

**PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL PERÚ**

**ESCUELA DE POSGRADO**



**TÍTULO:**

**EVALUACIÓN DE LA INFLUENCIA DE LOS GASES DE PROTECCIÓN DE  
SOLDADURA EN LAS PROPIEDADES DEL ACERO INOXIDABLE UNS S32707**

**Trabajo de investigación para optar el grado de**

**Magíster en Ingeniería de Soldadura**

**Presentado por:**

**JOSÉ ALBERTO BEJARANO ULLOA**

**ROLANDO MARIO NUÑEZ MONRROY**

**Asesor:**

**Dr. Paul Pedro Lean Sifuentes**

**Lima - 2018**

## RESUMEN

Los aceros inoxidable dúplex están siendo utilizados en diversas aplicaciones tales como plantas de generación de energía, instalaciones para desalinización y construcciones marinas, debido a sus excelentes propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión; los aceros inoxidable híper dúplex, han sido desarrollados para aplicaciones extremas como en intercambiadores de calor donde las generaciones anteriores no alcanzan a cubrir los requerimientos solicitados, sin embargo, no han sido estudiados aún con detenimiento respecto a la variación de estas propiedades frente al ciclo térmico generado por la soldadura y la influencia de los gases de protección.

El objetivo de la presente investigación es evaluar la influencia de las mezclas de gases Ar+2%N<sub>2</sub>, Ar+5%N<sub>2</sub> y N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub>, sobre las propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión del acero inoxidable híper dúplex UNS S32707, a través de la ejecución de líneas de fusión longitudinales en tuberías de 25,4 mm. de diámetro.

Según la metodología experimental, inicialmente se llevó a cabo la caracterización del material base a través de ensayos mecánicos, análisis químico y evaluación metalográfica; luego se procedió con la caracterización de la zona fundida, mediante inspección visual y registro fotográfico, propiedades mecánicas a tracción, ensayo metalográfico, ensayo de dureza, análisis de la fractura por microscopía electrónica de barrido y microanálisis químico por espectrometría de energía dispersiva de rayos X (EDS).

Por otro lado, se llevó a cabo la predicción y cuantificación de las fases presentes en las zonas de fusión basada en modelos empíricos de predicción mediante los diagramas de Espy, Outokumpu (Schaeffler-De Long modificado), WRC-92, McCowan y Olson; y la medición a través de ferritometría, método estereológico (de acuerdo a ASTM E562-11) y difracción de rayos x (DRX). Finalmente, se evaluaron las uniones soldadas mediante ensayos de corrosión de acuerdo a la norma ASTM G48-11 (Método C), y se caracterizaron las muestras corroídas por macrografía y metalografía.

Como resultado del presente trabajo se ha concluido que la mezcla Ar+2%N<sub>2</sub>, fue la que presentó mejor comportamiento en referencia a propiedades mecánicas (más cercanas a las del material base), balance de fases ferrita-austenita, composición química (mayor número PREN), y menor pérdida de peso en los ensayos de corrosión; los modelos empíricos propuestos por Espy y Outokumpu demostraron ser los más apropiados para ser utilizados con aceros inoxidable híper dúplex, debido a que muestran la mejor correlación comparados con los valores de ferrita medidos mediante ferritometría y el método estereológico.

## AGRADECIMIENTOS

Agradecimiento especial al generoso apoyo del personal del Canadian Center for Welding and Joining de la Universidad de Alberta en Canadá, por el desarrollo de los ensayos de medición del nitrógeno, gracias a lo cual fue posible soportar las conclusiones de esta investigación.

Agradecimiento especial al personal del Laboratorio de Materiales de la Sección Ingeniería Mecánica, ya que, sin el soporte de su equipamiento e infraestructura no hubiera sido posible llevar a cabo este trabajo de investigación.

Agradecimiento especial al personal del Centro de Caracterización Avanzada de la PUCP (CAM-PUCP), por la disposición para el uso de los equipos de difracción de rayos x y microscopio electrónico de barrido, herramientas vitales para el desarrollo del presente trabajo.

Agradecimiento especial al personal del Laboratorio de Manufactura de la Sección Ingeniería Mecánica por su apoyo en la ejecución de las líneas de fusión para el presente trabajo.

Agradecimiento especial al Dr. Ing. Paul Lean Sifuentes y al Dr. Francisco Rumiche Zapata, por su apoyo a través de la dirección del programa de Maestría en Ingeniería de Soldadura por el financiamiento parcial de los consumibles utilizados en este proyecto, así como por sus consejos y revisiones para la edición de este documento y al Dr. Julio Acosta Sullcahuamán, por la revisión final.

Agradecimiento especial a nuestras familias y seres queridos por la comprensión y paciencia durante el tiempo que duró el proceso de ejecución del presente trabajo.

## INDICE

INDICE.....	1
INTRODUCCIÓN.....	3
1. ESTADO DEL ARTE .....	6
<b>1.1 GENERALIDADES DE LOS ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX.</b> .....	6
<b>1.2 PROPIEDADES FÍSICAS.</b> .....	9
<b>1.3 PROPIEDADES MECÁNICAS.</b> .....	10
<b>1.4 COMPOSICIÓN QUÍMICA.</b> .....	12
<b>1.5 RESISTENCIA A LA CORROSIÓN.</b> .....	12
<b>1.6 ASPECTOS METALÚRGICOS DE LOS ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX.</b> .....	14
1.6.1 PROCESO DE SOLIDIFICACIÓN . .....	14
1.6.2 PRECIPITACIÓN DE FASE SIGMA . .....	18
1.6.3 FRAGILIZACIÓN A 475°C . .....	19
<b>1.7 FABRICANTES DE ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX.</b> .....	19
<b>1.8 GASES DE PROTECCIÓN Y CALOR DE APORTE.</b> .....	20
2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	23
<b>2.1 DISEÑO DEL EXPERIMENTO.</b> .....	23
2.1.1 SELECCIÓN DE GASES DE PROTECCIÓN.....	23
2.1.2 PROCEDIMIENTO EMPLEADO EN LAS LÍNEAS DE FUSIÓN.....	23
2.1.3 MONTAJE PARA LA EJECUCIÓN DE LAS LÍNEAS DE FUSIÓN. ....	24
<b>2.2 CARACTERIZACIÓN DE MATERIAL BASE Y ZONAS FUNDIDAS.</b> .....	25
2.2.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA.....	25
2.2.2 ANÁLISIS METALOGRAFICO.....	25
2.2.3 PROPIEDADES MECÁNICAS.....	26
2.2.4 MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO. ....	29
2.2.5 ENSAYOS DE CORROSIÓN.....	29
2.2.6 PREDICCIÓN DE FERRITA DELTA. ....	31
2.2.7 MEDICIÓN DE FERRITA DELTA Y AUSTENITA.....	32
2.2.8 ANÁLISIS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X. ....	35
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	37
<b>3.1 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL BASE.</b> .....	37
3.1.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA.....	37



3.1.2 MICROESTRUCTURA.....	37
3.1.3 PROPIEDADES MECÁNICAS.....	39
<b>3.2 CARACTERIZACIÓN DE LAS ZONAS FUNDIDAS.....</b>	<b>41</b>
3.2.1 OBSERVACION MACROGRÁFICA.....	41
3.2.2 COMPOSICIÓN QUÍMICA.....	43
3.2.3 PROPIEDADES MECÁNICAS.....	43
3.2.4 MEDICIONES DE DUREZA EN ZONAS DE ESTRICCIÓN.....	49
3.2.5 MICROGRAFÍAS DE LA ZONAS FUNDIDAS.....	50
3.2.6 ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO.....	58
<b>3.3 ENSAYOS DE CORROSIÓN POR INMERSIÓN.....</b>	<b>62</b>
3.3.1 PÉRDIDA DE PESO.....	62
3.3.2 CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS SOMETIDAS A ENSAYO DE CORROSIÓN.....	76
<b>3.4 PREDICCIÓN DE FERRITA VS MEDICIÓN DE FERRITA.....</b>	<b>82</b>
3.4.1 PREDICCIÓN DE FERRITA A TRAVÉS DE DIAGRAMAS DE CONSTITUCIÓN.....	82
3.4.2 MEDICION DE FERRITA A TRAVÉS DE FERRITOMETRÍA.....	88
3.4.3 MEDICIÓN DE FERRITA A TRAVÉS DE DIFRACCION DE RAYOS X.....	90
3.4.4 MEDICIÓN DE FERRITA A TRAVÉS DEL MÉTODO ESTEREOLÓGICO.....	91
<b>3.5 MATRIZ DE EVALUACIÓN DE COMPORTAMIENTO A CORROSIÓN.....</b>	<b>93</b>
<b>3.6 MATRIZ DE DECISIÓN PARA EVALUACIÓN GENERAL.....</b>	<b>95</b>
CONCLUSIONES.....	97
RECOMENDACIONES.....	100
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	101

## INTRODUCCIÓN

El ISSF (International Stainless Steel Forum) indica que se producen cerca de 50 millones de toneladas métricas de acero inoxidable a nivel mundial cada año. Del total, el 95% es representado por los aceros austeníticos y ferríticos, de otro lado solamente el 1% corresponde a los aceros inoxidables dúplex; estos últimos, se presentan como francos competidores de los aceros inoxidables austeníticos y su consumo crece anualmente un 6%. Lo anterior, debido principalmente a su menor dependencia de las fluctuaciones del precio internacional del níquel y a sus características mecánicas y químicas superiores. De allí se deriva que, dado el enorme potencial de crecimiento, la investigación esté enfocada hoy en día en el desarrollo de esta familia de aceros inoxidables, y especialmente de las nuevas aleaciones denominadas aceros híper dúplex.

Seis conferencias internacionales han sido fundamentales en el desarrollo de los aceros inoxidables dúplex: St Louis - USA (1982), Den Hague - Holanda (1986), Beam – Francia (1991), York – Inglaterra (94), Maestricht – Holanda (1997) y Venecia – Italia (2000) [1]. Actualmente son numerosos los trabajos de investigación al respecto y su crecimiento irá en aumento dadas las nuevas aplicaciones en pulvimetalurgia, rociado térmico y manufactura aditiva.

Uno de los temas de desarrollo de mayor relevancia, es la relación entre el gas de protección y su influencia en las propiedades de las uniones soldadas de aceros inoxidables dúplex, por lo cual, ha sido y continúa siendo objeto de constantes esfuerzos de investigación. Al respecto, se ha llegado a un acuerdo sobre la importancia del nitrógeno como estabilizador de la austenita no solo como elemento de aleación, sino que también se reconoce dicho rol cuando se añade en las mezclas de los gases de protección. Sin embargo, aunque la proporción adecuada ha sido relativamente ya definida para las aleaciones que conforman las familias de lean dúplex y súper dúplex, no es el caso para los aceros inoxidables hiperdúplex, sobre los cuales continúa la discusión.

Por otro lado, la creciente importancia de estos aceros inoxidables soportada por sus excelentes propiedades físico – químicas, gracias a las cuales superan a aleaciones de uso extendido como los aceros inoxidables austeníticos, hace que cada vez sean más usados en la industria “off-shore” (mar adentro) del petróleo y el gas, en plantas de desalinización, en tubos para intercambiadores de calor, en plantas de papel, en equipos de manejo de productos tóxicos y en la industria naval en cuerpos de bombas y demás elementos mecánicos en contacto con agua de mar. No obstante, dichas ventajas basadas en el balance ferrita – austenita, la composición química y un tamaño de grano fino, se ven

afectadas negativamente como resultado de soportar el ciclo térmico propio de los procesos de soldadura por arco eléctrico.

El campo de desarrollo de esta investigación tiene por objeto primordial evaluar la influencia de tres mezclas de gases con porcentajes distintos de nitrógeno en las propiedades del acero inoxidable híper dúplex UNS S32707.

La hipótesis de este estudio consistió en considerar que las variaciones en el porcentaje de nitrógeno en la composición química de los gases de protección, tanto de cara como de raíz, tendrían una influencia directa en las propiedades finales de la zona que sufra el ciclo térmico derivado de la soldadura en aceros hiperdúplex.

En tal sentido, el procedimiento experimental, consistió en realizar líneas de fusión en un tubo de 25,4 mm de diámetro mediante el proceso GTAW, sin material de aporte y usando tres combinaciones de gases seleccionados a partir de lo reportado en la literatura para aceros súper dúplex: Ar+2%N<sub>2</sub> (Cara y raíz), Ar+5%N<sub>2</sub> (Cara y raíz) y N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub> (Cara) y 100%Ar (raíz).

En el presente trabajo de investigación, en el capítulo 1, se lleva a cabo la revisión del estado del arte, donde se presenta una descripción general de los aceros inoxidables dúplex resumiendo sus principales propiedades, características metalúrgicas y una breve revisión de la influencia de los gases de protección en los procesos de unión por soldadura, en el capítulo 2, se presenta con detalle la metodología experimental, la que consiste de la descripción de las condiciones y métodos de ensayo utilizados en esta investigación. Finalmente, en el capítulo 3 se presentan los resultados correspondientes a la experimentación y la discusión.

Para esta investigación se definieron los siguientes objetivos:

**Objetivo principal:**

Determinar la influencia de la composición química del gas de protección de soldadura en las propiedades del acero inoxidable UNS S32707.

**Objetivos específicos:**

Realizar la caracterización química, mecánica y microestructural del material base.

Evaluar el comportamiento mecánico a tracción de la zona fundida a bajas temperaturas.

Evaluar la resistencia a la corrosión por picaduras de la zona fundida.

Realizar la predicción del porcentaje de ferrita en la zona fundida a través de la selección del modelo más adecuado.

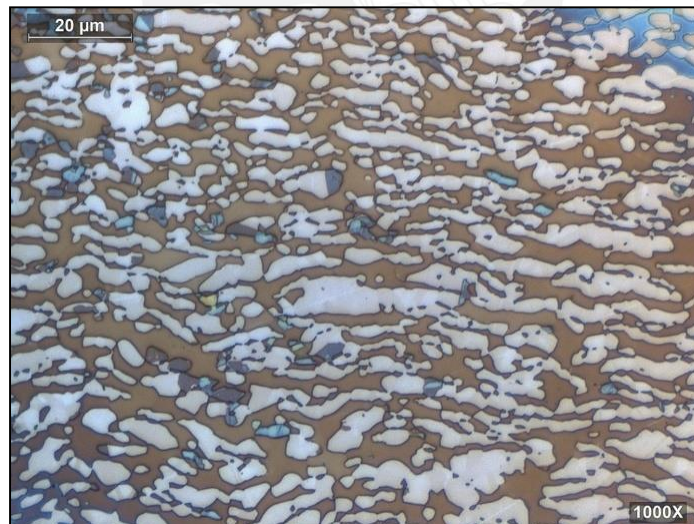
Realizar la cuantificación del porcentaje de ferrita en la zona fundida a través de diversas técnicas tales como ferritometría, métodos estereoscópicos, y difracción de rayos X.



## 1. ESTADO DEL ARTE

### 1.1 GENERALIDADES DE LOS ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX.

Como su nombre lo indica los aceros inoxidable dúplex son aceros bifásicos que presentan teóricamente una proporción de 50% ferrita y 50% austenita a temperatura ambiente, aunque en la realidad presentan proporciones de ferrita entre 25% y 70% tal como es aceptado por AWS D10.18 [2] o entre 35% y 65% de acuerdo con NACE MR 0175 [3]. Sus excelentes propiedades químicas y mecánicas derivan no solo de su composición química, sino de dicho balance de fases (ver Figura 1). De allí, que cuando se desarrollan aplicaciones que involucran uniones soldadas, durante el diseño del procedimiento de soldadura es importante no solo considerar criterios de soldabilidad tecnológica, los cuales son similares a los requeridos para la soldadura de los aceros inoxidable austeníticos, sino que además debe considerarse la proporción de fases obtenidas después del ciclo térmico. Con base en la composición química y por tanto en su número de resistencia a la picadura equivalente ( $PRE_N$ ) estos aceros son clasificados de menor a mayor resistencia en cinco familias: los lean dúplex (LDSS), los dúplex (DSS), los dúplex altamente aleados, los súper dúplex (SDSS) y la familia más reciente de los hiper dúplex (HDSS) estos últimos, con un  $PRE_N$  superior a 45 [4,5].



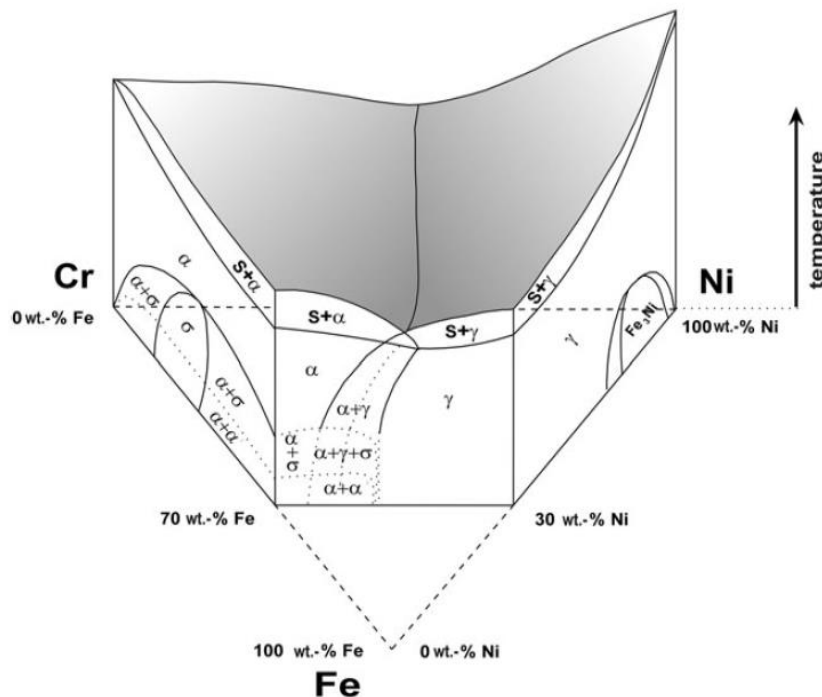
**Figura 1.** Micrografía del acero UNS S32707.

Esta familia de aleaciones está desplazando en ciertas aplicaciones no solo a los aceros inoxidable austeníticos sino además al bronce al silicio y al bronce al aluminio en la industria naval [6]. Es importante mencionar, que también existe una familia de aleaciones diseñadas específicamente para la producción de piezas de fundición, ejemplos de ello

son: UNS J93372 (ASTM A890 Grado 1B, CD4MCuN) y UNS J92205 (ASTM A890 Grado 4A, CD3MN) [7].

Estos aceros presentan las ventajas y desventajas de los aceros inoxidable ferríticos y austeníticos. Su solidificación en la mayoría de los casos es 100% ferrítica la cual depende del porcentaje de nitrógeno, y la austenita presente a temperatura ambiente, es formada durante el proceso de enfriamiento mediante un mecanismo de difusión controlado en estado sólido [8]. En comparación con los aceros inoxidable austeníticos de la serie 300, tienen el doble de límite de fluencia, mayor resistencia a la corrosión por picaduras, así como mayor resistencia a la corrosión bajo tensión. Sin embargo, el valor de elongación es menor en comparación con los aceros inoxidable ferríticos, aunque presentan mayor tenacidad al impacto [9].

El constante desarrollo de estos aceros ha tenido como base el control del balance de fases, los aceros inoxidable dúplex están basados en el sistema Fe-Cr-Ni-N (ver Figura 2) y se caracterizan por la disminución del porcentaje de carbono de 0,08% a 0,025%, el reconocimiento de la importancia del nitrógeno aumentando de 0% a 0,4% así como un incremento en los porcentajes de molibdeno de 0,05% hasta 5%.



**Figura 2.** Sección cuasi-binaria del Diagrama Fe-Cr-Ni a 70% de Fe [8].

Los elementos de aleación más importantes, son aquellos que promueven la formación de ferrita y austenita, aunque pueden estar presentes otros que otorgan características

específicas. Elementos como el molibdeno, el silicio, el niobio y especialmente el cromo se añaden como estabilizadores de la ferrita (elementos alfégenos), de otro lado, elementos como el carbono, el nitrógeno, el manganeso y especialmente el níquel se añaden como estabilizadores de la austenita (elementos gammágenos) (ver Tabla 1). De allí que la proporción de los elementos de aleación y su influencia en la estabilización de las fases mencionadas sea la base para la construcción de los diagramas para predicción de porcentaje de ferrita o del número de ferrita FN tales como Schaeffler, De Long, Espy, WRC-92, Balmford - Lippold, Sievert - McCowan, etc.; donde el elemento más importante después del cromo y el níquel es el nitrógeno el cual, considerado un elemento gammágeno, mejora la resistencia mecánica y aumenta la resistencia a la corrosión, aunque parte de este puede perderse durante el ciclo térmico de la soldadura. De otro lado, la resistencia a la corrosión de la ferrita se debe al contenido de cromo y molibdeno.

**Tabla 1.** Principales elementos de aleación en aceros inoxidable dúplex.

<b>Aleantes alfégenos</b>	<b>Aleantes gammágenos</b>
Cromo	Níquel
Molibdeno	Manganeso
Silicio	Carbono
Niobio	Nitrógeno
Titanio	Cobre
Aluminio	Cobalto
Vanadio	
Tungsteno	

Los aceros menos aleados denominados lean dúplex, son susceptibles a la transformación martensítica de la austenita por deformación en frío [10,11,12].

Adicionalmente presentan grano fino, lo cual al igual que en el caso de los aceros inoxidable austeníticos, a mayor número de tamaño de grano se observa un aumento tanto en el límite elástico como en su resistencia a la tracción, aunque una menor elongación [13].

Dada la importancia que el molibdeno tiene en la resistencia a la corrosión de estos aceros, en la Tabla 2 se presentan valores de cromo y molibdeno para algunos de los aceros inoxidable más usados en la industria, así como algunos nombres comerciales. Cabe mencionar que en la industria se encuentran aleaciones que aún no están clasificadas bajo ninguna especificación y son conocidas por sus nombres comerciales.

**Tabla 2.** Porcentajes de cromo y molibdeno en aceros inoxidable.

Número EN	Designación SAE – AISI o comercial	% Cromo	% Molibdeno
<b>Ferríticos</b>			
1.4003	-	10,5-12,5	NR
1.4016	430	16,0-18,0	NR
1.4113	434	16,0-18,0	0,9-1,4
1.4509	441	17,5-18,5	NR
1.4521	444	17,0-20,0	1,8-2,5
<b>Austeníticos</b>			
1.4301	304	17,5-19,5	NR
1.4311	304LN	17,5-19,5	NR
1.4401/4	316/316L	16,5-18,5	2,0-2,5
1.4435	316L (2,5% min Mo)	17,0-19,0	2,5-3,0
1.4406	316LN	16,5-18,5	2,0-2,5
1.4539	904L	19,0-21,0	4,0-5,0
1.4563	Sanicro 28	24,0-26,0	3,0-4,0
1.4547	254SMO	19,5-20,5	6,0-7,0
1.4529	1925hMo	19,0-21,0	6,0-7,0
1.4565	4565S	24,0-26,0	4,0-5,0
<b>Dúplex</b>			
1.40621	2202	22	0,4
1.4162	2101LDX	21,0-22,0	0,1-0,8
1.4362	SAF 2304	22,0-24,0	0,1-0,6
1.4462	SAF 2205	21,0-23,0	2,5-3,5
1.44102	SAF 2507	24,0-26,0	3,0-4,0
1.45012	Zeron 1002	24,0-26,0	3,0-4,0
1.45072	Ferrinox 2552	24,0-26,0	3,0-4,0

NR: no reportado.

Como se puede observar en la Tabla 2, en la familia de los aceros inoxidable dúplex, se evidencia una evolución en el tiempo del porcentaje del molibdeno siendo mayor en las aleaciones modernas, de allí se explica la correspondiente mejora en la resistencia a la corrosión, así mismo, se evidencia un aumento en los porcentajes de cromo. Es de anotar que las más recientes aleaciones llegan incluso hasta un 30% de cromo. Como se verá más adelante el papel de otros aleantes tales como el nitrógeno ha sido fundamental en el desarrollo de nuevas aleaciones.

## 1.2 PROPIEDADES FÍSICAS.

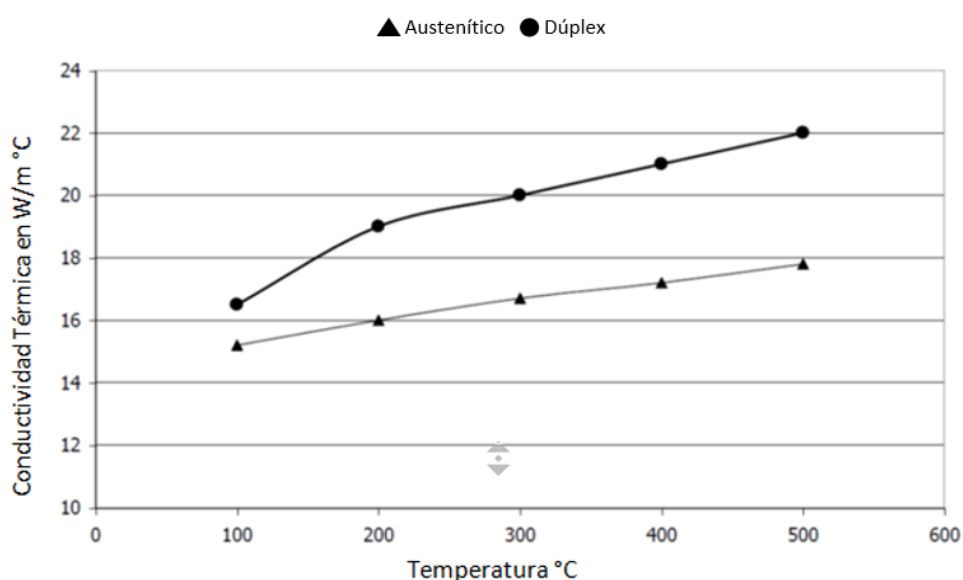
Dentro de las propiedades físicas de los aceros inoxidable dúplex (ver Tabla 3 y Figura 3), resalta su coeficiente de expansión térmica el cual tiene directa relación en las



deformaciones producidas por el ciclo térmico, lo cual hace que dichas deformaciones sean menores que las producidas por el mismo ciclo de dilatación-contracción en los aceros inoxidables austeníticos.

**Tabla 3.** Propiedades físicas de los aceros inoxidables dúplex [14]

Propiedades físicas	
Densidad	De 7,7 g/cm <sup>3</sup> a 7,85 g/cm <sup>3</sup>
Calor específico	De 450 W/kg-K a 505 W/kg-K
Resistividad eléctrica	De 0,75 μΩ-m a 0,85 μΩ-m
Coefficiente de expansión térmica	11,6 μm/m - K a 14,0 μm/m - K (Entre 21°C y 300°C)
Conductividad térmica	13 (W/m-K) a 20,1 (W/m-K)



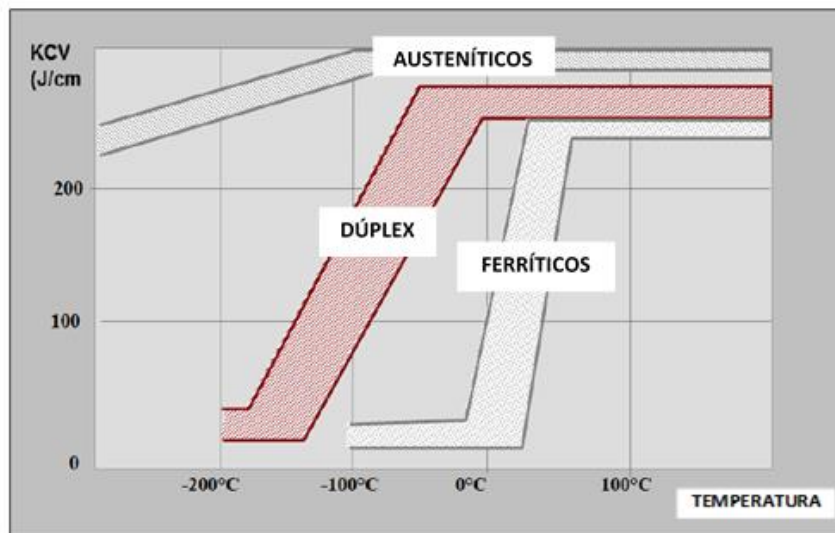
**Figura 3.** Conductividad térmica en función de la temperatura en aceros inoxidables dúplex. [15].

### 1.3 PROPIEDADES MECÁNICAS.

Respecto a las propiedades mecánicas (ver Tabla 4), destaca su resistencia a la tracción la cual es muy superior a la de los aceros inoxidables ferríticos y austeníticos. Sin embargo, su elongación es aproximadamente la mitad de aquella mostrada por los aceros inoxidables austeníticos. En cuanto a la tenacidad de los aceros inoxidables dúplex, esta muestra, valores intermedios entre los aceros inoxidables ferríticos y austeníticos [16,17] (ver Figura 4). Cabe mencionar que poseen marcada anisotropía, por lo cual, los valores mostrados corresponden a esfuerzos paralelos a la dirección de laminación.

**Tabla 4.** Propiedades mecánicas de algunos aceros inoxidables.

Propiedades mecánicas de algunos aceros inoxidables					
Familia	Clasificación UNS	Resistencia a la tracción (MPa)	Límite de fluencia 0.2% (MPa)	Elongación (%)	Dureza (HB)
Austeníticos	S30403	485	170	40	201
Ferríticos	S43000	450	205	22	183
Dúplex	S32304	600	400	25	290
	S32003	690	485	25	290
	S32900	620	485	20	271
	S31200	690	450	25	280
	S31803	620	450	25	290
	S32205	655	485	25	290
	S32550	760	550	15	297
Súper dúplex	S32750	800	550	15	300
	S32760	750	550	25	310
	S39274	800	550	15	310
Híper dúplex	S32707	920	700	25	318



**Figura 4.** Tenacidad de los aceros inoxidables-Charpy-V [18]

En cuanto al módulo de elasticidad, este se considera igual al de los aceros inoxidables ferríticos y austeníticos. Su porcentaje de elongación, es más cercano al de los ferríticos que al de los austeníticos y presenta valores que van desde el 15% hasta el 30%. De allí que este sea uno de los factores que impiden la aplicación directa de las ecuaciones que predicen la temperatura  $Md_{30}$ , temperatura según la cual el 50 % de austenita sufre una transformación martensítica con una deformación plástica del 30% dicha transformación está bien reportada para el caso de los aceros lean dúplex.

## 1.4 COMPOSICIÓN QUÍMICA.

La determinación de la composición química resulta muy importante si se considera que de ella depende no solamente el cálculo del número  $PRE_N$ , el cual da una idea de la resistencia a la corrosión, sino que además es la base para determinar tanto el cromo equivalente como el níquel equivalente en los modelos de predicción de ferrita.

La Tabla 5, muestra la composición química nominal del acero inoxidable dúplex UNS S32707, comparándola con la composición química del acero inoxidable austenítico SAE AISI 304L y la del acero inoxidable ferrítico SAE AISI 430, dentro de los aceros inoxidables, los dúplex poseen los mayores contenidos de nitrógeno.

**Tabla 5.** Composición química nominal del acero inoxidable UNS S32707 [19] vs. SAE AISI 304 y SAE AISI 430 [20]

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Co	N	Nb
UNS S32707	0,03	0,50	1,50	0,035	0,010	26 - 29	5,5 – 9,5	4 - 5	1,0	0,5 – 2,0	0,3 – 0,5	---
SAE AISI 304L	0,03	0,75	2,00	0,045	0,030	17,5-19,5	8 - 12	---	---	---	0,10	---
SAE AISI 430	0,12	1,00	1,00	0,040	0,030	16 - 18	0,75	---	---	---	---	---

## 1.5 RESISTENCIA A LA CORROSIÓN.

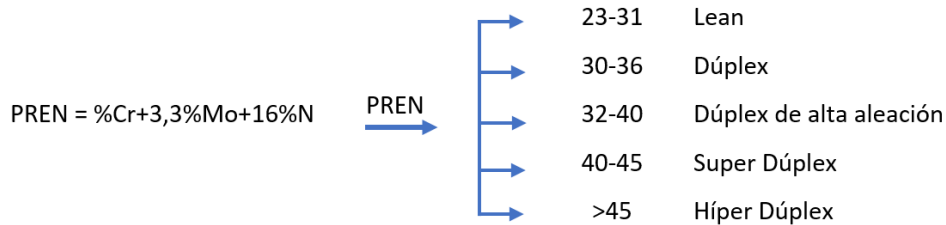
En general, los aceros inoxidables dúplex presentan un excelente comportamiento a la corrosión tanto por picadura como por resquicios, muy superior a la de los aceros inoxidables austeníticos, especialmente en ambientes ricos en cloruros o en presencia de sulfuro de hidrógeno ( $H_2S$ ) debido fundamentalmente a la presencia de cromo, molibdeno, tungsteno y nitrógeno. Así mismo, son muy resistentes a la corrosión bajo tensión. La resistencia a la corrosión es controlada mediante la composición química, el control de la precipitación de fases indeseables, la temperatura de exposición a la sustancia o ambiente corrosivo y al tipo de medio corrosivo al que sean expuestos.

Considerando la presencia del nitrógeno (N) muestran valores entre 40 y 50  $PRE_N$  (Pitting Resistance Equivalent Number) (Ecuación 1) y en algunas clasificaciones en donde se incluye como elemento de aleación al tungsteno (W) se trabaja con el número  $PRE_W$  (Ecuación 2), el cual continúa siendo un valor referencial para la resistencia a la corrosión por picaduras.

$$PRE_N = \%Cr + 3,3*\%Mo + 16*\%N... \quad (1)$$

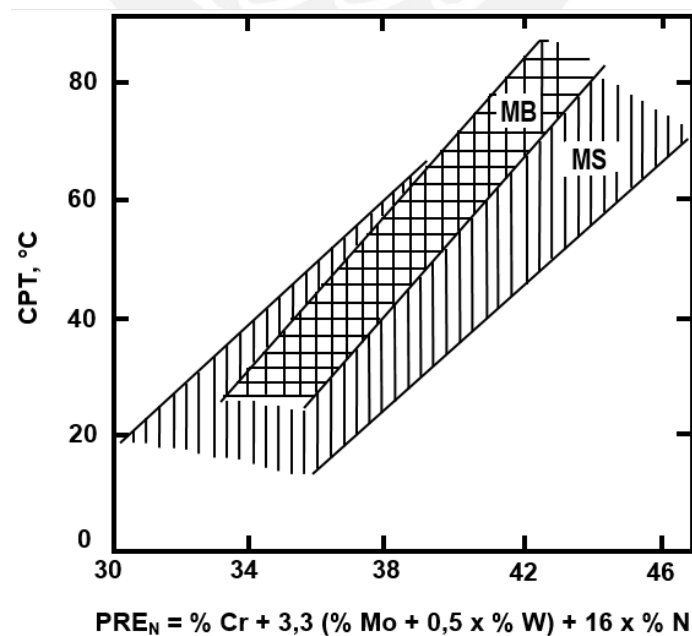
$$PRE_W = \%Cr + 3,3*(\%Mo + 0,5\%W) + 16*\%N... \quad (2)$$

Como se muestra en la Figura 5, el número  $PRE_N$  es utilizado como criterio de clasificación de los aceros dúplex. En el caso del acero de este estudio (UNS S32707 o SAF 2707 HD según el nombre comercial de Sandvik) el valor del número  $PRE_N$  es de 49.



**Figura 5.** Clasificación de aceros inoxidable dúplex en base al  $PRE_N$  [21].

En cuanto a la temperatura y su impacto en la relación con los procesos de corrosión son caracterizados normalmente mediante la llamada Temperatura Crítica de Picadura (CPT, por sus siglas en inglés) (ver Figura 6) así como la Temperatura Crítica de Corrosión por Resquicios (CCCT, por sus siglas en inglés). Para cada ambiente en particular, se encuentra una temperatura a la cual se detecta visualmente sin magnificación picaduras después de 24 horas de exposición, por debajo de dicha temperatura es muy poco frecuente que se presenten picaduras o corrosión por resquicios. Cabe resaltar, que mantienen la tendencia a tener menores valores de temperatura crítica para el caso de corrosión por resquicios que para corrosión por picadura por lo cual es recomendable al momento de diseñar las uniones soldadas evitar la presencia de dichos resquicios.



**Figura 6.** Relación entre el número  $PRE_N$  vs la CPT. [22]

## 1.6 ASPECTOS METALÚRGICOS DE LOS ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX.

Estos aceros son ofrecidos comercialmente con grano fino, por lo tanto, el crecimiento del tamaño de grano de la ferrita en la ZAC, así como en la zona central del cordón es una preocupación. Así mismo, tienen una marcada anisotropía, por ello, sus propiedades mecánicas son más dependientes que en otros aceros de la dirección de laminación, algo que debe considerarse al momento de soldar. La exposición al ciclo térmico tiene una relación directa en las propiedades y características metalúrgicas finales y es especialmente importante buscar el equilibrio de fases.

El ciclo térmico tiene influencia directa en los siguientes cambios:

- a) Desbalance en las fases.
- b) Crecimiento de los granos de ferrita en la zona afectada por el calor y en el metal de soldadura.
- c) Precipitación de austenita secundaria en soldaduras debido a velocidades de enfriamiento suficientemente lentas y en soldaduras con múltiples pasadas.
- d) Precipitación de fase sigma.
- e) Precipitación de fase  $M_{23}C_6$  o fase Chi (La cual depende mucho de la composición química del acero).
- f) Fragilización por fase  $\alpha'$ , también conocida como fragilización a 475 °C.
- g) Precipitación de nitruros de cromo.

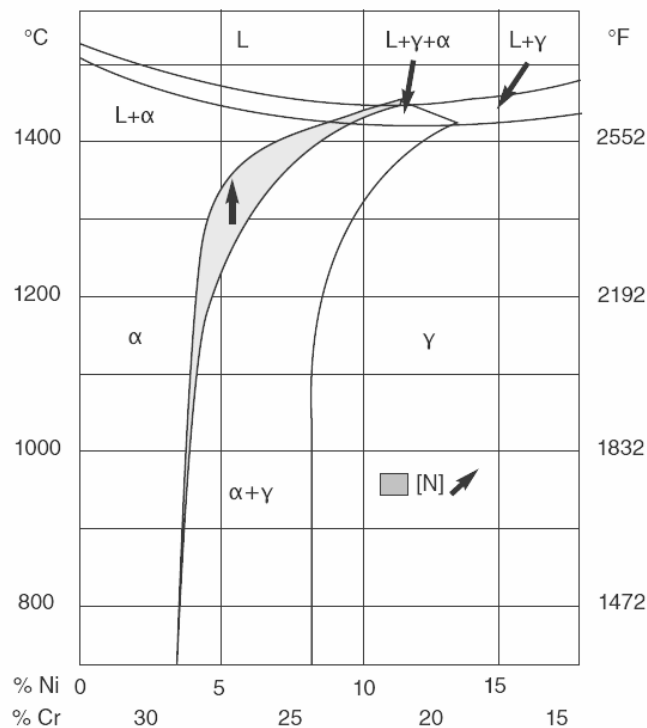
Las principales consideraciones al momento de la soldadura deben estar enfocadas en el control de:

- a) Las reacciones entre el material base y los gases en el charco de soldadura.
- b) El patrón de solidificación.
- c) La velocidad de enfriamiento.
- d) Tratamiento térmico. (siempre que este sea aplicable, normalmente en piezas fundidas).

### 1.6.1 PROCESO DE SOLIDIFICACIÓN [9].

Como se mencionó antes, el nitrógeno tiene un papel importante en estos aceros y el estudio de su función como estabilizador de la austenita ha sido fundamental en el desarrollo de nuevas aleaciones. En la Figura 7, se puede apreciar la influencia del

nitrógeno en dicha estabilización. Los porcentajes de nitrógeno presentes en los aceros dúplex superan los niveles de solubilidad a presión atmosférica, de allí que durante la fabricación sean usadas altas presiones para forzar su dilución. Lo anterior explica la pérdida de nitrógeno durante el calentamiento en el ciclo térmico cuando se lleva a cabo una unión soldada y por tanto es deseable que esa pérdida sea compensada mediante el uso de mezclas de gases de protección que contienen nitrógeno (entre 2% y 5% balance Ar); o cuando la soldadura incluye material de aporte, la pérdida de nitrógeno se compensa mediante la adición de níquel (9% aproximadamente). En el caso de este estudio se usaron mezclas con 2% N<sub>2</sub> y 5% N<sub>2</sub> balance Ar, así como la mezcla de 10% H<sub>2</sub> balance N<sub>2</sub>.

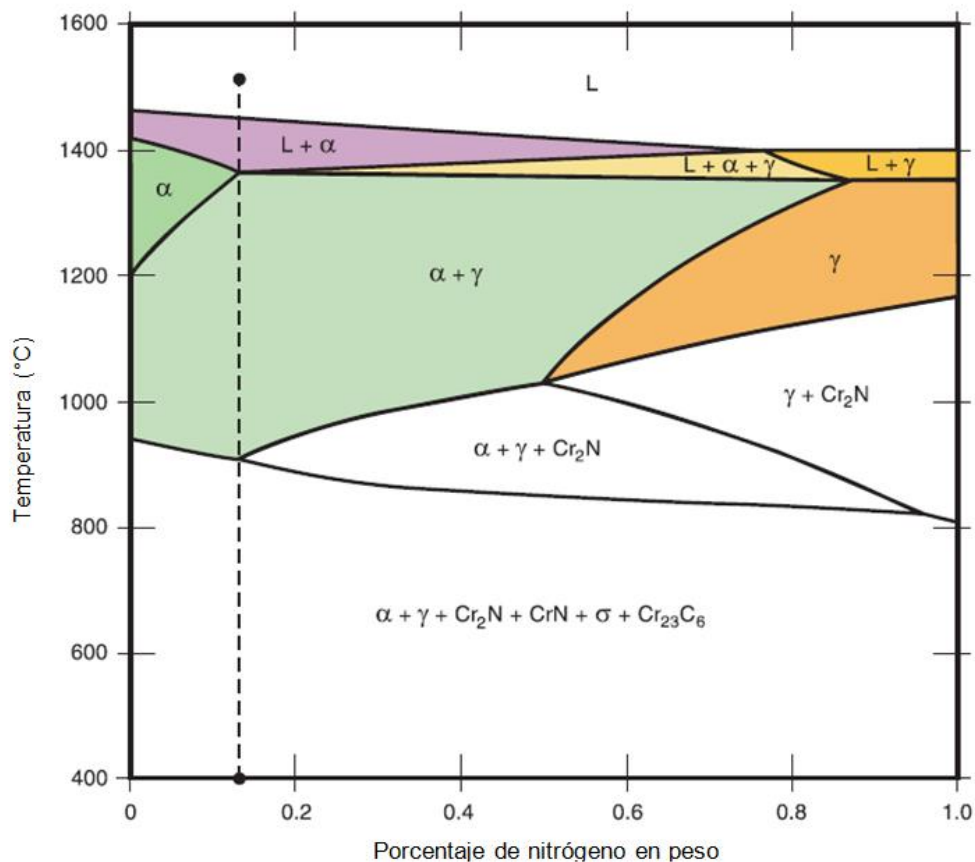


**Figura 7.** Influencia del nitrógeno en el diagrama Cr-Ni [23].

Considerando el porcentaje de nitrógeno en el acero hiperdúplex de este estudio (0,3% a 0,5% de N<sub>2</sub>), la solidificación esperada no es 100% ferrítica como si ocurre en las aleaciones de acero inoxidable dúplex que contienen hasta aproximadamente 0,14% de nitrógeno. Como se aprecia en la Figura 8, la solidificación está separada en dos zonas por una línea punteada. La primera a la izquierda, presenta una solidificación basada en ferrita primaria (L+α → α → α+γ), y la segunda a la derecha, presenta la solidificación basada en la aparición de ferrita primaria seguida por la reacción peritética (L+α → L+α+γ → α+γ), la

cuál es el caso del acero usado en este estudio, con un porcentaje de nitrógeno en peso de 0,413%.

Si el enfriamiento es suficientemente rápido como para suprimir la precipitación y crecimiento de la austenita, como es el caso de la soldadura, la precipitación de nitruros de cromo se da en la ferrita. Si por el contrario la velocidad de enfriamiento es suficientemente baja, como para producir la precipitación de la austenita y su crecimiento, parte del nitrógeno de la ferrita se difunde a la austenita disminuyendo así la cantidad de nitruros presentes en la matriz ferrítica.



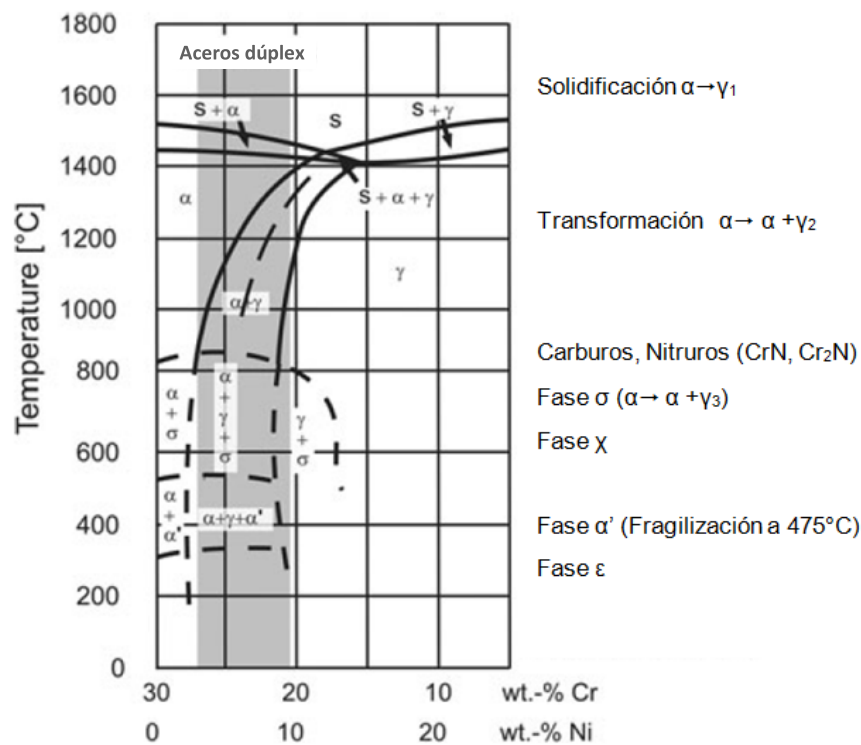
**Figura 8.** Diagrama de fase multicomponente como una función del porcentaje de nitrógeno [14].

Cuando la solidificación presenta ferrita primaria seguida de la reacción peritética dentro de la cual la austenita se forma tanto desde la fase líquida como desde la ferrita misma, los límites de grano de la austenita limitan el crecimiento del grano en la zona de fusión durante el enfriamiento en el estado sólido. Como consecuencia un grano más pequeño se presenta en la zona de fusión y la cantidad de nitruros de cromo disminuye debido a la difusión de parte del nitrógeno de la fase líquida a la austenita. La presencia de austenita

secundaria intragranular mejora la tenacidad debido a su morfología acicular y su orientación con respecto a la matriz de ferrita.

Cuando el balance de fases es modificado por el ciclo térmico de la soldadura la cantidad de ferrita puede ser incrementada y en ese caso los nitruros de cromo se pueden precipitar como consecuencia de la reducción en la solubilidad del nitrógeno en la ferrita en comparación con la austenita. Esta precipitación de nitruros de cromo produce zonas empobrecidas que genera una caída en su resistencia a la corrosión, si adicionalmente se precipitan fases frágiles se produce una caída en la tenacidad.

Está bien documentada la relación entre la temperatura y las fases precipitadas en el diagrama cromo - níquel [4, 24, 25]. Dada la riqueza en aleantes y la complejidad de las aleaciones si no se controla el aporte térmico y por tanto el enfriamiento la probabilidad de encontrar una gran cantidad de diversas fases indeseables es mucho mayor que en otros aceros inoxidables (ver Figura 9).



**Figura 9.** Precipitación de fases en función de la temperatura [2]

Para el caso de la aleación en estudio, el cálculo de la temperatura  $\Delta t_{8/5}$  ya no resulta útil si no que es un insumo para el cálculo de la temperatura  $\Delta t_{12/8}$ .



$$\Delta t_{8/5} = \frac{Qn}{2\pi k} \left[ \left( \frac{1}{773-T_0} \right) - \left( \frac{1}{1073-T_0} \right) \right] \dots \text{(3) (Placa gruesa)}$$

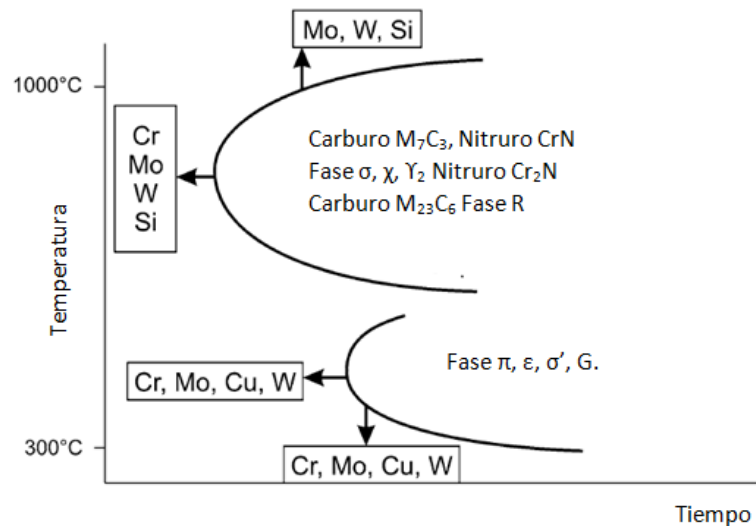
$$\Delta t_{8/5} = \frac{Qn^2}{2\pi k\rho c t^2} \left[ \left( \frac{1}{773-T_0} \right)^2 - \left( \frac{1}{1073-T_0} \right)^2 \right] F_2 \dots \text{(4) (Placa delgada)}$$

$$\Delta t_{12/8} = \Delta t_{8/5} \left[ \frac{\left( \frac{1}{1073-T_0} \right) - \left( \frac{1}{1473-T_0} \right)}{\left( \frac{1}{773-T_0} \right) - \left( \frac{1}{1073-T_0} \right)} \right] \dots \text{(5)}$$

### 1.6.2 PRECIPITACIÓN DE FASE SIGMA [14].

La fase sigma es probablemente el compuesto intermetálico más estudiado. En 1907, incluso antes del descubrimiento de los aceros inoxidable (en 1915 por Harry Brearley), Treischke y Tamman estudiaron el sistema Fe-Cr y propusieron la existencia de un compuesto intermetálico conteniendo Cr en el rango de 30 a 50 %. En 1927 Bain y Griffiths estudiaron el sistema Fe-Cr-Ni y observaron una fase frágil y dura, a la cual ellos llamaron contituyente B, con B de "brittle" (frágil). En 1936, Jett y Foote llamaron a esta fase sigma ( $\sigma$ ) y en 1951, Bergmann y Shoemaker determinaron a través de cristalografía, su estructura en el sistema Fe-Cr. Esta tenía una estructura tetragonal con 30 átomos por unidad de celda. La precipitación de fase sigma en el acero inoxidable puede ocurrir en los aceros inoxidables austeníticos, ferríticos y dúplex. La precipitación de esta fase intermetálica causa pérdida crucial de tenacidad y resistencia a la corrosión [26].

Esta precipitación tiene lugar en el rango de 900°C a 700°C y se produce en los límites de grano entre la ferrita y la austenita teniendo como origen en la ferrita dado su alto contenido en cromo, molibdeno y tungsteno (ver Figura 10). Debido a que la difusividad en la ferrita es mayor que en la austenita, la zona con mayores pérdidas de dichos aleantes se encuentra en dicha fase, de allí que la composición química de la zona empobrecida de la ferrita también tiene una pequeña diferencia en comparación con la fase sigma en crecimiento en relación a la zona empobrecida de la austenita. La cinética de la precipitación de la fase sigma es mucho más lenta tanto en los aceros inoxidables ferríticos y austeníticos en comparación con los aceros inoxidables dúplex y la velocidad de precipitación de dicha fase se ve favorecida esencialmente por altos niveles de cromo y la presencia de límites de grano entre ferrita y austenita.



**Figura 10.** Curva TTT para los aceros 2507 y 2304 [24] [27].

### 1.6.3 FRAGILIZACIÓN A 475°C [14].

El proceso de fragilización de la ferrita mediante una reacción de descomposición espinodal se inicia por debajo de los 475°C y es causada por la precipitación de una fase rica en cromo con estructura cúbica centrada en el cuerpo denominada  $\alpha'$ . Su velocidad de precipitación es mucho más lenta que en otras fases y se da a baja temperatura. Lo anterior explica porque el rango de temperatura de servicio recomendado por los fabricantes para exposiciones prolongadas en aplicaciones industriales esté limitado entre 250°C y 280°C. No obstante, por períodos cortos de exposición, por ejemplo, en intercambiadores de calor, esta temperatura puede ser mayor.

Como se mencionó anteriormente los ciclos térmicos van a modificar la estructura produciendo transformaciones de fase en estado sólido todas ellas generando una caída en la propiedades mecánicas y químicas del material base. De allí que todos los esfuerzos sean orientados a modificar lo menor que sea posible la estructura original.

### 1.7 FABRICANTES DE ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX.

En la Tabla 6, se presentan algunos de los principales fabricantes de aceros inoxidable dúplex, así como también los nombres comerciales de sus productos. Resulta importante indicar que existen aleaciones aún sin clasificar y que son designadas por sus nombres comerciales. El futuro de los aceros inoxidable dúplex estará en el afino de las proporciones de los aleantes actuales, así como en el papel de nuevos aleantes más que en el aumento del porcentaje de nitrógeno dado que las aleaciones modernas tienen porcentajes cercanos a la máxima solubilidad de  $N_2$  en el acero.

**Tabla 6. Fabricantes de aceros inoxidables dúplex.**

<b>Nombres comerciales</b>	<b>Fabricante</b>
K03	Arcelor Mittal Stainless UK Ltd
2101LDX	Outokumpu Ltd.
904L	Outokumpu Ltd.
254SMO 4565S	Outokumpu Ltd.
SAF 2304, SAF 2205, SAF 2507, SAF 2707, SAF 3207 Sanicro 28	Sandvik Steel UK
Zeron 100	Rolled Alloys
VM 22, VM25, VM 25S	Vallourec & Mannesmann tubes

### **1.8 GASES DE PROTECCIÓN Y CALOR DE APORTE.**

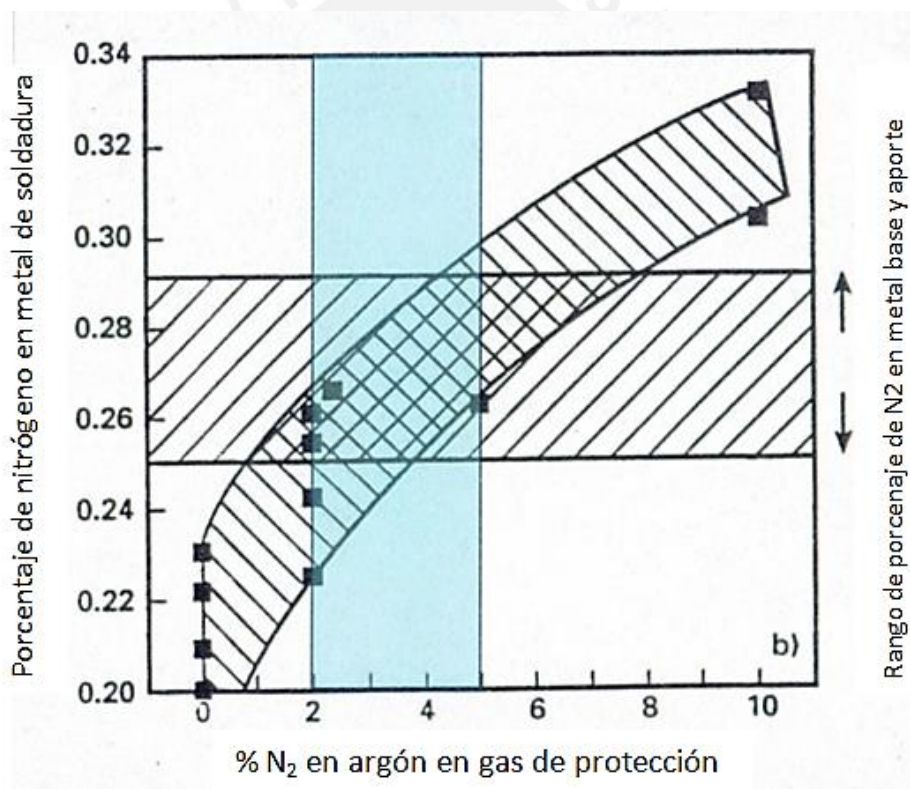
Tal como está documentado en las referencias [23,28,29,30], la composición química del gas de protección durante el ciclo térmico inducido por soldadura en los aceros inoxidables dúplex tiene relación directa con las características y propiedades metalúrgicas finales tanto de la ZAC, de la zona fundida o del metal de soldadura. Respecto a las primeras familias de aceros inoxidables dúplex existe un volumen importante de investigación respecto a esta influencia; sin embargo, en los aceros inoxidables híper dúplex no existen resultados definitivos respecto a esta interrelación entre metal base y gas de protección, ya sea en la protección de la raíz, como gas de respaldo o como gas de protección del arco de soldadura.

En base a lo estudiado en la actualidad, se han desarrollado recomendaciones para la soldadura de aceros inoxidables dúplex, las cuales son transmitidas a través de documentos editados por las instituciones vinculadas al desarrollo de códigos y normas de soldadura; por ejemplo, API TR 938-C [27] establece que el gas de respaldo "backing gas", para aplicaciones en la industria petrolera debe ser, 90%N<sub>2</sub>+10H<sub>2</sub>, 100% nitrógeno o mezclas de argón con no menos del 5% de nitrógeno. Respecto al gas de protección del arco, este puede ser 100% Ar o argón con máximo 2% nitrógeno; en ASME Sección II - Parte C se recomienda usar una mezcla de argón enriquecida con nitrógeno en máximo 3%. Adicionalmente en AWS A5.32 se recomienda una mezcla de argón con hasta 3% de N<sub>2</sub>. Para las mezclas con hidrógeno, al menos hasta el caso de los aceros inoxidables súper dúplex no se reporta una apreciable absorción de hidrógeno en la raíz [7].

Por otro lado, Wiktorowick y Couch [31] proponen específicamente para TIG orbital en aceros inoxidables lean dúplex mezclas de 20%He+1,1%N<sub>2</sub> balance Ar y para aceros inoxidables súper dúplex 20%He+2,25%N<sub>2</sub> balance argón. Adicionalmente añaden que para las aleaciones de aceros inoxidables dúplex con un contenido típico de 0,16% de N<sub>2</sub>,

para obtener un contenido similar de nitrógeno en el metal de soldadura, se usa una mezcla de Ar enriquecida con N<sub>2</sub> entre 1% y 1,2% y para aceros inoxidable súper dúplex con un contenido típico de 0,25% de N<sub>2</sub>, una mezcla de argón enriquecida con N<sub>2</sub> entre 2% y 2,5% (ver Figura 11). Así pues, siguiendo la misma proporción recomendada, para el acero inoxidable hiperdúplex con aproximadamente 0,4% de nitrógeno, se esperaría usar una mezcla enriquecida en 5% de nitrógeno.

Radu et al. [21], reportaron que para el acero UNS S32205 utilizado en aplicaciones de manejo de arenas de petróleo, se utilizaron con éxito como gas de protección mezclas 91%Ar+5%He+2%CO<sub>2</sub>+2%N<sub>2</sub> para el caso de MCAW (Metal Cored) con tecnología RMD (Regulated Metal Deposition) y 75%Ar+25% CO<sub>2</sub> para el caso de FCAW (Flux Cored). Así mismo, reportaron que para el acero UNS S32750 como gas de protección se recomienda 95%Ar+5%N<sub>2</sub> pero como gas de protección de la cara recomiendan 96%Ar+ 3%CO<sub>2</sub>+1%O<sub>2</sub> en el caso de MCAW con tecnología RMD y 75%Ar+25% CO<sub>2</sub> para el caso de FCAW y 100% Ar con el uso de GTAW.



**Figura 11.** Porcentaje de N<sub>2</sub> en Ar para aceros inoxidable dúplex con 0.2% a 0.34% de nitrógeno [32]

Aún no hay una respuesta definitiva respecto al uso de una composición particular de gas de protección para la soldadura de aceros inoxidable dúplex como se muestra en la Tabla 7, caso contrario a lo que sucede por ejemplo con los aceros inoxidable ferríticos, austeníticos y martensíticos.

Respecto al calor de aporte, la literatura expone que la entrada de calor neta está limitada entre 0,2 kJ/mm y 2,0 kJ/mm para aceros hiperdúplex [23,33,34,35], en la especificación BS 4515-2 [32] indica un límite superior de 1,5 kJ/mm.

**Tabla 7.** Composición de gases para aceros inoxidables lean dúplex [18].

Proceso	Gas de protección	Gas de respaldo	Volumen de austenita (%)
Material base	---	---	48 +/-5
GTAW	Ar+30He+1.8N <sub>2</sub> +0,03NO	100%Ar	24+/-2
GTAW	Ar+30He+1.8N <sub>2</sub> +0,03NO	Ar +N <sub>2</sub>	25+/-2
GTAW	Ar+30He+1.8N <sub>2</sub> +0,03NO	100%N <sub>2</sub>	37+/-2
GTAW	Ar+30He+1.8N <sub>2</sub> +0,03NO	90N <sub>2</sub> +10H <sub>2</sub>	31+/-2
GMAW	Ar+30He+2CO <sub>2</sub> +0,03NO	Ar	40+/-2
GMAW	Ar+30He+2CO <sub>2</sub> +0,03NO	90N <sub>2</sub> +10H <sub>2</sub>	49+/-7



## 2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

### 2.1 DISEÑO DEL EXPERIMENTO.

#### 2.1.1 SELECCIÓN DE GASES DE PROTECCIÓN.

Para este estudio se seleccionaron tres mezclas de composiciones químicas de gas de protección:

1. 98%Ar+2%N<sub>2</sub> como gas de protección y respaldo.
2. 95%Ar+5%N<sub>2</sub> como gas de protección y respaldo.
3. 90%N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub> como gas de protección y 100% Ar como gas de respaldo.

La selección de los dos primeros, se basó en los gases que se recomiendan en general tanto en la literatura como en los códigos de soldadura para aceros inoxidable dúplex, y la tercera mezcla ha sido reportada como gas de protección de raíz utilizada con éxito [64].

Los gases utilizados en este proyecto, fueron de calidad industrial y siguiendo las recomendaciones de ASME sección II parte C se verificó que los gases de protección cumplieran con un punto de rocío menor a - 30°C, este valor es una medida indirecta de la cantidad de humedad presente en el gas.

#### 2.1.2 PROCEDIMIENTO EMPLEADO EN LAS LÍNEAS DE FUSIÓN.

En las Tablas 8 y 9, se presentan las variables y los parámetros eléctricos utilizados durante el proceso de fusión del material base, los parámetros eléctricos se definieron con el propósito de obtener un calor de aporte dentro del rango recomendado por la literatura y una adecuada fusión.

**Tabla 8.** Variables de soldadura empleadas en las líneas de fusión.

Variable	Valor
Material base	UNS S32707
Proceso de soldadura	GTAW
Flujo de gas de protección	12 l/min
Flujo de gas de respaldo	5 l/min
Polaridad	CDEN
N° de pases	1
Tobera	#8
Electrodo de tungsteno	Lantano 2%
Material de aporte	Sin material de aporte

En esta investigación, se tomó el valor mínimo de aporte térmico con el fin de aumentar tanto como fuera posible la velocidad de enfriamiento. Para el caso de la mezcla que incluye hidrógeno fue necesario disminuir lo máximo posible el aporte térmico puesto que

con 0,2 kJ/mm se genera la perforación del material, esto debido a que el hidrógeno tiene una mayor conductividad térmica en comparación con el argón y el nitrógeno. Como factor de eficiencia del proceso GTAW se consideró un valor del 50%.

**Tabla 9.** *Parámetros eléctricos de soldadura empleados en las líneas de fusión.*

Gas		Corriente (A)	Voltaje (V)	Velocidad de soldadura (cm/min)	Calor de aporte bruto (kJ/mm)	Calor de aporte neto (kJ/mm)
Protección	Raíz					
N <sub>2</sub> +10%H <sub>2</sub>	Ar	18	13-15	11	0,15	0,06
Ar+2%N <sub>2</sub>	Ar+2%N <sub>2</sub>	40	7 - 9	11	0,20	0,08
Ar+5%N <sub>2</sub>	Ar+5%N <sub>2</sub>	40	7 - 9	11	0,20	0,08

### 2.1.3 MONTAJE PARA LA EJECUCIÓN DE LAS LÍNEAS DE FUSIÓN.

Para ajustar los parámetros eléctricos se desarrollaron líneas de fusión de prueba en un tubo de acero inoxidable austenítico mediante el proceso GTAW. Posteriormente se trabajó con dos tubos de 1 metro de longitud y se repartieron sobre su perímetro cuatro líneas de fusión variando los gases de protección y respaldo. La velocidad de soldadura se controló adosando la antorcha TIG al cabezal de un carro automático y el control del flujo de gas se realizó mediante un flujómetro doble en el caso de las mezclas Ar - N<sub>2</sub>. En el caso de la mezcla H<sub>2</sub>+10%N<sub>2</sub> este gas fue usado para la protección del arco mientras que como gas de respaldo se utilizó 100% Ar (ver Figura 12).



**Figura 12.** *Montaje de tubería durante ejecución de las zonas fundidas y esquema de distribución de cordones de soldadura.*

## **2.2 CARACTERIZACION DE MATERIAL BASE Y ZONAS FUNDIDAS.**

### **2.2.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA.**

En este estudio se compararon la composición química nominal correspondiente a la especificación del material, la composición química emitida por el fabricante en su certificado de calidad y la composición química analizada en el Laboratorio de Materiales de la PUCP.

Para la medición de la composición química, se utilizó un espectrómetro de emisión óptica por chispa de la marca Bruker, modelo Maguellan Q8, donde se realizaron controles con materiales de referencia cercanos en composición química al material en estudio.

La medición de la composición química de las zonas fundidas, se realizó en un microscopio electrónico de barrido, mediante la técnica de espectrometría de energía dispersiva de rayos x, para la determinación de contenidos de Si, Cr, Ni, Mo y Fe; estos ensayos se llevaron a cabo en el Laboratorio de Caracterización Avanzada de Materiales CAM de la PUCP.

La determinación del contenido de nitrógeno en las zonas fundidas, se realizó mediante la técnica de fusión de gas inerte (*Gas fusion analysis*) en un equipo de la marca Bruker, modelo Galileo G8, realizado en el “*Canadian Center for Welding and Joining*” de la Universidad de Alberta en Canadá.

### **2.2.2 ANALISIS METALOGRAFICO.**

El análisis metalográfico, brindó soporte en varias etapas de la investigación:

- Caracterización del material base.
- Caracterización de las probetas ensayadas a tracción.
- Caracterización de las zonas fundidas.
- Cuantificación de fases de acuerdo al método estereológico descrito en ASTM E562-11 [36].
- Caracterización de las muestras después del ensayo de corrosión.

El análisis metalográfico se llevó a cabo en conformidad con las normas ASTM E3-11 [37] y ASTM E407-07 [38]. Las muestras se extrajeron por corte mecánico, luego fueron encapsuladas en resina acrílica y sometidas a un proceso de desbaste empleando discos con abrasivos de diamante equivalentes a papeles abrasivos de grano 220 y 360, seguido de suspensión de diamante de 9  $\mu\text{m}$  y 3  $\mu\text{m}$ , y finalmente en una suspensión de sílica coloidal de 0,04  $\mu\text{m}$ . Para revelar la microestructura se utilizó las técnicas de ataque coloreado y electroataque, se emplearon dos reactivos:



Reactivo Beraha II [7]: 85ml H<sub>2</sub>O, 15 ml HCl, 1 g K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> [39].

Electroataque con NaOH al 20% (a 30°C) con 3V durante 20 a 60 segundos [39].

En el caso de las probetas ensayadas a tracción, el reactivo Beraha II revelaba de manera preferencial la zona más deformada, por lo cual el ataque metalográfico no fue sencillo, debido a que el método de ataque coloreado es un proceso controlado de corrosión electroquímica, se atacan de manera preferencial las zonas más activas (zonas de comportamiento anódico), dicho ataque se realizó en tres etapas:

- ✓ Primera etapa, electroataque con NaOH al 20% (a 30°C) con 3V durante 20 a 60 segundos, con la finalidad de definir los límites de grano de las fases presentes.
- ✓ Segunda etapa, limpieza con Nital al 10%, para retirar la capa de interferencia que le da color a la matriz ferrítica, la cual ha sido atacada de modo no uniforme.
- ✓ Tercera etapa, ataque con reactivo Beraha II por inmersión, con la finalidad de atacar la matriz y obtener mejor contraste de las fases.

El electroataque se llevó a cabo con un equipo de la marca Struers, modelo Movipol 5, para todos los casos, las muestras fueron analizadas en un microscopio óptico Leica modelo DMI 5000M equipado con una cámara digital. Las imágenes fueron adquiridas a distintas magnificaciones.

### **2.2.3 PROPIEDADES MECÁNICAS.**

Para evaluar las propiedades mecánicas del material base y de la zona fundida, se consideraron dos ensayos de caracterización: ensayo de tracción y ensayo de dureza.

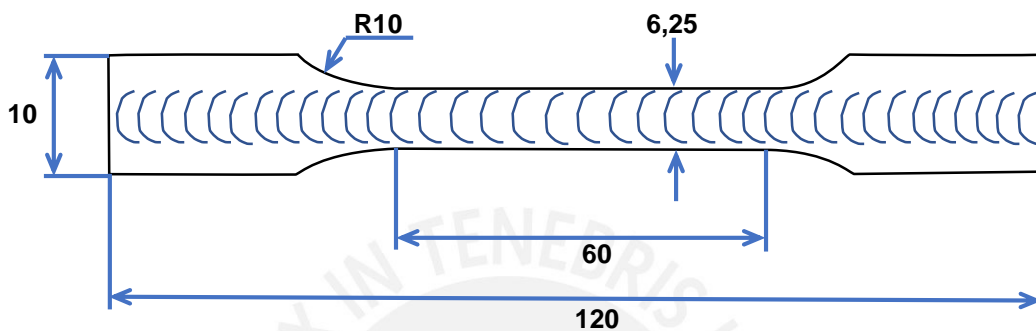
#### **a) Ensayo de tracción.**

Se llevaron a cabo ensayos de tracción en el acero UNS S32707, inicialmente, con la finalidad de caracterizar el material base y compararlo con los valores reportados en el estándar de fabricación; además se realizó la comparación con los valores de resistencia mecánica obtenidos para el acero inoxidable austenítico SAE-AISI 304 y para el acero inoxidable ferrítico SAE-AISI 430.

También se realizaron ensayos de tracción con la finalidad de explorar la posibilidad de la formación de martensita inducida por transformación y de caracterizar las propiedades mecánicas de las zonas fundidas, a una temperatura de -50 °C, para lo cual, se prepararon 15 probetas. Al respecto, el fabricante reporta en la ficha técnica que la temperatura de transición dúctil – frágil se encuentra próxima a los -50°C bajo condiciones de ensayo de impacto Charpy con entalla en “V”; además, la norma ASME B31.3 indica que para aceros inoxidables dúplex, la mínima temperatura de diseño es de - 60°C [40], de allí que, dado el

equipamiento que se tuvo a disposición, se adoptó como temperatura de ensayo  $-50^{\circ}\text{C}$  para el ensayo de tracción.

Todas las probetas para el ensayo de tracción, se maquinaron de acuerdo al esquema indicado en la norma ASTM A370 [41] con una longitud calibrada de 40 mm (ver Figura 13), tanto para la caracterización del material base como de las zonas fundidas. Para el ensayo de tracción de la zona fundida, no se desbastaron ni la cara ni la raíz.



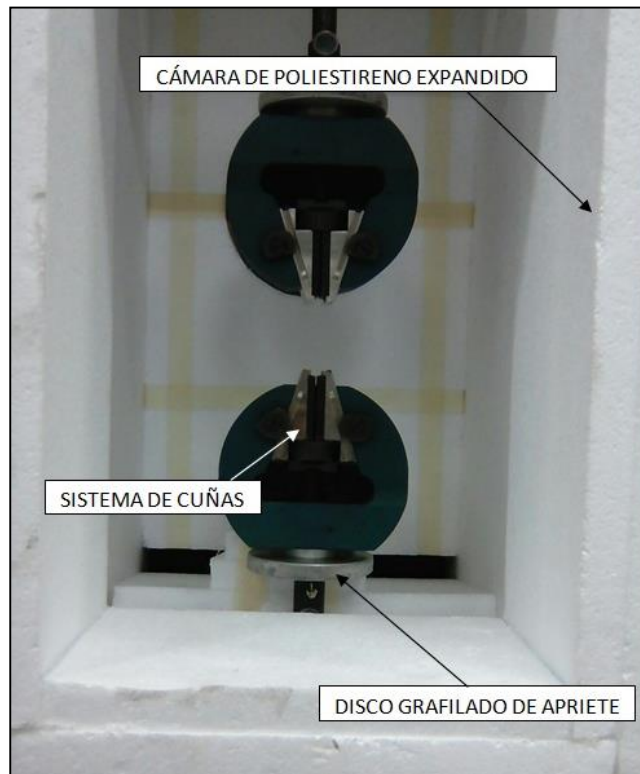
**Figura 13.** Probeta de tracción de tamaño reducido de acuerdo a ASTM A370, y esquema de ubicación de la línea de fusión ensayada. Medidas en mm.

Para la ejecución del ensayo de tracción, se utilizó una máquina de tracción universal de la marca Zwick Roell, modelo Z250, con una cámara de acondicionamiento entre  $-60^{\circ}\text{C}$  y  $120^{\circ}\text{C}$ , a la cual se redujo el volumen con la implementación de una cámara de poliestireno (ver Figura 14), para optimizar el consumo del medio de enfriamiento, que para nuestro caso fue nitrógeno líquido.

#### **b) Ensayo de dureza.**

De las probetas ensayadas a tracción, se cortaron secciones de la zona de estricción aproximadamente a la mitad y en sección longitudinal paralela al eje de la zona fundida.

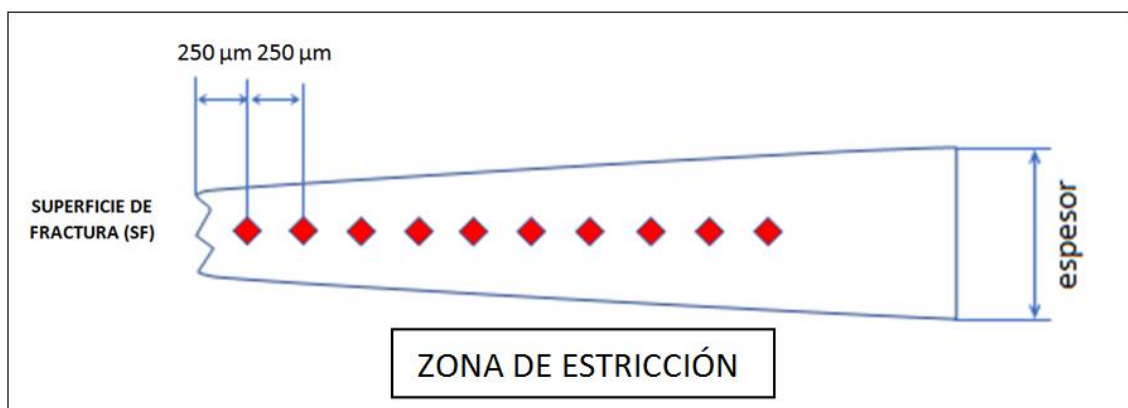
Se prepararon tres probetas tomadas al azar, cada una correspondiente a una mezcla de gas de protección y con una longitud de 15 mm. Las muestras fueron obtenidas mediante corte por disco abrasivo refrigerado en un equipo de corte metalográfico convencional, luego fueron encapsuladas en resina y pulidas según lo aplicado para probetas metalográficas



**Figura 14.** Montaje para ensayo de tracción

Se realizaron 12 mediciones con una separación de 250  $\mu\text{m}$  entre indentaciones en la escala de dureza Vickers (HV 1,0) a lo largo de la zona de estricción de las probetas sometidas a tracción hasta ruptura (ver Figura 15), las condiciones de ensayo se realizaron tomando como referencia las normas ASTM E384 y ASTM E92 [42].

El ensayo de dureza se llevó a cabo en un durómetro Vickers de la marca Zwick Roell modelo ZHV.



**Figura 15.** Disposición y distancia entre indentaciones.

#### **2.2.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.**

Con la finalidad de evaluar la superficie de fractura en las probetas de tracción, se sometieron a análisis tres muestras escogidas al azar de las 15 muestras ensayadas.

También, como se menciona en el punto 3.2.1, se llevó a cabo microanálisis químico en muestras de cada una de las zonas fundidas, para tal fin se prepararon las muestras procedentes del ensayo de tracción, cada una correspondiente a una mezcla de gas de protección, mediante un proceso de corte, encapsulamiento y preparación de la superficie de acuerdo a lo especificado para la preparación metalográfica (ver punto 3.2.2).

El ensayo por microscopía electrónica, se llevó a cabo en un microscopio electrónico marca FEI modelo Quanta 650 ubicado en el Laboratorio de Caracterización Avanzada de Materiales - CAM de la PUCP.

#### **2.2.5 ENSAYOS DE CORROSIÓN.**

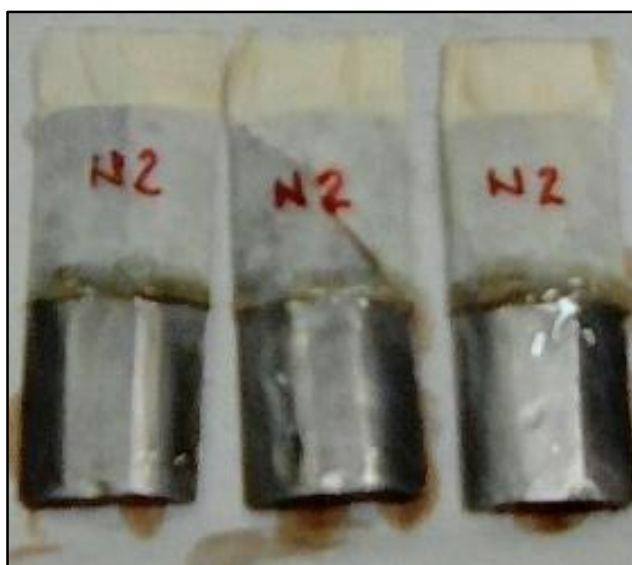
Los ensayos se llevaron a cabo bajo los lineamientos de la norma ASTM G48-11(2015) Método C (ensayo de picadura en cloruro férrico), el tamaño de las muestras fue de 30 mm x 12 mm x 1,3mm aproximadamente, conteniendo material base y línea de fusión. La muestra consistió en tomar secciones al azar de las líneas de fusión realizadas en el tubo.

El control de la temperatura se llevó a cabo mediante un termómetro de bulbo y controlando las pérdidas por evaporación mediante la condensación del líquido en la tapa del vaso de precipitado.

Las muestras antes de ser ingresadas en la solución de cloruro férrico, se pesaron en una balanza analítica marca Sartorius modelo MC-410S, estas se mantuvieron bajo ensayo por un periodo de 10 horas, después del cual, fueron extraídas, enjuagadas con agua y alcohol, y pesadas nuevamente; también se llevó a cabo un registro gráfico de las muestras ensayadas con un estereoscopio óptico marca Leica modelo S6D.

Las muestras, previo al ensayo, se sometieron a un proceso de limpieza mecánica con una lija de grano 120. A la mitad de cada probeta se le realizó un tratamiento de limpieza con pasta decapante/pasivante comercial por 60 minutos (ver Figura 16) y se retiró el pasivante mediante enjuague con agua.

Las temperaturas de ensayo fueron 76°C y 98°C, escogida la primera en base a la ecuación (6) [43]. Dicha expresión aproxima la temperatura crítica de corrosión (CPT) según la norma ASTM G48 - método C. La segunda temperatura se seleccionó de acuerdo a la temperatura crítica de corrosión indicada por el fabricante del acero [44].



**Figura 16.** Probetas en proceso de decapado – pasivado

**a) Ensayo a 76°C**

Aplicando la ecuación de la norma antes mencionada, ASTM G48-11 (2015) Método C, la temperatura crítica de corrosión por picadura estimada es:

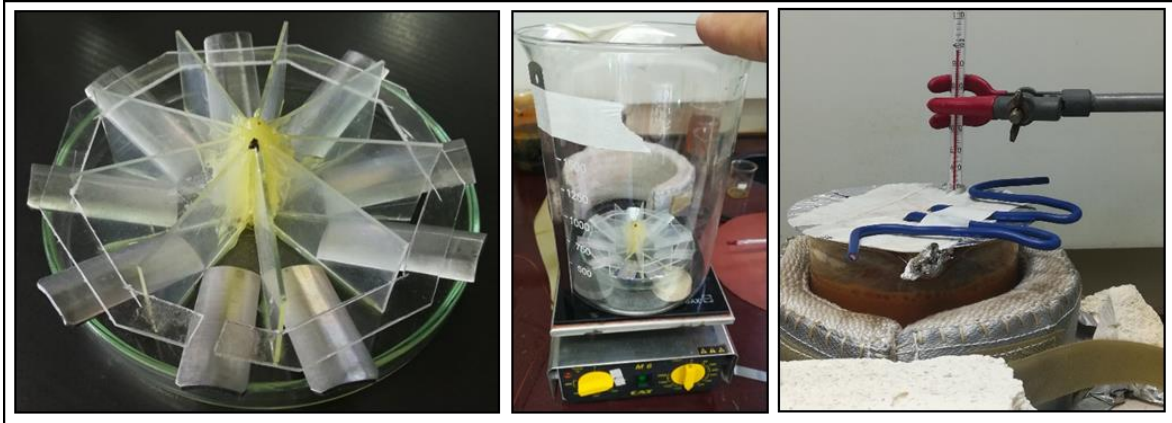
$$CPT (^{\circ}C) = (2.5*\%Cr) + (7.6*\%Mo) + (31.9*\%N) - 41.0...(6)$$

$$CPT(^{\circ}C) = 75.74^{\circ}C \text{ (Se aproximó a } 76^{\circ} C)$$

**b) Ensayo a 98°C**

Sandvik, fabricante del acero utilizado en este estudio, desarrolló una versión modificada de la norma ASTM G48, donde fueron expuestas probetas por períodos de 24 horas en solución de cloruro férrico al 6%, cuando se detectó corrosión por picadura y a la vez se detectó una pérdida superior a 5 mg se detuvo el experimento y se registró la Temperatura Crítica de Picadura, estimándose en 97,5 °C. De allí que se decidió desarrollar el ensayo a 98 °C.

Para el ensayo se diseñó y construyó a medida un arreglo de vidrio para el soporte de las probetas, que disminuirá la posibilidad de corrosión por resquicios minimizando las áreas de contacto (ver Figura 17). El vidrio fue cortado mediante un cortador de vidrio y para la unión al centro fue utilizado un adhesivo epóxico resistente a altas temperaturas. Para evitar el movimiento de las probetas se incluyó un freno de policarbonato que mantuvo las probetas en su posición original hasta el final del ensayo. El arreglo permitió someter a ensayo las nueve muestras de manera simultánea (3 muestras por cada mezcla de gas).



**Figura 17.** Arreglo utilizado para el ensayo de corrosión.

Finalmente se cortaron y encapsularon tres probetas al azar para ser evaluadas por microscopía óptica. Antes y después del ensayo se realizaron 15 medidas de peso a cada probeta.

#### **2.2.6 PREDICCIÓN DE FERRITA DELTA.**

El objetivo del uso de modelos de predicción del porcentaje de ferrita delta fue el de tener un valor referencial para las posteriores mediciones de la investigación. Es importante anotar, que dada la cantidad de aleantes del acero usado en el estudio, la cantidad de ferrita delta representada ya sea mediante el número FN o mediante el porcentaje de ferrita quedan fuera de dichos diagramas por lo que fue necesario extenderlos en algunos casos [45]. Se analizaron seis modelos distintos utilizados comúnmente para aceros inoxidables austeníticos, de los cuales, finalmente fueron seleccionados cuatro de ellos:

- ✓ Modelo propuesto por Espy [14]
- ✓ Modelo propuesto por el WRC-1992 [14,46]
- ✓ Modelo propuesto por Sievert, McCowan y Olson [47]
- ✓ Modelo propuesto por Outokumpu (Shaeffler – DeLong modificado [15])

En cada caso, según el modelo matemático, se procedió al cálculo del cromo equivalente ( $Cr_{eq}$ ) y níquel equivalente ( $Ni_{eq}$ ), posteriormente en cada diagrama de constitución se ubicó el punto correspondiente a la aleación en estudio.

En el caso del modelo de predicción de ferrita, se obtuvo directamente un valor de porcentaje de ferrita, el cual se registró y se comparó con los valores medidos por otros métodos: ferritometría, difracción de rayos X y método estereológico.

Por otro lado, en el caso del modelo matemático, se calculó un valor de número de ferrita y se convirtió por medio de las ecuaciones del Instituto Internacional de Soldadura y la de Brandi (quien coincide con Kotecki) a valores de porcentaje de ferrita [14,47,48,49,50].

Según el IIW (II 1196-92):

$$\%F = 0,54 * FN + 9,7... (7)$$

Según Kotecki y Brandi [51,52]:

$$\%F = 0,7 * FN... (8)$$

Para el trazo de los diagramas se utilizaron dos métodos: El primero trazando manualmente sobre el diagrama y mediante el cálculo de pendientes, encontrar un valor intermedio entre dos curvas conocidas. El segundo método fue usado únicamente para el modelo planteado por el Welding Research Council (WRC), mediante la herramienta online de la página web alemana “www.migal.co”, esta aplicación solicita los valores de la composición química y muestra el diagrama con los puntos calculados. Como es usual en varios modelos el punto de cruce de las perpendiculares a los puntos de cromo equivalente y níquel equivalente caen fuera de los diagramas (ver Figuras 18 y 19). Por lo tanto, cuando fue necesario se extendieron las líneas generadas mediante las regresiones y se obtuvieron resultados consistentes con los demás métodos de medición.

## **2.2.7 MEDICIÓN DE FERRITA DELTA Y AUSTENITA.**

### **a) Medición por ferritometría.**

La ferritometría es ampliamente usada para la evaluación de soldaduras en aceros inoxidable. En esta investigación se usó para determinar variaciones de la ferrita del material base en comparación con las zonas fundidas en estudio.

El primer paso para el desarrollo de la medición fue la calibración del equipo siguiendo las recomendaciones del fabricante y según el reporte técnico ISO/TR 22824 [54].

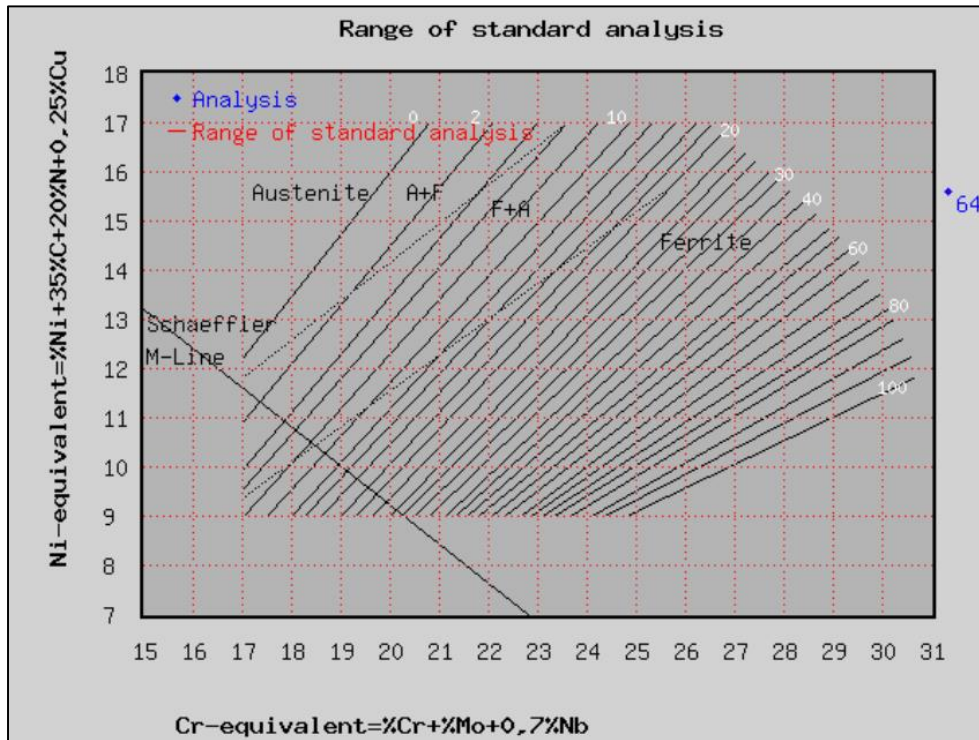
Todos los valores medidos fueron corregidos por los factores de curvatura y espesor, indicados en el manual del equipo; la medición en la zona fundida, se realizó al centro de cada línea de fusión.

Como parte del proceso de calibración del ferritómetro fueron analizados los patrones de calibración del ferritómetro por medio de difracción de rayos X, con la finalidad de evaluar la dispersión entre ambos métodos de cuantificación.



Composition	Analysis		Minimum		Maximum	
Carbon C [%]		0,024		0,024		0,024
Chromium Cr [%]		26,57		26,57		26,57
Molybdenum Mo [%]		4,763		4,763		4,763
Nickel Ni [%]		6,461		6,461		6,461
Copper Cu [%]		0,143		0,143		0,143
Niobium Nb [%]		0,012		0,012		0,012
Nitrogen N [%]		0,413		0,413		0,413
Chromium equivalent [%]		31,34		31,34		31,34
Nickel equivalent [%]		15,60		15,60		15,60

**Figura 18.** Captura de pantalla de tabla de ingreso de datos de composición química en la aplicación MIGAL [53].



**Figura 19.** Captura de pantalla del diagrama Sievert-McCowan-Olson obtenida en la aplicación MIGAL [53].

Una vez calibrado el equipo, se realizaron mediciones de la siguiente manera:

- ✓ 20 mediciones en cada probeta de material fundido sin traccionar (Total 300 mediciones),
- ✓ 60 mediciones en las probetas de material fundido traccionadas (Total 180 mediciones).



- ✓ Finalmente, en los materiales base traccionados se llevaron a cabo 60 mediciones en cada uno (Total 180 mediciones).

**b) Medición por el método de cuantificación de fases de acuerdo a ASTM E562-11 (Método Estereológico).**

Para la aplicación del método estereológico se siguieron las indicaciones de la norma ASTM E562-11. Este método se basa en el principio estereológico en el que una malla con un número de puntos ordenados cuando son sistemáticamente colocados sobre una imagen bidimensional de la microestructura, pueda brindar, después de un número de mediciones en diferentes campos, una estimación estadística de la fracción en volumen de un microconstituyente o fase identificable. En este caso la información superficial fue extraída directamente sobre la pantalla de la computadora del microscopio óptico en vivo de tres probetas de secciones transversales tomadas al azar de las líneas de fusión. Estas probetas fueron encapsuladas en resina, pulidas y atacadas como está indicado en la preparación para probetas metalográficas.

El método consiste en contar los granos de la fase de interés que quedan en el cruce de los ejes de la grilla puesta sobre imagen de la micrografía, a cada grano que se ubica en estos cruces se le otorga un punto, si el cruce de dos ejes queda exactamente en el borde de dos granos se otorga medio punto. Al final se suman los puntos y los medios puntos de la fase analizada y se procede al análisis estadístico. Este método entrega un intervalo de confianza del 95% con dos valores, uno mínimo y uno máximo del volumen de la fase analizada.

En esta investigación, se usaron dos grillas cada una de 10 x 10 ejes (100 puntos de intersección en total). La primera con un tamaño de cuadrícula de 15 mm. x 15 mm. y una segunda de 10 mm. x 10 mm. La diferencia de tamaño es debido a las condiciones del método en donde se indica que el tamaño de la grilla debe ser como máximo el doble del tamaño promedio del grano analizado.

Se tomaron 20 campos para cada probeta, 10 campos para el análisis de fases en la ZAC y 10 campos para la zona fundida. Para un total de 2000 lecturas de puntos de intersección por probeta. 6000 puntos de intersección en total. Para el caso del análisis de fases en el material base se tomaron 2000 lecturas de puntos de intersección representadas por 20 campos. Este ensayo se realizó con un microscopio óptico marca Leica modelo DMI 5000M; para la evaluación de material base, ZAC y zona fundida se utilizaron 1000 aumentos.

Las ecuaciones utilizadas para la aplicación de este método son las siguientes:

- **Nomenclatura:**

$P_T$  = Total de puntos en la grilla de prueba. (1 grilla = 1 campo)

$P_i$  = Conteo de puntos en el i-ésimo campo.

$$P_{P(i)} = \frac{P_i}{P_T} \times 100 \dots (9)$$

$P_{P(i)}$  = Porcentaje de puntos de la grilla en el constituyente analizado en el campo i-ésimo.

$n$  = Número de campos contados.

$$\bar{P}_p = \frac{1}{n} * \sum_{i=1}^n P_p (i) \text{ Promedio aritmético de } P_p \dots (10)$$

$s$  = Estimación de la desviación estándar ( $\sigma$ )

95% CI = Intervalo de confianza del 95%

$t$  = Factor multiplicador

$V_v$  = Volumen de la fracción de la fase expresada en porcentaje.

% RA = Porcentaje de la precisión relativa.

El factor multiplicador “t” está relacionado con el número de campos examinados y usados en conjunto con la desviación estándar de las mediciones para la determinación del intervalo de confianza al 95%.

Para el caso de esta investigación  $t = 2,262$ , (Obtenido de la Tabla 1 de la norma)

- **Ecuaciones:**

$$s = \left[ \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n [P_p (i) - \bar{P}_p]^2 \right]^{1/2} \dots (11)$$

$$95\% \text{ CI} = t \times \frac{s}{\sqrt{n}} \dots (12)$$

$$V_v = P_p \pm 95\% \text{ CI} \dots (13)$$

$$\%RA = (95\% \text{ CI} / \bar{P}_p) \times 100 \dots (14)$$

## 2.2.8 ANÁLISIS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X.

Las mediciones por difracción de rayos X (DRX), se llevaron a cabo con un difractor de rayos x marca Bruker modelo D8 Discover equipado un tubo de rayos x de Cu, en las

instalaciones del CAM en la PUCP, la cuantificación de fases se llevó a cabo con el software DIFFRAC.SUITE TOPAS.

Este ensayo permitió caracterizar tanto el material base como las zonas fundidas con los tres gases propuestos para esta investigación, para tal fin se encapsularon las muestras y se llevó a cabo una preparación superficial de acuerdo a lo especificado para la preparación metalográfica.

Luego de obtenido el difractograma se procedió a realizar la cuantificación de las fases presentes. Para el análisis se consideraron como fases solo ferrita y austenita.



### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL BASE.

##### 3.1.1 COMPOSICIÓN QUÍMICA.

La Tabla 10 muestra la comparación entre la composición química analizada, la composición indicada en el certificado de calidad del material y la composición química nominal, como parte de la caracterización del material base.

**Tabla 10.** *Comparativo entre la composición química analizada, el certificado de calidad de procedencia y la composición química nominal del acero UNS S32707.*

	<b>C</b>	<b>Si</b>	<b>Mn</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Mo</b>	<b>Cu</b>	<b>Co</b>	<b>N</b>	<b>Nb</b>
UNS S32707 (Nominal)	0,03	0,50	1,50	0,035	0,010	26 - 29	5,5 – 9,5	4 - 5	1,0	0,5 – 2,0	0,3 – 0,5	---
Certificado de calidad	0,02	0,33	0,95	0,015	0,001	26,52	6,23	4,77	0,14	0,95	0,42	---
<b>UNS S32707 (Analizado)</b>	<b>0,02</b>	<b>0,36</b>	<b>0,97</b>	<b>0,015</b>	<b>0,003</b>	<b>26,57</b>	<b>6,46</b>	<b>4,76</b>	<b>0,14</b>	<b>---</b>	<b>0,41</b>	<b>0,01</b>

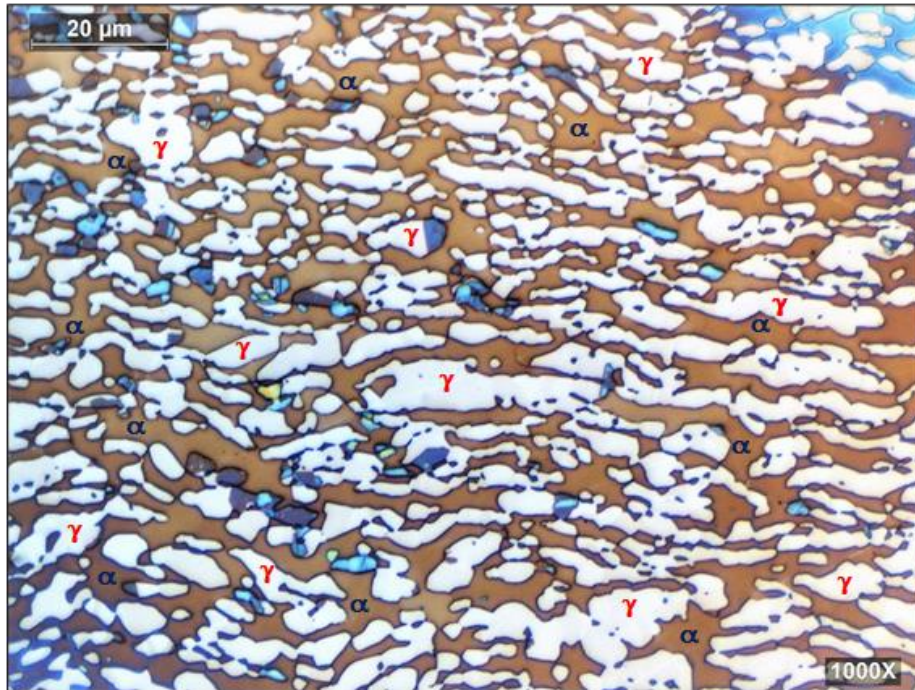
Se observa que el material base empleado en este estudio, cumple con los rangos establecidos para este material indicados en la especificación y certificado de procedencia.

##### 3.1.2 MICROESTRUCTURA.

La Figura 20, representa la sección transversal de la microestructura, e indica que la microestructura consiste principalmente de dos fases, austenita (en color blanco,  $\gamma$ ) y ferrita (en color castaño,  $\alpha$ ), orientadas en dirección de la sección longitudinal del tubo, la microestructura se caracteriza por ser de grano fino, por lo cual solo se pueden apreciar los detalles a altos aumentos.

En la Figura 21 se muestra el arreglo en tres dimensiones de micrografías tomadas a 1000X, se evidencia la marcada anisotropía de estos aceros que recuerdan más a los materiales compuestos que a un acero convencional.

La microestructura observada en estas imágenes es compatible con la microestructura típica de un acero inoxidable dúplex.



**Figura 20.** Micrografía del acero UNS S32707 1000X, 20% NaOH (3V, 30s).



**Figura 21.** Micrografía del acero UNS S32707 arreglo 3D, Beraha II, 1000X.

### 3.1.3 PROPIEDADES MECÁNICAS.

En la Tabla 11, se muestra un comparativo entre las propiedades mecánicas nominales y las obtenidas mediante los ensayos de tracción y dureza, del acero inoxidable utilizado en esta investigación; los resultados indican que el material en estudio cumple con las propiedades mecánicas de resistencia a la fluencia y resistencia máxima, se aprecia en comparación un valor ligeramente menor en la elongación obtenida, el cual es consistente con las mayores propiedades en resistencia a la fluencia y resistencia máxima.

**Tabla 11.** Propiedades mecánicas del acero UNS S32707 a temperatura ambiente.

	<b>Resistencia a la fluencia (MPa)</b>	<b>Resistencia máxima (MPa)</b>	<b>Elongación (%)</b>	<b>Dureza HV</b>
UNS S32707 (Nominal)	≥700	≥920	≥25 (*)	≤336
<b>UNS S32707 (Obtenido)</b>	<b>969</b>	<b>1110</b>	<b>21 (**)</b>	<b>312</b>

(\*) El valor de porcentaje de elongación nominal es para una longitud calibrada de 50 mm.

(\*\*) El resultado obtenido es para una longitud calibrada de 25 mm.

Por otro lado, la dureza obtenida se encuentra dentro del valor indicado en la especificación del producto.

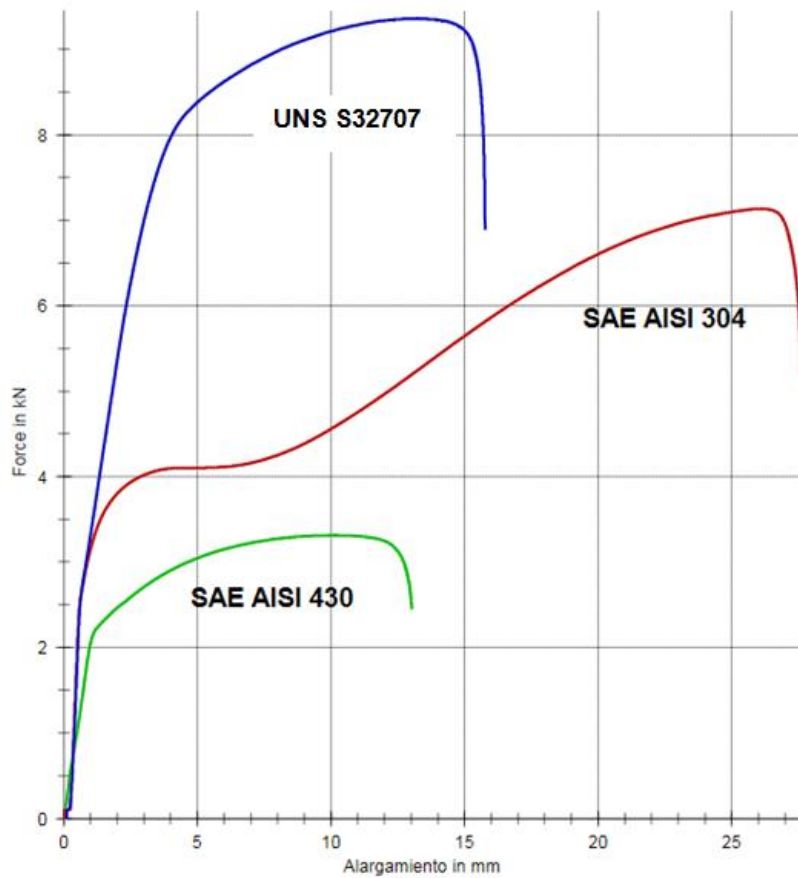
También se obtuvieron valores de propiedades mecánicas a tracción a -50°C, en la Tabla 12 se reportan las propiedades mecánicas obtenidas para el material en estudio y se compararon con las propiedades de los aceros inoxidables SAE AISI 304 y SAE AISI 430.

**Tabla 12.** Comparación de propiedades mecánicas obtenidas del ensayo de tracción a -50°C.

<b>Material y condición</b>	<b>Resistencia a la fluencia (MPa)</b>	<b>Resistencia máxima (MPa)</b>	<b>Elongación (en 25 mm.) (%)</b>
SAE AISI 304 (-50°C)	568	989	48
SAE AISI 430 (-50°C)	360	545	32
<b>UNS S32707 (-50°C)</b>	<b>832</b>	<b>1208</b>	<b>31</b>

En la Figura 22, se muestra la curva fuerza – alargamiento en probetas del mismo tamaño, que representa el comportamiento de los tres aceros inoxidables reportados; donde se observa que la resistencia a la tracción es muy superior en el acero hiperdúplex y es seguida por el acero SAE AISI 304 y el SAE AISI 430 respectivamente.

### CURVA FUERZA - ALARGAMIENTO



**Figura 22.** Curva fuerza - alargamiento a  $-50^{\circ}\text{C}$  (UNS S32707 SAE AISI 304 y SAE AISI 430).

Se observa que, aunque la resistencia a la fluencia y máxima del acero inoxidable hiperdúplex es superior tanto a la del acero inoxidable ferrítico como a la del acero inoxidable austenítico, su elongación es ligeramente inferior al ferrítico, pero representa el 65% en proporción de la elongación mostrada por el acero inoxidable austenítico, esta notable diferencia se explica debido a la presencia de la fase ferrítica en la microestructura; cabe resaltar que a pesar de la baja temperatura de ensayo ( $-50^{\circ}\text{C}$ ), el acero inoxidable hiperduplex ha aumentado su elongación a 31% en comparación con el ensayo a temperatura ambiente (21%).

Se observó además que a pesar de que el límite de fluencia en el acero inoxidable UNS S32707 cae de 969 MPa (a  $20^{\circ}\text{C}$ ) a 832 MPa (a  $-50^{\circ}\text{C}$ ) sucede lo contrario con su resistencia máxima aumentando de 1110 MPa (a  $20^{\circ}\text{C}$ ) a 1208 MPa (a  $-50^{\circ}\text{C}$ ).



### 3.2 CARACTERIZACIÓN DE LAS ZONAS FUNDIDAS.

#### 3.2.1 OBSERVACION MACROGRÁFICA.

En la Figura 23, se presentan seis vistas macrográficas representativas de la cara y la raíz de las zonas fundidas de cada uno de los tipos de probetas del estudio. Se puede observar en las caras el patrón de solidificación revelado por la termo coloración propia de cada gas. Por otro lado, en ninguna de las raíces se presentó termo coloración de tal forma que haciendo un paralelo con los aceros inoxidables austeníticos y siguiendo los parámetros expuestos en AWS D18.2 se puede afirmar que se alcanzó un nivel 1 ó 2 en el patrón de termo coloración (ver Figura 24), lo cual es aceptable [55].

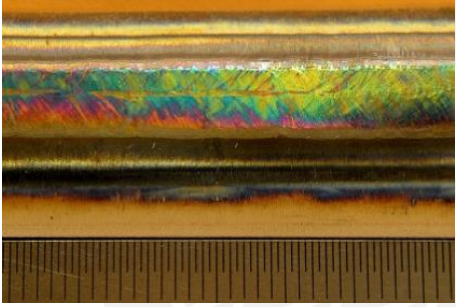
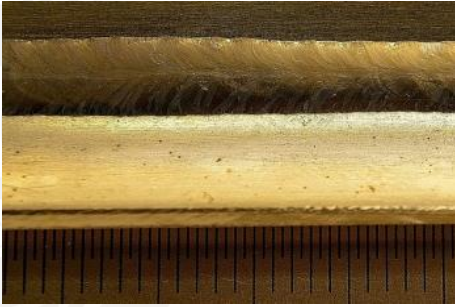
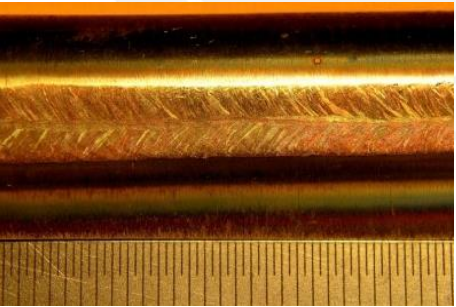
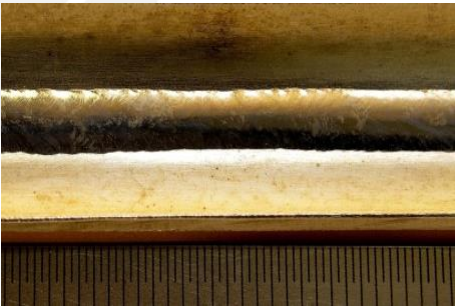
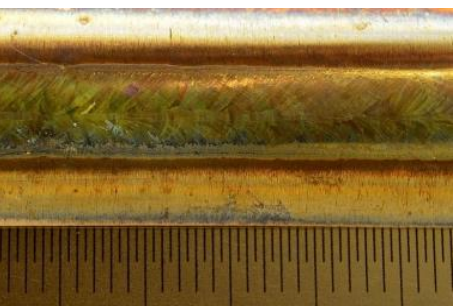

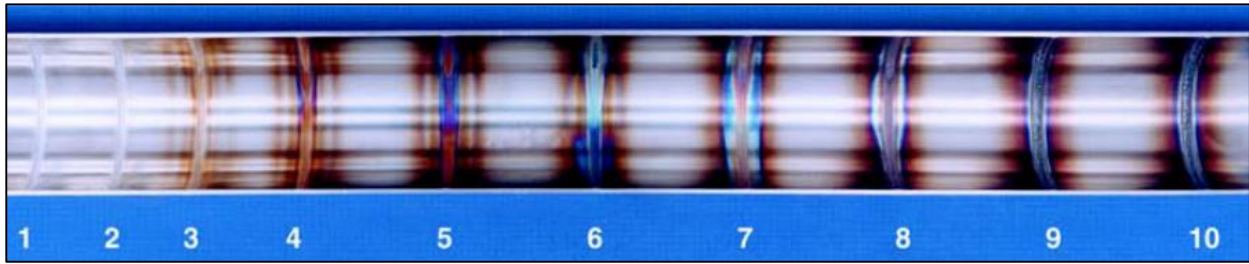
	CARA DE LA SOLDADURA	RAÍZ DE LA SOLDADURA
<p>Cara <math>N_2+10\%H_2</math></p> <p>Raíz Argón</p>		
<p>Cara <math>Ar+2\%N_2</math></p> <p>Raíz <math>Ar+2\%N_2</math></p>		
<p>Cara <math>Ar+5\%N_2</math></p> <p>Raíz <math>Ar+5\%N_2</math></p>		

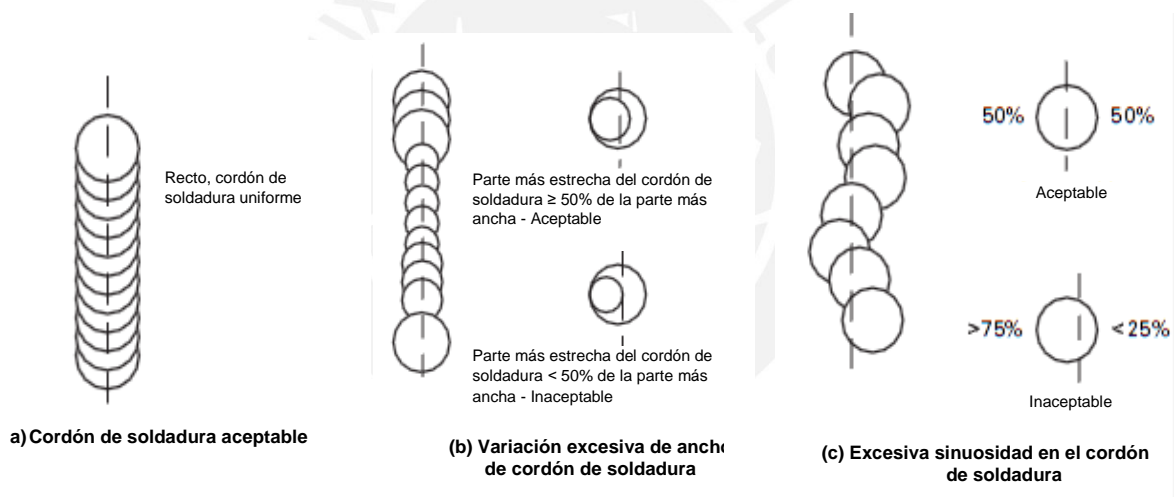
Figura 23. Vistas del acabado superficial de las zonas fundidas.





**Figura 24.** Niveles de termocoloración de la soldadura al interior de tuberías de acero inoxidable de acuerdo a AWS D18.2. [55]

En todos los casos el acabado es homogéneo y liso a simple vista, de acuerdo a los criterios de aceptación encontrados en las especificaciones para la evaluación de uniones soldadas, por ejemplo, los indicados para inspección visual en la especificación AWS D18.1 para soldadura sanitaria (ver Figura 25) [56], donde el alineamiento y ancho del cordón son aceptables.



**Figura 25.** Criterios de aceptación de morfología de cordones de soldadura en tuberías de acero inoxidable de acuerdo a AWS D18.1. [56]

Se observa una ligera concavidad casi a ras con la superficie del tubo en la raíz de la probeta de Ar+5%N<sub>2</sub>, lo cual es muy útil al momento de reducir la turbulencia en aplicaciones de ductos. En los otros dos casos la raíz es ligeramente convexa, pero se cumple con el criterio de aceptación de AWS D18.1 que indica como máximo permisible una convexidad máxima en la raíz de 0,3 mm.

### 3.2.2 COMPOSICIÓN QUÍMICA.

En la Tabla 13, se observa el resultado del microanálisis químico en la zona fundida mediante las técnicas de espectrometría de energía dispersiva y análisis por fusión de gas. Esta medición tuvo por objetivo calcular el número  $PRE_N$  de las probetas fundidas.

**Tabla 13.** Composición química y  $PRE_N$  de las zonas fundidas.

Mezcla utilizada	Composición química						$PRE_N$
	%Si	%Cr	%Ni	%Mo	%N (*)	%Fe	
N <sub>2</sub> +10%H <sub>2</sub>	0,29	26,54	6,36	3,93	0,219	62,9	<b>43,0</b>
Ar + 2%N <sub>2</sub>	0,45	26,53	6,04	4,12	0,343	62,9	<b>45,6</b>
Ar + 5%N <sub>2</sub>	0,38	26,71	5,71	3,84	0,232	63,4	<b>43,1</b>

(\*) La determinación de nitrógeno se realizó por el método de "Gas fusion analysis" - GFA.

Las Figuras 26 a 28, muestran las zonas de análisis y los espectros obtenidos producto del análisis de composición química a nivel elemental.

### 3.2.3 PROPIEDADES MECÁNICAS.

En la Tabla 14, se muestran los resultados del promedio de cinco probetas de ensayo sometidas a tracción, por cada condición de gas de protección a -50°C, de las zonas fundidas. Se aprecia que la mezcla Ar+2% N<sub>2</sub>, utilizada como gas de protección en cara y raíz, brinda las mejores propiedades mecánicas en referencia a la resistencia máxima y alargamiento.

También, se evidencia que, entre las dos mezclas de Ar + N<sub>2</sub> hay poca diferencia entre sus límites de fluencia, si existe una diferencia significativa en la resistencia máxima y ductilidad, de tal modo que la mezcla Ar + 2% N<sub>2</sub> presenta 24% de elongación frente a 16% de la mezcla Ar + 5% N<sub>2</sub>, es decir 1,5 veces menor; el valor de elongación de la mezcla Ar + 5% N<sub>2</sub>, es comparable con el que presenta la mezcla N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub>.

Finalmente, se observa en las curvas superpuestas en la Figura 29, similitud entre la elongación de la probeta soldada con Ar+2%N<sub>2</sub> y la probeta de material base; por otro lado, también se observa similitud entre resistencia y elongación de las probetas soldadas con Ar+5%N<sub>2</sub> y N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub>.

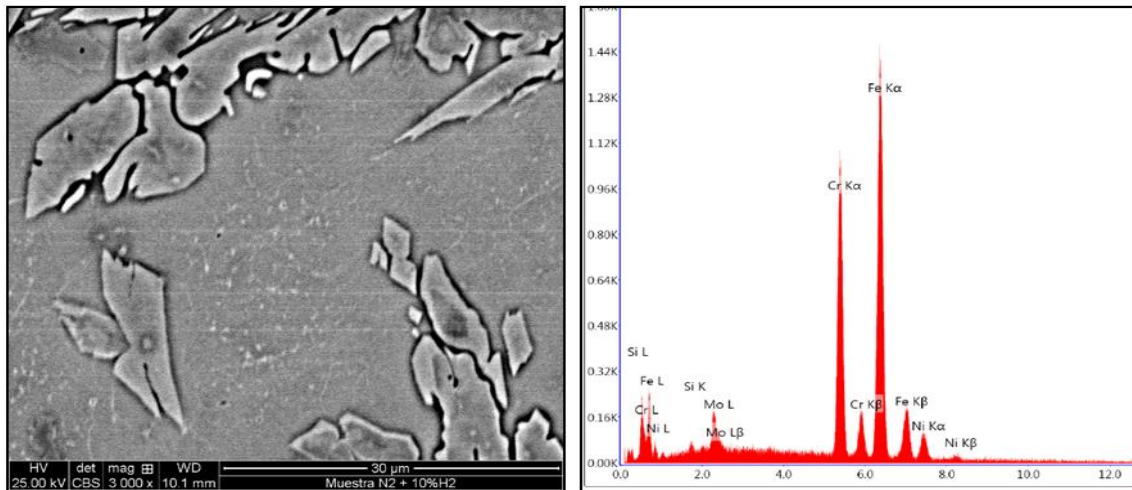


Figura 26. Espectrometría de energía dispersiva, Probeta N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub>.

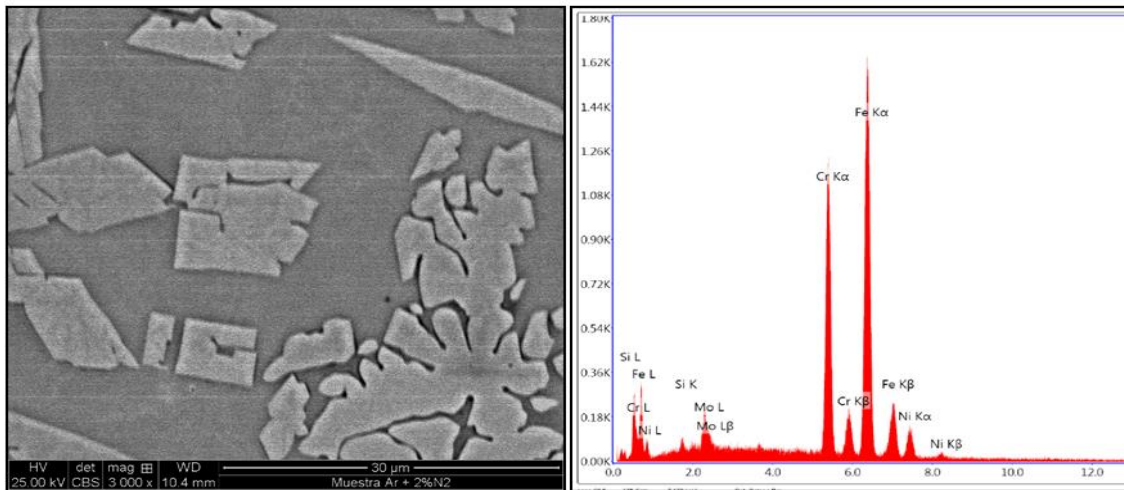


Figura 27. Espectrometría de energía dispersiva, Probeta Ar+2%N<sub>2</sub>.

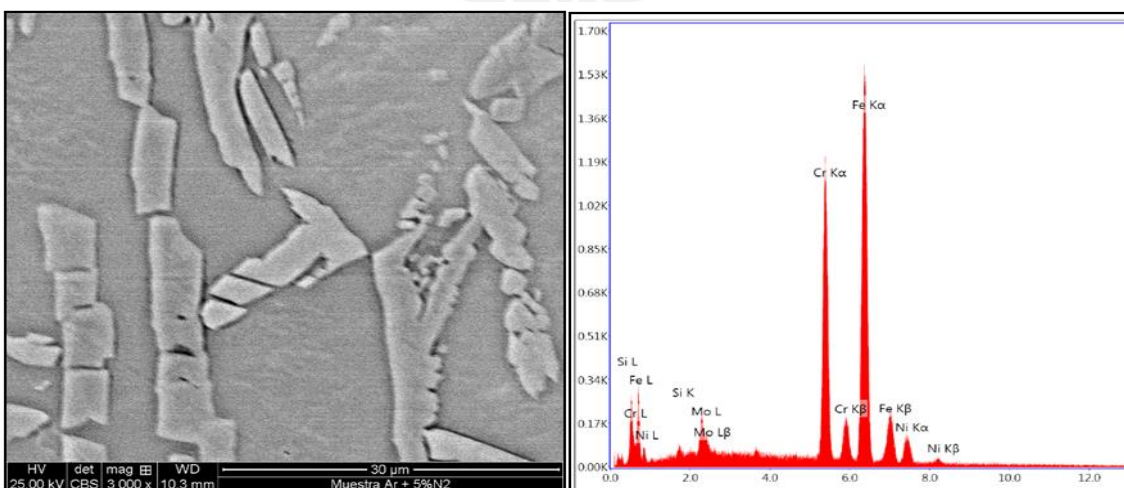
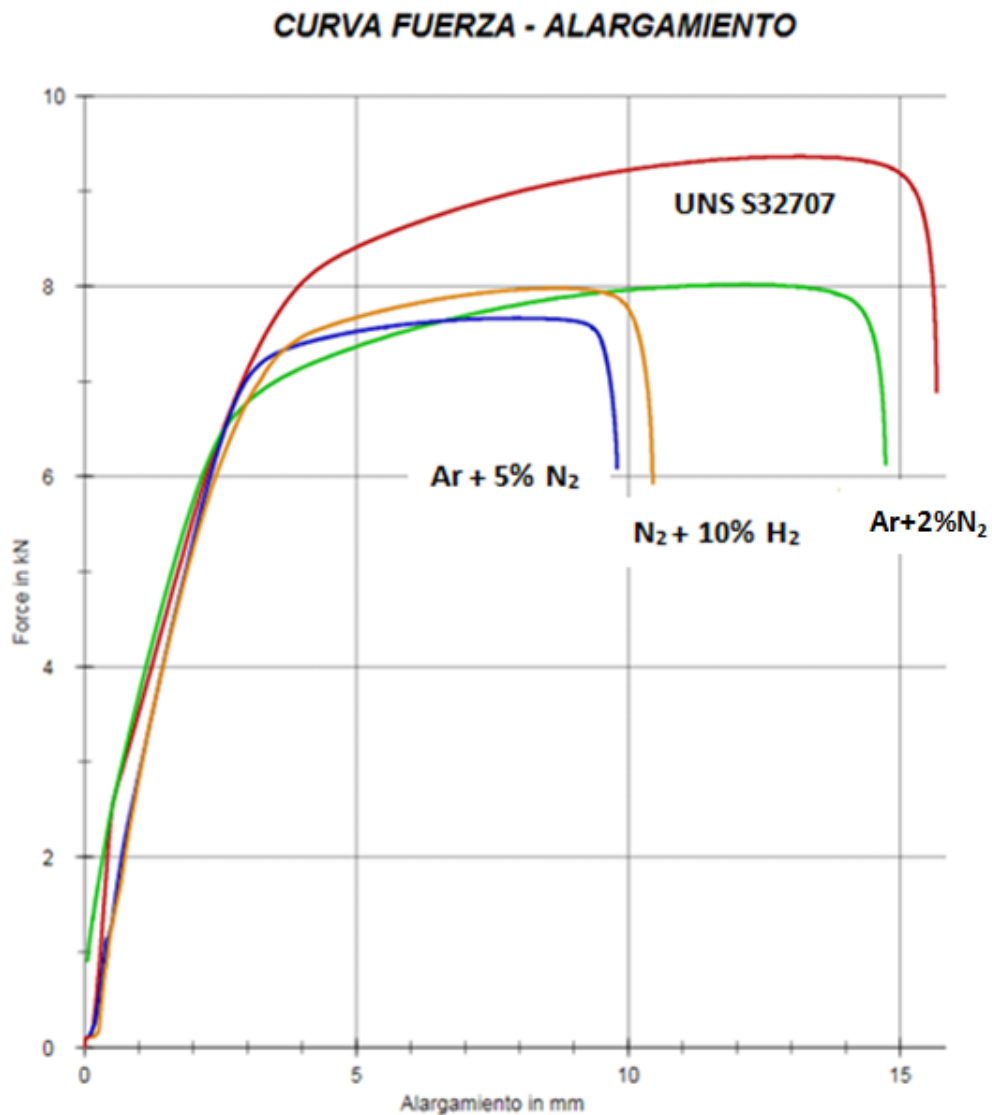


Figura 28. Espectrometría de energía dispersiva, Probeta Ar+5%N<sub>2</sub>.

**Tabla 14.** Comparación de propiedades mecánicas obtenidas del ensayo de tracción.

Material y condición	Resistencia a la fluencia (MPa)	Resistencia Máxima (MPa)	Alargamiento (%)
N <sub>2</sub> +10%H <sub>2</sub> /Ar (-50°C)	827	1012	17
Ar+2% N <sub>2</sub> /Ar+2% N <sub>2</sub> (-50°C)	840	1094	24
Ar+5% N <sub>2</sub> /Ar+5% N <sub>2</sub> (-50°C)	836	1005	16



**Figura 29.** Comparación de curva fuerza – alargamiento a -50°C, para material base y probetas obtenidas de zonas fundidas (probetas del mismo tamaño).

a) **Micrografías de las zonas de ruptura.**

Tal y como lo reporta la literatura, la velocidad de enfriamiento tiene relación directa con la cantidad y forma de la austenita generada durante el proceso de enfriamiento, así como la composición del gas de protección utilizado. Por lo tanto, se espera que cada gas produzca un balance ferrita/austenita distinto, considerando que la entrada de calor es constante (por consiguiente, la velocidad de enfriamiento también). Se podría esperar entonces que cada zona de fusión sea, en mayor o menor medida, propensa a mostrar transformación martensítica inducida por deformación plástica.

Al inicio de la investigación se analizó dicha posibilidad, especialmente considerando que los ensayos de tracción se realizarían a  $-50^{\circ}\text{C}$ . Temperatura a la cual parte de los aceros inoxidable sufre dicha transformación en su microestructura. Liu et al. [10,12] reportan la aparición de martensita en los aceros inoxidable lean dúplex producto de la deformación plástica, sin embargo, en las probetas de acero inoxidable hiperdúplex ensayadas no se evidenció dicho fenómeno. Lo anterior se puede explicar con base en lo reportado por Hedstöm, respecto a que la microestructura de grano fino actúa como barrera para la transformación de la austenita en martensita ya sea  $\alpha'$ - martensita (BCC) y  $\epsilon$ - martensita (HCP) [57].

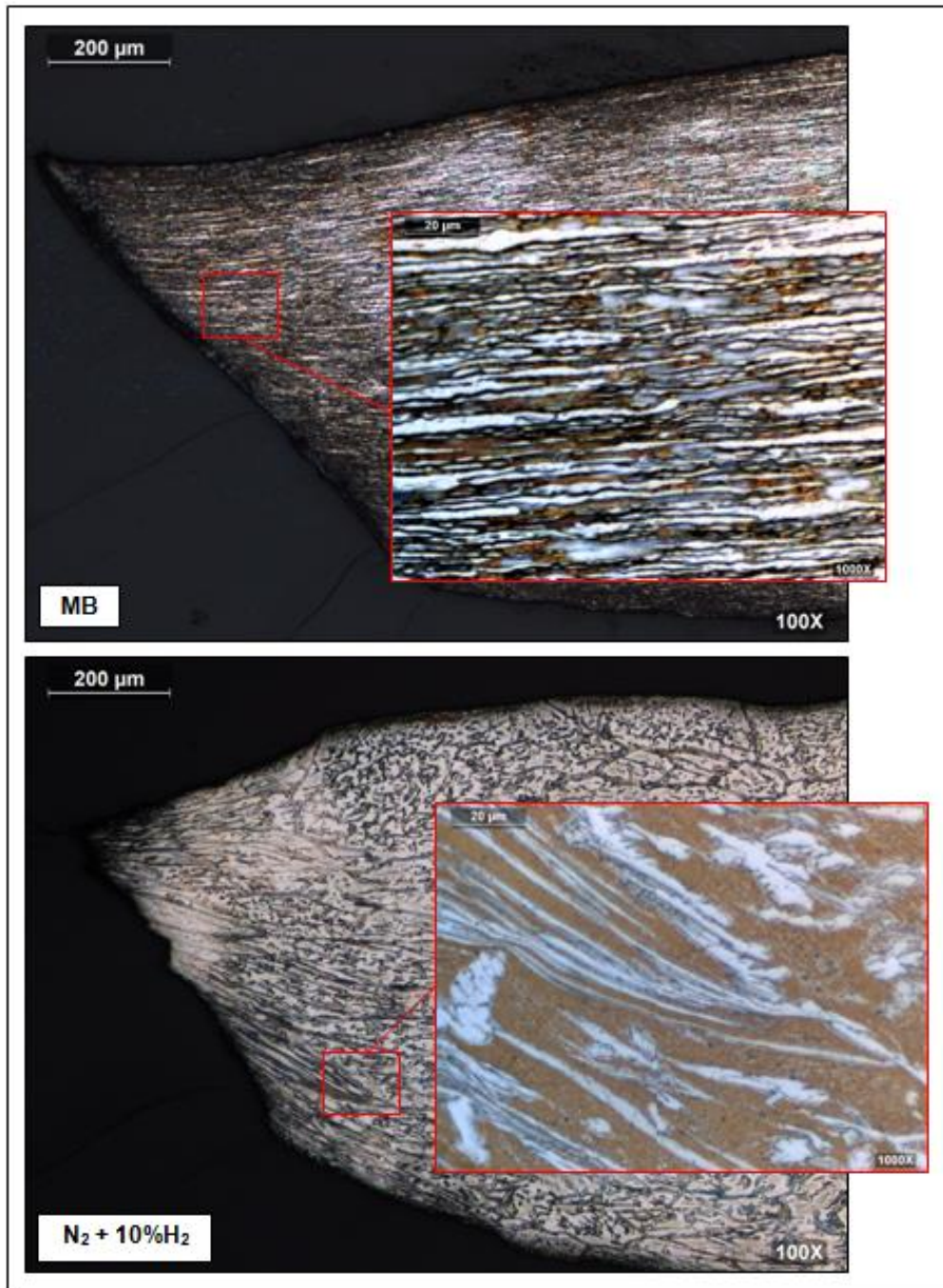
Otra condición que orienta sobre la dificultad de encontrar transformación martensítica inducida por deformación en los aceros hiperdúplex es el concepto de temperatura  $M_{d30}$  introducido por Angel en 1954 y modificado posteriormente por Nohara [58]. Dicho concepto consiste en la existencia de una temperatura de valor  $M_{d30}$  a la cual el 50% de la austenita presente en el acero inoxidable es transformada en martensita mediante una deformación plástica equivalente al 30%. Introduciendo la composición química del UNS S32707 en la ecuación 15 propuesta por Angel, la temperatura  $M_{d30}$  obtenida tiene un valor de  $-313,5^{\circ}\text{C}$ , es decir menor al cero absoluto ( $-273,15^{\circ}\text{C}$ ). De otro lado, si se aplica el modelo de Nohara (ecuación 16), el cual tiene en cuenta el tamaño de grano además del papel del Niobio, se obtiene una  $M_{d30} = -136,2^{\circ}\text{C}$ , hay que tener en cuenta que el límite inferior de trabajo recomendado para el UNS S32707 es de  $-50^{\circ}\text{C}$ . Adicionalmente, se debe recordar que la máxima elongación alcanzada durante los ensayos por el material base fue de 31% y aún menor en el caso de las zonas fundidas.

$$M_{d30} = 413 - 462(\text{C}+\text{N}) - 9,2(\text{Si}) - 8,1(\text{Mn}) - 13,7(\text{Cr}) - 9,5(\text{Ni}) - 18,5(\text{Mo}) \dots\dots (15)$$

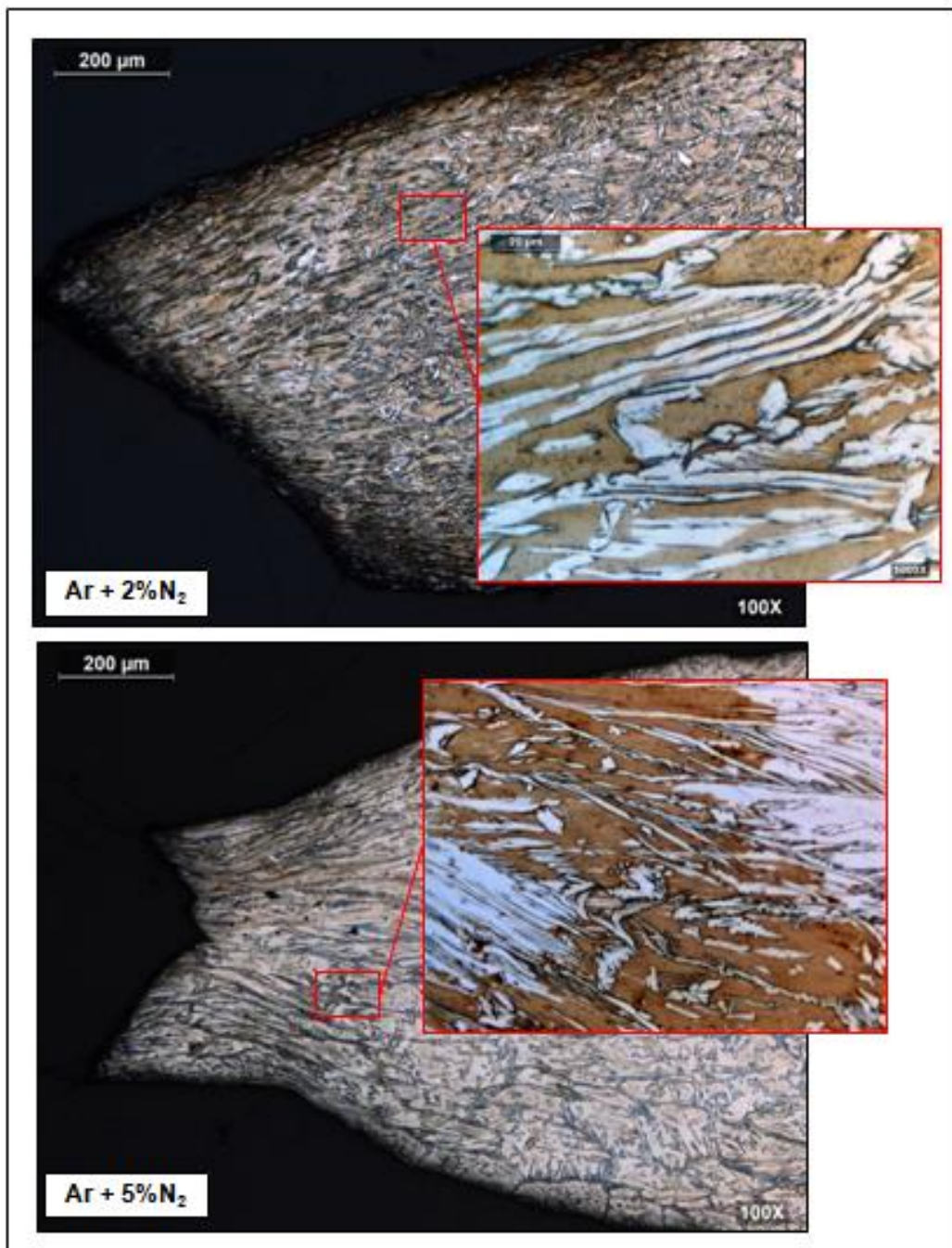
$$M_{d30} = 551 - 462(\text{C}+\text{N}) - 9,2(\text{Si}) - 8,1(\text{Mn}) - 13,7(\text{Cr}) - 29(\text{Ni}) - 18,5(\text{Mo}) - 29(\text{Cu}) - 68(\text{Nb}) \\ - 1,42(\text{Tamaño de grano ASTM} - 8,0) \dots\dots (16)$$



En las micrografías de las Figuras 30 y 31, se evidencia una matriz ferrítica sobre la cual se observan los granos de austenita deformados (fase clara). No se evidencian maclas de deformación en la fase austenítica ni presencia de martensita.



**Figura 30.** Microestructura de la probeta de tracción del material base y de la zona fundida de la mezcla  $N_2+10\%H_2$ , 100X y 1000X.



**Figura 31.** Microestructura de la probeta de tracción de la zona fundida de las mezclas Ar + 2%N<sub>2</sub> y Ar+5%N<sub>2</sub> 100X y 1000X.

### 3.2.4 MEDICIONES DE DUREZA EN ZONAS DE ESTRICCIÓN.

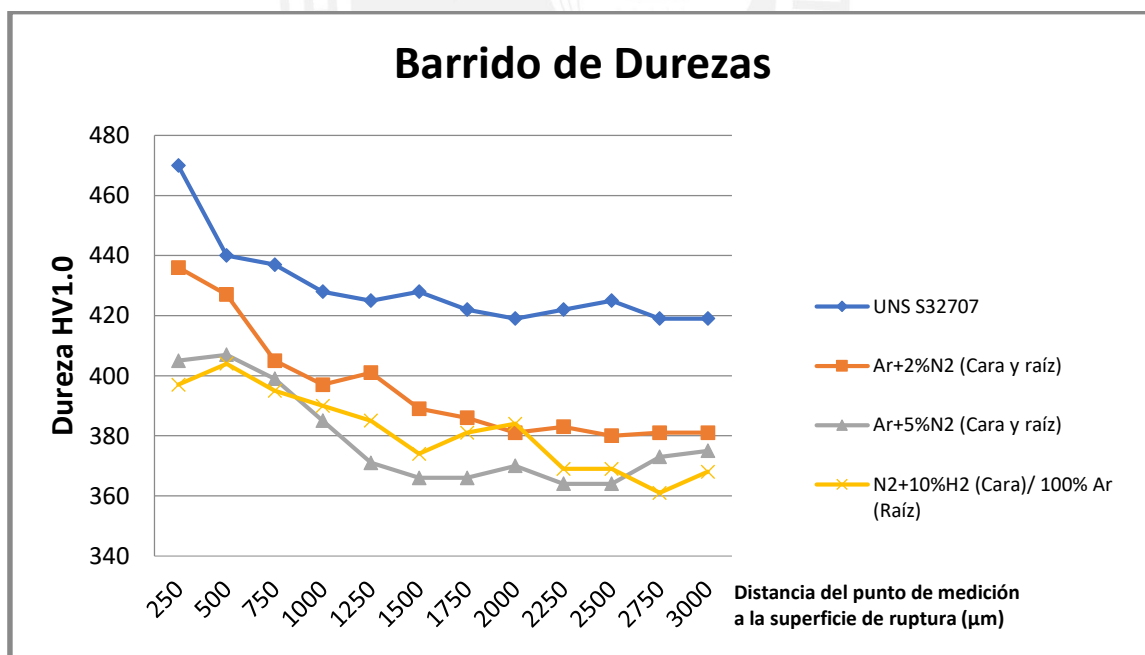
En la Tabla 15, se presentan los valores medidos sobre las zonas de estricción.

**Tabla 15.** Barrido durezas zonas estricción

Condición del material	Dureza min. (HV 1,0)	Dureza máx. (HV 1,0)	Diferencia
N <sub>2</sub> +10%H <sub>2</sub> (Cara)/ 100% Ar (Raíz)	361	404	+43
Ar+2%N <sub>2</sub> (Cara y raíz)	380	436	+56
Ar+5%N <sub>2</sub> (Cara y raíz)	364	407	+43
UNS S32707	419	470	+51

Las lecturas de los cambios en la dureza medidos revelan dos zonas bien marcadas: El mayor aumento de la dureza tras la tracción se evidencia en el material base y la probeta correspondiente a la mezcla Ar+2%N<sub>2</sub>. De otro lado, el menor incremento está presente en las probetas de Ar+5%N<sub>2</sub> (Cara y raíz) y N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub> (Cara)/ 100% Ar (Raíz) a pesar de que estas mismas mezclas presentan la menor elongación en las curvas fuerza – alargamiento.

La Figura 32, presenta el perfil de durezas obtenidos por el barrido desde la zona cercana a la superficie de fractura hacia el interior del material, donde se aprecia que el valor más alto de dureza corresponde a la zona de mayor deformación.



**Figura 32.** Barrido de durezas en zonas de estricción

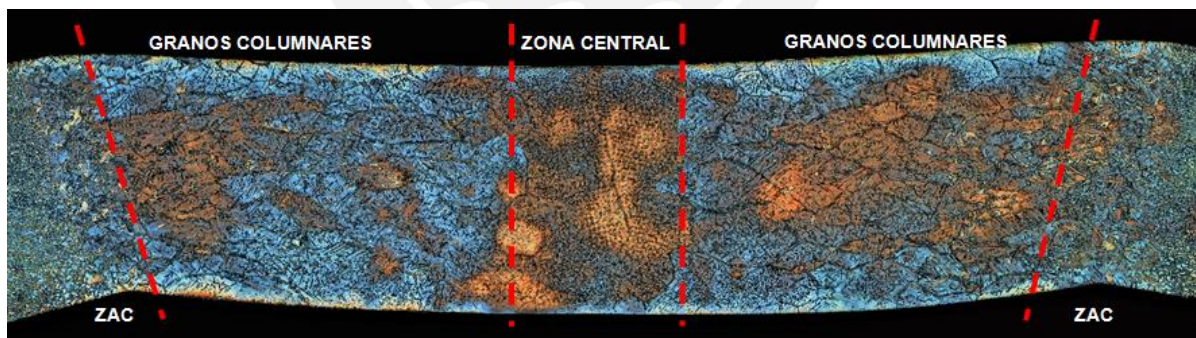


### 3.2.5 MICROGRAFÍAS DE LA ZONAS FUNDIDAS.

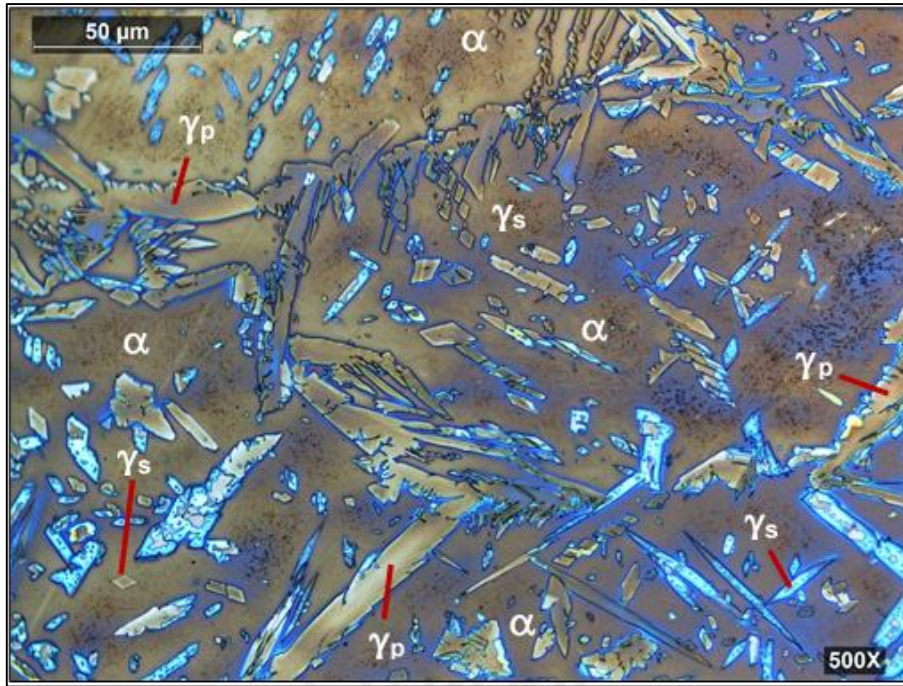
Se llevó a cabo el análisis de la microestructura de las zonas fundidas, con la intención de identificar diferencias en los patrones de solidificación e identificar las fases presentes para cada caso del estudio. Para cada probeta se muestra primero una micrografía compuesta a 50 aumentos en la cual se identifican las siguientes zonas: ZAC, zona de granos columnares y zona central. Posteriormente se presentan micrografías de cada una de dichas zonas a varios aumentos.

#### a) Zona fundida usando $N_2 + 10\%H_2$ en cara y Ar en la raíz.

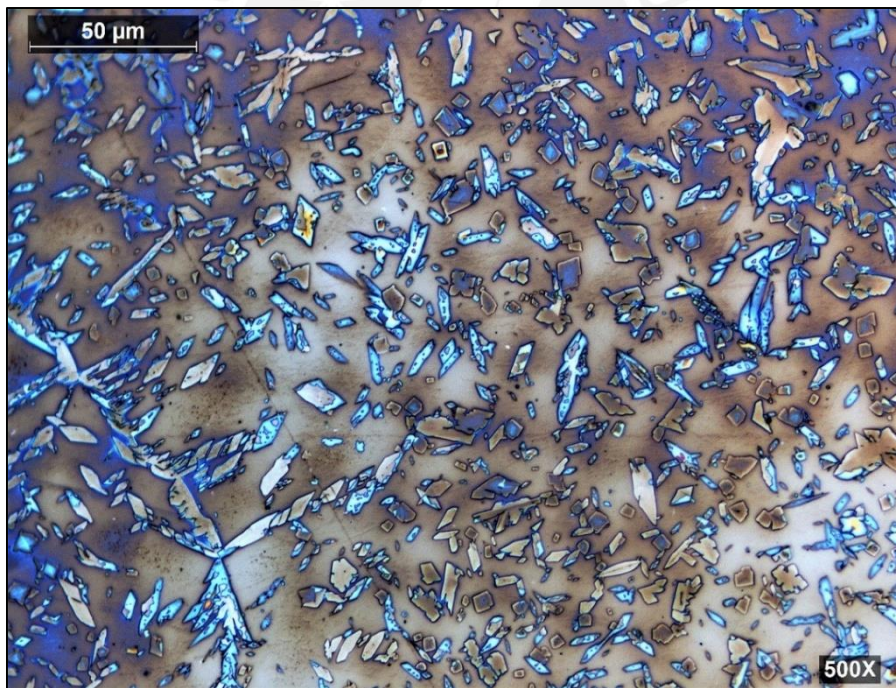
En la Figura 32, se presenta una micrografía compuesta en donde se aprecian dos zonas bien definidas, una de granos columnares, las cuales limitan a ambos lados con el material base y una zona central con granos de apariencia principalmente equiaxial con un tamaño de grano grosero en comparación con el tamaño de grano del material base; con una matriz de ferrita ( $\alpha$ ), dentro de la cual se aprecian austenita primaria ( $\gamma_p$ ) principalmente rodeando los límites de grano, y austenita secundaria ( $\gamma_s$ ) al interior de los granos (ver Figura 33); en la zona central se muestran granos gruesos de apariencia equiaxial, con austenita primaria rodeando los límites de grano y la presencia de austenita secundaria de morfologías poligonales en la matriz de ferrita (ver Figura 34); no se evidencia en la zona fundida presencia considerable de precipitados en la matriz (ver Figura 35). La ZAC presenta granos finos de morfología equiaxial y de tamaños variables, en algunos casos más finos que los de material base (ver Figura 36).



**Figura 32.** Micrografía compuesta de la totalidad de la zona fundida, 50X, 20% NaOH (3 V, 60 s).

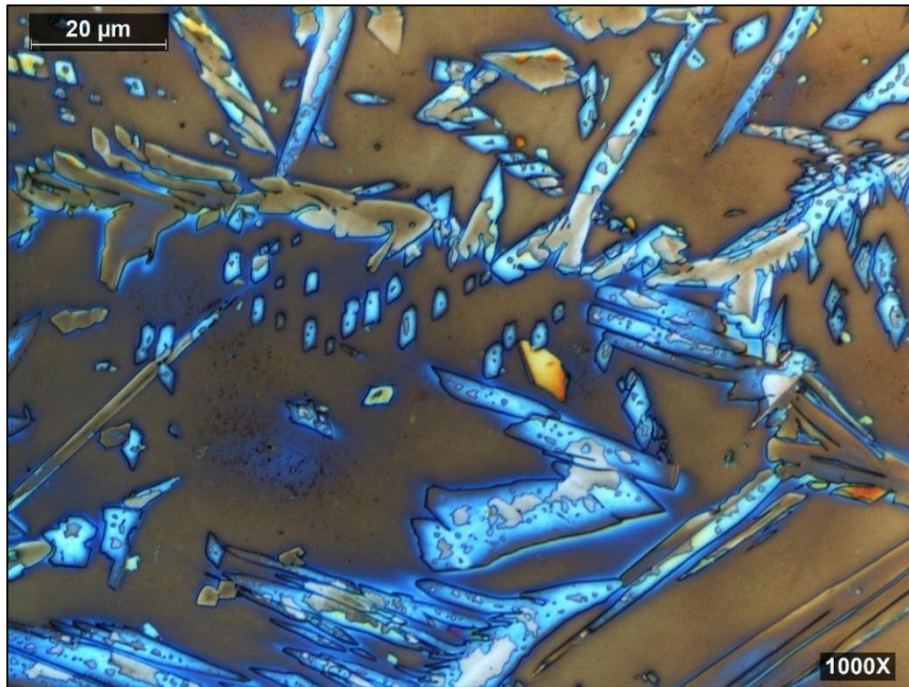


**Figura 33.** Micrografía de la zona fundida, zona de granos columnares, 500X, 20% NaOH (3 V, 60 s).

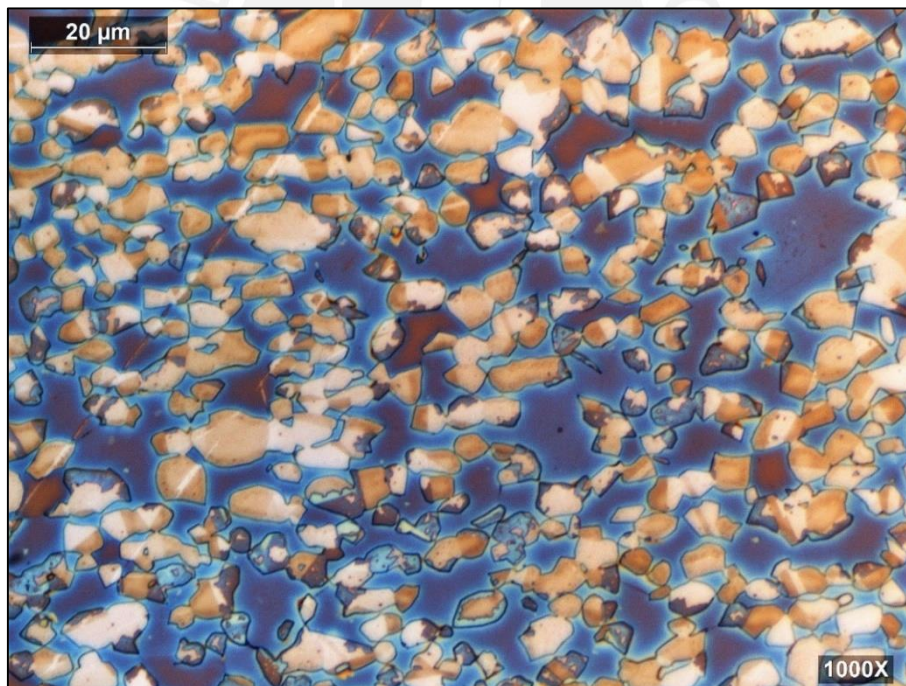


**Figura 34.** Micrografía de la zona fundida, zona central, 500X, 20% NaOH (3 V, 60 s).





**Figura 35.** Micrografía de la zona fundida, 1000X, 20% NaOH (3 V, 60 s).

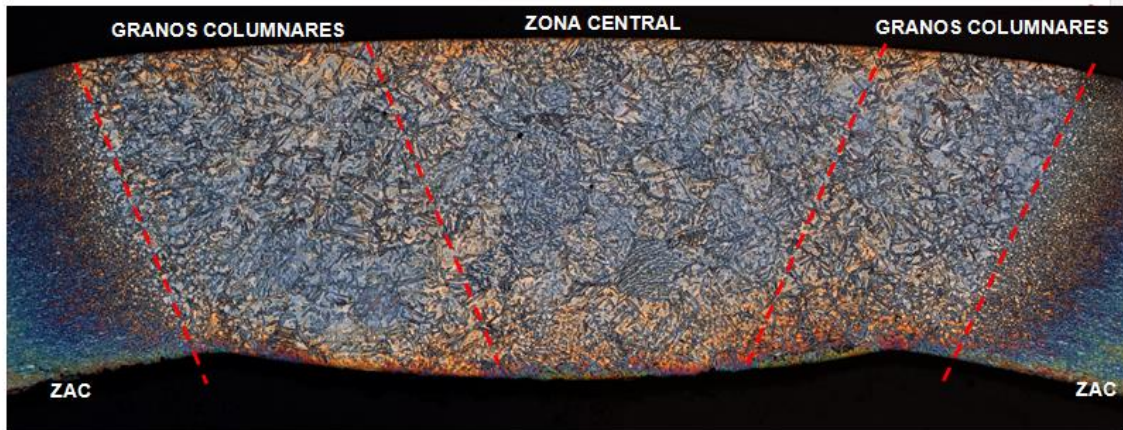


**Figura 36.** Micrografía de la ZAC, 1000X, 20% NaOH (3 V, 60 s).

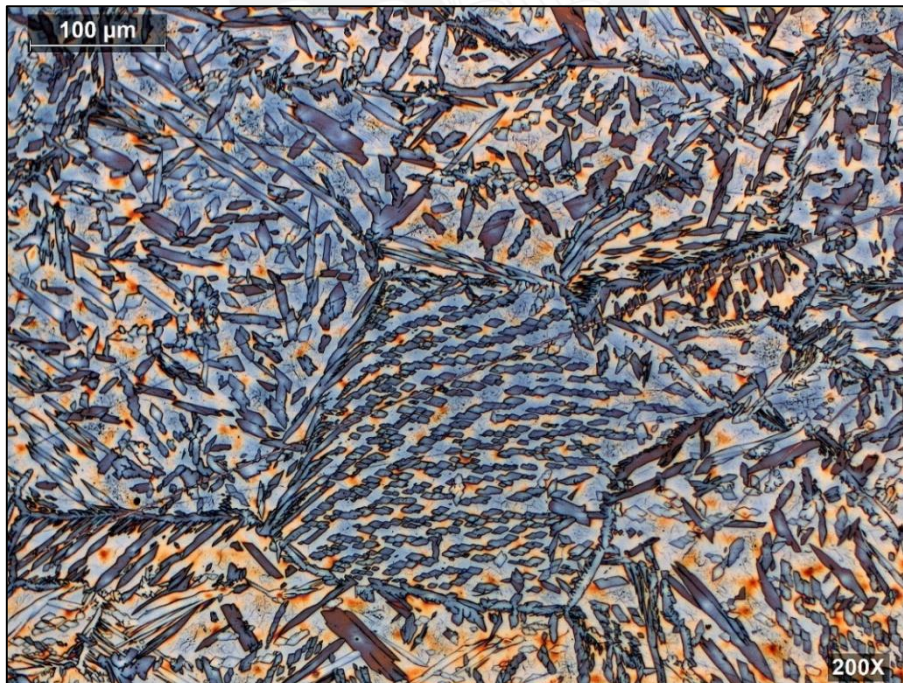


La micrografía compuesta (ver Figura 37) muestra regiones de granos columnares en los laterales de la zona fundida colindantes con el material base y una zona central con granos equiaxiales, donde en el límite de grano ha nucleado austenita primaria, mientras que, en el interior de estos granos se aprecia austenita secundaria con morfologías poligonales (ver Figura 38). Se aprecian algunas fases precipitadas en la matriz ferrítica, las cuales son compatibles con nitruros de cromo (ver Figura 39).

b) **Zona fundida usando Ar + 2%N<sub>2</sub> en cara y raíz.**



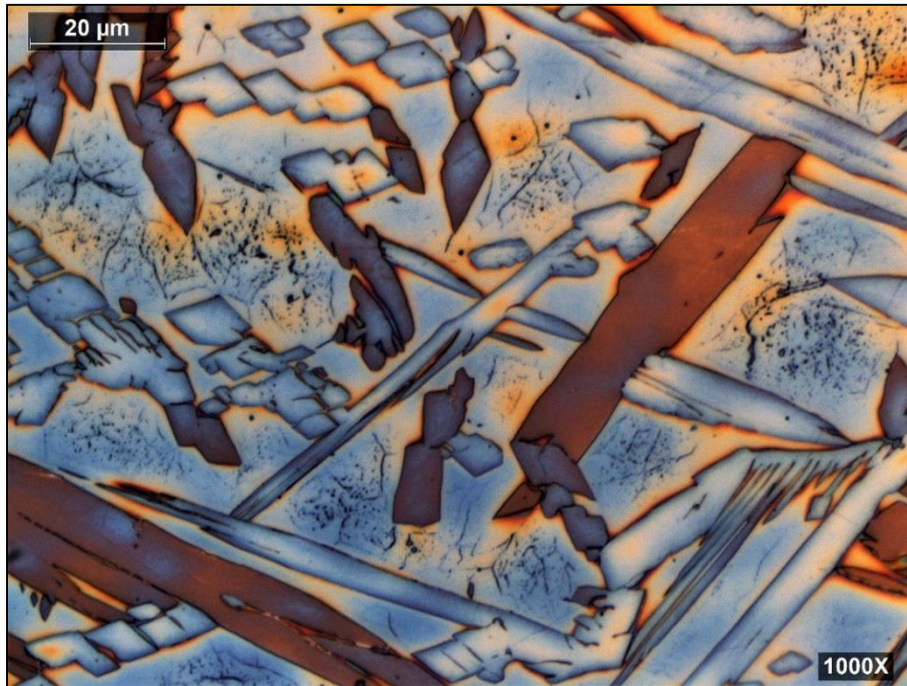
**Figura 37.** Micrografía compuesta de la totalidad de la zona fundida, 50X, 20% NaOH (3 V, 60 s).



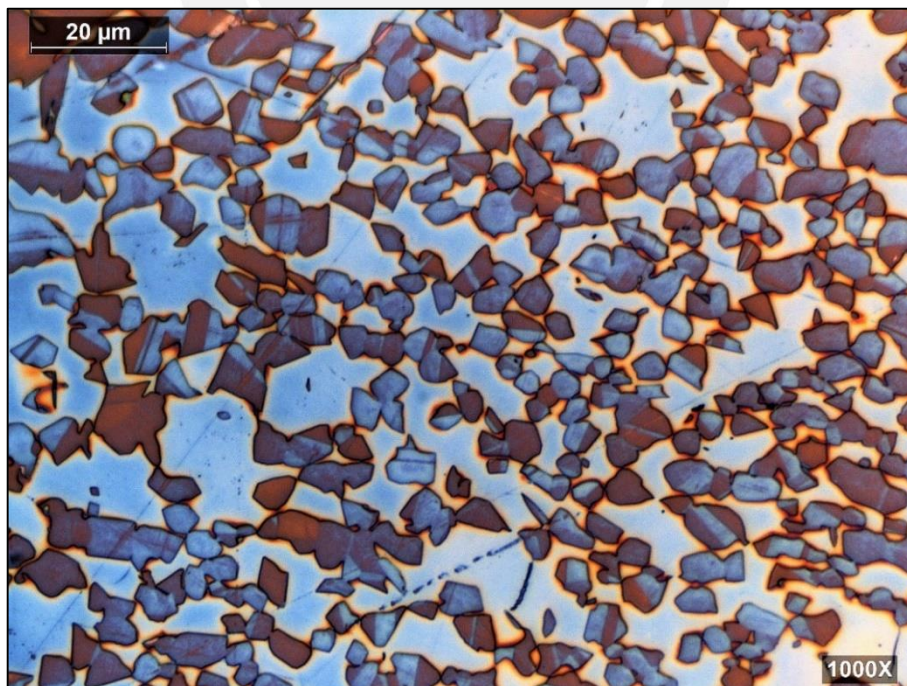
**Figura 38.** Micrografía de la zona fundida parte central, 500X, 20% NaOH (3 V, 60 s).



En la ZAC se puede observar morfologías tipo granos equiaxiales de austenita, agrupados con un tamaño de grano aparente mayor al del material base, pero aún de características finas, solo visible claramente a altos aumentos (ver Figura 40).



**Figura 39.** Micrografía de la zona fundida en la zona central, 1000X, 20% NaOH (3 V, 60s).

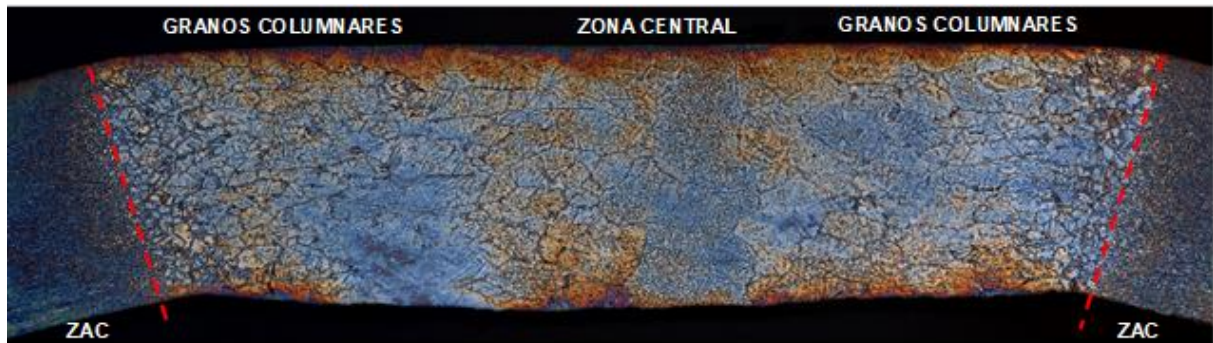


**Figura 40.** Micrografía de la ZAC, 1000X, 20% NaOH (3 V, 60 s).

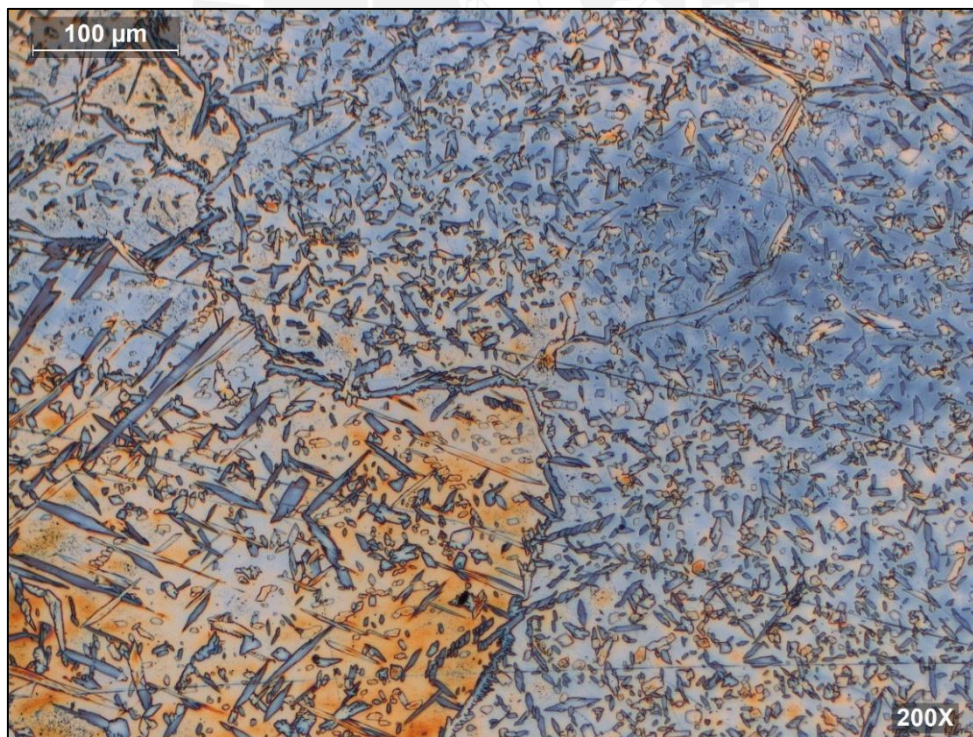


c) **Zona fundida usando Ar + 5%N<sub>2</sub> en cara y raíz.**

La macroestructura visible a través de la micrografía compuesta (ver Figura 41), muestra una amplia zona de granos columnares y una zona central donde se aprecian granos de apariencia equiaxial con tamaños gruesos, con grandes límites de grano delineados por austenita primaria (ver Figura 42) y la presencia de austenita secundaria al interior (ver Figura 43).

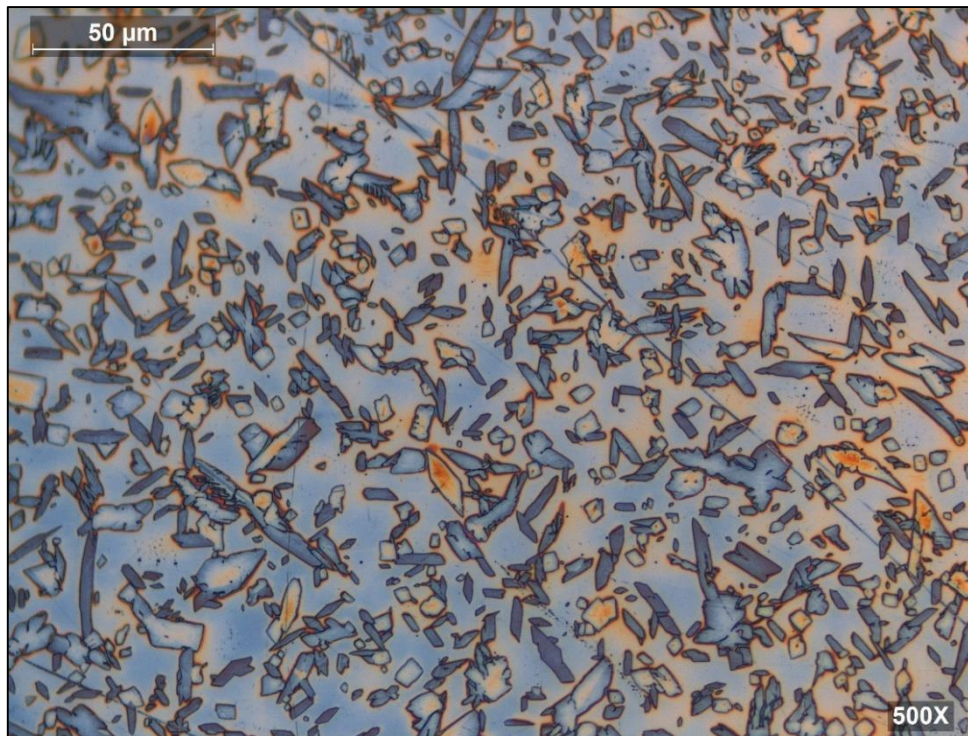


**Figura 41.** Micrografía compuesta de la totalidad de la zona fundida, 50X, 20% NaOH (3 V, 60 s)

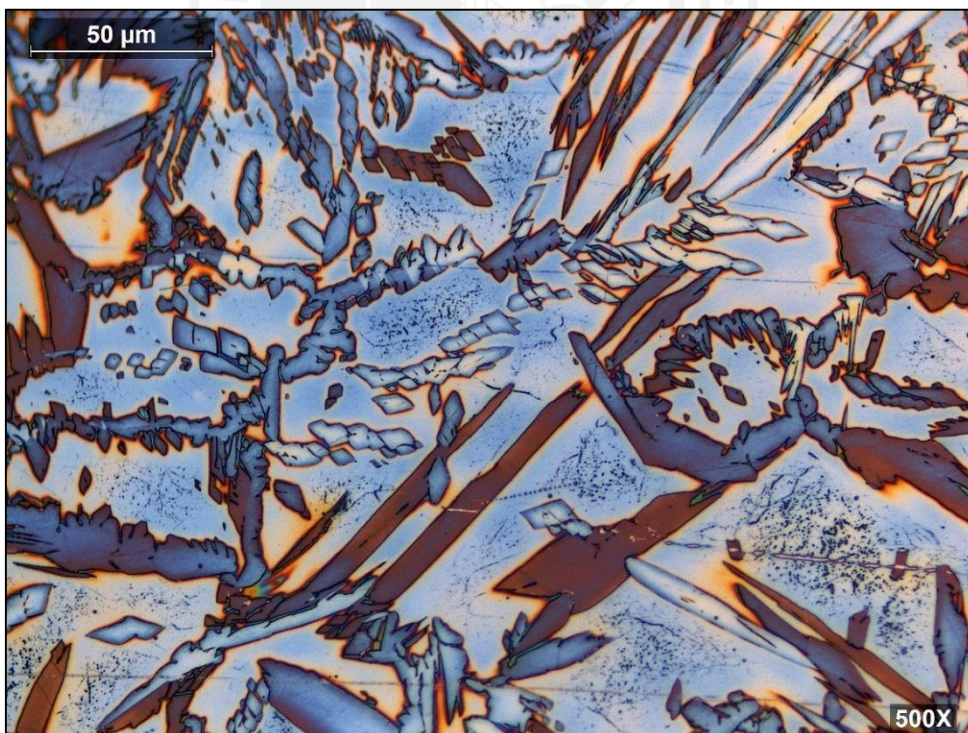


**Figura 42.** Micrografía de la zona fundida, zona central, 200X, 20% NaOH (3 V, 60 s).





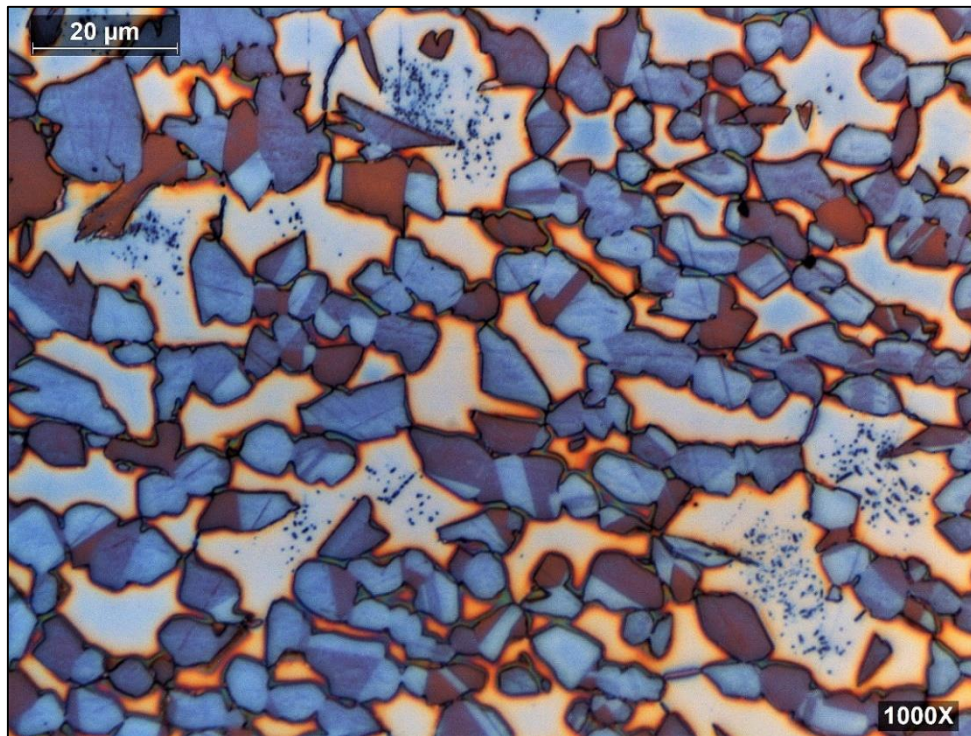
**Figura 43.** Micrografía de la zona fundida, zona central, 500X, 20% NaOH (3 V, 60 s)



**Figura 44.** Micrografía de la zona fundida, zona de granos columnares, 500X, 20% NaOH (3 V, 60 s).



En la zona de granos columnares, se observa la presencia de austenita primaria en el borde de los granos columnares de morfologías aciculares gruesas y austenita secundaria al interior de formas poligonales, además en la matriz se observa presencia de precipitados, los cuales son compatibles con nitruros de cromo (ver Figura 44); en la ZAC, se aprecian granos de apariencia equiaxial agrupados (ver Figura 45).



**Figura 45.** Micrografía de la ZAC, 1000X, 20% NaOH (3 V, 60 s).

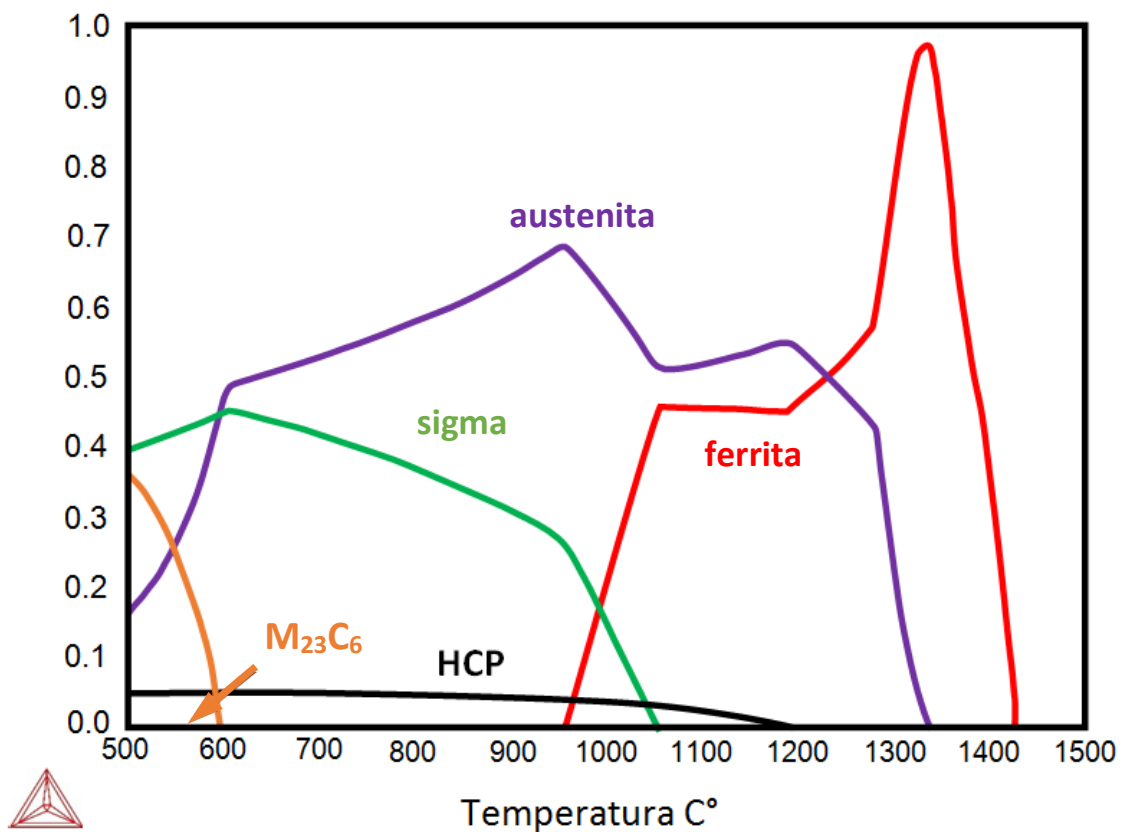
La evaluación metalográfica permite deducir que las velocidades de enfriamiento no han sido iguales en todos los casos, particularmente en el espécimen de zona fundida usando como gas de protección la mezcla Ar + 5%N<sub>2</sub>, donde se observa una microestructura más fina, provocada por un enfriamiento rápido y donde se puede también observar mayor proporción de austenita primaria rodeando los límites de grano de la matriz ferrítica.

El enfriamiento se puede entender mejor analizando primero el diagrama de equilibrio de proporción en masa de fases de acuerdo a un enfriamiento normal para este acero, Zhang et. Col. [59], muestran y describen este diagrama de equilibrio (ver Figura 46) y señalan que aproximadamente a 1220°C la fracción en volumen de austenita y ferrita son esencialmente iguales, a partir de 950°C en el enfriamiento coexisten fases como austenita, fase sigma y fase HCP (correspondiente a Cr<sub>2</sub>N) con ausencia de fase ferrítica, se debe tener en cuenta que la fracción en masa de fase sigma es la más alta, y que la fase Cr<sub>2</sub>N



también está presente en cantidad significativa. Sin embargo, la fase  $M_{23}C_6$  es mucho menor en este acero comparado con otras fases, esto debido al bajísimo contenido de carbono de estos aceros inoxidable.

Por lo tanto, si el enfriamiento se desarrolla de manera muy lenta, la posibilidad de que se forme fase sigma se incrementa de manera sustancial, por lo cual el control de los parámetros de soldadura, proceso de soldadura a utilizar, así como el control de la velocidad de enfriamiento son variables fundamentales a controlar cuidadosamente.



**Figura 46.** Fracción en masa de las fases estables para el acero UNS S32707 [59].

### 3.2.6 ANÁLISIS FRACTOGRÁFICO.

Las tres muestras analizadas, procedentes del ensayo de tracción de las zonas fundidas, presentan características de fractura dúctil (ver Figuras 47 a 49), evidenciada por la presencia de microcavidades típicas de este modo de fractura, solo en algunas zonas se presentan pequeñas superficies planas compatibles con modo de rotura por clivaje, las cuales tienen relación con el microconstituyente ferrita, debido a que presenta menor comportamiento dúctil.

a) Superficie de rotura  $N_2 + 10\%H_2$  en cara y 100 % Ar en raíz

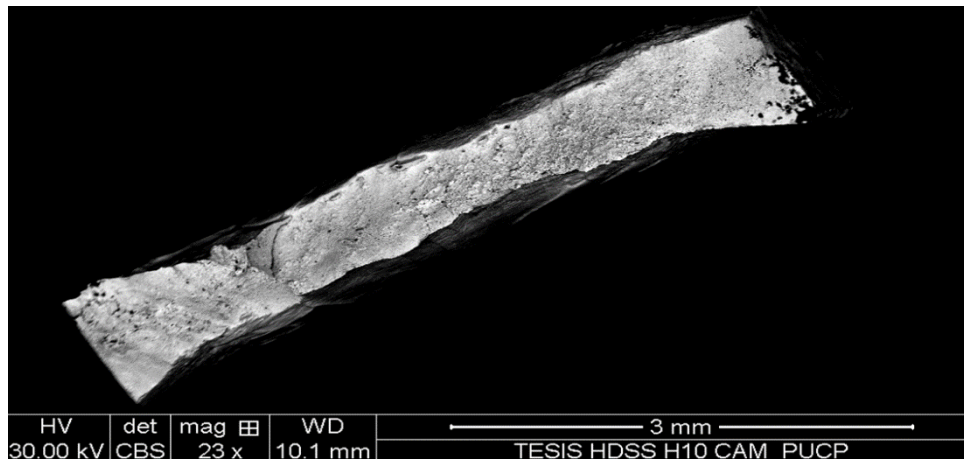


Figura 47 a) Superficie de ruptura probeta  $N_2+10\%H_2$ .

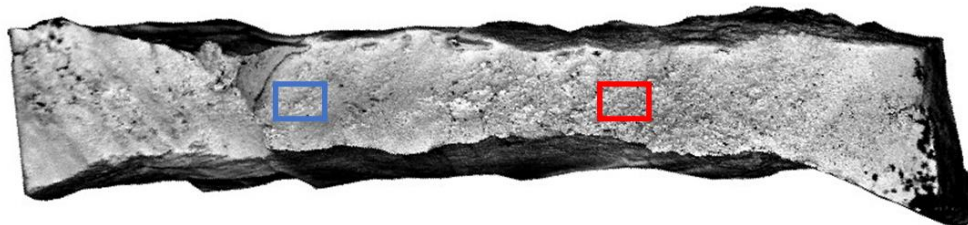


Figura 47 b) Areas analizadas de la superficie de ruptura probeta  $N_2+10\%H_2$ .

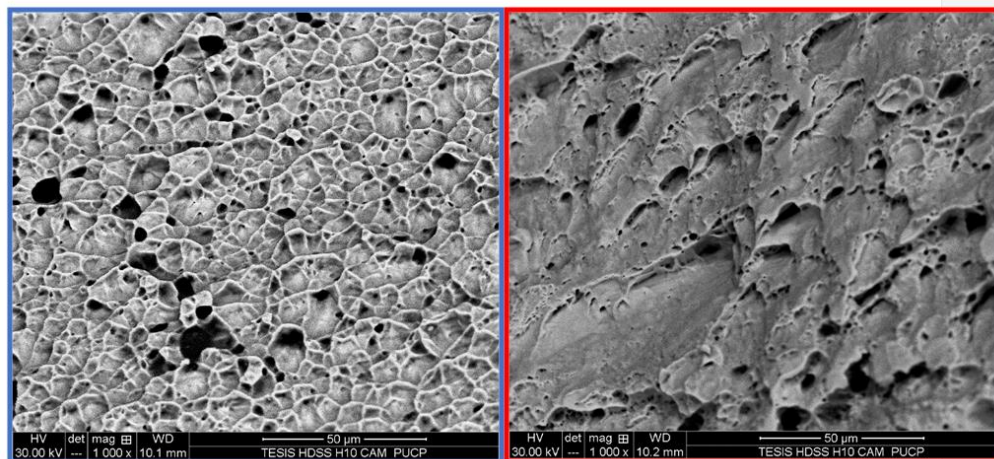


Figura 47 c) Detalle áreas analizadas probeta  $N_2+10\%H_2$ .

b) Superficie de rotura Ar + 2% N<sub>2</sub> en cara y raíz.

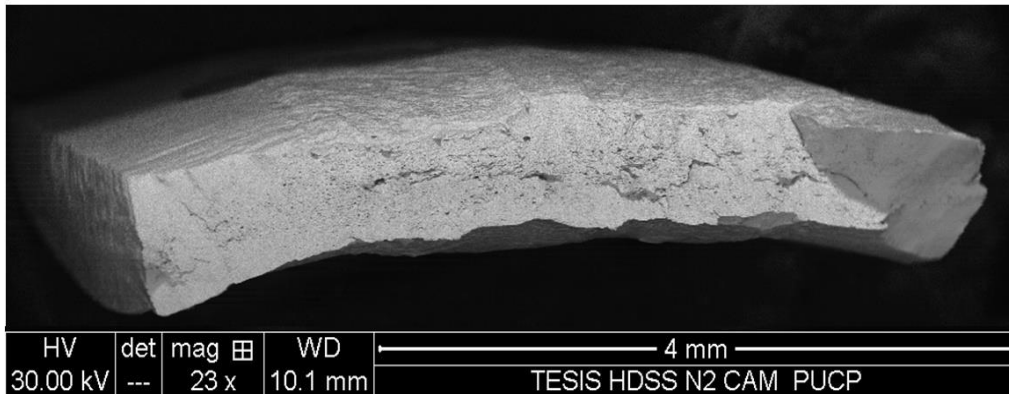


Figura 48 a) Superficie de ruptura probeta Ar+2%N<sub>2</sub>

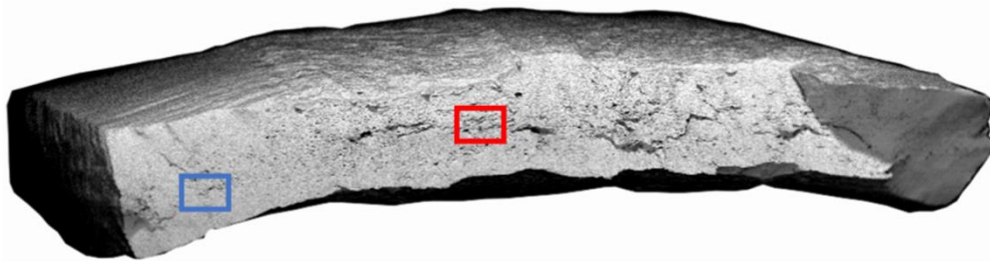


Figura 48 b) Areas analizadas de la superficie de ruptura probeta Ar+2%N<sub>2</sub>

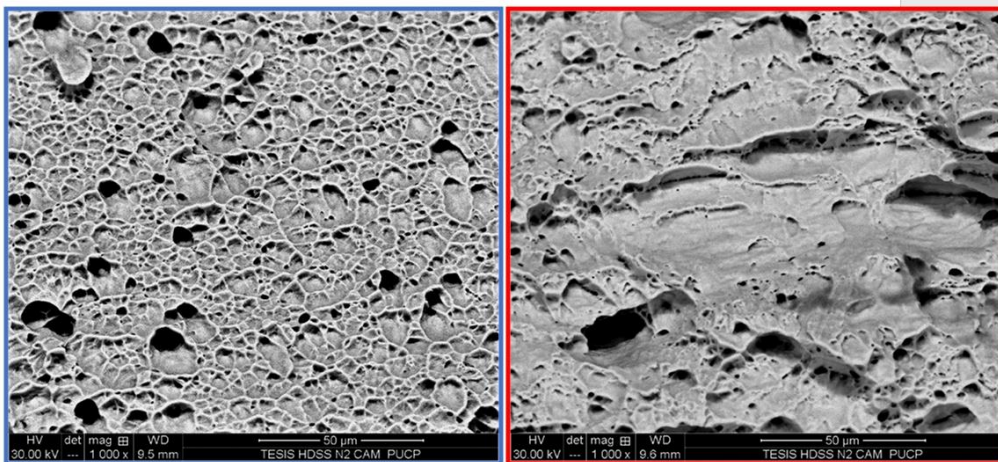


Figura 48 c) Detalle áreas analizadas probeta Ar+2%N<sub>2</sub>



c) Superficie de rotura Ar + 5% N<sub>2</sub> en cara y raíz.

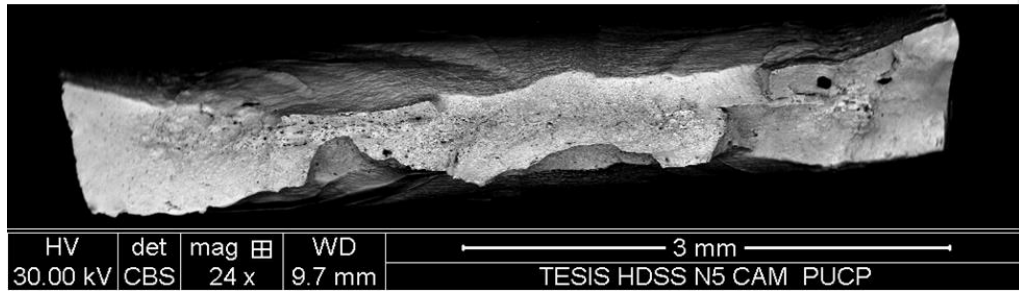


Figura 49 a) Superficie de ruptura probeta Ar+5%N<sub>2</sub>

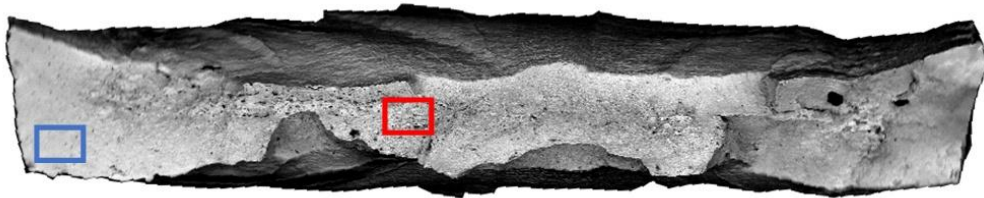


Figura 49 b) Areas analizadas de la superficie de ruptura probeta Ar+5%N<sub>2</sub>

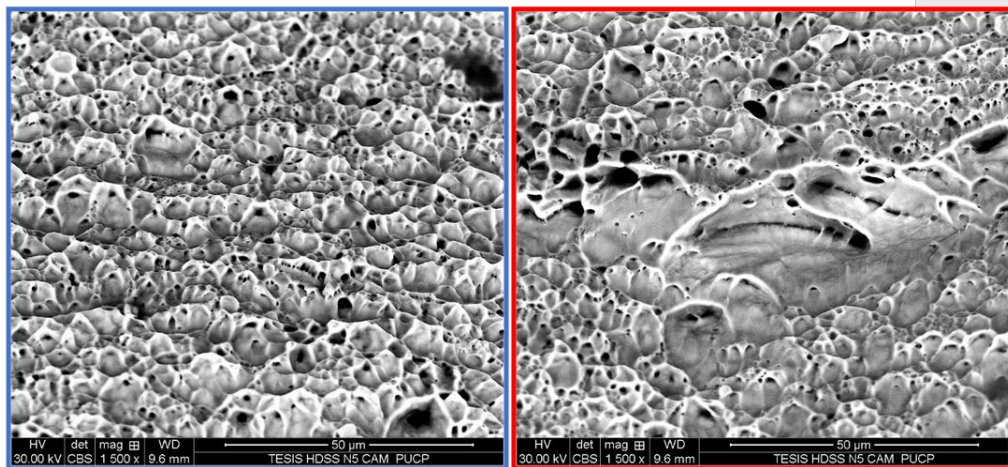


Figura 49 c) Detalle áreas analizadas probeta Ar+5%N<sub>2</sub>

### 3.3 ENSAYOS DE CORROSIÓN POR INMERSIÓN.

#### 3.3.1 PÉRDIDA DE PESO.

##### a) Ensayo de Corrosión por picadura a 76°C.

En la Tabla 16 se aprecian las pérdidas de peso de las probetas sometidas a ensayo de corrosión en solución de  $\text{FeCl}_3$ , a 76°C.

**Tabla 16.** Pérdida de peso por corrosión a 76°C

<b>Ensayo a 76°C /10h</b>				
<b>Composición del gas de protección</b>	<b>Promedio peso inicial (g)</b>	<b>Promedio peso final (g)</b>	<b>Diferencia de promedios (g)</b>	<b>Porcentaje de pérdida de peso</b>
Ar+2%N <sub>2</sub> (Cara y raíz)	4,4863	4,3972	0,0891	1,986%
Ar+5%N <sub>2</sub> (Cara y raíz)	4,5911	4,4527	0,1384	3,015%
N <sub>2</sub> +10%H <sub>2</sub> (cara)/Ar 100% (raíz)	4,8191	4,6373	0,1818	3,773%







Se observa, que las probetas con menor porcentaje de pérdida de peso, son las de la mezcla Ar+2%N<sub>2</sub>, mientras que las probetas de las mezclas Ar+5%N<sub>2</sub> y N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub>/Ar, presentan pérdidas de peso más significativas, siendo la del comportamiento más pobre a corrosión la mezcla N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub>/Ar.

En las Figuras 50 y 51, se observan las probetas sometidas a ensayo de corrosión de la mezcla Ar + 2% N<sub>2</sub>, en la cara exterior de la probeta se puede ver que no hay presencia de daño por picaduras, mientras que en la cara interior se muestra que en la zona fundida han comenzado a nuclear pequeñas picaduras de manera preferencial en la zona que no ha sido pasivada.

En las Figuras 52 y 53, se presentan las probetas sometidas a ensayo de corrosión de la mezcla Ar + 5% N<sub>2</sub>, en la cara exterior de la probeta se observa presencia de picaduras, principalmente en la zona sin pasivar, al analizar la cara interior de la tubería, de manera análoga, la zona con mayor daño por corrosión se presenta en la parte sin pasivar.


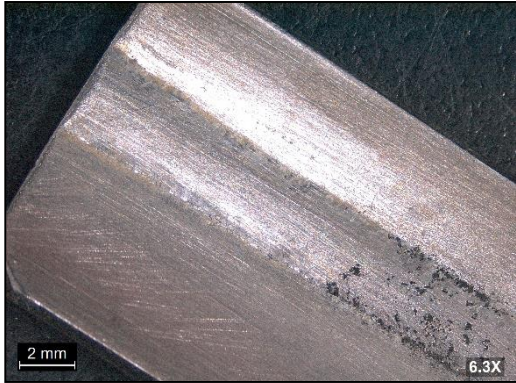




En las Figuras 54 y 55, se aprecian las probetas sometidas a ensayo de corrosión en solución de  $\text{FeCl}_3$ , de la mezcla N<sub>2</sub> + 10% H<sub>2</sub> a 76°C, en la cara exterior de la probeta se puede observar que en la zona sin pasivar, presenta zonas corroídas, de manera preferencial en la zona fundida, por otro lado, en la cara interior se puede observar que el daño por corrosión es mínimo, con solo unas picaduras en la zona fundida sin pasivar.



Gas de protección Ar + 2% N <sub>2</sub> – Cara – 76°C – 10 horas		
	Zona sin pasivar	Zona pasivada
Probeta 1		
Probeta 2		
Probeta 3		

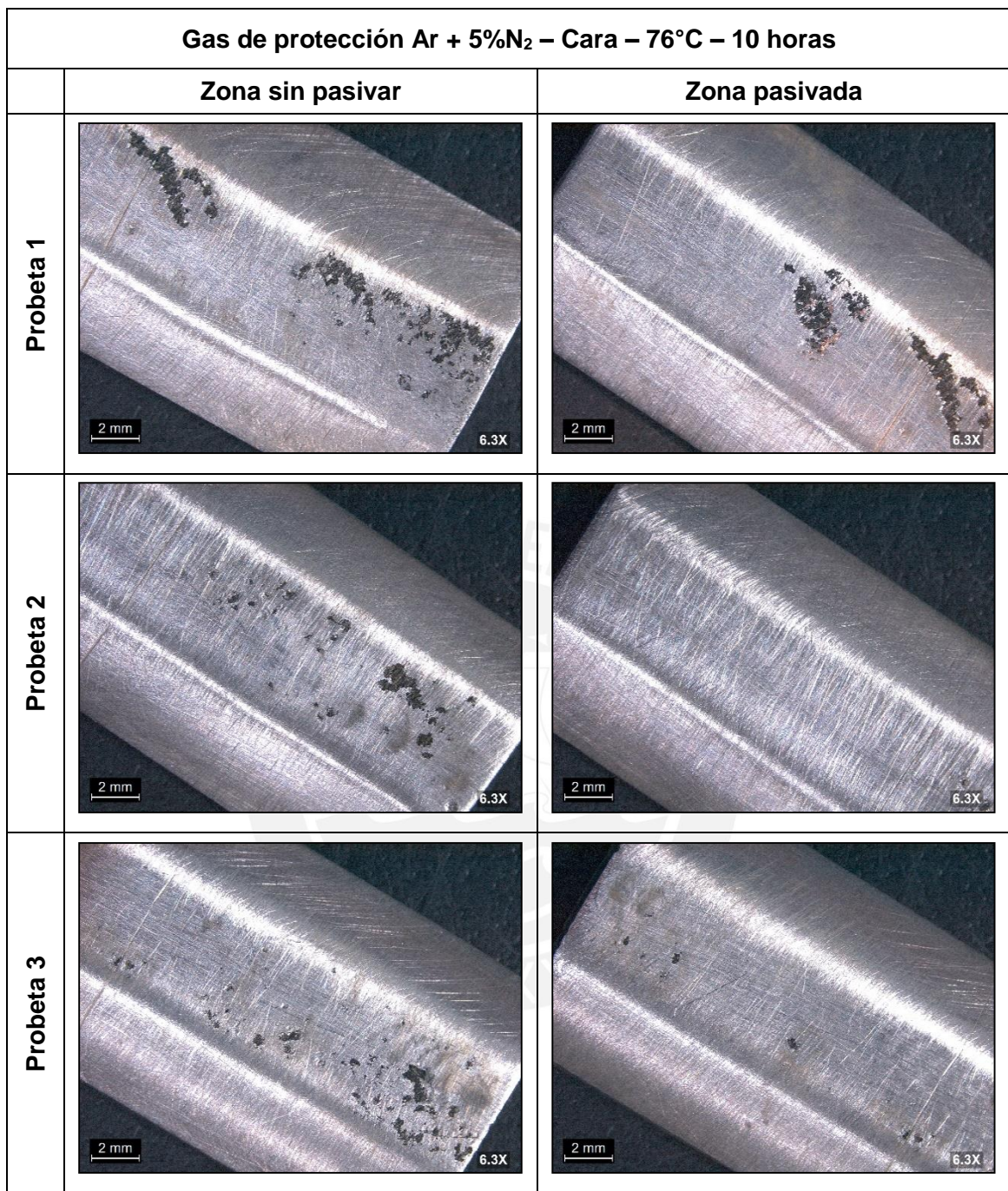
**Figura 50.** Macrografía de la cara de la zona fundida, zona pasivada y sin pasivar en probetas soldadas con la mezcla de gas Ar + 2% N<sub>2</sub>.



Gas de protección Ar + 2% N <sub>2</sub> – Raíz – 76°C – 10 horas		
	Zona sin pasivar	Zona pasivada
Probeta 1		
Probeta 2		
Probeta 3		

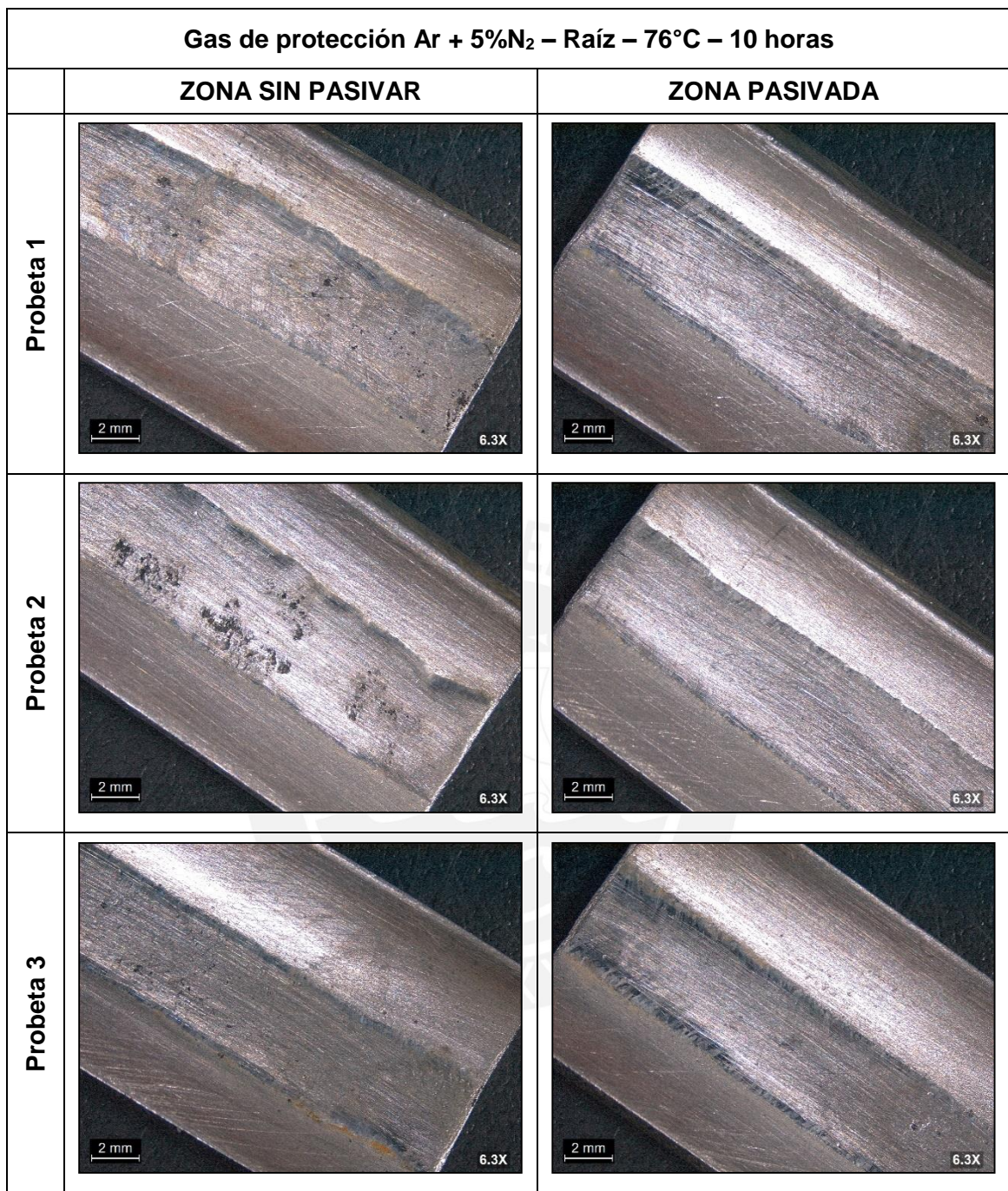
**Figura 51.** Macrografía de la raíz de la zona fundida, zona pasivada y sin pasivar en probetas soldadas con la mezcla de gas Ar + 2% N<sub>2</sub>.





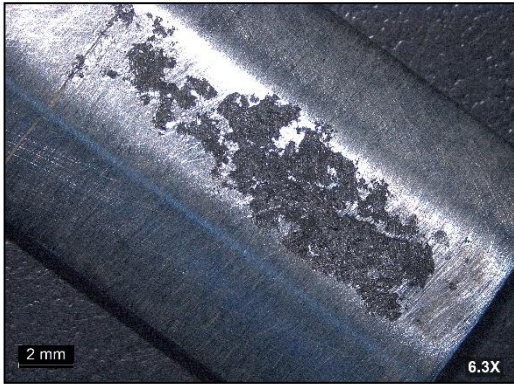
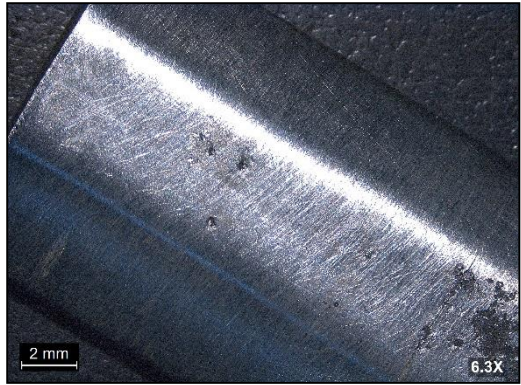
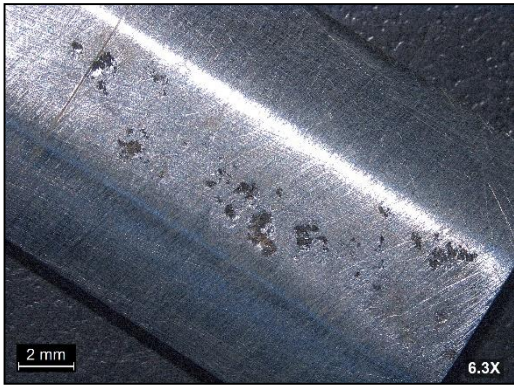
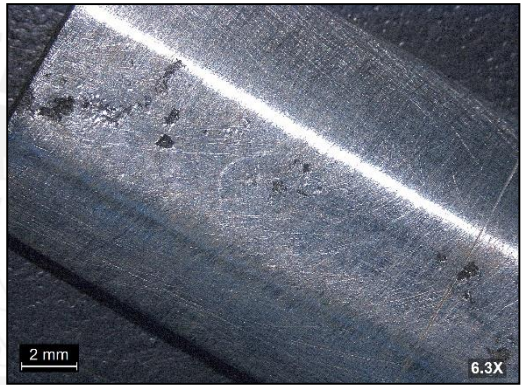


**Figura 52.** Macrografía de la cara de la zona fundida en ambas zonas, pasivada y sin pasivar en probetas soldadas con la mezcla de gas Ar + 5%N<sub>2</sub>.







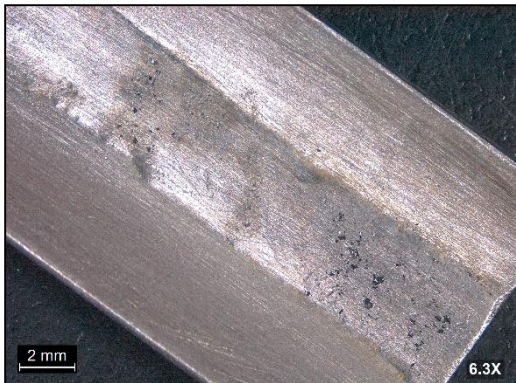

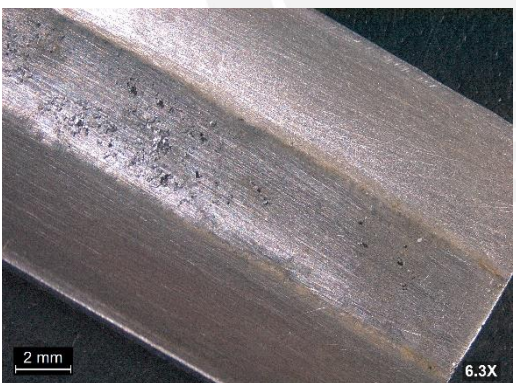

**Figura 53.** Macrografía de la raíz de la zona fundida en ambas zonas, pasivada y sin pasivar, en probetas soldadas con la mezcla de gas Ar + 5%N<sub>2</sub>.



Gas de protección $N_2 + 10\% H_2$ – Cara – $76^\circ C$ – 10 horas		
	Zona sin pasivar	Zona pasivada
Probeta 1		
Probeta 2		
Probeta 3		

**Figura 54.** Macrografía de la cara de la zona fundida, zona pasivada y sin pasivar en probetas soldadas con la mezcla de gas  $N_2 + 10\% H_2$ .



Gas de protección 100% Ar – Raíz – 76°C – 10 horas		
	Zona sin pasivar	Zona pasivada
Probeta 1		
Probeta 2		
Probeta 3		

**Figura 55.** Macrografía de la raíz de la zona fundida, zona pasivada y sin pasivar en probetas soldadas con la mezcla de gas  $N_2 + 10\% H_2$ .

**b) Ensayo de Corrosión por picadura a 98°C.**

En la Tabla 17, se presentan las pérdidas de peso de las probetas sometidas a ensayo de corrosión en solución de FeCl<sub>3</sub> a 98°C.

**Tabla 17. Pérdida de peso por corrosión a 98°C**

<b>Ensayo a 98°C /10h</b>				
<b>Composición del gas de protección</b>	<b>Promedio peso inicial (g)</b>	<b>Promedio peso final (g)</b>	<b>Diferencia de promedios (g)</b>	<b>Porcentaje de pérdida de peso</b>
Ar+2%N <sub>2</sub> (Cara y raíz)	4,6449	3,7412	-0,9037	19,456%
Ar+5%N <sub>2</sub> (Cara y raíz)	4,6435	3,0315	-1,6120	34,714%
N <sub>2</sub> +10%H <sub>2</sub> (Cara)/Ar 100% (Raíz)	4,5735	2,9082	-1,6653	36,412%

Se puede observar, que las probetas con menor porcentaje de pérdida de peso, son nuevamente las de la mezcla Ar+2%N<sub>2</sub>, mientras que las probetas de las mezclas Ar+5%N<sub>2</sub> y N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub>/Ar, presentan pérdidas de peso más significativas, siendo la del comportamiento más pobre a corrosión la mezcla N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub>/Ar; este resultado es consistente con el anterior obtenido a una temperatura de 76°C, donde las muestras ensayadas presentan el mismo comportamiento.

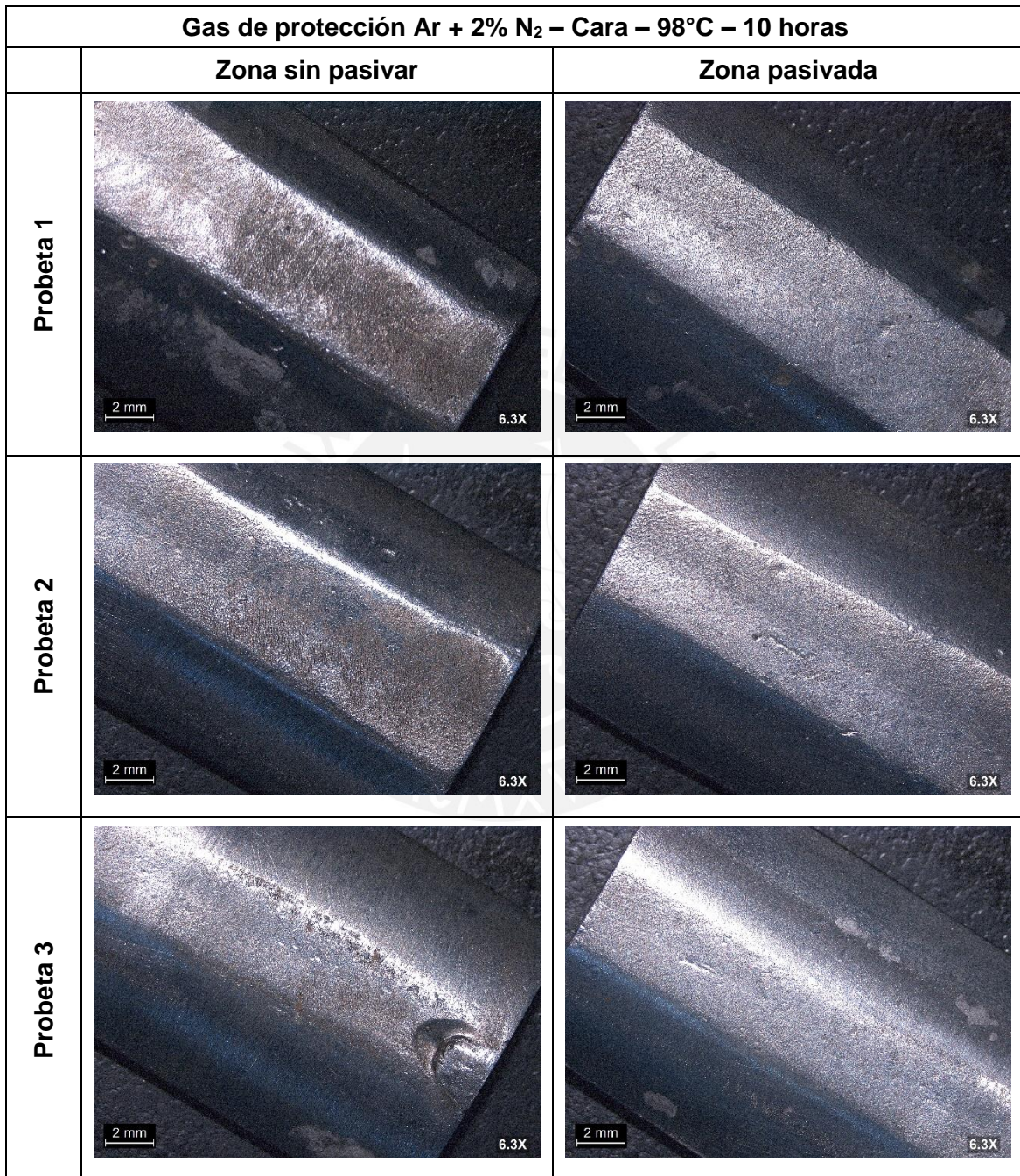
En las Figuras 56 y 57, se aprecian las probetas sometidas a ensayo de corrosión en solución de FeCl<sub>3</sub>, de la mezcla Ar + 2% N<sub>2</sub> a 98°C, en la cara exterior de la probeta, se aprecia que prácticamente hay ausencia de daño por corrosión en la zona fundida pasivada, en la zona sin pasivar indicios de corrosión incipiente mientras que en las proximidades de la ZAC, se puede observar algunas picaduras puntuales, por otro lado, en la cara interior de la probeta, se observa daño por corrosión en toda la zona fundida y en el material base aledaño a la ZAC.

En las Figuras 58 y 59, se observa las probetas sometidas a ensayo de corrosión en solución de FeCl<sub>3</sub>, de la mezcla Ar + 5% N<sub>2</sub> a 98°C, dos de las muestras ensayadas, presentan una fractura en el medio de la zona fundida, se aprecia daño por corrosión en la totalidad de la zona fundida, en la zona aledaña a la ZAC, se aprecia picaduras incipientes alineadas; en la cara interior de la probeta, se pueden observar fracturas al medio de la zona fundida, y daño por corrosión en el material base.

En las Figuras 60 y 61, se aprecian las probetas sometidas a ensayo de corrosión en solución de FeCl<sub>3</sub>, de la mezcla N<sub>2</sub> + 10% H<sub>2</sub> a 98°C, en la cara exterior de la probeta se puede observar que toda la zona fundida presenta daño por corrosión, incluso, la muestra se ha fracturado aproximadamente a la mitad de la zona fundida, además se observan

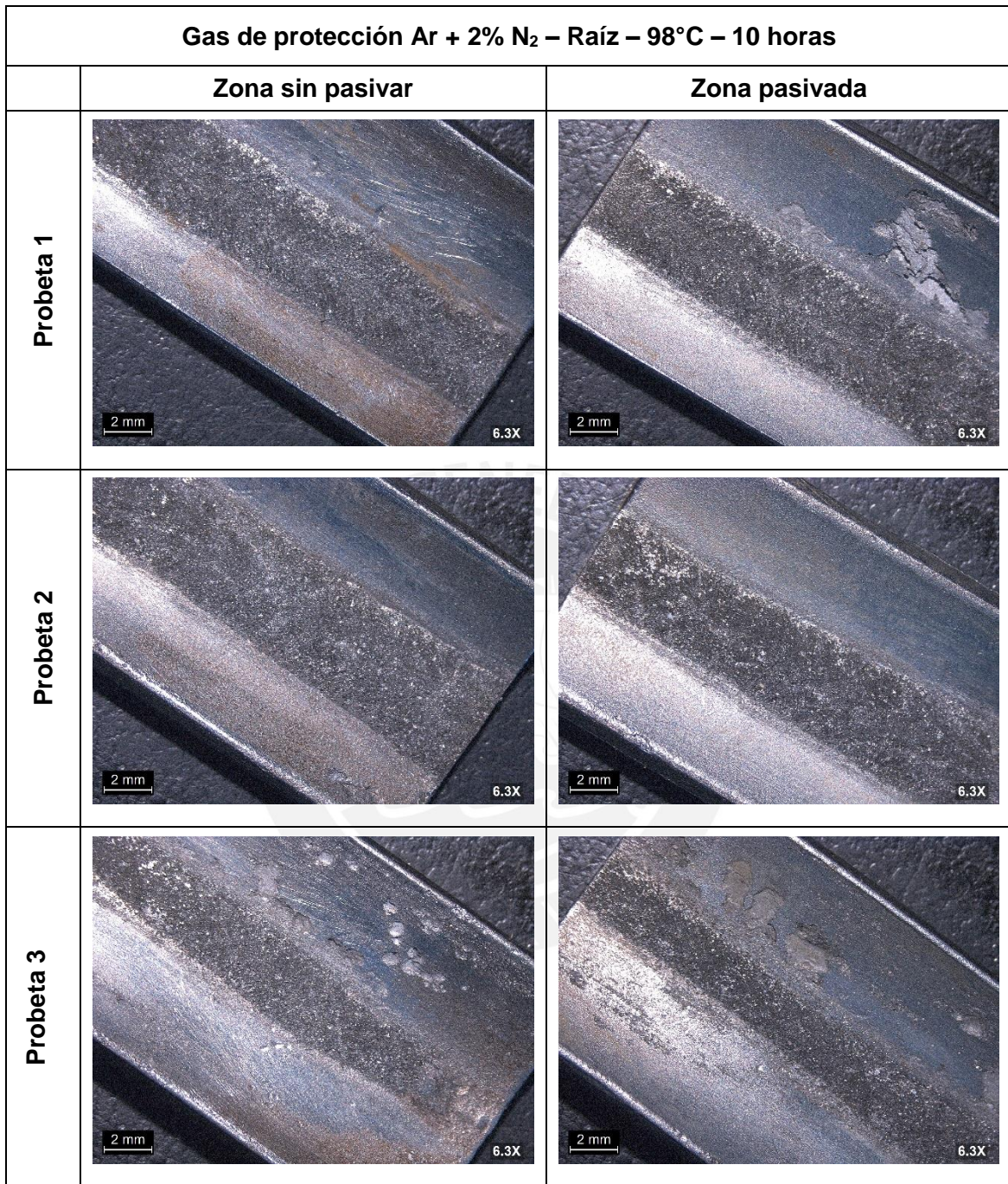


algunas picaduras sobre el material base en proximidades a la ZAC, mientras que, en la cara interior de la probeta, también se observa la fractura aproximadamente al medio de la zona fundida, pero adicionalmente en las proximidades de la ZAC se puede apreciar que el daño por corrosión es mayor en comparación con la cara, se observan picaduras de tamaño considerable.



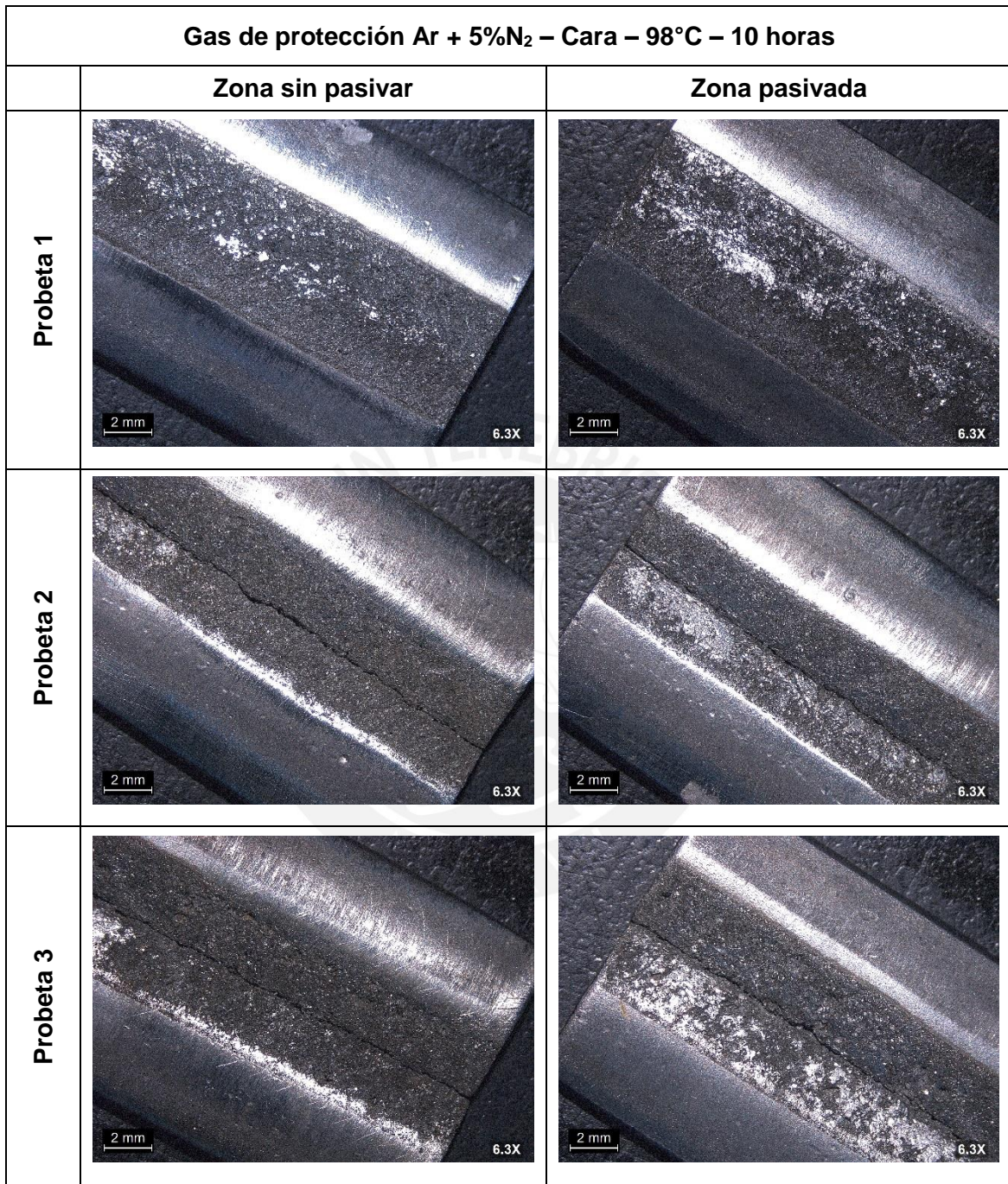
**Figura 56.** Macrografía de la cara de la zona fundida en ambas zonas, pasivada y sin pasivar en probetas soldadas con la mezcla de gas Ar + 2% N<sub>2</sub>.





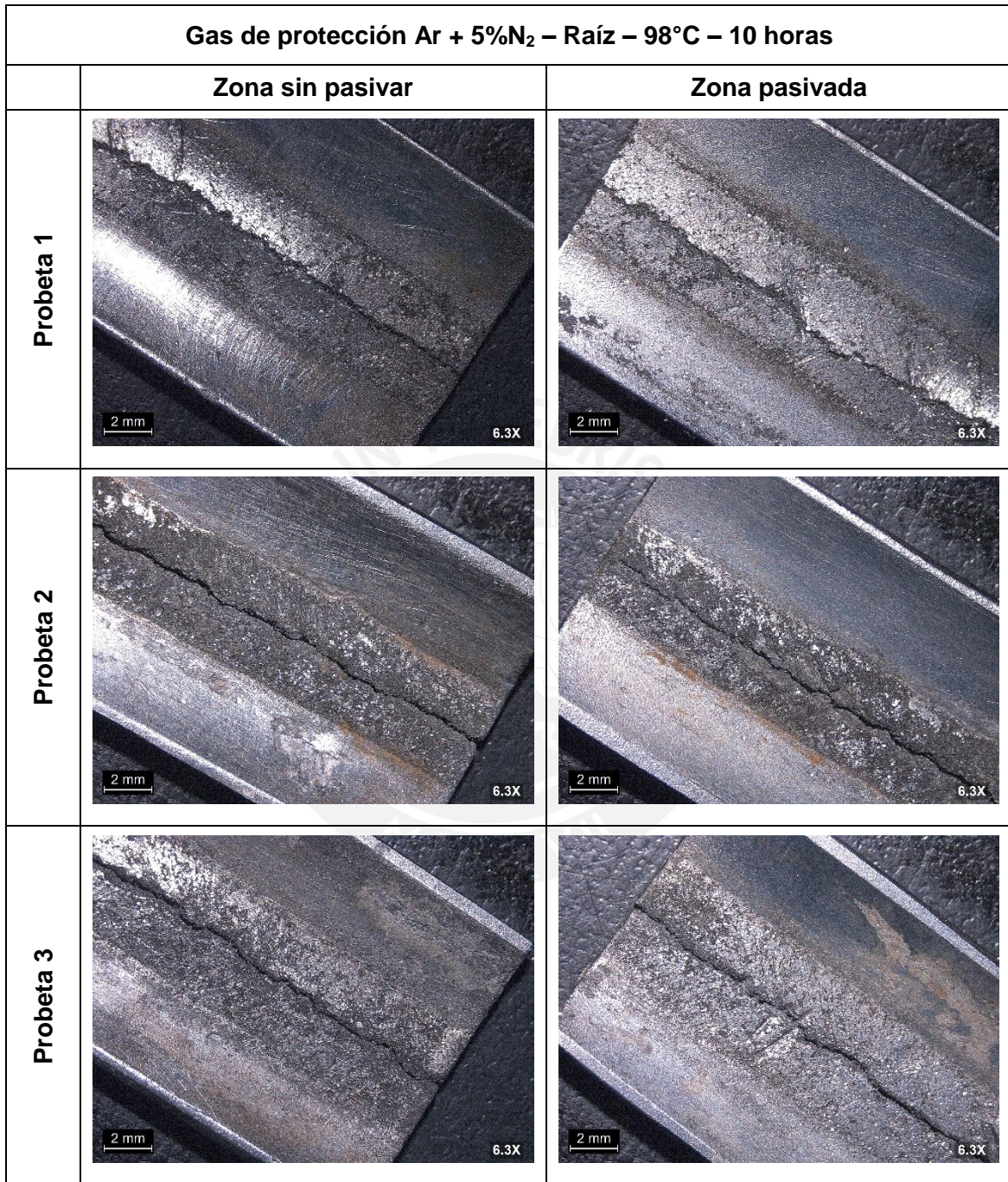
**Figura 57.** Macrografía de la raíz de la zona fundida en ambas zonas, pasivada y sin pasivar en probetas soldadas con la mezcla de gas Ar + 2%N<sub>2</sub>.





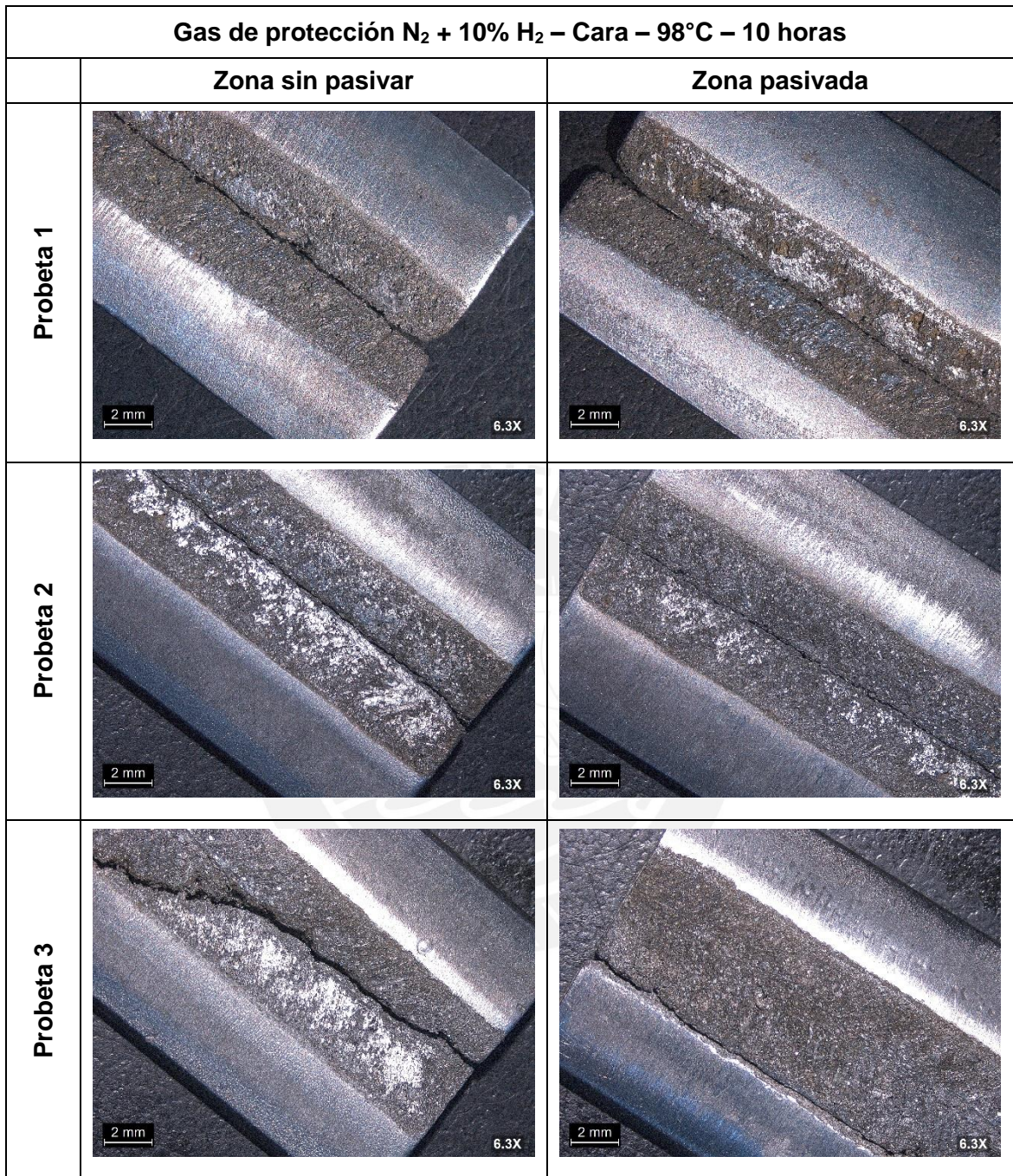
**Figura 58.** Macrografía de la cara de la zona fundida en ambas zonas, pasivada y sin pasivar en probetas soldadas con la mezcla de gas Ar + 5% N<sub>2</sub>.





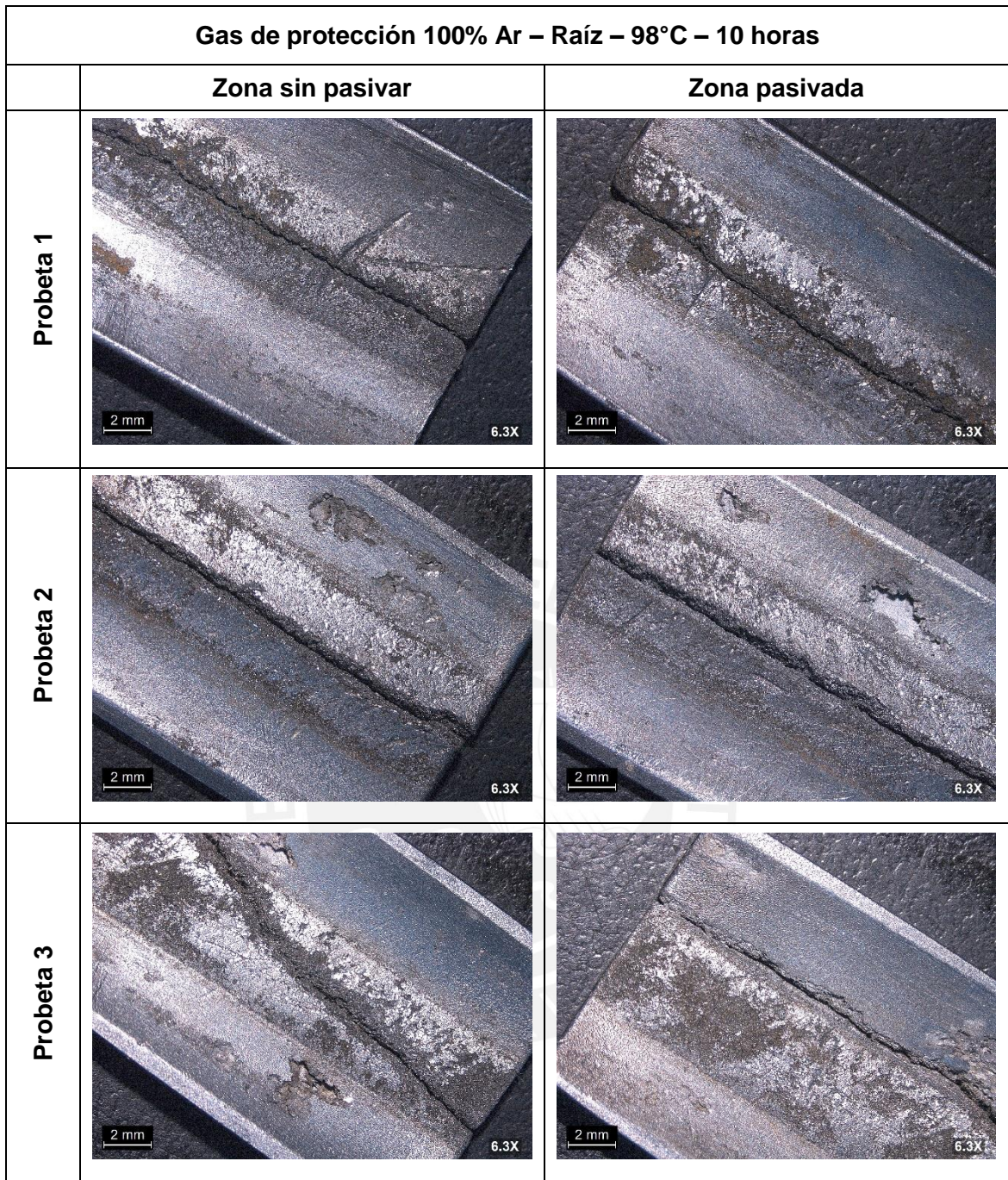
**Figura 59.** Macrografía de la raíz de la zona fundida en ambas zonas, pasivada y sin pasivar en probetas soldadas con la mezcla de gas Ar + 5% N<sub>2</sub>.





**Figura 60.** Macrografía de la cara de la zona fundida en ambas zonas, pasivada y sin pasivar en probetas soldadas con la mezcla de gas  $N_2 + 10\% H_2$ .





**Figura 61.** Macrografía de la raíz de la zona fundida en ambas zonas, pasivada y sin pasivar en probetas soldadas con 100% Ar.

En ambos ensayos de corrosión, se evidencia que las probetas que tuvieron mejor comportamiento en la cara de la zona fundida fueron las probetas con la mezcla Ar + 2% N<sub>2</sub>, las muestras obtenidas del ensayo de corrosión a 98°C, presentan un estado de corrosión muy avanzado en la zona fundida tal que no nos permite evaluar mediante inspección visual en cuál de las muestras se puede haber generado mayor daño por corrosión inicialmente. Por otro lado, de la evaluación en las muestras obtenidas del ensayo



de corrosión a 76°C, podemos observar primero, que en las zonas donde se aplicó la pasta pasivante/decapante se tiene una menor densidad de daño por corrosión en comparación con las zonas sin pasivar; adicionalmente las probetas con mejor desempeño en la cara interior de la zona fundida son las que tuvieron como gas de protección Ar puro, tanto en la zona sin pasivar como en la zona pasivada.

Evaluando de manera individual las zonas pasivada y sin pasivar de las probetas del ensayo a 76°C, se observó que utilizando las mezclas Ar + 2% N<sub>2</sub> y Ar + 5% N<sub>2</sub> y pasivando la raíz, se puede también, tener un buen comportamiento en la cara interior de la zona fundida.

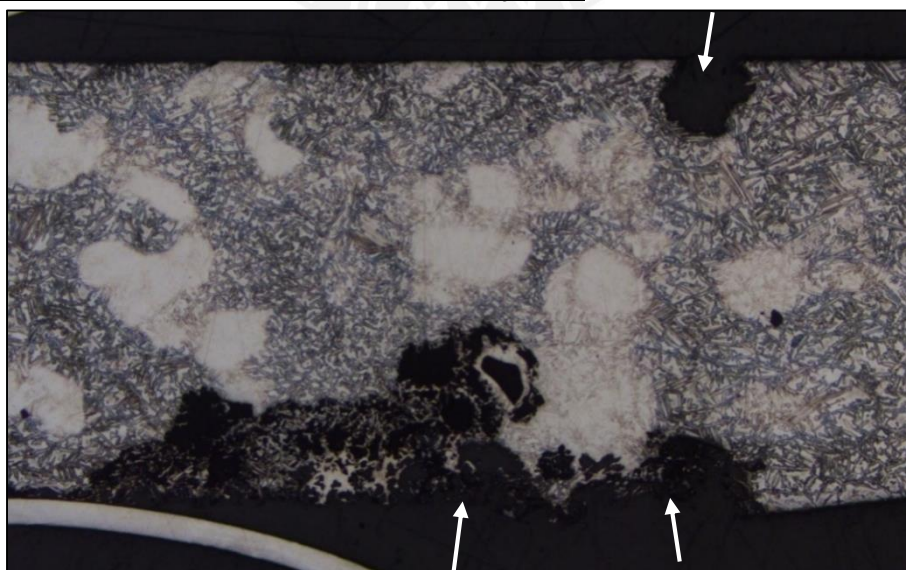
En las muestras de ensayo de corrosión a 98°C, de la mezcla Ar + 2% N<sub>2</sub>, la de mejor comportamiento, se puede observar picaduras incipientes alineadas en el material base, en zonas aledañas a la ZAC, aproximadamente hasta los límites donde llegó la termo coloración, al compararla con las otras muestras, no se evidencia este tipo de comportamiento; también se observa una notable influencia del efecto del pasivado en la muestra de mejor comportamiento, principalmente en la cara de la zona fundida.

### 3.3.2 CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS SOMETIDAS A ENSAYO DE CORROSIÓN.

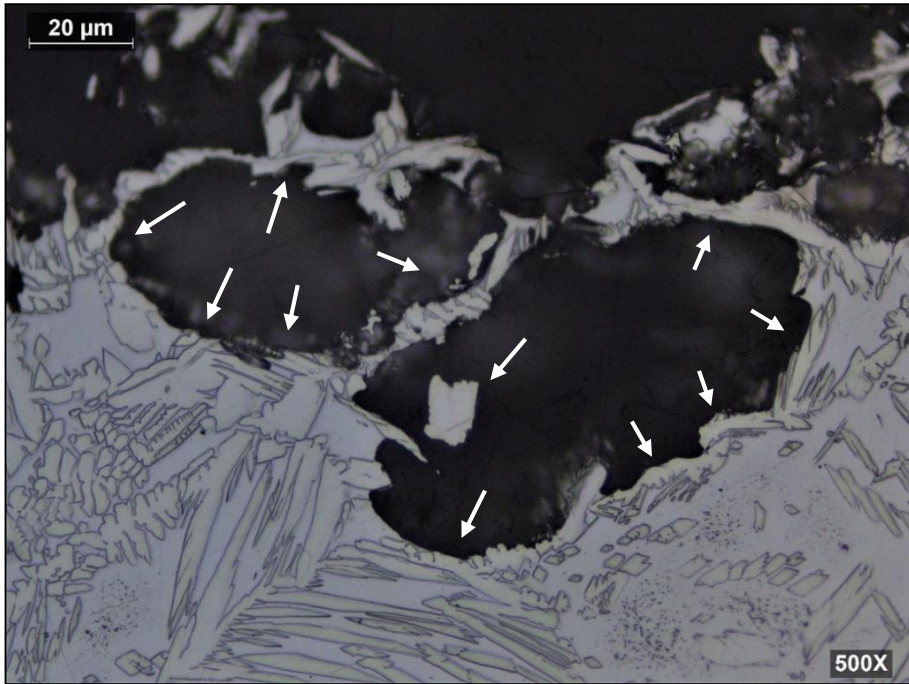
Se caracterizaron solo las muestras sometidas a ensayo de corrosión a 76°C, debido a que las muestras ensayadas a 98°C, por su avanzado estado de corrosión, no se pudieron acondicionar de manera óptima para el análisis.

#### a) Características microestructurales de muestras sometidas a ensayo de corrosión a 76°C.

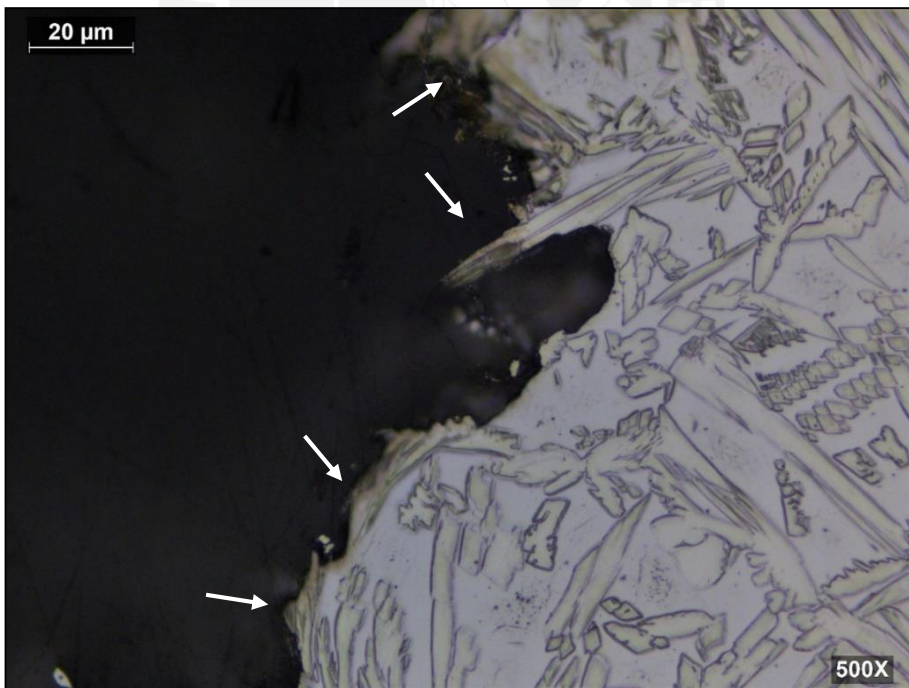
##### i. Zona fundida usando Ar + 2%N<sub>2</sub> en cara y raíz.



**Figura 62.** Micrografía de probeta corroída, se señalan en flechas las picaduras, 50X

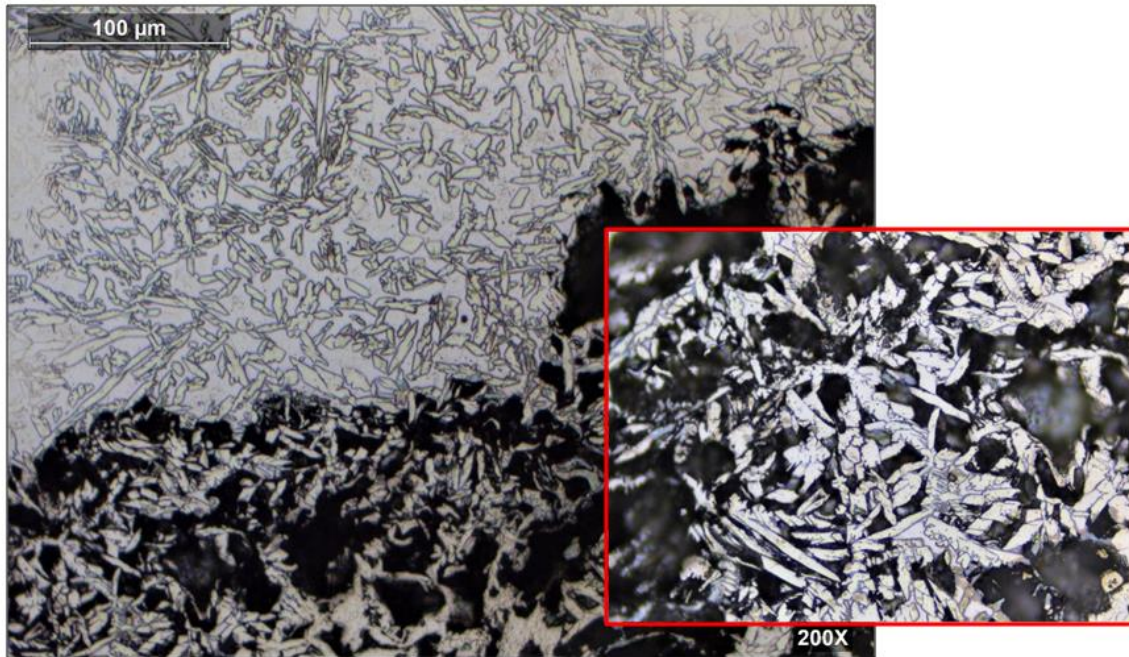


**Figura 63.** Ataque preferencial de la corrosión a través de la fase ferrítica, se señala en flechas la fase austenita desprendiéndose de la matriz, 500X.



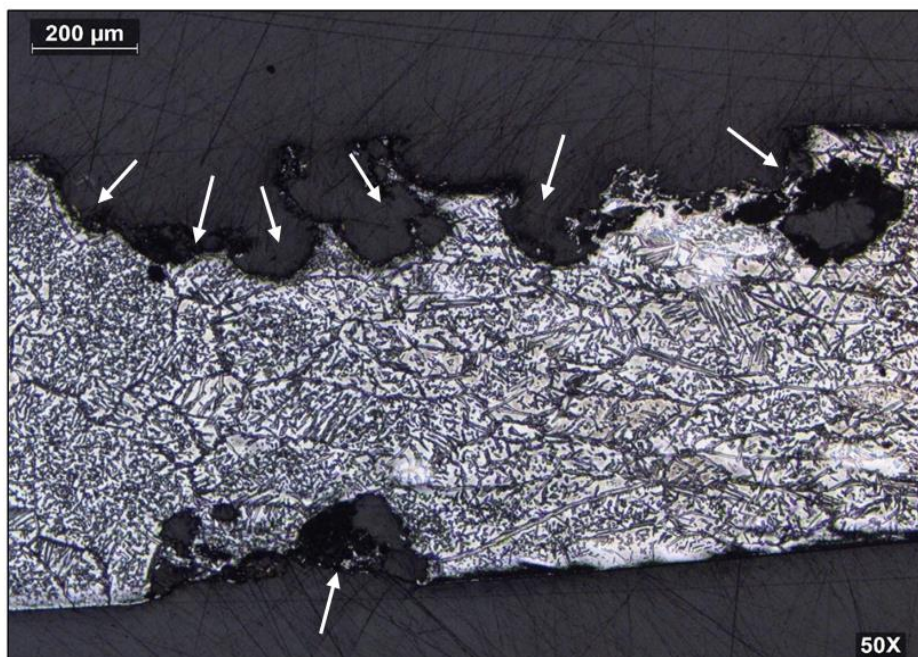
**Figura 64.** Ataque preferencial de la corrosión a través de la fase ferrítica, se señala en flechas la fase austenita, 500X.



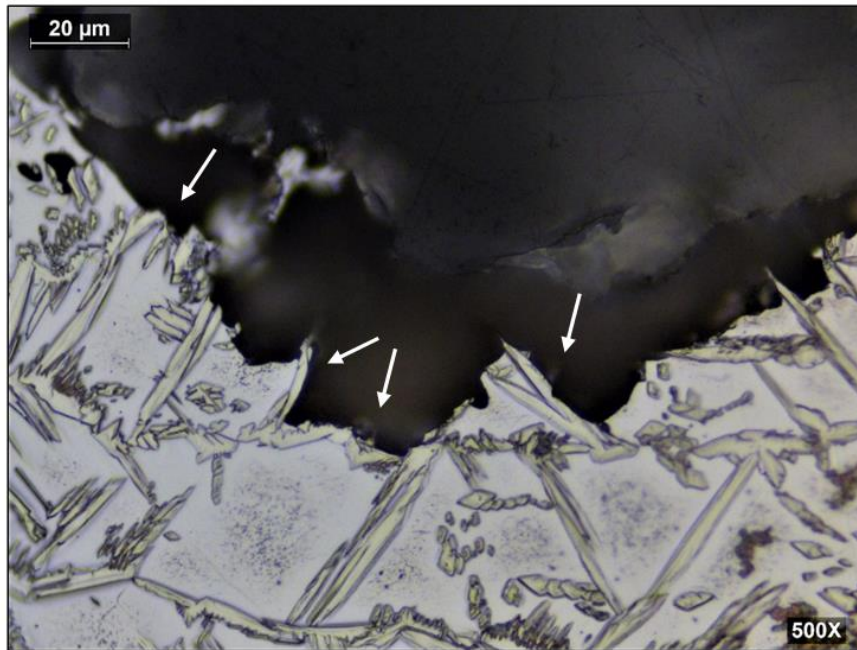


**Figura 65.** Ataque preferencial de la corrosión a través de la fase ferrítica, se resalta la fase austenita desprendiéndose de la matriz, 200X y 500X.

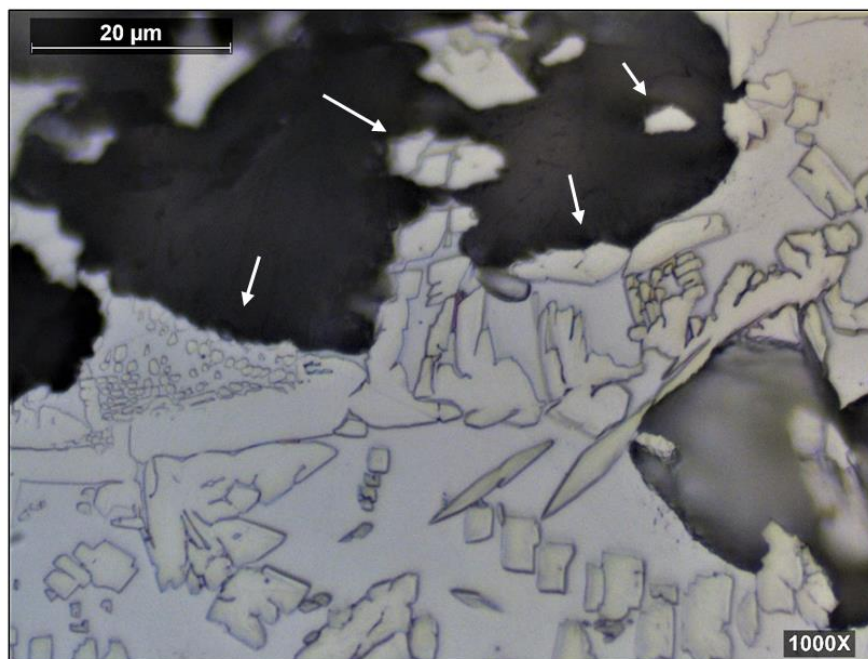
ii. Zona fundida usando Ar + 5%N<sub>2</sub> en cara y raíz.



**Figura 66.** Micrografía de probeta corroída, se señalan en flechas las picaduras, 50X.



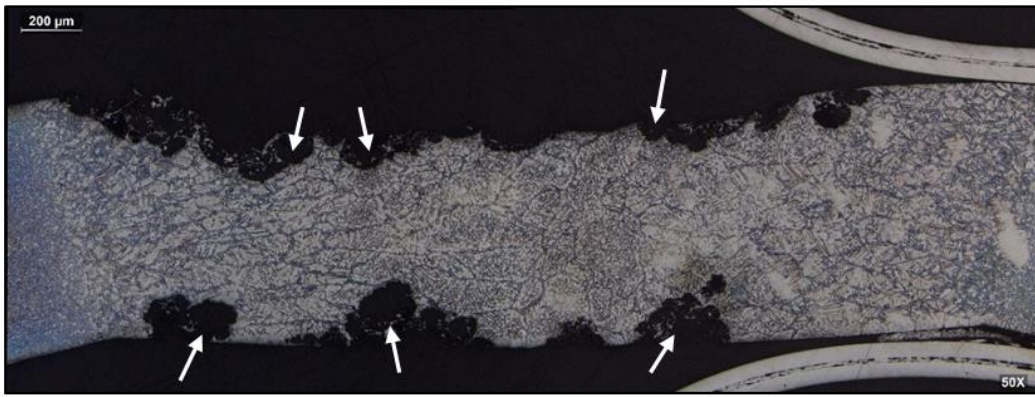
**Figura 67.** Ataque preferencial de la corrosión a través de la fase ferrítica, se señala en flechas la fase austenita, 500X.



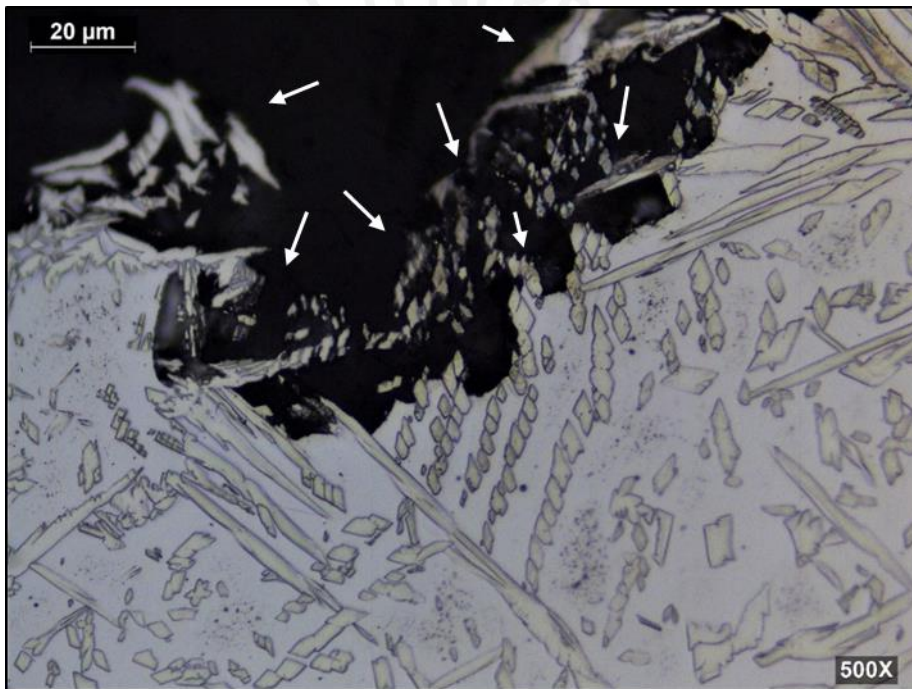
**Figura 68.** Ataque preferencial de la corrosión a través de la fase ferrítica, se señala en flechas la fase austenita, 1000X.



iii. Zona fundida usando  $N_2 + 10\%H_2$  en cara y Ar 100% en la raíz.



**Figura 69.** Micrografía compuesta de probeta corroída, se señalan en flechas las picaduras, 50X.



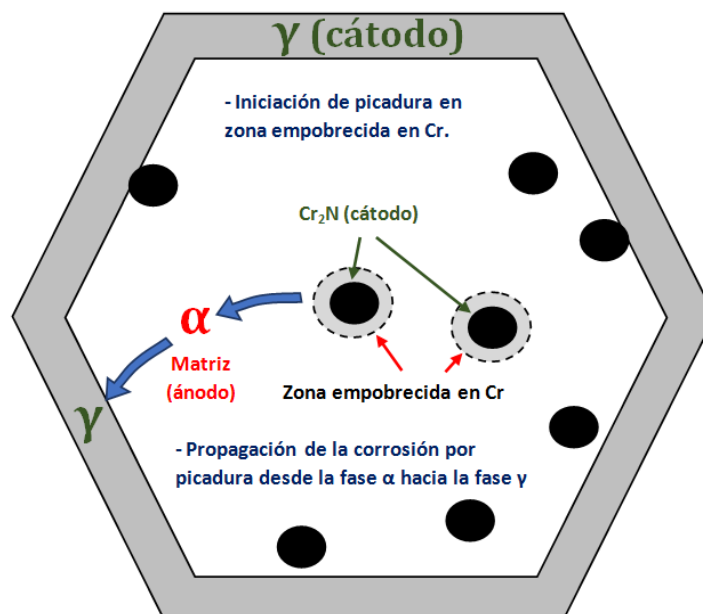
**Figura 70.** Ataque preferencial de la corrosión a través de la fase ferrítica, se señala en flechas la fase austenita desprendiéndose de la matriz, 500X.

De las imágenes obtenidas por microscopía óptica (Figuras 62 a 70), se puede observar que la muestra que ha sufrido mayor daño es la que ha usado la mezcla  $N_2 + 10\% H_2$ , mientras que la muestra con menos daño es la muestra en la que se ha utilizado la mezcla Ar + 2%  $N_2$ , lo cual confirma la evaluación de la corrosión a nivel macroscópico.

Se observa también, que los mecanismos de corrosión involucrados son compatibles con corrosión por picaduras y corrosión selectiva, donde la morfología a nivel macroscópico es acorde con el ensayo realizado, notándose formación de picaduras, luego la corrosión avanza de manera preferencial a través de la matriz ferrítica, dejando a la fase austenítica sin soporte y por lo tanto desprendiéndose del material, también se puede observar que la austenita primaria en el borde de grano constituye una barrera ante el avance de la corrosión.

Se puede inferir de este comportamiento que teniendo mayor proporción de austenita primaria en el límite de grano, y un tamaño de grano más fino, podríamos tener las condiciones más adecuadas para que la zona fundida presente un mejor comportamiento a corrosión.

De acuerdo a lo analizado, en el trabajo de Seok-Hwan Jang y col. [60] se explica a través de un esquema como se desarrolla el mecanismo de corrosión por picaduras (ver Figura 71), donde los nitruros de cromo, y el “cinturón” de austenita primaria en el borde de grano actúan como cátodo mientras que la matriz ferrítica actúa como ánodo.



**Figura 71.** Esquema descriptivo del mecanismo de corrosión por picadura en el acero inoxidable dúplex [60].



### **3.4 PREDICCIÓN DE FERRITA VS MEDICIÓN DE FERRITA.**

#### **3.4.1 PREDICCIÓN DE FERRITA A TRAVÉS DE DIAGRAMAS DE CONSTITUCIÓN.**

Para la predicción de la ferrita delta se encuentran diagramas que entregan valores de número de ferrita FN y porcentaje en volumen de ferrita (%Ferrita). Para este estudio se tomaron ambos casos y se convirtieron los valores de número de ferrita a porcentaje de ferrita. El número FN es una convención adoptada como un valor de ferrita, pero no coincide necesariamente con un valor porcentual real. A la fecha, se reconoce que no hay un método definitivo ni para la predicción ni para la medición de ferrita, solo mejores o peores aproximaciones tal y como lo indica la sección II del código ASME en A6.4. Cada método tiene sus limitaciones y restricciones. No obstante, el Instituto Internacional de Soldadura y los códigos, tal como ASME, reconocen al diagrama WRC-92 como el más apropiado para ser usado a nivel mundial, una convención para hablar el mismo idioma cuando de predicción de fases se trate.

Como todos los diagramas están basados en mediciones reales se ha de esperar que la condición fundamental para que una lectura de ferrita sea medianamente coherente con lo predicho, el instrumento usado para la medición esté calibrado bajo las mismas condiciones sin importar la ubicación del laboratorio que realice las mediciones [44]. De allí, que el origen de este número de ferrita (FN) esté basado en la consideración de que el instrumento fue calibrado bajo los criterios de ISO 8249 y la posición final del Instituto Internacional de Soldadura al respecto está claramente expresada en el documento ISO/TR 22824:2003 (Consumibles en soldadura – Número FN predicho y medido en especificaciones – Establecimiento de la Posición de los Expertos de la Comisión IX del IIW).

Adicionalmente a los diagramas que usan el número FN tales como WRC-92, Sievert-McCowan-Olson, De Long, Balmforth y Outokumpu (Schaeffler modificado) entre otros; están los que trabajan directamente con porcentaje de ferrita por ejemplo Schaeffler y Espy. Estos últimos más apropiados para los fines de esta investigación. De ellos se descartó el uso del diagrama de Schaeffler porque no considera en su modelo matemático al nitrógeno lo cual lleva a una desviación extrema respecto de los valores esperados en esta investigación tal como se observa en la Figura 72, en donde el valor de ferrita, de acuerdo a la composición química del material en estudio, está cercano al 90%.

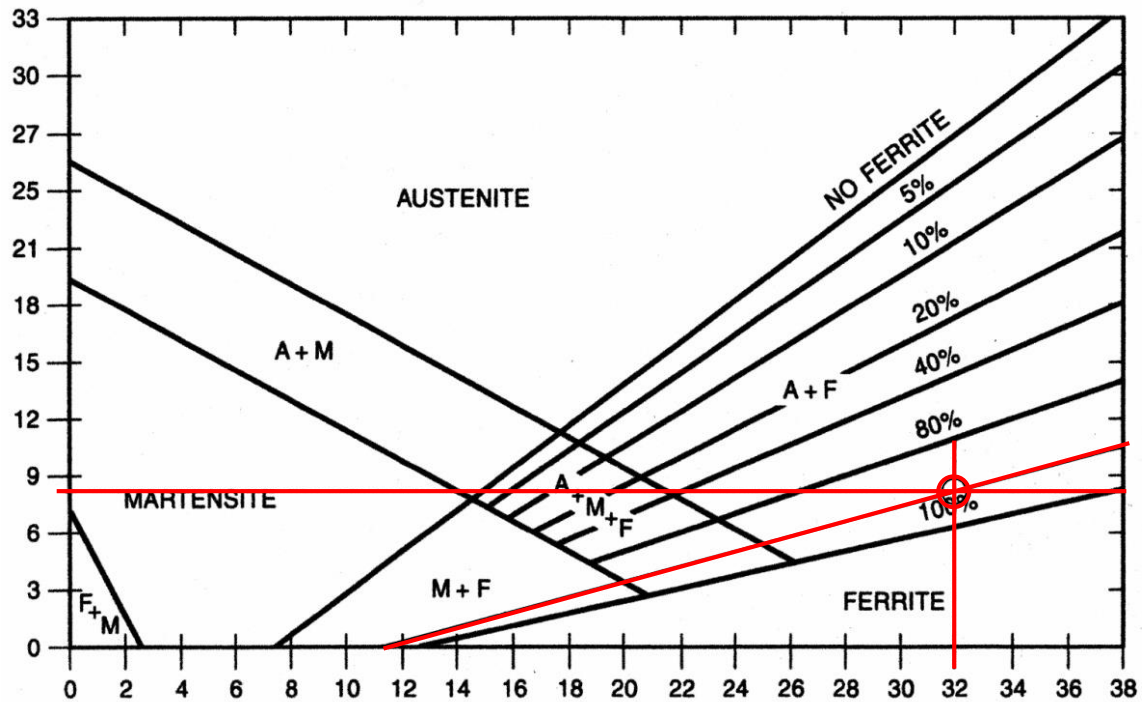


Figura 72. Diagrama de Schaeffler.

De manera informativa, en la Tabla 18, se indican los valores de níquel y cromo equivalentes para varios modelos considerados durante la investigación. Se optó finalmente por trabajar con cuatro diagramas de constitución: Espy, WRC-92, Sievert – McCowan – Olson y Outokumpu cuyo modelo matemático es una modificación del diagrama de Schaeffler-De Long y maneja al mismo tiempo tanto valores de número de ferrita como de porcentaje de ferrita.

Se puede observar también en la Tabla 18, que las diferencias más importantes se encuentran en los resultados de Ni equivalente, donde el incremento gradual a través de los años de la participación del nitrógeno comienza a jugar un rol importantísimo en la predicción de la proporción de ferrita en la microestructura,

Cabe recordar que los modelos publicados a partir de los años 80, coincidieron con el desarrollo de nuevos aceros inoxidable dúplex para ambientes más agresivos (desarrollo de aceros inoxidable súper dúplex), donde el número equivalente de resistencia a la corrosión por picadura llegó a ser mayor a 40.

**Tabla 18.** Modelos matemáticos para la predicción de ferrita

<b>Modelos de predicción</b>			
<b>Autores</b>	<b>Año</b>	<b>Cr<sub>eq</sub></b>	<b>Cr<sub>eq</sub> UNS S32707</b>
Schaeffler	1949	$\%Cr + \%Mo + 1,5 \times \%Si + 0,5 \times \%Nb$	<b>31,9</b>
De Long	1956	$\%Cr + \%Mo + 1,5 \times \%Si + 0,5 \times \%Nb$	<b>31,9</b>
Hammer y Svenson	1979	$\%Cr + 1,37 \times \%Mo + 1,5 \times \%Si + 2 \times \%Nb + 3 \times \%Ti$	<b>33,7</b>
Espy	1982	$\%Cr + \%Mo + 1,5 \times \%Si + 0,5 \times \%Nb + 5 \times \%V + 3 \times \%Al$	<b>31,9</b>
McCowan, Siewert y Olson	1988	$\%Cr + \%Mo + 0,7 \times \%Nb$	<b>31,3</b>
WRC-92	1992	$\%Cr + \%Mo + 0,7 \times \%Nb$	<b>31,3</b>
Outukumpu (Schaeffler – De Long modificado)	----	$\%Cr + \%Mo + 1,5 \times \%Si + 0,5 \times \%Nb$	<b>31,9</b>
<b>Autores</b>	<b>Año</b>	<b>Ni<sub>eq</sub></b>	<b>Ni<sub>eq</sub> UNS S32707</b>
Schaeffler	1949	$\%Ni + 0,5 \times \%Mn + 30 \times \%C$	<b>7,7</b>
De Long	1956	$\%Ni + 0,5 \times \%Mn + 30 \times \%C + 30 \times \%N$	<b>20,0</b>
Hammer y Svenson	1979	$\%Ni + 0,31 \times \%Mn + 22 \times \%C + 14,2 \times \%N + \%Cu$	<b>13,3</b>
Espy	1982	$\%Ni + 30 \times \%C + 0,87 \times \%Mn + 0,33 \times \%Cu + (20 \times (\%N - 0,045))$	<b>15,4</b>
McCowan, Siewert y Olson	1988	$\%Ni + 35 \times \%C + 20 \times \%N$	<b>15,6</b>
WRC-92	1992	$\%Ni + 35 \times \%C + 20 \times \%N + 0,25 \times \%Cu$	<b>15,6</b>
Outukumpu (Schaeffler – De Long modificado)	----	$\%Ni + 0,5 \times \%Mn + 30 \times \%C + 30 \times \%N$	<b>20,0</b>

En el diagrama WRC-92 de la Figura 73, se aprecia que (aunque este diagrama es reconocido como un acuerdo internacional para la predicción de ferrita) las composiciones químicas para los aceros hiperdúplex se encuentran fuera de dicho diagrama. Por lo cual fue necesario extender los ejes a conveniencia. Kotecki y Lippold [63] no recomiendan realizar dicha extensión sin una experimentación previa, sin embargo, al comparar el valor obtenido en WRC-92 fue coherente con el valor de Sievert-McCowan y Olson (ver Figura 74) en donde también fue necesaria la extensión de los ejes. En todo caso la Comisión IX de expertos del IIW señalan que: *“La predicción de la ferrita con base en un diagrama de constitución es muy similar a una predicción del clima hay una gran probabilidad de que la predicción no sea correcta” (ISO/TR 22824:2003).*



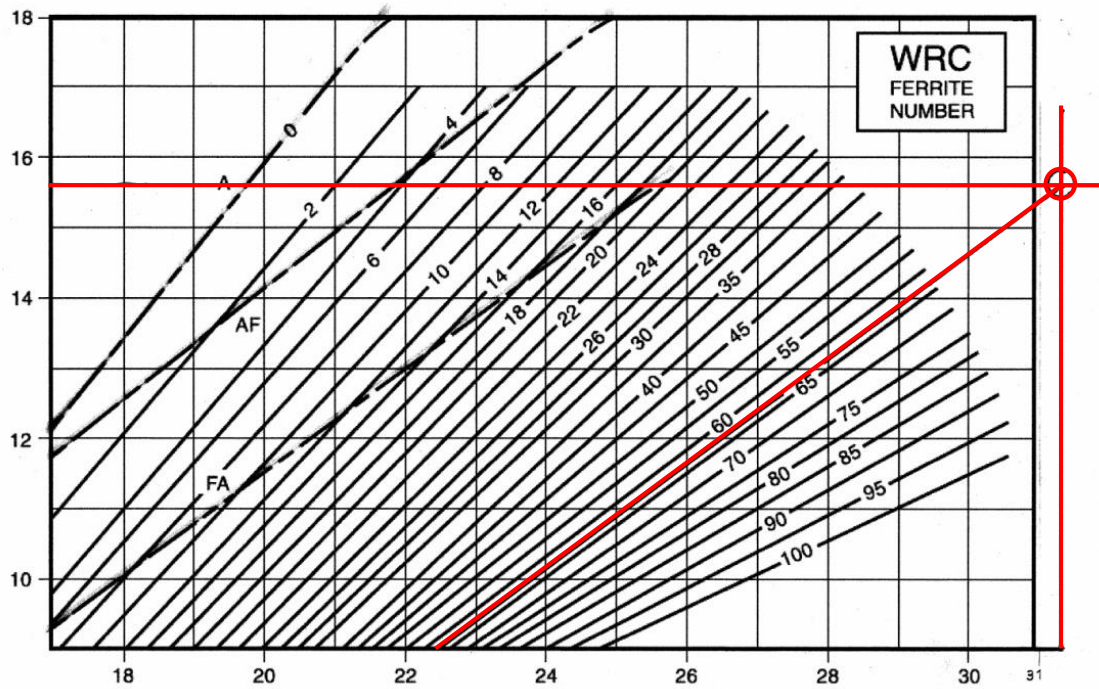


Figura 73. Diagrama WRC -92 [44].

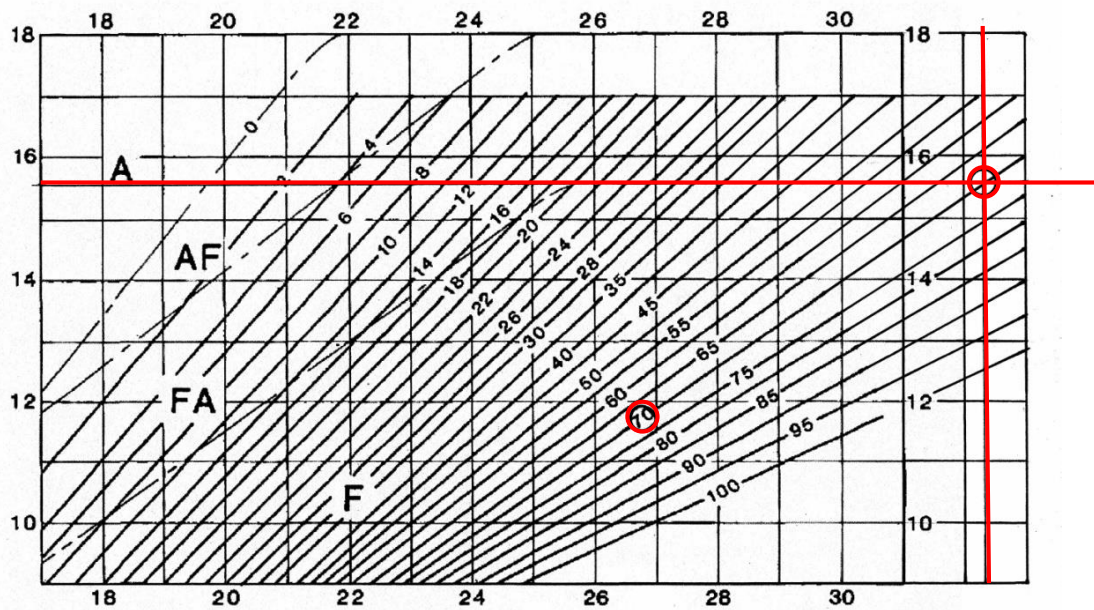


Figura 74. Diagrama Sievert, McCowan y Olson. [63]

El modelo WRC-92 proporciona un FN de 63 (46,9% Ferrita), el modelo de Sievert-McCowan-Olson un FN de 70 (49% Ferrita), cabe resaltar, que los diagramas que trabajan

directamente con porcentaje de ferrita brindan valores mucho más cercanos a los medidos por ferritometría y el método estereológico.

En la Figura 75 se aprecia la dispersión de los datos al comparar la medición del porcentaje de ferrita con el número de ferrita FN. De allí se desprende que las ecuaciones propuestas por el IIW (ecuación 7), Kotecki y Brandi (ecuación 8) propongan una corrección a la pendiente de la recta de uno a 0,7.

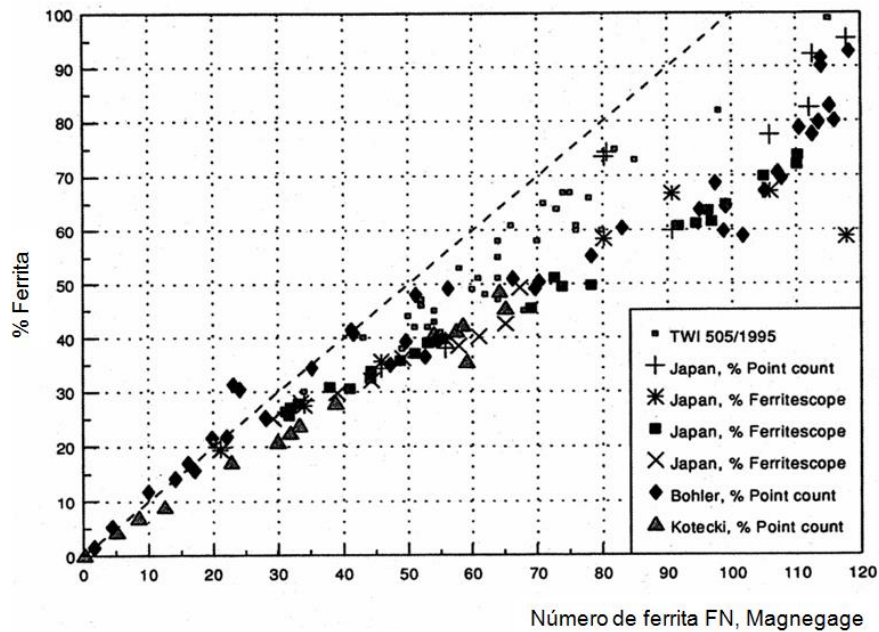


Figura 75. Variación de % ferrita vs FN. Fuente: Instituto Internacional de Soldadura.

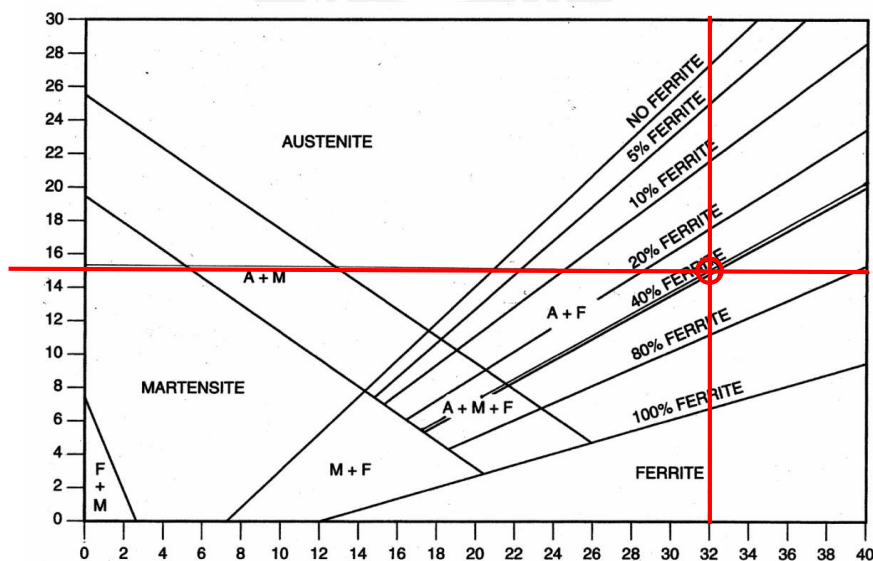


Figura 76. Diagrama Espy

Los valores de predicción más ajustados a las mediciones realizadas fueron los obtenidos mediante el diagrama Espy (ver Figura 76) y el diagrama desarrollado por Outokumpu (Shaeffler - DeLong modificado) (ver Figura 77); el primero arrojó un valor de 35,89% de ferrita delta, el segundo un valor calculado de 35,68%.

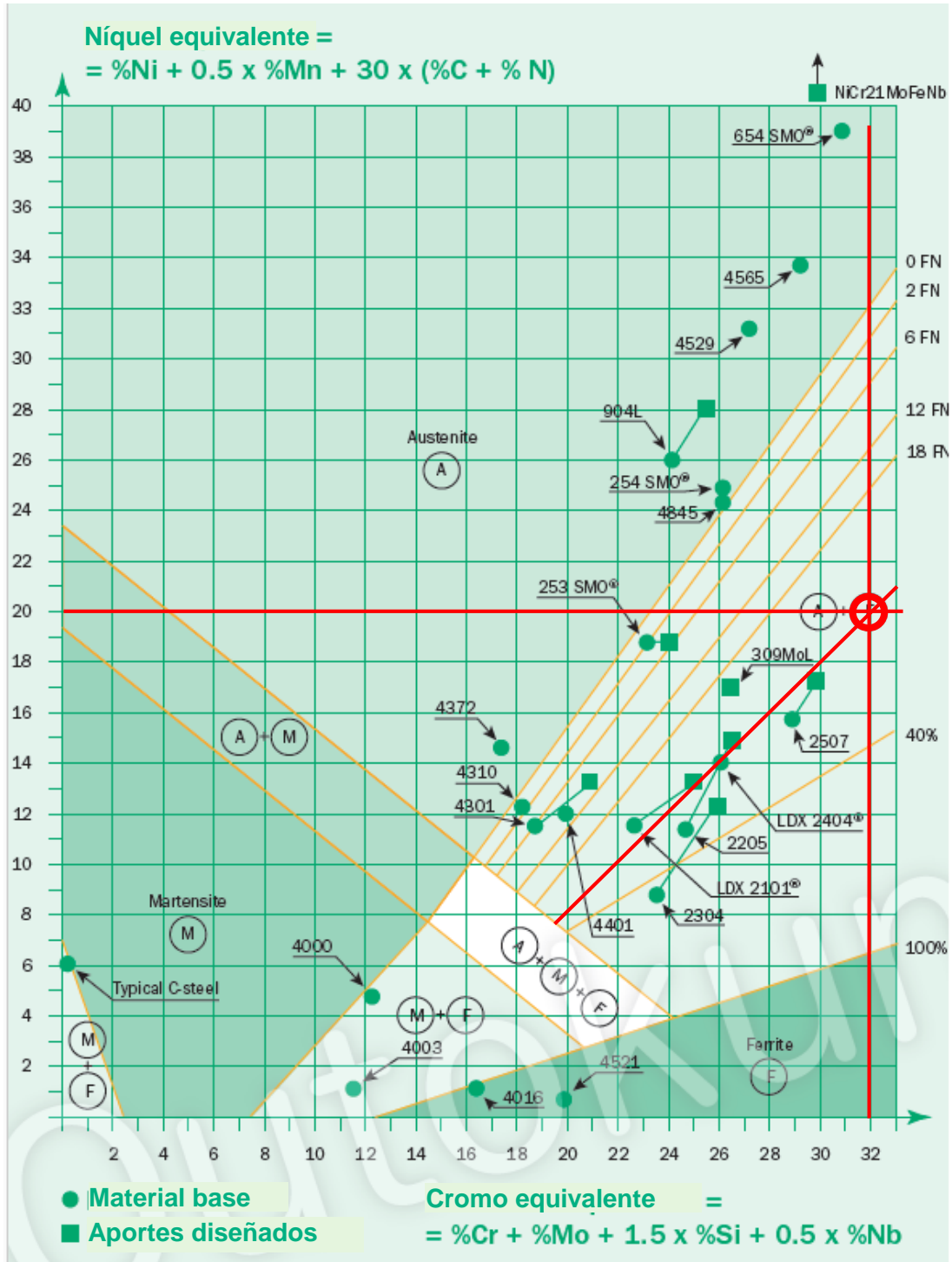


Figura 77. Diagrama Outokumpu (Shaeffler – DeLong modificado). [15]

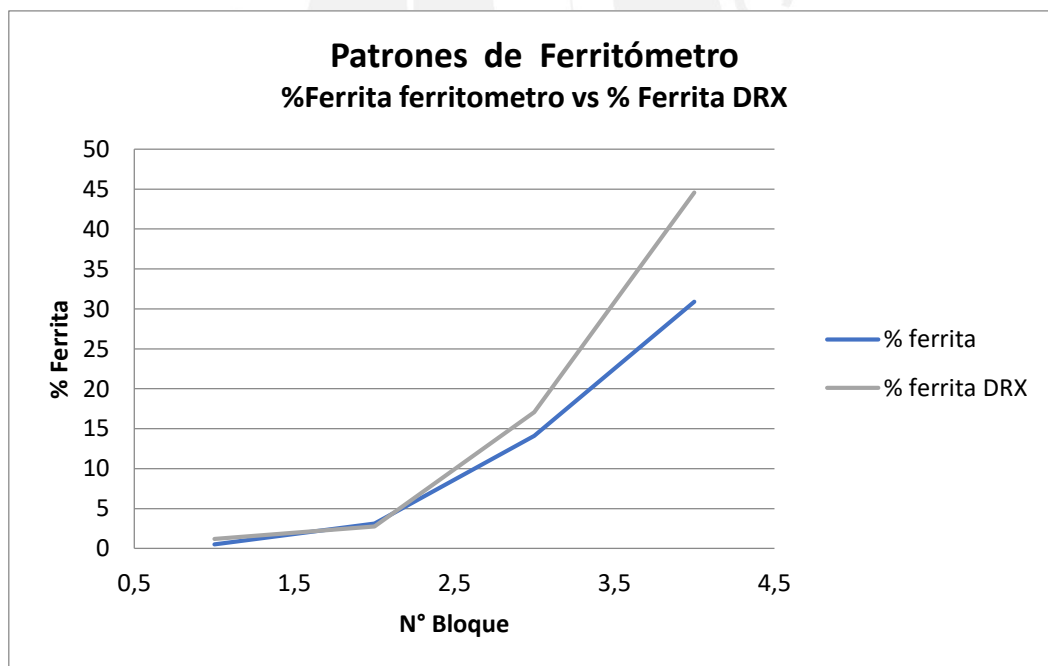


### 3.4.2 MEDICION DE FERRITA A TRAVÉS DE FERRITOMETRÍA.

Previo a la toma de medidas con el ferritómetro, se procedió a realizar la calibración del equipo, con la finalidad de tener un parámetro de comparación de la posible desviación entre los valores obtenidos por ferritometría y los valores obtenidos por difracción de rayos x que se realizará más adelante, la Tabla 19 muestra los valores nominales de % ferrita de los estándares en el rango de interés para este estudio, comparados con los valores obtenidos de % de ferrita por difracción de rayos x, la Figura 78 muestra de manera gráfica la comparación entre estos valores.

**Tabla 19.** Valores de % de ferrita cuantificados por DRX de patrones

Bloque	% Ferrita bloque de calibración (nominal – ferritometría)	% Ferrita por DRX
1	0,51	1,2
2	3,12	2,75
3	14,1	17,07
4	30,9	44,55



**Figura 78.** Porcentaje de ferrita patrón vs porcentaje de ferrita medido por DRX.

Se puede observar que los valores de ferritometría son equivalentes con los de difracción de rayos x, hasta aproximadamente un 10% de ferrita, a mayores contenidos las mediciones de ambos se alejan; dado que el rango de interés para esta investigación se

encuentra por encima de 30% (de acuerdo a los requerimientos de los códigos y normas de soldadura para aceros inoxidable dúplex), se prevé un rango de incertidumbre importante al comparar los resultados obtenidos por ambas técnicas, pero se debe de mantener una tendencia consistente.

Respecto a las mediciones realizadas en el material base se obtuvieron los resultados de la Tabla 20, se realizó la medición de ferrita además en un acero inoxidable austenítico y en un acero inoxidable ferrítico.

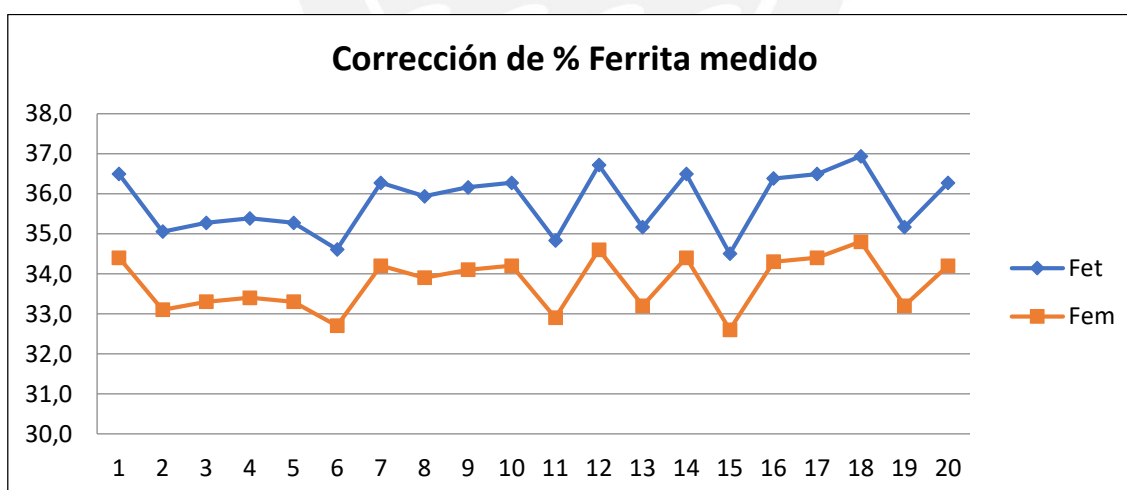
**Tabla 20.** Porcentaje promedio de ferrita obtenido por ferritometría en el material base.

% de ferrita materiales base (Ferritometría)			
Condición	UNS S32707	SAE-AISI 430	SAE-AISI 304
Sin traccionar ni soldar	35,8	102,48*	0,18**

(\*) El valor superior al 100% de ferrita, se considera dentro de los valores de la precisión del instrumento.

(\*\*) El valor de 0,18% de ferrita delta en el acero 100% austenítico responde así mismo a desviaciones naturales en el instrumento o a la presencia de microestructuras paramagnéticas en el material.

En las ordenadas de la Figura 79 se presentan los valores medidos  $Fe_m$  y su corrección por curvatura  $Fe_c$ . el factor de corrección en promedio fue de 1,06 (%6) y la desviación estándar fue 0,74. El factor de corrección por espesor fue igual a 1 y no se consideró factor de corrección por efecto de borde. En la Tabla 21 se muestran los valores de ferrita corregidos para las muestras de las zonas fundidas.



**Figura 79.** Corrección de valores medidos por ferritometría en el material base.

**Tabla 21.** Porcentaje promedio de ferrita obtenido por ferritometría en probetas fundidas.

% de ferrita zona fundida (Ferritometría)			
Condición	Ar+2%N <sub>2</sub>	Ar+5%N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub> +10%H <sub>2</sub>
Traccionado a -50°C	36,33	47,22	45,16
Sin traccionar	47,76	59,03	59,00

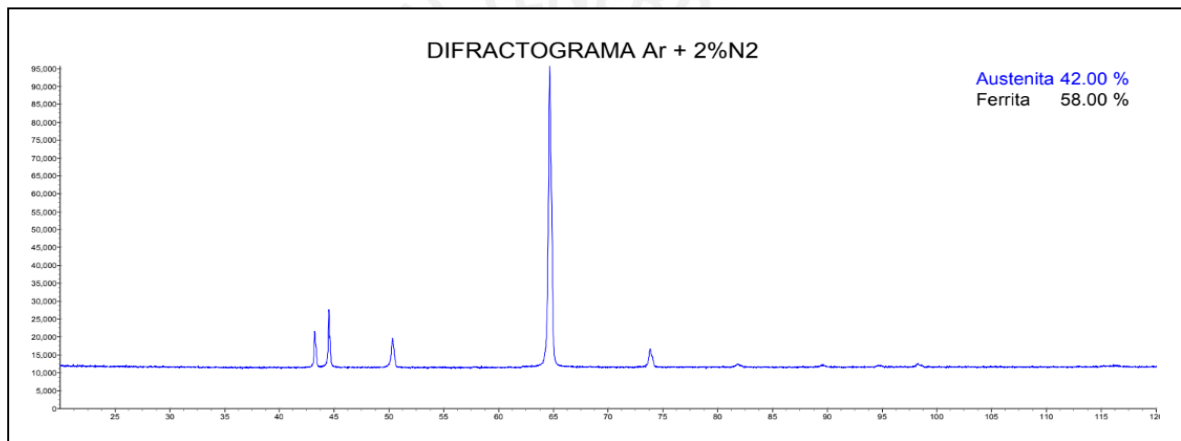
Los resultados obtenidos en la Tabla 21, indican que el porcentaje de ferrita en las zonas fundidas varía luego de someter a deformación plástica las probetas, debido a que la deformación induce cambios en las propiedades magnéticas del material, la muestra de la mezcla Ar+2%N<sub>2</sub>, es la que presenta la menor proporción de ferrita en la zona fundida.

### 3.4.3 MEDICIÓN DE FERRITA A TRAVÉS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X.

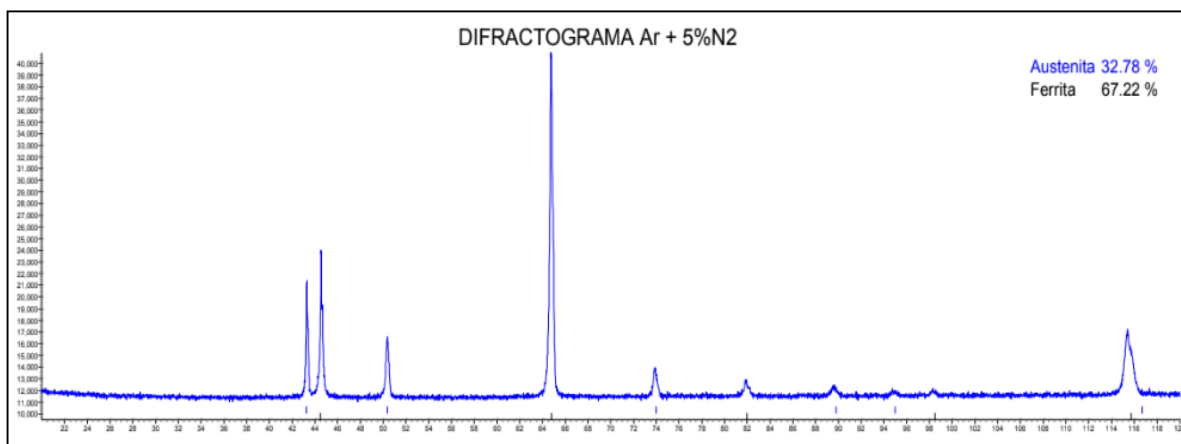
La Tabla 22 resume las mediciones de ferrita realizadas mediante DRX tanto al material base como en las probetas fundidas, igualmente se muestran en las Figuras 80 a 82 los correspondientes difractogramas.

**Tabla 22.** Porcentaje de ferrita medido por DRX en probetas fundidas.

% de ferrita zona fundida (DRX)			
Ar+2%N <sub>2</sub>	Ar+5%N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub> +10%H <sub>2</sub>	Material base
58,00	67,22	57,42	52,93

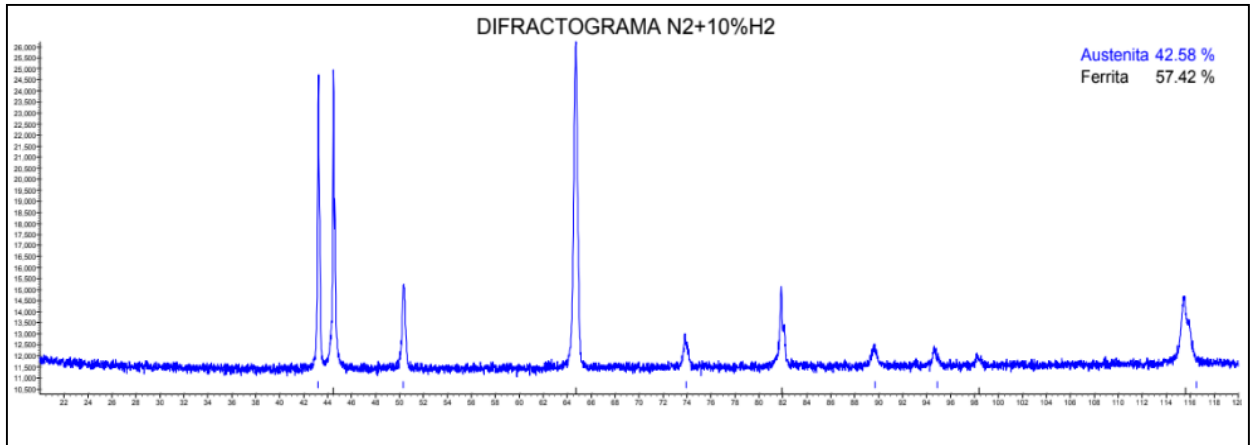


**Figura 80.** Porcentaje de ferrita por DRX Probeta Ar+2%N<sub>2</sub>



**Figura 81.** Porcentaje de ferrita por DRX Probeta Ar+5%N<sub>2</sub>





**Figura 82.** Porcentaje de ferrita por DRX Probeta N<sub>2</sub>+10H<sub>2</sub>.

Como se aprecia, los valores obtenidos por DRX son superiores a aquellos medidos por otros métodos. Esto es debido a que la técnica es sensible al acabado superficial de la probeta (para este caso se preparó de acuerdo a la metodología descrita para evaluación metalográfica) así como a la orientación de los granos a lo largo de la dirección de laminación tal como es reportado por Forgas, J., Otubo, J., y Magnabosco, R. [61].

### 3.4.4 MEDICIÓN DE FERRITA A TRAVÉS DEL MÉTODO ESTEREOLÓGICO.

En las Tablas 23 y 24 se presentan los valores obtenidos mediante el procedimiento sugerido en la norma ASTM E562-11. La literatura indica que este método, aunque dispendioso en cuanto a su ejecución, resulta ser el más exacto. Para esta investigación se llevaron a cabo 7000 mediciones: mil lecturas en ZAC, mil en la zona fundida, para cada probeta con soldadura y mil en el material base.

**Tabla 23.** Porcentaje de ferrita y austenita medido de acuerdo a ASTM E562-11 en el material base.

Medición de ferrita (ASTM E562-11)	
Material base	
Fase	%
Vv <sub>γ</sub> max.	57,85
Vv <sub>γ</sub> min.	49,55
<b>Vv<sub>γ</sub> promedio</b>	<b>53,70</b>
Vv <sub>α</sub> max.	38,77
Vv <sub>α</sub> min.	34,03
<b>Vv<sub>α</sub> promedio</b>	<b>36,40</b>

**Tabla 24.** Porcentaje de ferrita medido de acuerdo a ASTM E562-11 en probetas obtenidas de las zonas fundidas.

<b>Medición de % ferrita (ASTM E562-11)</b>			
<b>Probetas fundidas</b>			
<b>Mezcla</b>	<b>Fase</b>	<b>ZAC</b>	<b>ZF</b>
<b>Ar+2%N<sub>2</sub></b>	V <sub>vγ</sub> max .	61,58	54,26
	V <sub>vγ</sub> min.	55,92	47,34
	<b>V<sub>vγ</sub> promedio</b>	<b>58,75</b>	<b>50,80</b>
	V <sub>vα</sub> min.	38,42	45,74
	V <sub>vα</sub> max.	44,08	52,66
	<b>V<sub>vα</sub> promedio</b>	<b>41,25</b>	<b>49,20</b>
<b>Ar+5%N<sub>5</sub></b>	V <sub>vγ</sub> max.	68,90	52,21
	V <sub>vγ</sub> min.	61,00	35,59
	<b>V<sub>vγ</sub> promedio</b>	<b>64,95</b>	<b>43,90</b>
	V <sub>vα</sub> min.	31,10	47,79
	V <sub>vα</sub> max.	39,00	64,41
	<b>V<sub>vα</sub> promedio</b>	<b>35,05</b>	<b>56,10</b>
<b>N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub></b>	V <sub>vγ</sub> max.	68,21	52,94
	V <sub>vγ</sub> min.	60,79	43,36
	<b>V<sub>vγ</sub> promedio</b>	<b>64,50</b>	<b>48,15</b>
	V <sub>vα</sub> min.	31,79	47,06
	V <sub>vα</sub> max.	39,21	56,64
	<b>V<sub>vα</sub> promedio</b>	<b>35,50</b>	<b>51,85</b>

En general, se puede afirmar que en relación al porcentaje de ferrita tanto el material base como las probetas soldadas cumplen con los requisitos del numeral 2.8.2.1.2 NACE MR0103 [62] en donde se indica que el promedio de contenido de ferrita en el metal de soldadura y la ZAC debe estar en un rango entre 35 y 65% +/-10%. Así mismo se cumple con el numeral B.6.2.4 de API TR 938-C (Uso de acero inoxidable dúplex en refinerías) [27] en donde se indica que el contenido de ferrita debe ser: material base entre 30 y 65%, en la ZAC entre 40% y 65%, en el metal de soldadura entre 25 y 60% aunque en ambientes menos severos se puede admitir hasta un 70%.

Lo anterior valida tanto a las tres mezclas utilizadas como al procedimiento de soldadura y la velocidad  $\Delta t_{12/5}$  calculada para este procedimiento dado que fue suficiente para la regeneración de austenita durante la solidificación.

### 3.5 MATRIZ DE EVALUACIÓN DE COMPORTAMIENTO A CORROSIÓN.

Con el fin de valorar el comportamiento de cada una de las mezclas a corrosión se elaboró una matriz de decisión que permitiera valorarlo numéricamente, calculada a partir de la proporción de área afectada por corrosión de la zona fundida. Las Tablas 25 y 26 muestran los datos y en la Tabla 27 se presentan los resultados de dicha matriz.

**Tabla 25.** Matriz de decisión para probetas evaluadas a 76°C.

Probetas evaluadas a 76°C			
Mezcla	Probeta	% Afectado	Valoración
N <sub>2</sub> +10%H <sub>2</sub> (Cara)	P1 Sin pasivar	0,81	0,19
	P1 Pasivada	0,15	0,85
	P2 Sin pasivar	0,54	0,46
	P2 Pasivada	0,15	0,85
	P3 Sin pasivar	0,15	0,85
	P3 Pasivada	0,15	0,85
100% Ar (Raíz)	P1 Sin pasivar	0,08	0,92
	P1 Pasivada	0	1
	P2 Sin pasivar	0,46	0,54
	P2 Pasivada	0,15	0,85
	P3 Sin pasivar	0,38	0,62
	P3 Pasivada	0,23	0,77
Ar+2%N <sub>2</sub> (Cara)	P1 Sin pasivar	0	1
	P1 Pasivada	0	1
	P2 Sin pasivar	0	1
	P2 Pasivada	0	1
	P3 Sin pasivar	0	1
	P3 Pasivada	0	1
Ar+2%N <sub>2</sub> (Raíz)	P1 Sin pasivar	0,38	0,63
	P1 Pasivada	0,38	0,63
	P2 Sin pasivar	0,88	0,13
	P2 Pasivada	0,13	0,88
	P3 Sin pasivar	0,25	0,75
	P3 Pasivada	0	1
Ar+5%N <sub>2</sub> (Cara)	P1 Sin pasivar	0,5	0,5
	P1 Pasivada	0,18	0,82
	P2 Sin pasivar	0,5	0,5
	P2 Pasivada	0	1
	P3 Sin pasivar	0,44	0,56
	P3 Pasivada	0,06	0,94
Ar+5%N <sub>2</sub> (Raíz)	P1 Sin pasivar	0,06	0,94
	P1 Pasivada	0,06	0,94
	P2 Sin pasivar	0,31	0,69
	P2 Pasivada	0,06	0,94
	P3 Sin pasivar	0,06	0,94
	P3 Pasivada	0,18	0,82

**Tabla 26. Matriz de decisión para probetas evaluadas a 98°C.**

Probetas evaluadas a 98°C			
Mezcla	Probeta	% Afectado	Valoración
N <sub>2</sub> +10%H <sub>2</sub> (Cara)	P1 Sin pasivar	1	0
	P1 Pasivada	0,94	0,06
	P2 Sin pasivar	1	0
	P2 Pasivada	0,94	0,06
	P3 Sin pasivar	0,94	0,06
	P3 Pasivada	1	0
100% Ar (Raíz)	P1 Sin pasivar	0,81	0,19
	P1 Pasivada	0,63	0,38
	P2 Sin pasivar	0,13	0,88
	P2 Pasivada	0,19	0,81
	P3 Sin pasivar	0,81	0,19
	P3 Pasivada	0,75	0,25
Ar+2%N <sub>2</sub> (Cara)	P1 Sin pasivar	0,75	0,25
	P1 Pasivada	0	1
	P2 Sin pasivar	0	1
	P2 Pasivada	0	1
	P3 Sin pasivar	0,18	0,82
	P3 Pasivada	0	1
Ar+2%N <sub>2</sub> (Raíz)	P1 Sin pasivar	0	1
	P1 Pasivada	0	1
	P2 Sin pasivar	0	1
	P2 Pasivada	0	1
	P3 Sin pasivar	0	1
	P3 Pasivada	0	1
Ar+5%N <sub>2</sub> (Cara)	P1 Sin pasivar	0	1
	P1 Pasivada	0	1
	P2 Sin pasivar	0	1
	P2 Pasivada	0	1
	P3 Sin pasivar	0	1
	P3 Pasivada	0,88	0,13
Ar+5%N <sub>2</sub> (Raíz)	P1 Sin pasivar	0,94	0,06
	P1 Pasivada	0,75	0,25
	P2 Sin pasivar	1	0
	P2 Pasivada	1	0
	P3 Sin pasivar	1	0
	P3 Pasivada	0,75	0,25



**Tabla 27.** Valoración numérica del comportamiento a corrosión.

Mezcla	Valoración
N <sub>2</sub> +10%H <sub>2</sub> (Cara)	0,38
Ar+2%N <sub>2</sub> (Cara)	1,00
Ar+5%N <sub>2</sub> (Cara)	0,85
100% Ar (Raíz)	0,74
Ar+2%N <sub>2</sub> (Raíz)	1,00
Ar+5%N <sub>2</sub> (Raíz)	0,58

### 3.6 MATRIZ DE DECISIÓN PARA EVALUACIÓN GENERAL.

Finalmente se presentan en las Tablas 28 y 29 todas las variables, datos obtenidos y analizados durante esta investigación en donde la convención N2, N5, H10 y MB representan las mezclas Ar + 2%N<sub>2</sub>, Ar + 5%N<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> + 10%H<sub>2</sub> y material base respectivamente.

**Tabla 28.** Resumen de valores reportados por la investigación.

Propiedad evaluada o ensayo	Valor medido	N2	N5	H10	MB
Ensayo de tracción (-50° C)	Fluencia (MPa)	840	836	827	823
	Máxima (MPa)	1094	1005	1012	1207
Porcentaje de elongación (-50° C)	Promedio	24	16	17	31
Ruptura predominantemente frágil	Sí/no	NO	NO	NO	NO
Ruptura predominantemente dúctil	Sí/no	SI	SI	SI	SI
Incremento de dureza por deformación (HV)	Mínimo	380	364	361	419
	Máximo	436	407	404	470
	% Aumento	14,7	12	12	12
Porcentaje de ferrita zona fundida y material base (Ferritometría) (Sin traccionar)	Mínimo	30,4	40,1	35,2	30,2
	Promedio	<b>38,5</b>	<b>50,1</b>	<b>47,9</b>	<b>34,2</b>
	Máximo	46,6	53,2	51,8	35,2
Porcentaje de ferrita zona fundida y material base (Ferritometría) (Traccionado)	Mínimo	42,2	55,9	51,7	24,4
	Promedio	<b>50,6</b>	<b>62,6</b>	<b>62,5</b>	<b>27,1</b>
	Máximo	50,2	62	63,2	26,4
Porcentaje de ferrita ZAC (Estereología) (Sin traccionar)	Mínimo	38,4	31	31,2	N.A.
	Promedio	<b>41,2</b>	<b>35</b>	<b>35,2</b>	<b>N.A.</b>
	Máximo	44,1	39	39,2	N.A.
Porcentaje de ferrita zona fundida (Estereología) (Sin traccionar)	Mínimo	45,7	47,7	47,0	N.A.
	Promedio	<b>49,1</b>	<b>56,0</b>	<b>51,8</b>	<b>N.A.</b>
	Máximo	52,0	64,4	56,6	N.A.
Porcentaje de ferrita (DRX)	Valor medido	58,0	67,2	57,4	55,2
Porcentaje de pérdida de peso a 76° C	Promedio	1,98	3,01	3,77	N.A
Porcentaje de pérdida de peso a 98° C	Promedio	19,4	34,7	36,4	N.A

**Tabla 29. Matriz de decisión general.**

PROPIEDAD EVALUADA	VALOR MEDIDO	N2	N5	H10	MB
Ensayo de tracción (-50° C)	Fluencia (MPa)	1,02	1,02	1,00	1
	Máxima (MPa)	0,91	0,83	0,84	1
Porcentaje de elongación (-50)	Promedio	0,77	0,52	0,55	1
Ruptura predominantemente frágil	Sí/no	0,00	0,00	0,00	0
Ruptura predominantemente dúctil	Sí/no	1,00	1,00	1,00	1
Aumento de dureza por deformación (HV)	Mínimo	0,91	0,87	0,86	1
	Máximo	0,93	0,87	0,86	1
	% Aumento	1,23	1,00	1,00	1
Porcentaje de ferrita zona fundida (Ferritometría) (Sin traccionar)	Mínimo	0,80	0,61	0,69	1
	Promedio	0,70	0,54	0,57	1
	Máximo	0,57	0,50	0,51	1
Porcentaje de ferrita zona fundida (Ferritometría) (Sin traccionar)	Minimo	0,72	0,54	0,58	1
	Promedio	0,68	0,55	0,55	1
	Maximo	0,70	0,57	0,56	1
Porcentaje de ferrita ZAC (Método estereológico) (Sin traccionar)	Mínimo	0,81	1,00	0,99	N.A.
	Promedio	0,75	0,89	0,88	N.A.
	Máximo	0,88	1,00	0,99	N.A.
Porcentaje de ferrita zona fundida (Método Estereológico) (Sin traccionar)	Mínimo	1,00	0,96	0,97	N.A.
	Promedio	0,93	0,82	0,88	N.A.
	Máximo	1,00	0,82	0,93	N.A.
Porcentaje de ferrita (DRX)	Valor medido	0,95	0,82	0,96	1
Pérdida de peso A 76° C	Promedio	1,00	0,66	0,52	N.A.
Pérdida de peso A 98° C	Promedio	1,00	0,56	0,53	N.A.
<b>Sumatoria</b>		<b>18,0</b>	<b>15,9</b>	<b>16,2</b>	

La Tabla 29 corresponde a la matriz de decisión desarrollada con el fin de valorar numéricamente el desempeño tanto global como particular de cada una de las tres combinaciones de gases propuestas. Esta matriz permite identificar si una combinación específica será mejor que otra cuando el producto de la evaluación de su probeta ensayada se acerque más a los valores de las propiedades del material base o las supere cuando sea aplicable. Los resultados detallados de dicha matriz son comentados en las conclusiones. Sin embargo, como resultado global se tiene que el mejor comportamiento se ha obtenido con la mezcla Ar + 2%N<sub>2</sub> (18 puntos).

## CONCLUSIONES

1. La composición química del gas de protección utilizado en el proceso GTAW sin material de aporte tiene influencia directa en las propiedades finales de la zona fundida y zona afectada por el calor (ZAC), lo cual se ha demostrado claramente a través de las variaciones en propiedades mecánicas, en el balance de fases (ferrita-austenita), composición química y pérdida de peso en el ensayo de corrosión.
2. Desde el punto de vista del diseño de la unión soldada, resulta indiferente la combinación de gases que se decida usar para soldar, dado que la propiedad mecánica de resistencia a la fluencia de la zona fundida en promedio (832 MPa), iguala al valor registrado por el material base (832 MPa). Las probetas de las mezclas Ar+2%N<sub>2</sub>, Ar+5%N<sub>2</sub> (840 MPa y 836 MPa respectivamente) superaron la resistencia a la fluencia del material base.
3. A bajas temperaturas (-50°C), solo el valor promedio de porcentaje de elongación de las probetas soldadas con la mezcla Ar+2%N<sub>2</sub> (24%) se acerca al valor del porcentaje de alargamiento del material base (31%), las otras mezclas apenas alcanzan valores cercanos al 50% respecto al porcentaje de alargamiento de material base. Dado que todas las probetas presentan ruptura dúctil después del ensayo de tracción a -50 °C, ninguna de las mezclas evaluadas induce comportamiento frágil bajo las condiciones de ensayo, obteniendo un resultado positivo en la evaluación de la tenacidad estática.
4. En referencia al comportamiento ante el ensayo de corrosión por picaduras (10 h a 98°C) de las zonas fundidas ensayadas, el mejor comportamiento se obtuvo con la mezcla de gases Ar+2%N<sub>2</sub> en cara y raíz con una pérdida de peso de 19%, en segundo lugar, el uso de la mezcla Ar+5%N<sub>2</sub> con una pérdida de peso de 35% y, siendo la menos favorable, la mezcla N<sub>2</sub> +10%H<sub>2</sub> en cara 100% Ar en raíz con una pérdida de peso de 36%.
5. El aporte térmico utilizado (0,08 kJ/mm en Ar+2%N<sub>2</sub> y Ar+5%N<sub>2</sub>; y 0,06 kJ/mm en N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub>), es lo suficientemente alto para dar tiempo a la regeneración de austenita debiendo haber alcanzado temperaturas superiores a 1350°C y fue suficientemente bajo para evitar la formación de fases indeseables, y que, en el presente trabajo, se ha descartado a través de la evaluación metalográfica, donde no se observó presencia de fases tales como fase sigma o M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>.

6. Las tres mezclas utilizadas cumplieron los criterios de aceptación del numeral 2.8.2.1.2 de la norma NACE MR0103 donde se indica que el promedio de contenido de ferrita en el metal de soldadura y la ZAC debe presentar un valor en un rango entre 35 y 65% (+/-10%), siendo los valores obtenidos por el método estereológico para la zona fundida 49% (Ar+2%N<sub>2</sub>), 56% (Ar+5%N<sub>2</sub>) y 52% (N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub>) mientras que para la ZAC 41% (Ar+2%N<sub>2</sub>), 35% (Ar+5%N<sub>2</sub>) y 35% (N<sub>2</sub>+10%H<sub>2</sub>).
7. Las tres mezclas utilizadas cumplen con el numeral B.6.2.4 de API TR 938-C (Uso de dúplex en refinerías) respecto al contenido de ferrita en el metal de soldadura, el cual debe estar entre 25% y 60% (aunque en ambientes menos severos se puede admitir hasta un 70%); por otro lado, solo la mezcla Ar + 2%N<sub>2</sub> cumple con el contenido de ferrita en la ZAC, el cual debe de estar entre 40% y 65%.
8. Una microestructura de grano fino en la zona fundida mejora el comportamiento mecánico y a corrosión de la unión soldada, el uso de la mezcla Ar+2%N<sub>2</sub> utilizada en el presente trabajo como gas de protección del arco y como gas de respaldo, favorece la formación de mayor proporción de austenita primaria en los límites de grano, mientras que el control del aporte térmico ayudará a mantener la microestructura lo más fina posible.
9. Los valores de predicción de ferrita más cercanos a los experimentales obtenidos por estereología y tomando el promedio entre zona fundida y ZAC (45%) fueron los modelos matemáticos WRC-92 (47%) y Sievert-McCowan-Olson (49%). Mientras que para el material base (36%), los modelos que mejor predicen el porcentaje de ferrita fueron los modelos de Espy (36%) y Outokumpu (Schaeffler+DeLong modificado) (36%).
10. Los métodos que proporcionan los resultados más coherentes con los modelos matemáticos y gráficos de predicción de ferrita, son el método estereológico y la ferritometría.
11. No se presentaron transformaciones de fases inducidas por deformación en la microestructura (ausencia de transformación martensítica inducida por deformación), como se confirmó por microscopía electrónica.
12. Los valores de porcentaje de ferrita que se registran mediante difracción por rayos X, presentan un sesgo positivo en comparación con los obtenidos con los otros métodos,

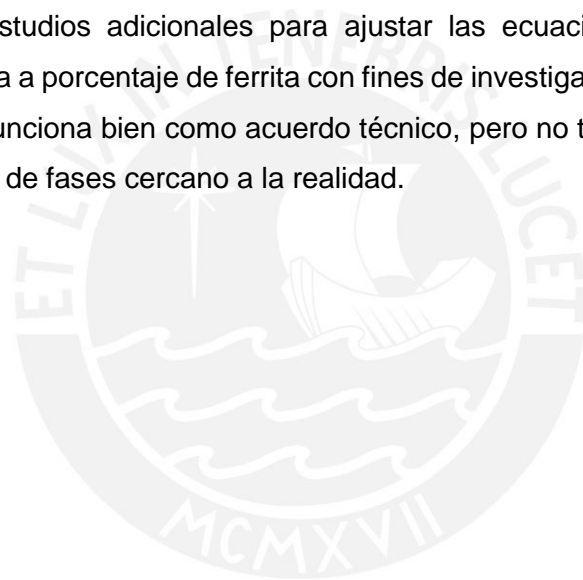


siendo comparables para fines del presente trabajo, con los valores máximos obtenidos mediante el método estereológico.



## RECOMENDACIONES

1. Para complementar esta investigación, se recomienda realizar ensayos de tenacidad dinámica de las zonas fundidas (ensayos de impacto), dichos ensayos no se realizaron en el marco de este estudio por las restricciones de espesor del material base.
2. Se plantea como una necesidad para la investigación en aceros inoxidables híper dúplex, la extensión no solo de los diagramas de predicción de ferrita delta sino además de la gran mayoría de información gráfica tales como diagramas de predicción de entrada de calor, nomogramas, curvas etc., dado que no incluyen, en general, las composiciones químicas de los aceros híper dúplex.
3. Se requieren estudios adicionales para ajustar las ecuaciones de conversión de número de ferrita a porcentaje de ferrita con fines de investigación dado que el número de ferrita (FN) funciona bien como acuerdo técnico, pero no tiene una relación directa con un volumen de fases cercano a la realidad.



## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Charles, J. Past, (s.f.), Present and future of the duplex stainless steels, Recuperado de [http://www.worldstainless.org/Files/issf/non-image-files/PDF/Pastpresentandfuture\\_of\\_the\\_duplexstainlesssteels.pdf](http://www.worldstainless.org/Files/issf/non-image-files/PDF/Pastpresentandfuture_of_the_duplexstainlesssteels.pdf)
- [2] AWS D 10.18. (2018). Guide for welding ferritic/austenitic duplex stainless steel piping and tubing.
- [3] NACE MR 0175 (2015) Petroleum, petrochemical and natural gas industries – Metallic materials for use in H<sub>2</sub>S – containing environments in oil and gas production.
- [4] Ogawa, T., Koseki, T. (1989). Effect of composition profiles on metallurgy and corrosion behavior of duplex steel weld metals. *Welding Journal*, Mayo, 181-s-191-s.
- [5] Brytan, Z., Niagaj J. (2016). Corrosion resistance and mechanical properties of TIG and A-TIG welded joints of lean duplex stainless steel S82441/1.4662. *Arch. Metall. Mater Vol. 61 No.2*, 771-784.
- [6] Arctic steel. (s.f.). Comparison of cast bronze with cast duplex stainless steel. *Informe técnico*.
- [7] API RP 582. (2016). Welding guidelines for the chemical, oil, and gas industries.
- [8] Knyazeva, M., Pohl M., (2013). Duplex steels: Part I: Genesis, formation, structure. *Metallography Microstructure and Analysis*. 2. 113-12.
- [9] Chai, G., Kangas, P. (s.f.). Hyper-duplex stainless steel. How a new generation of high – alloy stainless steel is helping to overcome challenges in the offshore oil and gas industry. Sandvik. Recuperado de <http://www.home.sandvik/en>.
- [10] Liu, H., Liu, B., Bai, P., Sun, H., Li D., Sun, F., Lin, N. (2015). Martensitic transformation and fractographic analysis of lean duplex stainless steel during low temperature tension deformation. *Materials Characterization* 107, 262-269.
- [11] Tsuchida, N., Kawahata, T., Ishimaru, E., Takahashi, A. (2014). Effects of temperature and strain rate on tensile properties of a lean duplex stainless steel. *ISIJ International*, Vol.54, Núm.8, 1971-1977.
- [12] Liu, H. et al. (s.f.) Martensitic transformation and fractographic analysis of lean duplex stainless steel during low temperature tension deformation. *Texto no publicado*.

- [13] Martínez, M., Urdieres, J., Botella, J., Sánchez, R., Parra, R. (2005). Influencia del tamaño del grano en las propiedades mecánicas de los aceros inoxidable austeníticos. *Revista de Metalurgia. Vol. Extr. 64-68*
- [14] American Welding Society. (2013). *Welding Handbook: Novena ed., Vol. 4*. Miami.
- [15] Outokumpu. (s.f.) Handbook of stainless steels. <https://www.outokumpu.com>
- [16] Cha, G., Kangas, P. (2016). Super and hyper duplex stainless steels: Structures, properties and applications. *Procedia Structural Integrity 2*, 1755– 1762.
- [17] Renaudot, N., Chauveau, E., Mantel, M. (2012). A new lean duplex stainless steel with improved toughness and machinability. *La Metallurgia Italiana. Núm. 9*, 29-35.
- [18] Westin, E. (2014). Optimization of welding procedures for duplex and superduplex stainless steels. Trabajo presentado en: *Seminario de aceros inoxidable dúplex y superdúplex. Universidad de Alberta, Canadá.*
- [19] ASTM A240/A240M. (2017). Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications.
- [20] ASTM A789/A789M. (2017). Standard Specification for Seamless and Welded Ferritic/Austenitic Stainless Steel Tubing for General Service.
- [21] Radu, I. (2014). Industry practices and requirements when welding duplex and super duplex stainless steel for oil sands applications. Trabajo presentado en: *Seminario de aceros inoxidable dúplex y superdúplex. Universidad de Alberta Canadá.*
- [22] METRODE. (2014). Welding and filler metals of duplex & superduplex stainless steels. Trabajo presentado en: *Seminario de aceros inoxidable dúplex y superdúplex. Universidad de Alberta, Canadá.*
- [23] IMO A – International Molybdenum Association. (2014). Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steel. Recuperado de <http://www.imoa.info>.
- [24] Knyazeva, M., Pohl M., (2013). Duplex steels: Part II: Carbides and nitrides. *Metallography Microstructure and Analysis. 2*. 343-35.
- [25] Tavares, S., Pardal, J., Ponzio, E., Loureiro, A., Souza, J. (2012). Influence of microstructure on the corrosion resistance of hyper duplex stainless steel. *Materials and Corrosion, 61, Núm.4*, 313– 317.
- [26] Alvarez I., Degallaix S. (2009). Duplex Stainless Steel. Willey y ISTE. Hoboken y Londres. Primera edición.



- [27] API TR 938-C (2011). Use of duplex stainless steels in the oil refining industry. Segunda edición.
- [28] Anis, M., Riastuti, R., Permana, H., Fadli, M., Fisca, A., Ghazali, G., Indra, Alief. (2013) Controlling the ferrite/austenite phase balance of SAF 2707 HD hyper duplex stainless steel weldment. *Advanced Materials Research. Vol. 748. 138 – 143.*
- [29] Martikainen, P. (2013). Influence of shielding gases in the welding of metals. *International Journal of Advanced Manufacture Technology, 64, 1411-1421.*
- [30] Muñoz, A., García, J., Guiñón, J., Pérez V. (2005). Effect of nitrogen in argon as a shielding gas on tungsten inert gas welds of duplex stainless steels. *Corrosion, Vol.61, Núm. 7, pp. 693-705*
- [31] Wiktoriwicz, R., Crouch, J. (s.f.). Shielding gas developments for TIG welding of duplex and super duplex stainless steels. Air products. United Kingdom. *Informe técnico.*
- [32] BS 4515-2:1999. (1999). Welding of steel pipelines on land and offshore. Part 2: duplex stainless steel pipelines.
- [33] Ghosson, R., Mahadzir, I., Syarifah, N., Hassan, A. (2017). Effects of heat input on microstructure, corrosion and mechanical characteristics of welded austenitic and duplex stainless steel: A review, *Metals, 7-39*
- [34] Schmolz – Bickenbach Group. (2009). Guide duplex; austenoferritic stainless steels. *Informe técnico.*
- [35] Swierczynska, A., Labanowski, J., Fydrych, J. (2014). The effect of welding conditions on mechanical properties of superduplex stainless steel welded joints. *Advances in Materials Science, Vol. 14, Núm. 1. Marzo.*
- [36] ASTM E562. (2011). Standard test method for determining volume fraction by systematic manual point count.
- [37] ASTM E3. (2011). Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens.
- [38] ASTM E407. (2007). Standard Practice for Microetching Metals and Alloys.
- [39] E. Weck, E. Leistner. (1986). Metallographic instructions for colour etching by immersion – Part II. *Deutscher Verlag für Schweißtechnik (DVS). Düsseldorf.*
- [40] ASME B-31.3. (2002). Process piping.
- [41] ASTM A370 (2017) Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products.

- [42] ASTM E92 (2017) Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials.
- [43] ASTM G 48-11 (Reapproved 2015). Standard test methods for pitting and crevice corrosion resistance of stainless steel and related alloys by use of ferric chloride.
- [44] Sandvik. Hyper- duplex Stainless steels. (2009). Informe técnico. Recuperado de <http://www.sandvik.com>.
- [45] Kotecki, D. (1986). Ferrite control in duplex stainless steel weld metal, *Welding Journal*. Octubre, 273-s – 278-s.
- [46] ASME Section II Part C SFA-5.32. (2013). Specification for welding shielding gases. 709-724.
- [47] Siewert, T., McCowan, C., Olson, D. (1988). Ferrite number prediction to 100 FN in stainless steel Weld Metal. *Welding Journal*. Nov. 289-s-298-s.
- [48] Farrar, J. (2005). The measurement of ferrite number (FN) in real weldments – Final report. *Welding in the World*, Vol.49, Núm.5 / 6, 13-2.
- [49] Niagaj, J., Mazur, L., (2014). Review of methods for measurement of ferrite content in high alloyed steels and their welded joints. *Welding International*. 28:05, 345-353.
- [50] Lundin, C.D, Rupercht, W., Zhou, G.(1999). Ferrite measurement in austenitic and duplex stainless steel castings. University of Tennessee. Department of Materials Science and engineering. *Manuscrito no publicado*.
- [51] Kotecki, D.J. (1982). Extension of the WRC ferrite number system. *Welding Journal* Nov. 352-s-361-s.
- [52] Kotecki, D.J., Siewert, T. (1992). WRC-1992 Constitution diagram for stainless steel weld metals: A modification of the WRC-1988 diagram. *Welding Journal*. Mayo.171-s-78-s.
- [53] WRC-1992 diagram for range of standard analysis. (s.f.). Recuperado de <https://www.migal.co/english/service/welding-stainless-steels/wrc-diagram-for-standard-analysis/>.
- [54] ISO/TR 22824. (2003). Welding consumables – predicted and measured FN in specification – A position statement of the experts of IIW Commission IX.
- [55] AWS D18.2. (2009). Guide to weld discoloration levels on inside of austenitic stainless steel tube.

- [56] AWS D18.1. (2009). Specification for welding of austenitic stainless steel tube and pipe systems in sanitary (hygienic) applications.
- [57] Hedström, P.(2007). Deformation and martensitic phase transformation in stainless steels. *Tesis doctoral, Universidad de tecnología de Lulea. Suecia.*
- [58] Nohara, K., Ono, Y., Ohashi, N. (1977). Composition and Grain Size Dependencies of Strain-induced Martensitic Transformation in Metastable Austenitic Stainless Steels. *Tetsu-to-Hagane. Vol. 63, Num. 5, pp, 772-782.*
- [59] Zhang, B., Jiang, Z., Li, H., Zhang, H., Feng, H., Li. H. (2017). Precipitation behavior and phase transformation of hyper duplex stainless steel UNS S32707 at nose temperature, *Materials Characterization Vol. 129 pp. 31–39.*
- [60] Jang, S., Kim, S., Lee, I., Park, Y. (2011). Effect of shielding gas composition on phase transformation and mechanism of pitting corrosion of hyper duplex stainless steel welds. *Materials Transactions Vol.52, Núm. 6, 1228 – 1236.*
- [61] Forgas, A., Otubo, J., Magnobosco, R. (2016). Ferrite quantification methodologies for duplex stainless steel. *J. Aerosp. Technol. Manag. Vol.8 N°3, pp, 357-362.*
- [62] NACE MR 0103 (2015) Petroleum, petrochemical and natural gas industries – Metallic materials resistant to sulfide stress cracking in corrosive petroleum refining environments.
- [63] Lippold J., Kotecki, D. (2005). Welding metallurgy and weldability of stainless steels. *Ed. Willey-Interscience. New Jersey. Primera edición.*
- [64] Westin E, Serrander D (2013). Experience in welding stainless steels for water heater applications. *Welding in the World, Le Soudage Dans Le Monde, Revista del IIW, pp 3*