



Universidad de Concepción
Facultad de Ingeniería
Ingeniería Civil de Materiales

**“EVOLUCION DE LA MICROESTRUCTURA EN UN ACERO SUPERDUPLEX
ESTABILIZADO CON NIOBIO A 700°C”**

Tesis para optar al grado de Ingeniero Civil de Materiales

Por:

Diego Antonio Olave Moran

Profesor guía:

Dr. David Rojas Jara

Co-Profesor guía:

Dr. Manuel Melendrez Castro

Ingeniero supervisor:

Dr. Jesús Ramírez Briceño

Concepción, Chile 2023

Agradecimientos

Quiero expresar mi gratitud primeramente a mis padres por el apoyo y enseñanzas me han brindado a lo largo de mi vida, en específico en esta etapa donde decidí estudiar tan lejos de ellos. Sin ellos esto no hubiera sido posible, expresar también mi gratitud al resto de mi familia los cuales siempre estuvieron disponibles para brindarme su apoyo.

Agradezco también a mi profesor guía el Dr David Rojas por la preocupación y apoyo brindado a lo largo de este proyecto, estando siempre disponible para resolver las dudas y problemas que se presentaban en el camino. También al Dr Jesús Ramírez, el cual me oriento a lo largo de este proyecto, y se tomó el tiempo de explicarme como desarrollar, los ensayos en los que tenía flaquezas y estuvo siempre disponible para responder mis dudas e inquietudes.

Agradecer también a mis compañeros de carrera Martin Castro, Cristopher Manosalva y Lukas Salamanca, quienes estuvieron a mi lado en este largo proceso de formación y sin los cuales, podría haber quedado en el camino. Especialmente a lo largo de este proyecto ya que su compañía y apoyo volvió más amena esos largos periodos en el laboratorio de tratamientos térmicos, agradecer también al resto de mis amigos que me apoyaron dentro y fuera la universidad a lo largo de todo este periodo.

Finalmente deseo agradecer el apoyo financiero brindado por parte del proyecto FONDECYT 1221600 "Kinetic study of Sigma and Chi phase in a new super duplex Stainless Steel: Experimental and computational modeling approach". El cual permitió un mejor desarrollo de este proyecto de título.

Resumen

Este estudio se centra en la investigación de una aleación de super dúplex con niobio (SDSS-Nb), obtenida a partir de chatarra de acero inoxidable 329. El objetivo es estudiar la evolución de la microestructura a una temperatura de 700°C con el fin de evaluar la formación de fase sigma y sus consecuencias en relación con las propiedades mecánicas y de comportamiento frente a la corrosión.

En el transcurso de la investigación se produjo y caracterizó un acero super dúplex que se sometió a un recocido isotérmico a 700°C durante dos períodos de tiempo: 4,5 y 17 horas. Esto permitió comparar los resultados con la caracterización de la aleación sin recocido isotérmico. Se llevó a cabo una simulación termodinámica para identificar la posible formación de fases secundarias estables en la aleación durante el recocido isotérmico, destacando principalmente la presencia de la fase sigma.

Se emplearon técnicas de caracterización microestructural, de comportamiento frente a la corrosión, y mecánica, tales como: microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM), difracción de rayos X (DRX), voltimetría lineal, medición de potencial de corrosión abierto (OCP), espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS), ensayos de potencial de reactivación electroquímica de doble loop (DLEPR), ensayos de tracción, compresión y dureza.

Los resultados más significativos revelaron la presencia de inclusiones no metálicas tipo D4, tanto en la caracterización inicial como en las muestras sometidas al tratamiento isotérmico. Se observó una disminución de la fase ferrita en las muestras tratadas isotérmicamente debido a la precipitación y crecimiento de la fase sigma en la matriz, lo cual se evidenció en las micrografías y en el DRX.

En términos de resistencia a la corrosión, se observó una disminución significativa como resultado del recocido isotérmico, tal como se reflejó en los valores de potencial de pasivación y en la forma de las curvas de polarización. Además, los resultados de EIS mostraron una menor compactación y resistencia de la capa pasiva, debido a la precipitación de fases secundarias, y esto también se corroboró en los valores de sensibilización obtenidos mediante DLEPR.

En cuanto a las propiedades mecánicas, se registró un aumento de la resistencia a la compresión, y una reducción de la tenacidad y ductilidad. Por otro lado, la dureza aumentó significativamente, lo que señala una fragilización del acero debido al recocido.

Contenido

1. Introducción.....	9
2. Marco teórico.....	11
2.1 Aceros inoxidable.....	11
2.1.1 Historia de los aceros inoxidable	12
2.2 Aceros inoxidable dúplex	13
2.2.2 Microestructura y composición aceros dúplex.....	15
2.2.3 Clasificación de aceros dúplex	17
2.2.4 Fases secundarias en aceros dúplex	20
2.2.5 Propiedades mecánicas de aceros dúplex	22
2.2.6 Resistencia a la corrosión en aceros dúplex	23
3. Hipótesis.....	26
4. Objetivos	26
5. Método Experimental	27
5.1 Producción de la aleación.....	27
5.1.1 Preparación de la lingotera.....	27
5.1.2 Tratamiento térmico.....	28
5.2 Caracterización química	29
5.2.1 Análisis químico	29
5.3 Caracterización microestructural	29
5.3.1 Difracción de rayos X (DRX)	29
5.3.2 Microscopía óptica.....	30
5.3.3 Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	31
5.4 Caracterización electroquímica	31
5.4.1 Polarización cíclica	31
5.4.2 Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)	32
5.4.3 Reactivación potenciodinámica electroquímica de doble bucle.....	32
5.5 Caracterización mecánica	33
5.5.1 Ensayo de tracción y compresión.....	33
5.5.2 Ensayo de dureza	33

6.	Análisis y Discusión de Resultados	34
6.1	Producción de la aleación.....	34
6.1.1	Simulación termodinámica	34
6.2	Caracterización química	37
6.2.1	Composición química	37
6.3	Caracterización microestructural	37
6.3.1	Caracterización microestructural condición inicial (T0).....	38
6.3.1.1	Nivel de inclusiones	38
6.3.1.2	Microscopía óptica	39
6.3.1.3	Microscopía electrónica de barrido	39
6.3.1.4	Difracción de rayos X (DRX)	41
6.3.2	Muestra con tratamiento térmico por 4,5 horas (T1)	43
6.3.2.1	Microscopía óptica	43
6.3.2.2	Microscopía electrónica de barrido (SEM)	45
6.3.2.3	Difracción de rayos X (DRX)	47
6.3.3	Muestra con tratamiento térmico por 17 horas (T2)	49
6.3.3.1	Microscopía óptica	49
6.3.3.2	Microscopía electrónica de barrido (SEM)	51
6.3.3.3	Difracción de rayos X (DRX)	52
6.4	Caracterización electroquímica	54
6.4.1	Potencial de circuito abierto	54
6.4.2	Polarización cíclica	55
6.4.3	Espectroscopia de impedancia electroquímica	59
6.4.4	Reactivación potenciodinámica electroquímica de doble bucle.....	63
6.5	Caracterización mecánica	66
6.5.1	Comportamiento frente a compresión	66
6.5.2	Dureza.....	69
7.	Conclusiones.....	70

Índice de Figuras

Figura 1: Regeneración capa pasiva en presencia de agentes agresivos[6]. ...	11
Figura 2: Diagrama de Schaeffler.	16
Figura 3: Diagrama de fases TTT para aceros dúplex [20].	17
Figura 4: Corrosión de aceros inoxidable y austeníticos en mezclas de ácido fórmico [22].	19
Figura 5: Esquema del crecimiento de carburos precipitados en la interfase γ/α [19]	22
Figura 6: a) Pintado y sopleado de la lingotera b) Lingotes de la aleación obtenida.	28
Figura 7: a) Horno de resistencia eléctrica Nabertherm b) Pieza obtenida de laminación.	29
Figura 8: a) Muestra para análisis DRX b) Máquina de corte Mecatome.	30
Figura 9: a) Muestra montada en baquelita b) Microscopio óptico Leica DMi8.	30
Figura 10: a) Montaje de pieza con resina epoxi b) Montaje de electrodos para ensayos de corrosión.	32
Figura 11: Diagrama de fase para SDSS-Nb.	34
Figura 12: Diagrama de equilibrio de fases para SDSS-Nb.	35
Figura 13 Imagen de microscopía óptica sin ataque de T0	38
Figura 14: Imagen microscopía óptica de T0 200x.	39
Figura 15: Imagen microscopía SEM de T0 1500x	40
Figura 16: Grafica difracción de rayos x de T0	42
Figura 17: Imagen microscopía óptica de T1 con desfragmentación 1000x	44
Figura 17: Imagen microscopía SEM T1 4500x	45
Figura 18: Mapping SEM-EDS T1.	46
Figura 19: Grafica difracción de rayos x de T1.	48
Figura 20: Imagen microscopía óptica T2 con ataque de electrolítico NaOH. ...	50
Figura 21: Imagen microscopía óptica T2 con ataque combinado de HCl + HNO ₃ + agua destilada y NaOH.	50
Figura 22: a) Imagen microscopía SEM T2 con b) Mapping SEM-EDS T2.	52
Figura 23: Grafica difracción de rayos x de T2.	53
Figura: 24 Evolución del potencial de circuito abierto (OCP) muestras dúplex en NaCl 3,5%.	54

Figura 25: Curvas de polarización cíclica muestras dúplex en NaCl 3,5%.	56
Figura 26: Micrografía Superficie T1 con picaduras.....	57
Figura 27: Micrografía Superficie T2 con picaduras.....	58
Figura 28: Curvas de Nyquist muestras dúplex en NaCl 3,5%.	60
Figura 28: Curvas de bode muestras dúplex en NaCl 3,5%.	61
Figura 29: Diagrama de bode fase muestras dúplex en NaCl 3,5%.	62
Figura 30: Circuitos de Randles utilizado para el ajuste de curvas.....	62
Figura 31: DLEPR y microscopía óptica T0 a) y b). DLEPR y microscopía óptica T1 c) y d). DLEPR y microscopía óptica T2 e) y f).	65
Figura 32: Curvas esfuerzo-deformación ensayo de compresión.....	67
Figura 33: Curvas esfuerzo-deformación ensayos de compresión y tracción de la muestra T0.....	68

Índice de Tablas

Tabla 1: Denominación y composición de algunos aceros inoxidables dúplex [19].	18
Tabla 2: Clasificación de los grados de acero inoxidable dúplex según su PREN.	19
Tabla 3: Propiedades mecánicas y de dureza de algunos aceros inoxidables [7].	23
Tabla 4: Cargas necesarias para la producción de aleación.	27
Tabla 5: Composición deseada para la aleación.	27
Tabla 6: Fracción volumétrica y composición de fases aleación con tratamiento de recocido isotérmico a 700°C.	36
Tabla 7: Composición final del Acero producido.	37
Tabla 8: Composición química elemental y caracterización de fases.	40
Tabla 9: Calculo para parámetros de red para T0.	42
Tabla 10: Porcentaje de las fases presentes en T1.	44
Tabla 11: Composición química fase sigma presente en T1.	47
Tabla 12: Cálculo para parámetros de red fase sigma.	48
Tabla 13: Composición química de fases presentes en T2.	52
Tabla 14: Datos de potencial extraídos de curvas de polarización.	56
Tabla 15: Para metros obtenidos del ajuste de curvas obtenidas mediante EIS.	62
Tabla 16: Datos curvas esfuerzo deformación ensayos de compresión	67
Tabla 17: Datos curvas esfuerzo deformación ensayos de compresión y tracción.	68
Tabla 18: Mediciones de dureza HRC a distintos tiempos de tratamiento.	69

1. Introducción

Los aceros inoxidable dúplex son aleaciones con una microestructura que presenta una doble fase ferrita-austenita. Estas aleaciones destacan por su combinación de excelentes propiedades mecánicas y una notable resistencia a la corrosión. Se encuentran en una amplia gama de aplicaciones en diversas industrias, incluyendo la petroquímica, la industria de celulosa, la desalinización y la minería, entre otras.

El diseño de los aceros dúplex se basa en gran medida en el cálculo de su resistencia a la picadura, un parámetro conocido como PREN (índice de resistencia a la picadura). La cual está estrechamente relacionada con la composición química de estos aceros, en particular con los elementos aleantes como el cromo (Cr), molibdeno (Mo) y nitrógeno (N). Los aceros super dúplex, tienen un PREN en el rango de 40 a 45, y son especialmente apreciados en aplicaciones donde la resistencia a la corrosión es crítica.

Sin embargo, resulta fundamental considerar que la resistencia a la corrosión de un acero dúplex no se ve afectada únicamente por su composición química. Aspectos como el tratamiento térmico y la temperatura de procesamiento también ejercen un impacto significativo en sus propiedades. Llevar a cabo tratamientos térmicos a temperaturas propicias para la formación de fases secundarias no deseadas conlleva repercusiones negativas tanto en las propiedades mecánicas como en la resistencia a la corrosión. Por ende, la investigación del comportamiento de nuevos aceros en estas condiciones resulta crucial para evaluar su desempeño en comparación con los aceros comerciales existentes.

Los aceros super dúplex, con altas concentraciones de cromo, molibdeno y nitrógeno, son particularmente propensos a la precipitación de estas fases secundarias. Entre las fases secundarias no deseadas se incluyen la fase sigma, la fase chi y algunos nitruros. La presencia de estas fases puede debilitar el acero y comprometer su resistencia a la corrosión.

Este trabajo tiene por objetivo contribuir a la comprensión de la cinética de formación y crecimiento de estas fases secundarias y como estas afectan las propiedades de un acero super dúplex fabricado mediante economía circular. Para ello, se produjo una aleación SDSS-Nb y se sometió a tratamientos térmicos con el objetivo de eliminar cualquier fase no deseada. Luego, se realizó una

caracterización exhaustiva que abarcó la microestructura, las propiedades mecánicas y el comportamiento frente a la corrosión.

En forma posterior, se llevó a cabo un recocido isotérmico a 700 °C durante 2 periodos de tiempo diferentes, con el fin de promover la precipitación de las fases inter metálicas, como la fase sigma, carburos y nitruros. Posteriormente, se realizó una caracterización para evaluar cómo estas fases afectaron el comportamiento frente a la corrosión y las propiedades mecánicas.

Finalmente se compararon los resultados obtenidos con los datos disponibles en la literatura y otras investigaciones de aceros 2507 para tener una noción de cómo es la cinética de fases y su efecto sobre la aleación en comparación a estas aleaciones comerciales.

2. Marco teórico

2.1 Aceros inoxidables

Los aceros inoxidables son aleaciones basadas en hierro y carbono que contienen cromo en un rango del 12 al 30%, según la norma UNE-EN 100088, junto con otros elementos como níquel, manganeso, silicio, molibdeno y titanio, entre otros en menor proporción. El cromo, en particular, es fundamental para conferir resistencia a la corrosión, al permitir la formación de una capa pasiva en forma de película de óxido. Otros elementos proporcionan distintas características que se detallarán más adelante [1]. Estos aceros pueden fabricarse mediante forja y moldeo y se emplean en diversas aplicaciones debido a su alta resistencia a la corrosión, excelente tenacidad a bajas temperaturas y alta resistencia mecánica [2]

La película de cromo como se menciona tiene un carácter pasivo que dificulta el que se produzca interacción entre la superficie del material y el medio agresivo la cual posee capacidades de regeneración extremadamente altas [3], [4] como se aprecia en la Figura 1, estas películas tienen espesores entre 1 y 3 nm [5]

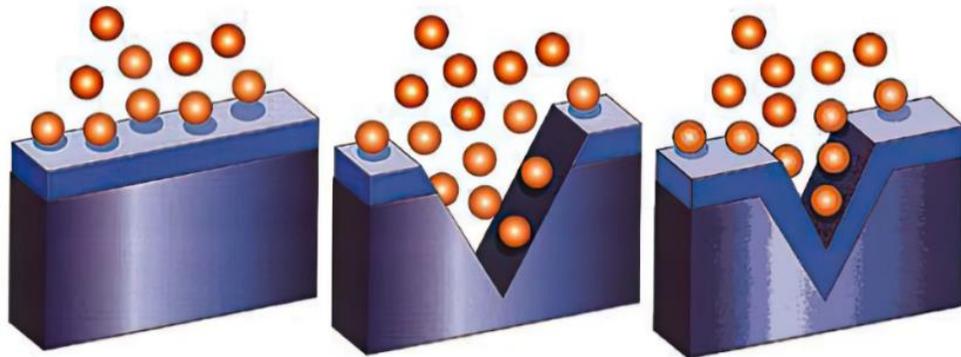


Figura 1: Regeneración capa pasiva en presencia de agentes agresivos[6].

2.1.1 Historia de los aceros inoxidables

Los aceros inoxidables se desarrollaron en Reino Unido y Alemania en el inicio del siglo 20 los cuales eran martensíticos y ferríticos. En años posteriores con la adición del níquel, se formó el grupo de los aceros austeníticos Fe-Cr-Ni.

En la década de 1930, los aceros inoxidables dúplex fueron introducidos en el Reino Unido y Alemania, caracterizados por una estructura de dos fases, ferrítica y austenítica. Inicialmente compuestos principalmente de 25% Cr - 5% Ni, se comercializaron para aplicaciones como autoclaves y válvulas. Con el tiempo, se realizaron modificaciones, incluyendo la adición de elementos como el cobre para mejorar la resistencia a la corrosión bajo tensión [7].

En los años 70, la escasez de níquel llevó a un aumento drástico en el costo de los aceros inoxidables austeníticos, impulsando la producción de aceros dúplex para ambientes corrosivos [8]. Sin embargo, surgieron problemas con la precipitación de carburos y la sensibilización a la corrosión intergranular. Se abordó agregando más Ni y N como estabilizadores de la austenita para equilibrar la relación Cr/Ni. Mejoras en las técnicas de producción y la introducción de vacío, junto con tratamientos térmicos, llevaron a mejoras en la estabilidad de la estructura, resistencia a la corrosión y propiedades mecánicas de los aceros inoxidables dúplex [7].

2.1.2 Clasificación de los aceros inoxidables

La clasificación de los aceros inoxidables a diferencia de otros aceros es realizada por su composición, más específicamente en familias dependiendo de su microestructura. Es decir, se clasificaron por el tipo de fases mayoritarias presentes en esta.

Estas familias son 5 la cuales se detallan a continuación:

- a) Aceros inoxidables austeníticos los cuales tienen una estructura FCC
- b) Aceros inoxidables ferríticos los cuales tienen una estructura BCC
- c) Aceros inoxidables martensíticos los cuales tienen una estructura tetragonal centrada en el cuerpo
- d) Aceros inoxidable dúplex estos poseen una doble fase ferrita-austenita
- e) Aceros inoxidables endurecidos por precipitación con base austenítica o martensítica

2.2 Aceros inoxidables dúplex

Los aceros dúplex son aleaciones Cr-Ni-Mo que posee una microestructura dual de fase ferrita y austenita. La proporción de cada fase dependerá de factores como la composición química y del tratamiento térmico al cual son sometidos. Esta proporción de fases deben ser de al menos un 30% cada una para ser considerados aceros dúplex [9], sin embargo, el balance óptimo fases que se considera óptimo y se observa en la mayoría de los aceros comerciales es de entre un 45 y 60 % de austenita. Como se ha mencionado sus principales aleantes son el Cr y Ni, pero en adición se agrega Mo, Si, Cu, N y W con el objetivo de asegurar una buena resistencia a la corrosión y lograr un balance de la microestructura [7].

Estos aceros se caracterizan por poseer una alta resistencia a la corrosión y propiedades mecánicas debido al aporte que proporcionan las dos fases de su microestructura. Además de una excelente soldabilidad y maleabilidad, su principal problema radica en su susceptibilidad a la precipitación de fases secundarias como σ y carburos las cuales son muy frágiles y disminuyen la resistencia a la corrosión [10].

Debido a que son más económico que otros aceros inoxidables por sus bajos contenidos de Ni, y que presenta iguales o mejores propiedades de resistencia a la corrosión los hace más atractivos ya que no necesita gran cantidad de aleantes para tener buenas propiedades [11]. Son utilizados en variedad de industrias como la petrolera, celulosa y desalinización de aguas [7].

2.2.1 Efecto de los elementos aleantes

Cromo

El cromo (Cr) desempeña un papel esencial en los aceros inoxidables, siendo crucial para la formación de la capa pasiva mediante la generación de una película de óxido. La presencia de cromo, que no debe ser inferior al 10.5%, no solo incide en la resistencia a la corrosión, sino que también ejerce influencia en propiedades mecánicas fundamentales, como la resistencia mecánica, y la resistencia al desgaste.

Además de su impacto en la corrosión, el cromo contribuye a refinar la estructura del grano del material, lo que resulta en un aumento significativo de la dureza y tenacidad. A pesar de que actúa como un estabilizador de ferrita es imperativo abordar el manejo del cromo con precaución. Esto se debe a que el

cromo es el principal agente formador de fases intermetálicas, cuya presencia puede afectar negativamente la tenacidad y ductilidad del material [7]. En este sentido, se destaca la necesidad de un manejo cuidadoso para mitigar los posibles impactos adversos de las fases intermetálicas en las propiedades mecánicas y el comportamiento frente a la corrosión del material.

Níquel

La principal función de este elemento es el de estabilizar la austenita y actuar de contraparte del Cr para así mantener los porcentajes fases deseados [7]. Además, proporciona a los aceros mayor templabilidad, resistencia al impacto y a la fatiga. Por otra parte, ayuda a evitar el crecimiento de grano durante los tratamientos térmicos, lo que lleva a que aumente la resistencia sin disminuir la ductilidad.

Molibdeno

El molibdeno afecta principalmente a la templabilidad del acero causando un aumento en la temperatura necesaria para el temple, así como la resistencia al desgaste y a las altas temperaturas. El Mo reduce la velocidad con la que ocurren las transformaciones de fases, otra de sus características es la de aumentar la resistencia a la tracción [12]. Sin embargo, el principal efecto de la adición de Mo en los aceros inoxidable es mejorar la resistencia a la corrosión localizada [7]. Esto se debe a la presencia de Mo en la capa pasiva el cual permanece en esta en forma de Mo^{4+} causando que la migración de iones cloruros disminuya [13]. Además, causa un efecto de repasivación ya que su presencia incrementa la velocidad de formación de la capa pasiva [14]. Sin embargo, el Mo causa un aumento en la fracción volumétrica causando un desequilibrio de fases, lo causa una disminución en la tenacidad y un aumento en la dureza cuando el acero es envejecido [15].

Carbono

El carbono es un agente estabilizador de austenita, además de proporcionar un aumento de la resistencia mecánica, ya que provoca un aumento de la dureza. El carbono promueve la formación de carburos por lo tanto su adición debe ser controlada para evitar la sensibilización. En los aceros inoxidable austeníticos y dúplex, el contenido de carbono no debe superar el 0,08%.

Niobio

El niobio es un elemento estabilizador de ferrita, utilizado para el refinamiento de grano. Además, causa una mejora en la resistencia a alta

temperatura ya que este tiene preferencia en la formación de carburos por sobre el Cr, por lo cual previene la formación de carburos de Cr perjudiciales para la resistencia a la corrosión. Sirve para capturar el exceso de carbono y así evitar la formación de carburos de cromo. Los carburos de Nb presentan potenciales similares a los de la matriz de austenita y ferrita, de esta forma no promueve la formación de semi-pilas galvánica y evita la corrosión intergranular.

También causa un aumento en el endurecimiento por precipitación ya que los carburos que se encuentran más dispersos en la matriz [16].

2.2.2 Microestructura y composición aceros dúplex

La estructura bifásica característica de los aceros dúplex es producto de un balance perfecto de los distintos elementos presentes en estos aceros. Es decir, los elementos estabilizadores de ferrita como lo son el Cr, Mo, Si, Nb y Ti y los elementos estabilizadores de austenita como son el Ni, Mn y N. Estos sistemas se han estudiado mediante diagramas de fases ternarios para distintas isothermas, así como mediante diagramas pseudo-binarios con contenidos fijos de hierro [17].

Sin embargo, estos diagramas no permiten el conocer cuál será la proporción exacta de las fases formadas ya que estos solo consideran la presencia de Cr y Ni y no consideran la presencia de elementos como Mn, Mo, Nb y N. Por ello para estudiar la influencia de otros elementos se estudia la eficiencia que posee el Cr como principal elemento estabilizador en comparación con la del resto de elementos estabilizadores de ferrita esto se conoce como Cr_{eq} . Valores similares indicarían que la eficiencia de los elementos es similar a la del Cr. De manera similar para el caso de la austenita se acuña el término de Ni_{eq} el cual comprende la comparación entre la eficiencia del Ni y la de los elementos estabilizadores de austenita. La relación de estos términos basados en la composición y las fracciones de austenita y ferrita dio lugar a nuevos diagramas conocido como diagramas de Schaeffler (figura 2), que permiten relacionar el contenido de Cr_{eq} y Ni_{eq} con la microestructura.

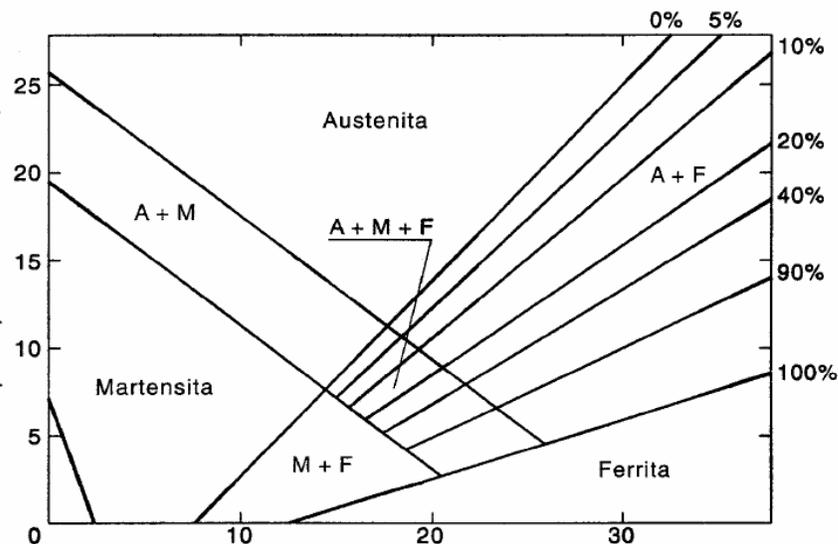


Figura 2: Diagrama de Schaeffler.

El cálculo de Cr_{eq} y Ni_{eq} se realiza mediante las siguientes fórmulas:

$$\%Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1.5(\%Si) + 0.5(\%Nb)$$

$$\%Ni_{eq} = \%Ni + 30(\%C) + 0.5(\%Mn)$$

Es importante recalcar que la proporción de las fases no dependerá solamente de la composición química del acero [7]. La temperatura de recocido de disolución y los tiempos del tratamiento térmico son de gran importancia para la microestructura de la aleación, ya que controla la naturaleza y el porcentaje de las fases que se pueden formar. En este sentido la elección de temperaturas y tiempos no adecuados de tratamiento térmico, pueden promover la formación de fases no deseadas que comprometan la resistencia a la corrosión y las propiedades mecánicas.

Durante el tratamiento térmico, si no se sigue adecuadamente el procedimiento que establece la norma ASTM A995/995M [18], existe el riesgo de que, debido a la inestabilidad de la ferrita la cual con la temperatura muestra una variación de la solubilidad con respecto al resto de la aleación, se produzca la precipitación de fases intermetálicas secundarias en el rango de los 300 a 1000°C [9]

Este fenómeno se debe a que la difusión en la fase ferrita es aproximadamente 100 veces mayor que en la fase austenita, debido a la

estructura menos compacta de la primera (BCC). Además, la fase ferrita, al ser rica en cromo y molibdeno, elementos propensos a formar carburos, favorece la generación de estas fases intermetálicas. Por otro lado, a medida que aumenta la temperatura, también se incrementa la solubilidad de los elementos [7].

En el estudio de los aceros dúplex y su respuesta a la temperatura, se han identificado diversas fases intermetálicas, como la fase sigma (σ), nitruros de cromo (Cr_2N , CrN), fase R, fase chi (χ), y carburos M_7C_3 y M_{23}C_6 [7][19]. El comportamiento de estas fases se puede visualizar en diagramas TTT, como el presentado en la Figura 3.

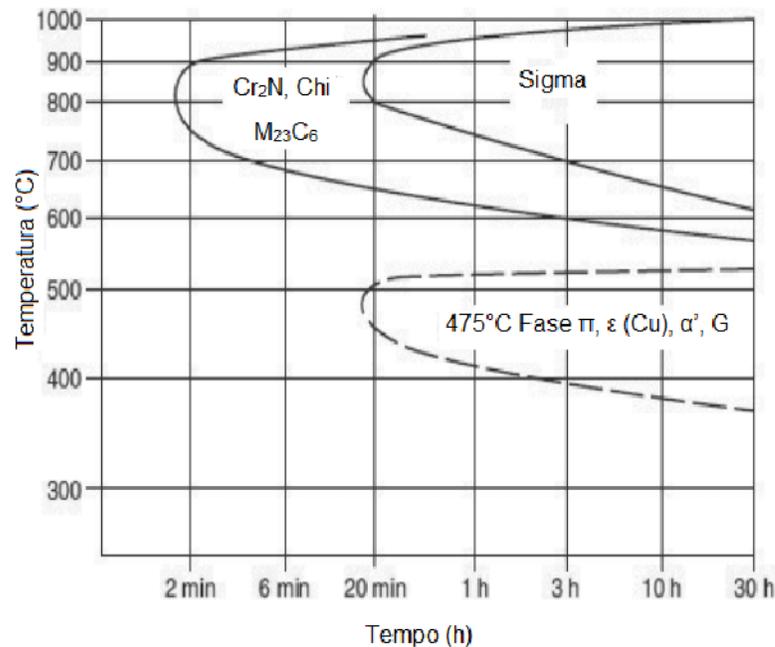


Figura 3: Diagrama de fases TTT para aceros dúplex [20].

2.2.3 Clasificación de aceros dúplex

Cuando se aborda la clasificación de aceros dúplex, se encuentran diversos sistemas, pero la mayoría se fundamenta en la composición química del material. Uno de los sistemas más reconocidos es el UNS (*Unified Numbering System*), utilizado en Estados Unidos para nombrar estos aceros. Este sistema de clasificación consta de una designación de cuatro dígitos que se basan en el contenido de cromo y níquel. Los dos primeros dígitos representan el contenido de cromo, mientras que los dos últimos indican el contenido de níquel [9], esta clasificación puede observarse en la tabla 1

Este enfoque en la composición química proporciona una manera sistemática y estandarizada de categorizar los aceros dúplex, facilitando la comprensión de sus propiedades y aplicaciones. La designación UNS ofrece una referencia clara a la proporción de cromo y níquel en estos aceros, lo que es crucial para comprender sus características específicas y su comportamiento en diversas condiciones.

Tabla 1: Denominación y composición de algunos aceros inoxidables dúplex [19].

EN/UNS No.	Composición química (%peso)				
	Cr	Mo	Mn	Ni	N
Dúplex Ajustado 1.4162/S3 2101	19,5-22,0	0,1-0,8	4,0-6,0	1,0-3,0	0,15-0,25
Dúplex Estándar 1.4462/S3 1803	21,0-23,0	2,5-3,5	≤2,0	4,5-6,5	0,08-0,20
Súper dúplex 1.4410/S3 2750	24,0-26,0	3,0-5,0	≤1,2	6,0-8,0	0,24-0,32

Otro método de clasificación para los aceros dúplex se centra en una de sus propiedades, si no en la más crucial, que es su resistencia a la corrosión por picaduras. Este sistema clasificatorio se fundamenta en el contenido de elementos que son los principales responsables de esta capacidad para resistir la corrosión, tales como el cromo, molibdeno y nitrógeno. Este enfoque se basa en una serie de ecuaciones conocidas como PREN (*Pitting Resistance Equivalent Number*), siendo la más común de ellas la que se presenta a continuación [21].

$$\text{PREN} = \%Cr + 3,3(\%Mo) + 16(\%N)$$

Esta ecuación proporciona una guía útil para seleccionar aceros dúplex según las aplicaciones específicas. A partir de esta clasificación, se identifican las familias de aceros dúplex que actualmente están disponibles en el mercado. Estas se presentan en la tabla 2, junto con su correspondiente valor de PREN asociado.

Tabla 2: Clasificación de los grados de acero inoxidable dúplex según su PREN.

Denominación	PREN (%)	Acero ejemplo	Cr	Mo	Ni	N
Acero inoxidable dúplex ajustado	24	2101	21	0.3	1.5	0.22
Acero inoxidable dúplex estándar	32-36	2205	22	3	5.3	0.17
Acero inoxidable Super dúplex	40-45	2507	25	4	7	0.27

El nivel de resistencia a la corrosión de estos aceros en particular también lo podemos apreciar en la Figura 4 que muestra como es la velocidad de corrosión comparados entre ellos y otros tipos de aceros inoxidables.

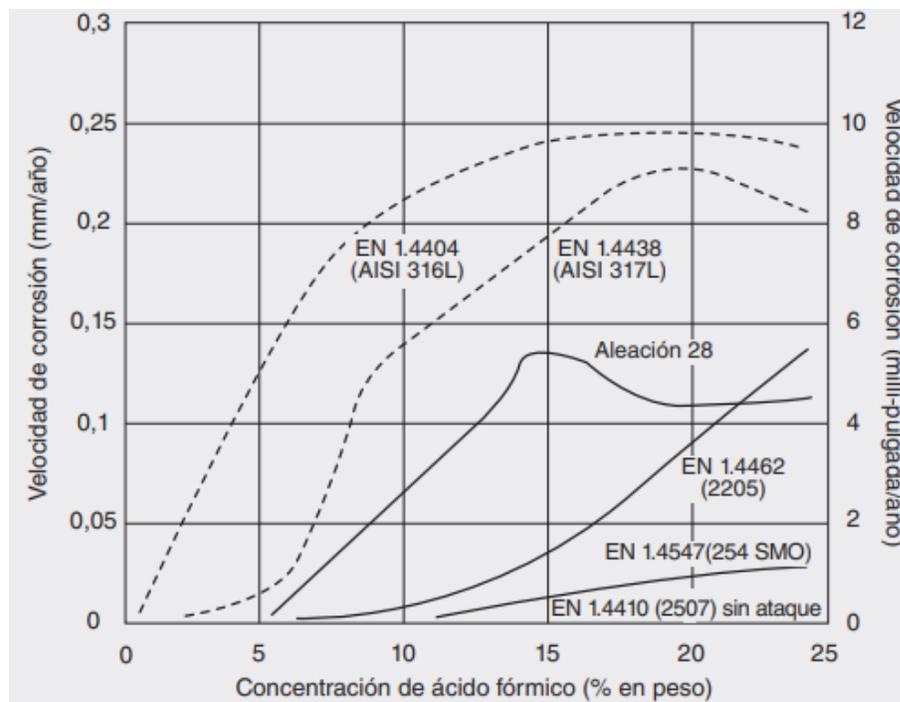


Figura 4: Corrosión de aceros inoxidables y austeníticos en mezclas de ácido fórmico [22].

2.2.4 Fases secundarias en aceros dúplex

Fase Sigma

La fase sigma, una fase intermetálica compuesta principalmente por cromo (Cr) y molibdeno (Mo), implica una disminución en la resistencia a la corrosión debido al empobrecimiento de estos elementos en las fases principales del acero [7]. Esta fase se forma en aceros dúplex en un rango de temperaturas entre 600 y 1000 °C, su fuerza impulsora para la precipitación y la cinética de crecimiento aumentan con los contenidos de Cr, Mo y Si. Su crecimiento se inicia en la interfase entre la ferrita y la austenita [23][24].

Es relevante destacar que el molibdeno también influye en la estabilidad de la fase sigma, ampliando su rango de existencia a temperaturas más elevadas. La concentración de níquel es otro factor clave, ya que su presencia puede aumentar la velocidad de crecimiento al ser un estabilizador de la fase austenita, lo que resulta en una disminución de la ferrita y una mayor concentración de Cr y Mo en la matriz ferrítica, favoreciendo la formación de la fase sigma [7].

Dada la propensión de los aceros dúplex a contener estos elementos, es crucial ejercer cuidado durante los tratamientos térmicos para prevenir la precipitación de la fase sigma. Se recomienda realizar enfriamientos rápidos mediante temple para evitar este fenómeno [25].

En estudios de aceros comerciales, se observa una formación preferente de fase sigma en los límites de grano α/γ y α/α' [26], penetrando en la fase ferrita, especialmente después de un recocido isotérmico a 750 °C durante 5 horas [26]. Esta precipitación aumenta con el tiempo de recocido, consumiendo aún más la fase ferrita debido a la alta difusividad de sus átomos a altas temperaturas. Esta situación puede resultar perjudicial para la tenacidad del material, y se destaca que la velocidad de precipitación se incrementa al acercarse a los 800 °C [27].

Nitruros de cromo

El Nitrógeno desempeña un papel fundamental en la estabilización de la austenita, contribuyendo tanto a mejorar la resistencia mecánica como la resistencia a la corrosión por picadura. No obstante, es crucial tener en cuenta que el nitrógeno promueve la precipitación de nitruros, los cuales se dividen en dos tipos: el nitruro cúbico CrN y el nitruro hexagonal Cr₂N. La precipitación de estos nitruros puede ocurrir mediante dos mecanismos distintos.

El primer mecanismo se asocia con condiciones de no equilibrio, surgiendo tras un enfriamiento rápido realizado post un tratamiento térmico que conduce a

una sobresaturación de nitrógeno en la ferrita [7]. Estas precipitaciones son comunes durante los procesos de soldadura [28].

El segundo mecanismo es de equilibrio, donde la precipitación tiene lugar en los límites de la interfase entre la ferrita y la austenita, así como en el interior de la austenita durante el recocido, generalmente en un rango de temperaturas de 700 a 1000°C [29]. Esta fase presenta los mismos efectos sobre el acero que la fase sigma en cuanto propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión se refiere ya que consumen el Cr la fase ferrita.

Estudios indican que en aceros super dúplex comerciales se observan partículas finas de Cr_2N en los límites α/α y α/γ en un recocido isotérmico a 750°C con tiempos superiores a 20 horas, lo que provoca un agotamiento del cromo en la fase ferrita [30]. Al realizar el recocido a 700°C, que es una etapa temprana en su rango de transformación, su estabilidad es menor y se observa a tiempos mayores de recocido.

Carburos de cromo

En los aceros dúplex, se observa la precipitación de dos tipos de carburos de cromo: M_7C_3 y M_{23}C_6 . Se ha notado que estos carburos M_7C_3 se forman en un rango de temperaturas que va desde los 950 hasta los 1050 °C en aleaciones con contenidos menores de Cr. Mientras que los carburos de tipo M_{23}C_6 se forman a temperaturas más bajas, específicamente entre los 550 y 950 °C en aleaciones con un contenido mayor de Cr [31], [32]. La precipitación más común es la de los carburos M_{23}C_6 por lo que se limitara la discusión a este tipo de carburos.

La precipitación de estos carburos ocurre principalmente en la interfase entre la ferrita y la austenita. cuyo crecimiento será en dirección de la austenita, consumiendo el cromo presente en la interfase. Este proceso conlleva a un empobrecimiento de cromo en la fase, dando lugar a la formación de una nueva fase denominada austenita secundaria a medida que avanza su crecimiento [19]. Este fenómeno se ilustra en la Figura 5, que muestra el proceso de crecimiento de los carburos M_{23}C_6 y la formación de la nueva fase. Estos carburos poseen una estructura cristalina centrada en las caras, con una morfología que varía durante su crecimiento iniciando con una morfología esferoidal y a mediada que crecen adoptan una morfología laminar o de platos [33] .

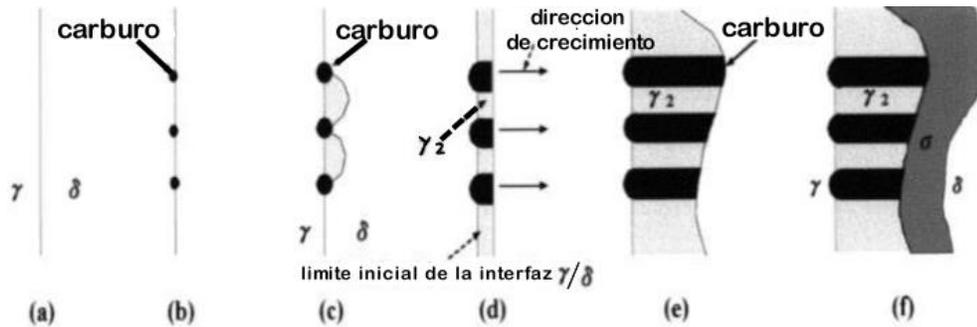


Figura 5: Esquema del crecimiento de carburos precipitados en la interfase γ/α [19].

La precipitación de carburos es mucho más propensa en aceros con contenidos de carbono superiores al 0,05% [33]. Por lo que la utilización de elementos que inhiban la formación de carburos perjudiciales como el Nb y Ti son necesarios en aleación con contenido de carbono superiores a los mencionados.

Estudios en aceros comerciales reflejan que esta fase precipita de manera más rápida que la fase sigma y considerando su tamaño significativamente pequeño estos pueden actuar como precursor de esta fase, actuando como sitios preferenciales para la precipitación de esta, por lo que debería presentar a tiempos cortos recocido, como a tiempos mayores donde se produzca una disolución de la fase sigma [34][35].

2.2.5 Propiedades mecánicas de aceros dúplex

Los aceros dúplex, gracias a su estructura de doble fase, exhiben un conjunto impresionante de propiedades mecánicas que incluyen el límite elástico, la resistencia a la tracción, el alargamiento a la fractura y la dureza.

Esto se debe a la combinación de la fase austenítica, que proporciona al acero una gran tenacidad, La resistencia al impacto proporcionada por la fase austenítica es tan notable que contribuye a retrasar la fractura por fraccionamiento de la ferrita. Es crucial destacar que la tenacidad de los aceros dúplex está fuertemente influenciada por las fases secundarias, ya que aquellas con temperaturas de precipitación relativamente bajas pueden provocar una disminución drástica en la tenacidad. Por lo tanto, es necesario realizar enfriamientos rápidos durante los tratamientos térmicos para evitar la descomposición de la ferrita y la precipitación de fases que afecten la tenacidad del material.

Por otra parte, la ferrita, que aporta una notable resistencia mecánica [7]. ya que posee una mayor resistencia que la austenita, Sin embargo, este aspecto no es tan simple, ya que la resistencia a la tracción depende en gran medida del tamaño de grano [9].

En algunos casos, en los aceros dúplex, la resistencia a la tracción puede provenir no solo de la ferrita sino también de la austenita, aunque esta última presenta mayor ductilidad. Esto ocurre especialmente en aceros aleados con nitrógeno, donde la austenita es rica en este elemento, experimentando endurecimiento por la solución sólida que forma. Por estas razones, para tener un control preciso sobre la resistencia a la tracción en los aceros dúplex, es necesario gestionar tanto el tamaño de grano como la presencia de elementos intersticiales como el nitrógeno. De esta manera, se logra que la resistencia a la tracción dependa principalmente de la fase ferrítica [7].

Esta sinergia entre las dos fases confiere a los aceros dúplex una versatilidad excepcional y los hace aptos para una amplia variedad de aplicaciones. Estas propiedades mencionadas en conjunto destacan por ser superiores a las de otros aceros inoxidable como se muestra en la tabla 3.

Tabla 3: Propiedades mecánicas y de dureza de algunos aceros inoxidables [7].

Aceros		$R_{p0.2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (%)	Dureza (HB)
Ferríticos	S40900	205	380	20	179
Austeníticos	S31603	170	485	40	217
	S31200	450	690	25	293
Dúplex	S32550	550	760	15	302
	S32900	485	620	15	269

2.2.6 Resistencia a la corrosión en aceros dúplex

Una de las principales características de los aceros dúplex es su excelente resistencia a la corrosión, especialmente a la corrosión localizada. Esta resistencia es comparable o superior que la de los aceros austeníticos en diversos ambientes ya sea agua de mar, o ambientes con alto contenido de sulfuros y cloruros.

Resistencia a la corrosión localizada

La resistencia a la corrosión por picaduras o localizada en este tipo de aceros está ligada a su composición química. Haciendo énfasis en sus contenidos de Cr, Mo y N que permiten calcular como ya se ha mencionado previamente el índice PREN.

Este tipo de corrosión puede afectar a los aceros dúplex debido a la ruptura de la capa pasiva producto de la presencia de iones agresivos o de defectos en el acero como pueden ser inclusiones o fases secundarias, profundizando en este punto se puede mencionar que proceso de corrosión se desarrolla en dos etapas nucleación y propagación o crecimiento.

La nucleación de los picados se produce de manera heterogénea principalmente en los sectores mencionados anteriormente como lo son las inclusiones o fases secundarias, donde se puede producir una ruptura de la capa pasiva. Existen tres mecanismos que se han establecido para la nucleación de picaduras los cuales son rotura, absorción y penetración.

Rotura

Este mecanismo propone la existencia de defectos en la capa pasiva que permiten un acceso a los aniones para la formación de campos eléctricos [36], generando una disminución de la tensión superficial de la capa, lo cual genera un aumento en la presión sobre la capa y ocasiona su ruptura.

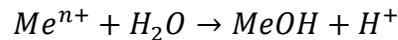
Absorción

Este mecanismo considera la absorción de iones agresivos en lugares energéticamente preferentes los cuales comúnmente son defectos cristalinos como dislocaciones. Estos iones son suficientes para causar un desplazamiento o reducción de la capa protectora de óxido [37] facilitando la migración de cationes.

Penetración

Este mecanismo se ha planteado de distintas maneras, sugiriendo que ocurre una difusión de cationes de la interfase metal capa a la interfase capa electrolito. Lo cual genera vacancias en el metal, las cuales se acumulan hasta que se produce un derrumbamiento de la capa pasiva. Por otra parte, se ha planteado que los iones agresivos pueden penetrar la capa, generando una capa contaminada la cual es mucho más conductora ocasionando que este alcance valores críticos de potencial que ocasionan su ruptura [38].

Una vez establecido los mecanismos de nucleación se debe plantear como ocurre la propagación de picadura. Esto ocurre debido a una reacción de hidrólisis que ocurre entre los iones metálicos y la solución la cual genera una disminución del pH en el sector de la picadura. El proceso se puede observar en la siguiente ecuación.



Esto genera la agresividad del electrolito sea mayor en el área de la picadura lo que conlleva a que se produzca la siguiente reacción dentro de esta $2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$. Mientras que en el resto de la aleación se produce la siguiente reacción $O_2 + H_2O + 4e^- \rightarrow 4OH^-$, esto genera una convivencia de áreas pasivas y activas en el metal que facilita la propagación de picadura.

Resistencia a la corrosión intergranular

La corrosión intergranular puede presentarse en ambientes con presencia de iones agresivos. Producto de enfriamientos no controlados o sometimiento de los aceros a altas temperaturas, por tiempos que permitan la precipitación de fases como carburos de cromo, que generen un empobrecimiento de Cr en las interfases. Lo cual genera zonas donde la capa pasiva es débil entre granos y sea susceptible a iones agresivos. Este tipo de corrosión es común en aceros inoxidable sometidos a soldadura, este caso no es aplicable a aceros dúplex los cuales serán susceptibles a la corrosión intergranular solo si estos fueron sometidos a tratamientos térmicos o condiciones de trabajo que generen la precipitación de fases secundaria [39].

Fundamentos para investigación

Finalmente, para este estudio, se utilizó como material de estudio un acero superdúplex modificado basado en un acero SAF-2507 SDSS (UNS32750) producido mediante fusión por inducción. Utilizando para esto chatarra de acero inoxidable AISI 329 y ferroaleaciones, con el objetivo de incentivar la economía circular en la producción aleaciones. En las modificaciones realizadas al acero destaca que se utilizó niobio debido a la alta cantidad de carbono (0,065%) producto de utilización de chatarra, este se utilizó con el objetivo de mitigar la presencia y sensibilización que provocan los carburos de cromo, evitando también la posible formación de pilas galvánicas. El estudio consistió en la instigación de la cinética de la transformación de fases a 700°C al tratarse de una temperatura crítica para la formación de fases altamente perjudiciales como lo es la fase sigma. Teniendo como objetivo principal el comparar la evolución de la cinética de fases y propiedades respecto a las aleaciones SAF-2507.

3. Hipótesis

La formación de fases secundarias del acero superdúplex modificado con niobio producido a partir de chatarra mediante horno de inducción en atmósfera controlada será similar a la del acero comercial 2507 dado que los elementos que promueven la formación de fase sigma y otras fases secundarias se encuentran en cantidad similar en ambas aleaciones, y por lo tanto serán similares también sus propiedades mecánicas y comportamiento frente a la corrosión.

4. Objetivos

Objetivo general:

Evaluar el efecto de la evolución de fases inter metálicas (sigma, chi, nitruros y otras) en las propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión en aceros inoxidables super dúplex expuesto a tratamiento isotérmico a 700°C durante diferentes periodos de tiempo y comparar su comportamiento con la aleación de referencia 2507.

Objetivos específicos:

- Producir la aleación SDSS-Nb (patentada) mediante chatarra preclasificada y ferroaleaciones en horno de inducción en atmósfera de argón y aplicar tratamiento térmomecánico adecuado para la obtención de las propiedades mecánicas y comportamiento frente a la corrosión en ambientes de agresivos más optimas.
- Evaluar el cambio microestructural y su incidencia en las propiedades mecánicas y comportamiento frente a la corrosión localizada de la aleación SDSS-Nb tratado isotérmicamente a 700°C en dos diferentes tiempos de exposición.
- Comparar el comportamiento mecánico y la resistencia a la corrosión de la aleación SDSS-Nb en relación con aleaciones comerciales como 2507 en similares condiciones de temperatura y tiempo, determinando si es viable la producción mediante economía circular.

5. Método Experimental

5.1 Producción de la aleación

La producción de esta aleación se realizó en base a estudios basados en proyectos de título de pregrado anteriores [40][41]. Para ello se determinó la cantidad de ferroaleaciones a utilizar (tabla 4). Lo cual permitió alcanzar la composición deseada para la aleación (tabla 5).

Una vez que se determinaron las masas requeridas para cada ferroaleación, se llevó a cabo su pesaje utilizando una balanza electrónica. Posteriormente, se almacenaron las ferroaleaciones para su preparación destinada a la fundición. Para acondicionar las ferroaleaciones, se aplicó un proceso de secado utilizando un horno de calentamiento y secado Heraeus UT 12. El propósito de este paso fue eliminar la humedad y prevenir posibles complicaciones durante el proceso de fundición de la aleación.

Tabla 4: Cargas necesarias para la producción de aleación.

Aleantes	Cu puro	Ni Puro	FeCr	FeMo	FeNb	D1EXP	329	Mn electrolítico
Carga (g)	9.1	140	230	229	19.8	1037.6	4369.3	100

Tabla 5: Composición deseada para la aleación.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Cu	Nb	Fe
0,07	0,4	3	0,01	0,01	26.5	8	4	0,15	0,7	0,25	Bal

5.1.1 Preparación de la lingotera

La fundición de la aleación se llevó a cabo en una lingotera, la cual fue lijada y posteriormente pintada con una solución de escoria en agua. Este proceso se realizó mediante el uso de un soplete con gas licuado (ver Figura 6-a), con el objetivo de crear una capa protectora que evitara la adherencia de la aleación a la lingotera durante la solidificación. La etapa final implicó la aplicación de calor nuevamente mediante un soplete a la lingotera para reducir la diferencia de temperatura entre esta y la aleación fundida al verterla, evitando posibles problemas en la producción de la aleación.

La fundición de la aleación se llevó a cabo en un horno de inducción al vacío-argón InductoTherm. Para la fundición de las ferroaleaciones determinadas, se realizó la colada en la lingotera metálica previamente preparada. La fundición se realizó a 1400 °C bajo una atmósfera controlada de argón. El lingote resultante se muestra en la Figura 6-b.

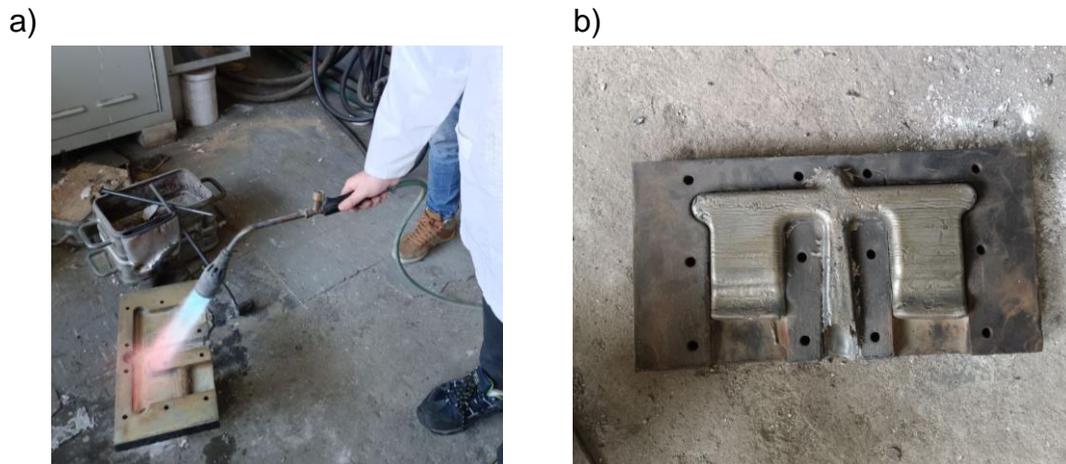


Figura 6: a) Pintado y sopleteado de la lingotera b) Lingotes de la aleación obtenida.

5.1.2 Tratamiento térmico

Los lingotes resultantes fueron divididos en tres segmentos cada uno mediante una cortadora abrasiva, lo que proporcionó un total de seis piezas. Estas piezas se sometieron a un recocido de solubilización a una temperatura de 1100 °C y se laminaron utilizando una laminadora automática para reducir su espesor en un 50%. Posteriormente, se llevó a cabo un tratamiento de homogeneización a 1100 °C por un tiempo de 1.5 h por 25,4 mm de espesor con el fin de evitar la formación de fases secundarias, seguido de un templado en agua. Todos los tratamientos térmicos se llevaron a cabo en un horno de resistencia eléctrica Nabertherm LH 30(Figura 7-a). Las piezas resultantes se presentan en la Figura 7-b.

Adicionalmente, se seleccionaron dos de las piezas obtenidas para someterlas a tratamientos de recocido isotérmico a 700°C, con duraciones de 4,5 y 17 horas, respectivamente, con el propósito de inducir la precipitación de fases secundarias en ellas.

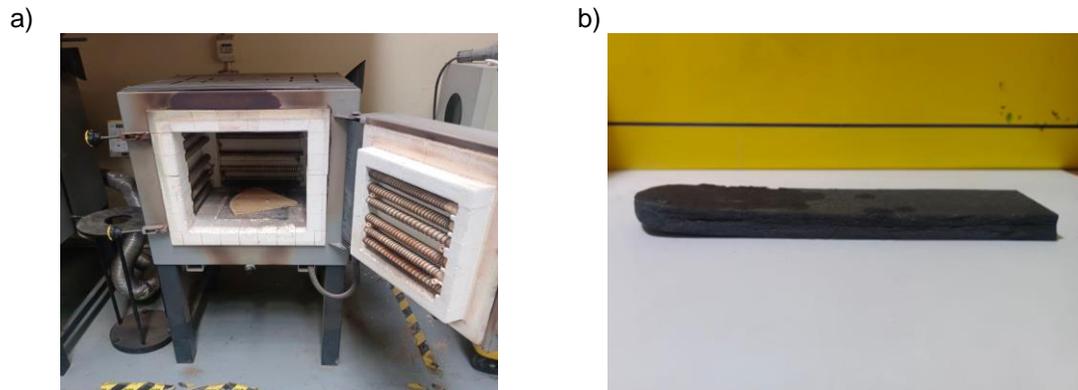


Figura 7: a) Horno de resistencia eléctrica Nabertherm b) Pieza obtenida de laminación.

5.2 Caracterización química

5.2.1 Análisis químico

La composición química se determinó mediante espectroscopía de emisión óptica utilizando el espectroscopio SpectroMax x. Las mediciones se realizaron en una muestra de la colada.

5.3 Caracterización microestructural

5.3.1 Difracción de rayos X (DRX)

Se aplicó la técnica de difracción de rayos X para identificar las estructuras cristalinas presentes en el acero bajo diversos tratamientos térmicos. Con este fin, las muestras analizadas se prepararon con dimensiones de 1x1x0,1 cm (Figura 8-a), obtenidas mediante una máquina de corte Mecatome t210 (Figura 8-b).

Durante el estudio, se configuraron los siguientes parámetros: un rango de medición 2θ que abarcó desde 40° hasta 90° , utilizando radiación de $\text{Cu K}\alpha$ filtrada con una tensión de 40 kV y una corriente de 20 mA. El paso angular se ajustó según los requisitos del análisis Rietveld. La evaluación de los datos recopilados se llevó a cabo mediante el software Xpert Highscore.

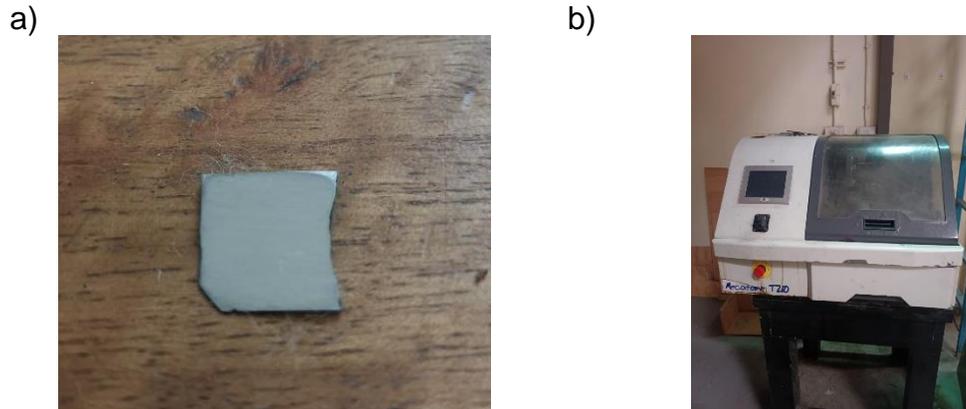


Figura 8: a) Muestra para análisis DRX b) Máquina de corte Mecatome.

5.3.2 Microscopía óptica

Para evaluar la microestructura en el acero sometido a diferentes tratamientos térmicos, se embutieron muestras en baquelita (ver Figura 9-a) utilizando una briquetadora Buehler Simplimet 1000. Estas muestras fueron sometidas a un proceso de desbaste con lijas de carburo de silicio (SiC) de granulometría 340, 320, 400 y 600. Posteriormente, se pulieron hasta alcanzar una superficie espejo mediante el uso de alúmina y agua en una pulidora Mecatech 264. La microestructura se reveló a través de un proceso de ataque electroquímico, que consistió en sumergir las muestras en una solución al 30% de KOH, aplicando 9V durante 2 segundos. Este procedimiento permitió identificar las fases presentes en las muestras.

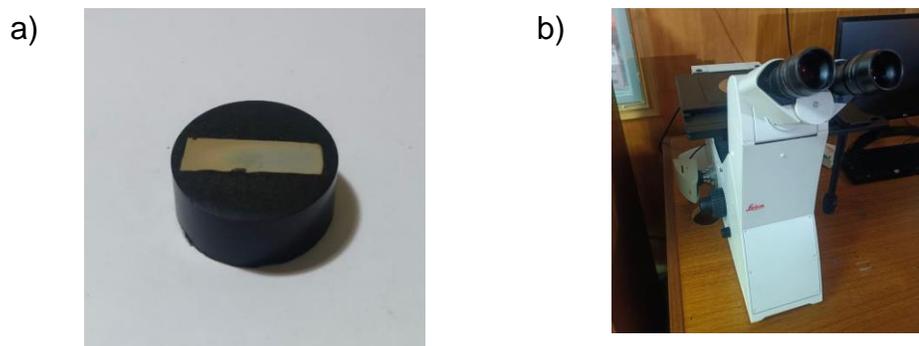


Figura 9: a) Muestra montada en baquelita b) Microscopio óptico Leica DMI8.

Además, para una mejor apreciación de la fase sigma presente, se llevó a cabo un segundo ataque según el inciso 104 de la norma ASTM 407. Este implicó el uso de una solución de $\text{HNO}_3 + \text{HCl}$ + agua destilada, aplicada a la superficie durante 2 minutos. Las muestras fueron observadas mediante un microscopio óptico Leica DMI8 (Figura 9-b), y las micrografías se obtuvieron utilizando el software Leica Application Suite.

5.3.3 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Para el análisis mediante microscopía electrónica, se utilizaron las mismas muestras obtenidas anteriormente. Se les aplicó un recubrimiento conductor en la zona de la baquelita para facilitar el análisis. El estudio se llevó a cabo con un microscopio SEM JEOL JSM-6380LV, obteniendo imágenes de electrones secundarios y electrones retro dispersos. La distancia de trabajo varió según la altura de la baquelita de la muestra, con un spotsize de 40. Además, se realizaron mediciones puntuales y mapeo con el sistema SEM-EDS, utilizando las mismas distancias con un spotsize de 60.

5.4 Caracterización electroquímica

5.4.1 Polarización cíclica

Las pruebas potencio-dinámicas se llevaron a cabo con el objetivo de evaluar la resistencia a la corrosión de la aleación. Para este propósito, se prepararon muestras que fueron embutidas en resina y sometidas a un proceso de desbaste con lijas de carburo de silicio (SiC) de granulometría 240, 330, 400 y 600. Este procedimiento tenía como finalidad nivelar la superficie y eliminar defectos. Posteriormente, se perforó un costado de cada muestra utilizando una broca de cobalto diseñada para aceros inoxidable, y se conectó un cable de cobre en esta área. La superficie de conexión se selló con resina epoxi para prevenir filtraciones que pudieran afectar las mediciones (ver Figura 10-a).

Además, se aplicó un esmalte en los bordes de la superficie de trabajo para evitar la producción de crevice. Los ensayos se llevaron a cabo montando una celda dentro de una jaula de Faraday (Figura 10-b) utilizando una configuración de tres electrodos. Estos electrodos consistieron en un electrodo de referencia de calomel saturado y un contraelectrodo de platino. Para realizar las mediciones, se utilizó un potencióstato VersaStat 3, y la visualización de los datos se efectuó a través del software VersaStudio. Los ensayos de CPP se realizaron en un rango de -0.35 mV a 1.40 mV (frente a SCE) y una velocidad de barrido de 1 mV/s en solución acuosa de NaCl al 3.5%. Se definió el potencial de corrosión cuando la

densidad de corriente alcanza los $100 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ se acuerdo a lo indicado por la norma ASTM G100-89

a)



b)



Figura 10: a) Montaje de pieza con resina epoxi b) Montaje de electrodos para ensayos de corrosión.

5.4.2 Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)

La técnica de Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS) se llevó a cabo para evaluar la estabilidad de la película pasiva sobre la superficie de la muestra. En primer lugar, se determinó el potencial mediante un ensayo de circuito abierto con una duración de 3600 segundos. A continuación, se aplicó la EIS en un rango de frecuencia que comprendió entre 10^5 y 10^{-2} Hz, con una amplitud de 10 mV, utilizando soluciones acuosas de NaCl al 3.5% a temperatura ambiente donde los valores de potencial se expresan en función del electrodo de calomel saturado.

5.4.3 Reactivación potenciodinámica electroquímica de doble bucle

Se llevaron a cabo ensayos de DLEPR para estudiar el grado de sensibilización del acero, tanto antes como después del tratamiento térmico. La solución utilizada para estos ensayos consistió en una mezcla de 2M H_2SO_4 , 0.01M KSCN y 2M HCl. Durante el procedimiento de DLE-PR, se sumergió inicialmente el electrodo de trabajo en la solución, aplicando un potencial de -0.9 V (SCE) durante 10 segundos para eliminar la película de óxido formada por la exposición al aire. Posteriormente, se polarizó anódicamente el electrodo de trabajo desde el Potencial de Circuito Abierto (OCP) hasta un potencial de +0.4V (SCE) a una velocidad de 1.5 mV/s para determinar la zona de exploración

directa. Finalmente, se invirtió la dirección de exploración de nuevo a OCP con la misma velocidad de exploración para la determinación de la zona de exploración inversa. Al concluir cada prueba, se realizó un análisis microestructural mediante microscopía óptica (MO) para evaluar el grado de ataque de corrosión intergranular. Se determinó la relación entre la corriente de reactivación (i_r) y la corriente de activación (i_a) con el objetivo de medir el grado de sensibilización ($\%DOS = I_r/I_a \times 100$).

5.5 Caracterización mecánica

5.5.1 Ensayo de tracción y compresión

Se llevaron a cabo ensayos de tracción y compresión para determinar la resistencia a la deformación del acero. En el caso del ensayo de tracción, se fabricaron probetas según la norma DIN 53455, con un diámetro de 4 mm y una métrica de 6 mm. Asimismo, se realizó un ensayo de compresión tanto al acero con recocido de solubilización como a las muestras sometidas a diferentes tiempos de recocido isotérmico. Estas probetas fueron cilíndricas, con un diámetro de 7 mm y una altura de 10 mm, fueron ensayadas en un equipo INSTRON 8801.

5.5.2 Ensayo de dureza

Se realizaron ensayos de dureza en muestras planas de cada tratamiento térmico para evaluar la influencia de las fases intermetálicas en la dureza de la aleación. Estas muestras fueron sometidas a mediciones de dureza mediante un equipo Leco, realizando cinco mediciones por muestra en distintas zonas. Posteriormente, se calculó un promedio de estos valores. La máquina se ajustó para llevar a cabo mediciones de dureza Rockwell C.

6. Análisis y Discusión de Resultados

6.1 Producción de la aleación

6.1.1 Simulación termodinámica

la simulación termodinámica a través del software Thermo-Calc, realizada por estudios anteriores, permitió estimar las fases en equilibrio de la aleación producida [40], tanto para el tratamiento de solubilización como para el recocido isotérmico. En la Figura 11 se presenta el diagrama de fases obtenido para la aleación, destacando el recocido de solubilización a 1100 °C.

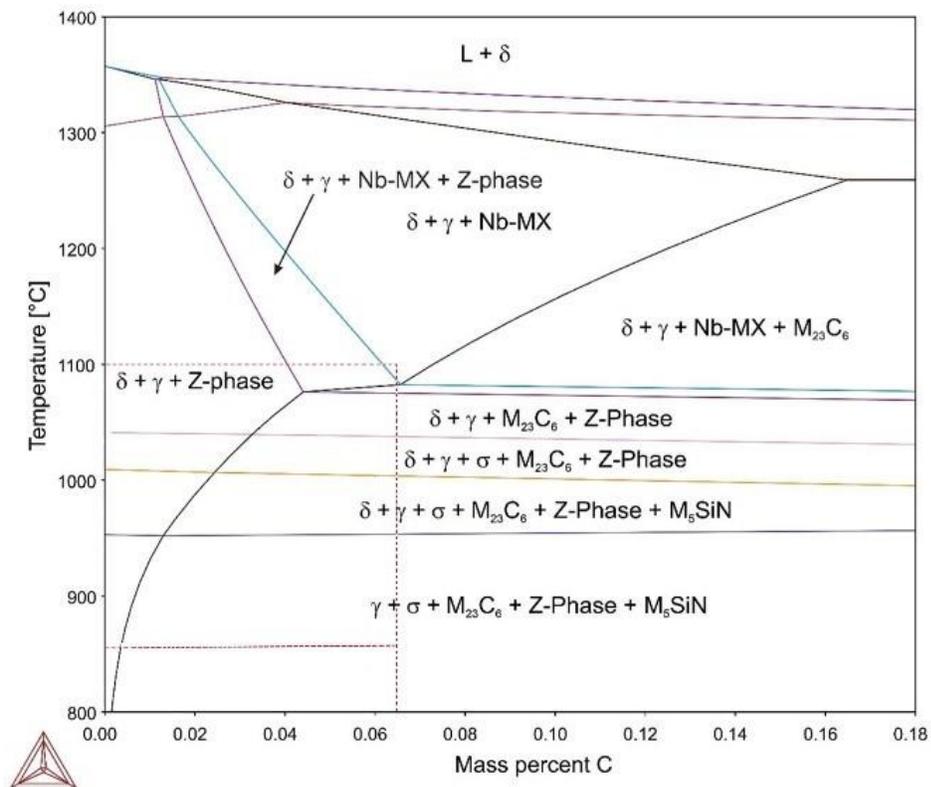


Figura 11: Diagrama de fase para SDSS-Nb.

Aunque la composición se desvía de la composición ideal para los aceros dúplex, que consiste en un equilibrio de 50% para cada fase, aún se encuentra

dentro del rango aceptable. Este rango se define como una proporción mínima de 70/30.

La (Figura 12) presenta los resultados de las fracciones volumétricas, donde se identificaron fases secundarias como la fase σ , fases laves, fase Z y carburo M23C6. Estas fases se forman en tiempos de recocido isotérmico entre los 500 y 1100 °C, destacándose principalmente a 700 °C la formación de la fase sigma. Cabe resaltar que el uso de Nb con el objetivo de controlar el C disuelto en la solución sólida, para prevenir la formación de carburos de Cr. El Nb incita la formación de carburos de Nb y fases Z, reduciendo la fuerza impulsora para la formación de M23C6. Se observa que las fases Nb-MX ya no son estables termodinámicamente, lo que sugiere su disolución para la formación de fase Z. Los resultados de las fracciones volumétricas obtenidas para un recocido isotérmico a 700 °C se detallan en la Tabla 6, donde también se aprecia el agotamiento total de la fase ferrita debido al crecimiento de las fases secundarias.

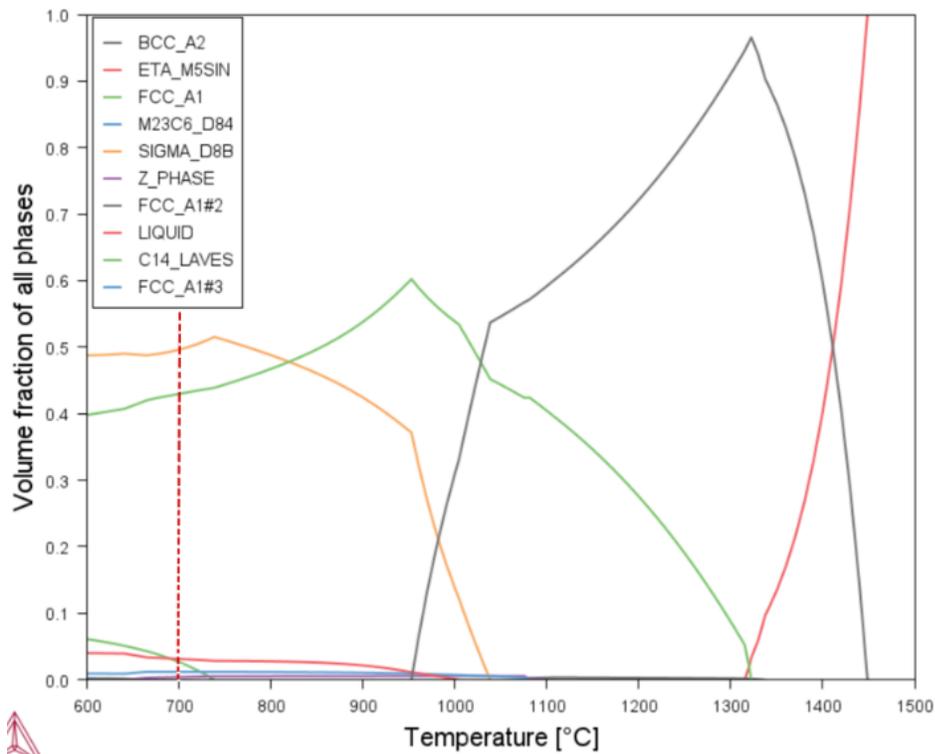


Figura 12: Diagrama de equilibrio de fases para SDSS-Nb

Tabla 6: Fracción volumétrica y composición de fases aleación con tratamiento de recocido isotérmico a 700°C.

	Austenita	Sigma	Fases laves	Z	M ₂₃ C ₆	M5SiN	Ti-MX
Fracción volumétrica (%)	47,509	44,752	3,752	0,295	1,299	0,025	0,019
Fe (%)	66,5	51,3	44,9	44,9	6,17	1,84	--
Cr (%)	15,11	40,93	20,75	29,22	62,05	36,33	0,04
Ni (%)	11,6	2,97	0,83	--	0,1	26,72	--
Mo (%)	0,31	1,95	30,62	0,06	9,3	6,52	--
Mn (%)	3,27	2,59	0,18	--	0,1	--	--
Si (%)	1,88	0,18	0,07	--	--	14,28	--
Cu (%)	1,25	--	0,31	--	--	--	--
N (%)	--	--	--	31,25	--	14,28	46,73
C (%)	0,003	--	--	--	20,69	--	3,27
Nb (%)	0,003	0,004	2,26	23,45	--	--	1,02
Ti (%)	--	--	--	--	--	--	48,67
V (%)	0,003	0,09	--	10,8	1,49	--	0,26

En el análisis de las fracciones volumétricas, se observa que la fase sigma constituye la fase secundaria con el mayor porcentaje después de la fase austenita. Su crecimiento implica el consumo de elementos clave de la fase ferrita, como el cromo (Cr) y el molibdeno (Mo). Esta fase sigma tiende a tener un efecto sobre las propiedades mecánicas de la aleación aumentando la dureza y la resistencia mecánica, pero disminuyendo la tenacidad y porcentaje de deformación. También tiene un efecto sobre su resistencia a la corrosión localizada la cual se ve disminuida. Además, se detecta la presencia de otras fases secundarias en proporciones mucho menores, como las fases laves y los carburos M₂₃C₆. Se espera que los carburos tengan un comportamiento similar a la fase sigma en términos de las propiedades de la aleación, mientras que fases como la Ti-MX deberían contribuir a mejorar tanto las propiedades mecánicas como la resistencia a la corrosión. No obstante, su proporción es baja en comparación con la fase sigma, por lo que su efecto podría no ser significativo.

Estos resultados necesitarán ser corroborados mediante ensayos detallados de difracción de rayos X en etapas posteriores. En estos ensayos, se espera que cualquier fase que supere el 3% de contenido sea claramente identificable.

6.2 Caracterización química

6.2.1 Composición química

El análisis químico llevado a cabo permitió determinar la composición química de la aleación, como se presenta en la Tabla 7. Se observa una significativa coincidencia con la aleación objetivo-propuesta en la Tabla 5. Las diferencias mínimas incluyen una reducción del contenido de carbono en un 0,005%, que podría asociarse a la disolución del material base utilizado. También se aprecia un ligero aumento en el contenido de silicio y una pequeña disminución en el contenido de cromo, la cual podría ser compensada mediante un aumento en el contenido de molibdeno para mantener el equilibrio de la estructura bifásica.

Tabla 7: Composición final del Acero producido.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Cu	Nb	Fe
0,065	0,689	2,71	0,023	0,018	26,42	8,06	4,08	0,121	0,699	0,254	Bal.

Utilizando la composición química obtenida se realizó el cálculo del PREN correspondiente a la aleación obteniendo el siguiente resultado:

$$\text{PREN} = \%Cr + 3,3(\%Mo) + 16(\%N) = 26,42 + 3,3 \times (4,08) + 16 \times (0,121)$$

$$\text{PREN} = 41,82$$

El resultado obtenido corrobora que la aleación producida se trata de un super dúplex como era deseado.

6.3 Caracterización microestructural

Según lo establecido en el método experimental, se obtuvieron tres muestras diferentes que se procedieron a caracterizar. Estas muestras fueron T0, correspondiente a la condición inicial después de los tratamientos de laminación y recocido de disolución; T1, sometida a un recocido isotérmico a 700°C durante 4,5 horas después del recocido de disolución; y T2, que experimentó un recocido isotérmico a 700°C durante 17 horas. La caracterización microestructural incluyó la clasificación de inclusiones y la identificación de posibles fases presentes en

la aleación mediante técnicas de caracterización microscópica. Estos resultados se detallarán por tiempos y técnicas utilizadas.

6.3.1 Caracterización microestructural condición inicial (T0)

6.3.1.1 Nivel de inclusiones

Se examinó el nivel de inclusiones no metálicas en la matriz, como se muestra en la microscopía óptica de la Figura 13. Se observa que el nivel de inclusiones en la muestra T0 es notable. En cuanto a la clasificación mediante la norma ASTM-45 [42], se determinó que son oxido globulares con una severidad de D4 para la serie fina. Utilizando el software ImageJ, se calculó que el diámetro promedio de la inclusión es de 2,62 μm . Estos niveles de inclusiones se atribuyen al acero base utilizado para la fundición de la aleación, así como a las ferroaleaciones utilizadas.

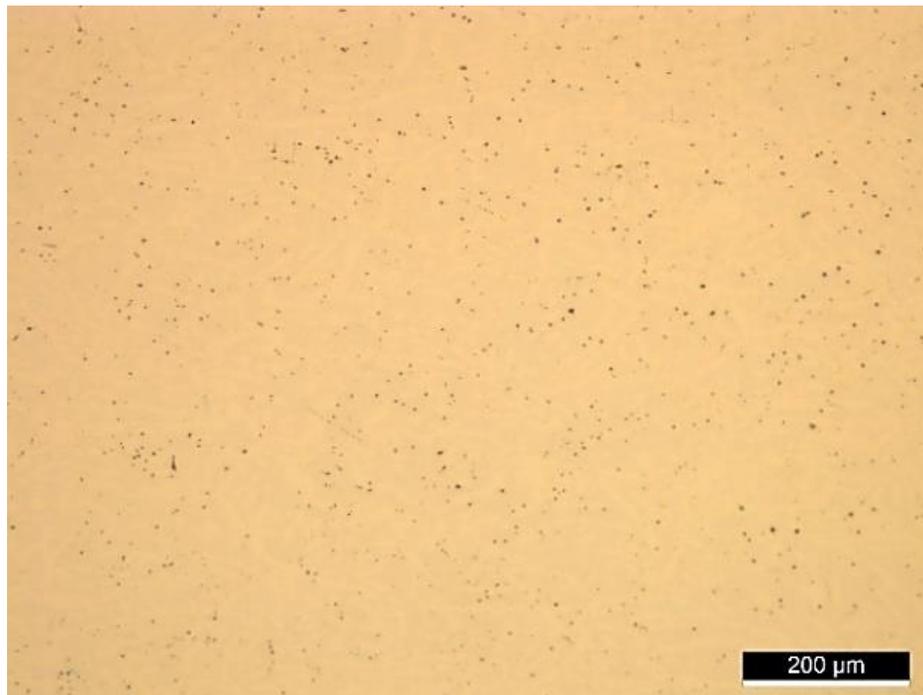


Figura 13 Imagen de microscopía óptica sin ataque de T0

6.3.1.2 Microscopía óptica

En la micrografía óptica presentada en la figura 14, se puede observar la microestructura obtenida en la muestra T0. Esta microestructura consta de islas de austenita atacadas en tonalidad clara, incrustadas en una matriz de ferrita atacadas en tonalidad más oscura, sin otros precipitados secundarios. Se aprecia una estructura isotrópica del grano, lo cual es resultado del corte realizado en la sección transversal. Utilizando el software ImageJ, se midió la proporción de austenita y ferrita, obteniendo una composición de $31,8 \pm 2,1$ % de austenita y $67,2 \pm 2,9$ % de ferrita esto dista de lo informado por Kim [43] que revela un porcentaje de 55% de austenita y 45% de ferrita en aleaciones 2507. Además, se midió el tamaño relativo de la austenita, obteniendo un tamaño de $88,315 \pm 1,8$ μm .

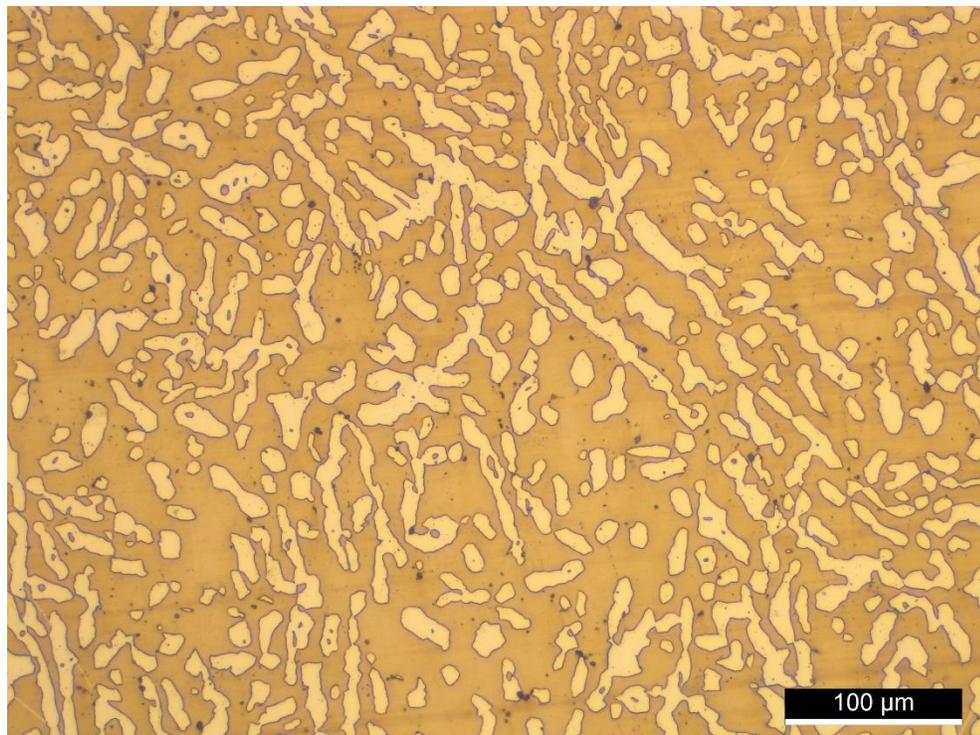


Figura 14: Imagen microscopía óptica de T0 200x.

6.3.1.3 Microscopía electrónica de barrido

Para llevar a cabo un análisis más detallado de la microestructura, se empleó microscopía electrónica de barrido. En la Figura 15, se presenta el mapeo

de elementos realizado con el sistema SEM-EDS donde se puede apreciar que la austenita presenta una tonalidad verde producto del alto contenido de níquel el cual se identificó mediante este color. La ferrita presenta una tonalidad similar al morado producto del contenido de Cr y Mo los cual se identificaron mediante el color rojo y azul respectivamente. Además, se pueden apreciar los oxido identificados previamente los cuales toman una tonalidad azul debido a su alto contenido de Mo. El análisis EDS, en particular, permitió la obtención de la composición química de las fases de ferrita y austenita, como se detalla en la Tabla 8.

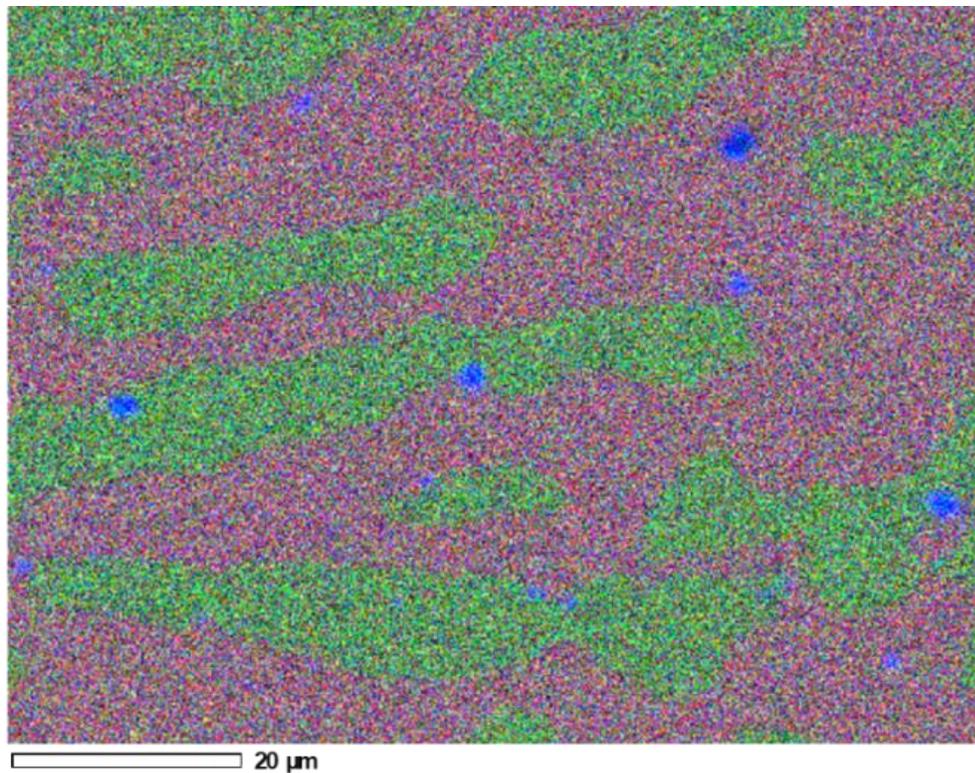


Figura 15: Imagen microscopía SEM de T0 1500x

Tabla 8: Composición química elemental y caracterización de fases.

Fase	Fe	Si	Cr	Mn	Ni	Cu	Nb	Mo
Austenita	59.05	0.62	22.00	2.88	11.26	1.20	0.10	2.89
Ferrita	56.94	0.81	27.38	2.42	7.24	0.69	0.01	4.50
Oxido globular	7.86	0.72	17.23	45.72	1.16	nd	3.22	24.09

Al comparar los resultados con aleaciones comerciales SAF 2507 [44], se observa que el contenido de Cr es similar tanto en la ferrita como en la austenita de la aleación. No obstante, se destaca que el contenido de Ni es mayor en T0, lo cual sugiere una potencial mejora en la resistencia a la corrosión y propiedades mecánicas, dadas las propiedades anticorrosivas y de mejora de la tenacidad del níquel. Asimismo, T0 presenta un contenido de Mo similar, indicando una contribución comparable al proporcionado por el níquel, lo que sugiere un posible mejor rendimiento de la aleación producida. La microestructura también muestra similitudes cuando se considera el corte transversal.

Es importante considerar la posibilidad de formación de pilas galvánicas en aceros dúplex para que esto ocurra la proporción de Cr entre la ferrita y austenita debe ser significativamente diferente. Al observar la tabla 8 se puede apreciar que en este caso no hay una gran diferencia en el contenido de Cr de las fases por lo cual no debería ocurrir formación de pilas galvánicas esto podrá corroborarse con los ensayos de corrosión detallados posteriormente mayor.

6.3.1.4 Difracción de rayos X (DRX)

Para validar las fases identificadas, se llevó a cabo un ensayo de difracción de rayos X. Al analizar la Figura 16 y calcular los parámetros de red (Tabla 9), se pudieron identificar las fases presentes en T0. Este análisis se realizó utilizando el software HighScore Plus, revelando la presencia de 6 picos característicos: tres asociados a la austenita (γ) con ángulos de fase de 43.28° , 50.41° y 74.05° (PDF-98-005-3803), y tres correspondientes a la ferrita (α) con ángulos de fase de 44.34° , 64.50° y 81.62° (PDF-98-018-0970).

Según la literatura, la austenita tiene una estructura cristalina cúbica centrada en las caras, mientras que la ferrita presenta una estructura cúbica centrada en el cuerpo. Ambas estructuras son cúbicas, lo que implica que ambas tienen un único parámetro de red (a). Los valores teóricos para este parámetro son de $3,647 \text{ \AA}$ para la austenita (γ) y $2,863 \text{ \AA}$ para la ferrita (α) [45].

La Tabla 9 presenta los resultados obtenidos para el parámetro de red experimental y la desviación estándar calculados en base a la distancia interplanar. Es destacable observar que los valores de desviación son inferiores a 1 %, indicando que se corresponden estrechamente con los valores teóricos de los parámetros de red del cristal. Esta cercanía sugiere con confianza que las fases identificadas son las que se creen, respaldando así la precisión de los resultados del ensayo de difracción de rayos X.

Finalmente, los resultados del análisis se corresponden con estudios realizados en aleaciones comerciales de Kashiwar[46] y Liqiu Guo [47], donde se

observa que los patrones de difracción en aceros dúplex 2205 y SAF 2507. Los cuales presentan picos de ferrita y austenita en planos iguales a los planteados y con grados similares, con la única diferencia en la intensidad de dichos picos. Lo cual puede justificarse debido al porcentaje de ferrita y austenita presente en las aleaciones, siendo mayormente austenita en aleaciones comerciales, a diferencia de la aleación producida donde predomina la fase ferrita.

Tabla 9: Calculo para parámetros de red para T0.

Fase	2θ	h	k	l	Distancia interplanar	Parametro de red	desviacion
Austenita	43,28	1	1	1	2,089 Å	3,618 Å	0,0077
	50,41	2	0	0	1,809 Å	3,618 Å	0,0077
	74,05	2	2	0	1,279 Å	3,619 Å	0,0076
Ferrita	44,28	1	1	0	2,044 Å	2,891 Å	0,010
	64,5	2	0	0	1,443 Å	2,887 Å	0,0093
	81,62	2	1	1	1,178 Å	2,887 Å	0,0097

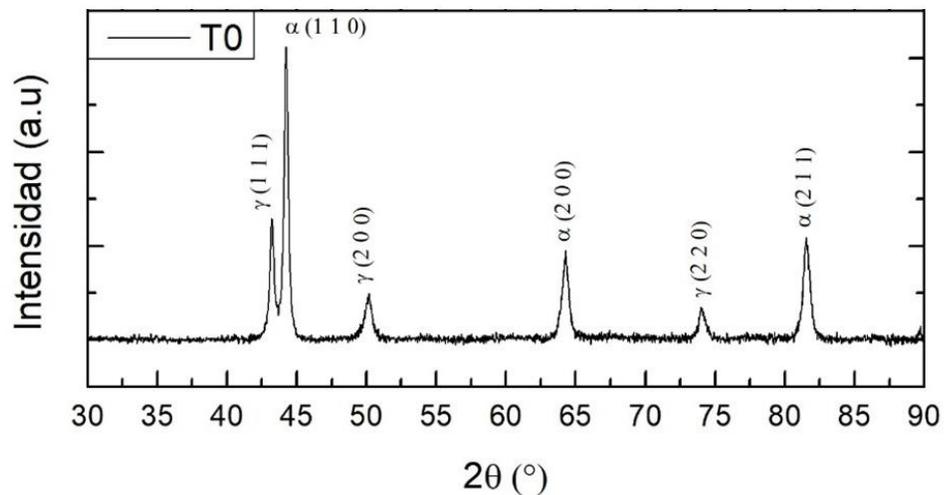


Figura 16: Grafica difracción de rayos x de T0

6.3.2 Muestra con tratamiento térmico por 4,5 horas (T1)

6.3.2.1 Microscopía óptica

En el caso de la muestra correspondiente a T1, se observa la aparición de una fase más oscura en la interfase entre la ferrita y la austenita. Se presume que esta fase se trata de la fase sigma (σ), la cual es rica en Cr, Fe y Mo y pobre en Ni y Mn. Debido a su alto contenido de Cr y Mo, la precipitación de sigma agota la matriz circundante de estos elementos. Esto provoca una descomposición de la matriz, evidente en la Figura 17, donde se puede apreciar que esta fase parece tomar la forma de pequeñas partículas en toda la fase ferrita, con una tendencia a acumularse en los sectores cercanos a los límites de grano de la austenita, lo cual concuerda con los resultados obtenidos por Nuria Llorca [48]. Esta formación de fase sigma en la fase ferrita nos sugiere dos posibles mecanismos para la formación de esta una descomposición eutectoide de la ferrita $\delta \rightarrow \gamma_2 + \sigma$, o una precipitación continua desde la ferrita $\delta \rightarrow \delta_2 + \sigma$ [49].

Ambos mecanismos presentan una morfología laminar de la fase sigma por lo cual la identificación del mecanismo correcto mediante él está ocurriendo la formación fase sigma es complejo. Sin embargo, si observamos que estas partículas se forman preferencialmente en la interfase ferrita/austenita y crecen extendiéndose por la fase ferrita, consumiéndola gradualmente [26].

Podemos asumir la transformación de fase sigma está ocurriendo mediante una reacción de descomposición eutectoide $\delta \rightarrow \gamma_2 + \sigma$ [27]. Donde podemos observar que el crecimiento laminar desde la interfase ferrita austenita genera sectores entre las rendijas de fase sigma con un alto contenido de Ni. Esto debido al rechazo de este por parte de la fase sigma estos sectores pueden sufrir una transformación en γ_2 [27]. Esta precipitación es muy rápida en rangos de temperatura entre los 700-1150 °C, siendo más rápida entre los 800-950 °C [27]. La formación de regiones empobrecidas de cromo en la fase ferrita, debido a la difusión del cromo hacia la fase ferrita, lleva a una mayor susceptibilidad a la corrosión en esta fase.

La identificación del mecanismo de transformación también puede ser justificada mediante la simulación de las fracciones volumétricas realizadas las cuales sugieren un consumo total de la fase sigma y un aumento de la fase austenita.

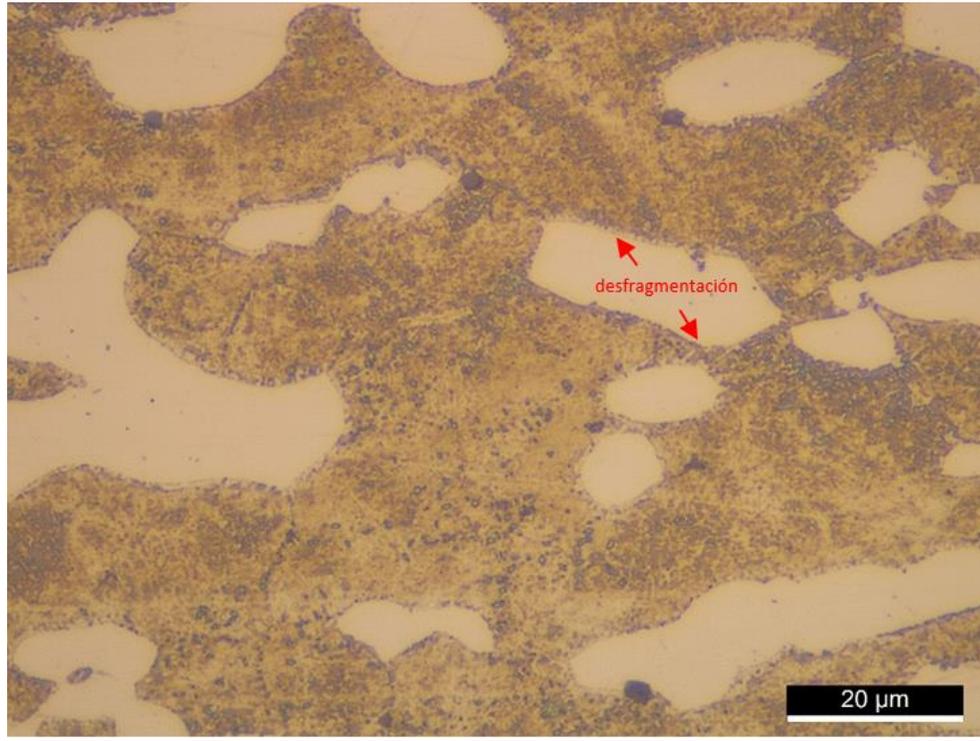


Figura 17: Imagen microscopía óptica de T1 con desfragmentación 1000x

Utilizando el software ImageJ, se determinó la proporción de las fases presentes en la muestra T1, como se detalla en la tabla 10. Se observa una disminución significativa de la fase ferrita, aproximadamente al 34,25%, un valor similar al porcentaje de la fase sigma en la matriz, aunque ligeramente mayor. Esto se corresponde con lo planteado anteriormente sobre la formación de la fase sigma mediante la transformación eutectoide.

Tabla 10: Porcentaje de las fases presentes en T1.

Fases	Austenita	Ferrita	Sigma
Fracción volumétrica (%)	32,81 ± 0,27	32,95 ± 1,61	33,24 ± 0,47

Si comparamos los resultados con las aleaciones comerciales SAF 2507 obtenidas por Linda Gil [50], podemos observar que, para tiempos similares, el porcentaje de la fase sigma en la matriz es comparable, alcanzando a 775°C en 5 horas un porcentaje de 36,19%. Considerando que, como se ha planteado, la velocidad de la transformación aumenta al acercarse a los 800°C y que la

aleación comercial, al tener un menor porcentaje de ferrita en la matriz, provoca el agotamiento total de esta. Se podría sugerir que la aleación fabricada tiene una respuesta similar a la de las aleaciones comerciales.

6.3.2.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Un análisis más detallado se puede llevar a cabo al observar la Figura 17. En esta imagen SEM, se evidencia la presencia de otras fases de tonalidad gris clara en la fase ferrítica, y cómo estas se concentran hacia los límites de grano, causando una desfragmentación en la interfase.

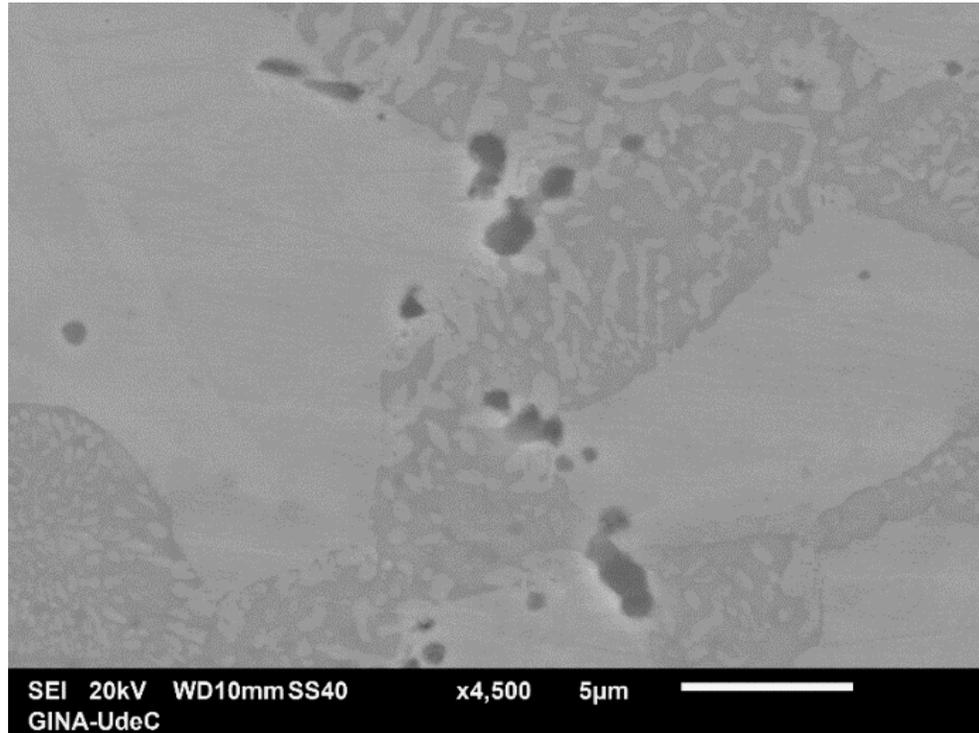


Figura 17: Imagen microscopía SEM T1 4500x

Al observar el mapeo realizado a través del sistema SEM-EDS (Figura 18), se aprecia que las zonas cercanas a los límites de grano presentan una ligera coloración café o bordeado. Producto de lo combinación de los colores verde y rojo, seleccionados para identificar el Cr y Mo, lo cual sugiere la precipitación de la fase sigma en los límites de grano y su crecimiento hacia la fase ferrítica. Esto puede corroborarse al observar las zonas en la fase ferrita que pierden la

coloración verde, seleccionada para el Cr. Este agotamiento de Cr se produce alrededor de la nueva fase identificada. Se puede asumir que esta fase se trata de la fase sigma debido al consumo de Cr por parte de esta, causando dicho empobrecimiento. Las zonas rojas representan las inclusiones presentes en la aleación desde el proceso de fundición.

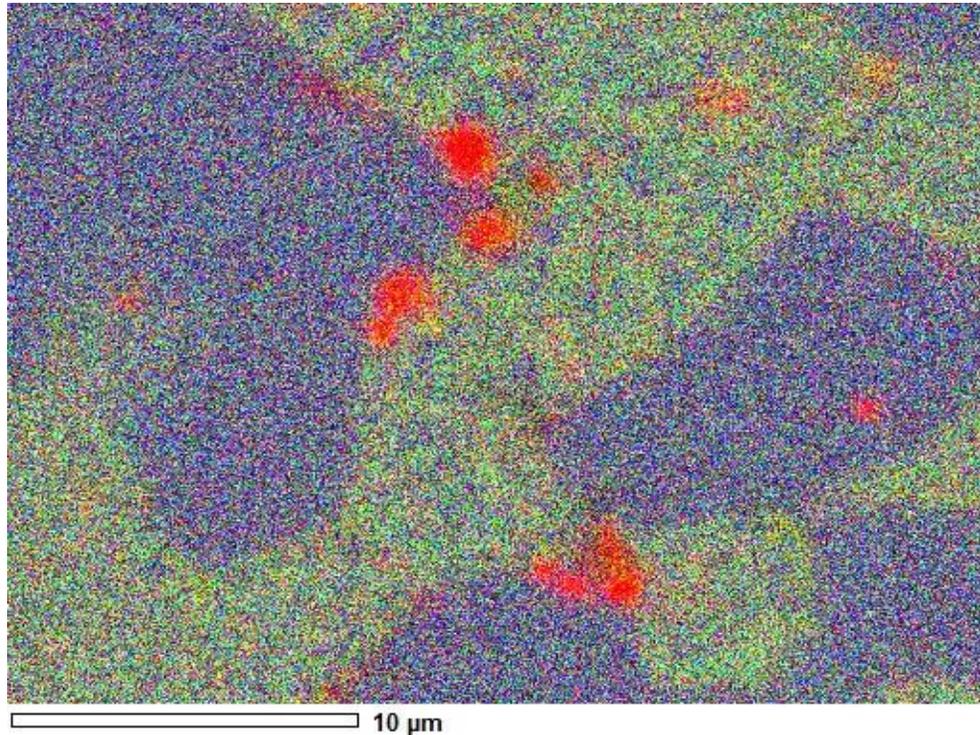


Figura 18: Mapping SEM-EDS T1.

Mediante el análisis EDS, adicionalmente se pudo determinar los elementos presentes en esta nueva fase, la cual se presenta en la tabla 11. Al comparar esta composición con la obtenida por Trocoli [51] en aceros comerciales 2205 a 750°C durante 4 horas, se observa que los contenidos de Cr y níquel son ligeramente menores. Esto podría justificarse por la composición de los aceros 2205, que contiene cantidades menores de Cr y Ni.

En cuanto a los estudios en aleaciones SAF 2507, frente a la falta de estudios en condiciones similares, se puede realizar la comparación con los resultados obtenidos por Meena [44], Quienes consideraron un tratamiento a 850°C por 90 minutos. En este caso, la composición de la fase sigma muestra una composición similar, considerando lo planteado sobre la velocidad de

formación de la fase sigma aumentando al acercarse a 800°C. Se podría sugerir un comportamiento similar por parte de T1 al tratarse de un tratamiento a una temperatura menor por un triple de tiempo.

Tabla 11: Composición química fase sigma presente en T1.

Fase	Fe	Si	Cr	Mn	Ni	Mo
Sigma	55.62	0.86	28.89	2.51	6.09	5.44

6.3.2.3 Difracción de rayos X (DRX)

En el análisis de la muestra T1, se ha identificado la presencia de los mismos picos de austenita que se observaron en la muestra T0. Estos picos poseen ángulos de fase de 43.28°, 50.41° y 74.05°, como se detalla en la Figura 19. Los valores de los parámetros de red correspondientes a estos ángulos fueron previamente calculados durante el análisis de la muestra T0, obteniéndose valores de $3,616 \text{ \AA} \pm 0,077$, $3,616 \text{ \AA} \pm 0,077$ y $3,619 \text{ \AA} \pm 0,076$, respectivamente.

Adicionalmente, se ha observado una disminución en los picos de ferrita, conservando únicamente el pico correspondiente al ángulo de fase de 44,34°, con un parámetro de red de $2,891 \text{ \AA} \pm 0,010$. Este fenómeno respalda lo planteado acerca del crecimiento de fases secundarias a expensas del consumo de la fase ferrítica.

Se identificaron, además, cuatro picos adicionales que fueron asociados a la fase sigma mediante la comparación con patrones de difracción similares obtenidos de la literatura [52], [53]. Para validar esta identificación, se realizaron cálculos del parámetro de red experimental y la desviación, basados en la distancia interplanar. Se consideró que la fase sigma posee una estructura cristalina tetragonal con dos parámetros de red, $a = 8,80 \text{ \AA}$ y $c = 4,54 \text{ \AA}$. Los resultados de estos cálculos se presentan en la tabla 12, evidenciando una desviación considerablemente baja, inferior a 1. Esto respalda la conclusión de que la fase identificada en la muestra T1 corresponde efectivamente a la fase sigma, dada la similitud de sus parámetros de red con los de dicha fase.

Al comparar los resultados obtenidos en investigaciones previas a aleaciones comerciales similares, como Kashiwar [46] y Mishra [54], se observa que a temperaturas y tiempos análogos a los de la muestra T1. Los aceros 2205 y SAF 2507 exhiben picos que indican la presencia de la fase sigma en grados

de difracción similares a los obtenidos en los ensayos presentados, aunque con una intensidad menor. Esto podría sugerir una concentración menor de dicha fase en la aleación comercial. Por otra parte, se puede apreciar que el único pico de ferrita que queda presente es prácticamente imperceptible en la aleación comercial lo cual sugiere que la transformación de ferrita es casi completa, a diferencia de la aleación fabricada donde aún hay presencia de una gran cantidad de ferrita en la aleación.

Tabla 12: Cálculo para parámetros de red fase sigma.

Fase	2θ	h	k	l	Distancia interplanar	Parametro de red a	Parametro de red c	desviacion a	Desviacion c
sigma	39,6	1	1	2	2,274 Å	9,644 Å	5,157 Å	0,094	0,135
	46,3	2	1	2	1,959 Å	8,702 Å	5,192 Å	0,011	0,143
	47,5	4	1	1	1,913 Å	8,519 Å	5,129 Å	0,031	0,129
	48,35	3	1	1	1,881 Å	8,404 Å	5,105 Å	0,044	0,124

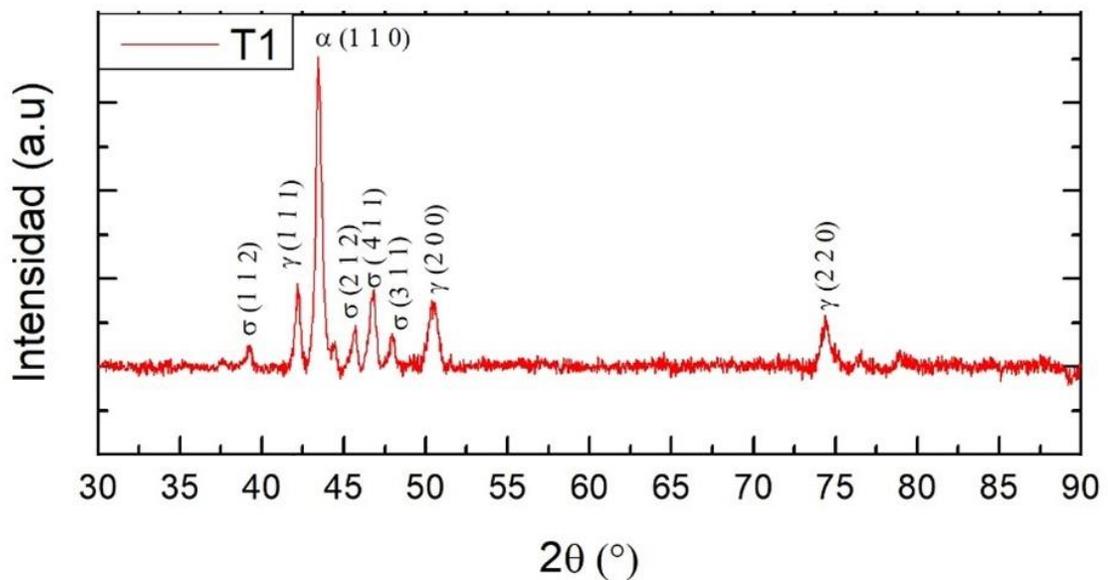


Figura 19: Grafica difracción de rayos x de T1.

6.3.3 Muestra con tratamiento térmico por 17 horas (T2)

6.3.3.1 Microscopía óptica

En el análisis de T2, se aplicó un ataque diferente para revelar con mayor intensidad las fases presentes en la aleación. En la Figura 20, se muestra la muestra atacada únicamente con el ataque electrolítico con NaOH, y se observa que el área oscura correspondiente a la fase sigma es mucho mayor. Esto implicaría un aumento en la fracción volumétrica a medida que aumenta el tiempo de envejecimiento. Este hallazgo se corroboró mediante el software ImageJ, que permitió identificar una composición de fase sigma del $38,67 \pm 2,1\%$, lo que representa un aumento cercano al 5% con respecto a T1. Además, la fase ferrita disminuyó hasta un $25,485 \pm 1,43\%$, y se reflejó un aumento en la fracción volumétrica de la fase austenita, sugiriendo la formación de austenita secundaria producto de la transformación eutectoide mencionada anteriormente.

Este comportamiento se puede comparar con estudios realizados por Magnabosco [55] en aleaciones comerciales 2205, donde a 700 °C por tiempos cercanos a 17 horas, la fracción volumétrica de fase sigma supera el 40%. En contraste, los estudios de Fonseca [56] revelan un contenido ligeramente menor en aceros SAF 2507, situándose entre el 30% y el 35%, pero podemos observar que al igual que en las investigaciones Mishra [54], la aleación comercial sufre una transformación prácticamente completa de ferrita en fase sigma esto sugiere que la proporción de fase sigma es mayor en este caso al tener tan bajo contenido de ferrita, mientras que la aleación producida aún conserva un alto contenido de ferrita, esto nos permite sugerir que la cinética de transformación de la aleación comercial es similar a las de las aleaciones comerciales 2507.

En la Figura 21, se presenta la microestructura de T2 en la cual se utilizó un tipo de ataque diferente a los utilizados previamente. En esta imagen, se observa de manera más clara lo mencionado anteriormente, donde la fase sigma, con una tonalidad café, destaca sobre la coloración verde de la fase sigma. Se nota cómo la fase sigma se aglomera en los límites de grano de la austenita (círculos rojos). Esta característica es mucho más evidente en los sectores con granos más pequeños de austenita y que están muy cercanos entre ellos, donde la coloración café predomina, indicando una presencia significativa de fase sigma debido a la proximidad de los límites de grano.

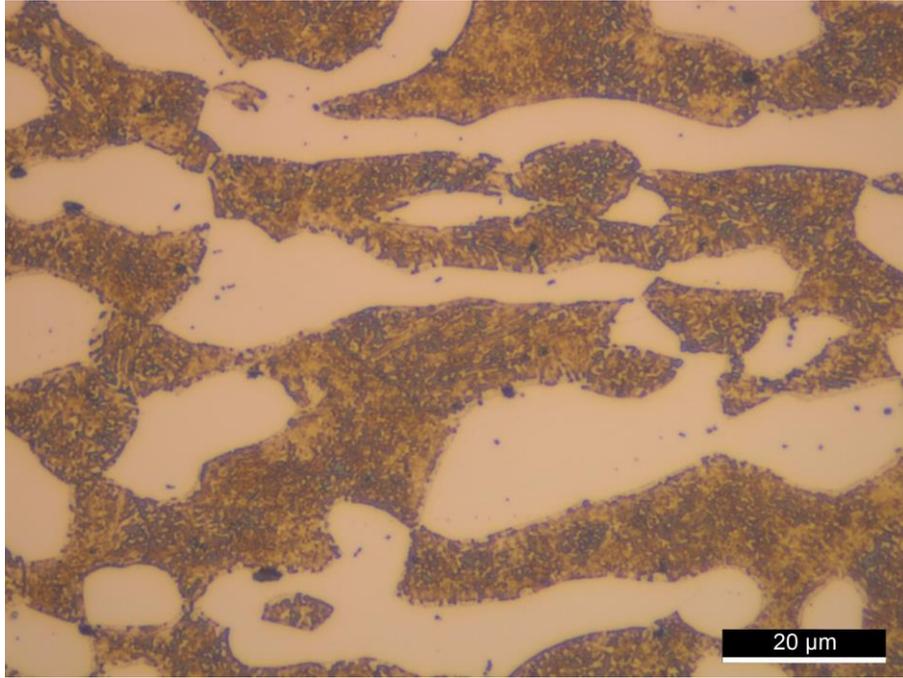


Figura 20: Imagen microscopía óptica T2 con ataque de electrolítico NaOH.

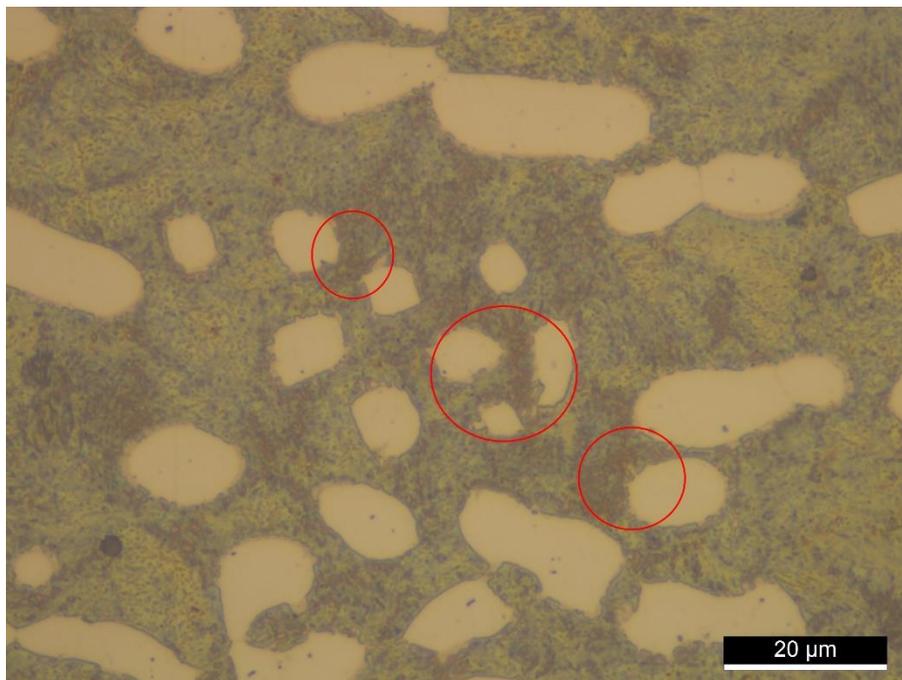
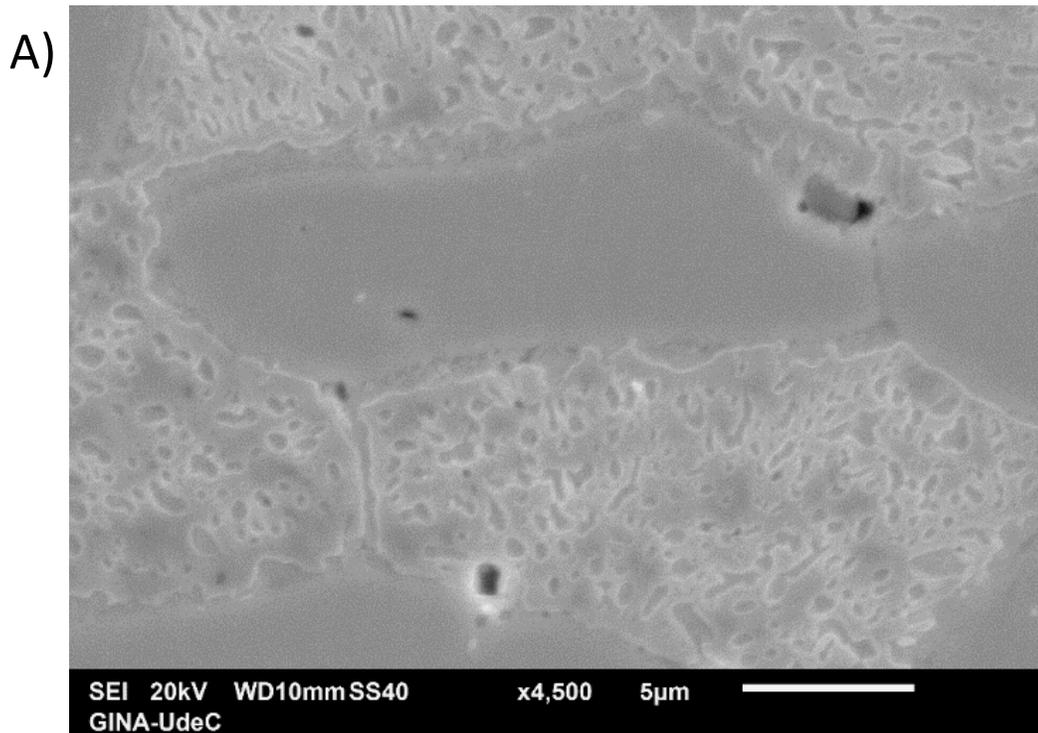


Figura 21: Imagen microscopía óptica T2 con ataque combinado de HCl + HNO₃ + agua destilada y NaOH.

6.3.3.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El análisis SEM (Figura 22-a) revela la presencia de fase sigma en la interfase austenita/ferrita, preferentemente en los límites de grano. A través del análisis SEM-EDS, se determinó que esta fase es rica en Mo y Cr, como se había planteado previamente. En la Figura 22-b, se observa que el área alrededor del límite de grano presenta una coloración rojo-amarilla ligeramente más acentuada que el resto de la fase ferrita. Los colores rojo y amarillo fueron seleccionados para identificar el Mo y Cr. Además, se pueden apreciar zonas en la fase ferrita con una tonalidad más verde, indicando agotamiento de Cr y mayor presencia de Ni, fenómeno asociado a la presencia de fase sigma. Al observar la Tabla 13, se confirma lo mencionado anteriormente sobre la composición de las fases.



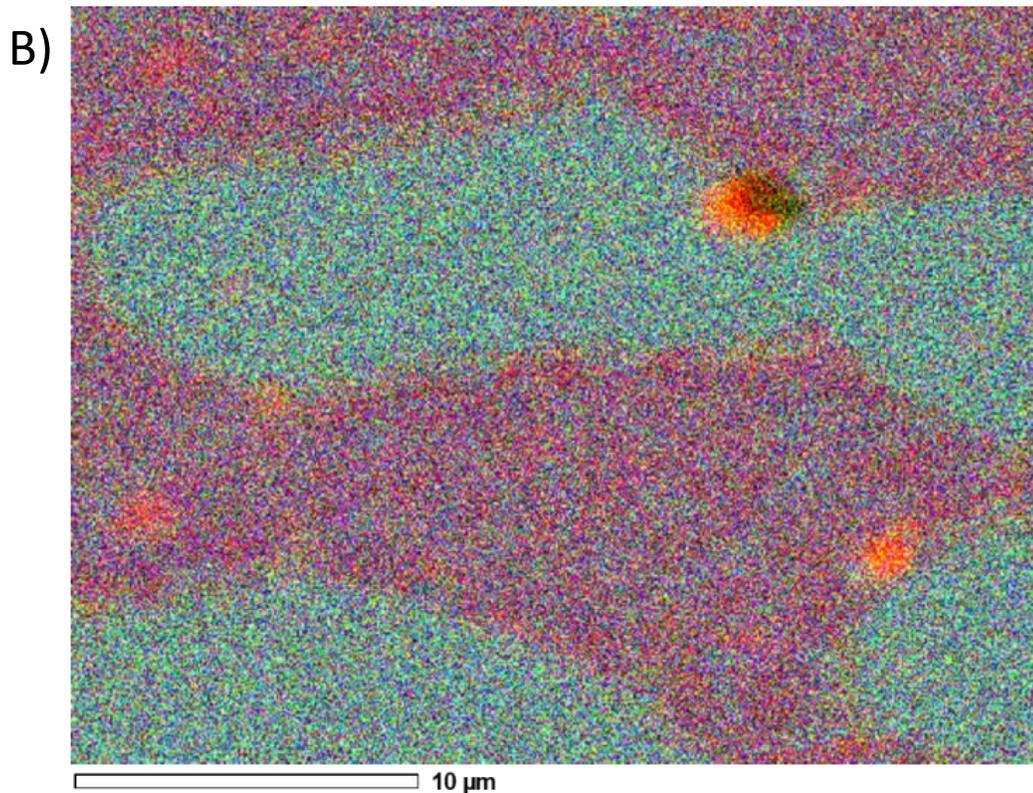


Figura 22: a) Imagen microscopía SEM T2 con b) Mapping SEM-EDS T2.

Tabla 13: Composición química de fases presentes en T2.

Fase	Fe	Si	Cr	Mn	Ni	Cu	Nb	Mo
Austenita	58.82	0.69	22.13	3.12	11.16	1.02	0.14	2.93
Ferrita	57.74	0.89	26.36	2.55	7.28	0.52	0.10	4.56
Sigma	56.96	1.07	29.17	--	7.14	--	--	5.67

6.3.3.3 Difracción de rayos X (DRX)

En el análisis de difracción de rayos X correspondiente a T2, como se puede observar en la Figura 23, es bastante similar a T1, conservando los picos de ferrita, austenita y sigma mencionados en el análisis previo. En el caso de este nuevo tiempo, la diferencia radicaría en la posible precipitación de M23C6, identificándose con un pico con un ángulo de fase de 76,5 (PDF-98-004-4862). La estructura cristalina del M23C6 es cúbica centrada en las caras y solo posee un parámetro de red, el cual tiene un valor de 10,767 Å. Calculando los valores

de parámetro de red experimental y desviación, obtenemos un valor de $10,583 \text{ \AA} \pm 0,017$, lo que indicaría que es posible que se trate de $M_{23}C_6$ debido a su similitud con los valores de parámetro de red teóricos.

Además, se observa que no se identifican picos de otras fases como Z y Ti-MX, producto del aumento del tiempo de tratamiento térmico, como sugiere el análisis termodinámico presentado anteriormente. Esto puede deberse a que sus porcentajes son menores al 3%, por lo cual el rango de sensibilidad del equipo no puede captarlas.

Finalmente, investigaciones en aceros comerciales SAF 2507, como la de Fonseca [56]. Indican que, a tiempos y temperaturas similares, se puede observar por sobre 7.5 horas la aleación comercial exhibe picos similares los de la aleación producida en las cercanías a los 76° . Lo cual sugiere la posible presencia de carburos también en la aleación comercial, podemos observar cómo se ha mencionado anteriormente que en la aleación comercial los picos de ferrita son prácticamente imperceptibles sugiriendo la transformación completa en fase sigma. A diferencia de la aleación producida que aún conserva un pico notable de ferrita, esto sugiere que el comportamiento de aleación producida es similar al de la aleación comercial.

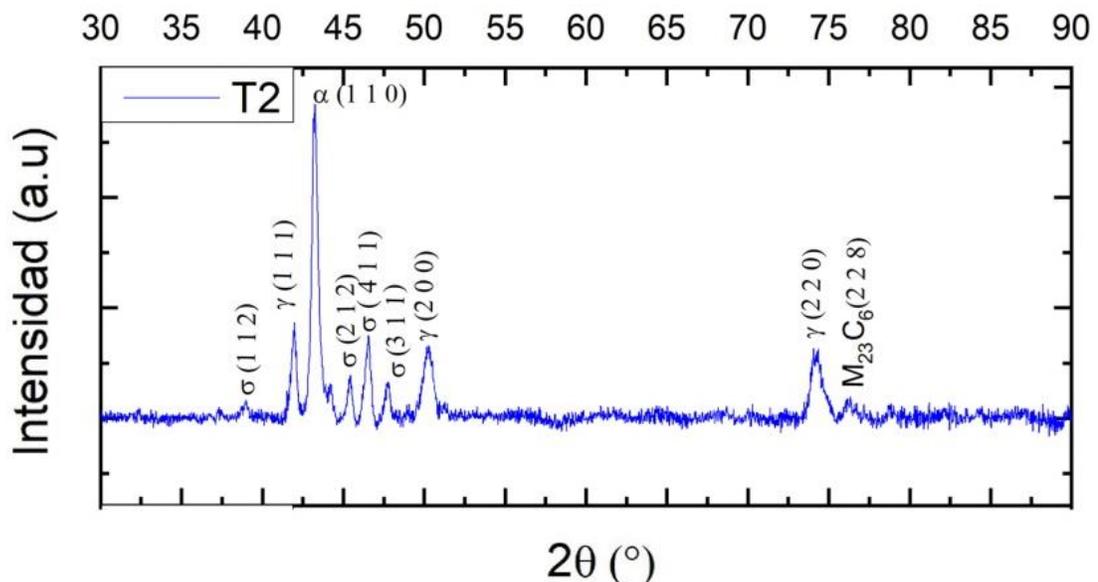


Figura 23: Grafica difracción de rayos x de T2.

6.4 Caracterización electroquímica

6.4.1 Potencial de circuito abierto

El potencial de circuito abierto de la aleación, representado en la Figura 24, fue con el objetivo de alcanzar un equilibrio en el sistema de electrodos. Se compararon las muestras T0, T1 y T2, considerando la influencia del oxígeno disuelto en la solución. Cuando la aleación se sumerge en esta solución, se forma espontáneamente una película pasiva en su superficie, reflejando el grado de pasivación de la aleación.

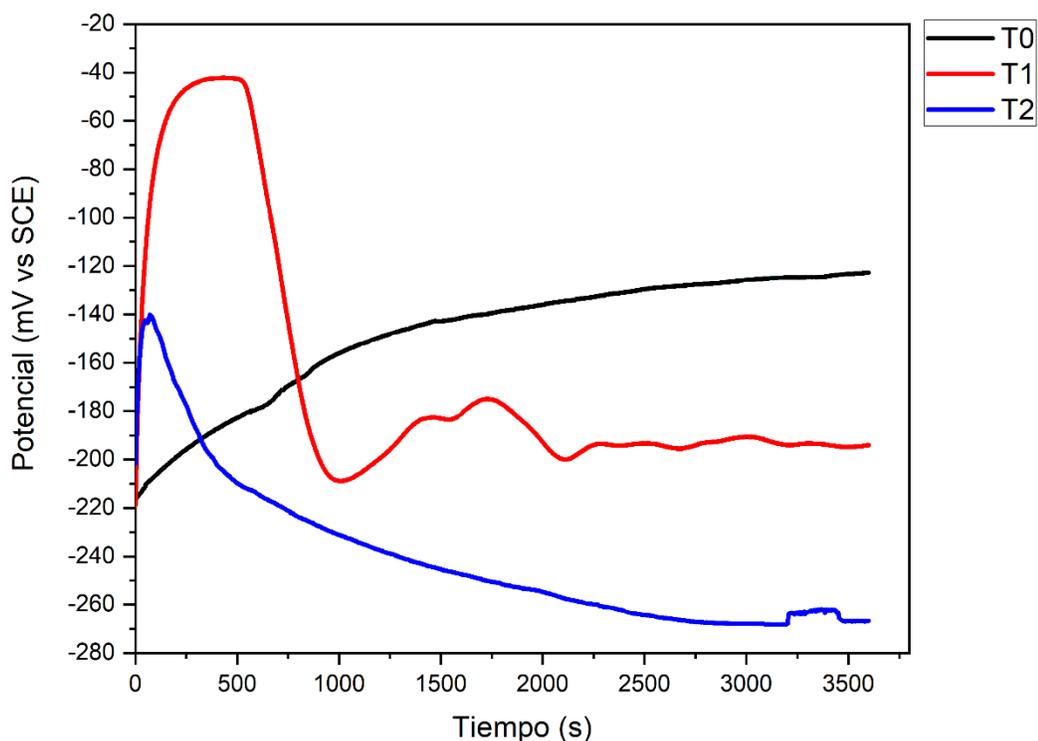


Figura: 24 Evolución del potencial de circuito abierto (OCP) muestras dúplex en NaCl 3,5%.

Al analizar las curvas, se observa que para T0, el potencial aumenta rápidamente en un primer momento, para luego estabilizarse con el tiempo. En el caso de T1 y T2, se observa un aumento inicial brusco del potencial, seguido de una disminución hasta alcanzar la estabilización. Este valor obtenido al alcanzar la estabilización se considera el potencial de estabilización, y una vez alcanzada la estabilización, se ha formado una película en la superficie.

Notándose una tendencia a un valor de estabilización del potencial más negativo a medida que aumenta el tiempo de tratamiento térmico, es decir, T2 posee un potencial más negativo que T1 y T0, un potencial más negativo podría sugerir mayor inestabilidad en la capa.

Finalmente se puede concluir que hay una tendencia más rápida a alcanzar el equilibrio en la muestra T0 debido a la ausencia de fase sigma en esta muestra.

6.4.2 Polarización cíclica

Las curvas de polarización potenciodinámica cíclica para la aleación en función de diferentes tiempos de tratamiento térmico se presentan en la Figura 25. Para un análisis adecuado de este tipo de curvas, es esencial comprender los elementos que las componen.

Todas estas curvas presentan un potencial de corrosión (E_{corr}), que representa el punto donde la velocidad de las reacciones anódicas del electrodo iguala las reacciones catódicas. También se puede observar que T1 y T2 presentan un potencial de picadura (E_{pic}), caracterizado por un aumento drástico de la corriente, indicativo de picaduras estables. En cambio T0 es la única que exhibe un potencial de transpasivación (E_{trans}), que señala la ruptura de la película pasiva debido al sometimiento al ensayo.

Además de un potencial de repasivación el cual podemos observar solamente en T0 que nos indica la formación de una nueva capa pasiva, esta capacidad de formar una nueva capa pasiva es la diferencia sustancial que hay entre las curvas que poseen potencial de picadura y las que exhiben potencial de transpasivación.

Inicialmente, se observa que las tres curvas exhiben diferentes potenciales de corrosión, situados en el rango de -310 mV a -100 mV. Esta variación indica que el tiempo de tratamiento térmico provoca una disminución del potencial de corrosión, volviéndolo más negativo.

A mayores potenciales, las tres curvas muestran una zona de pasivación a diferentes valores de densidad de corriente. Esta región está asociada al ΔE_{pas} , definido como la diferencia entre el potencial de picadura y el potencial de corrosión para las curvas T1 y T2. En cambio, para T0 estará definido por la diferencia entre el potencial de transpasivación y potencial de corrosión. Estos valores de ΔE_{pas} se detallan en la tabla 14 para una mejor referencia donde los valores de potencial se expresan en función del electrodo de calomel saturado.

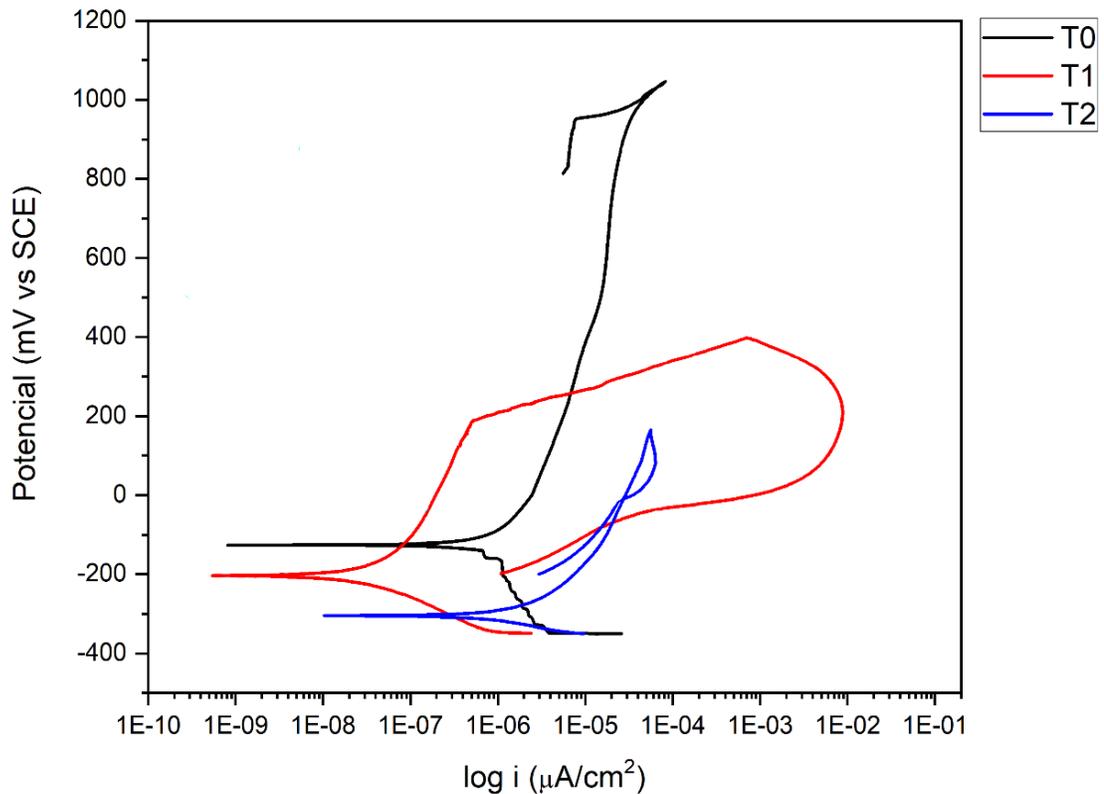


Figura 25: Curvas de polarización cíclica muestras dúplex en NaCl 3,5%.

Tabla 14: Datos de potencial extraídos de curvas de polarización.

	E_{corr} (mV _{sce})	E_{pic} (mV _{sce})	E_{trans} (mV _{sce})	E_{rep} (mV _{sce})	ΔE_{pas} (mV)
T0	-126	---	1038	1162	1164
T1	-203,96	189,54	---	---	393,5
T2	-304,87	142,31	---	---	447,18

Como se mencionó anteriormente, se observa que T0 es la única curva que presenta un potencial de transpasivación, lo que indica que la muestra logró formar una nueva capa pasiva después de la ruptura generada en el ensayo. Se destaca que el retorno de la curva a valores de corriente casi idénticos al potencial de transpasivación sugiere un E_{rep} considerablemente alto, indicando una alta resistencia a la corrosión por picaduras.

Al analizar estudios realizados en aleaciones comerciales con composición similar a los aceros 2205, como el realizado por Z. Zhang[57], se observa que la aleación producida tiene un potencial de corrosión mayor, siendo el de la aleación

comercial de $-136 \text{ mV}_{\text{sce}}$. Además, presenta un ΔE_{pas} mayor, lo que indica que en un estado base, la resistencia a la corrosión por picaduras es mejor que en las aleaciones comerciales 2205. Por otro lado, el estudio de Min Zhu [58] en aceros SAF 2507 revela un potencial de corrosión de $-480 \text{ mV}_{\text{sce}}$ y un ΔE_{pas} de 1560 mV , lo que sugiere un comportamiento similar al de la aleación comercial, aunque ligeramente menor esto debido probablemente a la presencia de inclusiones no metálicas en la aleación producida.

En el caso de la curva T1, se observa que los valores de ΔE_{pas} son menores que los obtenidos en T0, indicando una menor resistencia a la corrosión en comparación. Esto podría explicarse debido a la presencia de fase sigma. Además, se nota un aumento más pronunciado tanto en las densidades de corriente como en los potenciales luego de alcanzado el potencial de picadura a los $189,54 \text{ mV}$, esto es un indicativo de la presencia de picaduras, esto también puede observar al notar que T1 no presenta repasivación lo cual es un indicador de que la capa pasiva presenta discontinuidades o fallas seguramente asociado al agotamiento de Cr producido por la fase sigma. Esto puede observarse la figura 26 donde la presencia de picaduras no es grande y probablemente estas se ubiquen en los límites de la interfase ferrita/austenita sector que tiene el mayor agotamiento de Cr.

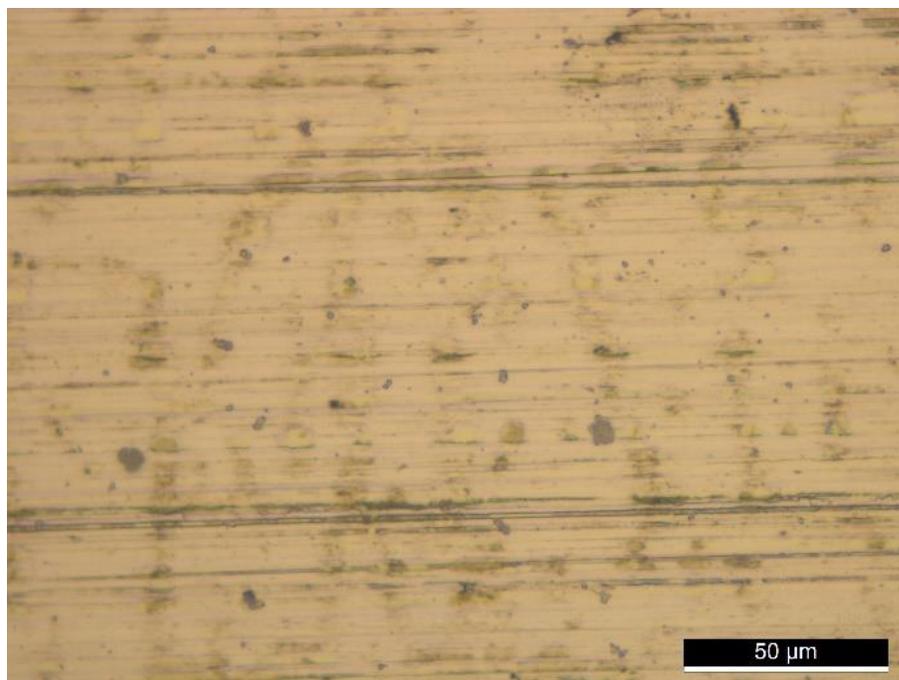


Figura 26: Micrografía Superficie T1 con picaduras

Al comparar estos resultados con los estudios realizados en aleaciones comerciales, como el realizado por L. Gil [50] en aleaciones SAF 2507. Se puede ver que presentan potenciales de corrosión entre -349,60 y -281,60 mV para el intervalo de entre 3 a 5 horas con una temperatura 775 °, así como un ΔE_{pas} entre 307,39 y 365,91 mV para el mismo caso. Se puede asumir que, considerando las condiciones de T1 (exposición durante 4,5 horas a 700 °C), que el comportamiento de resistencia a la corrosión es similar en la aleación producida.

Al analizar la curva correspondiente a T2, se aprecia que presenta un ΔE_{pas} menor a T0 y mayor a T1. A pesar de esto, esta curva refleja un, peor comportamiento que T1 ya que se puede observar por su que esta curva no presenta capa pasiva. Ya que su densidad de corriente aumenta libremente hasta que ocurre una baja de potencial. La ausencia de una capa pasiva causa una proliferación de picaduras por toda la superficie de la aleación como puede observarse en la figura 27.

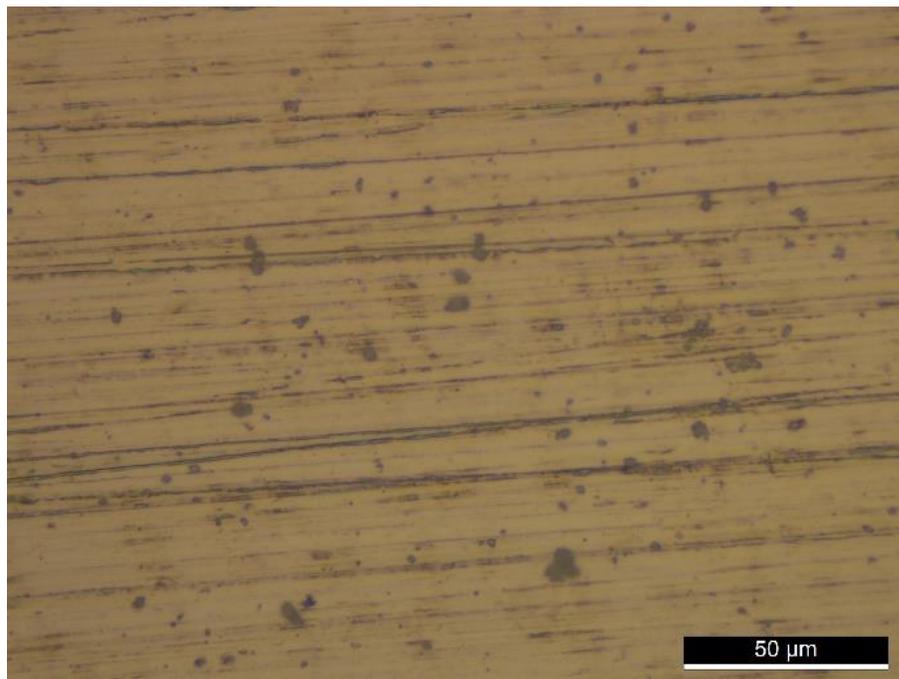


Figura 27: Micrografía Superficie T2 con picaduras.

Donde se puede observar una mayor presencia de picaduras pequeñas en toda la superficie. Esto podría atribuirse a la ausencia de la capa pasiva por lo cual la aleación es susceptible a entornos agresivos. En el caso de estas

picaduras, su nucleación debería ocurrir igualmente en los límites de grano de la interfase austenita-sigma. Sin embargo, hay presencia de ellas también en la fase ferrítica, debido a que la ausencia de la capa.

Estudios en aleaciones comerciales realizados por Zhang [57] muestran potenciales de corrosión de -317 mV y ΔE_{pas} de 398 para 16 horas de recocido isotérmico. Estos resultados reflejan un menor comportamiento de resistencia a la corrosión en comparación con las muestras de T2. Sin embargo, dado que T2 tiene un mayor PREN, estos resultados son esperables. Aunque no se encontraron estudios que permitan la comparación con la aleación SAF 2507 a la temperatura de 700°C para el rango de Tiempo de T2, se podría plantear que el comportamiento observado en T1 y T0 se mantenga. Ya que como se ha planteado en anteriormente la cinética de transformación es similar al de las aleaciones comerciales, por lo que el efecto de esta sobre las propiedades también debería serlo. Lo que sugiere que la resistencia a la corrosión en T2 debería ser similar al de las aleaciones SAF 2507.

6.4.3 Espectroscopia de impedancia electroquímica

En la figura 28, que corresponde al gráfico Nyquist, se observa que las curvas muestran la formación de un semicírculo incompleto, con excepción de la curva asociada a T0, que parece tender a la formación de un segundo semicírculo. Esta tendencia a formar un segundo semicírculo indicaría una alta resistencia al medio corrosivo. En cuanto a T1 y T2, la tendencia a un menor diámetro del semicírculo se puede atribuir a una menor resistencia al medio corrosivo, la cual se debería a la presencia de fases secundarias como la fase sigma. Esto se debe al consumo de Cr en la matriz por parte de esta fase. Además, se puede observar que la curva T2 tiende a cerrar el semicírculo, lo que indicaría una aún menor resistencia al medio corrosivo. Esto se correspondería con los hallazgos obtenidos en el análisis de polarización cíclica sobre T2 con respecto a la formación de una capa discontinua a esta temperatura, lo que concuerda con los resultados obtenidos por N. Ebrahimi [59] sobre películas pasivas.

Al observar los estudios realizados por Min Zhu [58], podemos observar que la aleación producida presenta un mejor comportamiento que la aleación comercial en T0. Ya que al alcanzan mayores valores de Z_{im} y Z_{re} en los ensayos EIS, así como una curva que exhibe un comportamiento mucho más resistivo que la de la aleación comercial. Esto no ayuda a corroborar, de mejor manera lo planteado anteriormente sobre que la aleación producida presenta un comportamiento comparable al de la aleación comercial.

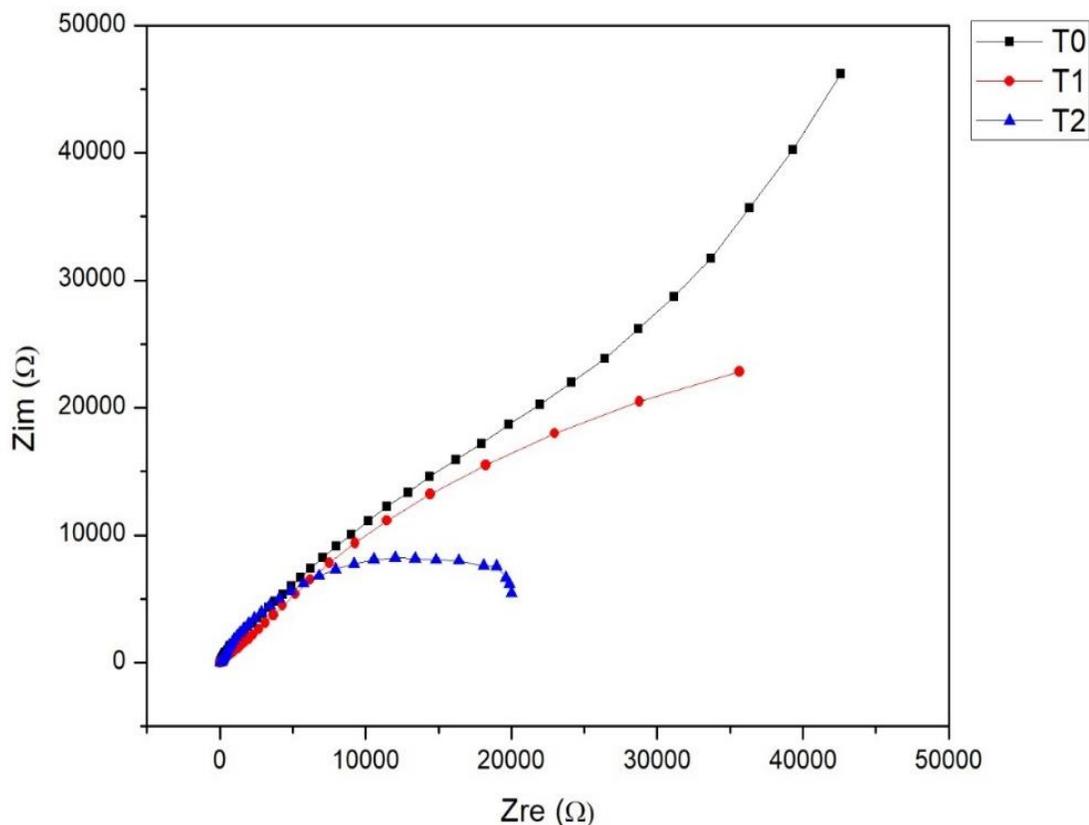


Figura 28: Curvas de Nyquist muestras dúplex en NaCl 3,5%.

Los demás gráficos obtenidos mediante espectroscopia de impedancia electroquímica proporcionan información similar a la mencionada anteriormente. Al analizar los gráficos de las Figuras 28 y 29, correspondientes a los diagramas de Bode (módulo y ángulo), se observa una tendencia coherente.

Específicamente, al observar el diagrama de Bode módulo, se evidencia una disminución en los valores de la componente real de la impedancia con la aplicación del tratamiento térmico, y esta disminución es aún más pronunciada a medida que se incrementa la duración de este, lo que se relaciona con los resultados Nyquist sobre una disminución de la resistencia al medio corrosivo.

Además, se aprecia una ligera tendencia en las curvas de T1 y T2 a formar una segunda pendiente, lo cual puede corroborarse al realizar el análisis de la gráfica de Bode ángulo. Donde se observa que las curvas T1 y T2 poseen dos ángulos máximos a distintas frecuencias, lo que se debería a la discontinuidad o ausencia de la capa pasiva. También se puede observar que los ángulos de T1

y T2 son inferiores a 60° lo cual es indicativo de procesos de corrosión. Finalmente, se observa que T0 posee un solo ángulo máximo, lo que indicaría la presencia de una capa pasiva altamente protectora y compacta. Los valores finales del ángulo cerca de una frecuencia de 10^{-2} disminuyen con el tiempo de tratamiento térmico, respaldando la idea previamente planteada de un debilitamiento en la resistencia de la capa pasiva con la duración del tratamiento térmico.

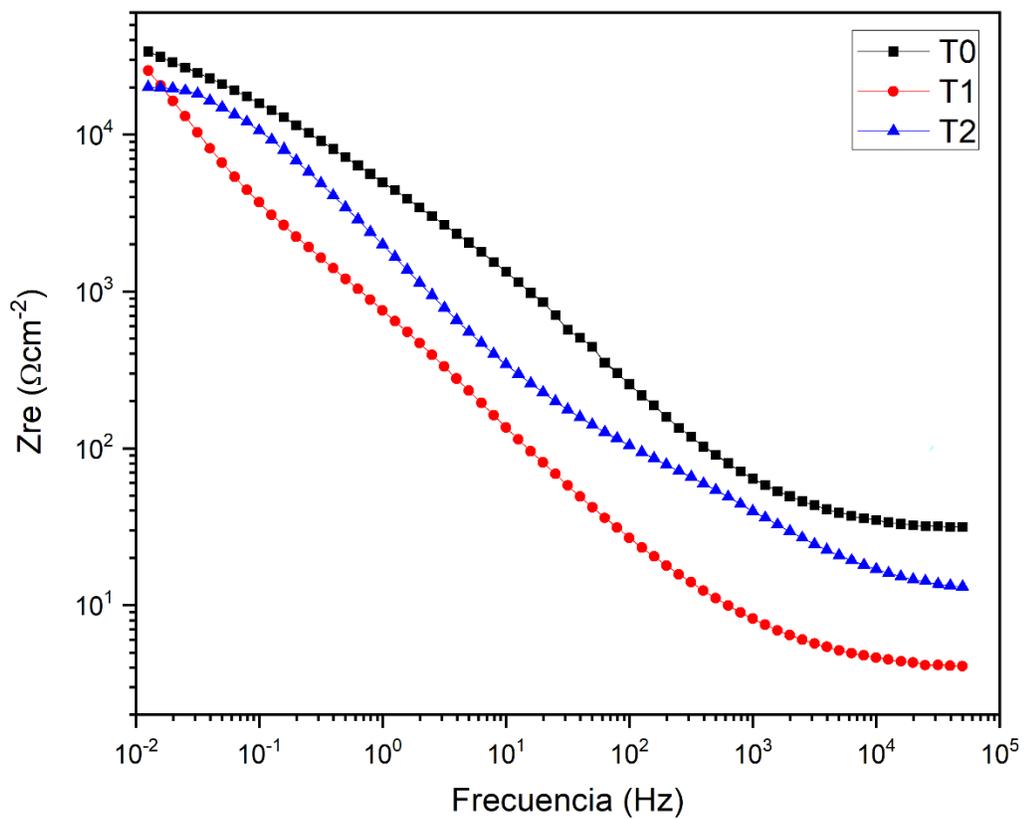


Figura 28: Curvas de bode muestras dúplex en NaCl 3,5%.

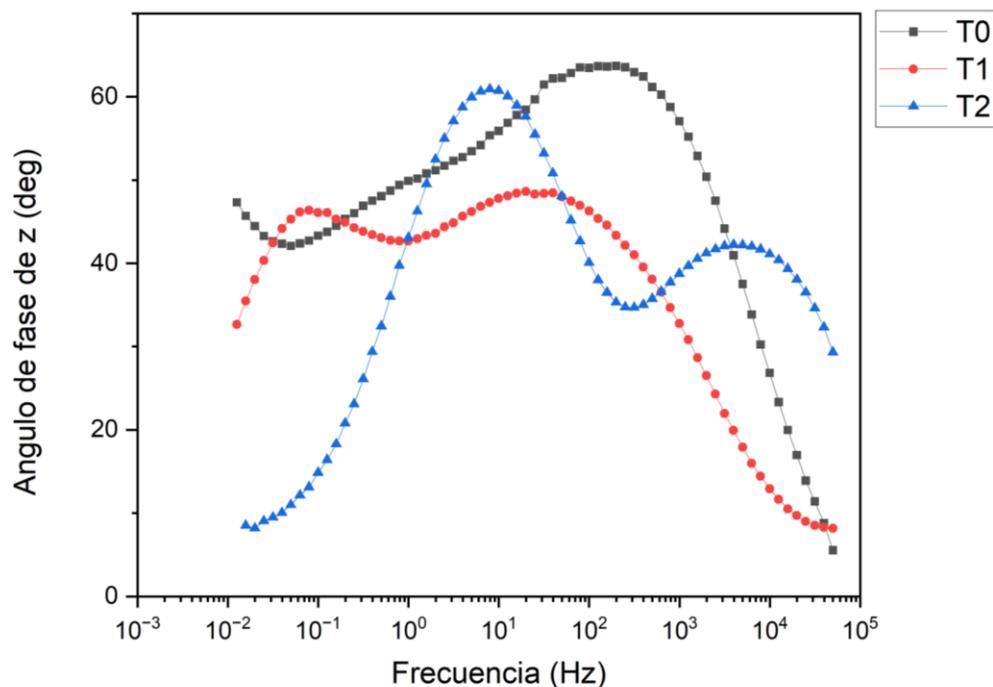


Figura 29: Diagrama de bode fase muestras dúplex en NaCl 3,5%.

Finalmente, en la Figura 30 se representan dos circuitos de Randles mediante los cuales se ajustaron los datos obtenidos de los ensayos de Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS), utilizando el software Zwimp. Los parámetros obtenidos mediante el uso de estos circuitos se presentan en la tabla 15, donde R_s es la resistencia, Q_1 y R_1 representan la resistencia y capacitancia de la interfase capa/solución. Mientras que Q_2 y R_2 representan la resistencia y capacitancia de la interfaz sustrato/capa pasiva.



Figura 30: Circuitos de Randles utilizado para el ajuste de curvas.

Tabla 15: Para metros obtenidos del ajuste de curvas obtenidas mediante EIS.

muestra	Rs (Ωcm^2)	R ₁ ($\text{K}\Omega\text{cm}^2$)	Q ₁ ($\text{Scm}^{-2}\text{s}^n$)	n ₁	R ₂ ($\text{K}\Omega\text{cm}^2$)	Q ₂ ($\text{Scm}^{-2}\text{s}^n$)	n ₂	R _p ($\text{K}\Omega\text{cm}^2$)	%error
T0	35,84	3,02	$9,01 \cdot 10^{-6}$	0,77	$5,24 \cdot 10^{13}$	$4,09 \cdot 10^{-5}$	0,75	54,4	$7,54 \cdot 10^{-3}$
T1	5,84	56,01	$1,64 \cdot 10^{-4}$	0,75	81	$1,53 \cdot 10^{-3}$	0,65	32,2	$7,20 \cdot 10^{-3}$
T2	11,49	541,44	$5,09 \cdot 20^{-5}$	0,72	25	$6,92 \cdot 10^{-5}$	0,73	12,2	$4,63 \cdot 10^{-4}$

Al analizar la tabla, se observa una disminución en R_p, componente que indica la resistencia total del circuito, esto indicando un mayor transporte de iones a través de la doble capa, lo que implicaría una menor resistencia a la corrosión.

6.4.4 Reactivación potenciodinámica electroquímica de doble bucle

Se llevaron a cabo ensayos de DLEPR para evaluar el grado de sensibilización del acero durante el tratamiento térmico y su evolución. Es importante destacar que los aceros dúplex exhiben una resistencia superior a la sensibilización en comparación con otros aceros inoxidable debido al equilibrio de fases que poseen. Sin embargo, este equilibrio se ve afectado al precipitar fases secundarias, lo que impacta negativamente en su resistencia a la sensibilización.

Los gráficos resultantes muestran curvas de potencial frente a densidad de corriente, evidenciando una serie de picos que se clasifican en dos tipos: activación y reactivación. Estos picos permiten determinar el grado de sensibilización (DOS) mediante la siguiente ecuación:

$$DOS = \frac{I_r}{I_a} * 100$$

Donde I_r e I_a representan los valores máximos para la densidad de corriente de reactivación y activación, respectivamente. El grado de sensibilización se categoriza en cuatro grupos principales: no sensibilizados (grado menor al 2%), en camino a la sensibilización (entre 2% y 8%), medianamente sensibilizados (rango entre 8% y 30%), y severamente sensibilizados (superior al 30%).

Al examinar la Figura 31-a, se observa que la muestra correspondiente a T0 no presenta picos de reactivación. Inicialmente, tampoco se evidencian picos de activación. Debido a la ausencia de picos de reactivación, se puede asumir que la muestra no presenta ningún grado de sensibilización, lo cual se corrobora al observar la Figura 31-b. En esta figura, se muestra una micrografía de la

muestra después de realizar el ensayo, y no se aprecian diferencias significativas con respecto a la condición previa al ensayo. La microestructura apenas se revela, mostrando solo una tenue sombra.

Al analizar las Figuras 31-c y 31-e, se observa la presencia tanto de picos de reactivación como de picos de activación. Esto lleva a la conclusión de que estas muestras están sensibilizadas. Al aplicar la fórmula mencionada previamente, se determina que el grado de sensibilización es del 53.42% y del 89.58% para T1 y T2, respectivamente, lo que indica que ambas muestras están severamente sensibilizadas.

Es evidente que, al aumentar el tiempo de tratamiento térmico, se produce un significativo aumento en el grado de sensibilización. Esto se debe a la susceptibilidad de la muestra a la corrosión intergranular, que, a su vez, depende del empobrecimiento de cromo en los límites de grano. Como se mencionó previamente, este empobrecimiento se origina debido a la precipitación de fases secundarias como resultado de un tratamiento térmico prolongado.

En este caso, se demostró que se produce una precipitación de la fase sigma en los límites de grano entre la austenita y la ferrita. Esto da lugar a una amplia región con un bajo contenido de cromo en la fase ferrita y una pequeña zona con un bajo contenido de cromo en la fase austenítica. Estos factores contribuyen a la formación de corrosión intergranular debido a una difusión reducida.

Este fenómeno es claramente visible en las imágenes metalográficas obtenidas después de realizar los ensayos, donde se puede apreciar una zona ennegrecida en los límites de la interfaz entre la ferrita y la austenita. Esta zona aumenta su grosor a medida que crece el grado de sensibilización. En resumen, al aumentar el tiempo de tratamiento térmico, se incrementa la cantidad de fase sigma en la muestra, lo que conlleva a un mayor empobrecimiento de cromo, haciéndola más susceptible a la corrosión intergranular y, por lo tanto, aumenta su grado de sensibilización.

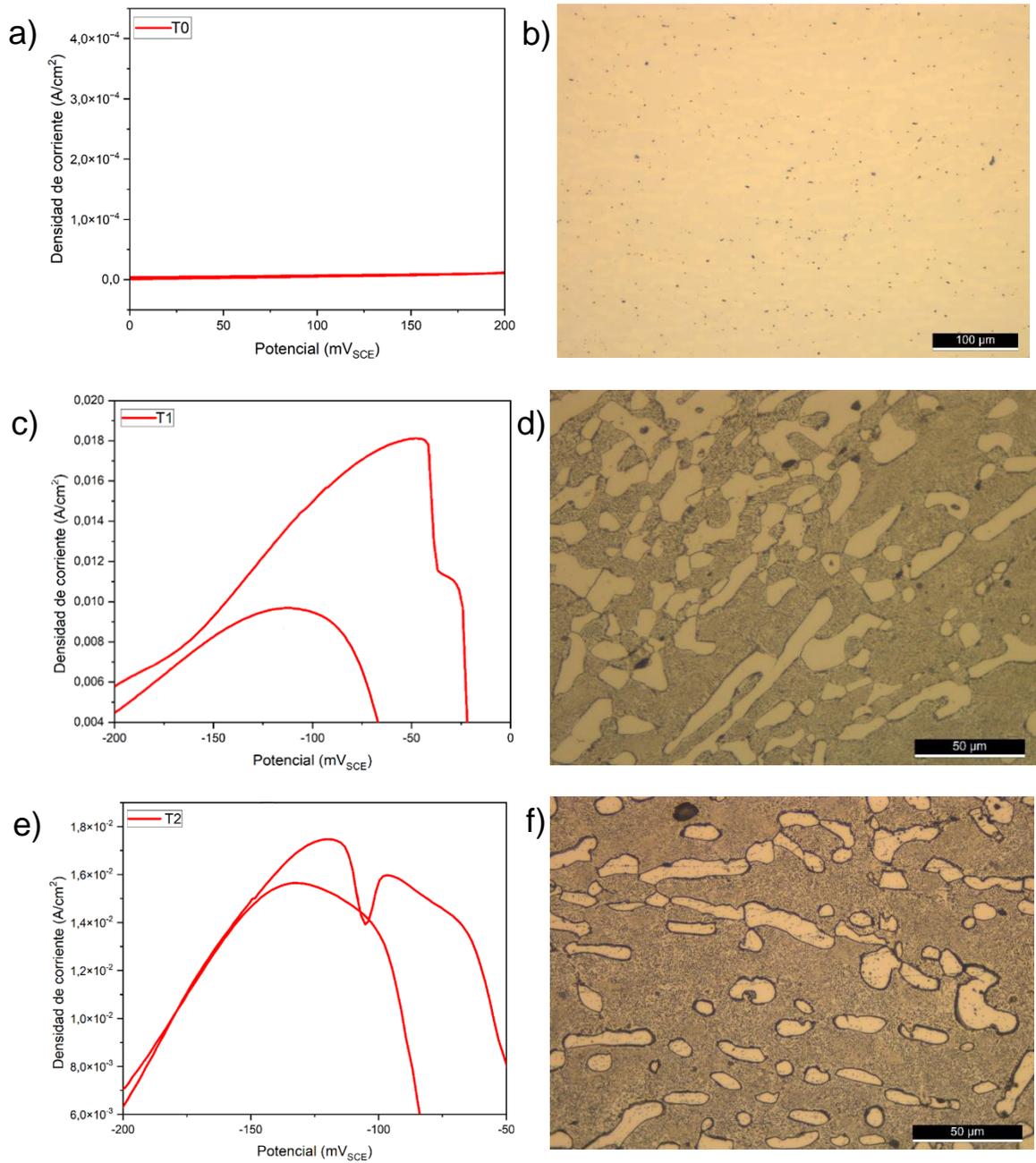


Figura 31: DLEPR y microscopía óptica T0 a) y b). DLEPR y microscopía óptica T1 c) y d). DLEPR y microscopía óptica T2 e) y f).

Estos resultados son comparables los obtenidos por Vargas G[60] y Alvarez T [61] donde podemos apreciar que en las condiciones similares a T0 los aceros comerciales, no sufren sensibilización al igual que la aleación fabricada por lo

que podemos concluir que su comportamiento será similar en su estado base. Por otra parte, los estudios realizados por Cristini S [62], reflejan resultados de una mayor sensibilización por parte de la aleación producida en comparación con los aceros comerciales. Esto puede deberse a las soluciones utilizadas como al mayor contenido C, por lo cual podemos considerar que el comportamiento sea similar o ligeramente inferior.

6.5 Caracterización mecánica

6.5.1 Comportamiento frente a compresión

La figura 32 presenta los resultados de los ensayos de compresión, evidenciando inicialmente una variación en la ductilidad de las muestras. Se puede observar que T0 posee una alta ductilidad alcanzando deformaciones cercanas al 70%, En cambio T1 exhibe una ductilidad mucho menor alcanzando solo un 20% de deformación. En cuanto a T2 se puede observar que la curva exhibe un comportamiento puramente lineal, indicativo de un comportamiento elástico, por lo cual su ductilidad es significativamente menor o directamente frágil.

Se observa un aumento en la resistencia a la compresión en las muestras T1 y T2 con respecto a T0. Este comportamiento está asociado a la presencia de la fase sigma en la matriz, la cual puede formar microestructuras más duras, generando un refuerzo mecánico que aumenta la resistencia [63]. La fase sigma actúa como una barrera que frena la movilidad de las dislocaciones, impidiendo la deformación plástica y desencadenando el aumento en la resistencia a la Compresión.

Otro factor importante que se puede extraer del gráfico es la absorción de energía indirecta o resistencia al daño (PSE), calculada mediante la siguiente formula.

$$PSE = UCS * \% \epsilon$$

En la tabla 16, se presentan los resultados obtenidos, donde UCS representa el esfuerzo máximo a la compresión, y $\% \epsilon$ indica el porcentaje de compresión. Se observa una disminución de este último factor al someter el material a recocido isotérmico, fenómeno que se intensifica con la prolongación del tiempo de dicho tratamiento. Debido a esta disminución de la resistencia al daño, se puede asumir también una disminución de la resistencia al impacto es decir una disminución de la tenacidad.

Esta disminución de la ductilidad y tenacidad es debido a un efecto de fragilización causado por la presencia de fase sigma, Ya que la fragilidad inherente a esta fase es mayor la matriz ferrita/austenita. Además, su presencia afecta la continuidad de la micros estructura, razones por la cuales esta fase puede ser un sitio preferencial para la formación y propagación de grietas, lo cual puede causar fracturas repentinas [64]. Se debe tener en cuenta también la capacidad de absorción de energía de la aleación. La presencia de la fase sigma puede limitar la capacidad de la fase ferrita para absorber energía y deformarse sin fracturarse, lo que se evidencia en casos como T2 y T1, donde la deformación plástica es nula o limitada debido a la presencia de la fase sigma.

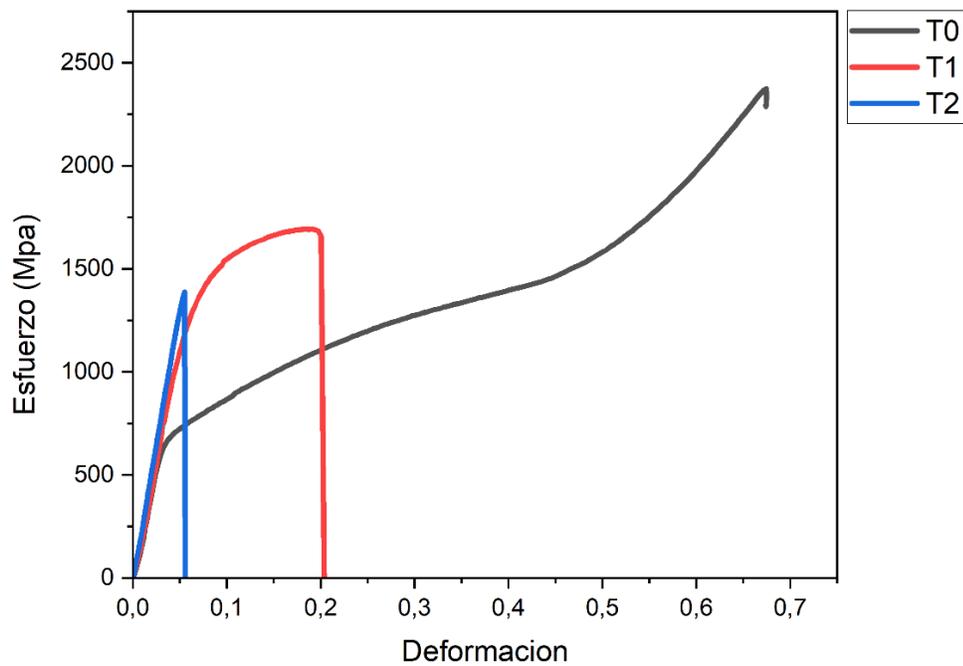


Figura 32: Curvas esfuerzo-deformación ensayo de compresión.

Tabla 16: Datos curvas esfuerzo deformación ensayos de compresión

	Esfuerzo de fluencia (MPa)	Esfuerzo Máximo (MPa)	% de compresión	PSE (Gpa%)
T0	686,72	2375,25	67,5	160,33
T1	1038,48	1693,194	19,4	33,36
T2	1387,93	1387,93	5,5	6,94

Asimismo, en la Figura 50 se presenta una comparación de los ensayos de compresión y tracción realizados en T0. Aunque ambos ensayos exhiben esfuerzos de fluencia similares, como se detalla en la tabla 17, se observa una mayor resistencia a la compresión. Esta diferencia puede deberse a una variedad de factores como lo son la estructura y composición química del acero como del tratamiento térmico realizado.

En particular podríamos sugerir que se debe a la fracción volumétrica de las fases, ya que la ferrita tiene un mejor comportamiento compresivo, mientras que la austenita presenta un mejor comportamiento frente la tracción. Al haber una mayor proporción de ferrita que de austenita en la aleación, la resistencia a la tracción podría verse limitada dando como resultado un mejor comportamiento compresivo [65].

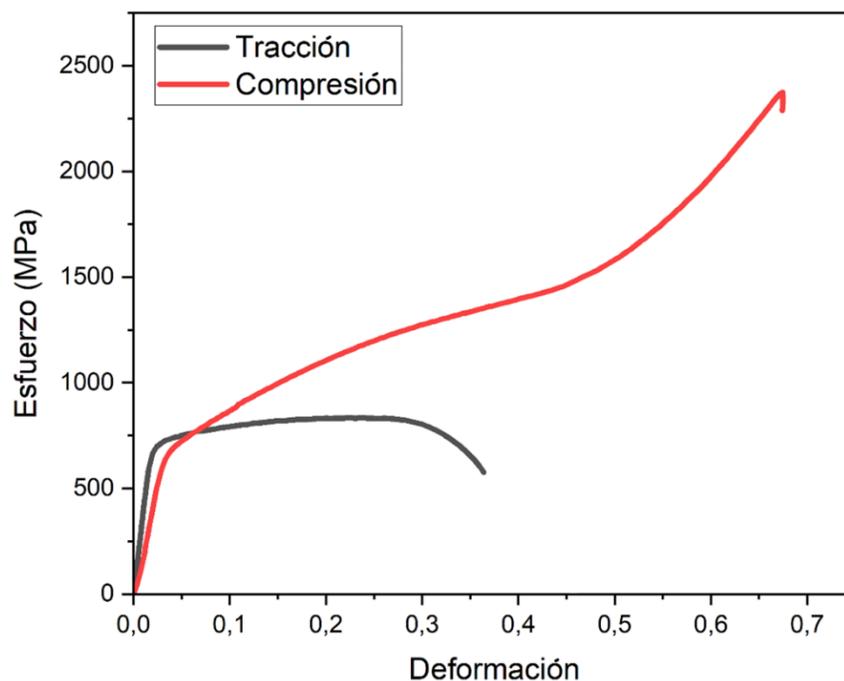


Figura 33: Curvas esfuerzo-deformación ensayos de compresión y tracción de la muestra T0.

Tabla 17: Datos curvas esfuerzo deformación ensayos de compresión y tracción.

	Esfuerzo de fluencia (MPa)	Esfuerzo Máximo (MPa)	% de deformación	PSE (Gpa/%)
Compresión	686,72	2375,25	67,5	160,33
Tracción	682,9	822,1	36,4	29,92

Este comportamiento guarda similitud con los resultados de ensayos de tracción realizados en aleaciones comerciales SAF 2507, según lo reportado en [66]. En dichos ensayos compresión, se registró un esfuerzo de fluencia de 796 MPa y esfuerzos máximos en el rango de 2000-2500 MPa, sin experimentar fractura y con deformaciones superiores al 50%. En cuanto a ensayos de tracción los estudios realizados por Qi Wang [67] muestran resultados de esfuerzo máximo cercanos a los 800 MPa para elongaciones cercanas al 38%. Esta comparación sugiere que el comportamiento de la aleación fabricada similar al de las aleaciones comerciales SAF 2507.

6.5.2 Dureza

En la tabla 16 se presentan los valores de dureza obtenidos a partir de ensayos realizados en diversas muestras. Se observa un incremento en la dureza al someter las muestras a un tratamiento térmico prolongado, indicando que a medida que se extiende la duración del tratamiento térmico, la dureza también aumenta. Este fenómeno se atribuye a la precipitación de la fase sigma en las muestras, ya que esta fase contiene componentes con alta dureza, generando un aumento localizado en la dureza en las áreas de la matriz donde está presente la fase sigma.

Es importante señalar que la relación entre la dureza y el contenido de la fase sigma no es lineal. Aunque un aumento inicial en el contenido de fase sigma puede resultar en un incremento pronunciado en la dureza, se espera que la dureza disminuya al prolongar el tiempo de tratamiento, esto se debe a la reducción y esferificación de los granos, lo cual reduce la superficie de contacto y, por ende, la dureza, como se menciona en [68][69].

Tabla 18: Mediciones de dureza HRC a distintos tiempos de tratamiento.

	1	2	3	4	5	Promedio
T0	28,1 HRC	29,0 HRC	28,3 HRC	29,6 HRC	29,3 HRC	28,86 HRC
T1 (4,5 hrs)	40,3 HRC	40,8 HRC	41,6 HRC	41,5 HRC	40,4 HRC	40,92 HRC
T2 (17 hrs)	46,8 HRC	47,9 HRC	48,1 HRC	46,4 HRC	47,8 HRC	47,4 HRC

Los estudios realizados en aleaciones comerciales SAF 2507 [70], revelan valores de dureza de 29,8 HRC para muestras comparables a T0. Este comportamiento inicial es similar a aleaciones comerciales. Además, a una temperatura de 700 °C durante 10 horas, se alcanzan valores de dureza de 43,46 HRC, situándose en un punto intermedio entre los tiempos T1 y T2. Lo que sugiere que el comportamiento de la aleación es comparable al de las aleaciones comerciales en condiciones similares.

7. Conclusiones

En función de la investigación realizada y los objetivos e hipótesis planteadas a continuación se entrega un resumen de las conclusiones de los resultados obtenidos.

La aleación SDSS-Nb, producida a partir de chatarra metálica, exhibió una composición cercana a la deseada con una proporción de fase ferrita un 23% mayor a la de las aleaciones 2507. Con una cinética de transformación similar al de las aleaciones comerciales y sin presencia de carburos de Cromo a pesar del mayor contenido de carbono.

La caracterización inicial de la aleación arrojó resultados alentadores, evidenciando propiedades comparables a las de aceros comerciales SAF 2507 y superiores a las del acero 2205. La aleación demostró una notoria resistencia a la corrosión alcanzando valores de ΔE_{pas} de 1164 mV, así como excelentes propiedades mecánicas, soportando elevados esfuerzos de compresión y resistiendo tasas de deformación cercanas al 70% y esfuerzos máximos de 2375,25 MPa. La dureza obtenida se mantuvo por debajo de los 30 HRC, el límite máximo aceptable para este tipo de aceros.

El recocido isotérmico logró la precipitación de fases secundarias, confirmada mediante ensayos de DRX, microscopía óptica y SEM. Se constató la presencia de la fase sigma con una cinética de transformación similar a la de las aleaciones comerciales.

La caracterización de la aleación después del recocido isotérmico reveló una disminución significativa en sus propiedades. Se observó una marcada reducción en su resistencia a la corrosión, evidenciada por la disminución del potencial de pasivación y ruptura, así como el aumento de la sensibilización. Además, se notó una clara disminución en sus propiedades mecánicas, pasando de un comportamiento bastante dúctil en T0 a uno completamente plástico en T2, con fracturas rápidas. Este cambio se reflejó también en un considerable aumento en la dureza, indicando una fragilización y endurecimiento de la aleación.

Esta merma en las propiedades fue similar a las obtenidas en los estudios en aleaciones SAF 2507, Por lo tanto, la idea de utilizar material reciclado en la fabricación de esta aleación para contribuir a la economía circular. Se considera un acierto ya que la aleación fabricada es competitiva en comparación con las aleaciones comerciales SAF 2507.

BIBLIOGRAFIA

- [1] G. Di Caprio, *Los aceros inoxidables*, 2nd ed., vol. 1. Barcelona: Inoxcenter, 1999.
- [2] W. F. Smith, *Structure and Properties of Engineering Alloys*, 2nd ed., vol. 1. McGraw-Hill Science, 1993.
- [3] H. Bhadeshia and R. Honeycombe, *Steels: Microstructure and Properties*. Elsevier Ltd, 2006.
- [4] J. A. Sedriks, *Corrosion of Stainless Steels*, 2nd ed., vol. 1. Wiley-Interscience, 1996.
- [5] P. R. Roberge, *Handbook of Corrosion Engineering*, 3rd ed., vol. 1. McGraw Hill, 2019.
- [6] H. Benoît Van Hecke, *El potencial de conformado del acero inoxidable*, 2nd ed. Euro Inox, 2008.
- [7] R. N. Gunn, *Duplex Stainless Steels*, 1st ed. Woodhead Publishing, 1997.
- [8] P. Fernández, "Acerinox: la apuesta por los aceros especiales y Japón en un contexto de crisis de la siderurgia tradicional," in *XI Congreso Internacional de la AEHE*, Madrid, 2014.
- [9] J. Nilsson, *Super duplex stainless steels*, 8th ed., vol. 8. 1992.
- [10] R. D. Campbell, *THE PROFESSIONAL'S ADVISOR ON WELDING OF STAINLESS STEELS*, 1st ed. american welding society, 1999.
- [11] J. C. Lippold, *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*, 1st ed. Wiley-Interscience, 2005.
- [12] G. Chail and P. Kangas, "Super and hyper duplex stainless steels: structures, properties and applications," *Procedia Structural Integrity*, vol. 2, pp. 1755–1762, Jan. 2016.
- [13] N. Upadhyay, M. G. Pujar, S. S. Singh, N. G. Krishna, C. Mallika, and U. Kamachi Mudali, "Evaluation of the effect of molybdenum on the pitting corrosion behavior of austenitic stainless steels using electrochemical noise technique," *Corrosion*, vol. 73, no. 11, pp. 1320–1334, Nov. 2017.
- [14] T. J. Mesquita, E. Chauveau, M. Mantel, and R. P. Nogueira, "A XPS study of the Mo effect on passivation behaviors for highly controlled stainless steels in neutral and alkaline conditions," *Appl Surf Sci*, vol. 270, pp. 90–97, Apr. 2013.
- [15] S. Li, Y. Wang, and X. Wang, "Influence of mo additions on the mechanical properties of Cast Duplex stainless steels before and after Thermal aging," *Metals (Basel)*, vol. 9, no. 3, Mar. 2019.

- [16] M. Rajkumar, S. P. K. Babu, and T. A. Nagaraj, "Intergranular corrosion characteristics of niobium stabilized 27Cr-7Ni-Mo-W-N cast hyper duplex stainless steel," *Mater Today Proc*, vol. 27, pp. 2551–2555, Jan. 2020.
- [17] Donald. Peckner and I. M. Bernstein, *Handbook of stainless steels*, 1st ed., vol. 1. McGraw-Hill, 1977.
- [18] *ASTM A995/A995M*. ASTM International (ASTM), 2020.
- [19] I. Alvarez-Armas and S. Degallaix-Moreuil, *Duplex Stainless Steels*, 2nd ed. John Wiley and Sons, 2013.
- [20] G. G. B. Maria *et al.*, "EFEITO DA TEMPERATURA DE RECOZIMENTO NA PRECIPITAÇÃO DA FASE SIGMA NO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS 31803," pp. 241–249, Sep. 2017.
- [21] A. Miranda, "Solid State Phase Transformations in Advanced Steels," Padova, 2010.
- [22] International Molybdenum Association, *Directrices Prácticas para la Fabricación de los Aceros Inoxidables Dúplex*, 1st ed. International Molybdenum Association, 2012.
- [23] J. L. del Abra-Arzola *et al.*, "Study of the effect of sigma phase precipitation on the sliding wear and corrosion behaviour of duplex stainless steel AISI 2205," *Wear*, vol. 400–401, pp. 43–51, Apr. 2018.
- [24] J. Wan, H. Ruan, J. Wang, and S. Shi, "The Kinetic diagram of sigma phase and its precipitation hardening effect on 15Cr-2Ni duplex stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 711, pp. 571–578, Jan. 2018.
- [25] I. Calliari, E. Ramous, and P. Bassani, "Phase transformation in duplex stainless steels after isothermal treatments, continuous cooling and cold working," *Materials Science Forum*, vol. 638–642, pp. 2986–2991, 2010.
- [26] K. Wang Chan and S. Chin Tjong, "materials materials Effect of Secondary Phase Precipitation on the Effect of Secondary Phase Precipitation on the Corrosion Behavior of Duplex Stainless Steels Corrosion Behavior of Duplex Stainless Steels," *Materials*, no. 7, pp. 5268–5304, 2014.
- [27] A. Perron *et al.*, "Understanding sigma-phase precipitation in a stabilized austenitic stainless steel (316Nb) through complementary CALPHAD-based and experimental investigations," *Acta Mater*, vol. 79, pp. 16–29, Oct. 2014.
- [28] S. Cui, Y. Shi, Y. Cui, and T. Zhu, "The influence of microstructure and chromium nitride precipitations on the mechanical and intergranular corrosion properties of K-TIG weld metals," *Constr Build Mater*, vol. 210, pp. 71–77, Jun. 2019.

- [29] S. Hereñú, M. G. Moscato, I. Alvarez, and A. F. Armas, "The influence of chromium nitrides precipitation on the fatigue behavior of duplex stainless steels," *Procedia Eng*, vol. 74, pp. 179–182, 2014.
- [30] T. R. Dandekar, A. Kumar, R. K. Khatirkar, J. Singh, and D. Kumar, "Effect of isothermal aging at 750 °C on microstructure and mechanical properties of UNS S32101 lean duplex stainless steel," *Mater Today Commun*, vol. 29, Dec. 2021.
- [31] K. Wiecek *et al.*, "The effect of temperature on the evolution of eutectic carbides and M7C₃ → M₂₃C₆ carbides reaction in the rapidly solidified Fe-Cr-C alloy," *J Alloys Compd*, vol. 698, pp. 673–684, Mar. 2017.
- [32] J. K. Du, C. H. Wang, K. C. Wang, and K. K. Chen, "TEM analysis of 2205 duplex stainless steel to determine orientation relationship between M₂₃C₆ carbide and austenite matrix at 950 °C," *Intermetallics (Barking)*, vol. 45, pp. 80–83, Feb. 2014.
- [33] M. Knyazeva and M. Pohl, "Duplex Steels. Part II: Carbides and Nitrides," *Metallography, Microstructure, and Analysis*, vol. 2, no. 5, pp. 343–351, Oct. 2013.
- [34] A. Redjaimia and A. M. M. Garcia, "On the m₂₃ c₆-carbide in 2205 duplex stainless steel: An unexpected (m₂₃ c₆ /austenite)—eutectoid in the δ-ferritic matrix," *Metals (Basel)*, vol. 11, no. 9, Sep. 2021.
- [35] R. Wang, "Precipitation of sigma phase in duplex stainless steel and recent development on its detection by electrochemical potentiokinetic reactivation: A review," *Corrosion Communications*, vol. 2. Elsevier B.V., pp. 41–54, Jun. 01, 2021.
- [36] N. Sato, "Electrochimica Acta," vol. 16, 1971.
- [37] S. Gudić, L. Vrsalović, A. Matošin, J. Krolo, E. E. Oguzie, and A. Nagode, "Corrosion Behavior of Stainless Steel in Seawater in the Presence of Sulfide," *Applied Sciences (Switzerland)*, vol. 13, no. 7, Apr. 2023.
- [38] D. A. Shwleir, P. J. Moran, and J. Kruger, "THE PASSIVITY OF IRON AND CARBON STEEL IN ANHYDROUS PROPYLENE CARBONATE SOLUTIONS," 1991.
- [39] N. Haghdam *et al.*, "The effect of phase transformation route on the intergranular corrosion susceptibility of 2205 duplex stainless steel," *Mater Lett*, vol. 238, pp. 26–30, Mar. 2019.
- [40] A. Oñate *et al.*, "Production of Nb-doped super duplex stainless steel based on recycled material: A study of the microstructural characterization, corrosion, and mechanical behavior," *Mater Chem Phys*, vol. 308, Oct. 2023.
- [41] Á. Oñate *et al.*, "Exploring the Impact of Cooling Rate on Microstructural Features, Mechanical Properties, and Corrosion Resistance of a Novel Nb-Stabilized Super Duplex Stainless Steel in Shielded Metal Arc Welding," *Crystals (Basel)*, vol. 13, no. 8, Aug. 2023.

- [42] ASTM international, *ASTM E45 Standard test methods for determining the inclusion content of steel*. 2007.
- [43] D. Kim, W. Chung, and B. H. Shin, "Effects of the Volume Fraction of the Secondary Phase after Solution Annealing on Electrochemical Properties of Super Duplex Stainless Steel UNS S32750," *Metals (Basel)*, vol. 13, no. 5, May 2023.
- [44] C. Meena and V. Uthaisangskuk, "Microstructures and mechanical properties of 25Cr duplex stainless steel," *Journal of Metals, Materials and Minerals*, vol. 29, no. 4, pp. 113–119, 2019.
- [45] M. Cruells, N. Llorca, P. Molera, A. Roca, and J. Viñals, "CIÈNCIA DELS MATERIALS."
- [46] A. Kashiwar, N. P. Vennela, S. L. Kamath, and R. K. Khatirkar, "Effect of solution annealing temperature on precipitation in 2205 duplex stainless steel," *Mater Charact*, vol. 74, pp. 55–63, Dec. 2012.
- [47] L. Guo *et al.*, "Electron work functions of ferrite and austenite phases in a duplex stainless steel and their adhesive forces with AFM silicon probe," *Sci Rep*, vol. 6, Feb. 2016.
- [48] N. Llorca-Isern, H. López-Luque, I. López-Jiménez, and M. V. Biezma, "Identification of sigma and chi phases in duplex stainless steels," *Mater Charact*, vol. 112, pp. 20–29, Feb. 2016.
- [49] D. C. dos Santos and R. Magnabosco, "Kinetic Study to Predict Sigma Phase Formation in Duplex Stainless Steels," *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*, vol. 47, no. 4, pp. 1554–1565, Apr. 2016.
- [50] L. Gil and C. Aponte, "Innovation in Engineering, Technology and Education for Competitiveness and Prosperity."
- [51] P. Trocoli-Montesino, E. Rodríguez-Prato, A. Rosales-Mendoza, and W. González-Hermosilla, "Evaluación ultrasónica de las fases formadas de un acero inoxidable dúplex 2205 tratado térmicamente a 750 °C y su comportamiento frente a la corrosión," *Revista de Metalurgia*, vol. 55, no. 1, Jan. 2019.
- [52] B. Deng, Z. Wang, Y. Jiang, H. Wang, J. Gao, and J. Li, "Evaluation of localized corrosion in duplex stainless steel aged at 850 °C with critical pitting temperature measurement," *Electrochim Acta*, vol. 54, no. 10, pp. 2790–2794, Apr. 2009.
- [53] J. L. GARIN, R. L. MANNHEIM, and M. A. CAMUS, "Estudio sobre la disolución de fase sigma en un acero dúplex S31803," *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, vol. 3, no. 1, pp. 46–53, 2010.

- [54] M. K. Mishra, A. G. Rao, R. Sarkar, B. P. Kashyap, and N. Prabhu, "Effect of Preaging Deformation on Aging Characteristics of 2507 Super Duplex Stainless Steel," *J Mater Eng Perform*, vol. 25, no. 2, pp. 374–381, Feb. 2016.
- [55] R. Magnabosco, "Kinetics of Sigma Phase Formation In a Duplex Stainless Steel," 2009.
- [56] G. S. Da Fonseca, P. M. De Oliveira, M. G. Diniz, D. V. Bubnoff, and J. A. De Castro, "Sigma phase in superduplex stainless steel: Formation, kinetics and microstructural path," *Materials Research*, vol. 20, no. 1, pp. 249–255, Jan. 2017.
- [57] Z. Zhang *et al.*, "Effect of isothermal aging on the pitting corrosion resistance of UNS S82441 duplex stainless steel based on electrochemical detection," *Corros Sci*, vol. 93, pp. 120–125, Apr. 2015.
- [58] M. Zhu, Q. Zhang, Y. Yuan, S. Guo, and Y. Huang, "Study on the correlation between passive film and AC corrosion behavior of 2507 super duplex stainless steel in simulated marine environment," *Journal of Electroanalytical Chemistry*, vol. 864, May 2020
- [59] N. Ebrahimi, M. Momeni, A. Kosari, M. Zakeri, and M. H. Moayed, "A comparative study of critical pitting temperature (CPT) of stainless steels by electrochemical impedance spectroscopy (EIS), potentiodynamic and potentiostatic techniques," *Corros Sci*, vol. 59, pp. 96–102, Jun. 2012
- [60] G. Gutiérrez-Vargas, A. Ruiz, V. H. López-Morelos, J. Y. Kim, J. González-Sánchez, and A. Medina-Flores, "Evaluation of 475 °C embrittlement in UNS S32750 super duplex stainless steel using four-point electric conductivity measurements," *Nuclear Engineering and Technology*, vol. 53, no. 9, pp. 2982–2989, Sep. 2021
- [61] T. R. Alvarez *et al.*, "Nondestructive microstructural characterization of superduplex stainless steel by double loop electrochemical polarization reactivation portable test," in *Materials Research*, Universidade Federal de Sao Carlos, 2017, pp. 447–451.
- [62] S. I. Cristini, B. Sacchi, E. Guerrini, S. Trasatti, and S. P. Trasatti, "Detection of sigma phase in 22% Cr duplex stainless steel by electrochemical methods," *Russian Journal of Electrochemistry*, vol. 46, no. 10, pp. 1094–1100, Oct. 2010
- [63] T. Liang, X. Hu, X. Kang, and D. Li, "Effect of the sigma phase on the mechanical properties of a cast duplex stainless steel during the ageing treatment at 850°C," in *Advanced Materials Research*, 2013, pp. 325–329
- [64] Y. Q. Wang, J. Han, H. C. Wu, B. Yang, and X. T. Wang, "Effect of sigma phase precipitation on the mechanical and wear properties of Z3CN20.09M cast duplex stainless steel," *Nuclear Engineering and Design*, vol. 259, pp. 1–7, 2013
- [65] P. Tao, J. ming Gong, Y. fei Wang, Y. Jiang, Y. Li, and W. wei Cen, "Characterization on stress-strain behavior of ferrite and austenite in a 2205 duplex stainless steel based on

- nanindentation and finite element method," *Results Phys*, vol. 11, pp. 377–384, Dec. 2018.
- [66] M. K. Gupta, N. K. Singh, and N. K. Gupta, "Deformation behaviour and notch sensitivity of a super duplex stainless steel at different strain rates and temperatures," *Int J Impact Eng*, vol. 174, Apr. 2023
- [67] Q. Wang, G. Gu, C. Jia, K. Li, and C. Wu, "Investigation of microstructure evolution, mechanical and corrosion properties of SAF 2507 super duplex stainless steel joints by keyhole plasma arc welding," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 22, pp. 355–374, Jan. 2023
- [68] D. M. Aditya, H. Ardy, Y. S. F. Lantang, Y. S. Afrianti, N. F. F. Ilmi, and U. S. Pasaribu, "The study of sigma and carbide in cast austenitic stainless-steel grade HH after 24 years of high-temperature service," *Heliyon*, vol. 9, no. 3, Mar. 2023
- [69] N. Medina, E. Rodríguez, and J. Stella, "CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DE LA PRECIPITACIÓN Y DISOLUCIÓN DE LA FASE SIGMA EN EL ACERO SAF 2507
MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF THE SIGMA PHASE PRECIPITATION AND DISOLUTION IN THE SAF 2507 STEEL," 2011.
- [70] J. Łabanowski, S. Topolska, and J. Łabanowski, "Effect of microstructure on impact toughness of duplex and superduplex stainless steels," 2009. [Online]. Available: www.journalamme.org

TÍTULO
“ EVOLUCION DE LA MICROESTRUCTURA EN UN ACERO SUPERDUPLEX ESTABILIZADO CON NIOBIO A 700°C”
Nombre Memorista: Diego Antonio Olave Morán

Modalidad	Presencial	Profesor(es) Patrocinante(s) Dr. David Eduardo Rojas Jara
Concepto		
Calificación		
Fecha		

	Ingeniero Supervisor Dr. Jesús Ramírez Briceño
	Institución Universidad de Concepción
Comisión (Nombre y Firma)	
Dra. Eugenia Araneda Hernández	Dr. Felipe Abner Sanhueza Gomez

RESUMEN
<p>Este estudio se centra en la investigación de una aleación de super dúplex con niobio (SDSS-Nb), obtenida a partir de chatarra de acero inoxidable 329. El objetivo es estudiar la evolución de la microestructura a una temperatura de 700°C con el fin de evaluar la formación de fase sigma y sus consecuencias en relación con las propiedades mecánicas y de comportamiento frente a la corrosión.</p> <p>En el transcurso de la investigación se produjo y caracterizó un acero super dúplex que se sometió a un recocido isotérmico a 700°C durante dos períodos de tiempo: 4,5 y 17 horas. Esto permitió comparar los resultados con la caracterización de la aleación sin recocido isotérmico. Se llevó a cabo una simulación termodinámica para identificar la</p>

posible formación de fases secundarias estables en la aleación durante el recocido isotérmico, destacando principalmente la presencia de la fase sigma.

Se emplearon técnicas de caracterización microestructural, de comportamiento frente a la corrosión, y mecánica, tales como: microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM), difracción de rayos X (DRX), voltametría lineal, medición de potencial de corrosión abierto (OCP), espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS), ensayos de potencial de reactivación electroquímica de doble loop (DLEPR), ensayos de tracción, compresión y dureza.

Los resultados más significativos revelaron la presencia de inclusiones no metálicas tipo D4, tanto en la caracterización inicial como en las muestras sometidas al tratamiento isotérmico. Se observó una disminución de la fase ferrita en las muestras tratadas isotérmicamente debido a la precipitación y crecimiento de la fase sigma en la matriz, lo cual se evidenció en las micrografías y en el DRX.

En términos de resistencia a la corrosión, se observó una disminución significativa como resultado del recocido isotérmico, tal como se reflejó en los valores de potencial de pasivación y en la forma de las curvas de polarización. Además, los resultados de EIS mostraron una menor compactación y resistencia de la capa pasiva, debido a la precipitación de fases secundarias, y esto también se corroboró en los valores de sensibilización obtenidos mediante DLEPR.

En cuanto a las propiedades mecánicas, se registró un aumento de la resistencia a la compresión, y una reducción de la tenacidad y ductilidad. Por otro lado, la dureza aumentó significativamente, lo que señala una fragilización del acero debido al recocido.