

## CAPITULO 5

# RESULTADOS Y DISCUSION

### 5.1 CARACTERIZACION DEL RECUBRIMIENTO DURO Y EL ACERO INOXIDABLE.

El material que se estudia en este trabajo está compuesto por dos tipos de aleaciones con características y propiedades muy diferentes, por lo que éstas se describirán por separado.

#### 5.1.1 Análisis metalográfico del recubrimiento duro.

Las Figuras 5.1(a y b) muestran la microestructura correspondiente a un hierro blanco con alto cromo del recubrimiento duro. En ambas figuras se observa una estructura hipereutéctica que consta de una fase dura, un eutéctico y la matriz austenítica  $\gamma$ . La fase dura son carburos ricos en cromo, originados desde la solidificación de la aleación, generalmente éstos son de geometría hexagonal y se les denomina carburos primarios. En la caracterización de este tipo de aleaciones se ha encontrado que los carburos primarios son del tipo  $(Fe, Cr, Mn, etc.)_7C_3$  o  $M_7C_3$  y su dureza oscila entre 1200 a 1800 HV. El eutéctico es una mezcla de la fase austenítica  $\gamma$  y carburos del tipo  $M_7C_3$  [1-5]. Las Figuras 5.2(a y b) muestran micrografías obtenidas en el microscopio electrónico de barrido (SEM), en la que se pueden ver claramente los carburos primarios (forma hexagonal), el eutéctico (formas aciculares) y la matriz austenítica  $\gamma$  (zona oscura).

El recubrimiento duro se aplicó en dos capas dentro del tubo. Las Figuras 5.1a y 5.2a muestran la microestructura de la primer capa, la cual está adherida al acero inoxidable. Las Figuras 5.1b y 5.2b corresponden a la microestructura de la segunda capa. El propósito de realizar la deposición del recubrimiento de esta manera es para evitar la dilución del acero inoxidable en la capa que va a estar sujeta al desgaste (segunda capa). Aunque también se pretende que haya una buena unión entre el acero inoxidable y el recubrimiento. Cabe mencionar que la composición química de ambas capas no es la misma, esto no quiere decir que sean aleaciones diferentes ya que corresponden a un hierro blanco con alto cromo, sólo que el porcentaje de cromo y carbono es mayor en la segunda capa (en la Tabla 4.3 se presentó la composición química de la segunda capa). La variación de estos elementos de aleación trae como consecuencia cambios en la microestructura de la aleación. La segunda capa presenta un mayor porcentaje de carburos primarios comparada con la primera, y en ésta el porcentaje de eutéctico es mayor que en la segunda tal y como se puede ver claramente en la Figura 5.2(a y b).

La Tabla 5.1 presenta la microdureza Vickers (HV) de los carburos primarios, matriz mas eutéctico y el porcentaje en área de ambos parámetros microestructurales. Como se reporta la microdureza en general (carburos primarios y matriz mas eutéctico) de la segunda capa es mayor que en la primera, así como también el porcentaje en área de carburos primarios. Esto es debido a que la segunda capa es la que va a estar sujeta al desgaste y, por lo tanto, la dureza y el porcentaje de carburos son dos factores de suma importancia para su buena resistencia.

Tabla 5.1 Microdureza Vickers y porcentaje en área de los parámetros microestructurales del recubrimiento duro.

Recubrimiento duro	Dureza Vickers (HV)		% de área total	
	Carburo Primario	Matriz mas eutéctico	Carburo Primario	Matriz mas eutéctico
Primer Capa	1050	543	12.73	87.27
Segunda capa	1289	568	34.80	65.2

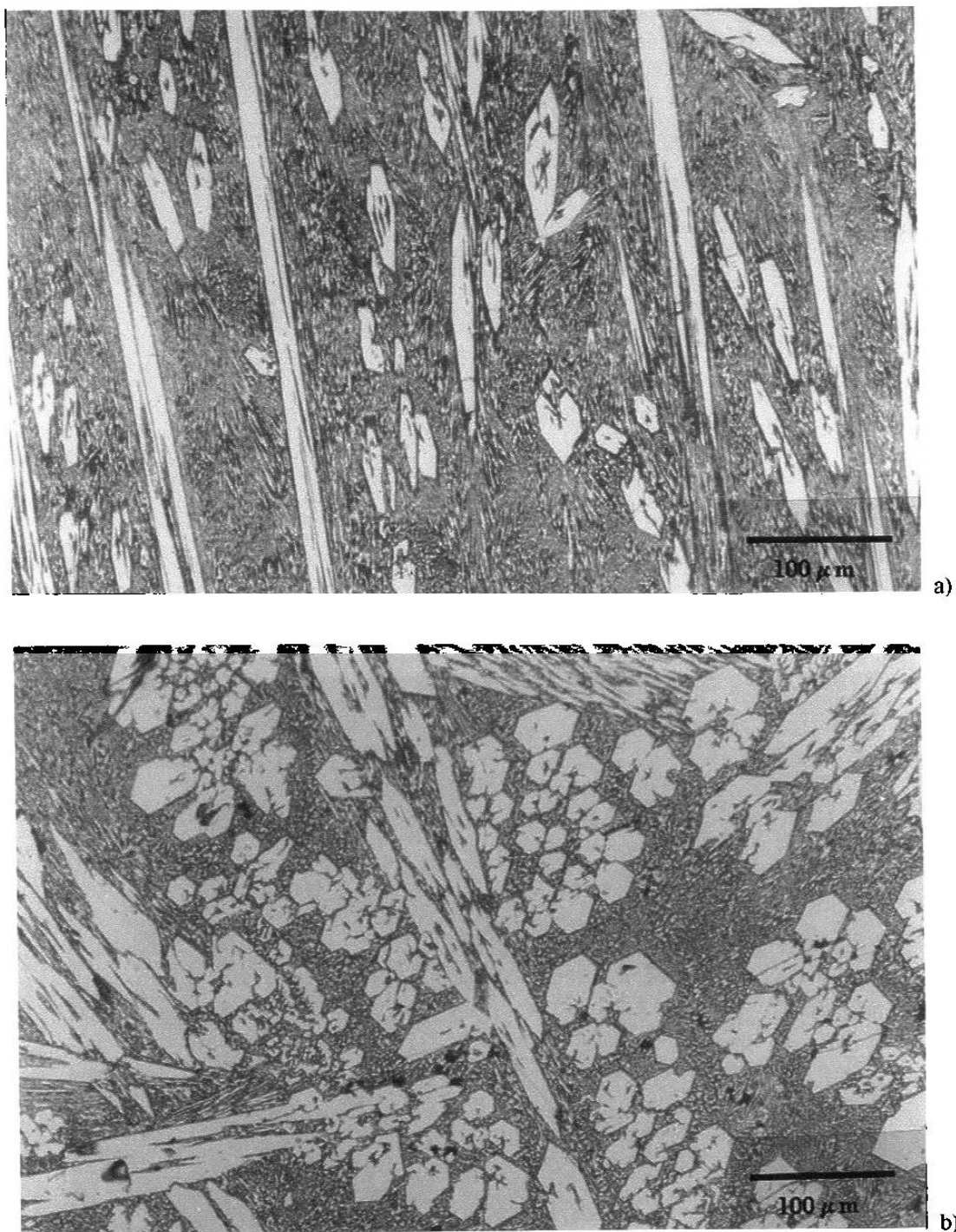


Figura 5.1 Imágenes obtenidas en el microscopio óptico a) microestructura de la primer capa del recubrimiento duro, b) microestructura de la segunda capa. En ambas microestructuras se observan carburos del tipo  $M_7C_3$  de geometría hexagonal, el eutéctico y la matriz austenítica  $\gamma$ . El ataque químico utilizado fue una solución de 5 ml HCl , 1 g. ácido pícrico y 100 ml de alcohol etílico.

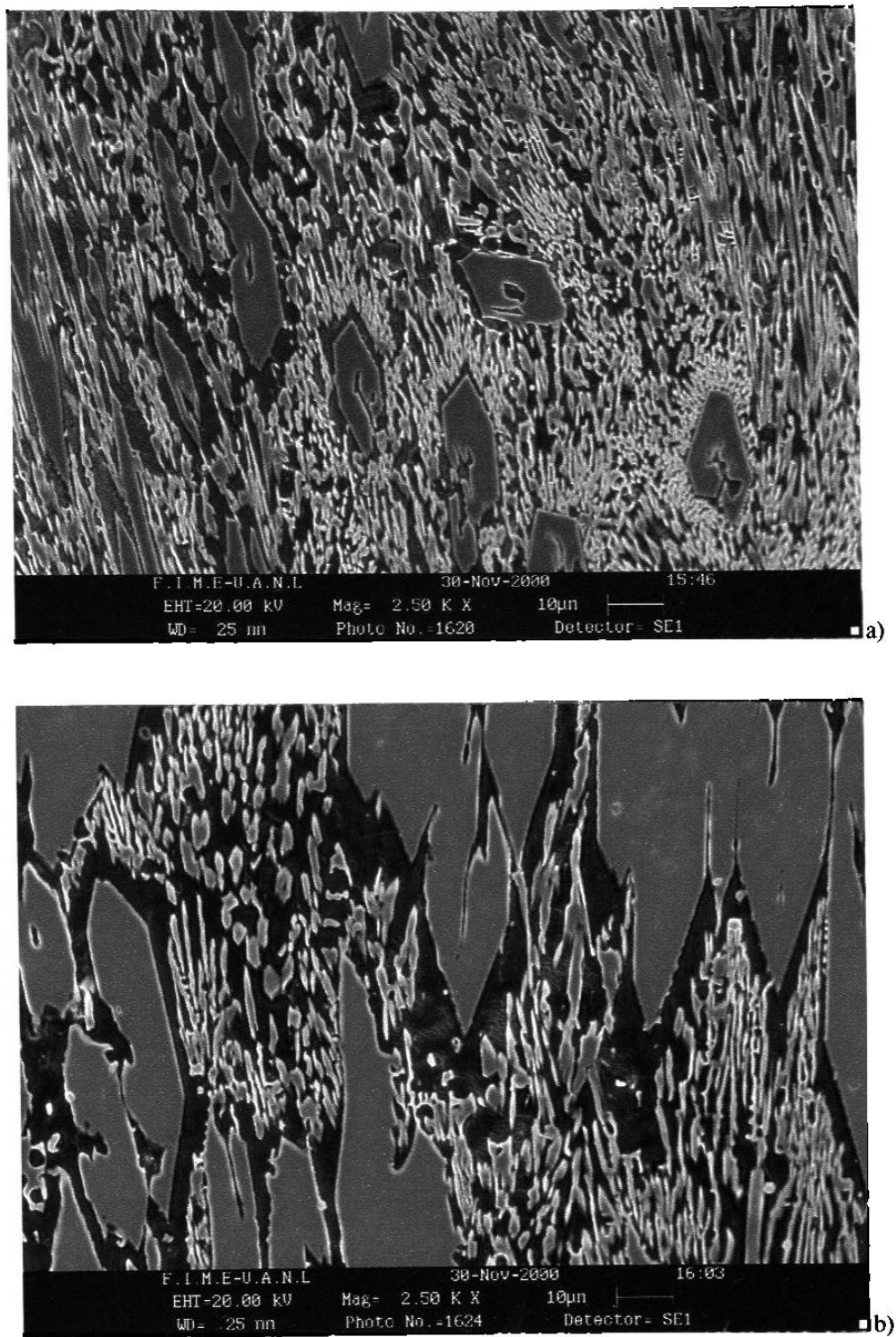


Figura 5.2 Imágenes obtenidas en el microscopio electrónico de barrido (SEM): a) microestructura de la primera capa del recubrimiento duro, b) microestructura de la segunda capa. El ataque químico utilizado fue una solución de 5 ml HCl, 1 g. ácido pícrico y 100 ml de alcohol etílico.

### **5.1.2 Análisis metalográfico del acero inoxidable.**

De acuerdo a la composición química nominal del acero inoxidable encontrada en la literatura (Tabla 4.1) [6] y de la composición obtenida del material estudiado aquí (Tabla 4.3) se trata de un acero inoxidable AISI del tipo 304L bajo carbono, el cual presenta una microestructura austenítica. Durante la preparación metalográfica fue difícil revelar su microestructura debido a que la mayoría de estos aceros se someten a un tratamiento de disolución de carburos (tratamiento de recocido por solución) el cual se aplica para que la microestructura del acero presente una mejor resistencia a la corrosión intergranular [6,7].

La Figura 5.3 muestra la microestructura del acero inoxidable en condiciones de recocido, la microestructura de este acero está compuesta de una sola fase austenítica, las manchas oscuras que se observan en la microestructura del acero son impurezas, que por su forma parecen ser sulfuros [8-10]. También se pueden observar algunos granos de superficie áspera lo cual pudiera ser martensita originada por la deformación a la que se somete el acero inoxidable cuando es trabajado o bien durante la preparación metalográfica de la muestra [11].

El propósito de utilizar el acero inoxidable AISI tipo 304L es el de evitar la precipitación de carburos en el acero inoxidable durante la aplicación del recubrimiento duro[6-8].

### **5.1.3 Análisis metalográfico de la unión entre el acero inoxidable y el recubrimiento.**

Durante la aplicación del recubrimiento duro la superficie interior del tubo de acero inoxidable se funde y, al solidificar, se transforma en una microestructura diferente a la original. La microestructura de esta zona está compuesta de austenita ( $\gamma$ ) y ferrita delta ( $\delta$ ) y es típica en un acero inoxidable austenítico depositado por medio de soldadura [8,9,12]. En la Figura 5.4 se muestra la zona de unión del recubrimiento duro

(zona oscura) con el acero inoxidable (zona clara). En este trabajo se le llamará zona de interfase, la cual tiene un espesor de 60 a 120  $\mu\text{m}$  con una microdureza que oscila de 250 a 320 HV.

Además de la superficie que es fundida en el acero inoxidable, se origina una zona afectada térmicamente (ZAT) ocasionada por los severos ciclos térmicos durante el proceso de deposición del recubrimiento duro por medio de soldadura. Esto produce cambios en la microestructura y propiedades de esta zona. Uno de estos cambios es el crecimiento del grano en la ZAT, comparado con el resto del tubo. Para comprobar este cambio en la Tabla 5.2 se presenta el diámetro promedio del grano obtenido en la zona afectada térmicamente (en la parte más cercana a la interfase del compuesto) y en una zona más alejada de la interfase así como también el valor de microdureza obtenido en dichas zonas.

Como se puede ver claramente en la Tabla 5.2 el diámetro promedio del grano es mayor en la zona afectada térmicamente y se podrá apreciar con mayor detalle en una muestra envejecida. Por otro lado la microdureza Vickers (HV) en ambas zonas no presenta mucha diferencia.

Tabla 5.2 Tamaño de grano y variación de la dureza.

Acero inoxidable AISI 304	Diámetro promedio del grano en $\mu\text{m}$	Microdureza Vickers (Hv)
Zona afectada térmicamente por la deposición del recubrimiento.	125	210
Centro del espesor del tubo	65	204

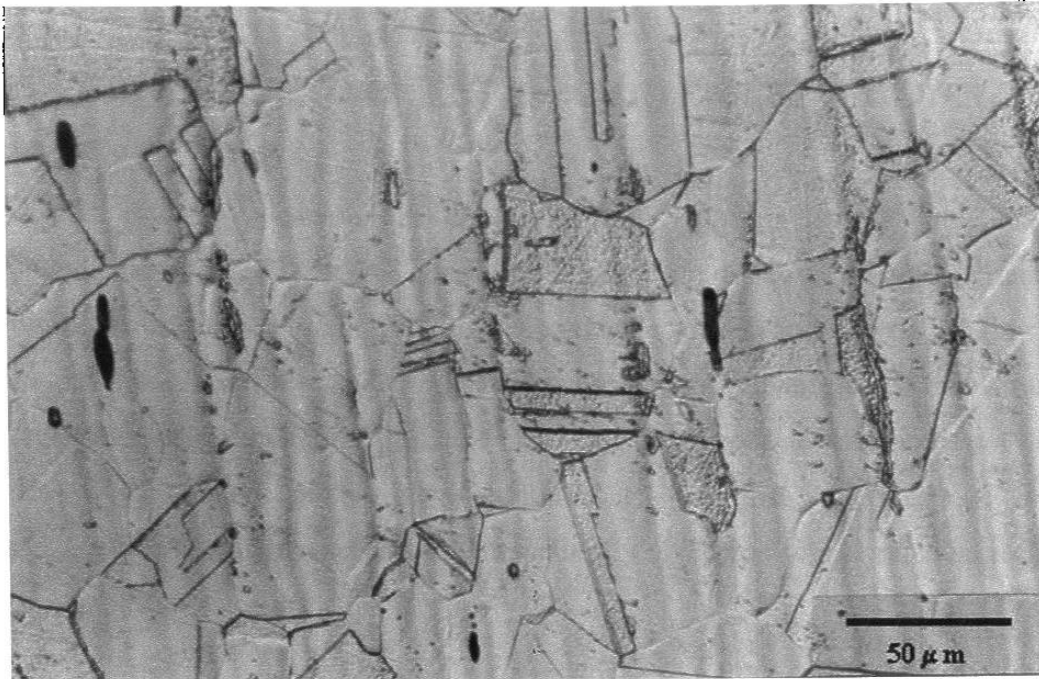


Figura 5.3 Acero inoxidable AISI 304, en esta fotografía se aprecia una microestructura austenítica, en condición de recocido. Ataque electroquímico utilizando como electrolito ácido oxálico y 100 ml de  $H_2O$ , las condiciones fueron 10 V con un tiempo de 15 segundos.

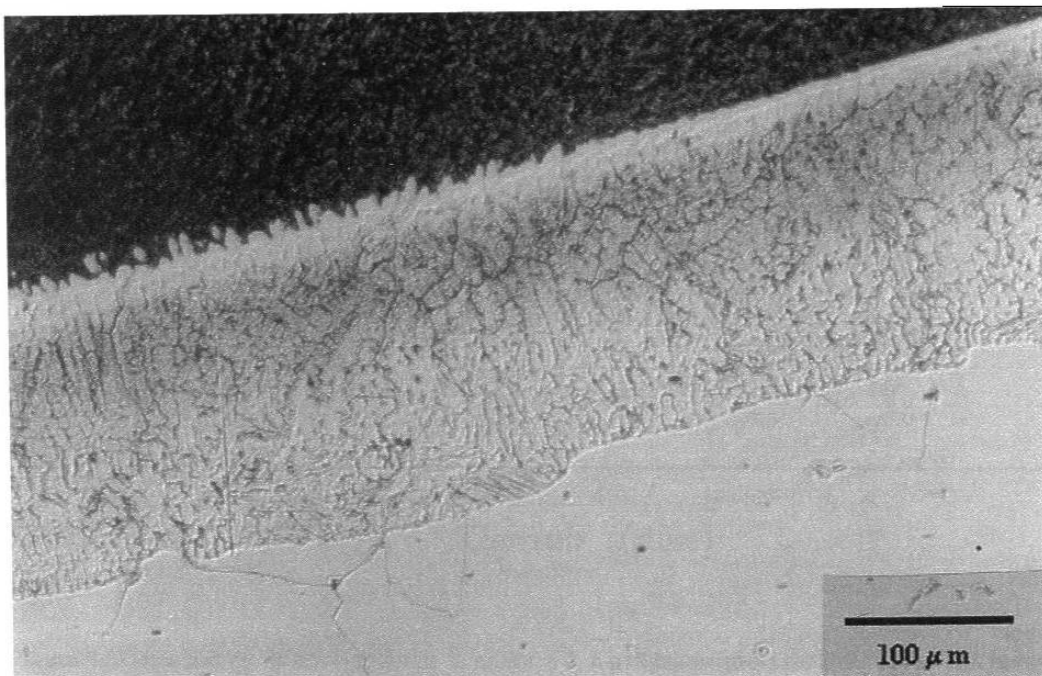


Figura 5.4 Zona de unión o interfase del acero inoxidable (área clara) y el recubrimiento duro (área oscura). Ataque electroquímico utilizando como electrolito 10 g. de ácido oxálico y 100 ml de  $H_2O$ , las condiciones fueron 6 V con un tiempo de 10 segundos.

## 5.2 TRATAMIENTO DE ENVEJECIDO EN UNA MUESTRA.

En esta investigación una de las probetas (Muestra 4) fue sometida a un calentamiento de 750 °C por 168 horas, con el propósito de provocar la precipitación de carburos en la microestructura del acero inoxidable, principalmente en los límites de grano. La Figura 5.5 presenta la gráfica del tratamiento de envejecido de dicha muestra. El registro de la temperatura se realizó en periodos de tiempos de 4 a 6 horas por día, los cuales se representan con las líneas continuas en la gráfica, mientras que la línea punteada fue trazada para señalar la temperatura y el tiempo total en que se realizó el tratamiento de envejecido.

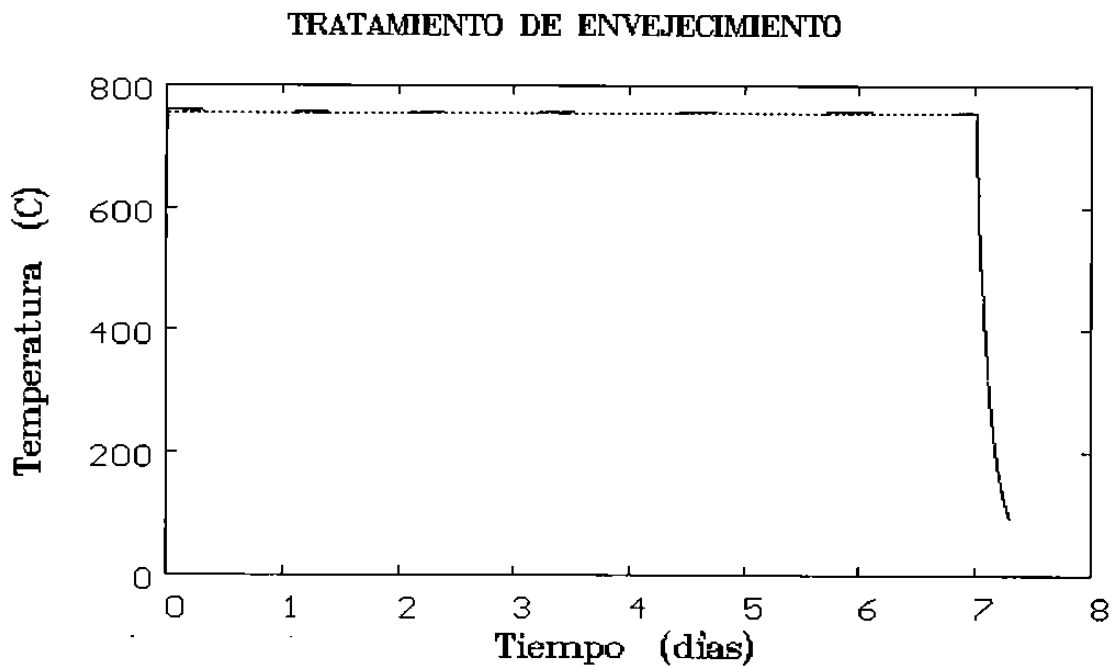


Figura 5.5 Tratamiento de envejecido de la muestra 4, a una temperatura de 750 °C por 168 horas.



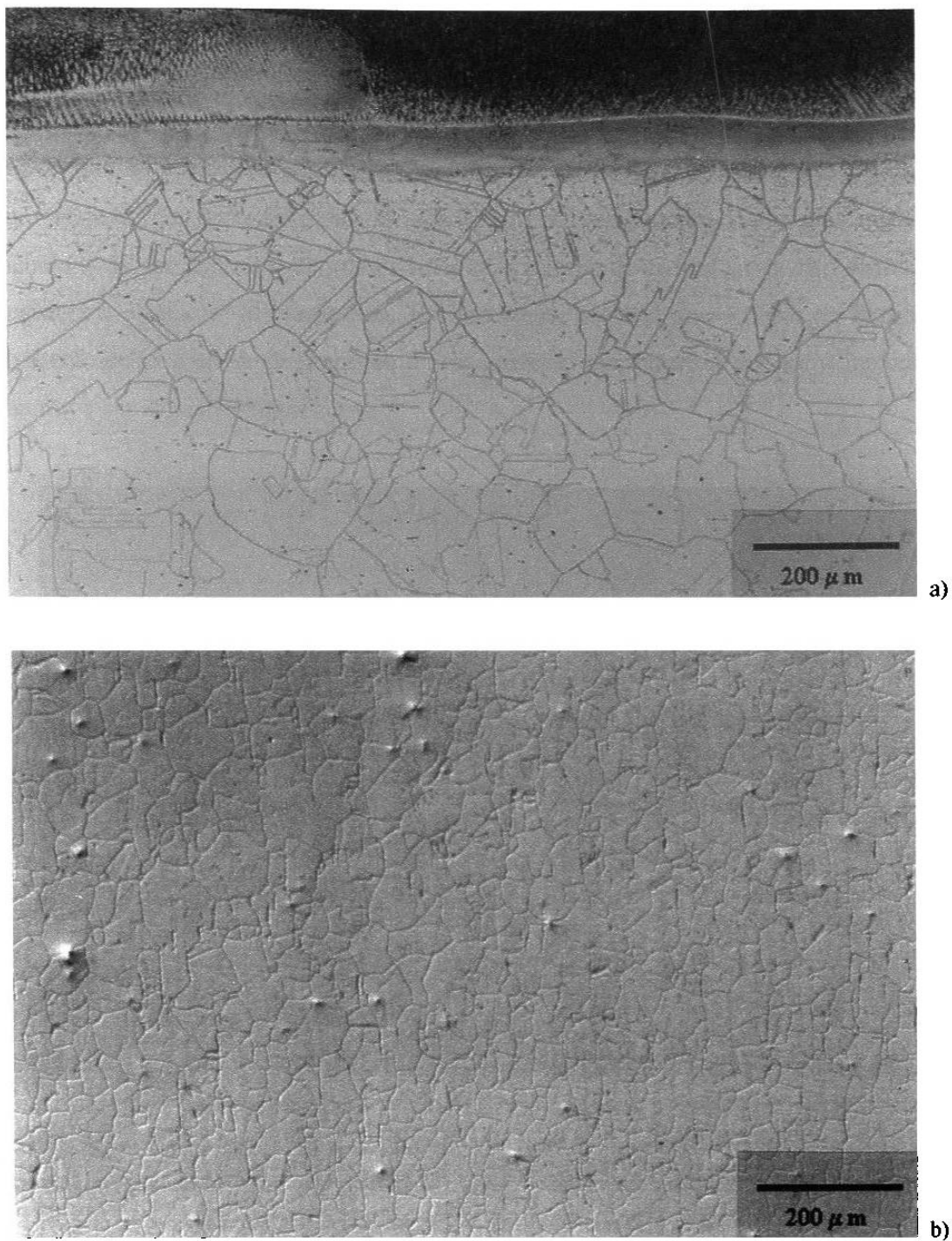


Figura 5.6 Acero inoxidable después de 168 horas a una temperatura de 750 °C. a) microestructura cercana a la unión, b) microestructura tomada a mayor distancia de la unión del compuesto. Ataque electroquímico utilizando como electrolito 10 g. de ácido oxálico y 100 ml de H<sub>2</sub>O, las condiciones fueron 6 V con un tiempo de 10 segundos.

En las Figuras 5.6 (a y b) se presenta la microestructura del acero inoxidable en condición de envejecido, éstas fueron tomadas a la misma magnificación para comparar el tamaño de grano. La Figura 5.6a corresponde a la zona cercana a la unión del recubrimiento y el acero inoxidable, mientras que la Figura 5.6b corresponde a una zona más alejada. En ambas figuras se puede apreciar claramente los granos austeníticos debido a que las fronteras de granos se empobrecieron de cromo y con esto disminuyó su resistencia al ataque metalográfico. Es importante resaltar que a pesar de la diferencia existente en el tamaño de grano en dichas zonas la microdureza del acero inoxidable se mantuvo sin variación significativa.

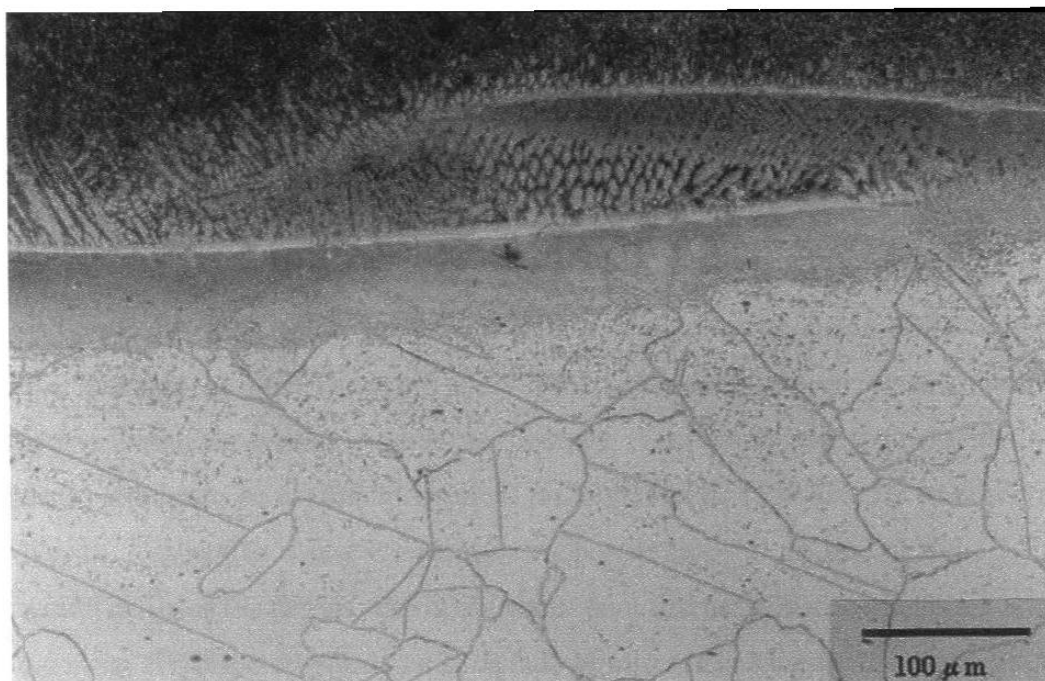


Figura 5.7 Carburos precipitados cerca de la unión del acero inoxidable y el recubrimiento duro después de 168 horas a una temperatura de 750 °C. Los carburos se observan como una forma de escarcha fina en los granos austeníticos. Ataque electroquímico utilizando como electrolito 10 g. de ácido oxálico y 100 ml de H<sub>2</sub>O, las condiciones fueron 6 V con un tiempo de 10 segundos.

Ya se había mencionado que durante la deposición del recubrimiento duro en el acero inoxidable no se pudo observar la presencia de carburos cerca de la interfase, debido al bajo contenido de carbono, en la muestra envejecida si se presenta la precipitación de carburos principalmente cerca de la interfase del compuesto, tal como

se aprecia en la Figura 5.7. Los carburos de cromo de la forma  $M_{23}C_6$  [6-9], precipitados en el acero inoxidable, se presentan en una forma de escarcha fina en los granos austeníticos localizados abajo de la interfase. En estas imágenes no se observan carburos de cromo precipitados en las fronteras de grano esto como consecuencia del bajo contenido de carbono en la aleación.

### 5.3 CICLOS TERMICOS.

Los ciclos térmicos consistieron de un calentamiento a 700 °C durante 5 minutos y después un enfriamiento hasta 300 °C. El enfriamiento se aplicó de dos formas; tres probetas se enfriaron al aire (fuera del horno) y una en agua. El enfriamiento en ambas condiciones fue hasta 300 °C. Las cuatro probetas fueron sometidas a 40 ciclos térmicos.

Los 40 ciclos térmicos aplicados en las Muestras 1 y 2 se dividieron en cuatro etapas de 10 ciclos cada una. En las Figuras 5.8 y 5.9 se presenta el tipo de gráfica generada con las lecturas de temperatura de los primeros 10 ciclos térmicos para la probeta enfriada al aire (muestra 1), y la probeta enfriada en agua (muestra 2) respectivamente. En ambas figuras se observa el intervalo de temperaturas (línea punteada) empleado en el ciclado térmico. En la gráfica de la Figura 5.9 se observa que la Muestra 2 se enfrió a una temperatura menor de 300 °C, lo que se debe a que la extracción de calor fue demasiado rápida como para detener el enfriamiento a 300 °C. A pesar de esto el tiempo empleado en el ciclado térmico de la Muestra 2 fue menor que en la Muestra 1 ya que durante el ciclado térmico el enfriamiento en cada ciclo no consumía mucho tiempo.

Las Muestras 3 y 4 se sometieron al ciclado térmico simultáneamente. Ya que el enfriamiento aplicado fue el mismo. En esta ocasión los 40 ciclos térmicos se dividieron en dos etapas de 20 ciclos cada una. Con las lecturas obtenidas del termopar colocado en la parte central de la probeta 3 se realizó la gráfica de la Figura 5.10 en donde se presentan los primeros 20 ciclos térmicos de las probetas. En esta gráfica se observa el intervalo de temperaturas de 700 –300 °C (líneas punteadas) empleado en el ciclado

térmico. La gráfica obtenida en la segunda etapa del ciclado térmico de estas probetas fue similar a la de la Figura 5.10.

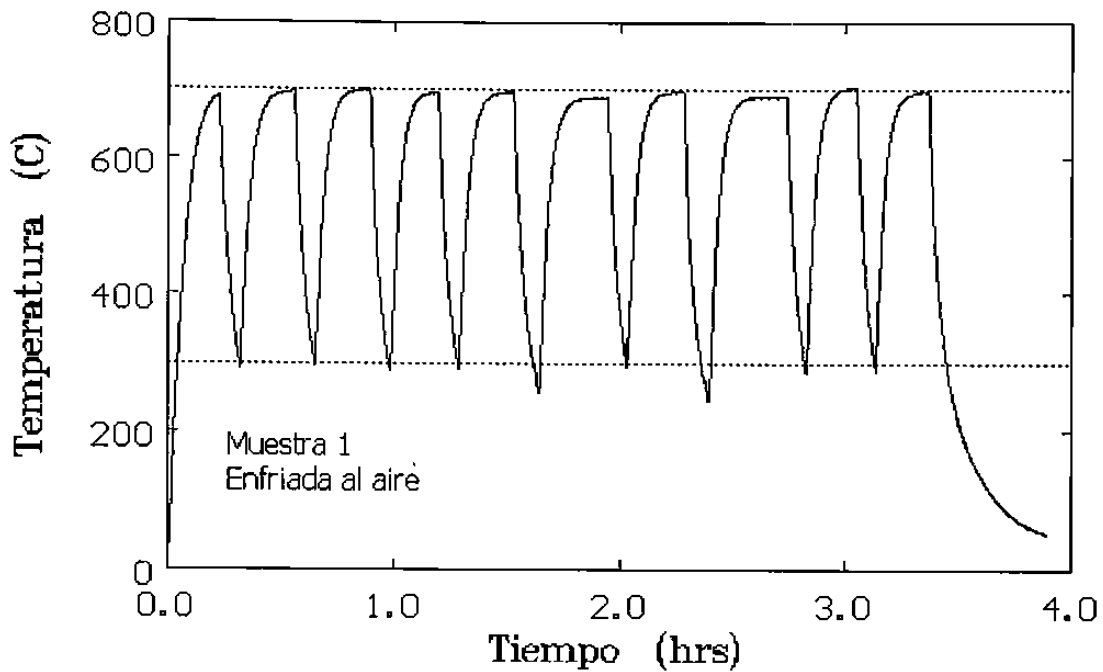


Figura 5.8 Gráfica de los ciclos térmicos de la muestra 1, la cual fue calentada a 700 °C y enfriada a 300 °C en aire.

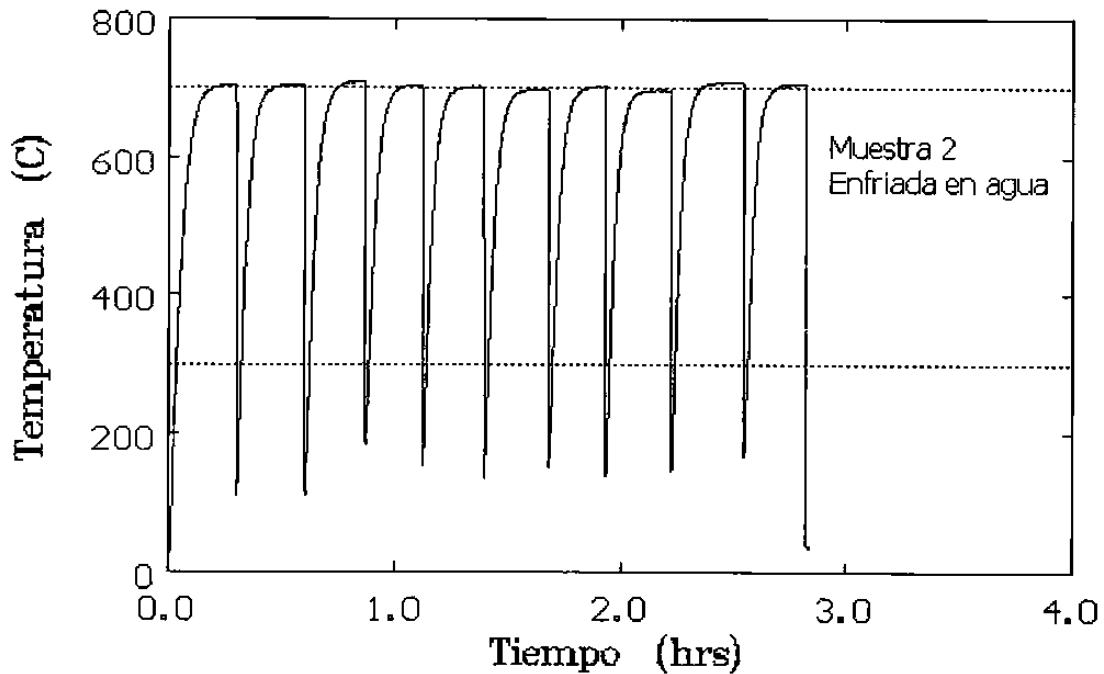


Figura 5.9 Gráfica de los ciclos térmicos de la muestra 2, la cual fue calentada a 700 °C y enfriada a 300 °C en agua.

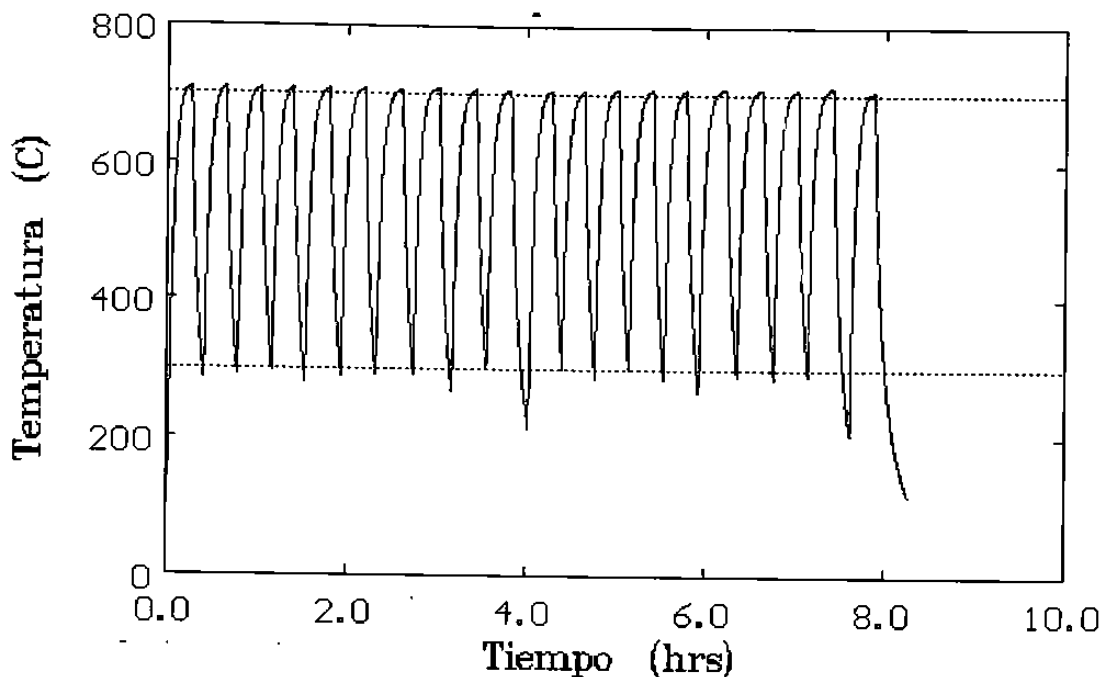


Figura 5.10 Gráfica del ciclado térmico de las Muestras 3 y 4, las cuales fueron calentadas a 700 °C y enfriadas a 300 °C en aire.

#### 5.4 ANALISIS VISUAL DE LAS PROBETAS.

En la Figura 5.11 se presenta la Muestra 4 transversal, en la cual se aprecia una grieta. Esta fotografía se obtuvo en un estereoscopio y las condiciones en las que se encuentra la probeta son después de haberse sometido a 40 ciclos térmicos. En esta figura se puede ver con mayor claridad el origen de las grietas las cuales se da en la superficie del recubrimiento o diámetro interno del tubo y atraviesan las dos capas del recubrimiento, deteniéndose en el acero inoxidable. En las probetas transversales las grietas llegan a penetrar un poco al acero inoxidable, mientras que en las probetas longitudinales se detienen justo en la zona de unión del acero inoxidable y recubrimiento duro.

Estas grietas son favorecidas por los esfuerzos térmicos que se presentan durante el enfriamiento del recubrimiento duro después haberse aplicado por soldadura de arco eléctrico dentro del tubo de transporte neumático.

La inspección visual de las probetas puso en evidencia que, aparte de las grietas, se presenta la separación entre las capas del recubrimiento duro después de aplicar los ciclos térmicos a las probetas. En la Figura 5.12 se presenta la Muestra 3 en donde aparece una grieta que se origina entre las dos capas del recubrimiento, en una de sus orillas. Cabe mencionar que este efecto no es exclusivo de las orillas sino que también se presenta hacia el centro del recubrimiento, como es el caso de la Muestra 2 que fue enfriada en agua. Para mostrar este efecto fue necesario observar la microestructura de la Muestra 2 a mayores magnificaciones. En la Figura A6 del Apéndice, se observa la fractura que se origina entre las capas del recubrimiento en la parte central, esta imagen fue obtenida después de que la muestra se sometió a 40 ciclos térmicos. Por otro lado, las probetas enfriadas al aire no presentan grietas entre las capas del recubrimiento en la parte central.

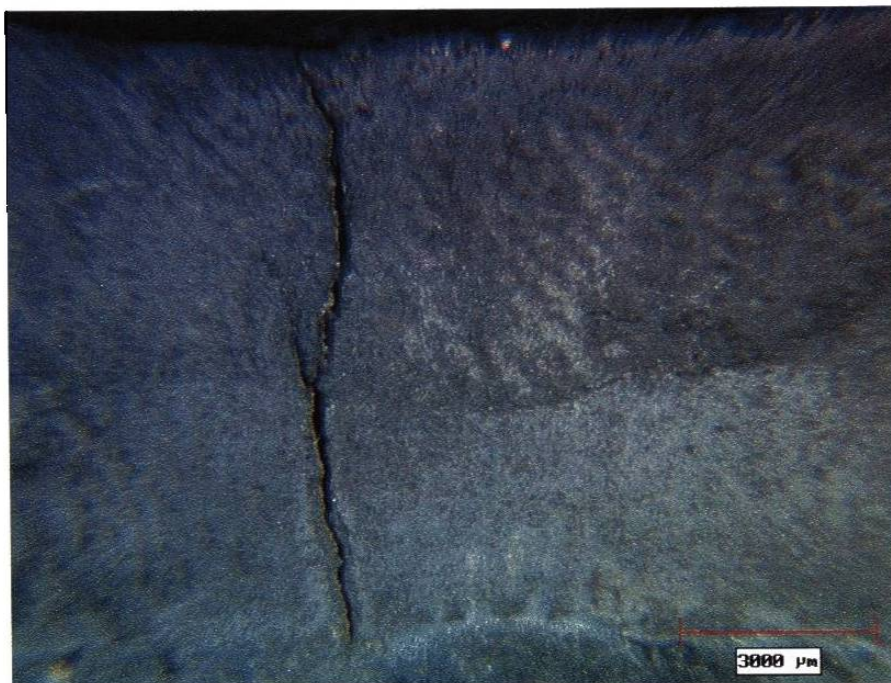


Figura 5.11 Muestra 3 después de 40 ciclos. En esta imagen se observa una grieta en la dirección transversal del tubo, originada por el proceso de soldadura en la aplicación del recubrimiento .



Figura 5.12 Muestra 4 después de 40 ciclos térmicos. En la parte izquierda de la imagen se señala con una flecha la grieta que se genera entre las capas del recubrimiento duro.

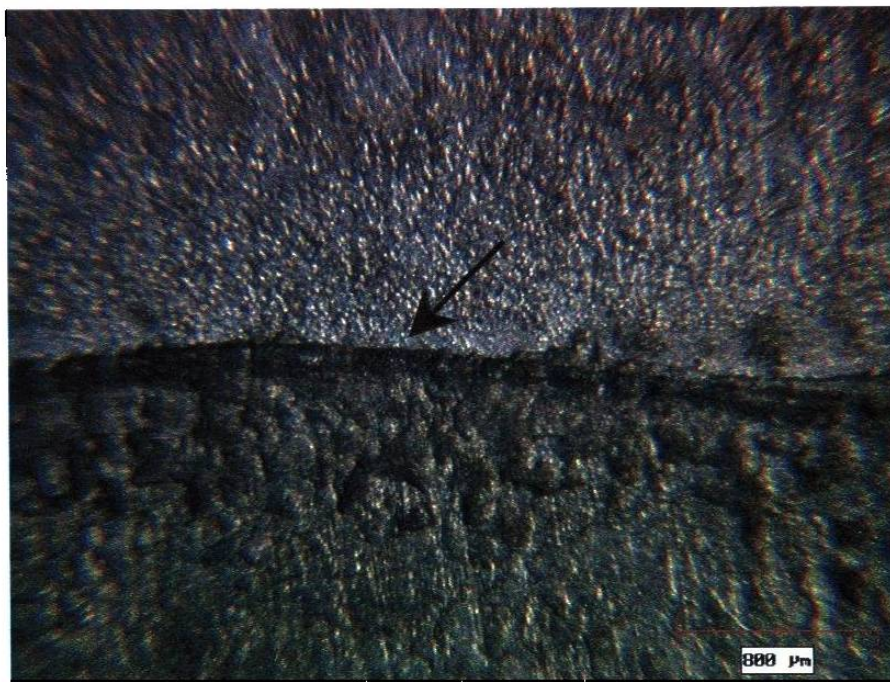


Figura 5.13 Muestra 4 después de 40 ciclos térmicos. La flecha indica la línea de óxido generada en la interfase que hay entre el acero inoxidable y el recubrimiento duro.

La interfase o la zona del acero inoxidable que se fundió durante la aplicación del recubrimiento presenta una muy baja resistencia a la oxidación como se puede ver en la Figura 5.13, después del ciclado térmico y preparación metalográfica esta zona da un efecto de separación entre el acero inoxidable y el recubrimiento, debido a que, como la mayor parte de la interfase se ha oxidado durante el ciclado térmico ésta se rompe y deja un hueco entre los dos metales.

## **5.5 ANALISIS METALOGRAFICO DE LAS PROBETAS.**

Las Figuras 5.14 a y b presentan una de las grietas de la Muestra 1, la cual fue sometida a 40 ciclos y enfriada al aire. La microestructura de la Figura 5.14a fue tomada a 10 ciclos térmicos, mientras que la Figura 5.14b se tomó en la etapa final del experimento, 40 ciclos, las dos fotografías se tomaron a las mismas magnificaciones con el fin de comparar los cambios que se presentan en la microestructura. Es evidente que en ambas figuras no se observa la penetración de la grieta hacia el acero inoxidable. Sin embargo se pueden apreciar algunos cambios, como es la apertura de las superficies de grietas que es mayor en la Figura 5.14b debido a la expansión y contracción durante los ciclos térmicos.

Las Figuras 5.15 a y b presentan la microestructura de la Muestra 2, a la que se le aplicó 40 ciclos térmicos y se enfrió en agua. Las condiciones a las que estuvo sujeta esta probeta fueron las más severas, ya que el tipo de enfriamiento a la que fue sometida no se presenta durante la operación del equipo de en el transporte neumático. En el análisis metalográfico se puede observar que la grieta del recubrimiento penetra al acero inoxidable después de ser sometida a 10 ciclos (Figura 5.15a) y a 40 ciclos (Figura 5.15b) la grieta no sigue su orientación vertical sino que cambia su dirección hacia uno de sus lados. Adicionalmente se aprecia la precipitación de carburos en la zona de la interfase.

Los esfuerzos térmicos provocados en las muestras durante el calentamiento y enfriamiento son debidos a la expansión y contracción respectivamente. La expansión



provoca que las superficies de grietas del recubrimiento se junten, evitando la posible propagación de la grieta. Al momento de ser enfriadas se presenta la contracción provocando que las superficies de grieta del recubrimiento se separen y, en el caso de la probeta enfriada en agua, esta apertura es muy rápida, dando como resultado la generación de nuevas superficies de grietas en el acero inoxidable. Por lo cual se puede decir que de los esfuerzos térmicos (expansión, contracción) el que más influye para la propagación de las grietas es el de contracción, ya que actúa como si la probeta estuviera sujeta a tensión.

En la Muestra 1 longitudinal (Figuras 5.14 a y b) el acero inoxidable opone resistencia a la propagación de la grietas debido su buena tenacidad a la fractura característica de un material dúctil. Pero esto no quiere decir que las grietas del recubrimiento nunca vayan a penetrar en el acero inoxidable. En la Figura A4 del Apéndice se presenta la punta de una grieta localizada en la interfase de la Muestra 1, después de someterse a 20 ciclos térmicos. Alrededor de la punta de la grieta se observan líneas de deformación plástica que pueden ser condiciones aptas para la propagación de la grieta si se aplicará un mayor número de ciclos térmicos a la muestra.

En la Muestra 2 longitudinal (Figuras 5.15 a y b) se observa que el acero inoxidable no opone resistencia a la propagación de las grietas permitiendo que éstas penetren en él, pero también se observa que después de aplicar los 40 ciclos térmicos la grieta de mayor tamaño en la Figura 5.15b toma una dirección paralela a la interfase lo mismo pasa en las Figuras A8 y A9 del apéndice en donde las puntas de las grietas presentes en el acero inoxidable tienden a propagarse por la zona de la interfase. Esto se debe a dos cosas; la primera que la tenacidad a la fractura del acero inoxidable impide que las grietas sigan una propagación vertical o bien que la puntas de las grietas se dirigen a lo largo de la interfase debido a que es una zona frágil con baja tenacidad a la fractura. Por otro lado las microestructuras de las Figuras A8 y A9 también presentan líneas de deformación plástica en las puntas de las grietas. En la Figura A9 la punta de la grieta se encuentra dentro de un grano de la microestructura lo cual pareciera tener una propagación transgranular como consecuencia del rápido enfriamiento.

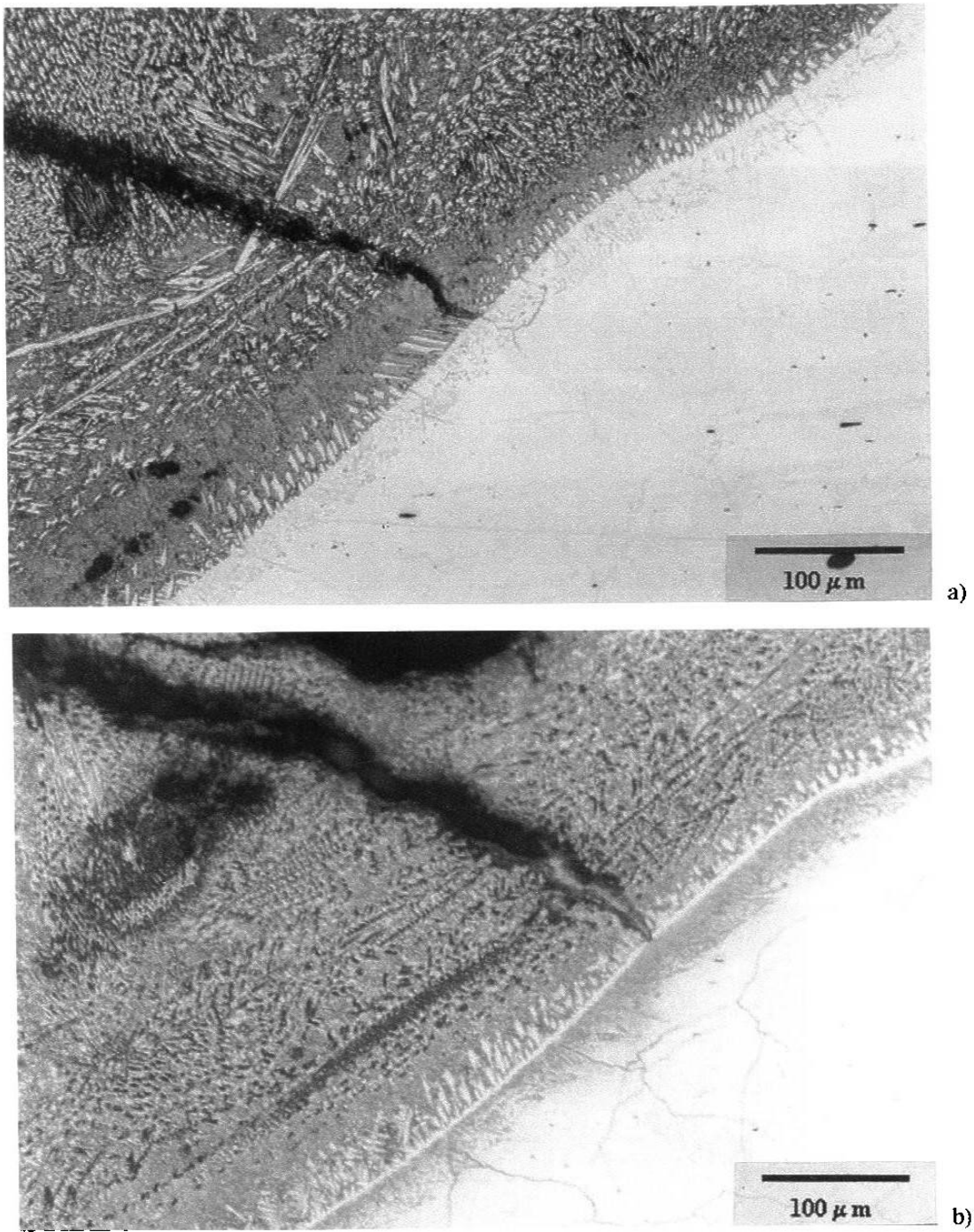


Figura 5.14 Muestra 1 enfriada en aire sometida a) 10 ciclos, b) 40 ciclos. Ataque electroquímico utilizando como electrolito 10 g de ácido oxálico y 100 ml de  $H_2O$ , las condiciones fueron 6 V con un tiempo de 10 segundos.

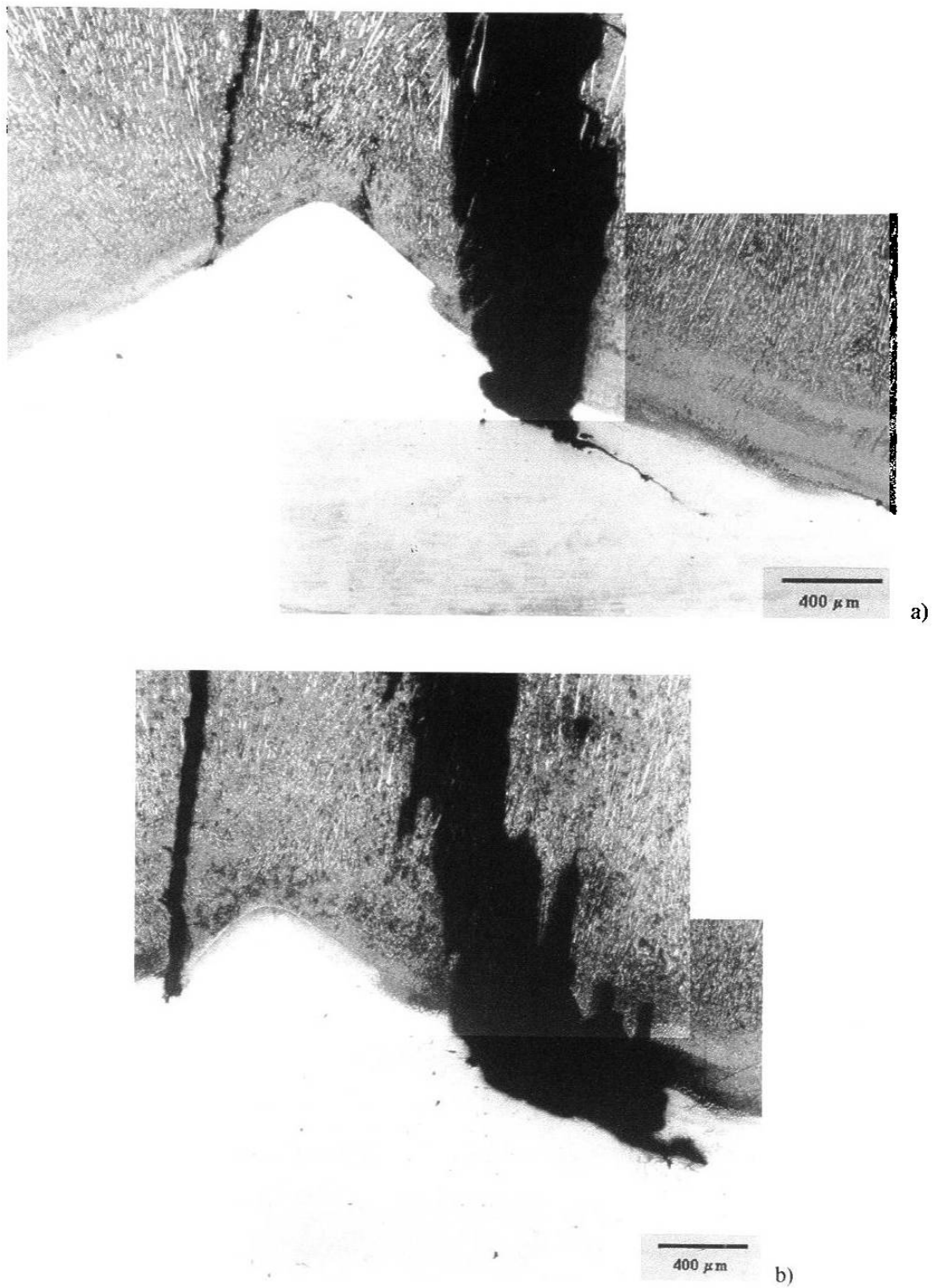


Figura 5.15 Muestra 2 enfriada en agua sometida a) 10 ciclos, b) 40 ciclos. Ataque electroquímico utilizando como electrolito 10 g de ácido oxálico y 100 ml de H<sub>2</sub>O, las condiciones fueron 6 V con un tiempo de 10 segundos.

Durante el ciclado térmico de las muestras longitudinales 1 y 2 se generaron grietas en el recubrimiento duro. En las Figuras A1, A2 y A3 (Apéndice) pertenecientes a la muestra 1 se observa como las grietas se propagaron a través de la matriz y los carburos. La alta fragilidad de los carburos permite la fácil propagación de las grietas en el recubrimiento duro, como es el caso de la Figura A1, en donde a 20 ciclos térmicos la grieta empieza a fracturar el carburo primario como consecuencia de la deformación existente en la punta de la grieta, después de 40 ciclos la grieta ha fragmentado al carburo primario, aumentando así las superficies de grietas, ésto se puede ver claramente en la Figura A2. Mientras que en la Figura A3 se observa como la grieta se origina en los carburos primarios y tiene una rápida propagación debido a la alta fragilidad del recubrimiento duro.

En la Muestra 2 se originaron una mayor cantidad de grietas dentro del recubrimiento duro algunas de estas llegaron a propagarse a la interfase del compuesto y otras más adentro de esta zona. La Figuras A5 muestra una grieta proveniente del recubrimiento duro que después de 40 ciclos térmicos ha penetrado en el acero inoxidable y al parecer con una propagación intergranular o a través de las fronteras de grano. La Figura A7 pertenece a la microestructura de la Muestra 2 en donde se observa un poro en el recubrimiento originado por el proceso de deposición por medio de soldadura, después de los 40 ciclos térmicos en este poro se generan grietas que llegan a penetrar en el acero inoxidable.

Las Figuras 5.16 a y b que corresponden a la microestructura de la Muestra 3 la cual fue obtenida de la sección transversal. La Figura 5.16a corresponde a las condiciones iniciales de la probeta, la grieta que aparece en la microestructura de esta muestra no llega a penetrar al acero inoxidable, sin embargo otras grietas de esta probeta si lo hacen, como ya se mencionó se debe a los altos esfuerzos térmicos que se presentan en el tubo durante y después del proceso de deposición del recubrimiento por medio de soldadura. La Figura 5.16b es la misma muestra después de 40 ciclos térmicos y enfriada en aire. Como se ve en la microestructura la grieta sufre cambios ya que al principio tenía una dirección vertical y después del ciclado térmico cambia su dirección. Esto pasa

porque la alta tenacidad del metal base no permite que la grieta penetre en el, haciendo que la punta se desplace hacia una zona menos dúctil.

En la Figura A11 del apéndice se presenta una fotografía tomada a la Muestra 3 después de haberse sometido a 40 ciclos térmicos. En esta probeta se observa la punta de una grieta con forma aguzada que se detiene en un grano austenítico en lo que pareciera ser que tiene un avance transgranular. Cabe mencionar que la grieta no penetra en el acero inoxidable durante el ciclado térmico, sino que se origina desde el proceso de soldadura.

Las Figuras 5.17 a y b corresponden a la Muestra 4 la cual fue sometida al tratamiento de envejecido. En la Figura 5.17a, correspondiente a las condiciones iniciales de la probeta, se observa una grieta proveniente del recubrimiento, ésta se detiene después de penetrar en el acero inoxidable. Con la ayuda del ataque químico se puede ver la zona deformada en la punta de la grieta, esta misma zona se presenta en la mayoría de las grietas que se encuentran dentro del acero inoxidable y, en algunas de ellas, se logran distinguir líneas de deformación plástica. La Figura 5.17b corresponde a la misma muestra después de haber sido envejecida y sometida a 40 ciclos térmicos. A simple vista en estas imágenes no se observa la posible propagación de la grieta en el acero inoxidable, sin embargo, se presentan algunos cambios en la punta de la grieta, que pasa de tener una forma redonda (Figura 5.17a) a una más aguzada. Otro cambio que se observa en las muestras es la mayor separación entre las superficies de grietas del recubrimiento y la oxidación presente en la superficies de grieta.

En la Figura A10 (Apéndice) se presenta una secuencia de fotografías tomadas a una de las grietas de la Muestra 4 en condiciones iniciales, aquí se observa como la grieta atraviesa el recubrimiento y se divide en dos para luego detenerse dentro del acero inoxidable. En las puntas de la grietas se observa una zona oscura la cual se presentó después del ataque metalográfico ésta se debe a la deformación existente en las punta de la grieta.

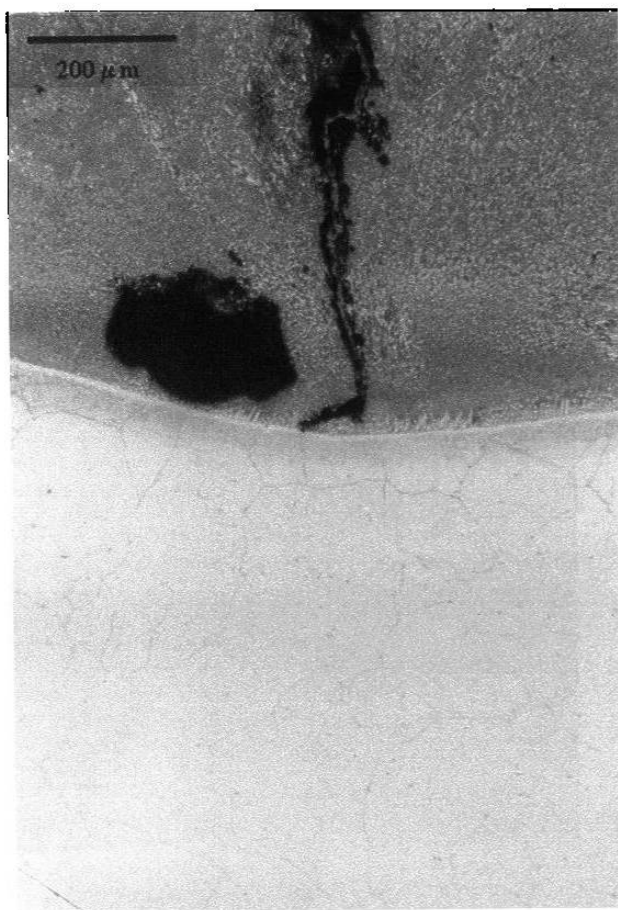
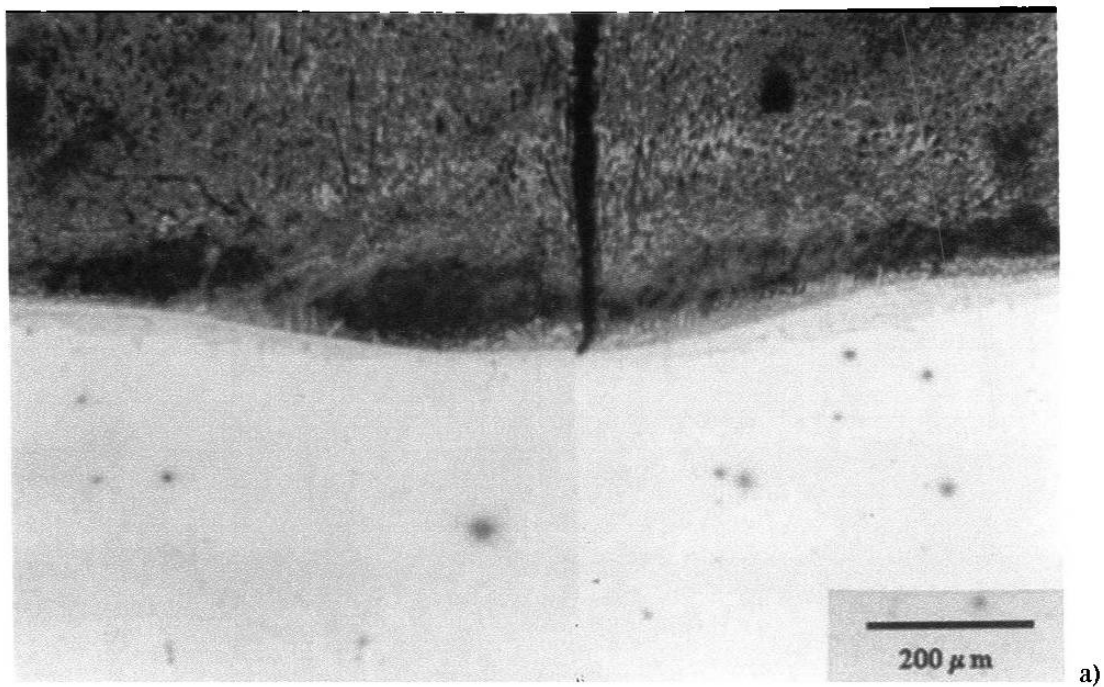


Figura 5.16 Muestra 3 enfriada en aire a) sin ciclado térmico, b) 40 ciclos. Ataque electroquímico utilizando como electrolito 10 g de ácido oxálico y 100 ml de H<sub>2</sub>O, las condiciones fueron 6 V con un tiempo de 10 segundos.

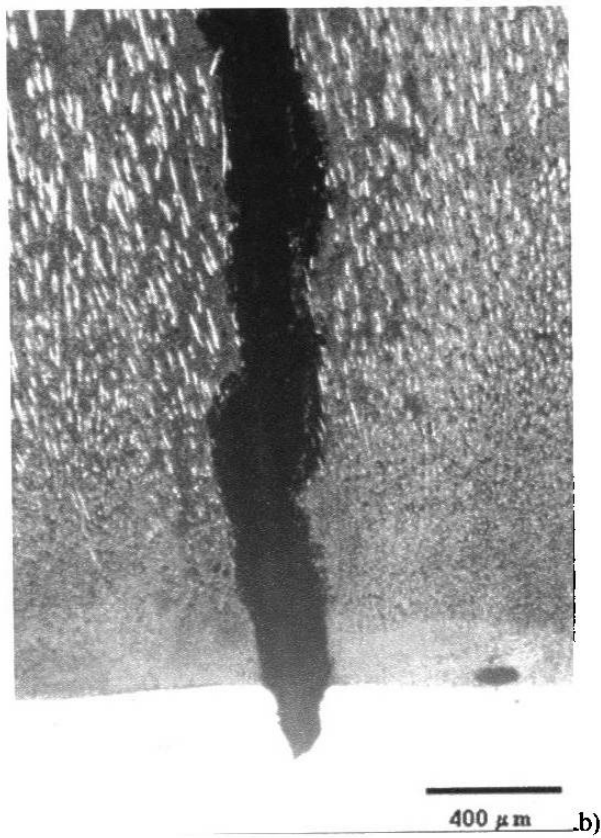
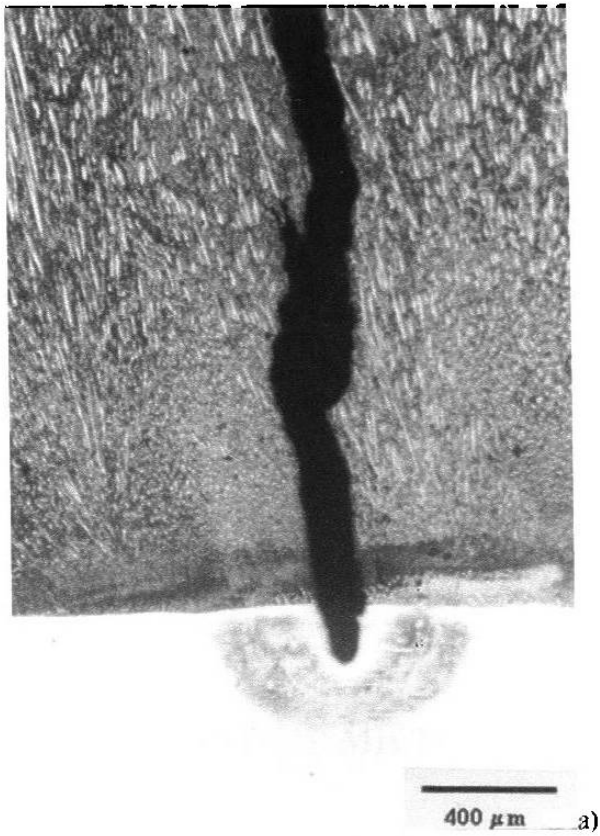


Figura 5.17 Muestra 4 envejecida por una semana, enfiada en aire a) sin ciclado térmico, b) 40 ciclos. Ataque electroquímico utilizando como electrolito 10 g de ácido oxálico y 100 ml de  $\text{H}_2\text{O}$ , las condiciones fueron 6 V con un tiempo de 10 segundos.

Durante el análisis metalográfico de las Muestra 3 y 4 no se observó la propagación de las grietas en el acero inoxidable manteniéndose estables, debido a su buena tenacidad a la fractura. Sin embargo, los cambios generados en el compuesto metálico crean circunstancias idóneas para la posible propagación de estas grietas si se aplicara un mayor número de ciclos térmicos a las probetas.

Un aspecto muy importante en la observación metalográfica de las cuatro probetas fue la presencia de oxidación en las superficies de fracturas de las grietas, la cual era de esperarse por los intervalos de temperaturas en que se realizaron los ensayos. En el proceso industrial la oxidación no es un problema muy grande ya que la tubería está sellada herméticamente y por ella circula un gas reductor.

## **5.6 ENSAYO DE MICRODUREZA.**

El ensayo de microdureza se realizó en el acero inoxidable a una profundidad de poco más de 2.5 mm a partir de la unión con el recubrimiento duro. Se eligió esta profundidad para comprobar los resultados de la sección 5.1.3, en donde se mencionó la poca diferencia entre las partes cercana y alejada a la interfase del tubo. La Figura 5.18 presenta los perfiles de microdureza de las muestras longitudinal y transversal en condiciones previas al ciclado térmico. En esta gráfica no se observa variaciones significativas en la microdureza y se puede decir que en ambas direcciones del tubo la microdureza está dentro de un intervalo de 195 a 240 HV. En la unión del acero inoxidable con el recubrimiento hay una parte del acero inoxidable que se funde provocando una transformación de fases cuando solidifica (Sección 5.1.3). En esta área la microdureza es mayor que el resto del acero inoxidable y, en condiciones iniciales, varía de 250 a 320 HV en ambas direcciones del tubo.

También se realizó una estimación estadística que permitió determinar la poca variación en la microdureza del acero inoxidable tanto en la dirección transversal y longitudinal. En la Figura 5.19 se presenta una grafica en la que aparece la distribución



de durezas de las muestras transversal y longitudinal sin tratamiento. Para la realización de esta gráfica se tomó en cuenta la profundidad a partir de 0.5 mm y se supuso una distribución normal de los valores de microdureza. En la Tabla 5.3 se presenta el análisis de varianza de la distribución de microdurezas. En donde se considera una  $t$  estadística teórica, de  $t_{0.025, \infty} = 1.96$ . La  $t$  experimental, que se obtuvo en el análisis estadístico, fue de  $t_{0.025, 106} = 0.55$  y al compararla con la teórica demuestra que hay una alta probabilidad de que los promedios de microdureza en las dos orientaciones sean iguales.

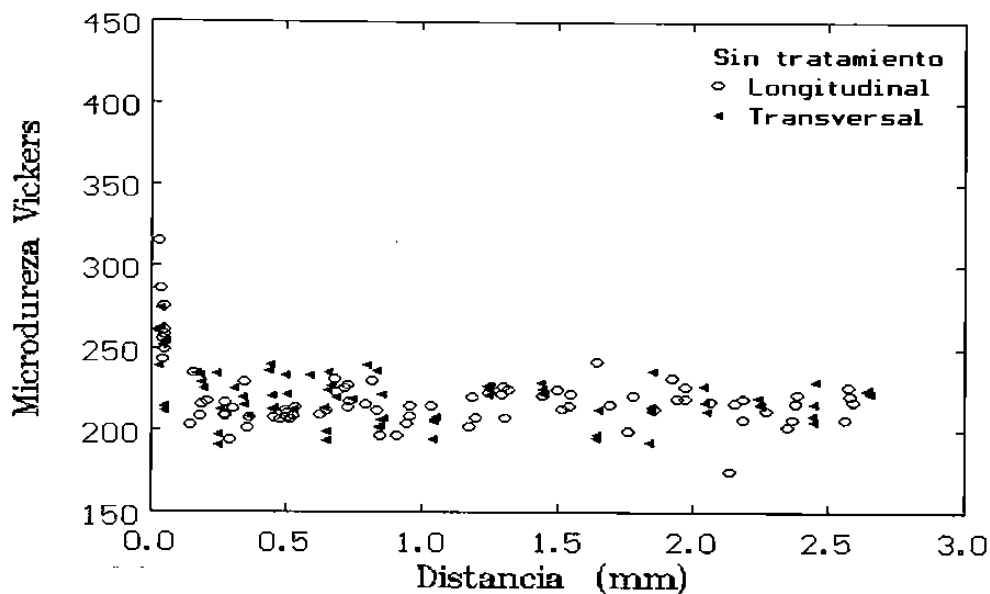


Figura 5.18 Perfiles de microdureza en la muestras longitudinal y transversal sin ciclado térmico.

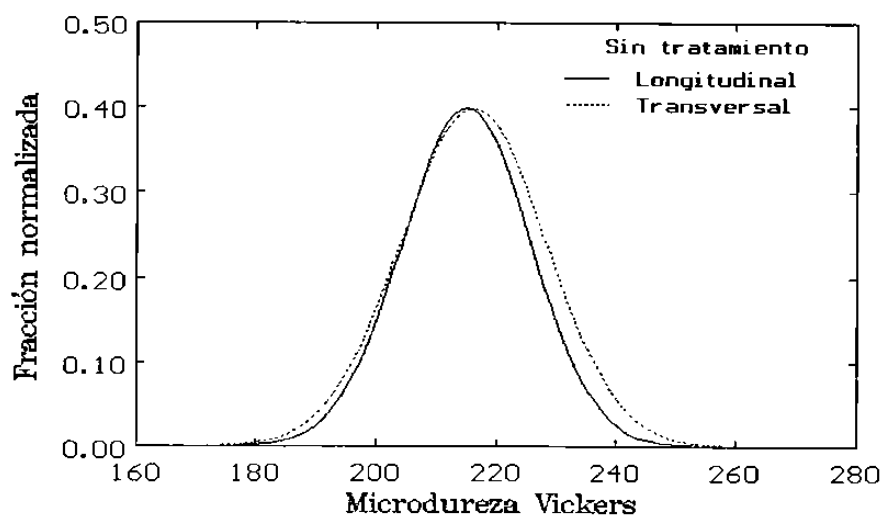


Figura 5.19 Distribución normal del ensayo de microdureza en las muestras longitudinal y transversal, sin ciclado térmico.

Tabla 5.3 Análisis de varianza de la gráfica 5.19

	Transversal sin tratamiento	Longitudinal sin tratamiento
Promedio (Pr)	216.2	215.0
Desviación estándar (ds)	12.1	10.7
Nd	53	56
$\sigma^2/n$	2.26	2.04
$t_{0.025, \infty} = 1.96$ (teórico)	$t_{0.025, 106} = 0.55$ (experimental)	

La Figura 5.20 Presenta los perfiles de microdureza en las muestras longitudinales, sin ciclado térmico, 40 ciclos térmicos de enfriamiento en aire (muestra 1) y enfriamiento en agua de (muestra 2). En esta gráfica se observa que después de someter las muestras al ciclado térmico su microdureza varía dependiendo el tipo de enfriamiento. En la Muestra 1, que es enfriada en aire, su microdureza baja a un intervalo de 180 a 220 HV, debido a un efecto de ablandamiento en la estructura del material. Por el otro lado, en la Muestra 2 que se enfrió en agua, la microdureza casi no varía con respecto a las condiciones iniciales estando en un intervalo de 200 a 245 HV. Cabe mencionar que también la zona de acero inoxidable que se funde sufre cambios importantes en su microdureza, de tener un intervalo de 250 a 320 HV en condiciones iniciales pasa a uno de 360 a 430 cuando es sometida a 40 ciclos térmicos con enfriamiento en agua. Esto se debe probablemente a la transformación de la fase ferrita  $\delta$  (Sección 5.1.3) a martensita  $\epsilon$  como consecuencia del rápido enfriamiento.

En la estimación estadística de las condiciones de las Muestras 1 y 2 se determinaron tres  $t$  experimentales con diferentes grados de libertad, posteriormente fueron comparadas con la  $t$  estadística teórica de  $t_{0.025, \infty} = 1.96$ . En la Figura 5.21 se presenta una gráfica en la que aparece las muestras longitudinales sin tratamiento y 40 ciclos con enfriamiento en agua y en aire. Para la realización de esta gráfica se tomó en cuenta la profundidad a partir de 0.5 mm y se supuso una distribución normal de las microdurezas. En la Tabla 5.4 se presenta el análisis de varianza de la distribución de microdurezas. Para comprobar que se presenta un ablandamiento en la Muestra 1 sometida a 40 ciclos y enfriada en aire, se calculó la  $t$  experimental comparando su

promedio de microdureza con el de las condiciones iniciales, ésta fue de  $t_{0.025,99} = 9.23$  y al confrontarla con la  $t$  teórica de  $t_{0.025, \infty} = 1.96$  da una diferencia muy alta desechando cualquier probabilidad de que los promedios en ambas condiciones sean iguales y afirmando con esto que la muestra enfriada en aire sí presenta un ablandamiento con respecto a las condiciones iniciales. Finalmente se comparó los promedios entre la Muestra 2 (después de 40 ciclos térmicos y enfriada en agua) con respecto a las condiciones iniciales aquí se encontró una  $t$  experimental de  $t_{0.025,97} = 1.99$  que comparada con la teórica (1.96) se podría decir que existe la probabilidad de que los promedios de microdureza sean iguales. Sin embargo se debe de considerar la posibilidad de que se presenten en esta probeta mecanismos concurrentes de ablandamiento (durante la permanencia a alta temperatura) y endurecimiento (como resultado de los esfuerzos producidos durante el enfriamiento).

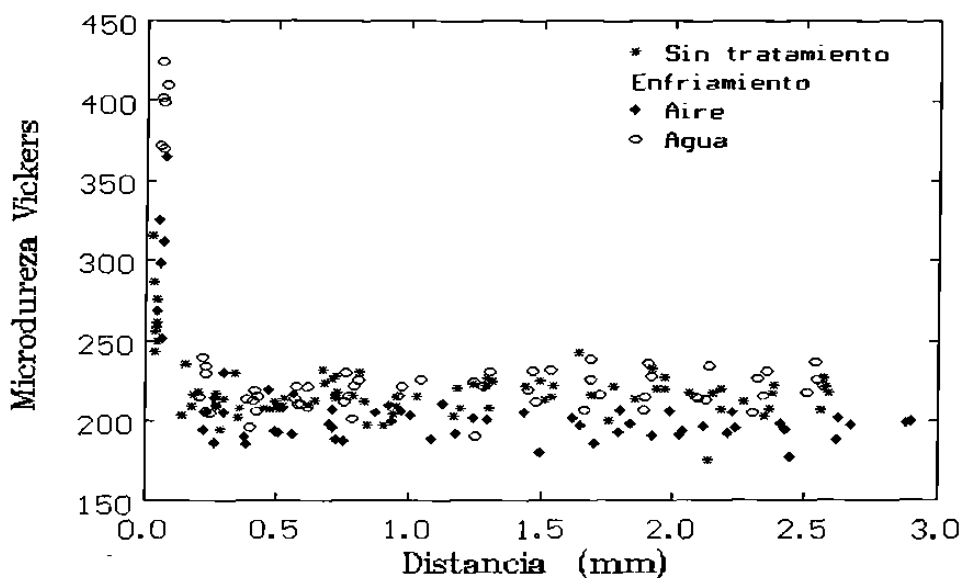


Figura 5.20 Perfiles de microdureza en las muestras longitudinal: sin tratamiento, 40 ciclos enfriada en aire y 40 ciclos enfriada en agua.

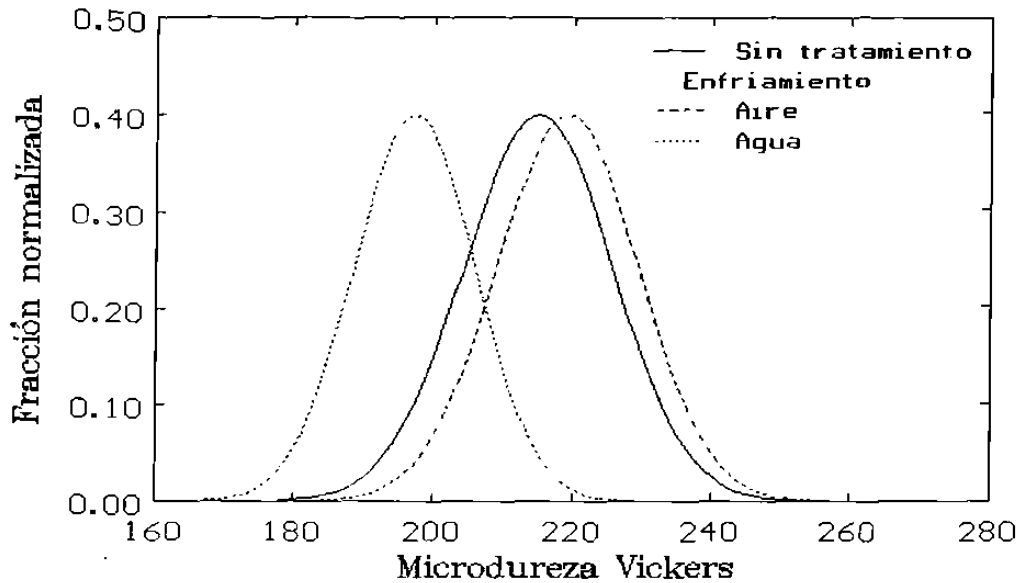


Figura 5.21 Distribución normal del ensayo de microdureza en las muestras longitudinales sin tratamiento, después de 40 ciclos térmicos con enfriamiento en agua y en aire.

Tabla 5.4 Análisis de variancia de la gráfica 5.21

	40 ciclos enfriamiento en agua	40 ciclos enfriamiento en agua	Sin tratamiento
Promedio (Pr)	219.2	197.2	215.0
Desviación estándar (ds)	10.2	8.7	10.7
Nd	43	45	56
$\sigma^2/n$	2.42	1.68	2.04
$t_{0.025, \equiv} = -1.96$ (teórico)	Agua-S/T $t_{0.025,97} = 1.99$	Aire-S/T $t_{0.025,99} = 9.23$	

En la Figura 5.22 se presenta la gráfica de microdureza obtenida de las probetas transversales 3 y 4 después de haber sido sometidas a 40 ciclos térmicos con enfriamiento en aire. La diferencia entre estas muestras es que la 4 fue sometida a un tratamiento de envejecido que consistió en mantener la muestra a una temperatura de 750 °C por una semana antes de aplicarle los 40 ciclos térmicos. La muestra sin tratamiento está libre del ciclado térmico. La microdureza en las muestras 3 y 4 después del ciclado térmico no presentan mucha variación con respecto a las condiciones iniciales, pudiendo considerar un intervalo común de 175 a 220 HV para las dos. Por el otro lado la microdureza en la zona de acero inoxidable fundido, se ve afectada, principalmente en la muestra envejecida ya que durante el envejecido se presentó la

precipitación de carburos, aumentándola a un intervalo de 320 a 350 HV. Mientras que en la muestra 3 que no fue envejecida se mantuvo sin mucha variación a la de las condiciones iniciales.

La estimación estadística en este caso se realizó para comparar los promedios de microdureza en las muestra 3 transversal (sin tratamiento de envejecido) y 4 (envejecida) después de haber sido sometidas a 40 ciclos térmicos y enfriadas al aire. Se calculo la t experimental  $t_{0.025,106} = 1.68$  y se comparó con la t teórica (1.96) encontrándose una probabilidad muy alta de que los dos promedios sean iguales, lo cual quiere decir que el acero inoxidable de las Muestras 3 y 4 sufre un ablandamiento después de variar sus condiciones iniciales. En la Figura 5.21 se presenta una gráfica en la que aparece las Muestras transversales 3 y 4 después de 40 ciclos con enfriamiento en aire. Para la realización de esta gráfica sólo se tomó en cuenta la profundidad a partir de 0.5 mm y se supuso una distribución normal de las microdurezas. En la Tabla 5.5 se presenta el análisis de variancia de la distribución de microdurezas

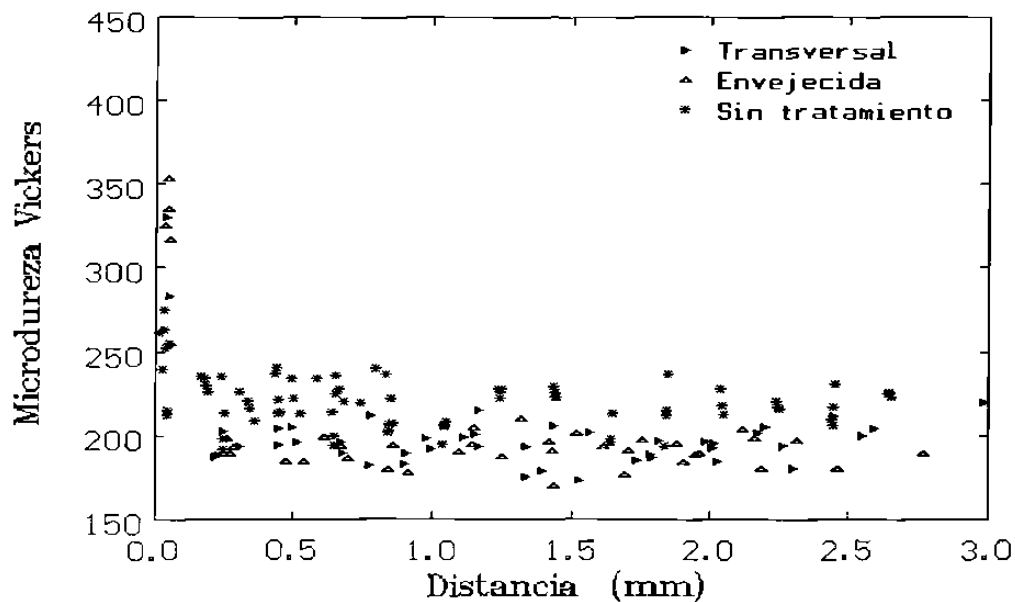


Figura 5.22 Perfiles de microdureza en la muestras transversales: sin tratamiento, transversal 40 ciclos enfriada en aire y envejecida mas 40 ciclos enfriada en aire.

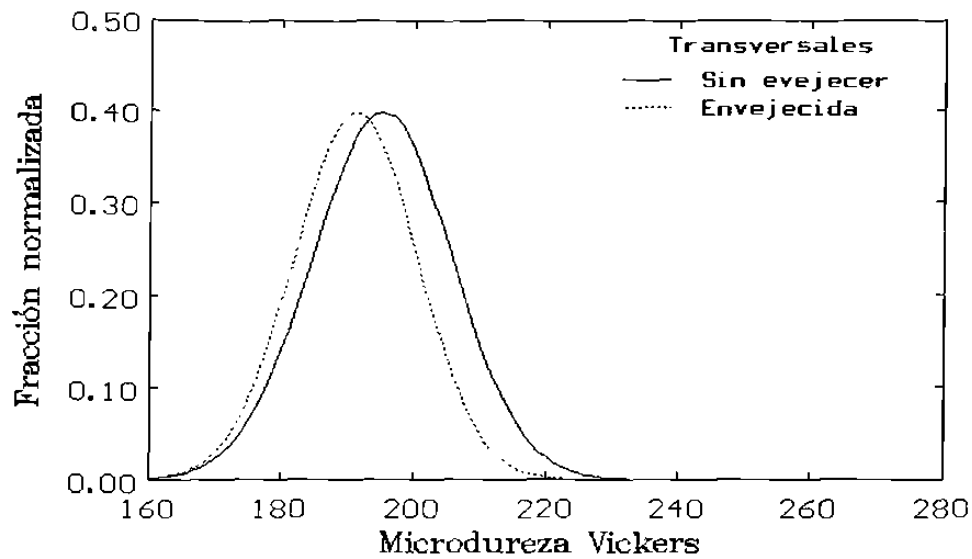


Figura 5.23 Distribución normal del ensayo de microdureza en las muestras longitudinales sin tratamiento, después de 40 ciclos térmicos con enfriamiento en agua y en aire.

Tabla 5.5 Análisis de variancia de la gráfica 5.23

	Transversal sin tratamiento de envejecimiento.	Transversal envejecida a 750 °C por 168 horas.
Promedio (Pr)	195.1	191.1
Desviación estándar (ds)	10.5	9.3
Nd	38	31
$\sigma^2/n$	2.90	2.79
$t_{0.025, \infty} = 1.96$ (teórico)	$t_{0.025, 106} = 1.68$ (experimental)	

- [1] S. Lee, S. Hun Choo, E-R Baek, "Correlation of Microstructure and Fracture Toughness in High-Chromium White Iron Hardfacing Alloys", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1996, vol. 27A, pp 3881-3891.
- [2] E.K. Ohiriner, T. Wada, "The Chemistry and Structure of Wear Resistant, Iron-Base Hardfacing Alloys", *Metallurgical Transactions A*, 1991, vol. 22A, pp 983-991.
- [3] K-H Zum, D. V. Doane, "Optimizing Fracture Toughness and Abrasion Resistance in White Cast Irons", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1980, vol. 11A, pp 613-620.
- [4] G. Laird II, G.L.F. Powell "Solidification and Solid State Transformation Mechanisms in Si Alloyed High-Chromium White Cast Irons", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1993, vol. 24A, pp 981-988.
- [5] X. Huang and Y. Wu, "A High Cr-Mo Alloys Iron", *Journal of Materials Engineering and Performance*, 1998, vol. 7(4) pp 463-466.
- [6] S.D. Washko and G. Aggen, *Metals Handbook 10<sup>th</sup> Ed. Vol. 1: Properties and Selection: Irons Steels and High Performance Alloys*, 1990, 841.
- [7] R. Colombier y J. Hochmann, "Aceros Inoxidables y Aceros Refractarios", Urmo, Dunod, Francia 1965.
- [8] K. Easterling, "Introduction to the Physical Metallurgy of Welding", Butterworths, U.K., 1983.

- [9] C.C. Tseng, Y. Shen, "Fracture and the Formation of Sigma Phase,  $M_{23}C_6$ , and Austenite from Delta-Ferrite in an AISI 304L Stainless Steel", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1994, vol. 25A, pp 1147-1157.
  
- [10] G.F. Vandert, H.M. James, *ASM Handbook vol. 9: Metallography and Microstructures*, ASM, 1992, pp 279-296.
  
- [11] Z. Mei, J.W. Morris, "Influence of Deformation-Induced Martensite on Fatigue Crack Propagation in 304 Type Steels". *Metallurgical Transactions A*, 1990, vol. 21A, pp 3137-3152.
  
- [12] J. A. Brooks, J. C. Lippold, *Welding Brazing and Soldering ASM Metals Park OH*, 10<sup>th</sup> Ed. 1983, pp 456-470.



## **CAPITULO 6**

# **CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

### **6.1 CONCLUSIONES**

1. En las muestras obtenidas de la sección transversal del tubo se observó que las grietas del recubrimiento penetran en el acero inoxidable. Mientras que en las muestras longitudinales no se observó esta penetración, lo que se asocia al proceso de soldadura.
2. No se observa formación de nuevas superficies de grietas en el acero inoxidable durante el ciclado térmico de las probetas enfriadas en aire, lo que indica que la propagación de grietas se mantuvo estable. El acero inoxidable austenítico del tipo AISI 304 utilizado como material base para la aplicación del recubrimiento duro es lo suficientemente tenaz para evitar la propagación de grietas.
3. No se observó la propagación de grietas de forma intergranular en la probeta envejecida, ni se observa la precipitación de carburos después del tratamiento de envejecido y del ciclado térmico, en los límites de grano.

4. El enfriamiento en agua promovió la propagación de las grietas dentro del acero inoxidable. Algunas de las grietas siguieron una dirección paralela a la interfase entre el recubrimiento y el acero inoxidable. Esto se debe a que es una zona de transición frágil a dúctil permitiendo a las grietas un camino fácil para propagarse.
5. La microdureza en el acero inoxidable no presenta cambios a una profundidad de 2.5 mm en las condiciones iniciales. Después sufre una disminución cuando es enfriada en aire durante el ciclado térmico. En cambio, en el caso de enfriamiento en agua existe un ligero incremento en la microdureza.

## **6.2 RECOMENDACIONES**

1. El método empleado en esta investigación para promover la propagación de las grietas puede utilizarse para establecer un estándar que determine la calidad de los materiales empleados en condiciones de trabajo erosivo a altas temperaturas.
2. Es necesario realizar un ensayo de propagación acelerada de grietas para comprobar hasta que límite pueden afectar las grietas presentes en el recubrimiento duro.
3. La interfase que hay entre el recubrimiento duro y el acero inoxidable presentó cambios microestructurales y oxidación que pueden ser punto de partida para una investigación posterior.