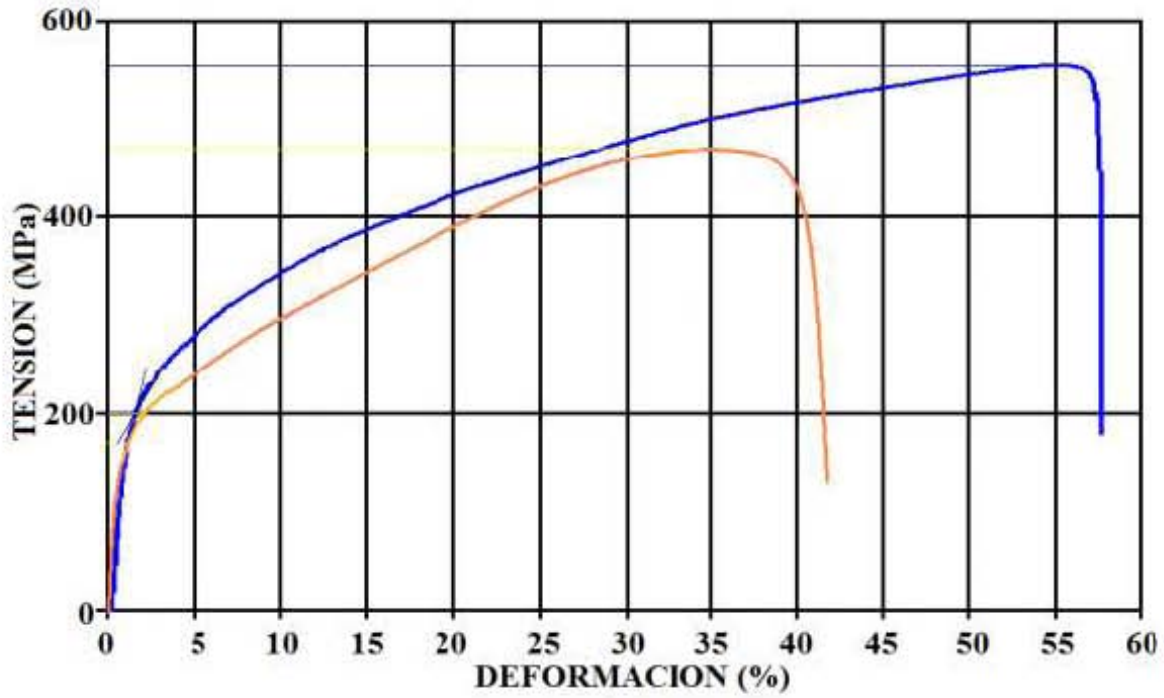


Figura 16. Propiedades mecánicas de la muestra 6. Línea azul a temperatura ambiente, línea naranja a 450°C.