

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL PERÚ

FACULTAD DE CIENCIAS E INGENIERÍA



**USO DE LA FERRITOSCOPIA PARA LA DETECCIÓN Y
CUANTIFICACIÓN DE FASE SIGMA EN UN ACERO INOXIDABLE
DÚPLEX UNS S32205 COMO ALTERNATIVA A TÉCNICAS
CONVENCIONALES**

Tesis para obtener el título profesional de Ingeniero Mecánico

AUTOR:

Luis Adriel Ramírez Marocho

ASESOR:

Mg. Ing. Rolando Mario Nuñez Monroy

Lima, Marzo, 2025

Informe de Similitud

Yo, **ROLANDO MARIO NUÑEZ MONRROY**, docente de la Facultad de Ingeniería de la Pontificia Universidad Católica del Perú, asesor de la tesis titulada: **USO DE LA FERRITOSCOPIA PARA LA DETECCIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE FASE SIGMA EN UN ACERO INOXIDABLE DÚPLEX UNS S32205 COMO ALTERNATIVA A TÉCNICAS CONVENCIONALES**, del autor **LUIS ADRIEL RAMÍREZ MAROCHO**, dejo constancia de lo siguiente:

- El mencionado documento tiene un índice de puntuación de similitud de **4%**. Así lo consigna el reporte de similitud emitido por el software *Turnitin* el **12/03/2025**.
- He revisado con detalle dicho reporte y la Tesis, y no se advierte indicios de plagio.
- Las citas a otros autores y sus respectivas referencias cumplen con las pautas académicas.

Lugar y fecha: Lima 12 de marzo de 2025.

Apellidos y nombres del asesor: NUÑEZ MONRROY, ROLANDO MARIO	
DNI: 40431617	Firma 
ORCID: 0000-0001-6525-9900	

RESUMEN

Los aceros inoxidable dúplex son una familia de aceros caracterizados por presentar una estructura de dos fases: ferrita y austenita en proporciones equivalentes, lo que les permite obtener propiedades mecánicas y anticorrosivas superiores a los demás aceros. Ello ha permitido que sean empleados en diversos campos de la industria como la petroquímica, alimenticia y red de tuberías submarinas. Sin embargo, debido a la alta cantidad de elementos aleantes que poseen, presentan una alta susceptibilidad a formar fases intermetálicas y compuestos como carburos y nitruros, los cuales disminuyen las propiedades en servicio del material. Actualmente, técnicas como la microscopía óptica permiten detectar estas fases en los componentes, pero, para tal fin, es necesario realizar la extracción de una muestra y el traslado de la misma a un centro especializado, lo que implicaría que el componente deje de operar incluso pudiendo quedar inutilizado.

El objetivo del presente trabajo de investigación es proponer el uso de la técnica de ferritoscopía como una alternativa no destructiva que permita detectar dichas fases secundarias del material en un componente en servicio brindando resultados confiables y rápidos. Para ello, se propone inicialmente estudiar el comportamiento microestructural del acero inoxidable dúplex UNS S32205 debido a su mayor comercialización y uso en los distintos sectores industriales. Asimismo, se busca caracterizar la microestructura del material bajo distintos ciclos térmicos empleando técnicas como Microscopía Óptica y establecer una relación entre el tiempo de exposición y el crecimiento de las fases secundarias, las cuales son las responsables de la degradación de las propiedades mecánicas. De esta manera, se podrá también obtener una relación entre el comportamiento de la fase ferrítica y las fases secundarias para poder así determinar la precisión que se obtendrá mediante la técnica no destructiva propuesta.



TEMA DE TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO DE INGENIERO MECÁNICO

TEMA	: Uso de la ferritoscopia para la detección y cuantificación de fase sigma en un acero inoxidable dúplex UNS S32205 como alternativa a técnicas convencionales
ÁREA	: Ingeniería de materiales
ASESOR	: Mg. Ing. Rolando Núñez Monroy
ALUMNO	: Bach. Luis Adriel Ramírez Marocho
CÓDIGO	: 20170481
FECHA	: 03/05/2024

DESCRIPCIÓN Y OBJETIVOS:

Los aceros inoxidables dúplex son una familia de aceros caracterizados por presentar una estructura de dos fases: ferrita y austenita en proporciones equivalentes, lo que le permite obtener propiedades mecánicas y anticorrosivas superiores a las de otros aceros. Esto ha permitido que sean empleados en diversos campos de la industria como la petroquímica, alimenticia y red de tuberías submarinas. Sin embargo, debido a la alta cantidad de elementos aleantes que poseen, presentan una alta susceptibilidad a formar fases intermetálicas y compuestos como carburos y nitruros, los cuales disminuyen las propiedades en servicio del material. Actualmente, técnicas como la microscopía óptica permiten detectar estas fases en los componentes, pero, para tal fin, es necesario realizar la extracción de una muestra y el traslado de la misma a un centro especializado, lo que implicaría que el componente deje de operar incluso pudiendo quedar inutilizado.

El objetivo del presente trabajo de investigación es proponer el uso de la técnica de ferritoscopia como una alternativa no destructiva que permita detectar dichas fases secundarias del material en un componente en servicio brindando resultados confiables e instantáneos. Para ello, se propone inicialmente estudiar el comportamiento microestructural del acero inoxidable dúplex 2205 debido a su mayor comercialización y uso en los distintos sectores industriales. Asimismo, se busca caracterizar la microestructura del material bajo distintos ciclos térmicos empleando técnicas como Microscopía Óptica y establecer una relación entre el tiempo de exposición y el crecimiento de las fases secundarias, las cuales son las responsables de la degradación de las propiedades mecánicas. De esta manera se podrá también obtener una relación entre el comportamiento de la fase ferrítica y las fases secundarias para poder así determinar la precisión que se obtendrá mediante la técnica no destructiva propuesta.

FACULTAD DE
CIENCIAS E
INGENIERÍA



PONTIFICIA
UNIVERSIDAD
CATÓLICA
DEL PERÚ

TEMA DE TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO DE INGENIERO MECÁNICO


Uso de la ferritoscopía para la detección y cuantificación de fase sigma en un acero inoxidable dúplex UNS S32205 como alternativa a técnicas convencionales.

Introducción

1. Estado del Arte
2. Materiales y metodología experimental
3. Análisis de resultados y discusión

Conclusiones

Referencias Bibliográficas



Rolando Mario Nuñez Montroy

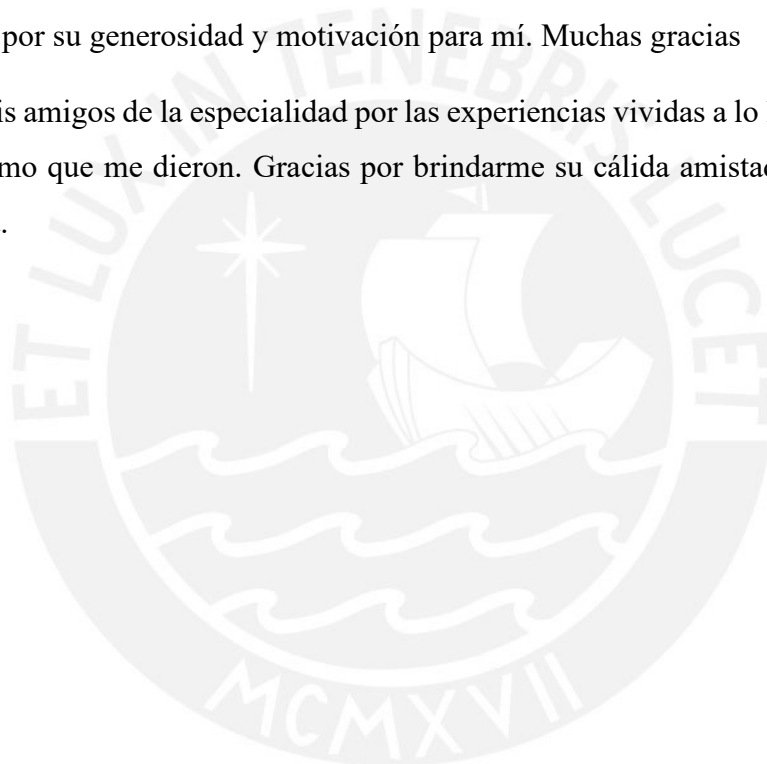
AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, quiero agradecer a mis padres Wilfredo Ramírez y Sonia Marocho, quienes me han brindado su apoyo y amor incondicional a lo largo de mi vida lo que me ha impulsado a ser siempre una mejor persona. También a mis hermanos Fernando y Melany quienes han estado siempre conmigo en los momentos más difíciles, y me han brindado consejos y motivación para seguir adelante en mi vida académica y profesional.

Quiero agradecer también a mi asesor, Mg. Rolando Nuñez por dedicar parte de su tiempo apoyándome y compartiendo sus enseñanzas conmigo para poder llevar a cabo este trabajo de investigación. A lo largo de mi pasantía en el Laboratorio de Materiales, ha sido como un padre para mi persona por su generosidad y motivación para mí. Muchas gracias

Finalmente, a mis amigos de la especialidad por las experiencias vividas a lo largo de la carrera y el compañerismo que me dieron. Gracias por brindarme su cálida amistad y apoyo en esta etapa de mi vida.

Gracias a todos



ÍNDICE DE CONTENIDO

RESUMEN	i
AGRADECIMIENTOS	iv
ÍNDICE DE CONTENIDO	v
ÍNDICE DE TABLAS	vii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	viii
INTRODUCCIÓN	1
OBJETIVOS	3
1 ESTADO DEL ARTE	4
1.1 ACEROS INOXIDABLES.....	4
1.2 TIPOS DE ACEROS INOXIDABLES.....	5
1.2.1 ACEROS INOXIDABLES FERRÍTICOS.....	5
1.2.2 ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS	5
1.2.3 ACEROS INOXIDABLES MARTENSÍTICOS.....	5
1.2.4 ACEROS INOXIDABLES ENDURECIDOS POR PRECIPITACIÓN	5
1.2.5 ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX.....	6
1.3 EVOLUCIÓN DE LOS ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX	8
1.4 COMPOSICION QUÍMICA Y CLASIFICACIÓN DE LOS ACEROS DUPLEX ..	9
1.5 MICROESTRUCTURA DE LOS ACEROS DUPLEX	13
1.5.1 FERRITA Y AUSTENITA.....	13
1.5.2 FASES SECUNDARIAS.....	14
1.5.3 FORMACION DE FASE SIGMA.....	18
1.6 MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE FASE SIGMA	19
2 MATERIALES Y METODOLOGIA EXPERIMENTAL	21
2.1 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL DE ENSAYO.....	21
2.1.1 ANÁLISIS QUÍMICO.....	21

2.1.2	CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.....	22
2.1.2.1	MICROSCOPIA OPTICA.....	22
2.1.2.2	FERRITOSCOPIA.....	30
2.1.3	DUREZA	31
2.2	PREPARACIÓN DEL MATERIAL BASE	33
2.3	CICLO TÉRMICO: SOLUBILIZACIÓN Y ENVEJECIMIENTO	34
2.4	DIAGRAMA DE FLUJO	38
3	ANÁLISIS DE RESULTADOS Y DISCUSION.....	39
3.1	CARACTERIZACION DEL MATERIAL BASE.....	39
3.2	ENSAYO DE DUREZA	39
3.3	CARACTERIZACIÓN DE FASE SIGMA POR FERRITOSCOPIA.....	41
3.4	CARACTERIZACIÓN DE FASE SIGMA POR MICROSCOPIA ÓPTICA.....	45
3.4.1	CARACTERIZACIÓN SEGÚN ASTM E562-19e1	47
3.4.2	CARACTERIZACIÓN POR ANÁLISIS DE IMAGEN.....	50
3.5	CORRELACIÓN DE FERRITOSCOPIA Y MICROSCOPIA ÓPTICA	51
4	CONCLUSIONES	56
5	REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	57

ÍNDICE DE TABLAS

<i>Tabla 1.1 Tipos de aceros inoxidable según la norma EN 10088-1:2020. [5]</i>	7
<i>Tabla 1.2 Denominación y composición de los aceros inoxidable dúplex más empleados según la norma ASTM A240. [13]</i>	12
<i>Tabla 1.3 Clasificación de los aceros dúplex según PREN. [7]</i>	12
<i>Tabla 2.1 Pasos de lijado y pulido según recomendaciones de STRUERS.</i>	23
<i>Tabla 2.2 Lista de reactivos para la revelación microestructural en los aceros inoxidable dúplex.</i>	25
<i>Tabla 2.3 Recomendaciones para la selección de tamaño de grano o número de puntos P_T.</i> [43]	26
<i>Tabla 2.4 Predicción del número de campos a observar en función a la precisión relativa y el porcentaje estimado de fracción volumétrica. [43]</i>	27
<i>Tabla 2.5 Valores del factor multiplicativo t según el número de campos analizados. [43]</i> ...	28
<i>Tabla 2.6 Parámetros de ciclos térmicos en el acero dúplex 2205 según investigaciones recopiladas.</i>	35
<i>Tabla 2.7 Parámetros para el envejecimiento de muestras a 850°C.</i>	37
<i>Tabla 3.1 Composición química (% en peso) del acero dúplex UNS S32205.</i>	39
<i>Tabla 3.2 Evolución de la dureza del acero dúplex UNS S32205 según el tiempo de envejecimiento.</i>	40
<i>Tabla 3.3 Evolución del porcentaje de ferrita del acero dúplex UNS S32205 según el tiempo de envejecimiento.</i>	41
<i>Tabla 3.4 Resultados de la expresión matemática para el cálculo de la constante K_1.</i>	44
<i>Tabla 3.5 Evolución del porcentaje de fase sigma del acero dúplex UNS S32205 según el tiempo de envejecimiento.</i>	47
<i>Tabla 3.6 Fracciones volumétricas de fase ferrita y sigma según el tiempo de envejecimiento.</i>	50

ÍNDICE DE FIGURAS

<i>Figura 1.1 Autoregeneración de la capa pasiva de un acero inoxidable. [4]</i>	4
<i>Figura 1.2 Efecto de 17% de cromo en un diagrama de fases hierro-carbono. [3]</i>	4
<i>Figura 1.3 Efecto del incremento de contenido de níquel sobre la microestructura de un acero inoxidable. [12]</i>	10
<i>Figura 1.4 Diagrama de Schaeffler- De Long. [1]</i>	13
<i>Figura 1.5 Diagrama TTT de un acero inoxidable dúplex promedio junto con las posibles fases a precipitar. [7]</i>	14
<i>Figura 1.6 Formación de fase sigma en el límite de grano de una muestra sometida a 600°C por 500 horas. [23]</i>	15
<i>Figura 1.7 Micrografía (SEM-BSE) tomada en una muestra sometida a 900°C por 25 minutos. [27]</i>	16
<i>Figura 1.8 Representación esquemática de la concentración de cromo en el límite de grano entre la ferrita y la austenita durante la formación de carburos de cromo. [7]</i>	17
<i>Figura 1.9 Evolución microestructural de un acero inoxidable dúplex. [29]</i>	19
<i>Figura 1.10 Métodos destructivos (azul) y no destructivos (rojo) empleados para la detección microestructural de fase sigma. [32]</i>	20
<i>Figura 2.1 Representación del funcionamiento del método de análisis químico por EEC. [33]</i>	21
<i>Figura 2.2 Equipo de Espectrometría de Emisión por chispa Marca BRUKER modelo Q8 MAGELLAN del laboratorio CITE Materiales</i>	22
<i>Figura 2.3 Cortadora de banco Marca LECO modelo SX-100M del laboratorio CITE Materiales.</i>	23
<i>Figura 2.4 Prensa de montaje Marca BUEHLER modelo Simplimet del laboratorio CITE Materiales.</i>	23
<i>Figura 2.5 Equipo de preparación metalográfica Marca STRUERS modelo LaboPol-25 del laboratorio CITE Materiales.</i>	24
<i>Figura 2.6 Microscopio Óptico Marca LEICA modelo DMI5000M del laboratorio CITE Materiales.</i>	24
<i>Figura 2.7 Equipo para ataque electroquímico del laboratorio CITE Materiales.</i>	26
<i>Figura 2.8 Ejemplo del arreglo de malla de 16 puntos (izquierda) y 100 puntos (derecha) para una misma imagen de microestructura del material base UNS S32205</i>	27

<i>Figura 2.9 Cuantificación de fases presentes en una muestra de acero dúplex mediante software.....</i>	<i>29</i>
<i>Figura 2.10 Representación del funcionamiento del ferritoscopio. [45].....</i>	<i>30</i>
<i>Figura 2.11 Ferritoscopio marca FISCHER modelo MP30E del laboratorio CITE materiales.....</i>	<i>30</i>
<i>Figura 2.12 Distribución de mediciones por muestra.</i>	<i>31</i>
<i>Figura 2.13 Representación del proceso para determinar la dureza Rockwell C del acero. [47].....</i>	<i>31</i>
<i>Figura 2.14 Durómetro marca LECO modelo LCR-500 del laboratorio CITE materiales. ...</i>	<i>32</i>
<i>Figura 2.15 Distribución de los puntos donde se toma la dureza del material.....</i>	<i>32</i>
<i>Figura 2.16 Materia prima inicial junto con los cortes transversal y longitudinal realizados.....</i>	<i>33</i>
<i>Figura 2.17 Esquema de corte de las muestras a emplear para el ciclo térmico.</i>	<i>33</i>
<i>Figura 2.18 Esquema del ciclo térmico a realizar.....</i>	<i>34</i>
<i>Figura 2.19 Diagrama TTT de aceros dúplex junto con la temperatura 850°C donde comienza la formación de fases secundarias. [7].....</i>	<i>34</i>
<i>Figura 2.20 Horno marca CARBOLITE modelo CWF-1100 del laboratorio CITE materiales.....</i>	<i>38</i>
<i>Figura 2.21 Diagrama de flujo del ensayo experimental realizado. ¡Error! Marcador no definido.</i>	
<i>Figura 3.1 Microestructura del material base UNS S32205.....</i>	<i>39</i>
<i>Figura 3.2 Gráfica dureza HRB vs tiempo de envejecimiento.</i>	<i>40</i>
<i>Figura 3.3 Grafica de fracción volumétrica de ferrita vs tiempo de envejecimiento.....</i>	<i>42</i>
<i>Figura 3.4 Grafica de arreglo de la ecuación de formación de ferrita.....</i>	<i>44</i>
<i>Figura 3.5 Relación de expresión matemática del comportamiento de ferrita y los datos de ensayo.</i>	<i>45</i>
<i>Figura 3.6 Señalización de las fases encontradas por microscopia óptica.....</i>	<i>46</i>
<i>Figura 3.7 Micrografía de muestras sometidas a envejecimiento a 850°C por 0, 5, 10, 15, 20, 25,30 y 40 minutos.</i>	<i>46</i>
<i>Figura 3.8 Grafica de fracción volumétrica de fase sigma vs tiempo de envejecimiento.</i>	<i>47</i>
<i>Figura 3.9 Gráfica de arreglo de la ecuación de Avrami.....</i>	<i>49</i>
<i>Figura 3.10 Relación de expresión matemática del comportamiento de fase sigma y los resultados de ensayo.</i>	<i>50</i>
<i>Figura 3.11 Relación de resultados obtenidos con ASTM E562 y ASTM E1245.</i>	<i>51</i>

<i>Figura 3.12 Grafica fracción de ferrita vs fracción de fase sigma cuantificado y calculado con la ecuación obtenida.</i>	<i>52</i>
<i>Figura 3.13 Grafica fracción de ferrita vs fracción de fase sigma cuantificado y calculado con la aproximación lineal.</i>	<i>53</i>
<i>Figura 3.14 Grafica fracción de ferrita vs fracción de fase sigma cuantificado y calculado con la aproximación polinómica de grado 3 para todo el dominio.</i>	<i>54</i>
<i>Figura 3.15 Grafica fracción de ferrita vs fracción de fase sigma según la función calculada y la data experimental del presente trabajo y de referencias bibliográficas.....</i>	<i>55</i>



INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidable dúplex (*Dúplex Stainless Steel* y siglas DSS) son una familia de aceros caracterizados por presentar una estructura bifásica compuesta por ferrita y austenita en fracciones volumétricas casi iguales, y presentar propiedades mecánicas y anticorrosivas superiores a los aceros inoxidables comunes debido a que comparten algunas características de los aceros ferríticos y aceros austeníticos [1].

Desde su introducción al mercado en los años 30 hasta la actualidad, dichos aceros han presentado una constante evolución en las propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión lo que permitió que sean empleados como posibles alternativas ante otros tipos de aceros y también en aplicaciones en ambientes más severos. Entre los rubros industriales más solicitados, se encuentra la industria petroquímica, alimentaria y de tuberías submarinas [2].

Sin embargo, debido a la alta cantidad de elementos aleantes en su composición química, existe la tendencia a formarse diversas fases intermetálicas (carburos y nitruros) producto de fenómenos de precipitación. Dichas fases pueden generarse ya sea durante la etapa de fabricación (fundición, deformación en caliente y en frío, entre otros) como durante su condición de trabajo. El estudio de estos precipitados resulta de gran interés para los investigadores debido a su relación con la disminución de las propiedades mecánicas del material como la dureza, la tenacidad y resistencia mecánica, y de la resistencia a la corrosión.

Ante esta problemática, resulta necesario identificar y cuantificar la presencia de estas fases en muestras sometidas a distintas temperaturas o condiciones de servicio. Entre las técnicas más comunes para la evaluación a nivel microestructural, se encuentra el análisis metalográfico por técnicas como Microscopía Óptica (MO) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). Sin embargo, la principal limitación de las técnicas mencionadas previamente consiste en la necesidad de extraer muestras y realizar el análisis en un laboratorio debidamente equipado. Es por ello que se busca la posibilidad de implementar una técnica no destructiva que permita obtener resultados en menores tiempos mientras el elemento se encuentre en servicio.

El presente trabajo busca demostrar la viabilidad y confiabilidad de usar el análisis por ferritoscopía como una alternativa en técnicas no destructivas para la caracterización y cuantificación de fases secundarias que se forman por efecto de ciclos térmicos, lo cual permitirá su uso en el sector industrial como medida preventiva o de control de calidad.

Asimismo, el efecto de las fases secundarias en los aceros inoxidables dúplex permite conocer los límites a los cuales dichos materiales pueden estar sometidos con el fin de prevenir posibles fallos durante su puesta en servicio.

Finalmente, el trabajo de investigación busca modelar el comportamiento microestructural de las fases secundarias en muestras sometidas a tratamientos térmicos gracias a una expresión matemática y correlacionarlo con el comportamiento de las fases principales (ferrita y austenita).



OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

El objetivo general del presente trabajo de investigación es proponer la ferritoscopía como una alternativa a las técnicas convencionales para detectar y cuantificar la fracción volumétrica de fase sigma presente en el acero inoxidable dúplex UNS S32205 sometido a diferentes ciclos térmicos. Para ello, se realizará comparación de la técnica propuesta con otra convencional como la Microscopía Óptica.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar el estado de suministro del material base (acero inoxidable dúplex UNS S32205).
- Caracterizar la microestructura y composición química de las fases formadas en el acero UNS S32205 debido a los ciclos térmicos mediante ensayos de laboratorio.
- Correlacionar los resultados obtenidos por la técnica de ferritoscopía con la técnica de cuantificación según las normas ASTM E562 y ASTM E1245.
- Establecer una relación entre el tiempo de exposición del material y el crecimiento de fases secundarias en el material responsables de la degradación de las propiedades mecánicas.
- Establecer una relación matemática entre la fase ferrita y las fases secundarias para los distintos tiempos de exposición.

1 ESTADO DEL ARTE

1.1 ACEROS INOXIDABLES

Los aceros inoxidables son aleaciones ferrosas caracterizadas por presentar un contenido mínimo de 11% de cromo y bajo contenido de carbono, además de otros elementos aleantes como níquel, molibdeno, vanadio, entre otros. Es gracias a dicho porcentaje de cromo que permite la formación de una capa delgada y protectora de óxido de cromo al encontrarse expuesto al oxígeno la cual tiende a reconstruirse cuando es dañada (*Figura 1.1*). De ahí que estos aceros son conocidos por tener una buena resistencia a la oxidación y corrosión [3].

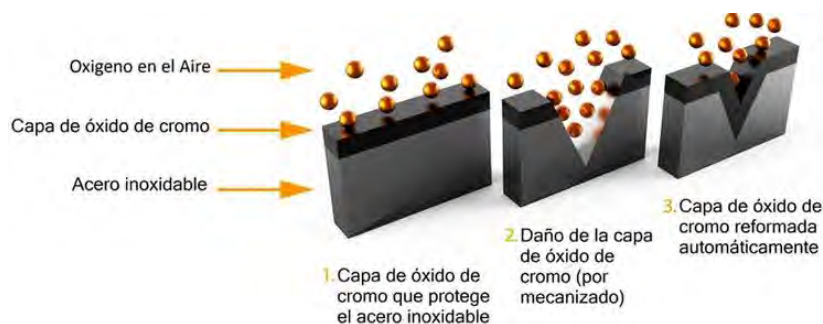


Figura 1.1 Autoregeneración de la capa pasiva de un acero inoxidable. [4]

El cromo también es un elemento estabilizador de ferrita, ello permite la presencia de esta fase a temperatura ambiente y que se contraiga la región de austenita en el diagrama de equilibrio. Para composiciones de bajo carbono y alto cromo, la ferrita se encuentra presente como una sola fase hasta la temperatura de la curva final de sólidos [3]. Ver *Figura 1.2*

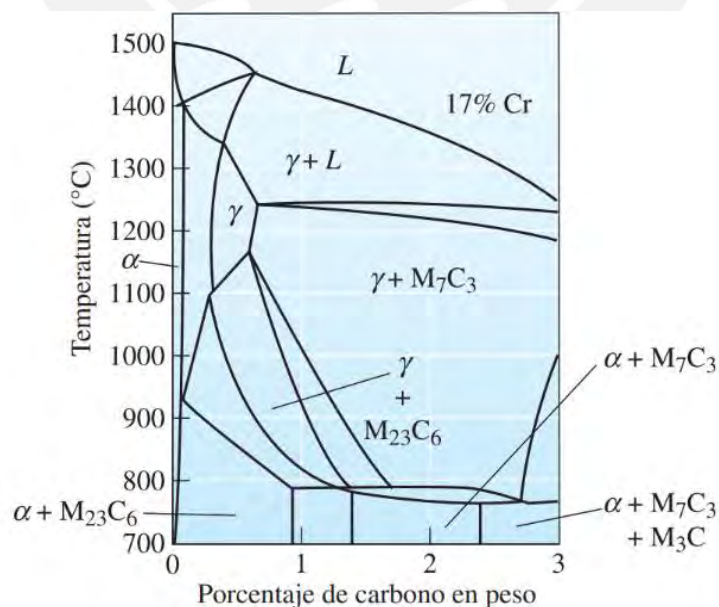


Figura 1.2 Efecto de 17% de cromo en un diagrama de fases hierro-carbono. [3]

1.2 TIPOS DE ACEROS INOXIDABLES

Según la normativa EN 10088-1:2020 [5], los aceros inoxidable se clasifican en 5 grupos principales de acuerdo a la microestructura que presentan a temperatura ambiente. Ver Tabla 1.1

1.2.1 ACEROS INOXIDABLES FERRÍTICOS

Contienen un máximo de 30% de cromo hasta 0.12% de carbono. Debido a la estructura cúbica centrada en el cuerpo (CCCu), estos aceros tienen buena resistencia mecánica y moderada ductilidad derivadas del endurecimiento por solución sólida y endurecimiento por deformación. Estos aceros ofrecen gran resistencia a la corrosión, capacidad moderada de deformación y son relativamente económicos [3].

1.2.2 ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS

Estos aceros se caracterizan por la presencia de níquel, un elemento estabilizador de la austenita que incrementa el tamaño del campo austenítico hasta eliminar casi por completo a la ferrita. Presentan una estructura cúbica centrada en las caras (CCCa) y no son ferromagnéticos, lo cual resulta ventajoso para diversas aplicaciones como industria alimentaria y en el ámbito clínico. Estos aceros pueden experimentar sensibilización a la corrosión intergranular debido a la precipitación de carburos de cromo a lo largo de los límites de grano a temperaturas entre 480 y 860°C [3], y son más sensibles a la corrosión bajo tensión en ambientes de cloruros.

1.2.3 ACEROS INOXIDABLES MARTENSÍTICOS

Se forman a partir de los aceros austeníticos luego de un proceso de temple. Presentan un contenido de cromo no mayor a 17% y son ferromagnéticos. Los contenidos bajos de cromo permiten incrementar el porcentaje de carbono hasta 1%, lo que permite la producción de aceros martensíticos de distintas propiedades mecánicas. Sus aplicaciones más importantes son en la cuchillería, válvulas y cojinetes de bola [3].

1.2.4 ACEROS INOXIDABLES ENDURECIBLES POR PRECIPITACIÓN

Contienen menores cantidades de níquel que los austeníticos y cantidades variables de aluminio, niobio, cobre, entre otros. Derivan sus propiedades gracias al endurecimiento por deformación, por solución sólida, por envejecimiento y por transformación martensítica. El acero se calienta y tiempla para transformar la austenita en martensita. Posterior a ello, un

recalentamiento permite la formación de precipitados como el Ni_3Al a partir de la martensita. Es posible obtener altos valores de resistencia mecánica a bajos contenidos de carbono [3].

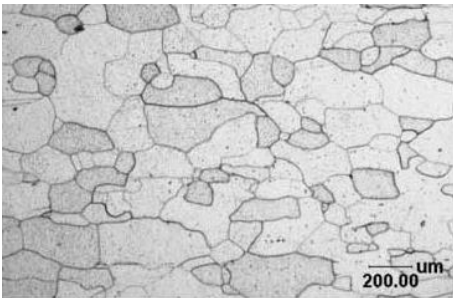
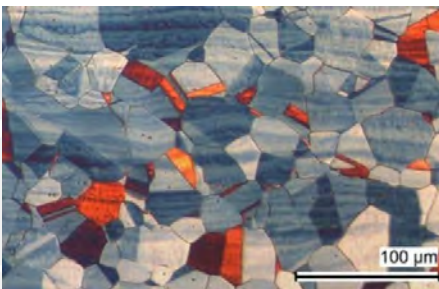
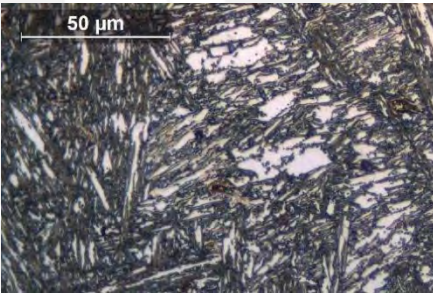
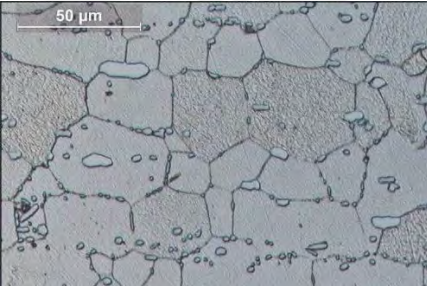
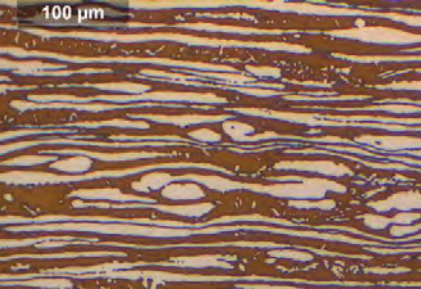
1.2.5 ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX

Son llamados también aceros austeno-ferríticos. Se caracterizan por presentar una estructura formada por austenita y ferrita en igual proporción con alto contenido de cromo y bajo contenido de níquel.

Los aceros dúplex son aleaciones de base hierro con cromo, molibdeno y una serie de elementos estabilizadores de austenita como níquel y nitrógeno los cuales son los responsables de obtener el balance entre la ferrita y la austenita. Fueron desarrollados considerando la excelente soldabilidad de los aceros inoxidable austeníticos, así como la resistencia a la corrosión bajo tensión de los aceros inoxidable ferríticos [6]. Gracias a ello, los aceros inoxidable dúplex consiguieron mejores propiedades mecánicas y resistencia a diversos tipos de corrosión (intergranular, bajo tensión, picaduras, entre otros) [1]. Sin embargo, debido a la alta cantidad de elementos de aleación presentes en estos aceros, tienden a formar fases secundarias complejas [7]. Por ello, requieren de un método de fabricación más elaborado y de mayor precisión al momento de incorporar los elementos de aleación.

La tabla siguiente muestra los cinco tipos de aceros inoxidable mencionados de acuerdo a la norma EN 10088-1:2020 [5] con imágenes en las que se aprecia la diferencia entre su microestructura.

Tabla 1.1 Tipos de aceros inoxidable según la norma EN 10088-1:2020. [5]

Tipo de acero inoxidable	Composición química	Microestructura	Ref.
Ferríticos	11-30% Cr 0.075-0.12% C		[8]
Austeníticos	16-25% Cr 0.015-0.1% C 8-20% Ni		[9]
Martensíticos	11-17% Cr 0.1-1.2% C		Laboratorio de Materiales- Ingeniería Mecánica- PUCP
Endurecidos por precipitación	16-25% Cr 0.015-0.1% C 8-20% Ni Al, Ti, Cu para precipitado		Laboratorio de Materiales- Ingeniería Mecánica- PUCP
Dúplex	18-30% Cr 0.03-0.05% C 2.5-10% Ni		Laboratorio de Materiales- Ingeniería Mecánica- PUCP

1.3 EVOLUCIÓN DE LOS ACEROS INOXIDABLES DÚPLEX

Los aceros inoxidable fueron desarrollados durante la primera década del siglo XX por primera vez en el Reino Unido y Alemania. Los primeros tipos fueron los aceros martensíticos y ferríticos (Fe-Cr). Sin embargo, muy pronto los aceros austeníticos (Fe-Cr-Ni) llegaron a ser el grupo mayoritario. El crecimiento de las aleaciones austeníticas se debió a su facilidad de producción y fabricación, particularmente su soldabilidad. Los niveles de carbono mínimos eran altos (alrededor de 0.08%) debido a las técnicas existentes en hornos y refinación. Esto hizo que los aceros sean sensibles a la precipitación de carburos en los límites de grano durante el tratamiento térmico y soldadura, y sensibles al ataque por corrosión intergranular [10].

La denominación de acero dúplex surgió en 1927 haciendo referencia a aquella aleación ferrita/austenita determinada en los diagramas ternarios Fe-Cr-Ni y posteriormente cuaternarios Fe-Cr-Ni-Mo. El primer acero dúplex comercializado se registró en 1929 por la compañía AVESTA Jernverk bajo el nombre de 453E el cual tenía una composición aproximada de 25%Cr- 5%Ni. Posteriormente, en 1932, dicho acero recibió un agregado de 1% de Mo ahora bajo el nombre de grado 453S. Las aplicaciones más comunes de dichos aceros incluían autoclaves para la producción de pólvora y válvulas para la producción de pulpa de sulfito por fundición [10].

Durante los años 60 y 70, la escasez de níquel y el incremento de la demanda de aceros inoxidable en la industria petroquímica en ambientes altamente corrosivos como el mar generó el incremento de precio de los aceros austeníticos. Ello impulsó el desarrollo y producción de los aceros dúplex. Asimismo, la mejora en los procesos de producción y las nuevas técnicas permitieron un mejor control en la composición de los aceros dúplex y a la producción de nuevas aleaciones. La introducción del nitrógeno, por ejemplo, mejoró la resistencia a la corrosión y elevó la temperatura máxima de estabilidad en la microestructura. Esto permitió mayores espesores en los procesos de conformado en caliente para la producción de planchas y bobinas [10]. De esta manera, se implanta en el mercado una segunda generación de aceros dúplex y nace consigo la aleación 22Cr-5Ni-3Mo-0.16N considerado hasta la actualidad como el acero dúplex más comercial y popular [11].

En la década de los 80, una nueva generación de dúplex fue desarrollada para la industria del papel, plantas desulfuradoras de gases, entre otras. Estas nuevas aleaciones presentaban mayores contenidos de cromo, molibdeno y nitrógeno que sus predecesoras, lo que incrementó la resistencia a la corrosión en ambientes con cloruros [11].

Actualmente, el desarrollo de los aceros inoxidable dúplex se ha redireccionado a la búsqueda de alternativas más económicas que puedan competir con los aceros austeníticos más usados en la industria. Es así que surgen aceros dúplex con un ligero menor contenido de níquel y molibdeno como, por ejemplo, la aleación 25Cr-4Ni-0.1N (UNS S32304) y 21Cr-4Ni-0.1N (UNS S32101) [11].

1.4 COMPOSICIÓN QUÍMICA Y CLASIFICACIÓN DE LOS ACEROS DÚPLEX

A lo largo del desarrollo de los aceros inoxidable dúplex, la implementación de nuevas tecnologías e investigaciones han permitido incorporar nuevos elementos de aleación, los cuales principalmente se emplean para mejorar las propiedades del acero como la resistencia mecánica y resistencia a la corrosión. Sin embargo, las interacciones entre dichos elementos de aleación resultan muy complejas, pues promueven la formación de nuevas fases y, por lo tanto, inestabilidad en la microestructura, por lo que se requiere de mucho cuidado al momento de ser añadidos.

Los elementos de aleación más importantes en la producción de los aceros dúplex son los siguientes

Cromo

Es el elemento característico de los aceros inoxidable responsable de la resistencia a la corrosión mediante la formación de la capa pasiva de óxido de cromo en la superficie. La resistencia a la corrosión del acero inoxidable se incrementa a medida que aumenta el contenido de cromo. Debido a que este elemento incentiva la formación de ferrita (estructura CCCu), resulta necesario la adición de elementos que incentiven la formación de austenita, como el níquel, de modo que se pueda obtener la estructura bifásica característica de los dúplex a igual proporción [12]. Sin embargo, existe un límite para el porcentaje de cromo que puede adicionarse; esto se debe a que un alto contenido promueve también a la formación de fases intermetálicas como la fase sigma, la cual es responsable de la reducción de propiedades como ductilidad, tenacidad y corrosión [10].

Normalmente, el contenido mínimo de cromo en los aceros dúplex es de 20%. El cromo también aumenta la resistencia a la oxidación a altas temperaturas. Este efecto resulta importante debido a su influencia en la formación y eliminación de la cascarilla de óxido resultante tras un tratamiento térmico o la soldadura [12].

Níquel

Con el fin de mantener el balance entre la ferrita y la austenita, la adición de cromo (alfágeno) implica también la necesidad de adicionar elementos que promuevan la formación de austenita como es el caso del níquel. Ver *Figura 1.3*. Este elemento promueve el cambio de la estructura cristalina de CCCu a CCCa la cual es responsable de la tenacidad en los aceros inoxidable austeníticos. Los aceros dúplex contienen una baja o media cantidad de níquel desde 1.5% hasta 7% [12]. A elevados contenidos de níquel, el nivel de austenita supera el 50% lo que enriquece la zona ferrítica de Cr y Mo. Como consecuencia de ello, la formación de fases intermetálicas en la ferrita se incentiva a temperaturas en el rango entre 650 y 950°C [10].

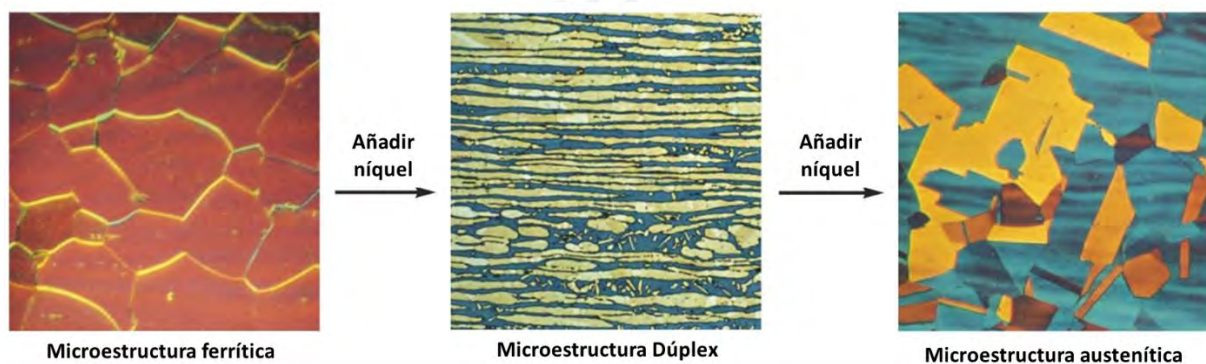


Figura 1.3 Efecto del incremento de contenido de níquel sobre la microestructura de un acero inoxidable. [12]

Molibdeno

El molibdeno actúa junto con el cromo para otorgar la resistencia a la corrosión por picaduras en los aceros inoxidable. Cuando el contenido de cromo supera el 18%, las adiciones de molibdeno resultan tres veces más eficaz que la del cromo en la reducción a la susceptibilidad frente a la corrosión por picaduras y corrosión por resquicio en ambientes clorurados [12].

Nitrógeno

El nitrógeno aumenta la resistencia a la corrosión por picaduras e intersticial en los aceros inoxidable dúplex e incrementa la resistencia mecánica. No previene la precipitación de fases intermetálicas, pero retrasa la formación lo suficiente como para permitir el procesado y fabricación de los aceros dúplex. El nitrógeno es añadido a los aceros dúplex que contengan un alto contenido de cromo y molibdeno para compensar su tendencia a formar fase sigma. Se añade el nitrógeno y se ajusta el níquel con el objetivo de conseguir el equilibrio de fases deseado. Los formadores de ferrita (cromo y molibdeno) se equilibran con los formadores de

austenita (níquel y nitrógeno) con el fin de desarrollar la estructura bifásica característica de los aceros dúplex [12].

Con lo mencionado, los elementos de aleación son empleados para mejorar las propiedades del acero dúplex como la resistencia a la corrosión y resistencia mecánica. Sin embargo, la adición de los mismos también impacta negativamente. Prueba de ello resulta en la formación inevitable de fases secundarias que alteran la microestructura bifásica del acero dúplex.

Existen diversos sistemas de denominación para los aceros inoxidable dúplex. El más conocido de ellos resulta el otorgado por la UNS (*Unified Numbering System*) el cual ofrece información sobre la composición química de la aleación. Entre los aceros dúplex más empleados en la industria, se encuentran los señalados en la Tabla 1.2.

Los aceros inoxidable dúplex pueden clasificarse según su resistencia a la corrosión. Para medir dicha resistencia, en 1969 se introdujo el concepto de *chromium pitting resistance equivalent* (PREN), el cual formulaba una expresión matemática en base al porcentaje de los elementos de aleación. Dicha expresión varía según autor, la fórmula comúnmente empleada actualmente es la siguiente:

$$PREN = (\%Cr) + 3.3\% (Mo) + 16 (\%N)$$

Esta ecuación permite predecir la efectividad del acero dúplex en la resistencia a la corrosión por picadura para poder asignarle una correcta aplicación. Dependiendo del valor numérico del PREN, los aceros inoxidable dúplex pueden clasificarse en 4 grupos principales [7]. Ver *Tabla 1.3*

Tabla 1.2 Denominación y composición de los aceros inoxidable dúplex más empleados según la norma ASTM A240. [13]

UNS	Tipo	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	N	Cu
S31200	...	0.03	2.00	0.045	0.03	1.00	24.0- 26.0	5.5- 6.5	1.20- 2.00	0.14- 0.20	...
S31260	...	0.03	1.00	0.03	0.03	0.75	24.0- 26.0	5.5- 7.5	2.5- 3.5	0.1- 0.3	0.2- 0.8
S31803	...	0.03	2.00	0.03	0.02	1.00	21.0- 23.0	4.5- 6.5	2.5- 3.5	0.08- 0.2	...
S32001	...	0.03	4.00- 6.00	0.04	0.03	1.00	19.5- 21.5	1.0- 3.0	0.6	0.05- 0.17	1.00
S32003	...	0.03	2.00	0.03	0.02	1.00	19.5- 21.5	3.0- 4.0	1.50- 2.00	0.14- 0.2	...
S32101	...	0.04	4.00- 6.00	0.04	0.03	1.00	21.0- 22.0	1.35- 1.70	0.10- 0.80	0.2- 0.25	0.10- 0.8
S32202	...	0.03	2.00	0.04	0.01	1.00	21.5- 24.0	1.00- 2.80	0.45	0.18- 0.26	...
S32205	2205	0.03	2.00	0.03	0.02	1.00	22.0- 23.0	4.5- 6.5	3.0- 3.5	0.14- 0.2	...
S32304	2304	0.03	2.50	0.04	0.03	1.00	21.5- 24.5	3.0- 5.5	0.05- 0.6	0.05- 0.2	0.05- 0.6

Tabla 1.3 Clasificación de los aceros dúplex según PREN. [7]

Denominación	Rango de PREN
Lean dúplex (LDSS)] ...; 35]
Dúplex (DSS)]35; 40[
Super Dúplex (SDSS)	[40; 45[
Híper Dúplex (HDSS)	[45; ... [

1.5 MICROESTRUCTURA DE LOS ACEROS DUPLEX

1.5.1 FERRITA Y AUSTENITA

Los aceros inoxidable dúplex presentan una microestructura compuesta de austenita y ferrita en proporciones aproximadamente iguales [14]. Si bien, una relación de 50:50 es un objetivo ideal para la microestructura de los aceros dúplex, en la realidad el porcentaje oscila en rangos entre 40:60 y 60:40. Se ha probado que una estructura equitativa 50:50 es una condición ideal teórica que beneficia las propiedades mecánicas y anticorrosivas [1].

La obtención de una microestructura dual resulta complicada ya que el balance de fases depende tanto de la composición del acero como de los tratamientos sometidos. Para una mayor predicción de la microestructura a formar en un acero inoxidable dúplex, se han desarrollado diagramas de fácil lectura. De ellos, se destaca el Diagrama de Schaeffler (Ver *Figura 1.4*) cuyas fórmulas fueron modificadas por De Long [1].

Se definen 2 parámetros que relacionan los elementos que promueven la formación de cada fase primaria de la siguiente manera:

$$Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1.5 \%Si + 0.5 \%Nb + 2\% Ti$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + 30 \%C + 30\% N + 0.5 \%Mn + 0.5 \%Cu$$

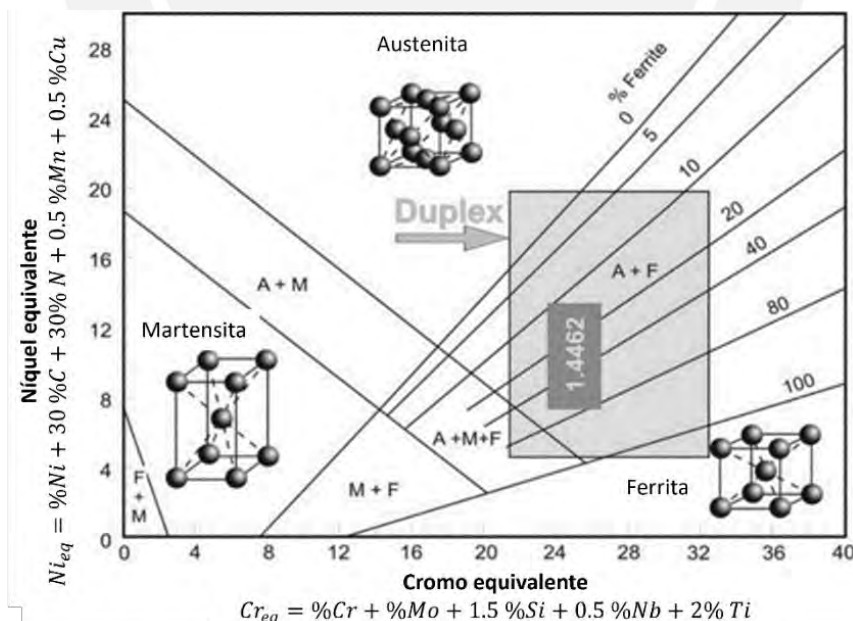


Figura 1.4 Diagrama de Schaeffler- De Long. [1]

1.5.2 FASES SECUNDARIAS

Durante la producción de los aceros inoxidable dúplex, el principal problema que se presenta es la formación de fases intermetálicas que perjudican las propiedades mecánicas del material. Ello se debe a la alta cantidad de elementos aleantes que contiene. La tasa de difusión de los elementos intersticiales en la ferrita es aproximadamente 100 veces más alta y presentan solubilidades que son 100 veces más bajas que en la austenita. Esto da como resultado que la formación de carburos, nitruros y demás fases intermetálicas ocurran en la fase ferrítica [7].

En la *Figura 1.5*, se pueden apreciar dos regiones claramente diferenciadas:

1. En el intervalo de 550 a 1100°C se favorece la precipitación de austenita secundaria, fase sigma (σ), fase chi (χ), fase R, carburos y nitruros.
2. En el intervalo de 300 a 550°C se favorece la precipitación de fases π , ϵ , α' y G.

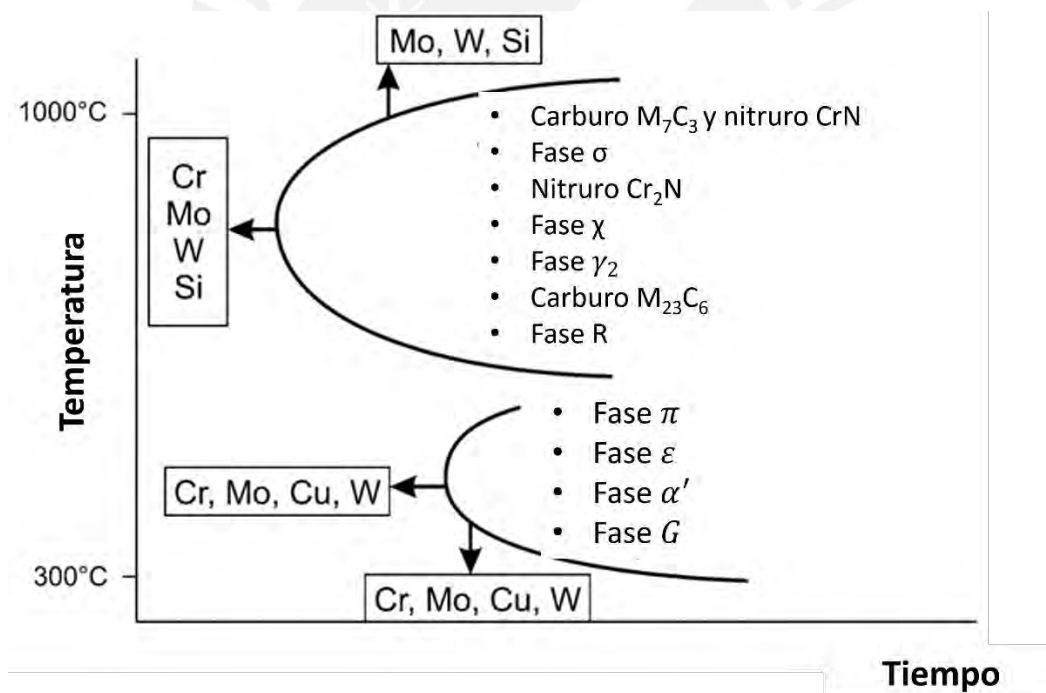


Figura 1.5 Diagrama TTT de un acero inoxidable dúplex promedio junto con las posibles fases a precipitar. [7]

Los elementos como cromo, molibdeno y tungsteno son los que normalmente conllevan a la precipitación de fases secundarias pese a que también son responsables de mejorar la resistencia a la corrosión por picadura. Por ello, resulta importante el control de elementos de aleación durante su adición para minimizar la precipitación de fases secundarias [15].

- **Fase Sigma**

Es la fase secundaria más importante debido a su elevada proporción respecto al resto de las fases secundarias que puedan formarse. Aparece como consecuencia de la permanencia prolongada a temperaturas que van desde 450 hasta 975 °C [16]. La fase sigma se caracteriza por precipitarse a una mayor velocidad en comparación con las demás fases. Debido a su alta dureza y fragilidad, reduce la tenacidad del acero dúplex. Además, puesto que la fase sigma es rica en cromo y molibdeno, las zonas adyacentes resultan escasas de dichos elementos lo que reduce la resistencia a la corrosión [17]. Sus efectos en las propiedades mecánicas merecen ser estudiadas, pues una pequeña fracción de la misma afecta severamente la ductilidad y tenacidad [18], [19]. Se ha demostrado que para porcentajes entre 5% y 10% de fases secundarias como la fase sigma, la tenacidad de los aceros dúplex se ve reducida a valores tan bajos que vuelven inservibles al material para aplicaciones prácticas [20].

La fase sigma se presenta con un contenido aproximado de 30% Cr, 4% Ni y 7% Mo, y una estructura tetragonal lo que implica características no magnéticas [21], [22]. Tiende a precipitarse preferentemente en los límites de las fases austenita/ferrita, para luego propagarse hacia el interior de la fase ferrita debido a la baja difusividad de átomos en la fase austenítica [16], [21]. Ver *Figura 1.6*

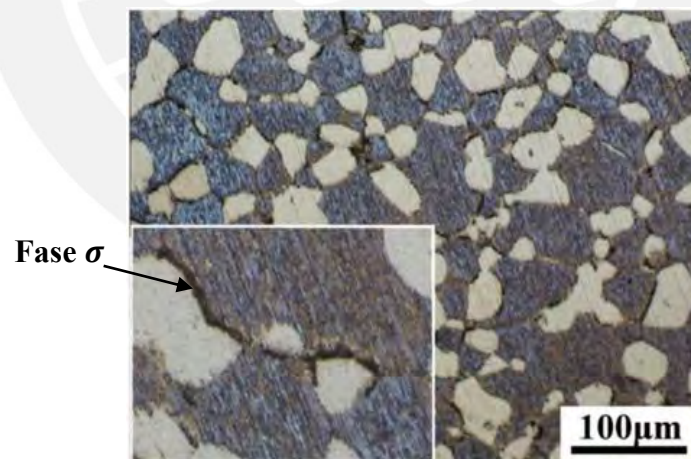


Figura 1.6 Formación de fase sigma en el límite de grano de una muestra sometida a 600°C por 500 horas. [23]

Fase Chi

La fase Chi es una fase intermetálica de estructura cúbica con un contenido aproximado de 25% Cr, 3% Ni y 14% Mo la cual se forma en los mismos rangos que la fase sigma, pero en

cantidades mucho más pequeñas [21]. Su precipitación se puede apreciar en el mismo rango de temperatura que la mencionada para la fase sigma. Su nucleación frecuentemente tiene lugar en la interfase ferrita/austenita y crece en la matriz ferrítica [10]. La fase chi, al igual que la fase sigma, posee un comportamiento frágil y quebradizo (siendo la primera más dura), por lo que su presencia es indeseable [16], [24].

La fase chi y la fase sigma usualmente se encuentran de forma simultánea, soliendo encontrarse la primera generalmente en baja proporción [16], ello dificulta el estudio de los efectos que provoca en las propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión [25]. Numerosos autores sugieren que la precipitación de la fase sigma se encuentra relacionada con la precipitación de la fase chi, considerándose la predecesora de la fase sigma [26]. Ver *Figura 1.7*

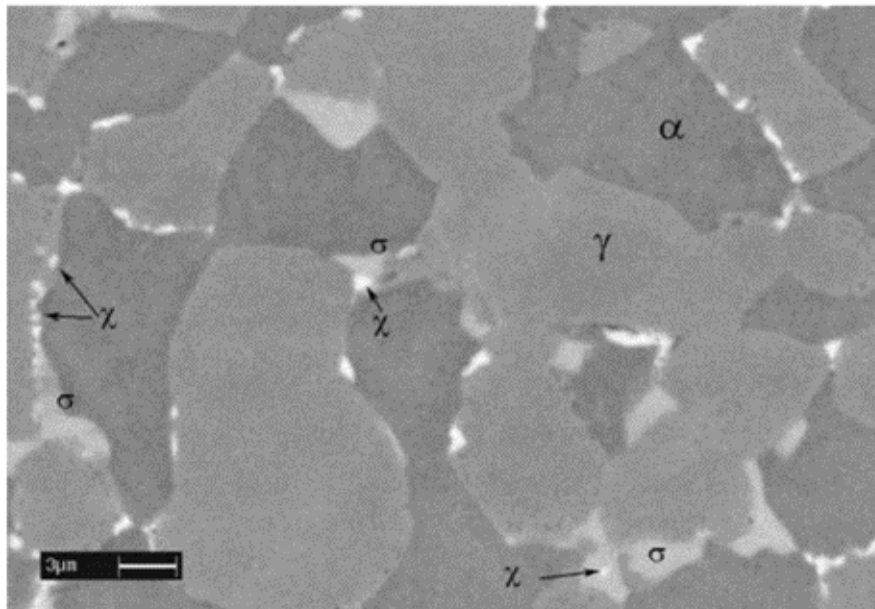


Figura 1.7 Micrografía (SEM-BSE) tomada en una muestra sometida a 900°C por 25 minutos. [27]

Carburos

La presencia de carbono también incentiva la formación de carburos de cromo los cuales generan una influencia negativa en la resistencia a la corrosión. El carbono se disuelve intersticialmente tanto en la ferrita como en la austenita; sin embargo, la solubilidad decrece a medida que la temperatura disminuye. Los límites de grano son la conexión directa entre la fase ferrita rica en cromo y una fase austenita rica en carbono. Consecuentemente, la mayoría de cromo requerido para la formación de carburos proviene de la ferrita. Esto resulta en la formación de un área con elevado contenido de cromo en la ferrita, mientras que en el lado de

la austenita se forma una zona con bajo contenido de cromo por la baja velocidad de difusión. Ver *Figura 1.8*. Ello incrementa la sensibilidad para la corrosión intergranular que puede llevarse a cabo en el límite de grano de la austenita [7].

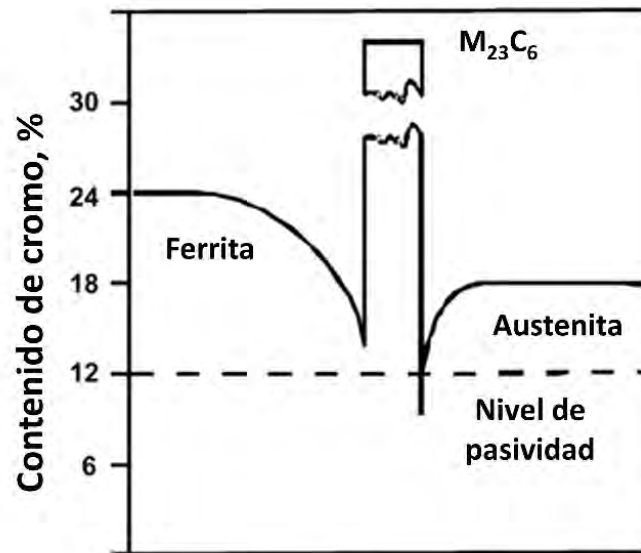


Figura 1.8 Representación esquemática de la concentración de cromo en el límite de grano entre la ferrita y la austenita durante la formación de carburos de cromo. [7]

Estudios de Hoffmeister y Mundt han demostrado que en los aceros dúplex con un contenido de carbono mayor a 0.05% en peso, la formación de carburos de cromo es notoria incluso luego de un enfriamiento rápido desde la temperatura de recocido. Por ello, el contenido de carbono en los aceros dúplex se encuentra limitado hasta dicho porcentaje. Dependiendo de la composición química, los carburos de cromo formados pueden ser:

- Carburo $M_{23}C_6$

Precipita en el rango de 727°C a 927°C aproximadamente. Su precipitación es muy rápida, requiriendo menos de un minuto para formarse a 800°C. Se sitúa predominantemente en los límites de grano y en menor proporción dentro de los granos de ferrita o austenita [10], [16]. Se les atribuye a estos precipitados como puntos de nucleación de la fase sigma.

- Carburo M_7C_3

Suele observarse mayormente en aceros dúplex con alto contenido de carbono, por ello, este precipitado tiene menor importancia en los aceros inoxidable dúplex actuales debido al relativo menor contenido de carbono que suelen presentar. Habitualmente precipitan en los límites de grano entre la ferrita y la austenita a temperaturas que

oscilan entre 950°C y 1050°C. Esta fase no tiene por qué afectar a las propiedades mecánicas del material, si tiene lugar de una forma dispersa y poco abundante [16].

Nitruros

El propósito principal del nitrógeno en los aceros dúplex es incrementar la resistencia mecánica y resistencia a la corrosión por picaduras. Sin embargo, la adición de este elemento implica la precipitación de nitruros. Si bien la mayor cantidad de este elemento se disuelve en la austenita, las precipitaciones toman lugar en la ferrita y en los límites de grano. La razón de esto se debe a que el proceso de difusión es más rápido en la ferrita, pero presenta una baja solubilidad en comparación con la austenita. Esto implica que, al disminuir la temperatura bruscamente, la ferrita queda sobresaturada de nitrógeno y esto incentiva la precipitación de nitruros de cromo en el interior de la misma fase. Si bien, la temperatura de formación de los nitruros se encuentra entre 700°C y 840°C un estudio termodinámico ha revelado que el CrN precipita antes que Cr₂N. La razón se debe a la baja energía de activación requerida para la nucleación del CrN debido a la similar estructura que presenta con la ferrita [7].

Otras fases secundarias

Además de las fases mencionadas, la *Figura 1.5* menciona otras fases adicionales que se forman durante el calentamiento del material, como por ejemplo la fase R, la austenita secundaria, entre otras. Todas ellas han podido ser caracterizadas, sin embargo, presentan un porcentaje muy bajo que resulta casi imposible determinar sus efectos en las propiedades del acero dúplex.

1.5.3 FORMACIÓN DE FASE SIGMA

La precipitación de la fase sigma puede ser representada por la reacción eutectoide siguiente: $\delta \rightarrow \gamma_2 + \sigma$ en donde γ_2 es una austenita empobrecida en cromo y molibdeno en comparación con la austenita no transformada. La precipitación inicia en los límites de grano δ/γ y se mueve hacia los granos de ferrita hasta que ésta sea prácticamente consumida.

La fase sigma crece hacia la ferrita en vez de crecer hacia la austenita debido a que es rica en elementos alfégenos como cromo, molibdeno y silicio, y pobre en elementos gammágenos como níquel, carbono y nitrógeno. Además, la difusión en la ferrita es más rápida que en la austenita. Hasta los 800°C, la morfología eutectoide es casi laminar debido al crecimiento cooperativo entre la fase sigma y la austenita secundaria (ver *Figura 1.9*), mientras que alrededor de los 900 °C, la fase sigma precipita en una morfología masiva. Por otro lado, la

precipitación de la fase sigma en los límites δ/δ sugiere que la reacción $\delta \rightarrow \sigma$ puede también ocurrir [28].

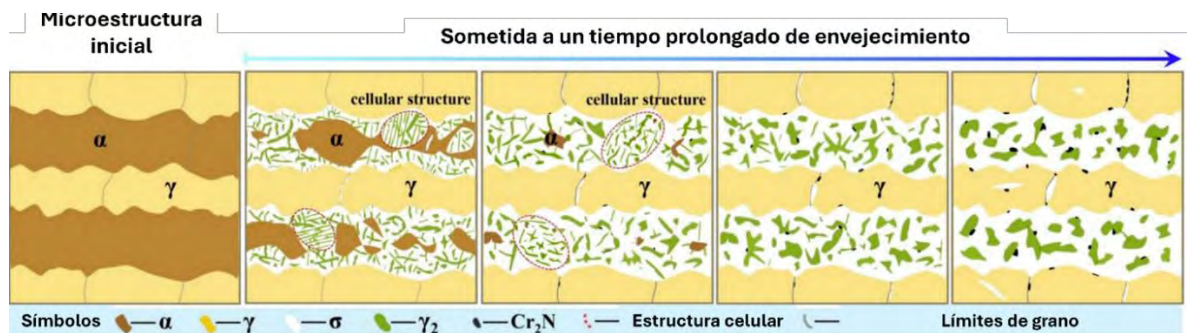


Figura 1.9 Evolución microestructural de un acero inoxidable dúplex. [29]

1.6 MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE FASE SIGMA

La identificación y cuantificación de fase sigma en la microestructura no es sencilla. Algunos investigadores usan métodos y técnicas muy similares con el fin de poder detectar algunas características de la fase tales como forma, rugosidad, contraste con demás fases y el porcentaje volumétrico, apoyado de técnicas como microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (MEB) y microscopía electrónica de transmisión (MET).

Debido a que la fase sigma presenta alta reactividad con algunos agentes de ataque químico, es necesario según un particular protocolo para obtener una buena resolución que permita distinguirse de la fase chi, puesto que usualmente son encontradas simultáneamente.

Las características del protocolo actual para la revelación metalográfica de la fase sigma puede resumirse de la siguiente manera: (1) Pulido mediante papel de SiC de número 120, 280, 500 y 1200 o 1400, y un pulido con pasta de diamante de $6\ \mu\text{m}$ y $3\ \mu\text{m}$, y un pulido con pasta fina de $0.25\ \mu\text{m}$ de alúmina o sílica coloidal de $0.04\ \mu\text{m}$ (2). El ataque electrolítico es el proceso más empleado, con diferentes parámetros a seleccionar incluyendo composición, potencial aplicado, temperatura y tiempo. Existe una gran variedad de reactivos de ataque según el tipo de análisis a realizar. Por ejemplo, en un trabajo elaborado por Michalska [30], se empleó una solución acuosa de KOH con concentración de 1N con el fin de maximizar el contraste entre las diferentes fases para el análisis por microscopía óptica y adicionó un ataque electrolítico (3V, 2-15s) para revelar la microestructura del acero dúplex mediante análisis por MEB. Durante un estudio de Yang [31], se empleó un ataque químico con una composición de 10 g

$K_3Fe(CN)_6$, 10g KOH en 100mL H_2O para la revelación y diferenciación entre la fase sigma y fase chi durante el análisis por MO y microscopía electrónica de barrido de emisión por campo (MEB-EC). Por otro lado, en una investigación realizada por Calliari [27] para el análisis microestructural de la precipitación de fases secundarias de un acero dúplex 2205, se realizó un ataque químico con una solución de 300 mL HCl, 30 mL HNO_3 y 45 mL Glicerol con 2 gotas de HF.

Actualmente, nuevas técnicas como las no destructivas han generado un mayor interés debido a la posibilidad de poder llevar estos métodos al campo, lo que implica una reducción de costos y tiempo, generando un alto grado de precisión que ayuda a eliminar los riesgos de falla en servicio de componentes. Asimismo, cuentan con la capacidad de identificar la fase sigma con gran precisión. Ver *Figura 1.10*.

La detección de fases secundarias como la fase sigma y chi se basan en considerar a las mismas como una alteración o defecto del material inicial, por lo que la forma, tamaño y posición son características críticas durante el análisis con estas técnicas.

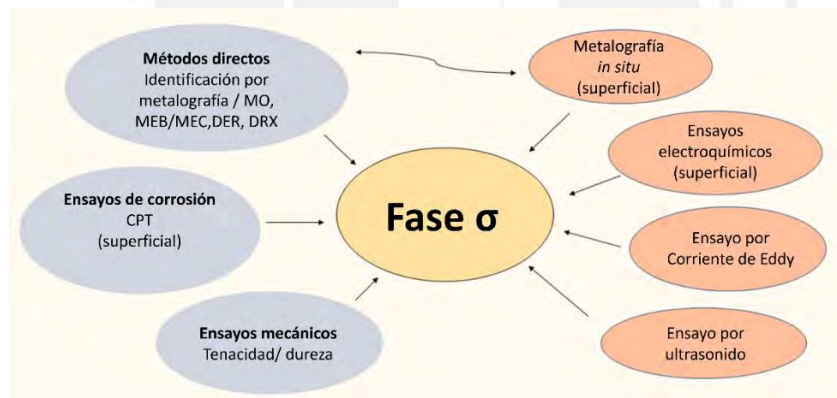


Figura 1.10 Métodos destructivos (azul) y no destructivos (rojo) empleados para la detección microestructural de fase sigma. [32]

2 MATERIALES Y METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En el presente capítulo, se describe el procedimiento seguido para la caracterización del material base y los parámetros establecidos para la realización de los ciclos térmicos al material objeto de estudio.

2.1 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL DE ENSAYO

En primer lugar, se debe caracterizar el material base de partida. Ello implica conocer la composición química, la microestructura y propiedades mecánicas.

2.1.1 ANÁLISIS QUÍMICO

Para la determinación de la composición química del material, se hizo uso del método de espectrometría de emisión óptica por chispa (EEC), el cual es un método estándar para el análisis directo de muestras metálicas.

Todos los analizadores de espectrometría de emisión óptica contienen 3 componentes. El primero consiste en una fuente eléctrica para excitar los átomos de una muestra metálica de modo que estos emitan una luz característica (emisión óptica). Esto es realizado por una fuente de alto voltaje en el espectrómetro a través de un electrodo de tungsteno. La diferencia de potencial eléctrico entre la muestra y el electrodo producen una descarga eléctrica, la cual pasa a través de la muestra, calentándola y vaporizando el material en la superficie excitando los átomos de la misma, los cuales entonces producen las líneas de emisión características de cada elemento [33]. Ver *Figura 2.1*

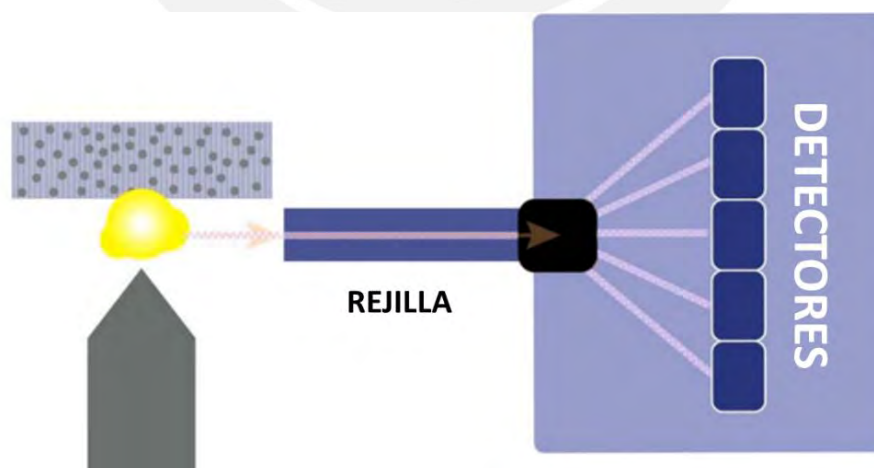


Figura 2.1 Representación del funcionamiento del método de análisis químico por EEC. [33]

El análisis químico se llevó a cabo en el laboratorio de Materiales de la universidad a través del equipo marca BRUKER modelo Q8 MAGELLAN (*Figura 2.2*) siguiendo la normativa ASTM E1086-22.



Figura 2.2 Equipo de Espectrometría de Emisión por chispa Marca BRUKER modelo Q8 MAGELLAN del laboratorio CITE Materiales.

2.1.2 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

2.1.2.1 MICROSCOPIA ÓPTICA

Como método convencional, en el presente trabajo de investigación se optó por la técnica metalográfica de Microscopía Óptica. La caracterización de las muestras se llevó a cabo en el laboratorio utilizando el microscopio marca LEICA modelo DMI5000M (*Figura 2.6*). Para ello, como método de preparación, se siguió la normativa ASTM E3-11(17) [34].

PREPARACIÓN METALGRÁFICA DE PROBETAS

Para la preparación de probetas, inicialmente se realizaron los cortes empleando una cortadora LECO modelo SX-100M (*Figura 2.3*). Posterior a ello, se empleó la prensa de montaje BUEHLER modelo Simplimet II (*Figura 2.4*) junto con resina termoplástica. Finalmente, el proceso de lijado y pulido de las probetas se realizó en la pulidora STRUERS modelo LaboPol-25 (*Figura 2.5*).

Siguiendo las recomendaciones de la guía de STRUERS, la Tabla 2.1 presenta los pasos de lijado y pulido de las muestras.

Tabla 2.1 Pasos de lijado y pulido según recomendaciones de STRUERS.

Tipo de paño	Abrasivo	Tiempo	Lubricante	Fuerza (N)	Acabado
MD Piano 220	-	3 min	Agua	40	Lijado
MD Allegro	DiaPro (9um)	4 min	-	40	Lijado
MD Dac	DiaPro (3um)	3.5 min	-	30	Pulido
MD Chem	OP-S (0.04um)	3 min	-	15	Pulido



Figura 2.3 Cortadora de banco Marca LECO modelo SX-100M del laboratorio CITE Materiales.



Figura 2.4 Prensa de montaje Marca BUEHLER modelo Simplimet del laboratorio CITE Materiales.



Figura 2.5 Equipo de preparación metalográfica Marca STRUERS modelo LaboPol-25 del laboratorio CITE Materiales.



Figura 2.6 Microscopio Óptico Marca LEICA modelo DMI5000M del laboratorio CITE Materiales.

CONDICIONES DE ATAQUE DE PROBETA

Para la caracterización de fases mediante microscopía óptica, se requiere realizar un ataque químico o electrolítico que permita generar un contraste entre las fases de interés. La Tabla 2.2 resume los distintos reactivos empleados en investigaciones para la caracterización de aceros inoxidables dúplex.

Tabla 2.2 Lista de reactivos para la revelación microestructural en los aceros inoxidables dúplex.

Reactivo	Composición	Anotaciones	Ref.
Ataque químico			
NaOH	100mL H ₂ O, 40g NaOH	Identifica fases secundarias como fase sigma y chi	[35]
KOH	100mL H ₂ O, 10mL ácido oxálico, 40g KOH	Se atacó la fase sigma y nitruros de cromo	[36]
Murakami	100mL H ₂ O, 10g NaOH (o KOH), 10g K ₃ Fe (CN) ₆	Se atacó la fase sigma y chi de un solo color, y ligeramente la fase ferrítica	[37], [38]
Carpenter	85mL etanol, 15mL HCL	Identifica los límites de grano y la fase sigma bajo inmersión entre 15 y 45 min.	[38], [39]
Groesbeck	100mL H ₂ O, 4g KMnO ₄ , 4g NaOH	Identifica principalmente la formación de fases secundarias, ello incluye fase sigma y carburos	[20], [35]
Ataque electrolítico			
KOH	100mL H ₂ O, 10g KOH	Se atacó tanto la fase chi como la fase sigma con 2V durante 15 s	[30], [40]
HNO₃	50% HNO ₃	Identifica la fase ferrítica y la fase sigma con 2.2V por 10s	[39], [41]
NaOH	100mL H ₂ O, 20g NaOH	Identifica la fase ferrítica y la fase sigma con 3V durante 7-15 s	[35], [38], [39], [42]

Finalmente, en el presente trabajo de investigación se optó por realizar un ataque electrolítico con NaOH al 20% de solución inmerso durante 10 segundos con un voltaje de 3V.

Para el armado del equipo, se optó por realizar el diseño de un sujetador de muestra (*Figura 2.7*), a la cual permitirá colocar una lámina de acero paralela a la región de interés que actuará como cátodo y permitirá un ataque uniforme en toda la superficie de la probeta.



Figura 2.7 Equipo para ataque electroquímico del laboratorio CITE Materiales.

ANÁLISIS DE IMÁGENES POR CONTEO DE PUNTOS (ASTM E562)

Para la determinación de fracción volumétrica de fases secundarias en las muestras, se hará uso de la normativa ASTM E562-19e1” *Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count*” [43] la cual describe un proceso de conteo manual por puntos. A continuación, se explicará los pasos a seguir según la normativa para su determinación.

En primer lugar, se debe tener un arreglo de malla con puntos igualmente espaciados en las direcciones vertical y horizontal. Para la determinación de la cantidad de puntos para el conteo, se seguirá la Tabla 2.3 ofrecida por la normativa la cual depende del porcentaje estimado de la fase a analizar.

Tabla 2.3 Recomendaciones para la selección de tamaño de grano o número de puntos P_T . [43]

Fracción volumétrica	Número de puntos, P_T
Mas de 2 hasta 5%	100
Mas de 5 hasta 10%	49
Mas de 10 hasta 20%	25
Mas de 20%	16

El presente trabajo empleará un arreglo rectangular de 100 puntos para los distintos valores de fracción volumétrica puesto que ofrece una mayor precisión tal como se aprecia en la Figura 2.8 para el conteo en la microestructura del material base.

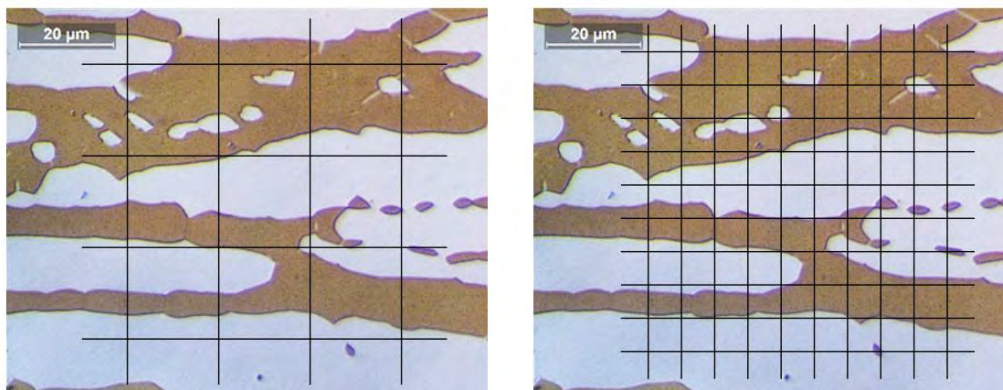


Figura 2.8 Ejemplo del arreglo de malla de 16 puntos (izquierda) y 100 puntos (derecha) para una misma imagen de microestructura del material base UNS S32205.

La determinación de número de campos a analizar dependerá del grado de precisión para la medida. La norma brinda una primera referencia para el número de campos en base a la precisión relativa y la fracción volumétrica. Asimismo, la precisión relativa deberá ser calculada posteriormente y comprobar que dicho valor debe ser menor que el señalado en la referencia inicial.

Tabla 2.4 Predicción del número de campos a observar en función a la precisión relativa y el porcentaje estimado de fracción volumétrica. [43]

Fracción volumétrica (%)	33% precisión relativa				20% precisión relativa				10% precisión relativa			
	16 puntos	25 puntos	49 puntos	100 puntos	16 puntos	25 puntos	49 puntos	100 puntos	16 puntos	25 puntos	49 puntos	100 puntos
2	110	75	35	20	310	200	105	50	1250	800	410	200
5	50	30	15	8	125	80	40	20	500	320	165	80
10	25	15	10	4	65	40	20	10	250	160	85	40
20	15	10	5	4	30	20	10	5	125	80	40	20

Para los posteriores análisis se inició con una precisión relativa de 20%, razón por la cual se opta la columna de dicho grupo para 100 puntos tal como se señala en la Tabla 2.4 en color rojo.

Una vez conocido el número de puntos y tipo de arreglo de la malla, y la cantidad de campos a analizar, se procede al conteo respectivo y estimar la fracción volumétrica para cada campo. Para la determinación de la fracción promedio, se procede a obtener la media aritmética de las fracciones de todos los campos.

$$\bar{P}_P = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_P(i)$$

\bar{P}_p : Promedio aritmetico de fraccion volumetrica

$P_p(i)$: fraccion volumetrica para el campo i

n : numero de campos a analizar

Además, se calcula la desviación estándar la cual permitirá también obtener el intervalo de confianza de la fracción volumétrica de las muestras analizadas.

$$s = \left[\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n [P_p(i) - \bar{P}_p]^2 \right]^{0.5}$$

$$95\% CI = t \times \frac{s}{\sqrt{n}}$$

s : Desviacion estandar

95% CI: intervalo de confianza al 95%

t : factor multiplicativo segun numero de campos

El valor del factor “t” depende del número de campos. Para ello, se sigue la Tabla 2.5 ofrecida por la norma.

Tabla 2.5 Valores del factor multiplicativo t según el número de campos analizados. [43]

Numero de campos	t	Numero de campos	t
5	2.776	19	2.101
6	2.571	20	2.093
7	2.447	21	2.086
8	2.365	22	2.08
9	2.306	23	2.074
10	2.262	24	2.069
11	2.228	25	2.064
12	2.201	26	2.06
13	2.179	27	2.056
14	2.160	28	2.052
15	2.145	29	2.048
16	2.131	30	2.045
17	2.120	40	2.020
18	2.110	60	2.000
		∞	1.960

Finalmente, con este valor se procede a calcular la precisión relativa del análisis y compararlo con el estimado inicialmente.

$$\%RA = \frac{95\% CI}{\bar{P}_P} \times 100$$

RA: Presicion relativa

De esta manera, la fracción volumétrica final para el análisis realizado quedaría expresado de la siguiente manera.

$$V_V = \bar{P}_P \pm 95\% CI$$

V_V: fraccion volumetrica

ANÁLISIS DE IMÁGENES CON SOFTWARE (ASTM E1245-03(2023))

Análogo al método por conteo de puntos, se opta por determinar la fracción volumétrica de la fase secundaria estudiada con ayuda del software OLYMPUS STREAM siguiendo la norma ASTM E1245-03 “*Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis*” [44] la cual señala la cantidad de imágenes a analizar y las fórmulas estadísticas a aplicar para la obtención del resultado final. Ver *Figura 2.9*.

La determinación del número de campos a analizar dependerá del grado de precisión para la medida. Para el presente análisis, se ha tomado el mismo número de campos que lo señalado previamente para el uso de la norma ASTM E562-19e1 [43].

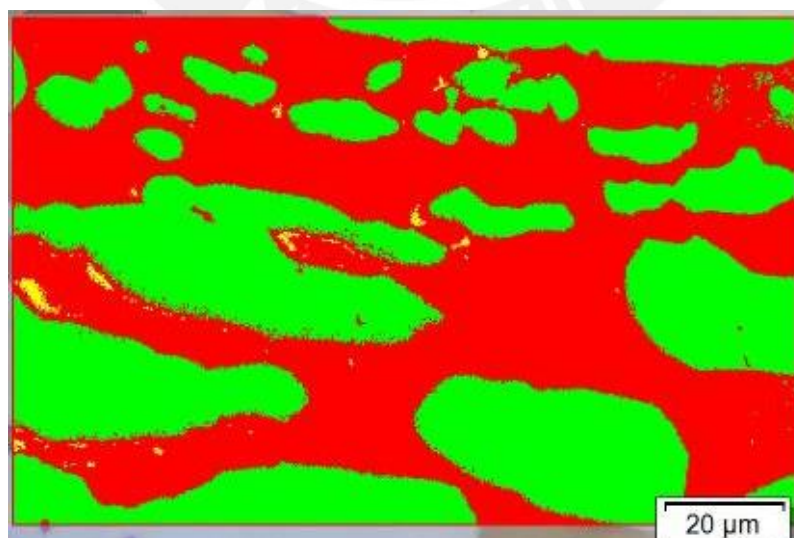


Figura 2.9 Cuantificación de fases presentes en una muestra de acero dúplex mediante software.

2.1.2.2 FERRITOSCOPIA

Además del análisis mediante microscopía óptica. Se midió el porcentaje de ferrita existente en las muestras posterior a los ciclos usando un ferritoscopio, el cual resulta en un método no destructivo cuyo principio consiste en la creación de un campo magnético a partir de una bobina que interactúa con la fase ferrita debido a su comportamiento magnético. La interacción genera una distorsión en el campo el cual es detectado con el aparato como un aumento de voltaje. Ver *Figura 2.10*.

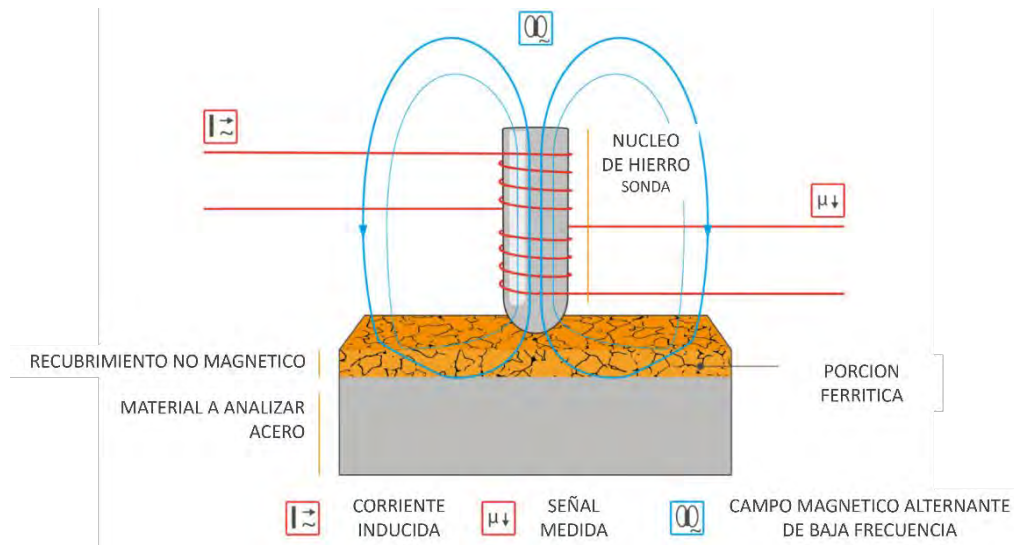


Figura 2.10 Representación del funcionamiento del ferritoscopio. [45]

El análisis por ferritoscopia se llevó a cabo en el laboratorio de Materiales de la universidad a través del equipo marca FISCHER modelo MP30E (*Figura 2.11*).



Figura 2.11 Ferritoscopio marca FISCHER modelo MP30E del laboratorio CITE materiales.

Para cada muestra, se tomarán 5 mediciones de porcentaje de ferrita siguiendo la distribución de la *Figura 2.12*. Con ello, se obtendrá un promedio el cual será empleado para las futuras graficas a analizar.

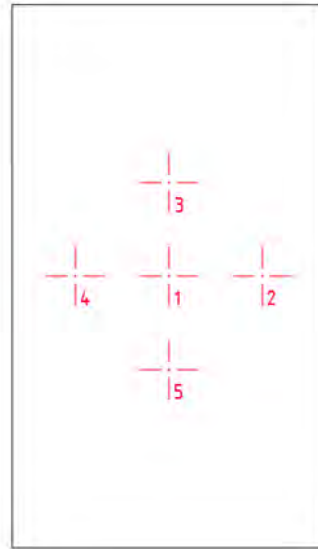


Figura 2.12 Distribución de mediciones por muestra.

2.1.3 DUREZA

El procedimiento del ensayo de dureza se llevó a cabo siguiendo la norma ASTM E18-24 [46], la cual resulta ser la norma de ensayo para Dureza Rockwell de materiales metálicos. Para el caso de los aceros, la normativa recomienda el uso de la escala de Dureza Rockwell C (HRC) junto con un indentador esfero cónico de diamante y una precarga de 10 kgf. Posterior a ello, se le agrega una carga adicional de 140 kgf teniendo una totalidad de 150 kgf. Se mide la profundidad de la huella dejada por el indentador y se procede a emplear la expresión matemática ofrecido por la normativa. Ver *Figura 2.13*.

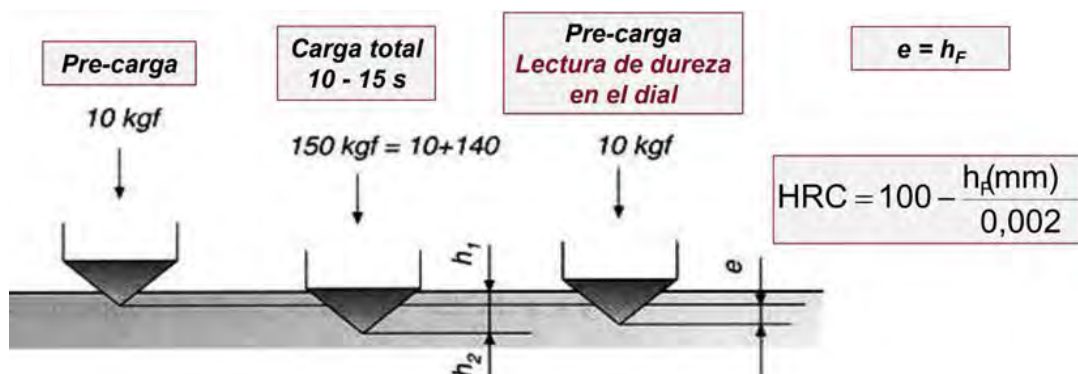


Figura 2.13 Representación del proceso para determinar la dureza Rockwell C del acero. [47]

El análisis de dureza se llevó a cabo en el laboratorio de Materiales de la universidad a través del equipo marca LECO modelo LCR-500 (*Figura 2.14*).



Figura 2.14 Durómetro marca LECO modelo LCR-500 del laboratorio CITE materiales.

Las indentaciones que se realizaron a cada muestra fueron 4, distribuidas de la forma como se muestra en la *Figura 2.15*.

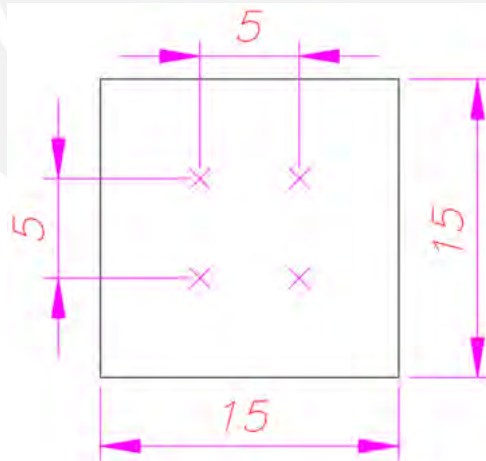


Figura 2.15 Distribución de los puntos donde se toma la dureza del material.

A partir de los resultados obtenidos, se realizó un promedio aritmético según lo estipulado en la norma para la determinación de la dureza.

2.2 PREPARACIÓN DEL MATERIAL BASE

Para el presente ensayo, el acero se recibió en forma de plancha con dimensiones 180 mm de largo, 70 mm de ancho y 20 mm de espesor. Ver *Figura 2.16*. Las muestras fueron cortadas desde un extremo en sentido longitudinal y transversal con el fin de poder determinar la mejor orientación para los próximos cortes.



Figura 2.16 Materia prima inicial junto con los cortes transversal y longitudinal realizados.

Conocida la orientación de los granos, se procede a realizar los cortes correspondientes para los ensayos de ciclo térmico a efectuar. La distribución de corte se realizó según la *Figura 2.17* de modo que las dimensiones de las muestras resultaron 25x20x15 (en mm).



Figura 2.17 Esquema de corte de las muestras a emplear para el ciclo térmico.

2.3 CICLO TÉRMICO: SOLUBILIZACIÓN Y ENVEJECIMIENTO

Para la presente experimentación, el ciclo térmico a experimentar se llevará a cabo en 2 etapas tal como se muestra en la *Figura 2.18*.

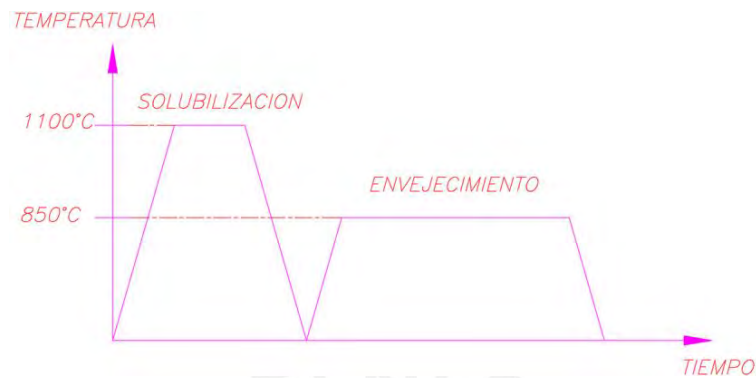


Figura 2.18 Esquema del ciclo térmico a realizar.

La primera será el tratamiento de solubilización en la cual se elevará la temperatura hasta 1100°C por un periodo no mayor a 30 minutos para posteriormente realizar un enfriamiento rápido en agua, de modo que en la microestructura se pueda asegurar la existencia única de granos de ferrita y austenita en proporciones casi semejantes. Posteriormente, se llevó a cabo el tratamiento térmico de envejecimiento a una temperatura de 850°C en intervalos de tiempo desde 3 minutos, hasta 24 horas. Se considera dicha temperatura debido a que diversos autores la consideran como la temperatura crítica de precipitación de fase sigma en los aceros inoxidable dúplex. Ello también se corrobora con la *Figura 2.19* en la que se muestran precipitaciones de las fases.

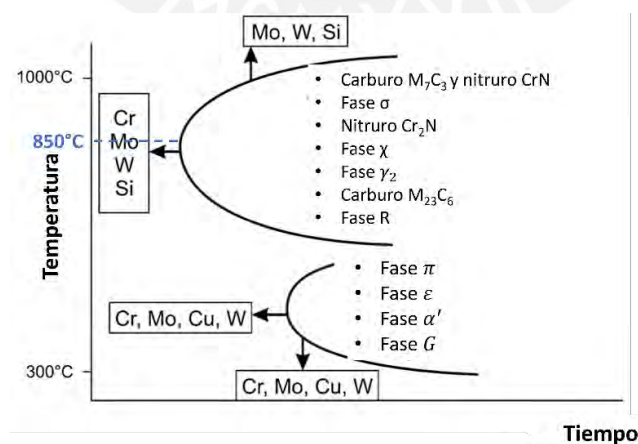


Figura 2.19 Diagrama TTT de aceros dúplex junto con la temperatura 850°C donde comienza la formación de fases secundarias. [7]

Para la determinación de los tiempos de envejecimiento en las muestras, diversos autores han empleado tiempos que oscilan desde los 3 minutos hasta 5 días según los objetivos de la experimentación, ya sea estudios a corto plazo o comportamiento microestructural a tiempos prolongados.

A continuación, la Tabla 2.6 presenta los parámetros de las investigaciones recopiladas en los aceros inoxidable dúplex sobre el comportamiento microestructural a distintos ciclos térmicos.

Tabla 2.6 Parámetros de ciclos térmicos en el acero dúplex 2205 según investigaciones recopiladas.

Temperatura de recocido (°C)	Temperatura de envejecimiento (°C)	Tiempo de envejecimiento	% fase sigma detectado	Ref.
-	850	5 min	0.00%	[42]
		15 min	2.50%	
		60 min	6.00%	
1050	780	25 min	-	[27]
		30 min	0.30%	
		40 min	0.30%	
	850	15 min	-	
		20 min	0.10%	
		25 min	0.10%	
1300	900	30 min	0.50%	[48]
		40 min	2.50%	
		15 min	0.10%	
		20 min	0.50%	
		25 min	1.90%	
1300	950	30 min	5.60%	[48]
		40 min	9.40%	
		3 min	1.20%	
		5 min	3.60%	
		7 min	4.80%	
1300	950	10 min	5.90%	[48]
		15 min	6.80%	
		20 min	9.00%	
		30 min	11.80%	

Tabla 2.6 (continuación)

Temperatura de recocido (°C)	Temperatura de envejecimiento (°C)	Tiempo de envejecimiento	% fase sigma detectado	Ref.
-	850	10 min	11.00%	[16]
		20 min	17.00%	
		30 min	20.00%	
		60 min	25.00%	
		120 min	28.00%	
		240 min	31.00%	
		480 min	32.50%	
1120	800	60 min	0.58%	[31]
		600 min	22.90%	
		6000 min	31.33%	
1050	850	10 min	5.00%	[49]
		20 min	10.00%	
	875	10 min	8.00%	
		20 min	16.00%	
	900	10 min	11.00%	
		20 min	15.00%	
	925	10 min	11.00%	
		20 min	11.00%	
1050	850	10 min	0.01%	[50]
		15 min	2.00%	
		30 min	5.00%	
		40 min	8.00%	
		60 min	14.00%	
		120 min	20.00%	
		360 min	25.00%	
		1440 min	28.00%	
1050	850	5 min	5.00%	[51]
		10 min	12.00%	
		30 min	17.00%	
		1440 min	21.00%	

Teniendo en cuenta dicha información, en la Tabla 2.7 se muestran los parámetros para el tratamiento de envejecimiento que se llevó a cabo.

Tabla 2.7 Parámetros para el envejecimiento de muestras a 850°C.

Código de muestra	Solubilización	Tiempo de envejecimiento
M1	NO	0 min
M2	NO	5 min
M3	NO	7 min
M4	NO	10 min
M5	NO	15 min
M6	NO	20 min
M7	NO	25 min
M8	NO	30 min
M9	NO	40 min
M10	SI	0 min
M11	SI	5 min
M12	SI	7 min
M13	SI	10 min
M14	SI	15 min
M15	SI	20 min
M16	SI	25 min
M17	SI	30 min
M18	SI	40 min

Las muestras serán introducidas una vez que el horno alcance las temperaturas indicadas. Finalmente, las muestras se someterán a un enfriamiento en agua a 20°C con el fin de poder obtener la precipitación de las fases secundarias, las cuales serán analizadas posteriormente.

Los ciclos térmicos en las muestras se llevaron a cabo en el laboratorio de Materiales de la universidad a través del equipo marca CARBOLITE modelo CWF-1100 (*Figura 2.20*).



Figura 2.20 Horno marca CARBOLITE modelo CWF-1100 del laboratorio CITE materiales.

2.4 DIAGRAMA DE FLUJO

En resumen, la metodología experimental empleada para la presente investigación obedece a la secuencia de procesos de la *Figura 2.21*.

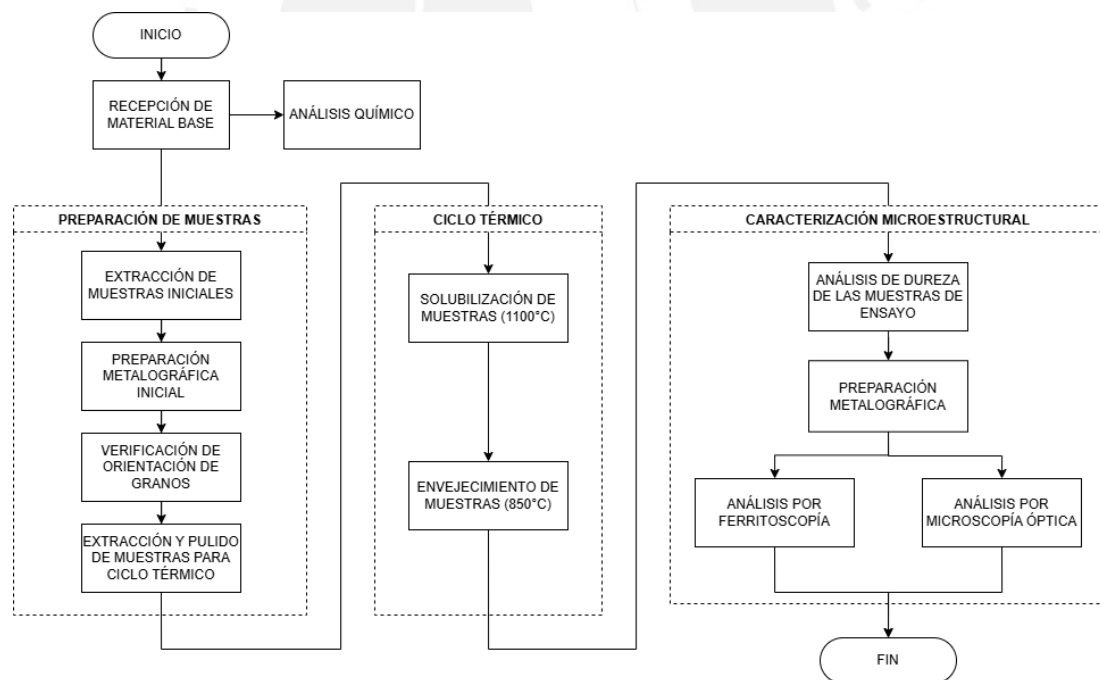


Figura 2.21 Diagrama de flujo del ensayo experimental realizado

3 ANÁLISIS DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el presente capítulo se recopilan y discuten los resultados obtenidos de los ensayos realizados sobre el acero inoxidable dúplex 2205 en el presente trabajo.

3.1 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL BASE

Los resultados de la composición química del material base mediante la espectrometría de emisión óptica por chispa se muestran en la Tabla 3.1

Tabla 3.1 Composición química (% en peso) del acero dúplex UNS S32205.

Elemento	C	P	Si	Ni	N	Mn	S	Cr	Mo
UNS S32205	0.01	0.022	0.003	5.51	0.173	1.28	0.003	22.54	3.01

Asimismo, luego de la preparación metalográfica, el material base presenta una microestructura bifásica de ferrita y austenita tal como se puede apreciar en la *Figura 3.1*.

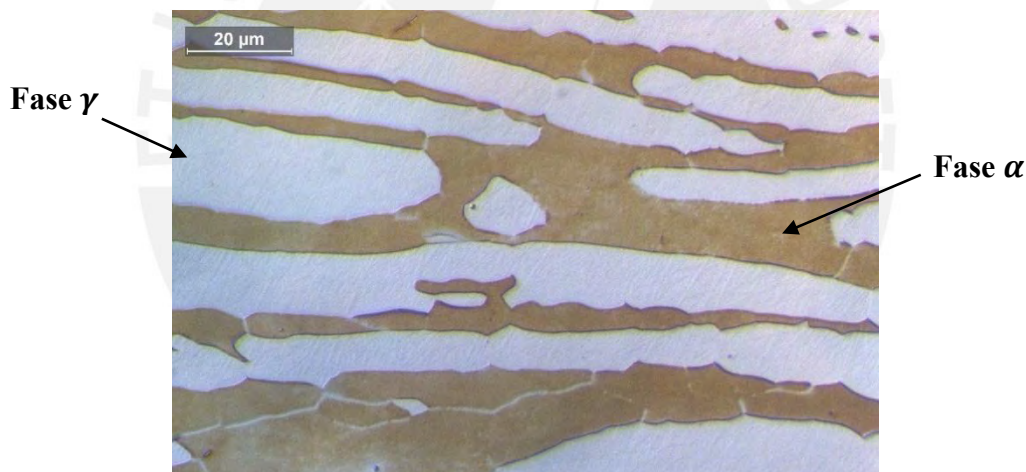


Figura 3.1 Microestructura del material base UNS S32205.

3.2 ENSAYO DE DUREZA

Se ha estudiado la evolución de la dureza del material en sección longitudinal debido al efecto que genera la precipitación de la fase sigma para distintos tiempos de envejecimiento. Las fases secundarias analizadas han sido consideradas globalmente como fase sigma; es decir, no se distingue de la fase chi ni se considera los efectos de carburos ni nitruros.

Luego de realizar las respectivas indentaciones en las muestras, los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2 Evolución de la dureza del acero dúplex UNS S32205 según el tiempo de envejecimiento.

CÓDIGO DE MUESTRA	DUREZA (HRB)	CÓDIGO DE MUESTRA	DUREZA (HRB)
M1	96.9	M10	97.0
M2	98.1	M11	97.9
M3	98.4	M12	98.7
M4	98.0	M13	98.3
M5	98.9	M14	99.0
M6	98.7	M15	98.2
M7	99.4	M16	98.4
M8	99.0	M17	98.6
M9	98.8	M18	98.8

Como se puede apreciar en los resultados, la precipitación de la fase sigma genera un aumento en la dureza del material. Asimismo, se observa que, a menores tiempos, la gradiente es mayor. Esto da un indicio que, a menores tiempos, la formación de fase sigma se incrementa rápidamente inicialmente, y que conforme pasa el tiempo, se busca un máximo, pero a tiempos prolongados.

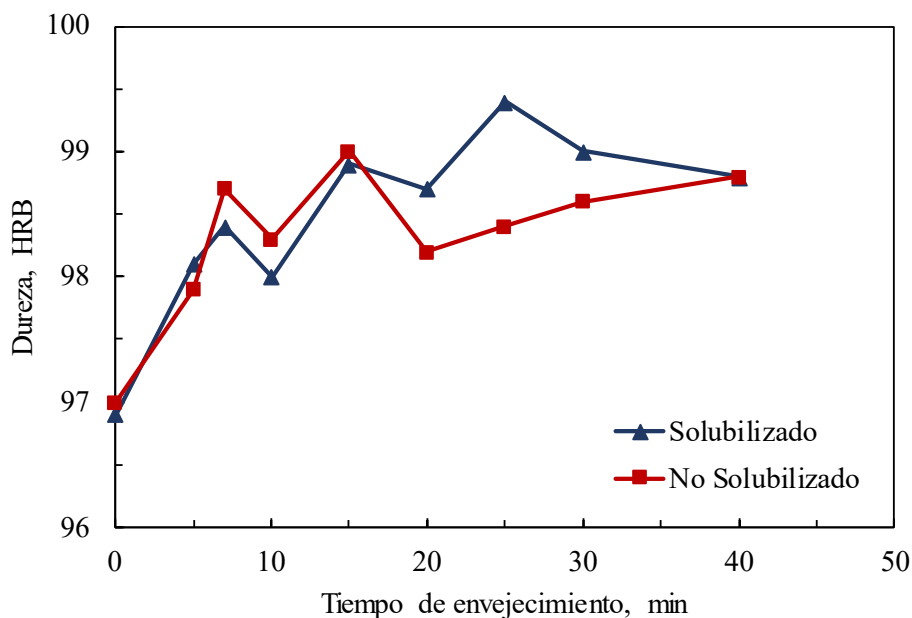


Figura 3.2 Gráfica dureza HRB vs tiempo de envejecimiento.

Asimismo, teniendo los valores de dureza entre muestras solubilizadas y no solubilizadas a un mismo tiempo de envejecimiento, de la *Figura 3.2*, se puede apreciar cierta similitud. Además, junto con la comparación microestructural de las muestras solubilizadas con la suministrada, se verifica que el material base si presenta la proporción de fases primarias adecuada.

3.3 CARACTERIZACIÓN DE FASE SIGMA POR FERRITOSCOPIA

Para el estudio de la disminución de porcentaje de fase ferrita, se hizo uso del ferritoscopio FISCHER modelo MP30E. Los valores obtenidos por el ferritoscopio se muestran en la Tabla 3.3.

Tabla 3.3 Evolución del porcentaje de ferrita del acero dúplex UNS S32205 según el tiempo de envejecimiento.

Código de muestra	Fracción volumétrica de ferrita (%)
M1	50.44
M2	45.16
M3	44.12
M4	41.94
M5	40.8
M6	38.66
M7	37.9
M8	36.84
M9	34.50
M10	50.62
M11	45.10
M12	44.66
M13	42.60
M14	41.06
M15	39.38
M16	38.62
M17	40.76
M18	35.62

Asimismo, con dicha tabla de valores se procedió a relacionar el tiempo de envejecimiento con el porcentaje promedio de ferrita por muestra. En la misma, los datos obtenidos se distribuyeron

en muestras solubilizadas y no solubilizadas, de modo que permita también realizar una comparación entre las mismas y determinar la influencia de la solubilización para el material base.

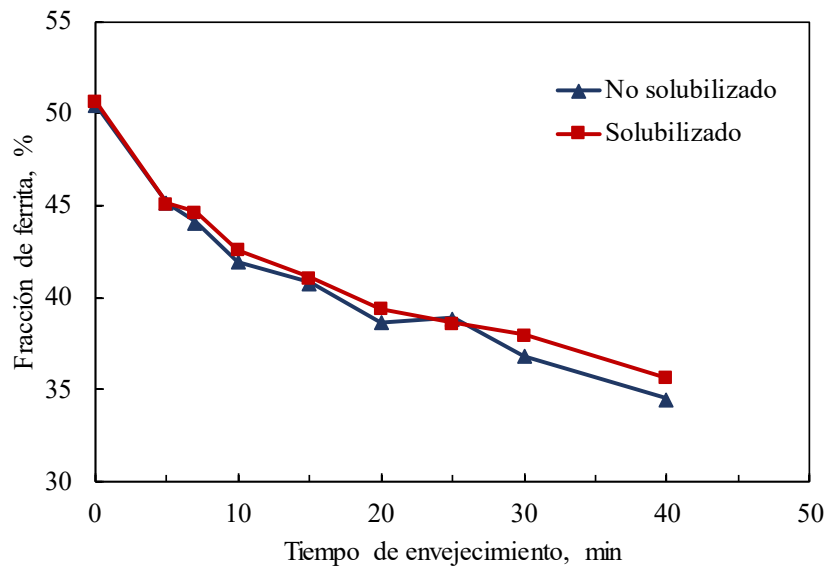


Figura 3.3 Gráfica de fracción volumétrica de ferrita vs tiempo de envejecimiento.

De la *Figura 3.3*, se observa que, a cortos tiempos de envejecimiento, el porcentaje de ferrita decrece rápidamente. Sin embargo, a mayores tiempos la fracción volumétrica tiende a estabilizarse la misma comienza a disminuir su gradiente hasta estabilizarse. Asimismo, no existe una variación considerable al comparar los resultados de las muestras solubilizadas con las no solubilizadas. Esto indica que la solubilización realizada al material base no influye en la disminución de la ferrita o el material de suministro ya se encontraba en estado solubilizado, por lo que, para el análisis por microscopía solo se empleó un grupo de muestras.

Para la determinación de una curva de tendencia característica de la fase ferrítica, según las investigaciones de Magnabosco [52] y Rodríguez [16] sobre el comportamiento microestructural de los aceros dúplex, la fase ferrita presenta una caída pronunciada inicialmente hasta estabilizarse en un valor casi constante en un tiempo prolongado. Dicho comportamiento lo representaron matemáticamente con la siguiente expresión:

$$V_{\alpha} = C_1 + C_2 e^{-K_1 \cdot t[s]}$$

V_{α} : Fracción volumétrica de la fase ferrita a un tiempo establecido

C_1 : Fracción equivalente de la fase ferrita para un tiempo muy prolongado

K_1 : constante

t : Tiempo

El valor de C_1 se calcula empíricamente para una muestra sometida a un tiempo muy prolongado (24 horas) en el horno a la misma temperatura de envejecimiento (850°C) y siguiendo la norma ASTM E562 para determinar su fracción volumétrica promedio. Para conocer las demás constantes, se procede a analizar las muestras para una condición inicial ($t=0$) y el tiempo prolongado ($t \rightarrow \infty$).

Para $t=0$

$$V_{a(t=0)} = C_1 + C_2 = 50.4$$

Para $t \rightarrow \infty$

$$V_{a(t \rightarrow \infty)} = C_1 = 27.1$$

$$C_2 = V_{a(t=0)} - C_1 = 50.4 - 27.1 = 23.3$$

Para conocer el valor de la última constante (k), se procede a realizar el siguiente arreglo en la ecuación a fin de poder obtener una expresión lineal.

$$V_a = C_1 + C_2 e^{-K_1 * t[s]}$$

$$V_a - C_1 = C_2 e^{-K_1 * t[s]}$$

$$\frac{V_a - C_1}{C_2} = e^{-K_1 * t[s]}$$

$$-\ln\left(\frac{V_a - C_1}{C_2}\right) = K_1 * t[s]$$

$$Y = AX$$

El valor de K_1 se hallará mediante la aproximación lineal de la expresión anterior. En la *Figura 3.4*, se toma los valores de fracción volumétrica obtenidos por ferritoscopia para cada muestra no solubilizada en sus diferentes tiempos de envejecimiento.

Tabla 3.4 Resultados de la expresión matemática para el cálculo de la constante K_1 .

Tiempo de envejecimiento (s)	V_a	$-\ln\left(\frac{V_a - C_1}{C_2}\right)$
0	50.44	-0.001
300	45.16	0.255
420	44.12	0.314
600	41.94	0.451
900	40.8	0.531
1200	38.66	0.701
1500	37.9	0.682
1800	36.84	0.872
2400	34.5	1.147

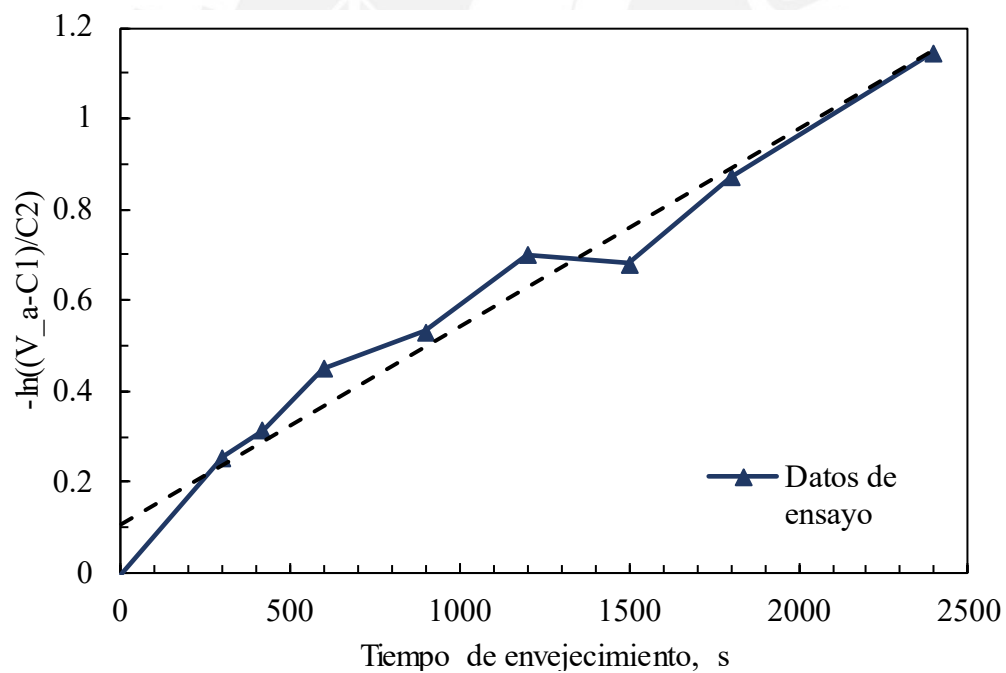


Figura 3.4 Gráfica de arreglo de la ecuación de formación de ferrita.

Con ayuda del software estadístico, los puntos mostrados en la gráfica presentan una aproximación lineal cuya ecuación se define de la siguiente manera.

$$Y = 4.35 \times 10^{-4} X + 0.107$$

Por lo tanto, de dicha ecuación lineal, es posible determinar el valor de K. Puesto que se trata de un proceso empírico, se observó que la aproximación inicial no parte del origen, por ello, el valor de K_1 se determinó como la pendiente de la recta.

$$K_1 = 4.35 \times 10^{-4}$$

De esta manera, conociendo el valor de todas las constantes, el comportamiento microestructural de la fase ferrita que se presenta en el acero en estudio (UNS S32205) sometido a un envejecimiento a 850°C queda expresada matemáticamente de la siguiente manera:

$$\% \alpha = 27.1 + 23.3e^{-4.35 \times 10^{-4} * t[s]}$$

Al comparar dicha expresión junto con los valores experimentales tal como se aprecia en la *Figura 3.5*, se aprecia una aproximación cercana y con una diferencia de hasta 2.9%.

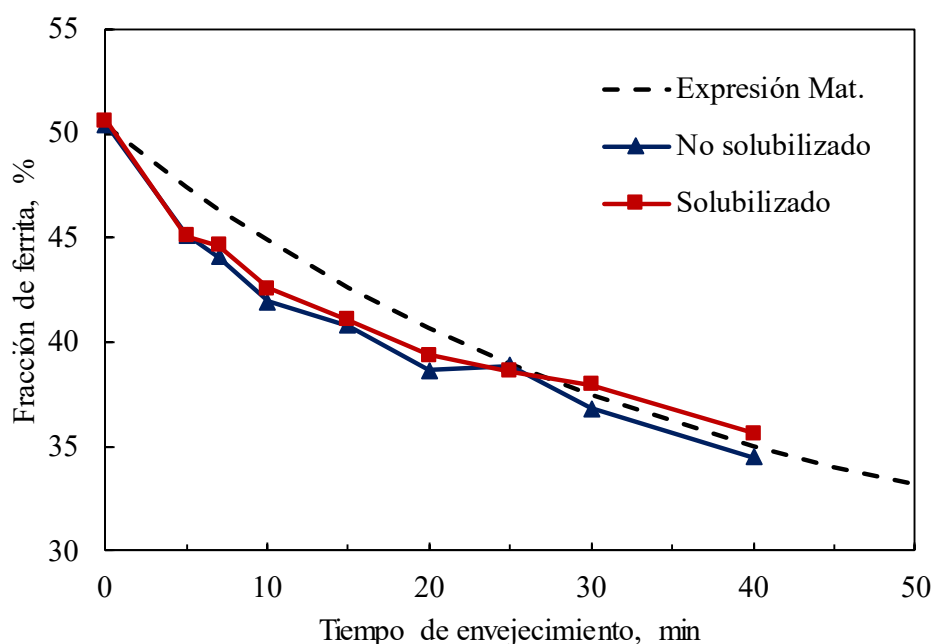


Figura 3.5 Relación de expresión matemática del comportamiento de ferrita y los datos de ensayo.

3.4 CARACTERIZACIÓN DE FASE SIGMA POR MICROSCOPIA ÓPTICA

Para el estudio de la disminución de porcentaje de fase sigma por microscopía óptica, se hizo uso del microscopio marca LEICA modelo DMI5000M. La cuantificación de fase sigma se realizó por dos métodos: ASTM E562 y por análisis de imagen mediante el software

OLYMPUS. En la *Figura 3.6*, se puede observar las 3 fases que se presentaron a lo largo del proceso experimental

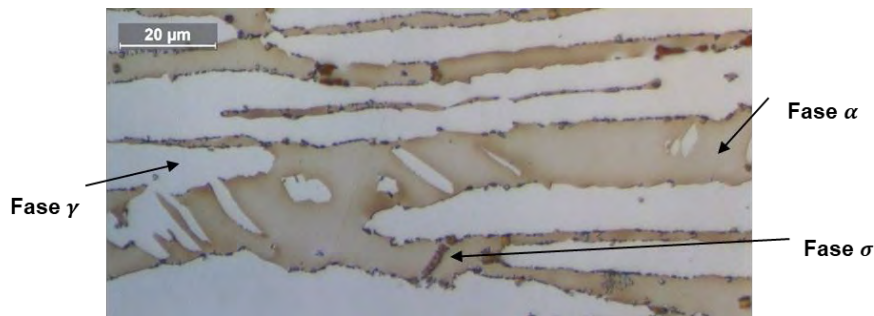


Figura 3.6 Señalización de las fases encontradas por microscopía óptica.

A continuación, la *Figura 3.7* muestra una serie de imágenes captadas a través del software del microscopio para los distintos tiempos de envejecimiento de las muestras, donde la fase sigma se colorea marrón oscuro.

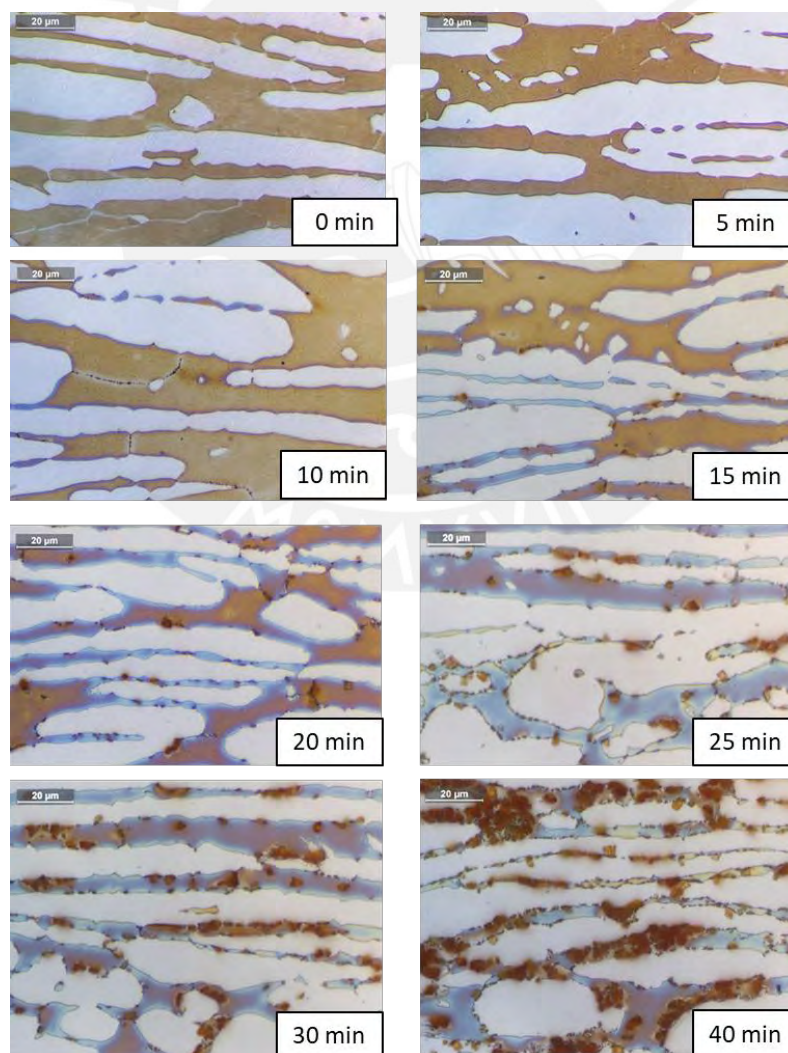


Figura 3.7 Micrografía de muestras sometidas a envejecimiento a 850°C por 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30 y 40 minutos.

A partir de la *Figura 3.7*, se observó el crecimiento de la fase sigma en los límites de grano de ferrita y que, a mayor tiempo de envejecimiento, se expandió hacia el interior. El uso del microscopio óptico presenta la limitación de no poder detectar la fase sigma en tiempos menores a 10 minutos, mientras que el ferritoscopio sí es susceptible a dichos cambios más pequeños.

Para la cuantificación de fracción volumétrica de la fase sigma, se hizo uso de la norma ASTM E562-19e1 y ASTM E1245-03 para la caracterización por puntos y procesamiento de imágenes respectivamente.

3.4.1 CARACTERIZACIÓN SEGÚN ASTM E562-19e1

Una vez finalizado el proceso de determinación de fracción volumétrica por conteo de puntos a los campos establecidos de las muestras, se obtuvieron los resultados visibles en la *Tabla 3.5* y la *Figura 3.8* para los distintos tiempos de envejecimiento.

Tabla 3.5 Evolución del porcentaje de fase sigma del acero dúplex UNS S32205 según el tiempo de envejecimiento.

Tiempo de envejecimiento	Fracción volumétrica de fase sigma
10 min	-
15 min	6
20 min	9.325
25 min	12.75
30 min	14.05
40 min	17.15
24 h	21.9

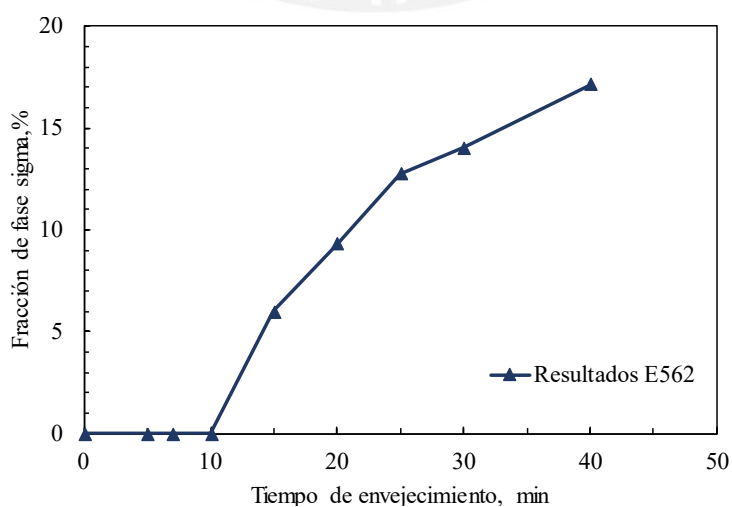


Figura 3.8 Grafica de fracción volumétrica de fase sigma vs tiempo de envejecimiento.

De manera similar a la ferrita, para la determinación de una curva de tendencia característica de la fase sigma se recurrió a documentos científicos. Nuevamente, en las investigaciones de Magnabosco [52] y Shirzad [53], afirmaron que la cinética de transformación de la fase sigma puede ser descrita mediante la ecuación propuesta por Johnson-Mehl-Avrami la cual es ligeramente diferente a la descrita para el comportamiento de la ferrita puesto que se escribe de la forma siguiente:

$$\% \sigma = V_{EQ} \times (1 - e^{-K \times t^n})$$

$\% \sigma$: fracción volumétrica de fase sigma a un tiempo determinado

V_{EQ} : Fracción volumétrica equivalente para un tiempo sumamente prolongado

K : constante

t : tiempo de envejecimiento

Esta ecuación puede arreglarse a fin de simplificar términos, de modo que ambos lados de la igualdad se dividen entre la fracción volumétrica para un tiempo muy prolongado, lo que da la siguiente expresión:

$$\frac{\% \sigma}{V_{EQ}} = f = (1 - e^{-K \times t^n})$$

Con ello, se procedió a realizar una serie de arreglos en la ecuación a fin de poder expresar los resultados obtenidos del experimento en un arreglo lineal.

$$f = 1 - e^{-K \times t^n}$$

$$1 - f = e^{-K \times t^n}$$

$$\frac{1}{1 - f} = e^{K \times t^n}$$

$$\ln\left(\frac{1}{1 - f}\right) = K \times t^n$$

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1 - f}\right)\right) = \ln(K) + n \times \ln(t)$$

$$Y = C_1 + C_2 X$$

De este modo, conociendo los tiempos de envejecimiento y las fracciones volumétricas (f) de los ciclos térmicos realizados, se procede a realizar la gráfica respectiva. De modo que se obtiene lo mostrado en la *Figura 3.9*:

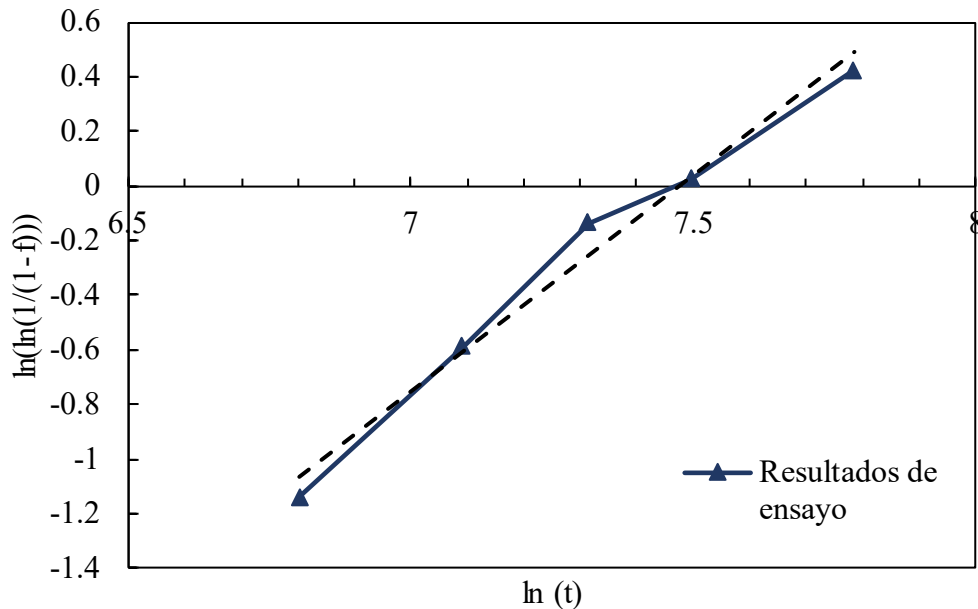


Figura 3.9 Gráfica de arreglo de la ecuación de Avrami.

Con ayuda del software estadístico, los puntos mostrados en la gráfica presentan una aproximación lineal cuya ecuación se define de la siguiente manera.

$$Y = -11.862 + 1.5867X$$

Por lo tanto, de dicha ecuación lineal se determinó los valores de K y n mediante igualdad de términos:

$$\ln(K) = -11.862 \rightarrow K = 7.062 \times 10^{-6}$$

$$n = 1.587$$

Finalmente, la ecuación de Avrami que se asemeja al comportamiento microestructural de la fase sigma en el presente trabajo de investigación resulta ser la siguiente:

$$\% \sigma = 21.9 \times (1 - e^{-7.062 \times 10^{-6} \times t[s]^{1.587}})$$

Al comparar dicha expresión junto con los valores experimentales tal como se aprecia en la *Figura 3.10*, se aprecia una aproximación muy cercana.

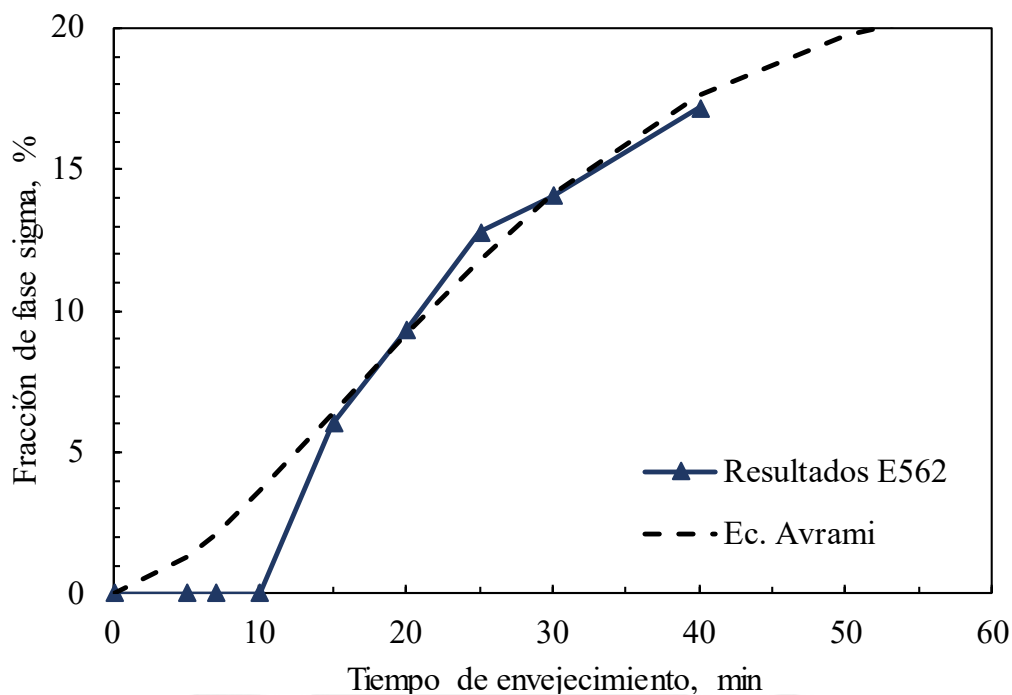


Figura 3.10 Relación de expresión matemática del comportamiento de fase sigma y los resultados de ensayo.

3.4.2 CARACTERIZACIÓN POR ANÁLISIS DE IMAGEN

Utilizando el software Olympus Stream, se llevó a cabo la determinación de la fracción volumétrica de las fases ferrita, austenita y fases secundarias (se consideraron todas las posibles solo como fase sigma). Del análisis de imágenes, se obtuvieron los siguientes resultados.

Tabla 3.6 Fracciones volumétricas de fase ferrita y sigma según el tiempo de envejecimiento.

Tiempo de envejecimiento	Fracción volumétrica de ferrita	Fracción volumétrica de sigma
0 min	50.52	-
5 min	46.69	-
10 min	46.47	-
15 min	41.68	1.33
20 min	40.13	1.94
25 min	39.37	3.33
30 min	38.8	3.74
40 min	35.53	9.07

Puesto que ya se ha calculado la ecuación que permite describir la evolución de la fase sigma mediante la ferritoscopía y la normativa ASTM E562, se procedió a correlacionar dichos resultados con los adquiridos en la Tabla 3.6, el resultado se muestra en la *Figura 3.11*.

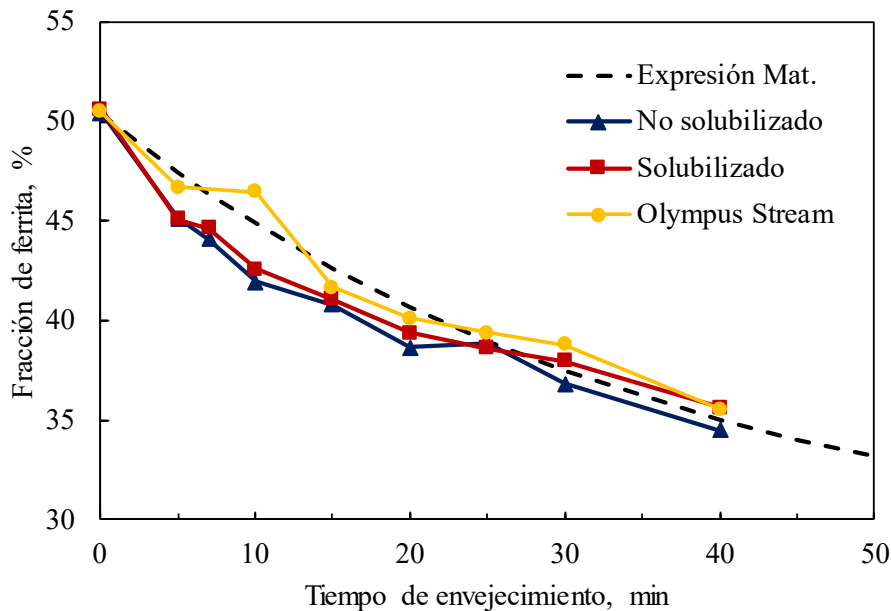


Figura 3.11 Relación de resultados obtenidos con ASTM E562 y ASTM E1245.

3.5 CORRELACIÓN DE FERRITOSCOPIA Y MICROSCOPIA ÓPTICA

Una vez determinadas las ecuaciones que se adecúan al comportamiento de la transformación de fase ferrita y fase sigma, ambos términos deberán correlacionarse. Para llegar a ello, se procedió a despejar el tiempo en función de la fracción volumétrica de cada fase y finalmente igualar ambos términos.

$$\% \sigma = V_{EQ} * (1 - e^{-K_{\sigma} * t[s]^n}) \rightarrow t[s] = \left[\frac{\ln \left(1 - \frac{\% \sigma}{V_{EQ}} \right)}{-K_{\sigma}} \right]^{\frac{1}{n}}$$

$$\% \alpha = C_1 + C_2 * e^{-K_{\alpha} * t[s]} \rightarrow t[s] = \frac{\left[\ln \frac{\% \alpha - C_1}{C_2} \right]}{-K_{\alpha}}$$

Si se igualan las expresiones anteriores, obtenemos lo siguiente:

$$t[s] = \left[\frac{\ln \left(1 - \frac{\% \sigma}{V_{EQ}} \right)}{-K_{\sigma}} \right]^{\frac{1}{n}} = \frac{\left[\ln \frac{\% \alpha - C_1}{C_2} \right]}{-K_{\alpha}}$$

$$\% \sigma = V_{EQ} * \left(1 - e^{-K_{\sigma} * \left[\frac{\ln \left(\frac{\% \alpha - C_1}{C_2} \right)}{-K_{\alpha}} \right]^n} \right)$$

Para los valores obtenidos en el presente trabajo de investigación, la ecuación final que permite estimar la fracción volumétrica de fase sigma en función de la fracción volumétrica medida por técnicas como ferritoscopia se representa de la siguiente manera:

$$\% \sigma = 21.9 * \left(1 - e^{-7.062 * 10^{-6} * \left[\frac{\ln \left(\frac{\% \alpha - 27.1}{23.3} \right)}{-4.35 * 10^{-4}} \right]^{1.587}} \right)$$

Finalmente, en la *Figura 3.12* se comparan los valores de fracción volumétrica medidos en el presente trabajo y los obtenidos por la expresión matemática señalada previamente para los porcentajes de fase ferrita cuantificados con el ferritoscopio.

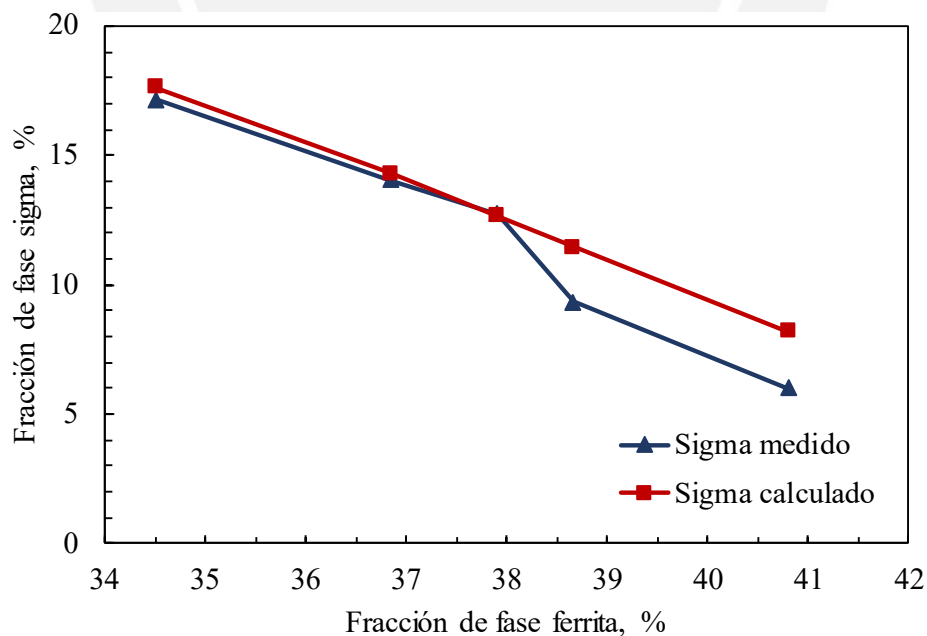


Figura 3.12 Gráfica fracción de ferrita vs fracción de fase sigma cuantificado y calculado con la ecuación obtenida.

De ello se aprecia una correlación muy similar, lo que demuestra que la expresión si puede ser empleada para determinar la estimación para valores de corto y mediano plazo. Si se grafica toda la trayectoria de la función calculada en su dominio $[27.1;50]$, se puede apreciar que en el intervalo que comprende la fracción volumétrica obtenida en la experimentación, existe una correlación casi lineal. Por lo que es posible una aproximación lineal empleando métodos numéricos. Para el presente caso, se empleó una aproximación lineal por mínimos cuadrados gracias a las herramientas del software Microsoft Excel. A continuación, se presenta la *Figura 3.13* que correlaciona los resultados experimentales, la función sigma calculada y la aproximación lineal obtenida para este evento.

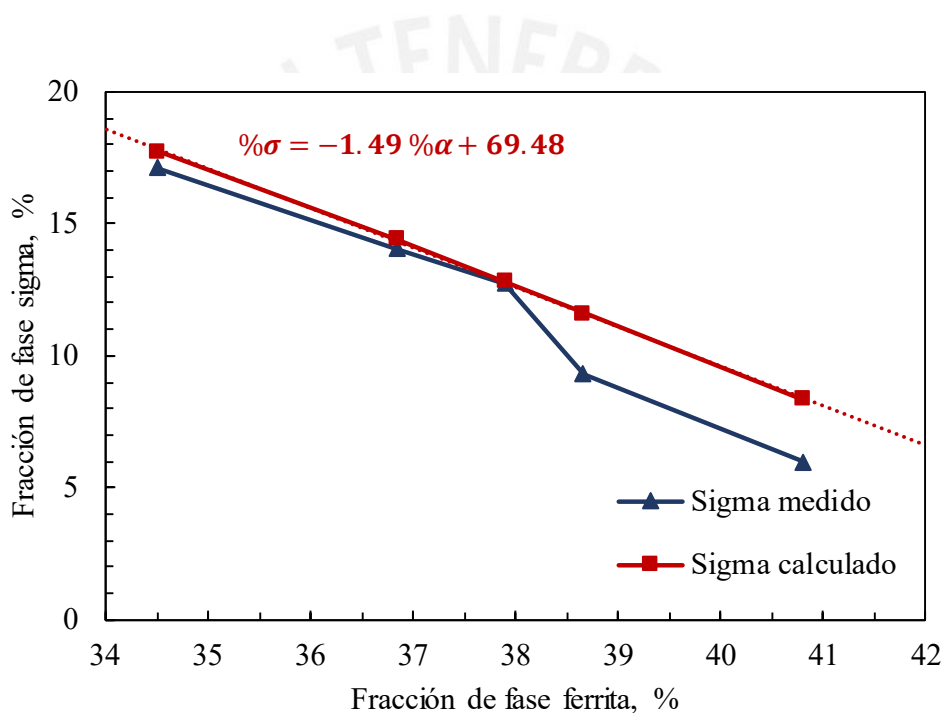


Figura 3.13 Gráfica fracción de ferrita vs fracción de fase sigma cuantificado y calculado con la aproximación lineal.

Sin embargo, para valores cercanos a los límites del dominio de la función, la aproximación lineal resulta ineficiente. Como el objetivo de este trabajo busca correlacionar las variables para valores pequeños de fase sigma, la presencia de 2 concavidades en la función indica la posibilidad de realizar una aproximación cubica de la función empleando el método numérico previamente mencionado. Con ello, se obtiene la función cubica como se aprecia en la *Figura 3.14*.

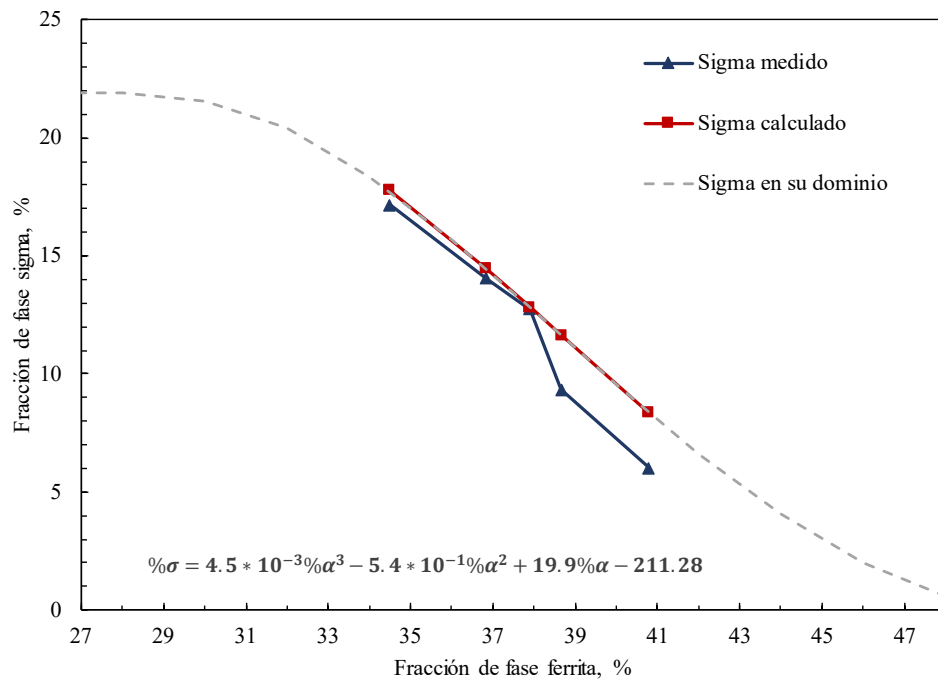


Figura 3.14 Gráfica fracción de ferrita vs fracción de fase sigma cuantificado y calculado con la aproximación polinómica de grado 3 para todo el dominio.

Para validar el modelo matemático planteado en el presente trabajo de investigación, en la Figura 3.15, se presenta una última gráfica que relaciona las fracciones volumétricas de ferrita y sigma con los valores experimentales, la ecuación polinómica y valores experimentales recopilados en otras investigaciones bajo las mismas condiciones de temperatura de envejecimiento (850°C) en el mismo material (acero inoxidable dúplex UNS S32205). Entre las investigaciones recopiladas, para esta validación, se han considerado las realizadas por Wolf [54] y Rodríguez [16].

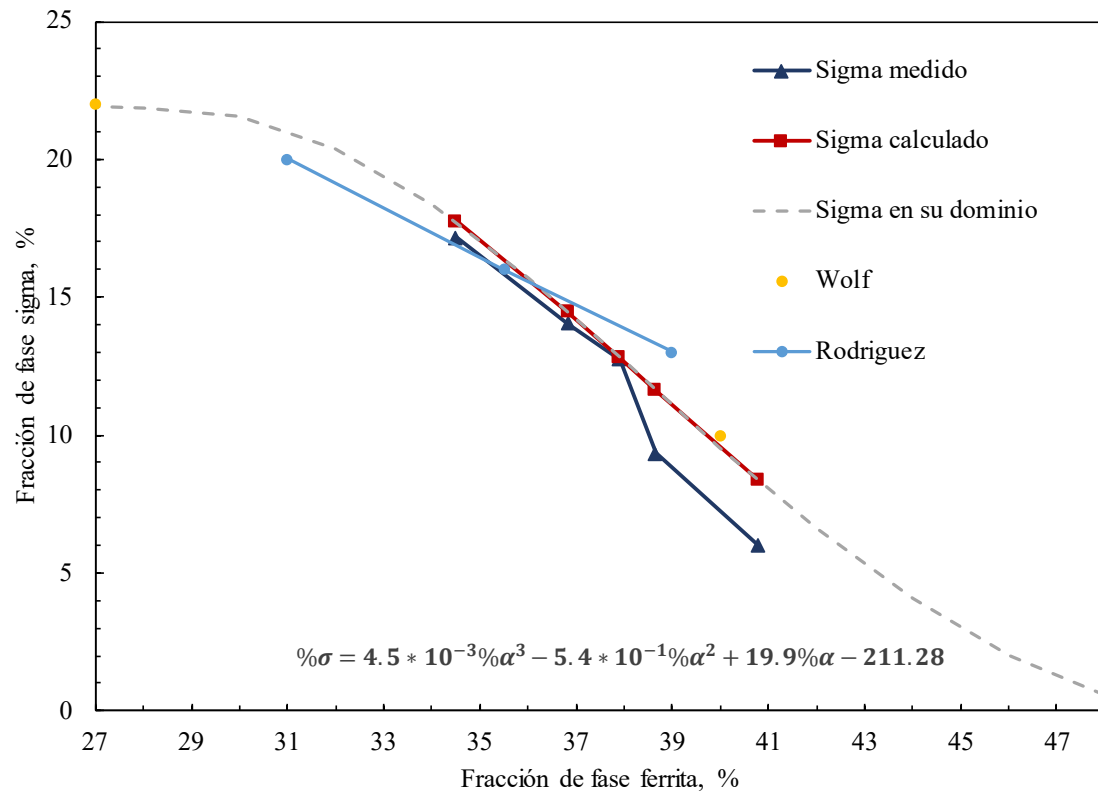


Figura 3.15 Gráfica fracción de ferrita vs fracción de fase sigma según la función calculada y la data experimental del presente trabajo y de referencias bibliográficas.

De esta manera, es posible estimar la fracción volumétrica de la fase sigma para fracciones menores al 10% que es, según la bibliografía investigada, el límite permitido para garantizar correctas propiedades mecánicas del material para su funcionamiento.

4 CONCLUSIONES

En el presente trabajo, se concluye que el uso de la ferritoscopía para la detección de fase sigma en los aceros inoxidables dúplex resulta una alternativa viable sustentada en la correlación que se ha demostrado en el presente trabajo.

Este método permite la detección de pequeñas proporciones de fase sigma (menores a 10%) presentando un considerable grado de precisión, en contraste con el uso de microscopia óptica u otro método destructivo, durante el trabajo en campo. Ello implica que su uso será recomendable para la inspección de tuberías u otros componentes in situ y durante sus condiciones de trabajo sin sacrificar el paro de los procesos en alguna planta. También representa una alternativa económica y rápida para el control de calidad durante la fabricación de componentes de acero inoxidable dúplex por sus rápidos resultados y facilidad de uso.

Los ensayos realizados por microscopia óptica permitieron identificar las zonas más propensas a iniciar la formación de la fase sigma, las cuales fueron los límites de grano δ/γ y δ/δ , la cual crece hacia el interior del grano de ferrita hasta finalmente consumirla por completo.

Se identificó un rápido crecimiento de la fase sigma para tiempos muy cortos, los cuales pudieron ser detectados mediante la técnica de ferritoscopía.

Se plantearon ecuaciones que permiten modelar la cinética de transformación microestructural de las fases sigma y ferrita las cuales, posteriormente se correlacionaron para formular un nuevo modelo que permitió relacionar ambas fracciones volumétricas según el tiempo de exposición al envejecimiento. Dicho proceso de cálculo puede extrapolarse para distintas temperaturas, lo que no solo permitiría generar más curvas, sino también una superficie en un sistema tridimensional en el cual, conociendo la temperatura de exposición, el tiempo de envejecimiento y el porcentaje de fase ferrita, pueda determinarse la variable correspondiente a la fracción volumétrica de la fase sigma.

5 REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] M. Knyazeva y M. Pohl, “Duplex Steels: Part I: Genesis, Formation, Structure”, *Metallography, Microstructure, and Analysis*, vol. 2, n° 2, pp. 113–121, abr. 2013, doi: 10.1007/s13632-013-0066-8.
- [2] J. Arruti, L. Sáenz, y A. Mejias, “Efecto del tratamiento isotérmico de envejecimiento sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de un acero inoxidable dúplex”, *INGENIERIA UC*, vol. 19, n° 3, pp. 23–33, 2012.
- [3] D. R. Askeland y W. J. Wright, *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, 7ª ed. CENGAGE Learning, 2017.
- [4] GRUPO LAPUENTE, “La capa de pasividad en los aceros inoxidable”. Accedido: 5 de septiembre de 2023. [En línea]. Disponible en: <https://www.grupolapiente.com/noticias-grupo-lapiente/la-capa-de-pasividad/>
- [5] “EN10088-2:2020”, 2020.
- [6] L. A. Gutierrez, “Evaluación del efecto mecánico y metalúrgico de las fases intermetálicas en la unión soldada de los aceros inoxidable dúplex 2304”, Universidad Autónoma de Occidente, Santiago de Cali, 2017.
- [7] M. Knyazeva y M. Pohl, “Duplex Steels. Part II: Carbides and Nitrides”, *Metallography, Microstructure, and Analysis*, vol. 2, n° 5, pp. 343–351, oct. 2013, doi: 10.1007/s13632-013-0088-2.
- [8] HY INDUSTRY, “Ferritic stainless steel”, <https://hynickelalloy.com/blog/ferritic-stainless-steel-professional-manufactureryour-trusted-professional-supplier/>.
- [9] STRUERS, “METALLOGRAPHIC PREPARATION OF STAINLESS STEEL”, <https://www.struers.com/en/Knowledge/Materials/Stainless-Steel#>.
- [10] R. N. Gunn, *Duplex Stainless Steel*. Woodhead Publishing, 1997.
- [11] N. Ortiz Lara, “Caracterización no destructiva de tratamientos térmicos de envejecimiento en acero inoxidable duplex 2205”, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Mexico, 2008.
- [12] IMO A (International Molybdenum Association), *Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steels*, 3ª ed. 2014.

- [13] “ASTM A240-24”, 2024.
- [14] C. P. Serna Giraldo y S. Duarte Brandi, “Precipitación de fases intermetálicas de aceros inoxidables dúplex sometidos a tratamientos térmicos a temperatura de 850°C”, *Scientia et Technica*, vol. 13, n° 36, pp. 519–524, 2007.
- [15] A. Biserova Tahchieva, “Estudio del comportamiento del acero inoxidable dúplex y superdúplex después de deformación plástica severa”, Universitat de Barcelona, Barcelona, 2021.
- [16] M. P. Rodríguez, J. F. Almagro, J. Botella, y P. Valerga, “Cinéticas de transformación de fases a 850°C de aceros inoxidables dúplex clásicos (2205 y 2507) y de uno nuevo de bajo contenido en níquel y alto en manganeso (DBNi)”, *Boletín de la sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, vol. 43, n° 2, pp. 237–242, 2004.
- [17] Z. Zhu, W. Zhang, X. Tu, X. Wang, y W. Li, “Effect of sigma phase precipitation on microstructure and properties of cast ZG0Cr26Ni5Mo3Cu3 duplex stainless steel under different heat treatments”, *China Foundry*, vol. 15, n° 3, pp. 182–188, 2018, doi: 10.1007/s41230-018-7226-z.
- [18] D. D. S. Silva, T. A. Simões, D. A. Macedo, A. H. S. Bueno, S. M. Torres, y R. M. Gomes, “Microstructural influence of sigma phase on pitting corrosion behavior of duplex stainless steel/NaCl electrolyte couple”, *Mater Chem Phys*, vol. 259, 2021, doi: 10.1016/j.matchemphys.2020.124056.
- [19] S. Atamert y J. E. King, “Sigma-phase formation and its prevention in duplex stainless steels”, *J Mater Sci Lett*, vol. 12, n° 14, pp. 1144–1147, 1993, doi: 10.1007/BF00420548.
- [20] I. Calliari, K. Brunelli, M. Dabalà, y E. Ramous, “Measuring secondary phases in duplex stainless steels”, *JOM*, vol. 61, n° 1, pp. 80–83, ene. 2009, doi: 10.1007/s11837-009-0016-8.
- [21] Y.-J. Kim, S.-W. Kim, H.-B. Kim, C.-N. Park, Y.-I. Choi, y C.-J. Park, “Effects of the precipitation of secondary phases on the erosion-corrosion of 25% Cr duplex stainless steel”, *Corros Sci*, vol. 152, pp. 202–210, may 2019, doi: 10.1016/j.corsci.2019.03.006.
- [22] K. Chan y S. Tjong, “Effect of Secondary Phase Precipitation on the Corrosion Behavior of Duplex Stainless Steels”, *Materials*, vol. 7, n° 7, pp. 5268–5304, jul. 2014, doi: 10.3390/ma7075268.

- [23] K. H. Lo, C. T. Kwok, y W. K. Chan, “Characterisation of duplex stainless steel subjected to long-term annealing in the sigma phase formation temperature range by the DLEPR test”, *Corros Sci*, vol. 53, n° 11, pp. 3697–3703, nov. 2011, doi: 10.1016/j.corsci.2011.07.013.
- [24] Y.-J. KIM, O. UGURLU, C. JIANG, B. GLEESON, y L. S. CHUMBLEY, “Microstructural Evolution of Secondary Phases in the Cast Duplex Stainless Steels CD3MN and CD3MWCuN”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 38, n° 2, pp. 203–211, feb. 2007, doi: 10.1007/s11661-006-9049-6.
- [25] N. Llorca-Isern, H. López-Luque, I. López-Jiménez, y M. V. Biezma, “Identification of sigma and chi phases in duplex stainless steels”, *Mater Charact*, vol. 112, pp. 20–29, feb. 2016, doi: 10.1016/j.matchar.2015.12.004.
- [26] A. Reyes, I. Calliari, E. Ramous, M. Zanellato, y M. Merlin, “Secondary Phases Precipitation in the 2510 Duplex Stainless Steel”, *MRS Proceedings*, vol. 1242, pp. S4-58, feb. 2009, doi: 10.1557/PROC-1242-S4-58.
- [27] I. Calliari, M. Zanesco, y E. Ramous, “Influence of isothermal aging on secondary phases precipitation and toughness of a duplex stainless steel SAF 2205”, *J Mater Sci*, vol. 41, n° 22, pp. 7643–7649, nov. 2006, doi: 10.1007/s10853-006-0857-2.
- [28] I. Alvarez Armas y S. Degallaix Moreuil, *Duplex Stainless Steels*. London: WILEY, 2009.
- [29] B. Zhang, Z. Jiang, H. Li, S. Zhang, H. Feng, y H. Li, “Precipitation behavior and phase transformation of hyper duplex stainless steel UNS S32707 at nose temperature”, *Mater Charact*, vol. 129, pp. 31–39, jul. 2017, doi: 10.1016/j.matchar.2017.04.018.
- [30] J. Michalska y B. Chmiela, “Phase analysis in duplex stainless steel: comparison of EBSD and quantitative metallography methods”, *IOP Conf Ser Mater Sci Eng*, vol. 55, p. 012010, mar. 2014, doi: 10.1088/1757-899X/55/1/012010.
- [31] S.-M. Yang, Y.-C. Chen, C.-H. Chen, W.-P. Huang, y D.-Y. Lin, “Microstructural characterization of $\delta/\gamma/\sigma/\gamma_2/\chi$ phases in silver-doped 2205 duplex stainless steel under 800 °C aging”, *J Alloys Compd*, vol. 633, pp. 48–53, jun. 2015, doi: 10.1016/j.jallcom.2015.01.165.

- [32] M. V. Biezma, U. Martin, P. Linhardt, J. Ress, C. Rodríguez, y D. M. Bastidas, “Non-destructive techniques for the detection of sigma phase in duplex stainless steel: A comprehensive review”, *Eng Fail Anal*, vol. 122, abr. 2021, doi: 10.1016/j.engfailanal.2021.105227.
- [33] HITACHI, “What is Optical Emission Spectroscopy (OES)?” Accedido: 14 de septiembre de 2024. [En línea]. Disponible en: <https://hha.hitachi-hightech.com/ko/blogs-events/blogs/2017/10/25/optical-emission-spectroscopy-%28oes%29/>
- [34] “ASTM E3-11”, 2017.
- [35] J. Michalska y M. Sozańska, “Qualitative and quantitative analysis of σ and χ phases in 2205 duplex stainless steel”, *Mater Charact*, vol. 56, n° 4–5, pp. 355–362, jun. 2006, doi: 10.1016/j.matchar.2005.11.003.
- [36] P. Leal, K. S. de Assis, O. R. Mattos, C. G. Camerini, y G. R. Pereira, “Magnetic and Electrochemical Techniques as Tools to Detect Deleterious Phases in Duplex Stainless Steels”, *Corrosion*, vol. 71, n° 7, pp. 865–871, jul. 2015, doi: 10.5006/1681.
- [37] I. Calliari, M. Zanesco, y P.- Bassani, “Analysis of secondary phases precipitation in duplex stainless steels”, *Materials Science*, 2009.
- [38] G. F. Vander Voort y E. P. Manilova, “Hints for imaging phases in steels: some techniques learned from experience can help metallographers identify certain phases in steels”, *Advanced Materials & Processes*, vol. 163, n° 2, pp. 32–37, feb. 2005.
- [39] A. S. Fedorov, A. I. Zhitenev, D. A. Strekalovskaya, A. A. Kur, y A. A. Alkhimenko, “Quantitative Description of Duplex Stainless Steels Microstructure Using Selective Etching”, *Metals (Basel)*, vol. 11, n° 11, p. 1750, oct. 2021, doi: 10.3390/met11111750.
- [40] H. L. Haskel, L. S. Sanches, y H. de A. Ponte, “A New methodology of Nondestructive Testing for Quantitative Evaluation of Sigma Phase in Duplex Stainless Steels”, *Materials Research*, vol. 22, n° 3, 2019, doi: 10.1590/1980-5373-mr-2018-0682.
- [41] A. Fedorov, A. Zhitenev, y D. Strekalovskaya, “Effect of heat treatment on the microstructure and corrosion properties of cast duplex stainless steels”, *E3S Web of Conferences*, vol. 225, p. 01003, ene. 2021, doi: 10.1051/e3sconf/202122501003.

- [42] D. Zou, Y. Han, W. Zhang, y G. Fan, “Phase Transformation and Its Effects on Mechanical Properties and Pitting Corrosion Resistance of 2205 Duplex Stainless Steel”, *Journal of Iron and Steel Research International*, vol. 17, n° 11, pp. 67–72, nov. 2010, doi: 10.1016/S1006-706X(10)60172-0.
- [43] “ASTM E562-19”, 2019.
- [44] “ASTM E1245-03”, 2023.
- [45] FISCHER, “Principios físicos de la medición de inducción magnética”. Accedido: 8 de junio de 2023. [En línea]. Disponible en: <https://world.helmut-fischer.com/es//tecnicas/contenido-de-ferrita>
- [46] “ASTM E18-24”, 2024.
- [47] P. Lean Sifuentes, “Ingeniería de Materiales 1: Ensayo de Dureza”, 2019, *Lima*.
- [48] S. Li, X. Ren, X. Ji, y Y. Gui, “Effects of microstructure changes on the superplasticity of 2205 duplex stainless steel”, *Mater Des*, vol. 55, pp. 146–151, mar. 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2013.09.042.
- [49] G. Fargas, M. Anglada, y A. Mateo, “Influencia de las fases intermetálicas en la conformación de los aceros inoxidables duplex”, *VIII Congreso Nacional de Propiedades Mecánicas de Sólidos*, pp. 77–86, 2002.
- [50] M. B. Cortie y E. M. L. E. M. Jackson, “Simulation of the precipitation of sigma phase in duplex stainless steels”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 28, n° 12, pp. 2477–2484, dic. 1997, doi: 10.1007/s11661-997-0005-x.
- [51] J. L. Garin, R. L. Mannheim, y M. A. Camus, “Formación de fase sigma en uniones soldadas de acero inoxidable súper dúplex fundido”, *Revista de Metalurgia*, vol. 47, n° 4, pp. 293–306, ago. 2011, doi: 10.3989/revmetalm.1041.
- [52] R. Magnabosco, “Kinetics of sigma phase formation in a Duplex Stainless Steel”, *Materials Research*, vol. 12, n° 3, pp. 321–327, sep. 2009, doi: 10.1590/S1516-14392009000300012.
- [53] K. Shirzad y C. Viney, “A critical review on applications of the Avrami equation beyond materials science”, *J R Soc Interface*, vol. 20, n° 203, jun. 2023, doi: 10.1098/rsif.2023.0242.

- [54] L. K. de Paula Inácio, W. Wolf, B. C. B. de Leucas, G. C. Stumpf, y D. B. Santos, “Microtexture evolution of sigma phase in an aged fine-grained 2205 duplex stainless steel”, *Mater Charact*, vol. 171, p. 110802, ene. 2021, doi: 10.1016/j.matchar.2020.110802.

