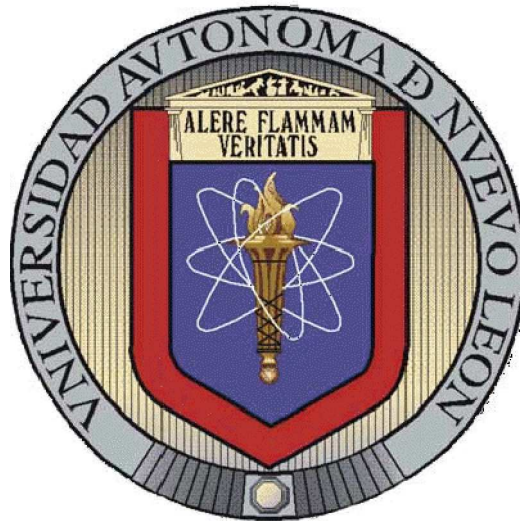


**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO**



**ESTUDIO DE LA DUCTILIDAD EN CALIENTE DE UN ACERO INOXIDABLE  
MARTENSÍTICO 17-4 PH ENDURECIDO POR PRECIPITACIÓN**

POR

VICENTE HERRERA LARA

TESIS

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA  
MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

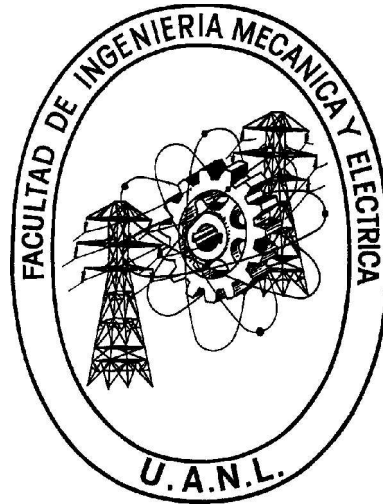
CIUDAD UNIVERSITARIA

NOVIEMBRE 2012

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO**



**ESTUDIO DE LA DUCTILIDAD EN CALIENTE DE UN ACERO INOXIDABLE  
MARTENSÍTICO 17-4 PH ENDURECIDO POR PRECIPITACIÓN**

POR

VICENTE HERRERA LARA

TESIS

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA  
MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

CIUDAD UNIVERSITARIA

NOVIEMBRE 2012

# AGRADECIMIENTOS

A mis padres, Vicente Herrera Prado y Teresa de J. Lara Angulo, por todo el apoyo integro e incondicional que he recibido de su parte a lo largo de mi vida; por todos sus sabios consejos, su apoyo moral, su paciencia, cariño y amor.

Agradezco a la benemérita Universidad Autónoma de Nuevo León y al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por la oportunidad para la realización de mis estudios de posgrado. Al Dr. Octavio Covarrubias y a la empresa FRISA FORJADOS S.A. de C.V. por la valiosa oportunidad de desarrollo en el campo de la metalurgia.

Al Dr. Edgar Omar García Sánchez, mi asesor y amigo quien me ayudo con éste proyecto y por el conocimiento, confianza y facilidades que me brindo en mi estancia en el posgrado. Por su valiosa amistad y tutela en la maestría.

A la Dra. Lauren, al Dr. Arturo Juárez y al Dr. Marco A. Hernández de quienes aprendí muchas cosas en sus materias, quienes me brindaron muchos fundamentos académicos para la realización de mis estudios de posgrado.

Al Dr. Domingo Ixcóatl García, por todos los conocimientos sobre microscopía electrónica compartidos, por la confianza y accesibilidad que me brindó y por ser una gran persona.

A todos mis amigos y compañeros de la maestría, por su valiosa ayuda, apoyo y consejos, especialmente a mis amigos Aldo Romero, Rolando González y Vicente Almada.

# DEDICATORIA

A Dios, mi familia y amigos  
a quienes les debo todo lo que tengo y soy.

# TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN	12
INTRODUCCIÓN GENERAL	13
<b>CAPÍTULO I. Antecedentes</b>	<b>15</b>
1.1 Breve reseña de la historia del acero	15
1.2 Clasificación general de los aceros	16
1.3 Historia y clasificación de los aceros inoxidables	18
1.4 Aceros inoxidables endurecidos por precipitación	21
1.5 Aleación de hierro 17-4PH: Aplicaciones y características	22
1.5.1 Aeroespacial	25
1.5.2 Generación de energía	25
1.5.3 Estructural	26
1.5.4 Medicina	26
1.5.5 Industria petrolera	27
1.5.6 Otras aplicaciones	27
1.6 Deformación a tensión de un metal dúctil	27
1.6.1 Conceptos de deformación y tipos de deformación	29
1.6.2 Curva ingenieril esfuerzo-deformación	30

1.6.3 Inestabilidad en tensión	31
1.6.4 Mediciones de ductilidad en la prueba de tensión	33
1.6.5 Efecto de la velocidad de deformación sobre las propiedades de flujo	34
1.6.6 Efecto de la temperatura sobre las propiedades de flujo	36
1.7 Tipos de endurecimiento de una aleación metálica	37
1.7.1 Endurecimiento por los límites de grano	37
1.7.2 Envejecido por deformación	38
1.7.2.1 Envejecido por deformación dinámica	40
1.7.3 Endurecimiento por Solución-Sólida	41
1.7.4 Deformación de agregados de dos fases	42
1.7.5 Endurecimiento por partículas finas (endurecimiento por precipitación; envejecido)	43
1.7.6 Otros tipos de endurecimiento	45
1.8 Fractura en un metal	46
1.8.1 Tipos de fractura	46
1.8.2 Teoría sobre la fuerza de cohesión en un metal	47
1.8.3 Aspectos metalográficos	47

<b>CAPÍTULO II. Procedimiento experimental</b>	<b>49</b>
2.1 Caracterización pre-ensayo	49
2.1.1 Preparaciones metalográficas pre-ensayo	51
2.1.2 Microdureza	52
2.1.3 Ataques químicos	53
2.1.4 Microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (EDX) pre-ensayo.	54
2.2 Diseño experimental	54
2.2.1 Consideraciones	54
2.2.2 Diseño de probetas para ensayos de tensión a alta temperatura	55
2.2.3 Diseño de dados adaptadores para ensayos de tensión a alta temperatura	56
2.2.4 Matriz de experimentos	56
2.2.5 Maquinado de componentes	56
2.3 Ensayos mecánicos	58
2.3.1 Condiciones del ensayo	58
2.3.2 Procedimiento experimental	59
2.3.3 Consideraciones	63

2.3.4 Almacenamiento de datos	63
2.4 Caracterización post-ensayo	64
2.4.1 Corte de las probetas post-ensayo	64
2.4.2 Mediciones para reducción de área (RA)	66
2.4.3 Preparaciones metalográficas post-ensayo	68
2.4.4 Microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (EDX) post-ensayo	69
2.4.5 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)	69
2.5 Procesamiento de datos post-ensayo	70
<b>CAPÍTULO III. Análisis de Resultados y Discusión</b>	<b>71</b>
3.1 Introducción	71
3.2 Resultados de la caracterización pre-ensayo	71
3.2.1 Resultados de microdureza	71
3.2.2 Metalografías ópticas pre-ensayo	73
3.2.2.1 Metalografías ópticas sin ataque químico pre-ensayo	73
3.2.2.2 Microestructura de los materiales pre-ensayo	75
3.2.3 Resultados de SEM y EDS pre-ensayo	82



3.3 Ensayos de tensión a alta temperatura.	87
3.3.1 Ajustes en los datos de las curvas de flujo	87
3.3.2 Curvas de flujo	89
3.3.3 Efecto de la velocidad de deformación sobre la resistencia en caliente	98
3.3.4 Curvas de calentamiento de los ensayos	99
3.4 Resultados sobre ductilidad en caliente	101
3.4.1 Efecto de la velocidad de deformación sobre la ductilidad en caliente	102
3.4.2 Sensibilidad a la velocidad de deformación	103
3.4.3 Efecto de la temperatura sobre la elongación	105
3.4.4 Efecto de la temperatura sobre la reducción en área a la fractura.	105
3.5 Resultados de la caracterización post-ensayo	112
3.5.1 Fotomicrografías SEM y EDS post-ensayo	112
3.5.2 Fractografía y mediciones de reducción de área	120
3.5.3 EBSD	126

<b>CAPÍTULO IV. Conclusiones y recomendaciones</b>	128
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	132
ÍNDICE DE FIGURAS	136
ÍNDICE DE TABLAS	144
APÉNDICES	145
Apéndice 1	145
Apéndice 2	146
Apéndice 3	147
Apéndice 4	148
Apéndice 5	148
Apéndice 6	149
Apéndice 7	150
Apéndice 8	151

## RESUMEN

La actual necesidad del avance tecnológico para el bienestar de la sociedad, siempre ha ido de la mano con el desarrollo de los conocimientos metalúrgicos de la humanidad. El acero ha sido el metal más utilizado para el desarrollo y sustento de las tecnologías hasta la época moderna, de ahí la necesidad de la comprensión de sus propiedades. Muchos procesos industriales son el corazón del tratamiento de estos metales para la obtención de componentes ampliamente utilizados en muchos sectores científicos, tecnológicos e industriales. La forja de acero ha constituido un fuerte sector de impulso tecnológico para la humanidad. De los aceros especiales, que se utilizan en aplicaciones cada vez más demandantes como en atmósferas corrosivas o como componentes sujetos a grandes esfuerzos mecánicos, han surgido muchas aleaciones nuevas, entre ellas las inoxidables, para satisfacer estas demandas. El acero inoxidable martensítico endurecido por precipitación 17-4PH, es uno de los más utilizados debido a su adecuada combinación de resistencia mecánica con resistencia química.

La presente investigación estudia el comportamiento mecánico a alta temperatura de la aleación de acero 17-4PH. La ductilidad es una característica importante que se debe tener para el correcto desarrollo de procesos de forja industriales de la actualidad. Se realizaron estudios de tensión a alta temperatura para la evaluación de la ductilidad de la aleación 17-4PH y se evaluaron parámetros de ductilidad con apoyo de técnicas de caracterización, tales como la microscopía óptica, SEM y EBSD para una mejor comprensión de los fenómenos de ductilidad que se presentan en esta aleación.

Los resultados obtenidos señalan el mecanismo de fragilización debido a la zona bifásica, austenita y ferrita, donde la ductilidad sufre una considerable disminución, debido a la mezcla de fases, y afecta directamente la integridad de la aleación durante la forja.

## INTRODUCCIÓN GENERAL

La humanidad siempre ha avanzado en el uso de nuevos materiales y los metales no han sido la excepción en cuanto a su desarrollo, investigación y uso. Desde la antigüedad se ha valorado los conocimientos sobre las tecnologías para procesar los metales y generar nuevas aplicaciones o mejorar las ya existentes y en la actualidad podemos clasificar las eras humanas en orden a su avance con los materiales, por ejemplo, la edad de piedra, la edad de bronce, la edad de hierro, etc.

Actualmente vivimos en un mundo industrializado y cada vez con necesidad de nuevas tecnologías y materiales capaces de satisfacer todas las necesidades tecnológicas de las sociedades. Caso especial es el acero, desde su invención hace siglos, continua siendo el metal por excelencia con el cual los grandes desarrollos llegan a las culturas y sociedades, tan es así, que podría decirse que vivimos aún en la edad del acero ya que todo está sustentado por éste, desde un tornillo, una tuerca, una lámina, hasta complejos sistemas de fábricas o plantas industriales construidas, en su mayor parte por acero.

De toda la cantidad existente de tipos de aceros, solo algunos cuantos se utilizan para aplicaciones avanzadas tales como el uso estructural en reactores, anillos para turbinas de gas para generación de energía, sector aeroespacial, y en general, en donde existan condiciones en donde otros aceros no cumplirían con el requisito de sostener sus propiedades mecánicas y mantener la resistencia contra fenómenos como la corrosión, oxidación y otros diversos. De ahí la importancia en la continuación en el estudio para el entendimientos de dichos aceros con características especiales.

En este caso se estudia la aleación 17-4 PH, también conocida como grado 630, que es una aleación base hierro que combina las propiedades de resistencia a la corrosión por su alto contenido de cromo, excelentes propiedades mecánicas por su microestructura martensítica, y por su capacidad de evolucionar en sus propiedades mecánicas mediante el endurecimiento o

endurecimiento por transformación martensítica y precipitación. Se justifica de esta forma, el estudio de esta aleación para entender mejor su comportamiento físico y químico durante su procesamiento y aplicación.

# Capítulo I

## Antecedentes

### 1.1 Breve reseña de la historia del acero

No se tiene a ciencia cierta un indicio de cuál fue la fecha exacta de la elaboración de los primeros aceros, pero se identifican productos elaborados de acero, en el año 3000 a.C. Los primeros utensilios de hierro descubiertos por los arqueólogos en Egipto datan del año 3.000 a.C., y se sabe que antes de esa época se empleaban adornos de hierro. También se sabe que los griegos ya



Figura 1. 1 Convertidor de Bessemer

conocían hacia el 1.000 a.C. la técnica, de cierta complejidad, para endurecer armas de hierro mediante tratamiento térmico. Sin embargo los primeros aceros producidos con características similares de calidad (cantidad suficiente) al acero actual, fueron obtenidos por Sir Henry Bessemer en 1855 con un proceso de refinado del arrabio mediante chorros de aire, siendo sustituido posteriormente por el sistema inventado por Sir William Siemens en 1857 el cual decarburaba la aleación de acero con la ayuda de óxido de hierro.

Actualmente los procesos han ido mejorando el acero en especial el usado mediante la reducción con oxígeno inventado en Austria en 1948 y la colada continua que es la que permite la formación de perfiles mediante la dosificación del material fundido en un molde enfriado por agua que genera un elemento constante en su sección, el mismo que es afinado en sus dimensiones con rodillos en múltiples pasos de laminación.

La actual producción de acero emplea altos hornos que son modelos perfeccionados de los usados antiguamente. Por otro lado, desde la década de 1960 funcionan varios hornos que emplean electricidad para producir acero a partir de chatarra, tales como los hornos de inducción o los hornos de arco eléctrico. Sin embargo, las grandes instalaciones de altos hornos continúan siendo esenciales para producir acero a partir de mineral de hierro <sup>(1)</sup>.

## **1.2 Clasificación general de los aceros**

El acero es un material aleado fundamentalmente formado por carbono y hierro, es de entender que en las aplicaciones industriales y tecnológicas actuales suele ser combinado por otros metales los cuales le brindan propiedades específicas como son el manganeso, cromo, molibdeno, etc. La proporción del acero es usualmente de máximo el 2 % de carbono, en un 98 % de hierro, aunque la proporción común es de 0.2 al 0.3 % de carbono, cuando se sobrepasa esta porción de carbono se da origen a aleaciones que son muy duras y difíciles de maquinar por lo cual es usual la elaboración de partes mediante el colado en moldes, identificándose por este efecto acabados superficiales en las mismas pobre y hasta rústicos, sin embargo con la creación de nuevas y mejores tecnologías se ha podido superar esta deficiencia ya sea mediante la micro fundición, fundición centrífuga, fundición modular, etc. Un buen ejemplo que es común en nuestra cotidianidad de este tipo de aleación de acero corresponde a los accesorios del alcantarillado vial, vigas de edificios, componentes de automóviles, etc.

Es difícil dar con exactitud las todas las características físicas, químicas y mecánicas de un acero, ya que están en función del tipo de acero del que se trate, de la cantidad y tipo de aleantes que posea, de la historia de procesamiento termomecánico que tenga y de otros diversos factores.

Hay muchas formas, normas y características para clasificar a los aceros, y sería extenuante hacerlo, por lo que solo se enfocara a tratar la división de acero dependiendo los elementos de aleación que contengan. Excluyendo a los hierros para fundición (hierros con un alto porcentaje en peso de Carbono, >2%) a los aceros los podemos clasificar en dos grandes vertientes dependiendo de sus aleantes presentes:

### ACEROS AL CARBONO

Más del 90% de todos los aceros son aceros al carbono. Estos aceros contienen diversas cantidades de carbono y menos del 1,65% de manganeso, el 0,60% de silicio y el 0,60% de cobre. Entre los productos fabricados con aceros al carbono figuran máquinas, carrocerías de automóvil, la mayor parte de las estructuras de construcción de acero, cascos de buques, somieres y horquillas.

### ACEROS ALEADOS

Estos aceros contienen una proporción determinada de vanadio, molibdeno y otros elementos, además de cantidades mayores de manganeso, silicio y cobre que los aceros al carbono normales. Estos aceros de aleación se pueden subclasificar en:

*Estructurales.*- Son aquellos aceros que se emplean para diversas partes de máquinas, tales como engranajes, ejes y palancas. Además se utilizan en las estructuras de edificios, construcción de chasis de automóviles, puentes, barcos y semejantes. El contenido de la aleación varía desde 0,25% a un 6%.



*Grado Herramienta.-* Aceros de alta calidad que se emplean en herramientas para cortar y modelar metales y no-metales. Por lo tanto, son materiales empleados para cortar y construir herramientas tales como taladros, fresas y machos de roscar.

*Especiales.-* Los Aceros de Aleación especiales son los aceros inoxidable y aquellos con un contenido de cromo generalmente superior al 12%. Estos aceros de gran dureza y alta resistencia a las altas temperaturas y a la corrosión, se emplean en turbinas de vapor, engranajes, ejes y rodamientos.

De toda la amplia gama de aceros existentes, este trabajo se enfocará a los aceros inoxidable, siendo de objetivo particular el acero inoxidable 17-4PH.

### **1.3 Historia y clasificación general de los aceros inoxidable**

Los acero inoxidable son frecuentemente clasificados de acuerdo a su microestructura en cinco tipos distintos: austeníticos, ferríticos, martensíticos, dúplex (ferríticos - austeníticos), y los endurecidos por precipitación (PH o *precipitation-hardenable* por sus siglas en inglés). Los tipo más comunes, como los acero inoxidable austeníticos, los ferríticos y los martensíticos, han sido descubiertos en la primera década del siglo XX. A continuación se presenta una reseña histórica <sup>(2), (3), (1)</sup> sobre el descubrimiento y desarrollo de los aceros inoxidable.

El cromo, es el principal elemento aleante en los aceros inoxidable, fue aislado químicamente por primera vez hace unos 200 años, inicialmente de la crocoíta ( $PbCrO_4$ ), conocido como *plomo rojo de Siberia*(véase Figura 1. 2). En 1917, L.N. Vauquelin (francés) demostró que este material contenía un elemento nuevo, desconocido hasta ese momento. El produjo ácido crómico mediante la reacción de carbonato de potasio con la crocoíta, removiendo el plomo. Este ácido crómico fue posteriormente calentado en crisoles de grafito, lo que resulto en algunos compuestos coloridos de cromo. Siguiendo la sugerencia dada por R.J. Hardy, Vauquelin nombró al nuevo metal como “cromo”, derivado de la

palabra griega que significa color. Después, en 1798, T. Lowitz, un químico alemán, aisló cromo de un mineral de hierro de los Urales, la cromita ( $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ ), lo que hoy en día es la fuente principal de cromo.

En 1821, P. Berthier, un francés, observó que cuando el cromo (de 1 a 1.5% en peso) era adicionado al hierro, este le preveía una mejorada resistencia contra los ataques de ácidos y que esta resistencia aumentaba conforme se aumentaba el contenido de cromo. Él también fue el primero en producir ferrocromo y usarlo en la producción de acero. Su ferrocromo contenía mucho carbono y de 17 a 60% en peso de cromo.



Figura 1. 2 Mineral de Crocoíta o *Plomo rojo de Siberia*.

En 1891, H. Goldschmidt patentó en

Alemania un proceso de producción aluminotérmico para obtener cromo metálico de bajo carbono. En 1906, L.B. Guillet publicó en Francia un estudio sobre las propiedades y constitución de aceros ternarios, que contenían cromo y níquel. A. M. Portevin (francés) publicó en 1909 en Inglaterra, un estudio sobre aceros ferríticos y martensíticos, conteniendo 17.4% en peso de cromo y 0.12% en peso de carbono, lo que en otros términos es el acero AISI 430. En 1909, el alemán W. Giesen publicó, en Inglaterra, un trabajo extenso sobre aceros austeníticos al cromo-níquel. En 1911, P. Monnartz publicó su trabajo clásico “Un estudio de aleaciones hierro-cromo con énfasis a su resistencia química contra ácidos”<sup>(4)</sup>. Este trabajo mostró claramente que a partir de cerca de 12% en peso de Cromo, los aceros se volvían resistentes a ataques químicos del ácido nítrico y una serie de otros medios corrosivos. Él explicó sus resultados basados en la teoría de la pasivación, reconoció el efecto negativo del carbono, estudio la estabilización a través de la adición de elementos formadores de carburo que fueran más estables que los carburos de cromo y

reconoció el efecto positivo del molibdeno. Monnartz, Guillet, Portevin, y Giesen establecieron los fundamentos científicos que condujeron al descubrimiento y utilización de los aceros inoxidables.

A pesar de los esfuerzos de los metalurgistas, un problema se mantuvo sin resolver hasta principios del siglo XX: los productos de acero no eran los suficientemente resistentes contra ataques corrosivos. Al comienzo de este siglo, el problema comenzó a ser resuelto en diferentes países simultáneamente. En Inglaterra, Harry Brearley, en dos artículos, describió sus experiencias con aleaciones resistentes a la corrosión que contenían 12.8% en peso de cromo y 0.24% de peso de carbono. Los aceros inoxidables martensíticos habían sido descubiertos (Brearley patentó aleaciones de hierro que tenían entre 9 y 16% en peso de cromo y menos del 0.7% en peso de carbono).

En los Estados Unidos, en 1911, Christian Dantsizen y Frederick Becket comenzaron sus experiencias con aleaciones que contienen de 14 a 16% en peso de cromo y contenidos bajos de carbono (de 0.007 a 0.015% en peso), usando ferrocromo obtenido vía método aluminotérmico. Los aceros inoxidables ferríticos habían sido descubiertos. En 1915 ellos sugirieron usar estas aleaciones en turbinas. Un procedimiento el cual continúa siendo utilizado. En 1986, el Laboratorio de Físico-Química de Krupp (Chemisch-Physikalischen Versuchsanstalt der Firma Friedrich Krupp AG), en Essen, Alemania, tuvo un nuevo jefe de departamento, el Dr. Brenno Strauss. Por otra parte el Dr. Eduard Maurer, comenzó a trabajar en el sector de la metalurgia. En 1910 Strauss y Maurer trabajaron con aceros que contenían cromo y cromo-níquel y, en 1910, ellos introdujeron los aceros *Nichrotherm 4* (35% en peso de níquel y de 13 a 14% en peso de cromo). Desde el trabajo inicial de Strauss y Maurer, dos clases de acero inoxidable fueron desarrolladas: los aceros martensíticos VM (que contienen 0.25% peso de carbono, 20% en peso de cromo, y 7% en peso de níquel).

La compañía alemana F. Krupp fue la primera en comercializar estos aceros. En 1914, Thomas Firth & Sons Ltd. de Sheffield, produjeron cerca de 50 toneladas de acero inoxidable martensítico. En 1915, en los Estados Unidos, Firth-Sterling (cerca de Pittsburg) comenzó su producción de acero inoxidable. El uso y comercialización de acero inoxidable ferrítico comenzó después, probablemente cerca de 1920, cuando Brown Bayley's Steel Works Ltd. de Sheffield hicieron sus primeras 5 o 6 toneladas de acero con 11.7% en peso de cromo y 0.07% en peso de carbono.

En 1927, Bain y Griffiths <sup>(5)</sup> reportaron sus resultados en un sistema Fe-Cr-Ni y mencionaron la existencia de los aceros inoxidables del tipo dúplex. En 1930, AVESTA, de Suecia, comenzó el desarrollo de dos aleaciones dúplex, llamadas *453 E* y *453 S*. en 1947, una aleación dúplex, la *UR50* (21% en peso de Cromo, 7% en peso de níquel, 2.5% en peso de Molibdeno y 0.07% en peso de cobre) se volvió un estándar en la marina francesa. Hasta 1940, los aceros inoxidables disponibles presentaban una excelente resistencia contra la corrosión pero continuaban teniendo pobres propiedades mecánicas. Los aceros PH (precipitation hardened) fueron desarrollados en la década de 1940 para solventar esta deficiencia; originalmente desarrollados por la United States Steel Corporation. Tres clases de aceros inoxidables PH habían sido desarrollados: los austeníticos, los martensíticos y los semiausteníticos.

Con el descubrimiento de los aceros inoxidables (2), la industria química y las aplicaciones de alta temperatura tuvieron disponibles nuevos materiales, más adecuados a medios ó atmosferas agresivas. Los aceros inoxidables juegan un papel importante en el mundo moderno, aún y cuando su producción tan solo represente solo el 2.2% de la producción total de acero en el mundo.

#### **1.4 Aceros inoxidables endurecidos por precipitación**

Los aceros inoxidables endurecidos por precipitación o *PH*, fueron desarrollados con la finalidad de tener una alta resistencia mecánica con una tenacidad razonable, con una resistencia superior contra la corrosión en

comparación a los aceros inoxidable martensíticos sencillos con sistemas Fe-Cr-C. Los aceros inoxidable del tipo *PH* pueden ser clasificados <sup>(6), (7)</sup> de acuerdo a su microestructura resultante del tratamiento térmico de solución en austeníticos, semiausteníticos, y martensíticos (véase Tabla 1. 1). Los aceros semiausteníticos se transformarán en martensita durante tratamientos térmicos subsecuentes. Prácticamente todos los aceros inoxidable *PH* tienen un bajo nivel de carbono ( $\geq 0.1\%$  en peso) con adiciones de níquel. El endurecimiento se logra a través de adiciones de aluminio, titanio, niobio, o cobre y la formación de varios tipos de precipitados conllevan a efectos de endurecido, de acuerdo al tipo de aleación y el procedimiento de tratamiento térmico: fases ricas en níquel o aluminio como las  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>(Al,Ti), Ni<sub>3</sub>Ti y  $\beta$ -NiAl, fases *Laves* ricas en hierro, molibdeno y niobio como Fe<sub>2</sub>(Mo, Nb), precipitados ricos en cobre o incluso nitruros como el Cr<sub>2</sub>N, pueden ser formados en los aceros inoxidable por precipitación. En la mayoría de los casos se forman fases intermetálicas que son ricas en níquel, del tipo Ni<sub>3</sub>M, donde M puede ser = Al, Ti, Nb o Mo. El titanio y el niobio son también formadores de carburos y nitruros, sacándolos de la solución sólida. El cobre causa un efecto de endurecimiento a través de la precipitación y aumenta la resistencia a la corrosión cuando se encuentra en solución sólida.

Comparados con los aceros inoxidable martensíticos de sistemas Fe-Cr-C, los aceros inoxidable *PH* presentan una ductilidad y tenacidad superiores. Algunas aleaciones tienen un YS (*Yield strength* ó esfuerzo de cedencia) superior a 1700 MPa. Relativo a otros tipos de aceros inoxidable, los aceros inoxidable *PH* tienen una resistencia a la corrosión de moderada a buena.

### **1.5 Aleación de hierro 17-4PH: Aplicaciones y características**

Dentro de los aceros inoxidable martensíticos la aleación 17-4 PH (UNS S17400, véase Tabla 1. 2) es la más popular, con contenidos 17%Cr, 4% Ni, 4% Cu y 0.3% Nb (en % de peso). Su temperatura de transición martensítica,  $M_s$ , está un poco por encima de la temperatura ambiente. Después del

enfriamiento en aire desde la temperatura de solución 1040°C (1900°F), la matriz no contiene austenita retenida, sin embargo puede estar presentes algunas islas de ferrita-delta. El tratamiento de envejecido se hace en el intervalo de temperatura entre 480 y 620°C, lo que favorece a una fina precipitación de partículas de cobre. En estado de solución el YS por encima de los 750 MPa y después del envejecido puede alcanzar los 1200 MPa de esfuerzo de cedencia <sup>(2)</sup>.

Tabla 1. 1 Composición química, en porcentaje de peso, de algunos aceros inoxidable PH típicos <sup>(2), (8)</sup>.

Tipo	Designación UNS	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Otros
<b>Austeníticos</b>								
<b>A286</b>	S66286	≤0.08	≤2.00	≤1.00	13.50-16.00	24.0-27.0	1.00-1.50	Ti=1.90-2.35 Al=0.35 V=0.10-0.50 B=10-100 ppm P=0.30
<b>17-10P</b>		0.07	0.75	0.50	17.0	10.5		
<b>Martensíticos</b>								
<b>Stainless W™</b>	S17600	≤0.08	≤1.00	≤1.00	16.0-17.5	6.0-7.5	-	Al=0.4 Ti=0.41.2
<b>17-4 PH</b>	S17400	≤0.07	≤1.00	≤1.00	12.50-17.50	3.00-5.00	-	Nb=0.15-0.45 Cu=3.00-5.00
<b>15-5 PH</b>	S15500	≤0.07	≤1.00	≤1.00	14.00-12.50	3.50-5.50	-	Nb=0.15-0.45 Cu=2.50-4.50
<b>Custom 450™</b>	S44000	≤0.05	≤1.00	≤1.00	14.00-16.00	5.00-7.00	0.50-1.00	Nb≥8x%C Cu=1.25-1.75
<b>Custom 455™</b>	S45500	≤0.05	≤0.50	≤0.50	11.00-12.50	7.50-9.50	0.50	Nb=0.10-0.50 Cu=1.50-2.50
<b>PH13-8 Mo</b>	S13800	≤0.05	≤0.50	≤0.10	12.52-13.25	7.50-8.50	2.00-2.50	Al=0.90-1.35 N=0.01
<b>Semiausteníticos</b>								
<b>17-7 PH</b>	S17700	≤0.09	≤1.00	≤1.00	16.00-18.00	6.50-7.75	-	Al=0.75-1.50
<b>15-7 PH</b>	S15700	≤0.09	≤1.00	≤1.00	14.00-16.00	6.50-7.75	2.00-3.00	Al=0.75-1.50
<b>AM-350</b>	S35000	0.07-0.11	0.5-1.25	≤0.5	16.0-17.0	4.0-5.0	2.5-3.25	N=0.07-0.13
<b>AM-355</b>	S35500	0.10-0.15	0.5-1.25	≤0.5	12.0-16.0	4.0-5.0	2.5-3.25	

Tabla 1. 2 Diferentes designaciones de la aleación 17-4 PH.

Estándares correspondientes	
<b>EN/DIN</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 1.4542</li> <li>• X5CrNiCuNb16.4</li> </ul>
<b>AFNOR</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Z6CNU17-O4</li> </ul>
<b>ASTM-A564</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Grade 630</li> </ul>
<b>UNS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• S17400</li> </ul>
<b>JIS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• SUS630</li> </ul>
<b>Marcas registradas®</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• AL 17-4™</li> <li>• Custom 630™</li> </ul>
<b>Otras</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• SAE AMS 5643</li> <li>• SAE AMS 5604</li> <li>• NACE MR01-75</li> <li>• ISO 15156</li> <li>• PED 97/23/CE</li> <li>• API 6A PSL4 (UT)</li> <li>• ASTM A388 (UT)</li> <li>• EN10088-3</li> </ul>

Este acero no se utiliza en estado de solución, o condición A, (1038°C/1hr/enfriamiento en aire) y se puede tratar térmicamente para obtener una gama amplia de resistencias, 8 tratamientos térmicos han sido desarrollados: condiciones H900, H925, H1025, H1075, H1100, H1150, H1150+1150, etc. Estos tratamientos que corresponden a diferentes condiciones de envejecido. La letra “H” corresponde a *Heat* y el número que la acompaña hace referencia a la temperatura, en grados Fahrenheit, a la que es realizado el tratamiento térmico.

Al ser un acero inoxidable con buena resistencia a la corrosión y otros ataques químicos, y tener buenas propiedades mecánicas, este acero se utiliza en muchos sectores industriales hoy en día. A continuación se muestran algunas

aplicaciones para esta aleación, una de las más populares entre los aceros inoxidables endurecidos por precipitación.

### 1.5.1 Aeroespacial

Una de las aplicaciones más avanzadas y especializadas de la aleación 17-4 PH es en el ramo de la industria aeroespacial. Es común encontrar componentes estructurales, no críticos, en aviones militares (véase Figura 1. 3) y comerciales <sup>(9)</sup>.



Figura 1. 3 Alabes para compresores de turbinas militares. Se muestra un avión militar estadounidense C-130 Hércules <sup>(9)</sup>.

### 1.5.2 Generación de energía

Otra de las aplicaciones avanzadas de este material, es su utilización en anillos para turbinas de gas (véase Figura 1. 4), que son componentes importantes para las actuales tecnologías de generación de energía eléctrica, como por ejemplo el “ciclo combinado” <sup>(10)</sup>.



Figura 1. 4 Se observa en la figura, un anillo forjado de aleación 17-4 PH para turbinas de gas para generación de energía eléctrica <sup>(10)</sup>.



### 1.5.3 Estructural

Estructuralmente, este acero inoxidable es poco utilizado debido a su mayor costo en comparación a los aceros estructurales comunes, sin embargo, si se ha utilizado en estructuras arquitectónicas y otra piezas para ensambles estructurales (véase Figura 1. 5), como lo son tornillería y otros componentes para aplicaciones donde se requiera de resistencia mecánica y una moderada resistencia a la corrosión.



Figura 1. 5 Tornillería de acero inoxidable martensítico 17-4 PH.

### 1.5.4 Medicina

Los aceros inoxidables son ampliamente utilizados en el sector de la medicina, sobre todo en herramientas en donde se requiere una buena resistencia contra la corrosión y moderadas propiedades mecánicas.

En la Figura 1. 6 se puede observar aditamentos dentales para ortodoncia, fabricados en acero inoxidable 17-4 PH <sup>(11)</sup>.



Figura 1. 6 "Brackets" dentales hechos de acero inoxidable 17-4 PH usados en ortodoncia común <sup>(11)</sup>.

### 1.5.5 Industria petrolera

La industria petrolera siempre ha necesitado de materiales resistentes química y mecánicamente debido a los requerimientos especiales que surgen a la hora de extraer, transportar y procesar. En la Figura 1. 7 se observa un segmento de tubería fabricada con acero 17-4 PH<sup>(10)</sup>.

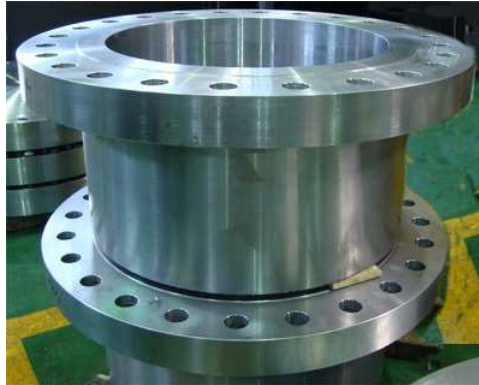


Figura 1. 7 Sección de tubería para unión con bridas, comúnmente utilizada en plantas del ramo petrolero, de acero inoxidable 17-4 PH<sup>(10)</sup>.

### 1.5.6 Otras aplicaciones

Existen muchas otras aplicaciones en donde se utiliza el acero inoxidable martensítico endurecido por precipitación 17-4 PH, entre ellas se pueden nombrar a la industria de aparatos para mediciones (como celdas de carga, cuerpos de sensores de diversos gases, etc.), el sector armamentista (armas hechas de acero inoxidable y diversos componentes en carros de combate bélico, etc.), aplicaciones marinas (como en barcos, componentes de barcos y submarinos).

### 1.6 Deformación a tensión de un metal dúctil

La información básica de las propiedades mecánicas de un metal dúctil, se pueden obtener de un ensayo de tensión, en la cual una probeta adecuada se sujeta a una carga axial que se incrementa hasta que ésta fractura la probeta.

La carga y la elongación son medidas en intervalos frecuentes durante la prueba y están expresadas como esfuerzo promedio y deformación. La información obtenida de la prueba de tensión se presenta generalmente en un diagrama esfuerzo-deformación. La Figura 1. 8 muestra una curva típica de esfuerzo-deformación para un metal como el aluminio o el cobre. La porción inicial de la curva  $OA$  es la región elástica en donde se obedece la Ley de Hooke. El punto  $A$  es el límite elástico, definido como el esfuerzo mayor que el metal puede soportar sin experimentar deformación permanente cuando se le retire la carga. La determinación del límite elástico es tediosa y depende de la sensibilidad del instrumento de medición de la deformación. Por dicha razón es comúnmente remplazada por el *límite proporcional*, el punto  $A'$ . El límite proporcional es el esfuerzo al cual la curva *esfuerzo-deformación* se desvía linealmente. La pendiente de la curva esfuerzo-deformación en esta región es el módulo de elasticidad.

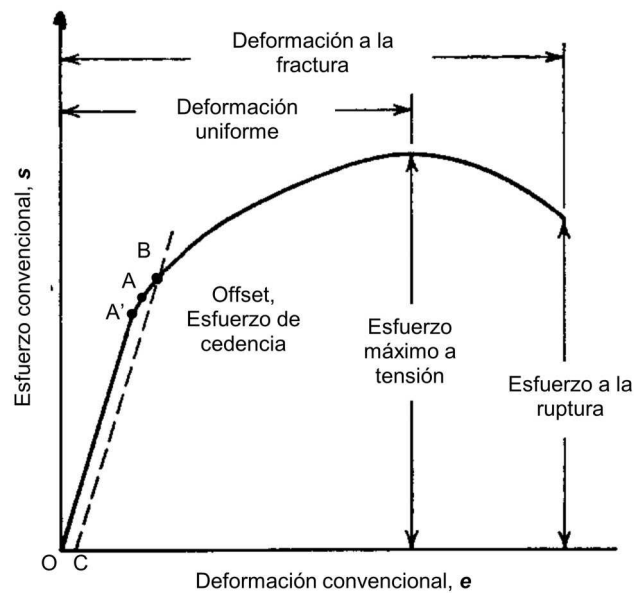


Figura 1. 8 Curva Esfuerzo-Deformación típica <sup>(12)</sup>.

Para propósitos ingenieriles, el límite del comportamiento elástico útil está descrito por el *esfuerzo de cedencia* ( $Y_S$ ). El esfuerzo de cedencia está definido

como el esfuerzo que producirá una pequeña cantidad de deformación, generalmente igual a una deformación de 0.002. En la Figura 1. 8 esta deformación permanente es  $OC$ . La deformación plástica comienza cuando el límite elástico es excedido. Conforme la deformación plástica de la probeta incrementa, el metal se vuelve más fuerte (endurecimiento por deformación) así la carga requerida para extender la probeta incrementa conforme se deforma. Eventualmente la carga alcanza un máximo valor. La carga máxima dividida entre el área original de la probeta es la *resistencia última a la tensión*. Para un metal dúctil el diámetro del espécimen comienza a disminuir rápidamente hasta que se alcanza la carga máxima, y la carga requerida para continuar la deformación cae hasta que la probeta se fractura.

### 1.6.1 Concepto de deformación y tipos de deformación

El esfuerzo lineal está definido como la velocidad de cambio en longitud a la longitud original de la misma dimensión.

$$e = \frac{\delta}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L - L_0}{L_0} \quad (1)$$

Donde  $e$  = deformación lineal promedio

$\delta$  = deformación

mejor que referirse al cambio en longitud a la longitud calibrada original, comúnmente es más útil definir la deformación como el cambio en la dimensión lineal dividida entre el valor instantáneo de la dimensión.

$$\varepsilon = \int_{L_0}^{L_f} \frac{dL}{L} = \ln \frac{L_f}{L_0} \quad (2)$$

La ecuación (2) define la deformación natural, o real. La deformación real la cual es útil tratándose sobre problemas sobre plasticidad y conformado de metales <sup>(12)</sup>.

### 1.6.2 Curva ingenieril esfuerzo-deformación

En la Figura 1. 8 se observa el diagrama típico esfuerzo-deformación de un ensayo a tensión de un metal con cierta elasticidad (zona elástica, donde se cumple la Ley de Hooke) y con ductilidad (zona plástica, en donde la deformación alcanzada es irreversible). Esta curva es ampliamente utilizada para proveer información de diseño básica de materiales tales como los metales, plásticos y cerámicos. Se llama curva “ingenieril” debido a la idealización en sus ejes. Para obtener el esfuerzo ingenieril (o promedio) se utiliza la siguiente ecuación.

$$s = \frac{P}{A_0} \quad (3)$$

Donde  $s$  = esfuerzo ingenieril     $P$  = carga     $A_0$  = área transversal original del espécimen.

Para la obtención de la deformación ingenieril (o promedio) se usa la Ecuación (1), lo que equivale a la división de la elongación de la longitud calibrada del espécimen,  $\delta$ , entre su longitud original. Véase Figura 1. 8 .

La forma y magnitud de la curva *esfuerzo-deformación* de un metal dependerá de su composición, tratamiento térmico, historial de deformación plástica, y de la velocidad de deformación, temperatura, y el estado de esfuerzos impuestos durante el ensayo. Los parámetros que son usados para describir la curva *esfuerzo-deformación* de un metal son el *esfuerzo máximo a tensión*, el *esfuerzo de cedencia* (ó *punto de cedencia*), *porcentaje de elongación* y la *reducción en área* (RA). Véase Figura 1. 8.

### 1.6.3 Inestabilidad en tensión

Un metal real experimenta *endurecimiento por deformación* durante un ensayo a tensión, lo que tiende a incrementar la capacidad de la probeta de oponerse a la carga conforme la deformación se incrementa. Este efecto es opuesto por el decremento gradual en el área transversal de la probeta conforme éste se elonga. El encuellamiento, o deformación localizada, comienza en la carga máxima, en donde el incremento en el esfuerzo (debido a la reducción del área transversal) se vuelve mayor que el incremento de la capacidad del metal a oponerse a la carga debido al *endurecimiento por deformación*. Esta condición de inestabilidad <sup>(12)</sup> se asocia con el inicio de la formación del cuello en una probeta de tensión y está definida por la condición  $dP = 0$ .

$$P = \sigma A$$

$$dP = \sigma \cdot dA + A \cdot d\sigma = 0$$

De la relación de constancia en volumen,

$$\frac{dL}{L} = -\frac{dA}{A} = d\varepsilon$$

Y de la condición de inestabilidad

$$-\frac{dA}{A} = \frac{d\sigma}{\sigma}$$

Entonces el punto de inestabilidad es

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \sigma \quad (4)$$

Por lo anterior, el punto de encuellamiento a la carga máxima se puede obtener de la *curva real esfuerzo-deformación* encontrando el punto de la curva donde la tangente sea igual a la unidad (véase Figura 1. 9), o bien, encontrando el punto de intersección de la velocidad de endurecimiento por deformación (*rate of strain hardening*) con la curva de flujo (véase Figura 1. 9).

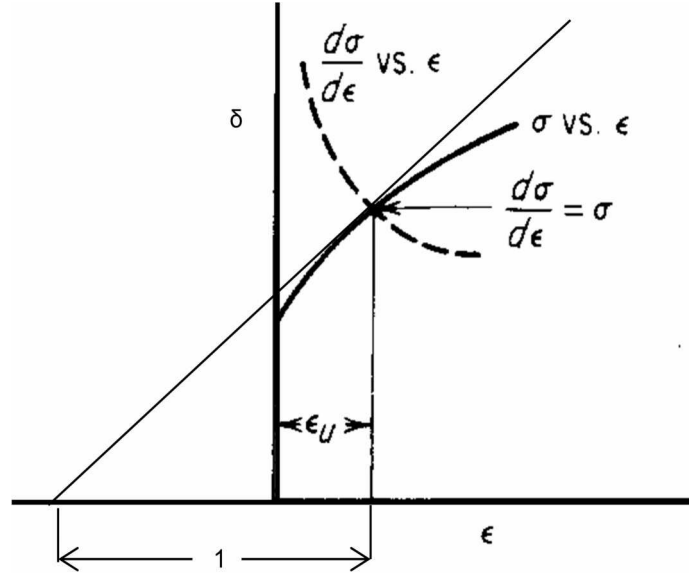


Figura 1. 9 Interpretación gráfica del criterio de encuellamiento de un espécimen cilíndrico en una prueba de tensión.

El criterio de *encuellamiento* puede ser expresado más explícitamente si se utiliza la deformación ingenieril. Comenzando con la ecuación (4),

$$\frac{d\sigma}{d\epsilon} = \frac{d\sigma}{de} \frac{de}{d\epsilon} = \frac{d\sigma}{de} \frac{dL/L_0}{dL/L} = \frac{d\sigma}{de} \frac{L}{L_0} = \frac{d\sigma}{de} (1+e) = \sigma$$

$$\frac{d\sigma}{de} = \frac{\sigma}{1+e} \quad (5)$$

La Ecuación (5) permite una construcción geométrica, llamada la construcción de *Considère* para la determinación del punto de máxima carga. La Figura 1. 10 está construida en términos del esfuerzo verdadero,  $\sigma$ , contra la deformación lineal promedio  $e$ . El punto A representa una deformación negativa de 1.0. Una

línea trazada desde A hasta un punto tangente a la curva  $e-\delta$ , será la tangente que tenga por pendiente a  $\frac{\sigma}{1+e}$

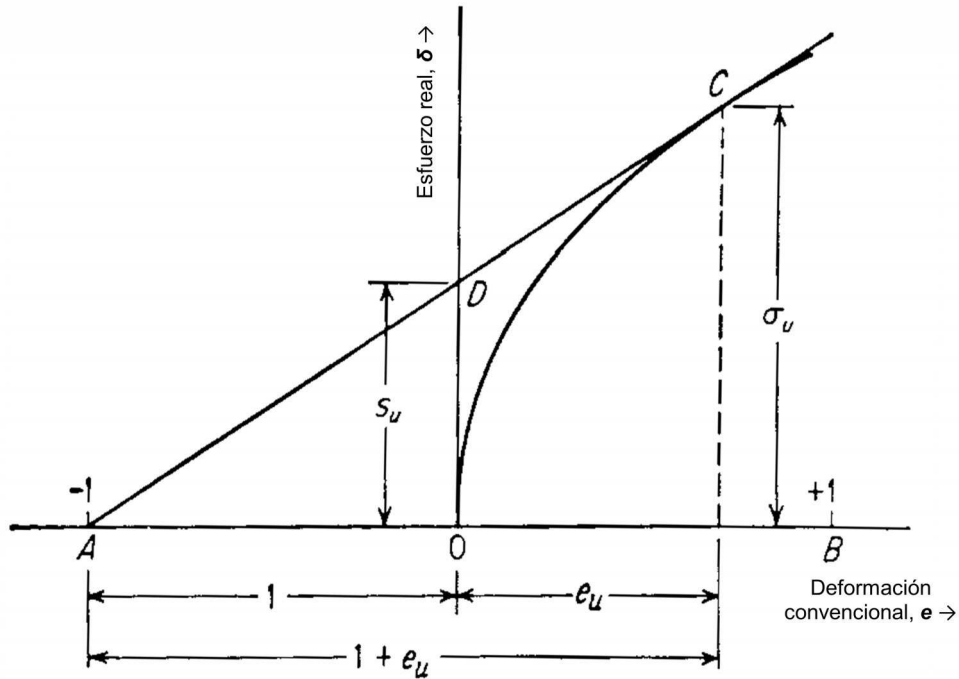


Figura 1. 10 Construcción de *Considère* para la determinación de punto de carga máxima e inestabilidad en tensión.

### 1.6.4 Mediciones de ductilidad en la prueba de tensión

La ductilidad es una propiedad cualitativa y subjetiva de un material. En general, las mediciones de ductilidad son de interés de tres maneras:

Para indicar la extensión a la cual el metal puede ser deformado sin fracturar en operaciones de formado de metales como la laminación, el rolado y la extrusión.

Para indicar al diseñador, en forma general, la habilidad del metal para fluir plásticamente antes de la fractura. Una alta ductilidad indica que el material puede soportar deformación local sin fractura.



Para que sirva como un indicador de cambios en el nivel de impurezas o condiciones de procesado. Mediciones de ductilidad pueden ser específicas para valorar la “calidad” del material aun pensando en relaciones no directas existentes entre las mediciones de ductilidad y el desempeño en servicio.

Las mediciones convencionales de la ductilidad que son obtenidas de la prueba de tensión son la deformación ingenieril a la fractura  $e_f$  (usualmente llamada *elongación*, véase Ecuación (1), y la *reducción de área* a la fractura  $q$ , véase Ecuación (6). Ambas propiedades se obtienen después de la fractura.

La reducción en área se define como

$$RA = q = \frac{A_0 - A_f}{A_0} \tag{6}$$

### 1.6.5 Efecto de la velocidad de deformación sobre las propiedades de flujo

La velocidad a la cual se deforma una probeta puede tener una gran influencia en la *curva de flujo*. La velocidad de deformación se define como,

$$\dot{\varepsilon} = d\varepsilon/dt \tag{7}$$

Convencionalmente se expresa en unidades de  $s^{-1}$ . El espectro de *velocidades de deformación* se muestra en la Tabla 1. 3.

Tabla 1. 3 Espectro de las velocidades de deformación en ensayos mecánicos (12).

Rango de velocidades de deformación	Condición o tipo de ensayo
$10^{-8}$ a $10^{-5} s^{-1}$	Ensayos de <i>Creep</i> a carga o esfuerzo constantes
$10^{-5}$ a $10^{-1} s^{-1}$	Ensayos “estáticos” con maquinas hidráulicas o servomecánicas

$10^{-1}$ a $10^2$ s <sup>-1</sup>	Tensión dinámica o pruebas de compresión
$10^2$ a $10^4$ s <sup>-1</sup>	Ensayos de alta velocidad usando barras de impacto (se debe de considerar los efectos de propagación de onda)
$10^4$ a $10^8$ s <sup>-1</sup>	Impacto a hipervelocidad usando armas de gas o proyectiles conducidos (propagación de onda de choque)

Comúnmente al incrementar la velocidad de deformación esta incrementa el esfuerzo de flujo en un ensayo mecánico. Además, la dependencia de la velocidad de deformación de la resistencia incrementa con el incremento de la temperatura. El esfuerzo de cedencia y el esfuerzo de flujo a bajas deformaciones plásticas, son más dependientes de la velocidad de deformación que la fuerza máxima a tensión. Altas velocidades de deformación causan que el punto de cedencia aparezca en algunos materiales que no presentan este punto bajo condiciones normales de carga, por ejemplo, los aceros de bajo carbono.

De las gráficas resultantes de tabular el esfuerzo a tensión máximo contra la velocidad de deformación (en escala log-log), se obtienen regresiones (normalmente lineales) que tienen una cierta pendiente. Dicha pendiente se conoce como *m* ó *sensibilidad a la velocidad de deformación*. El exponente *m* ó sensibilidad a la velocidad de deformación, es un buen indicador de los cambios en el comportamiento de deformación y las mediciones de *m* proveen una conexión clave entre los conceptos de dislocación y deformación plástica y de otras mediciones macroscópicas hechas en un ensayo de tensión. En los metales, *m*, es muy bajo (<0.1) a temperatura ambiente pero se incrementa conforme se aumenta la temperatura del ensayo <sup>(12)</sup>, especialmente a temperatura cercanas a la temperatura absoluta de fusión del metal que se ensaye.

### 1.6.6 Efecto de la temperatura sobre las propiedades de flujo

La curva *esfuerzo-deformación*, el flujo y las propiedades a la fractura que se derivan de la prueba de tensión son fuertemente dependientes de la temperatura a las cuales sean llevadas a cabo. En general, la resistencia del metal decrece y su ductilidad aumenta conforme la temperatura se incrementa. Sin embargo, cambios estructurales como la precipitación, endurecimiento por deformación, o la recristalización pueden ocurrir en ciertos intervalos de temperatura para alterar este comportamiento general. En Figura 1. 11 se ilustra esquemáticamente la influencia de la temperatura en la curva *esfuerzo-deformación* de un hierro dulce.

Más del 90% de la energía expendeda en la deformación plástica se convierte en calor. En muchas operaciones de conformado de metales, debido al flujo no homogéneo, la deformación es localizada y la temperatura se incrementa dentro de esta región local. Debido a que el flujo de esfuerzos cae con la temperatura, deformación posterior se concentra preferencialmente en esta zona y el proceso continúa hasta la fractura <sup>(12)</sup>.

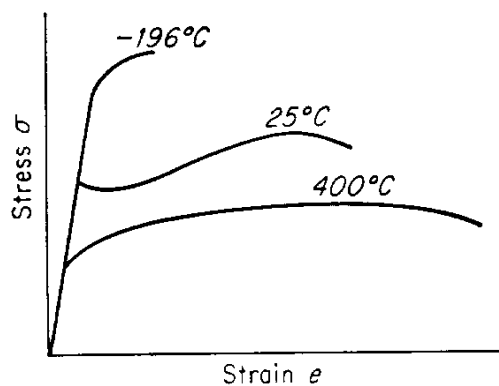


Figura 1. 11 Esquema del diagrama  $\delta$ - $e$  de los cambios de la curva de flujo con respecto a la temperatura de un acero dulce <sup>(12)</sup>.

## 1.7 Tipos de endurecimiento de una aleación metálica

El estudio de metales abarca una gran cantidad de información acerca de la microestructura de metales puros, aleaciones y fases así como sus diferentes comportamientos bajo una cantidad de variables (como la temperatura, la velocidad de deformación, estado de esfuerzos, etc.) en ensayos mecánicos de distintos tipos como los de tensión, compresión, fatiga, termofluencia, etc. En la actualidad se buscan metales cada vez más resistentes, más dúctiles, pero de menor peso y densidad.

Referente al comportamiento mecánico de los metales se sabe que estos se pueden hacer más resistentes mediante diferentes mecanismos de endurecimiento o deformación, que se consiguen mediante la reducción el tamaño de grano, precipitación de fases intermetálicas y endurecimiento del metal por deformación, entre otros.

### 1.7.1 Endurecimiento por los límites de grano

Se ha encontrado evidencia directa de endurecimiento mecánico por los límites de grano en experimentos en bi-cristales. El esfuerzo de cedencia en los bi-cristales se incrementó linealmente con el aumento de la desorientación de los límites de grano. Estos resultados implican que un simple límite de grano tiene una fuerza inherente y que el endurecimiento debido a los límites de grano resulta de una interferencia mutua para deslizarse dentro de los granos.

Muchas relaciones generales han procurado calcular las curvas esfuerzo-deformación de cristales y policristales sin llevar a cabo pruebas mecánicas y tener un buen estimado de las propiedades mecánicas. Una de estas relaciones fue la propuesta por Hall y Petch, conocida como relación Hall-Petch, véase Ecuación (8). Esta relación expresa la dependencia del tamaño de grano con el esfuerzo a cualquier deformación plástica hasta la fractura dúctil y también expresa la variación del esfuerzo a la fractura frágil con el tamaño de grano y la resistencia a la fatiga sobre el tamaño de grano.

$$\sigma_0 = \sigma_i + kD^{-1/2} \quad (8)$$

Dónde  $\sigma_0$  = el esfuerzo de cedencia

$\sigma_i$  = el “esfuerzo de fricción”, que representa la resistencia promedio del parámetro de red del cristal contra el movimiento de dislocaciones

$k$  = el “parámetro de endurecimiento”, el cual mide la contribución de endurecimiento relativo de los límites de grano

$D$  = el diámetro de grano

La relación Hall-Petch es una relación muy general, que debe usarse con cierta cautela, por ejemplo, si se extrapola al tamaño de grano más pequeño imaginable (aproximadamente 4 nm), predecirá niveles de esfuerzos cercanos a los esfuerzos cercanos teóricos. El método más común para la medición del tamaño de grano es comparar los granos a una magnificación establecida por la ASTM (*American Society for Testing and Materiales*) en cartas de tamaño de grano. El tamaño de grano ASTM,  $G$ , es relacionado con  $n_a$ , que es el número de granos por  $\text{mm}^2$  a una magnificación de 100X mediante la relación

$$G = -2.9542 + 1.4427 \ln n_a \quad (9)$$

### 1.7.2 Envejecido por deformación

El *envejecido por deformación* (o *strain aging*) es un tipo de comportamiento, usualmente asociado con el fenómeno de punto de cedencia, en el cual la resistencia de un metal se incrementa y la ductilidad cae. Este comportamiento puede ser mejor ilustrado en la Figura 1. 12<sup>(12)</sup>.

Se puede observar en la Figura 1. 12 la reaparición del punto de cedencia, que es debido a la difusión de átomos de carbono y nitrógeno para el caso de acero. Si se considera que el espécimen es deformado hasta el punto Y y después descargado, si se vuelve a aplicar carga después del envejecido por varios días

a temperatura ambiente o varias horas a una temperatura de envejecido como 400K, el punto de cedencia reaparecerá. Más aún, el punto de cedencia se incrementará por el tratamiento de envejecido del punto Y al punto Z de la Figura 1. 12. La reaparición de punto de cedencia es debido a la difusión de átomos pequeños como los de carbono y nitrógeno, hacia las dislocaciones durante el periodo de envejecido para formar nuevas zonas de intersticiales. La prueba para este mecanismo se encuentra en el hecho de que la energía de activación para regresar al punto de cedencia en el envejecido, es muy parecida a la energía de activación para la difusión del carbono en hierro alfa.

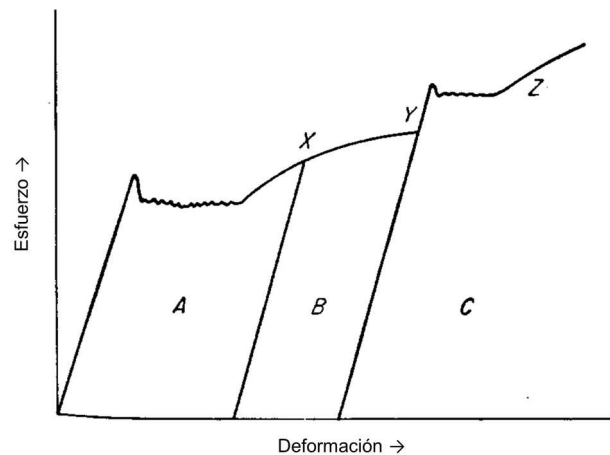


Figura 1. 12 Curvas esfuerzo-deformación para un acero de bajo carbono. Región A, material original deformado hasta la cedencia. Región B, material inmediatamente reensayado después de alcanzarse el punto X. Región C, reaparición e incremento del punto de cedencia después de un envejecido a 400K<sup>(12)</sup>.

La ocurrencia del envejecido por deformación es comúnmente un fenómeno natural en los metales<sup>(12)</sup>. Adicionalmente el envejecido por deformación también produce una caída en la ductilidad del metal y un valor más bajo de la sensibilidad a la velocidad de deformación. El envejecido por deformación también se asocia con la ocurrencia de fluctuaciones en la curva esfuerzo-deformación (cedencia repetida o discontinua). Este comportamiento dinámico

de endurecimiento por deformación (Figura 1. 13) es llamado el *efecto de Portevin-LeChatelier*.

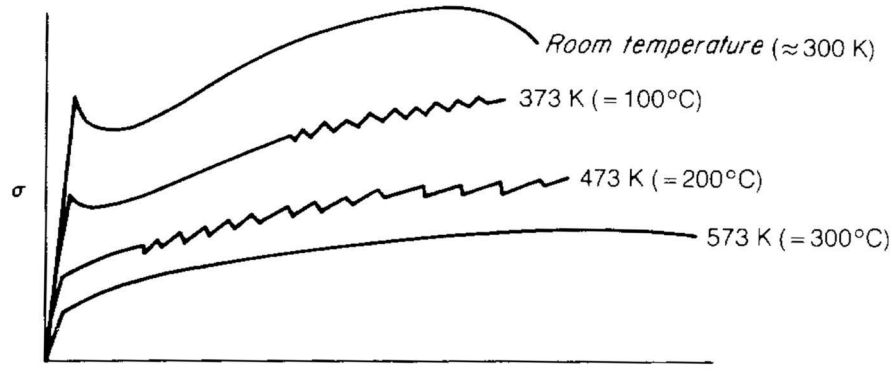


Figura 1. 13 Esquema del efecto *Portevin-LeChatelier* en el hierro. (12)

El envejecimiento por deformación dinámico (DSA, *Dynamic Strain Aging*) no es el único fenómeno que puede causar una curva con fluctuaciones en el diagrama esfuerzo-deformación. El maclado mecánico (*mechanical twinning*) ocurre mediante la deformación o transformaciones martensíticas inducidas y estas producirán el mismo efecto.

Al rango de temperaturas o región en donde se presentan las fluctuaciones se le conoce como *blue brittle region*, debido a que el metal calentado en este rango de temperaturas exhibe una caída en la ductilidad de tensión. Esta región también es una región en donde los aceros muestran un mínimo de sensibilidad a la velocidad de deformación y un máximo en la velocidad del envejecido por deformación.

### 1.7.2.1 Envejecido dinámico por deformación.

Las aleaciones metálicas comerciales más comunes obtienen su resistencia de sus elementos aleantes. Dependiendo de la base de la aleación es el tipo de elementos aleantes que posee y las fases que se requieran estabilizar o intermetálicos que se quieran obtener. Los mismo aleantes pueden causar una pérdida en la formabilidad y ductilidad de las aleaciones mediante un proceso

llamado envejecido dinámico por deformación (DSA, *Dynamic Strain Aging*). El DSA se manifiesta por una sensibilidad negativa a la velocidad de deformación (*m* ó *strain rate sensitivity*), lo que resulta en un flujo inestable y con fluctuaciones (véase Figura 1. 13), fenómeno de *Portevin-LeChatelier*. El DSA comúnmente se relaciona con la presencia de átomos de soluto de rápida difusión en la matriz, que interactúa con las dislocaciones. Estas interacciones conducen a un movimiento colectivo e inestable de las dislocaciones dentro de los granos y a través de los límites de grano. Dicho de otra forma, los átomos del soluto son capaces de difundir el material a una velocidad mayor que la velocidad de las dislocaciones y, por esto, las pueden atrapar y bloquear. Por esto, la carga incrementa y cuando las dislocaciones se alejan de los átomos de soluto, existe una caída en la carga. Estos procesos ocurren muchas veces causando las fluctuaciones en la curva esfuerzo-deformación <sup>(12)</sup>.

### 1.7.3 Endurecimiento por solución sólida

Introducir átomos de soluto dentro de una solución sólida en una red de átomos de solvente producirá una aleación que es más fuerte que el metal puro. Hay dos tipos de soluciones sólidas, la primera es llamada solución sólida sustitucional, en donde los átomos del soluto y el solvente tienen un tamaño muy similar, y los átomos del soluto ocuparán puntos en la red dentro de la red cristalina de los átomos del solvente. La segunda es llamada la solución sólida intersticial, en donde los átomos de soluto son mucho más pequeños que los átomos de solvente y estos ocupan posiciones intersticiales en la red del solvente. El carbono, nitrógeno, oxígeno, hidrógeno y boro son elementos que comúnmente forman soluciones sólidas intersticiales.

Las reglas de Hume-Rothery que describen el comportamiento y tendencia de las soluciones sólidas. Un resultado usual de adiciones de soluto es el incremento del esfuerzo de cedencia.

Los átomos de soluto pueden interactuar por los siguientes mecanismos:



- Interacción elástica
- Interacción de módulo
- Interacción con fallas de apilamiento
- Interacción eléctrica
- Interacción de orden de alcance corto
- Interacción de orden de alcance largo

De estos mecanismos, la interacción elástica, la interacción de módulo, y la interacción de orden de rango largo son de rango largo, por ejemplo, son relativamente insensibles a la temperatura y continúan actuando hasta cerca de  $0.6T_m$ . Las otras tres interacciones constituyen barreras de alcance corto y solo contribuyen fuertemente al flujo de esfuerzo a bajas temperaturas <sup>(12)</sup>.

#### 1.7.4 Endurecimiento por deformación de agregados de dos fases

Solo un número relativamente pequeño de sistemas de aleación permite la solubilidad sólida extensiva entre dos o más elementos, y un efecto de endurecimiento relativamente pequeño puede ser producido en muchos sistemas de aleaciones por la adición de soluciones sólidas. Por lo anterior. Muchas aleaciones comerciales contienen una microestructura heterogénea consistente de dos o más fases metalúrgicas <sup>(12)</sup>, ver Figura 1. 14.

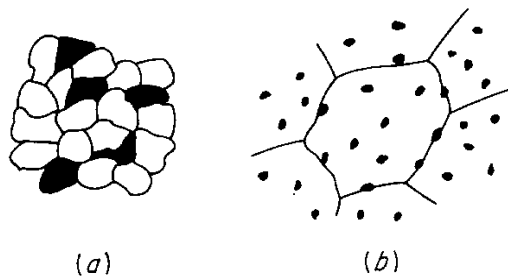


Figura 1. 14 Tipos de microestructuras de doble fase. (a) Estructura agregada, (b) Estructura dispersa <sup>(12)</sup>.

El endurecimiento o endurecimiento causado por partículas de segunda fase es usualmente adicional al endurecimiento por solución sólida producida en la matriz. Muchos factores se necesitan para comprender el endurecimiento por partículas de segunda fase, entre ellos están el tamaño, forma, número, y distribución de dichas fases; la fuerza, la ductilidad, el comportamiento de endurecimiento por deformación entre la matriz y el precipitado de segunda fase; la energía interfacial de la matriz y la energía interfacial entre la matriz y la segunda fase<sup>(12)</sup>.

#### **1.7.5 Endurecimiento por partículas finas (endurecimiento por precipitación: envejecido)**

Las partículas finas dispersas dentro de matrices metálicas, son una fuente común de endurecimiento de metales y aleaciones. Actualmente muchas aleaciones pueden ser reforzadas por reacciones en estado sólido para la precipitación de partículas de segunda fase que son más duras que la matriz. El endurecimiento por precipitación se realiza con un tratamiento de solubilizado seguido de un enfriamiento que incluye al temple rápido o moderado, de aleaciones en donde las segundas fases se encuentran en solución sólida en temperaturas altas y precipitan con el templado. Debido a que las partículas finas de segunda fase tienen poca solubilidad en la matriz, resisten al crecimiento o *sobre-envejecido*, por lo que estas aleaciones son más resistentes a la recristalización y a la coalescencia de granos en comparación de las aleaciones de una fase.

La Figura 1. 15 muestra un esquema en el cual el esfuerzo varía conforme el tiempo de envejecido o el tamaño de partículas. Cuando se temple una aleación desde su solución sólida, se forman zonas que contienen segregación de soluto. Estas zonas son conocidas como las zonas de *Guiner-Preston*.

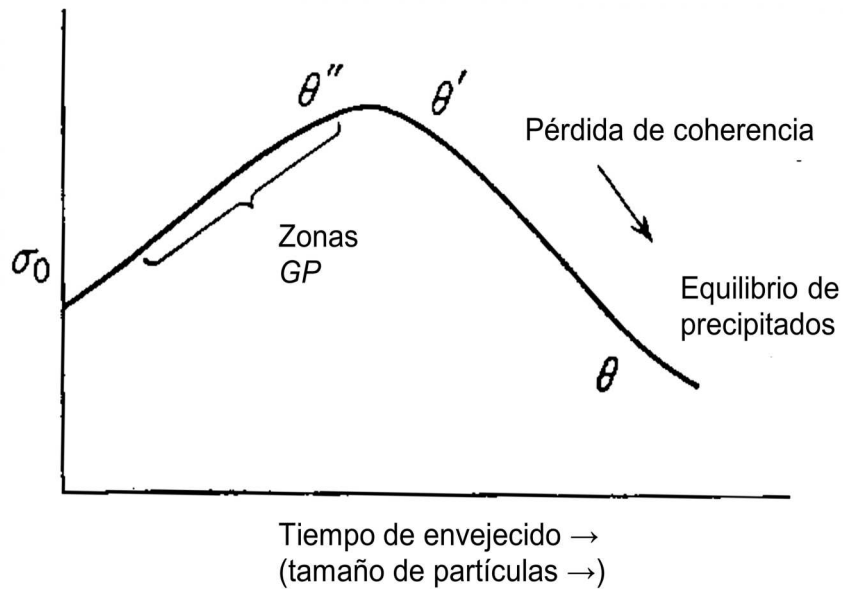


Figura 1. 15 Variación del esfuerzo de cedencia respecto al tiempo de envejecido. La primera parte se presentan las zonas GP o zonas ricas en soluto<sup>(12)</sup>.

Se han investigado varios mecanismos que relacionan el comportamiento de los precipitados dentro de la matriz, también se han descrito otros mecanismo de interacción de estas partículas con las dislocaciones, límites de grano y fases.

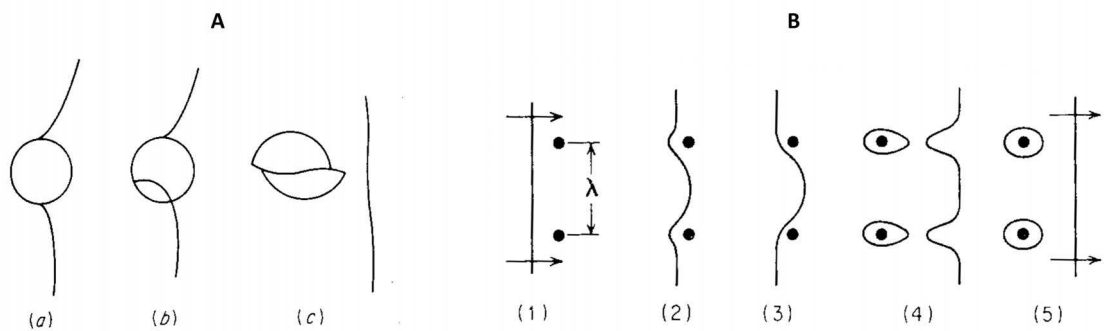


Figura 1. 16 Tipos reforzamiento de metales por partículas finas. A) Una dislocación cortando una partícula y, B) Dibujo esquemático del mecanismo de Orowan, envolvimiento de partículas de segunda fase por una dislocación<sup>(12)</sup>.

Existen varias formas en las que las partículas finas pueden actuar como barreras para las dislocaciones. Estas pueden actuar como partículas impenetrables a través de las cuales las dislocaciones solo se pueden mover por cambios importantes en las curvaturas de las líneas de dislocaciones. Por

otra parte, pueden actuar como partículas coherentes a través de las cuales las dislocaciones pueden pasar, pero solo a niveles de esfuerzos mayores los que se requieren para que las dislocaciones se muevan a través de la matriz. Las partículas pueden actuar en dos diferentes formas para retardar el movimiento de las dislocaciones (véase Figura 1. 16). Estas pueden ser cortadas por las dislocaciones cuando la son pequeñas y/o suaves (Figura 1. 16 A) ó pueden ser sobrepasadas, envolviéndolas, cuando se trata de partículas de segunda fase muy duras y coherentes con la fase de la matriz (mecanismo de Orowan, Figura 1. 16 B).

### 1.7.6 Otros tipos de endurecimiento

Existen otras formas de hacer más resistente mecánicamente a una aleación metálica. Otros ejemplos comunes son el endurecimiento debido a defectos puntuales, en donde debido al movimiento y reacomodo de dislocaciones, se producen defectos puntuales en las redes cristalinas, como vacancias y átomos intersticiales que se retienen más a temperaturas altas y que proveen cambios a la red y generan esfuerzos dentro de la matriz, generando un endurecimiento dentro de la misma. Otro de los mecanismos es el *endurecimiento martensítico*, que consisten en un cambio de estructura cristalina por fenómenos transformación tipo cortante sin difusión de aceros, por ejemplo, que son los metales que tienen un cambio más apreciable en este tipo de endurecimiento. Otro de los mecanismos es el *trabajado en frío* que se produce por deformaciones al metal en frío y que genera una gran cantidad de interacciones entre las dislocaciones, defectos puntuales y precipitados dentro de la matriz metálica. Por último, se puede mencionar el endurecimiento debido a la *orientación preferida* (textura), que involucra orientaciones preferenciales de los granos (como en laminación) que están relacionadas a propiedades cristalográficas de los metales y también relacionadas a propiedades *anisotrópicas* de algunos materiales<sup>(12)</sup>.

## 1.8 Fractura en un metal

La fractura de un metal es la separación de este mismo en dos o más partes, bajo una acción de esfuerzos a la cual es sometido. El proceso se puede dividir en dos partes: la iniciación de las grietas y, la propagación de las mismas. La fractura de un metal es la forma más común de falla en componentes metálicos, fallas que pueden ser catastróficas en metales que cumplen funciones estructurales o de seguridad.

### 1.8.1 Tipos de fractura

Los metales pueden exhibir diferentes tipos de fractura de acuerdo a qué tipo de metal, la temperatura, el estado de esfuerzos, la velocidad de carga, etc. <sup>(12)</sup>. Existen distintas formas de clasificaciones para el tipo fractura en metales pero las más utilizadas y aceptas son las que toman en cuenta la cantidad de deformación alcanzada a la fractura, teniendo los tipos de *fracturas frágil* y *fractura dúctil* (véase Figura 1. 17).

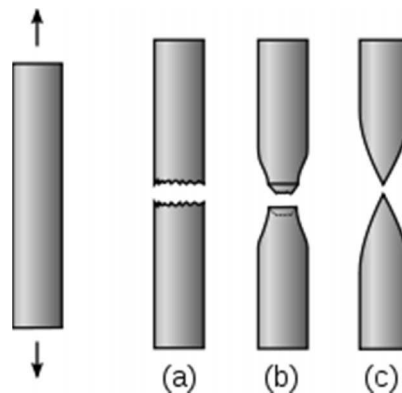


Figura 1. 17 Tipos de fractura más comunes en ensayos a tensión. A) fractura totalmente frágil. B) Fractura de copa y cono y C) fractura totalmente dúctil.

Existen otras formas de clasificar una fractura en un metal que es posible observar dependiendo del comportamiento descrito:

Modo cristalográfico de fractura: Se divide en *Corte* y *Clivaje*.

Apariencia de la fractura: Se pueden dividir en apariencias *Fibrosas*, *Granulares* o una mezcla de ambas.

Deformación a la fractura: Se dividen en fracturas *frágil* y *dúctil*<sup>(13)</sup>.

### 1.8.2 Teoría de la fuerza de cohesión de los metales

Los metales son de gran valor tecnológico, primeramente debido a su resistencia combinada con una cierta cantidad de plasticidad, en los términos más básicos la resistencia se debe a las fuerzas de cohesión entre los átomos. En general, fuerzas de cohesión altas son relacionadas a constantes elásticas grandes, elevados puntos de fusión, y bajos coeficientes de expansión térmica.

### 1.8.3 Aspectos metalográficos de la fractura

Desde hace mucho tiempo se ha generado evidencia metalográfica de la formación de microgrietas en inclusiones no metálicas en el acero como resultado de la deformación plástica. Estas microgrietas no necesariamente producen fracturas frágiles. Sin embargo, estas contribuyen a la anisotropía observada en la resistencia en la fractura dúctil. El hecho de que aceros fundidos al vacío, sean procesados mediante un *remelted* (refundido) en un horno V.A.R. (*Vacuum Arc Remelted*), genera aceros con menos cantidad de inclusiones, esta condición puede presentar una reducción en la anisotropía de fractura. Lo anterior favorece la idea de que las microgrietas se comienzan a formar en las partículas de segunda fase.

La iniciación de microgrietas puede ser fuertemente influenciada por la presencia y naturaleza de partículas de segunda fase<sup>(14)</sup>. La resistencia al agrietamiento mejora si las partículas están bien unidas a la matriz. Partículas pequeñas ( $r < 1\mu\text{m}$ ) y partículas esféricas son más resistentes al agrietamiento. Si la dispersión de partículas de segunda fase es fácilmente cortada por dislocaciones, existirá deslizamiento planar y entonces una relativamente gran cantidad de apilamiento de dislocaciones ocurrirá. Esto conlleva a altas resistencias, fácil iniciación de microgrietas, y un comportamiento frágil. Sin

embargo, si la segunda fase consiste en una dispersión de partículas finas impenetrables, la distancia de deslizamiento es reducida considerablemente y el número de dislocaciones que puede ser sostenidas por el apilamiento es reducido. Además, una vez que las grietas se forman ellas pueden ser forzadas a envolver las partículas de segunda fase, incrementando la energía interfacial efectiva. De este modo, la dispersión de partículas finas puede conducir a un bajo incremento en la tenacidad.

## Capítulo II

### Metodología experimental

Este trabajo de investigación se basa en el estudio de la ductilidad en caliente mediante ensayos de tensión a alta temperatura de un acero inoxidable 17-4PH producido por dos fabricantes. Los ensayos de tensión son uno de los métodos más efectivos para evaluar la ductilidad en materiales metálicos.

En este trabajo la metodología experimental se clasifica en:

- Caracterización pre-ensayo.
- Diseño y desarrollo experimental.
- Caracterización post-ensayo.
- Procesamiento y análisis de los datos adquiridos en los ensayos mecánicos.

#### 2.1 Caracterización pre-ensayo

Para el estudio de la ductilidad en caliente se utilizó la aleación 17-4PH de dos fabricantes distintos, identificados como **E** y **U** en el resto del documento. La caracterización pre-ensayo se realizó con la finalidad de comparar la microestructura, composición química y comportamiento mecánico de la aleación base Fe-Cr-Ni-Cu. El material que se suministró fue en forma de cilindros sólidos de 25.4mm de diámetro y 76.2mm de largo, con sus



respectivas identificaciones, (véase Figura 2. 1). Dichos cilindros fueron extraídos de barras forjadas que se utilizan para la fabricación de anillos sin costura.



Figura 2. 1 Material recibido en forma de cilindros de 1" de diámetro y 3" de largo, maquinadas de "billets" de aleación 17-4PH que se usa en la industria para la forja y rolado de anillos.

Se inicio con la caracterización de la aleación de los dos fabricantes con el fin de establecer diferencias entre las mismas y hacer las observaciones pertinentes.

En la Tabla 2. 1 se presenta la composición química del material suministrado por los dos fabricantes. Otro de los puntos importantes a resaltar es el proceso de fundición y refundición que cada fabricante utilizó para esta aleación.

El material **E** fue fabricado primeramente con Horno de Arco Eléctrico (*EAF*, por sus siglas en inglés), seguido de un refinamiento en un Convertidor de Descarburización por Argón-Oxígeno (*A.O.D.*, por sus siglas en inglés) y una refundición en Horno de Arco Eléctrico al Vacío (*V.A.R.*, por sus siglas en inglés). Por otra parte, el material **U**, sigue el mismo procesamiento de fundición y descarburización que **E**, excepto por la refundición que se le da, ya que es en un Horno para refundición por Electro-escoria (*E.S.R.*, por sus siglas en inglés).

En el material se preparo metalográficamente para su análisis microestructural y químico semicuantitativo. Se inicio con el corte de las muestras, montaje en

resina para metalografía, desbaste y pulido, seguido de la obtención de fotomicrografías con y sin ataques químicos para revelar las microestructuras y distribución de partículas respectivamente.

Tabla 2. 1 Composición química del material suministrado. Fabricante **E** y la del fabricante **U**. Las cifras están en % de peso y el Hierro esta balanceado.

	<b>E</b>	<b>U</b>	<b>Nominal</b>
<b>C</b>	0.045	0.028	0.07
<b>Cr</b>	15.45	15.69	15.5 – 17.5
<b>Ni</b>	4.59	4.355	3.0 – 5.0
<b>Cu</b>	3.33	3.265	3.0 – 5.0
<b>Nb</b>	0.33	0.28	0.15 – 0.45
<b>Mn</b>	0.29	0.79	1.0
<b>S</b>	0.001	0.0025	0.03
<b>P</b>	0.022	0.0195	0.04
<b>Si</b>	0.49	0.27	1.0
<b>Mo</b>	0.23	0.17	--
<b>Ta</b>	0.01	<0.01	--
<b>Co</b>	0.15	<0.05	--
<b>Ti</b>	0.01	<0.01	--
<b>Al</b>	<0.01	<0.01	--
<b>N</b>	0.013	0.035	--
<b>Sn</b>	0.005	0.0085	--
<b>V</b>	0.05	0.08	--
<b>Pb</b>	<0.001	--	--
<b>B</b>	--	<0.001	--
<b>W</b>	--	<0.05	--

### 2.1.1 Preparaciones metalográficas pre-ensayo

Los cortes se hicieron transversalmente para cada material **E** y **U**, generando cilindros de diámetro original y 6 mm de largo en la máquina de corte *Struers Discotom-2*. Posteriormente la “rodaja” resultante se corto longitudinalmente al centro con el fin de preparar muestras que mostraran cortes longitudinales.

Una vez realizados los cortes, los aceros se montaron en una maquina montadora *Struers Labopress 1* con resina de la misma marca, se prepararon 4

probetas, 2 de cada fabricante, cada probeta con dos piezas (una con corte transversal y otra con corte longitudinal).

El siguiente paso de la preparación metalográfica fue el desbaste y pulido de las probetas hasta obtener un acabado espejo. Se comenzó con pulido manual utilizando lijas de SiC de números 180, 400, 800, 1200 y 2400 en máquinas pulidoras *Struers LaboPol-1*. Después se utilizó un paño metalográfico estándar con alúmina de 0.3  $\mu\text{m}$  durante 20 minutos. Por último se realizó un pulido manual en paño metalográfico con sílice coloidal durante 30 minutos.

### 2.1.2 Microdureza

Para la comprobación del estado en que se reciben los especímenes, se realizó un estudio de microdureza en las muestras montadas en resina metalográfica. Del análisis se obtuvo el promedio y la desviación estándar. El microdurómetro utilizado fue *HMV2 Shimadzu*, véase Figura 2. 2.



Figura 2. 2 Microdurómetro *HMV2 Shimadzu* en donde se realizaron las mediciones de Microdureza Vickers.

La carga que se utilizó fue de 0.5 Kg (4.903 N) y el tiempo de indentación fue de 20 segundos. El esquema de las matrices de indentaciones se muestra en la Figura 2. 3.

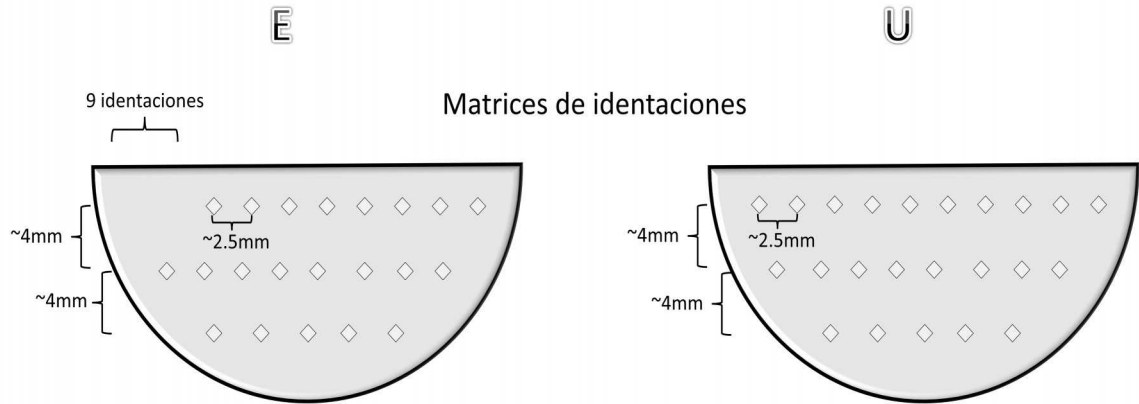


Figura 2. 3 Matrices de indentaciones para dos especímenes, material **E** y **U**.

### 2.1.3 Ataques químicos

Los ataques químicos a las muestras pulidas se realizaron con el fin de revelar la microestructura y fases presentes. Después de los ensayos mecánicos también se realizaron ataques químicos y se utilizó el SEM (Microscopio Electrónico de Barrido) como técnica principal de caracterización post-ensayo de las probetas.

Los reactivos y tiempos utilizados para los ataques de los aceros se indican en la Tabla 2. 2.

Tabla 2. 2 Tiempos (en segundos) de ataque químico de los dos fabricantes del material de estudio. NOTA: para ver la composición de los reactivos ver en el Apéndice 1.

Reactivo \ Especimen	<b>E</b>	<b>U</b>
Fry	60 seg	60 seg
Superpicral	60 seg	70 seg
Vilella modificado	30 y 40 seg	60 y 70 seg
Gliceregia 30seg	30 seg	40 seg
Gliceregia 60seg	60 seg	70 seg

### **2.1.4 Microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDS) pre-ensayo**

Microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido fueron utilizadas para la caracterización de las probetas metalográficas antes de los ensayos mecánicos. La microscopía óptica se utilizó en el desarrollo y procesamiento metalográfico de las muestras. La microscopía electrónica de barrido se utilizó como primer acercamiento a la caracterización microestructural y química de la aleación 17-4PH. Se utilizaron dos SEM, uno de la marca *Jeol* modelo *JSM-6510* y uno de la marca *FEI* de modelo *Nova NanoSEM200*. El microanálisis químico semicuantitativo mediante *EDS* marca *EDAX™*.

## **2.2 Diseño experimental**

Dentro del diseño experimental se tomó en cuenta la cantidad de probetas cilíndricas disponibles a maquinarse para las pruebas de tensión a alta temperatura. Se diseñaron y maquinaron las probetas y los componentes (herramientales) necesarios para la máquina universal de ensayos mecánicos. En el desarrollo experimental se tomaron varias consideraciones tanto del material a ensayar como de la máquina de ensayos a alta temperatura.

### **2.2.1 Consideraciones**

Para los ensayos de tensión a alta temperatura, se utilizó una máquina universal de ensayos, del tipo electromecánico de la marca Shimadzu de modelo *AUTOGRAPH AG-X 300 kN* (ver Figura 2. 7) con capacidad de 30 toneladas.

De las consideraciones sobre el equipo de pruebas para tensión a alta temperatura se resaltan las siguientes:

- La máquina a utilizarse debe tener buena reproducibilidad en sus mediciones, tener la suficiente sensibilidad en sus sensores como en su celda de carga.

- El horno de la máquina debe de soportar el intervalo temperaturas del ensayo (véase Tabla 2. 3) y estar preparado para el choque término.
- La velocidad de desplazamiento de cabezal de la maquina debe de ser la adecuada para alcanzar las velocidades de deformación que se quieran obtener (véase Tabla 2. 3).

Sobre las consideraciones del material tenemos:

- La forma de la probeta debe de ser conforme a las especificaciones para su adecuación a la máquina universal utilizada, permita el estudio de la ductilidad en caliente, que las dimensiones de esta faciliten las mediciones del área de fractura para obtención de parámetros de la reducción de área (RA).
- El diseño y maquinado de la probeta no debe de presentar mayores complicaciones a la de otros tipos de probetas. Además la probeta debe de tener una longitud calibrada adecuada para poder llevar a cabo los ensayos a las velocidades de deformación establecidas (véase Tabla 2. 3).

### **2.2.2 Diseño de probetas para ensayos de tensión a alta temperatura**

De las consideraciones del tamaño y la forma de la probeta, se toma en cuenta también el diseño de la máquina universal a utilizar, en este caso las mordazas con las que se cuentan para el ensayo de tensión en caliente. En esta máquina, se trata de vástagos largos en los que en sus extremos se rosca una probeta cilíndrica determinada. En este caso se utilizo diseño a escala de la misma probeta que se necesita para los *holders* de tensión en caliente que vienen incluido en la máquina *Shimadzu Autograph AG-X 300 kN*. Se utilizó una relación de reducción de 0.635:1. En el Apéndice 2 se muestra el dibujo de la probeta original que se modifiko y ensayo.

El programa de CAD que se utilizó para el diseño del sólido y los planos de la probeta fue el software de *Dassault Systemes™ CATIA* versión V5.

### 2.2.3 Diseño de dados adaptadores para ensayos de tensión a alta temperatura

Se realizó el diseño de “dados adaptadores”, cuya función fue en un extremo sujetar en las mordazas de la máquina y en el otro, permitir roscar la probeta ya con menor escala. Véase Figura 2. 5.

El programa CAD *CATIA V5* también fue utilizado en este caso para el diseño del sólido y de los planos de los dados.

### 2.2.4 Matriz de experimentos

La matriz de experimentos se muestra en la Tabla 2. 3. Esta se realizó para los dos aceros que se estudiaron. Dando un total de 30 ensayos de tensión en caliente, correspondiente a los materiales **E** y **U**, tres velocidades de deformación y cinco temperaturas de ensayo.

Tabla 2. 3 Matriz experimental. Tres velocidades de deformación distintas a cinco temperaturas distintas. A cada fabricante de acero 17-4 PH se le realiza la misma cantidad de experimentos.

MATRIZ EXPERIMENTAL		T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>	T <sub>4</sub>	T <sub>5</sub>
		700°C	800°C	900°C	1000°C	1100°C
• $\varepsilon_1$	$1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	•	•	•	•	•
• $\varepsilon_2$	$1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	•	•	•	•	•
• $\varepsilon_2$	$1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	•	•	•	•	•

### 2.2.5 Maquinado de componentes

En la Figura 2. 4, Figura 2. 5 y en la Figura 2. 6, podemos observar las piezas finales después del maquinado. Además de las 35 probetas maquinadas de ambos fabricantes y 5 probetas de un acero convencional de bajo carbono “**LC**”,

éstas últimas se utilizaron para la puesta a punto de los ensayos de tensión a alta temperatura.

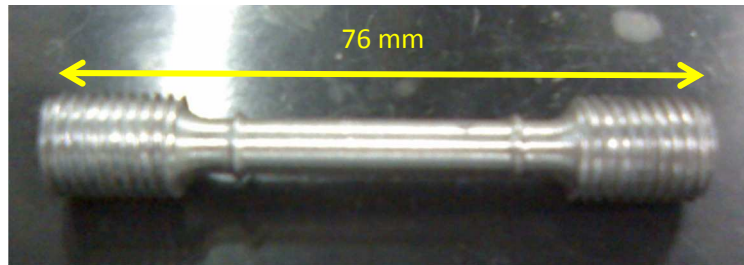


Figura 2. 4 Se muestra la fotografía de una probeta ya maquina a escala real. El *gage length* (longitud calibrada) de la probeta es de aproximadamente 29 mm.

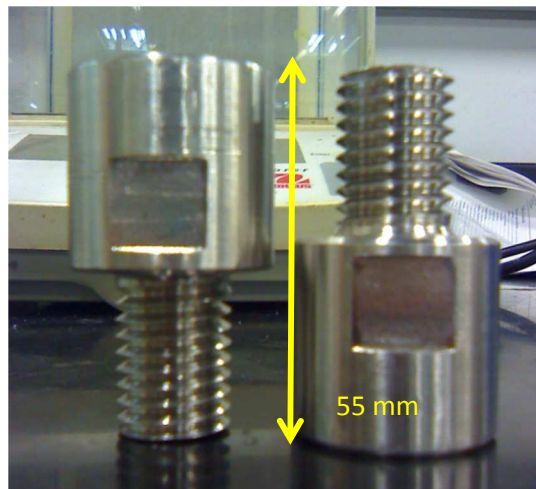


Figura 2. 5 Dados adaptadores maquinados.



Figura 2. 6 Se observan los dados adaptadores y ocho probetas maquinadas en su inspección de geometrías y tolerancias.



## 2.3 Ensayos mecánicos

Una vez fabricadas las probetas y puesto a punto el sistema, se realizaron los ensayos mecánicos de acuerdo a la matriz de experimentos mencionada.



Figura 2. 7 Se observa el equipo ya montado y listo para ensayar las probetas. Obsérvese que el horno tubular rodea al centro de las mordazas en donde se encuentra el espécimen.

### 2.3.1 Condiciones del ensayo

La longitud calibrada de lo probeta, permite establecer la velocidad de desplazamiento del cabezal del equipo para cada velocidad de deformación a estudiar. Véase la Tabla 2. 3. Se instalaron todos los componentes para realizar la prueba de tensión en caliente, mordazas, superficie anti-radiación, juntas para tensión en caliente, elementos roscados, flujo de agua para el enfriamiento de la junta superior, etc.

De las condiciones de operación de la máquina de ensayos se destaca lo siguiente:

- La velocidad de desplazamiento del cabezal es constante, por lo que la deformación será la ingenieril. Ver ecuaciones (1) y (2).
- La temperatura al interior del horno es homogénea y las variaciones de éste se despreciaron, sin embargo, para mayor control de la prueba se utilizó un termopar tipo K en contacto exterior con la probeta para mayor certidumbre en las lecturas de temperatura medidas por los termopares embebidos en el horno.
- Con el uso de gas  $N_2$  en la cámara del horno se genera una atmósfera semi-inerte que retrasa la oxidación de las probetas.

### 2.3.2 Procedimiento experimental

El procedimiento experimental de la prueba de tensión a alta temperatura se describe a continuación:

1. Verificar que la máquina universal tuviera colocados todos los aditamentos e implementos para la tensión en caliente.
2. Encender la corriente principal del equipo, después encender el equipo.
3. Encender la computadora con el software del equipo para el control de la máquina universal. El software de manejo es propio de la compañía manufacturera de la máquina y se llama *TRAPEZIUM-X*. Se colocan en cero los sensores de fuerza (celda de carga) y la posición. Lo anterior con el afán de establecer un punto de referencia en donde la celda de carga este en un punto neutro y no indique fuerzas de tensión (valores positivos) o fuerzas de compresión (valores negativos). Ver la Figura 2. 8 en donde se muestra el *display* lateral de la máquina para la realización de estos pasos.

4. Encender en el tablero de control, ver Figura 2. 9, las pastillas de corriente del horno y verificar que las temperaturas mostradas en los *displays* de los termopares del horno, muestren lecturas de la temperatura ambiente (sí recién se comienzan los ensayos) o muestren temperaturas relativamente altas (sí se espera al enfriamiento del sistema después de realizar un ensayo a alta temperatura).
5. Al comienzo de todos los ensayos se crearon los “métodos”, que son archivos del software del equipo en donde se indican variables para el ensayo. En los métodos se fijaron las velocidades de desplazamiento del cabezal, según fuese la velocidad de deformación que se había establecido, véase Tabla 2. 3 y Ecuación (7). En el método también se especifican el tipo de probeta y dimensiones, el tipo de material, los sensores que se utilizan para la prueba (en este caso solo se utilizaron los de fuerza y desplazamiento) y otros factores para el funcionamiento del ensayo.
6. Se montan los dados, posteriormente se miden la longitud calibrada y el diámetro de la probeta a ensayarse y por último se monta ésta en el sistema. El procedimiento del roscado de la probeta fue primero un lado de ésta, posteriormente se retira el perno inferior que une la base de sujeción con el vástago, se separa y se rosca libremente la otra parte de la probeta. Una vez roscada la probeta, era necesario desplazar el vástago inferior hacia abajo para alinearse de nuevo a la base inferior y colocar el perno. Una vez hecho eso, se mueve el cabezal (subirlo o bajarlo) para tratar de lograr una fuerza neutral en la celda, lo que significa que no hay tensión ni compresión con la probeta ya montada.
7. Una vez montada la probeta se procede a abrir el agua que enfría la junta superior para evitar, junto con el plato antirradiación, que la alta temperatura caliente la celda de carga y la descalibre o dañe. Después de esto se montó un termopar tipo “K” en la superficie de la probeta. Se utilizo alambre de níquel para sujetar superficialmente la punta del

termopar y así tener una lectura más precisa, además de comparar con los termopares del horno. En la Figura 2. 10 se observa la forma de sujeción del termopar a la probeta.

8. Con el termopar montado en la probeta, se conectó éste a una tarjeta de adquisición de datos, instalada previamente a una computadora, marca *National Instruments* de modelo *NI9211* y usando el software *LabVIEW SignalExpress™ 3.0* de la misma compañía para la adquisición de datos. Con esto se registraron las temperaturas en los ensayos para obtener las curvas de calentamiento.
9. Con todo el sistema montado, se colocó una lanza de alúmina (ver Figura 2. 10) que está conectada a una manguera y un regulador de presión y un tanque de gas  $N_2$  de alta pureza. En la sección de unión entre la lanza de alúmina y la manguera plástica, se aisló con colcha cerámica con el fin de evitar daño por el exceso de calor. Después de este paso se coloca el horno en el centro del sistema y se cierra, asegurándolo con sus dispositivos de sujeción.
10. Una vez preparado el sistema de ensayo, se abre la válvula del gas, se comienza a adquirir la señal de la temperatura e inmediatamente después se ajustan las perillas de control del horno para incrementar la temperatura. Mientras la pieza se calienta se desplazaba hacia arriba el cabezal de la máquina con el objetivo de contrarrestar la expansión térmica lineal. Al llegar a la temperatura establecida, basándose en la lectura en pantalla del termopar instalado, se tomó un tiempo 3 minutos a esa temperatura antes de realizar el ensayo de tensión.

11. Se registran en papel todas las variables y condiciones de la prueba, desde el nombre del ensayo, el flujo de gas en el calentamiento y el enfriamiento, geometría de la probeta, posibles anomalías, anotaciones, etc.



Figura 2. 9 Tablero de control de los extensómetros (no utilizados en este ensayo) y del horno de la máquina Shimadzu.



Figura 2. 8 Display lateral de la máquina universal servo mecánica. En este se pueden manipular manualmente el cabezal, fijar los puntos neutros de la celda de carga (poner a cero) y la posición.

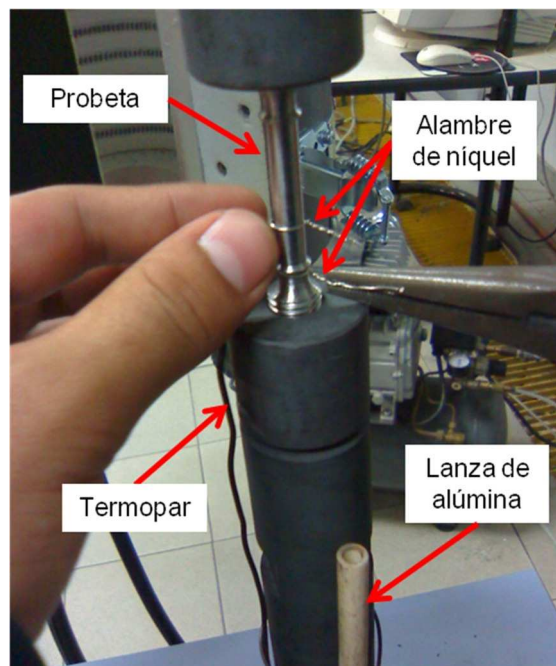


Figura 2. 10 Se observa el procedimiento de sujeción superficial del termopar a la probeta mediante alambre de níquel. Este procedimiento se repite para cada ensayo. Obsérvese también la lanza de alúmina que es la encargada de inyectar el gas  $N_2$  al interior del horno durante la prueba.

### 2.3.3 Consideraciones

Una de las primeras consideraciones en el ensayo, es el uso de un gas inerte, en este caso gas nitrógeno ( $N_2$ ), para la creación de una atmosfera poco oxidante en la medida de que sea posible. Las pruebas sobre la efectividad del sistema de gas  $N_2$  instalado se basaron en observaciones de los ensayos con probetas de acero **LC** en donde se probó el flujo de gas, comparando los resultados finales en la oxidación de las probetas de tensión. Otra de las consideraciones importantes con respecto a la “atmosfera semi-inerte” es el potencial efecto de nitruración superficial de la probeta en tiempo prolongados a temperaturas altas (como en el caso de los ensayos de velocidades de deformación de  $1 \times 10^{-4} s^{-1}$  en donde el ensayo se prolongo durante más de una hora). Dicho efecto se desprecio al ser ensayos comparativos en la misma aleación pero de diferente fabricante y al basarse un análisis posterior no en la superficie de las probetas sino en su microestructura interna. Para tener más detalle sobre la oxidación de los metales a altas temperaturas. En el Apéndice 3 se muestra el diagrama de Ellingham. Con ello podemos tener un estimado de la medida de la presión parcial de oxígeno máxima que se necesita tener para evitar la oxidación del material (básicamente conformado por hierro y cromo).

### 2.3.4 Almacenamiento de datos

Se almacenaron datos simultáneamente durante todos los ensayos, se obtuvieron archivos del registro de temperaturas de la prueba y de fuerza y desplazamiento. Los datos de la señal del termopar, adquiridos en el software *LabVIEW SignalExpress™ 3.0*, se exportaron para su posterior evaluación. Los datos de la maquina universal de ensayos se guardaron en varios formatos, incluyendo el formato propio del programa *TRAPEZIUM-X*, que controla a la máquina. Los datos (coordenadas fuerza-desplazamiento) en formato \*.csv (valores separados por comas ó *comma-separated values* por sus siglas en ingles) y se todos estos se analizaron en *Origin 8.0™*.

## 2.4 Caracterización post-ensayo

Una vez concluidos los ensayos mecánicos, se inició con la caracterización de las probetas ensayadas. Ambas secciones de cada probeta fue preparada de la misma manera para su análisis. En base al análisis de los resultados de las curvas de ductilidad (gráficas reducción en área (RA) vs. Temperatura (T), véase (Figura 3. 23) se determinaron los ensayos críticos a analizarse mediante diferentes técnicas.

### 2.4.1 Corte de las probetas post-ensayo

Para cada parte de probeta (60 en total) se realizaron 3 cortes en una máquina cortadora de marca *Struers* de modelo *Accutom-5* (ver Figura 2. 12) con discos de corte de alúmina de 4" de diámetro. Dos de los tres cortes fueron utilizados para la obtención de segmentos transversales de las probetas y para la obtención de los extremos de la fractura de las probetas (ver Figura 2. 11 y Figura 2. 12). El último corte corresponde al corte hecho a una punta de probeta, para la obtención de una superficie longitudinal del extremo cercano a la fractura. Dicho corte fue realizado después de las mediciones del área de fractura para cada par de puntas de todos los ensayos.

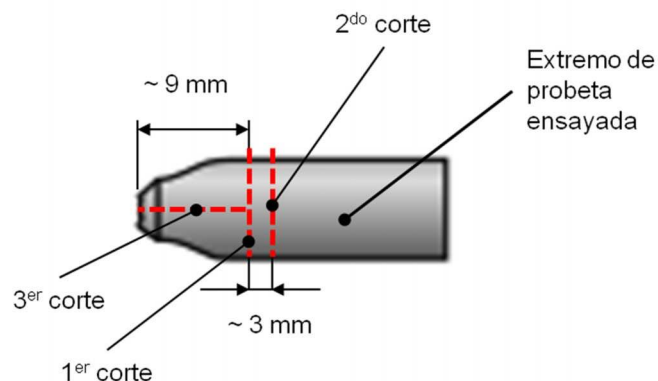


Figura 2. 11 Esquema de los cortes realizados al extremo de la fractura de una probeta. Las distancias son aproximadas debido a la irregularidad de la superficie de fractura de algunos especímenes.

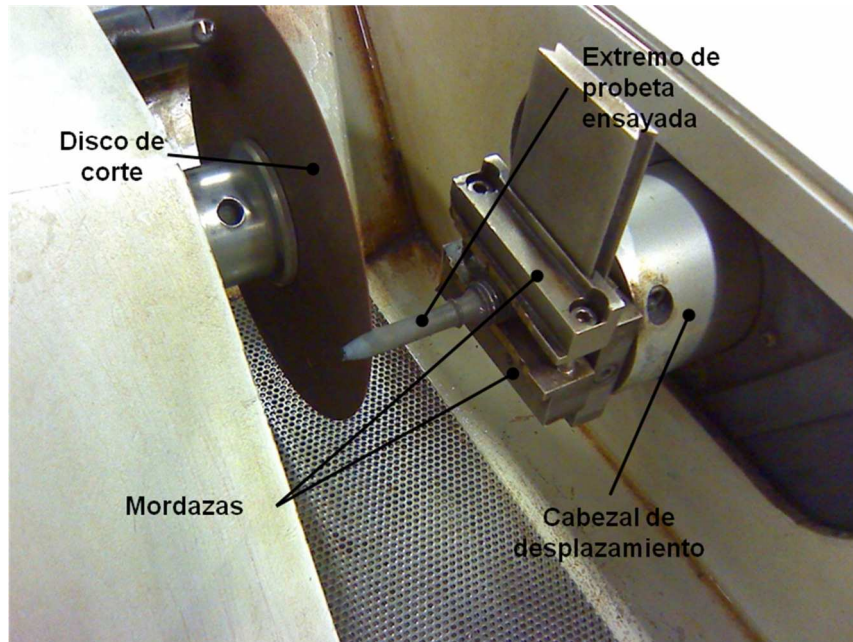


Figura 2. 12 Se muestra la imagen del acomodo de la probeta en las mordazas del cabezal para la realización del primer corte, que corresponde al corte que separa la punta de la probeta.

En la Figura 2. 11 se muestra un esquema de los cortes realizados a los extremos de las probetas ya ensayadas hasta la fractura. El tercer corte hecho a la punta de la probeta se hace después de las mediciones para la “reducción de área” porque se mide el área de fractura para cada par de puntas de todos los ensayos.



Figura 2. 13 Se observa un extremo de probeta montado en resina y sus correspondientes secciones ya cortadas.



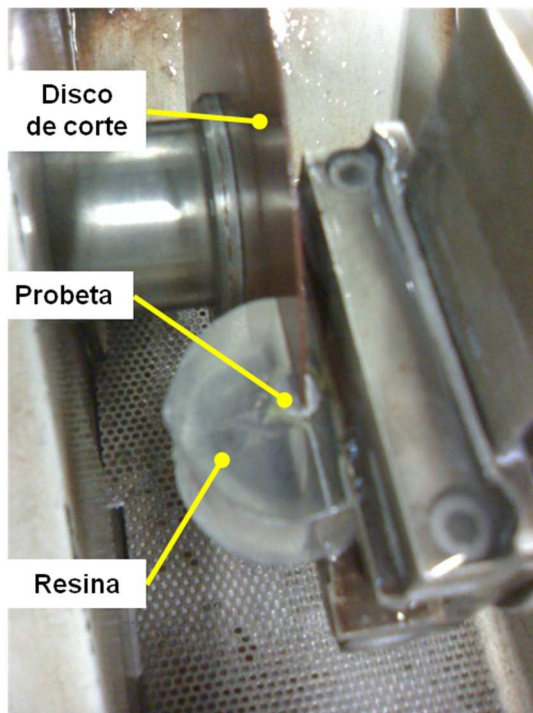


Figura 2. 15 Se observa el corte de un extremo de la probeta, el tercer corte, que tiene que ser montado en resina para que las mordazas puedan sujetarlo debido a que la pieza a corta es demasiado pequeña.

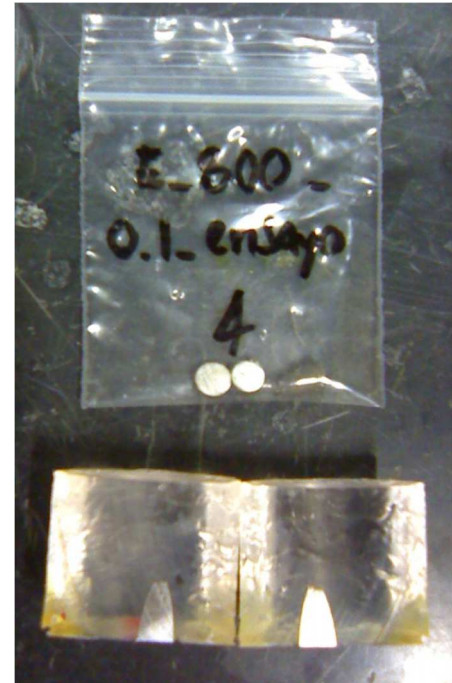


Figura 2. 14 Se observa un extremo de probeta ya cortado y aún montado en resina. También se observan las secciones transversales de los otros cortes de la misma probeta.

Para la realización del tercer corte, los extremos de fractura a cortarse, tuvieron que ser montados en resina, como se muestra en la Figura 2. 13, para que las mordazas de la cortadora pudiesen sujetarlos de forma indicada y que el corte se realizara sin ninguna complicación (ver Figura 2. 15 y Figura 2. 14).

#### 2.4.2 Mediciones para reducción de área (RA)

La reducción en área, véase Ecuación (6), es un parámetro importante en el estudio de la ductilidad de un metal. Se midieron los diámetros de las superficies de fractura de cada probeta de todos los ensayos realizados y se calculó el promedio de diámetro.

Las mediciones de los diámetros se realizaron en un estereoscopio instrumentado de la marca *Nikon*. En la Figura 2. 16 se observa un ejemplo de las mediciones realizadas con este instrumento.

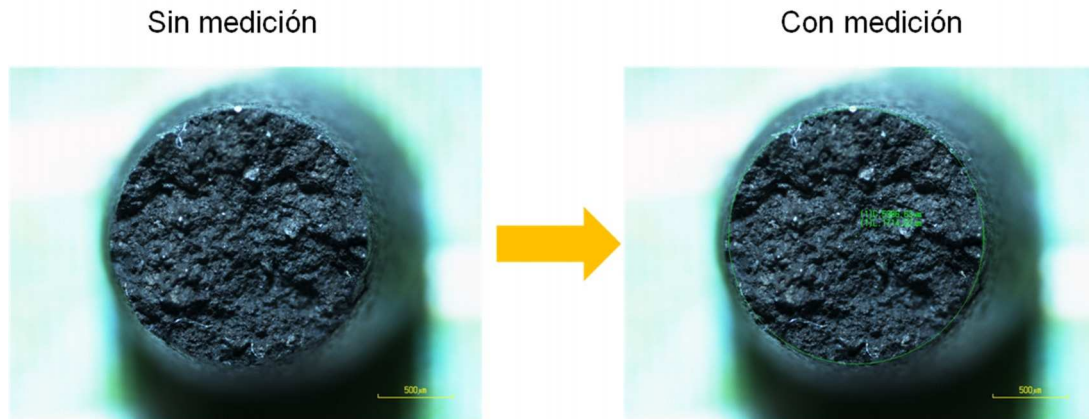


Figura 2. 16 Se observa una imagen obtenida en el estereoscopio, imagen sin medir e imagen ya medida. El espécimen que se muestra corresponde a una punta de fractura del ensayo #17, identificado como **U\_700\_0.0001\_ensayo17**. En este caso la medición corresponde a 5386.63  $\mu\text{m}$ .

En los ensayos en donde se presentó mayor ductilidad, a mayores temperaturas, las probetas terminaron en “punto”, al menos a simple vista, haciendo difícil la medición del diámetro de fractura. Por lo anterior se tomaron mediciones en el estereoscopio y también en el microscopio electrónico de barrido. En la Figura 2. 17 se observa la comparación de las mediciones entre el estereoscopio y el SEM. En este caso la diferencia en las mediciones es de apenas 6.81 $\mu\text{m}$ . Por lo anterior no se efectuaron correcciones ni se le dieron tratamientos estadísticos a las mediciones realizadas con el estereoscopio debido a que se validaron las mediciones mediante la comparación de imágenes medidas en SEM.

### E\_1000\_0.1\_ensayo31

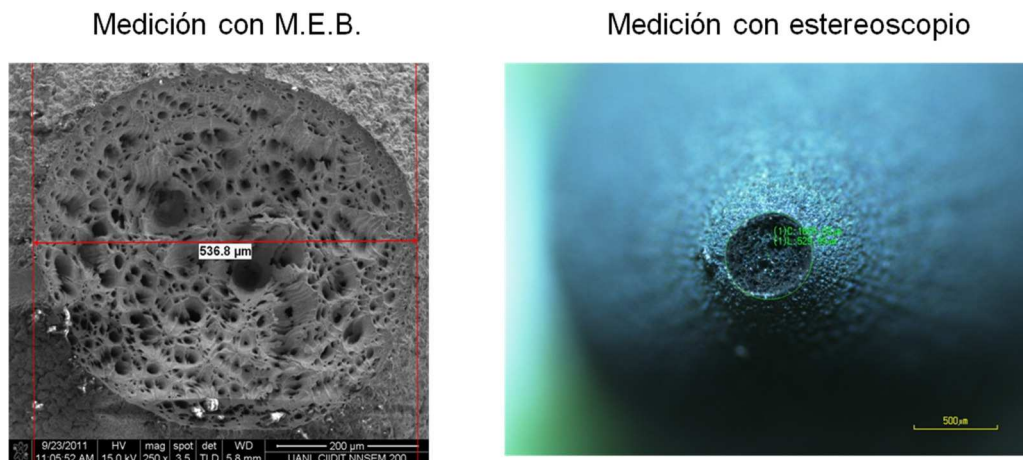


Figura 2. 17 Se observa la comparación en imagen y mediciones entre el SEM y el estereoscopio del ensayo #31, que está identificado como **E\_1000\_0.1\_ensayo31** que es un ensayo del fabricante *E* hecho a una temperatura de 1000°C y con una velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

### 2.4.3 Preparaciones metalográficas post-ensayo

Una vez realizadas las mediciones geométricas, fotografiado y documentado cada uno de las probetas ensayadas, se comenzó con la preparación metalográfica para la caracterización aceros después de los ensayos.

Primeramente, las piezas cortadas (ver Figura 2. 18) se montaron en resina metalográfica de la marca *Struers*. El montaje se hizo simultáneamente y por cada ensayo se montó una probeta metalográfica con una sección transversal y una sección longitudinal. El esquema de montaje se muestra en la Figura 2. 19. Una vez fraguada la resina, se marcó la cara anterior de los montajes con un grabador mecánico, ver Figura 2. 20.

El procedimiento para la posterior preparación metalográfica fue el mismo que se utilizó para el material recibido (ver Sección 2.2.1).

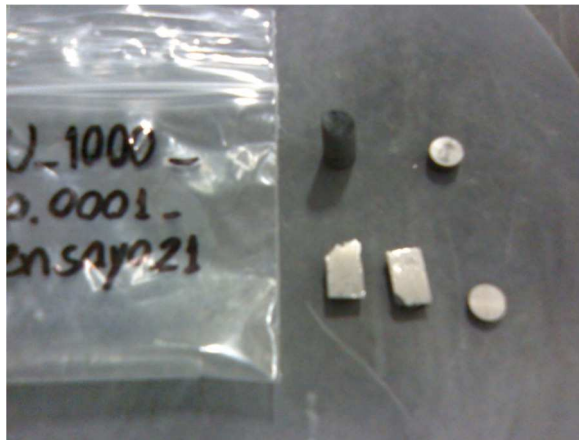


Figura 2. 18 Un ejemplo de piezas cortadas y listas para montarse. La foto corresponde a dos secciones transversales, dos longitudinales y una punta de fractura del ensayo marcado como **U\_1000\_0.0001\_ensayo21**.

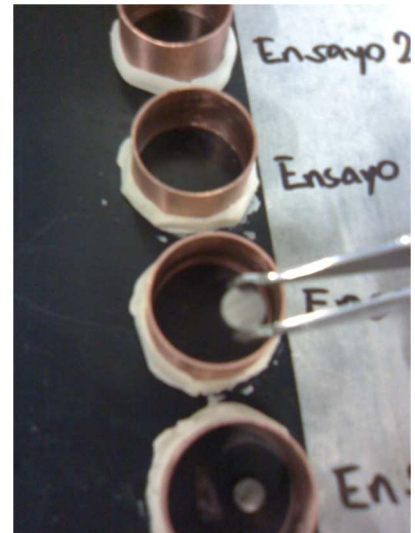


Figura 2. 19 se observa la preparación para el montaje en resina de los cortes, uno transversal y uno longitudinal.



Figura 2. 20 Se muestran los especímenes ya montados en resina y grabados en su parte anterior.

#### **2.4.4 Microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (EDX) post-ensayo**

Al igual que en la caracterización metalográfica realizada al material recibido, aquí también se utilizó microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (SEM). En esta etapa del desarrollo experimental el uso del SEM permitió evaluar características microestructurales sin necesidad de ataques químicos que alteraran los análisis semicuantitativos de la técnica de EDX.

#### **2.4.5 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)**

Se utilizó la técnica de difracción de electrones retrodispersados para la identificación de una de las partículas consideradas relevantes y observadas en SEM, véase Sección 3.4.3, en lugar de utilizar difracción de electrones en TEM. La preparación de la muestra metalográfica se llevo a cabo de forma similar a la utilizada en la caracterización pre-ensayo y post-ensayo, exceptuando que para utilizar esta técnica el último paso del pulido se realizó manualmente con sílice coloidal en un paño suave durante 60 minutos.

## **2.5 Procesamiento de datos post-ensayo**

Todos los datos arrojados por la máquina universal de ensayos fueron procesados, evaluados y graficados posteriormente. Los datos de la adquisición del termopar también fueron procesados para obtener las “curvas de calentamiento”.

El procedimiento para el procesado de datos fue el siguiente:

- Importación/exportación de datos de las pruebas realizadas.
- Ajuste de los archivos.
- Graficar datos relevantes, como gráficas de RA, elongación, curvas de calentamiento, etc.
- Interpretación de resultados.

## Capítulo III

### Resultados y discusión

#### 3.1 Introducción

En este capítulo se presentan los resultados de la caracterización microestructural y mecánica de la aleación 17-4PH, en dos condiciones identificadas como **E** y **U**.

Se presentan los resultados que se obtuvieron analizando aspectos relevantes como la comparación de la composición química, diferencias microestructurales (pre-ensayo y post-ensayo) y de las diferencias en las propiedades mecánicas que se obtuvieron de los ensayos de tensión a alta temperatura.

#### 3.2 Resultados de la caracterización pre-ensayo

##### 3.2.1 Resultados de microdureza

El material recibido de los fabricantes **E** y **U** se caracterizó mediante microdureza Vickers. Los datos de carga y tiempo de duración de la indentación se establecen en la Sección 2.1.2.

Los resultados del promedio de las indentaciones se muestran en la Tabla 3. 1. Se observa en los resultados de la microdureza de las muestras poca variación entre los valores entre ambos fabricantes, véase Tabla 3. 2. La varianza y la desviación estándar también se determinaron para cada conjunto de mediciones. La diferencia en el resultado de la varianza y de la desviación estándar de la muestra del fabricante **U** se debe a la medición inusual de 188

HV en la medición número 21 de la matriz de indentaciones del fabricante **U**. (ver Tabla 3. 1). Dicha medición, que causa una mayor varianza y desviación estándar, se cree que es debido a que el indentador penetra sobre una zona ferrítica de la muestra, presentando un valor menor que la dureza de otras áreas en donde la martensita fue indentada.

Tabla 3. 1 Resultados de las matrices de indentación para las muestras de los fabricantes **E** y **U**. Ver Figura 2. 3 para relacionar las indentaciones con el número de mediciones mostradas en la tabla.

<b>E</b>		<b>U</b>	
MEDICIÓN	DUREZA (HV)	MEDICIÓN	DUREZA (HV)
1	295	1	332
2	315	2	332
3	335	3	353
4	321	4	341
5	325	5	346
6	329	6	344
7	334	7	354
8	324	8	340
9	348	9	341
10	333	10	343
11	329	11	332
12	334	12	333
13	335	13	343
14	322	14	339
15	329	15	328
16	328	16	340
17	304	17	357
18	322	18	351
19	322	19	339
20	328	20	341
21	331	21	188
22	323	22	353
23	340	23	348
24	338	24	335
25	337		
26	324		
27	328		
28	328		
29	328		
30	327		

Con lo anterior se consideró que las muestras en condición inicial se encontraban en solución, debido a la baja dureza medida.

Tabla 3. 2 Resultado de la matriz de indentaciones para los fabricantes **E** y **U**. Los valores de la microdureza se encuentran en Vickers (HV).

<b>E</b>		<b>U</b>	
PROMEDIO	327.2	PROMEDIO	335.54
VARIANZA	102.441379	VARIANZA	1048.693841
Desv. Estandár	10.1213329	Desv. Estandár	32.38354274

### 3.2.2 Metalografías ópticas pre-ensayo

#### 3.2.2.1 Metalografías ópticas sin ataque químico pre-ensayo

Una vez realizadas las preparaciones para las metalografías del material recibido, **E** y **U** (ver Sección 2.2.1), se utilizó un microscopio metalográfico de luz reflejada de marca *Nikon* para la obtención de las metalografías de la caracterización pre-ensayo de este estudio.

En la Figura 3. 1 y en la Figura 3. 2, se observan las fotomicrografías que se obtuvieron de material. En apariencia las muestras del fabricante **E** poseen una mayor cantidad de precipitados primarios y para ambos materiales, se aprecian el aparente relieve de fases o precipitados que son diferentes en dureza a la matriz por lo que el pulido metalográfico actuó de forma distinta.



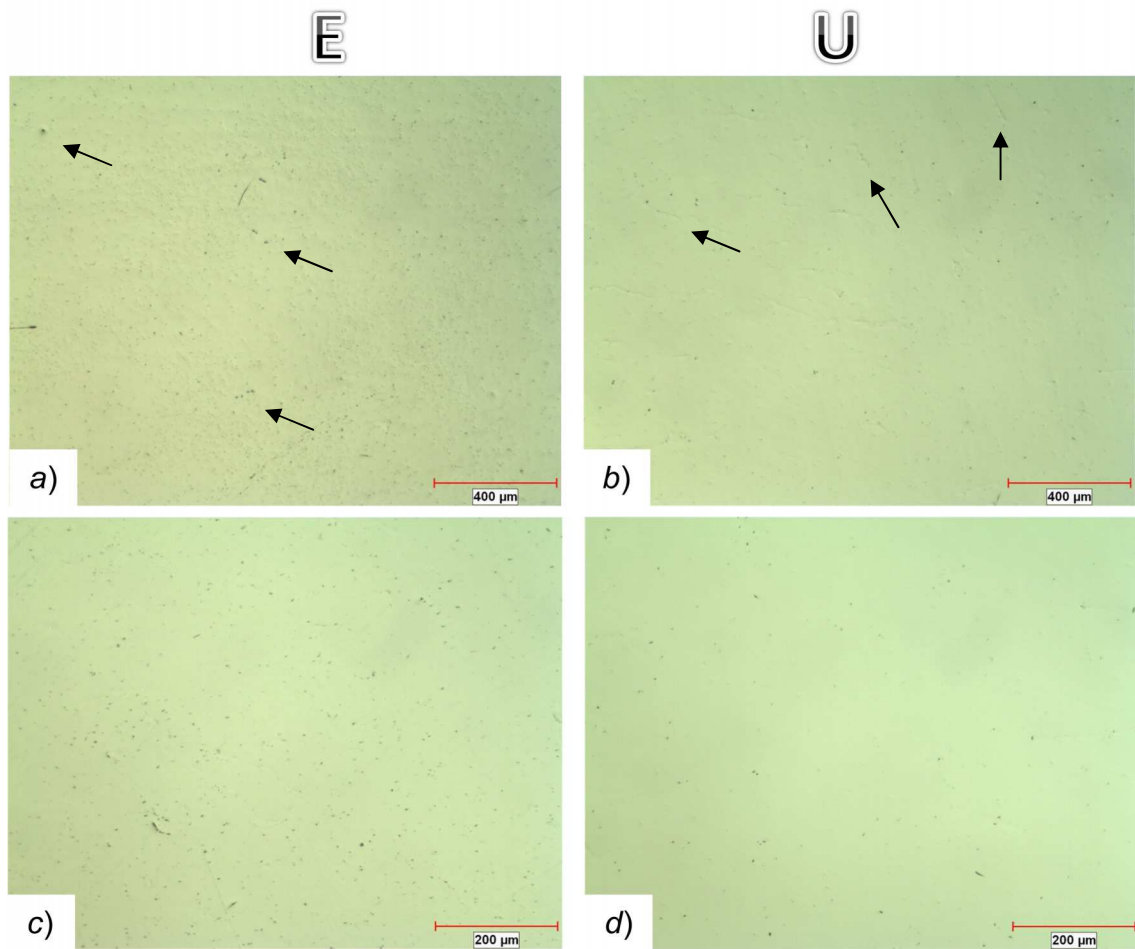


Figura 3. 1 Fotomicrografías del material recibido. A la izquierda (a y c) se muestran las fotomicrografías del material del fabricante **E** en 50X y 100X, respectivamente. A la derecha (b y d) se muestran las fotomicrografías del material del fabricante **U** en 50X y 100X, respectivamente.

Otra de los puntos que resaltan de la comparación de las fotomicrografías es la dispersión de los precipitados. Se observa, en la Figura 3. 1 a) y c) y Figura 3. 2 a) y c), la dispersión más fina, el tamaño y distribución de precipitados primarios para las fotomicrografías del fabricante **E** y una menor dispersión y mayor tamaño de los mismos precipitados en las fotomicrografías del material del fabricante **U**. Se puede apreciar en Figura 3. 2 a) que los relieves se encuentran por igual en las fotomicrografías del material **E**. A mayores magnificaciones, se pueden observar precipitados más pequeños que se identificaron como una segunda fase dentro de la matriz, véase Figura 3. 2 c).

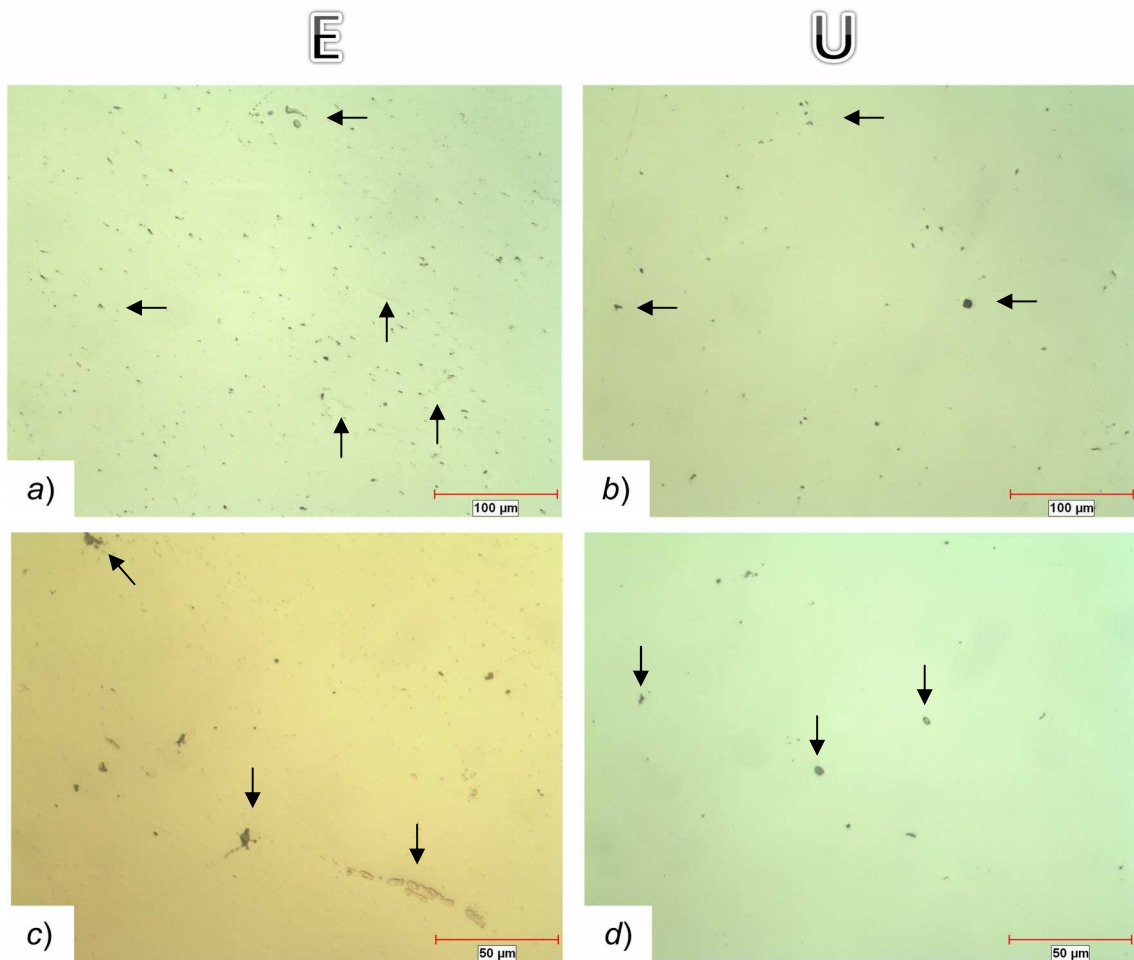


Figura 3. 2 Fotomicrografías del material recibido. A la izquierda (a y c) se muestran las fotomicrografías del material del fabricante **E** en 200X y 400X, respectivamente. A la derecha (b y d) se muestran las fotomicrografías del material del fabricante **U** en 200X y 400X, respectivamente.

### 3.2.2.2 Microestructura de los materiales pre-ensayo

Se realizaron ataques químicos en las superficies preparadas metalográficamente en ambos materiales (**E** y **U**) para revelar sus microestructuras. Los ataques y tiempos de ataque utilizados, véase Tabla 2. 2, fueron seleccionados de diversas fuentes bibliográficas <sup>(13)</sup> y se ensayaron tiempos de ataque para mejores resultados, siendo el reactivo *Gliceregia* el que brindó los mejores resultados para definir la microestructura y revelar la fase

ferrita delta presente en esta aleación, así como también otros precipitados como carburos.

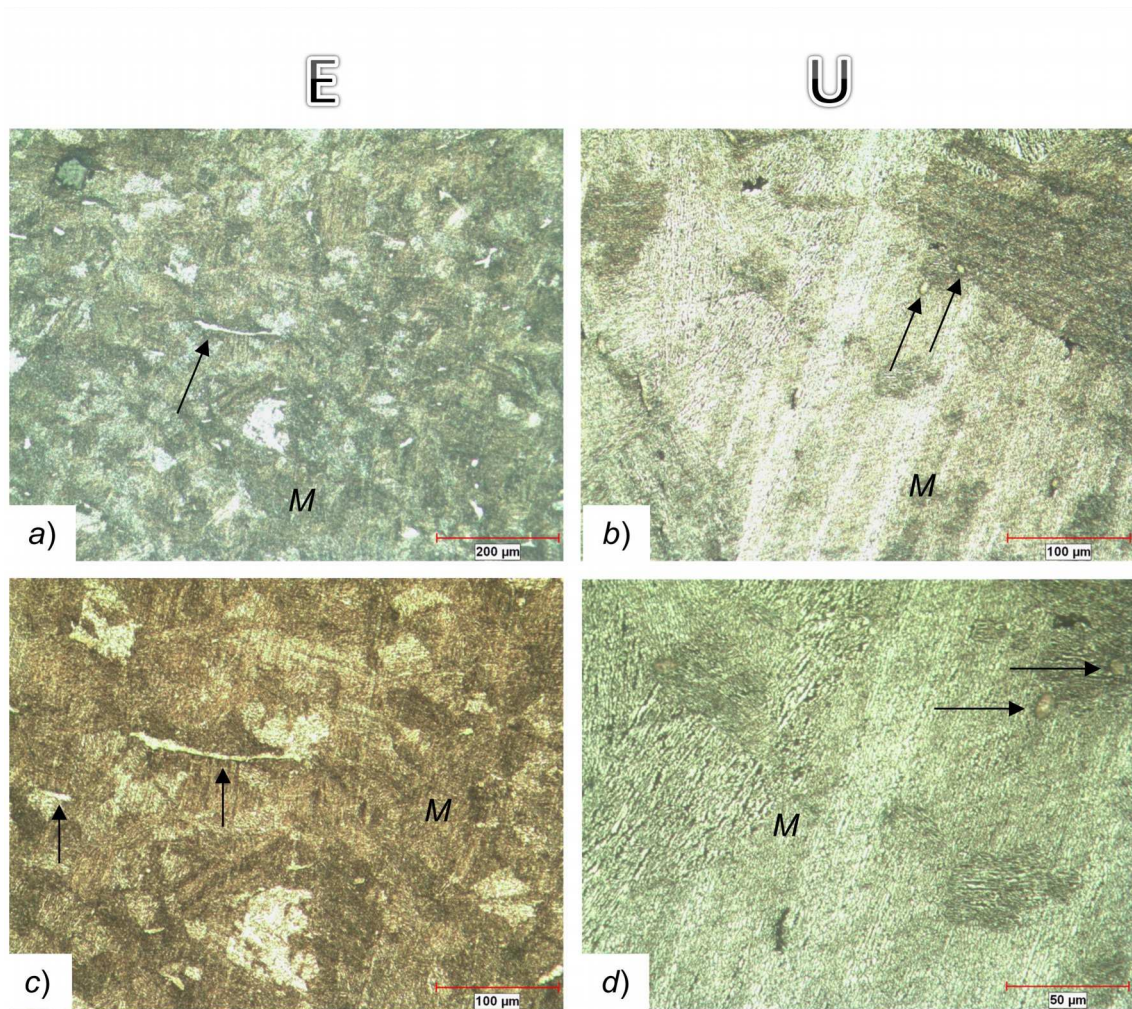


Figura 3. 3 Fotomicrografías metalográficas con ataque químico. Reactivo utilizado: Fry's. a) y c) muestran las fotomicrografías de 200 y 100X del material recibido del fabricante **E**. b) y d) muestran las fotomicrografías de 100 y 50X del material recibido del fabricante **U**.

En la Figura 3. 3 se muestra un grupo de fotomicrografías con ataque químico. El reactivo utilizado fue el reactivo de *Fry*. Se resalta la matriz martensítica, las “islas” de ferrita delta en a) y c) en las fotomicrografías de las muestras **E**. En las muestras **U** podemos observar los “listones” de martensita que integran la matriz. En esas fotomicrografías, b) y d), no se parecían zonas bien definidas de ferrita, sin embargo, en ambas se puede observar lo que pueden ser precipitados de gran tamaño o zonas ferríticas de escaso tamaño. También se puede observar que la distribución de las islas de ferrita delta es irregular.

Aparentemente esta ferrita tiene la preferencia de encontrarse en forma de “islas”, como se observa en las fotomicrografías de las muestras de ambos fabricantes de la aleación 17-4PH. Otro punto importante es el tamaño de grano más grande observado en las fotomicrografías de **U**.

En las fotomicrografías de la Figura 3. 4 se puede diferenciar el tamaño de grano más grande para las muestras **U**, y las diferencias en la cantidad, forma y distribución de la ferrita delta que aparece en los puntos brillantes de las fotomicrografías. En la micrografía *f*) de la Figura 3. 4 es posible observar que los puntos brillantes corresponden a ferrita delta, sin embargo no poseen ni la distribución ni la forma de la ferrita delta observada en las fotomicrografías del fabricante **E**. Estos puntos brillantes (fotomicrografía *f*) se observan en los límites de grano, lo que no se observa claramente en las fotomicrografías con el mismo ataque del otro fabricante.

Los precipitados que se observan de “color negro” en todas las fotomicrografías de la Figura 3. 4 se asociaron con carburos, mismos que se encuentran distribuidos por toda la estructura (fotomicrografía *f*).

En las fotomicrografías del ataque químico con *Superpicral*, también se observa la saturación de pequeños puntos negros finamente distribuidos en la matriz martensítica de las fotomicrografías del material del fabricante **E**. Lo anterior coincide con lo observado en las metalografías de las muestras pulidas y sin ataque (véanse Figura 3. 1 y Figura 3. 2).

Otro ataque químico, fue con el reactivo *Vilella modificado* (ver Figura 3. 5). Éste resultó ser similar, en la forma de revelar y de colorear la martensita, resaltando claramente las islas de ferrita delta. Con este reactivo también se aprecia a detalle, en todas las fotomicrografías de la Figura 3. 5, los listones de martensita. Sin embargo, con este ataque no fue efectivo para revelar precipitados ni otras segundas fases, exceptuando a la ferrita delta. Las mismas deducciones de la Figura 3. 4 pueden hacerse para todas las fotomicrografías evaluadas utilizando este ataque.

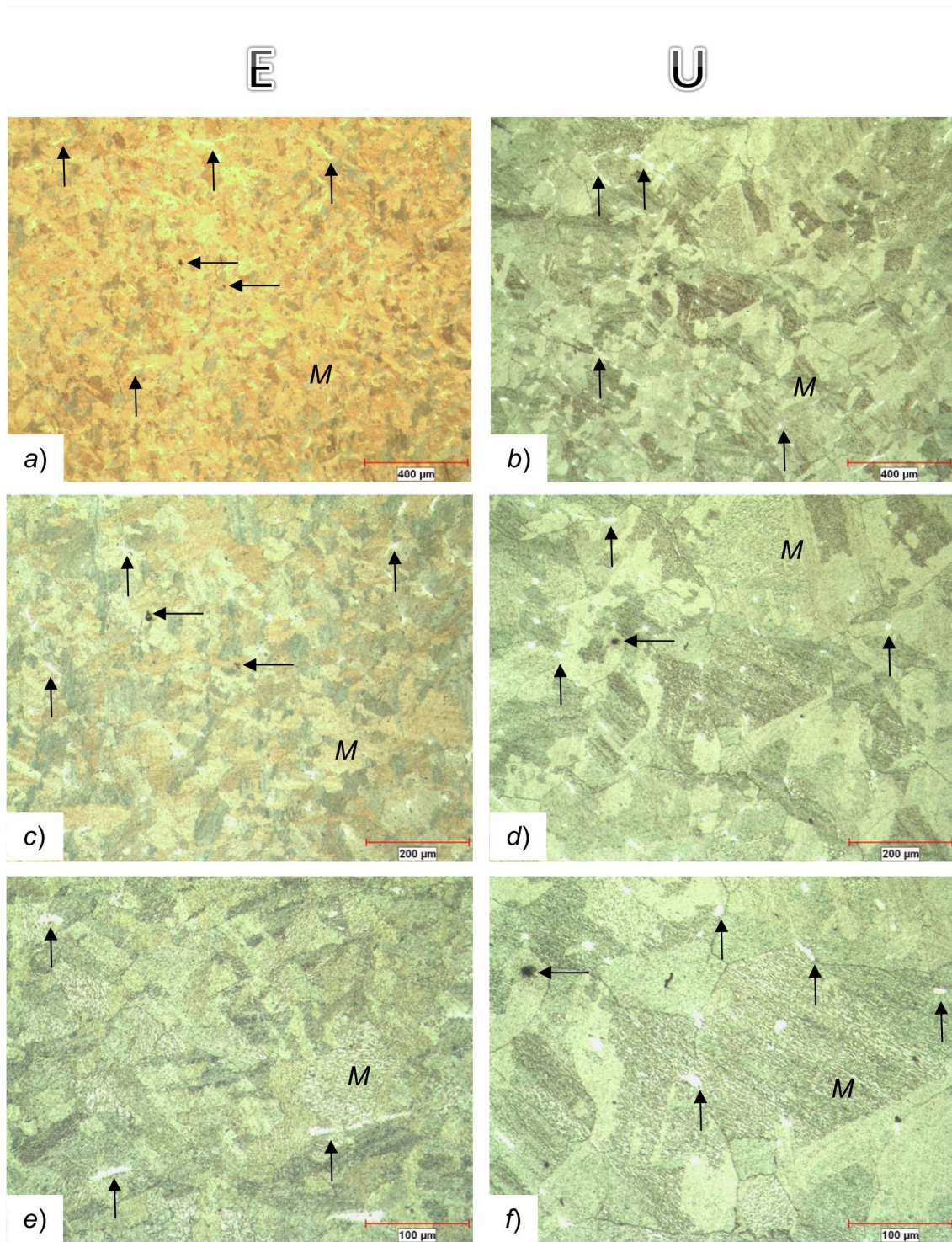


Figura 3. 4 Fotomicrografías con ataque químico. Reactivo utilizado: Superpicral. a), c) y e) muestran las fotomicrografías de 400, 200 y 100X, respectivamente, del material recibido del fabricante **E**. b), d) y f) muestran las fotomicrografías de 400, 200 y 100X, respectivamente, del material recibido del fabricante **U**.

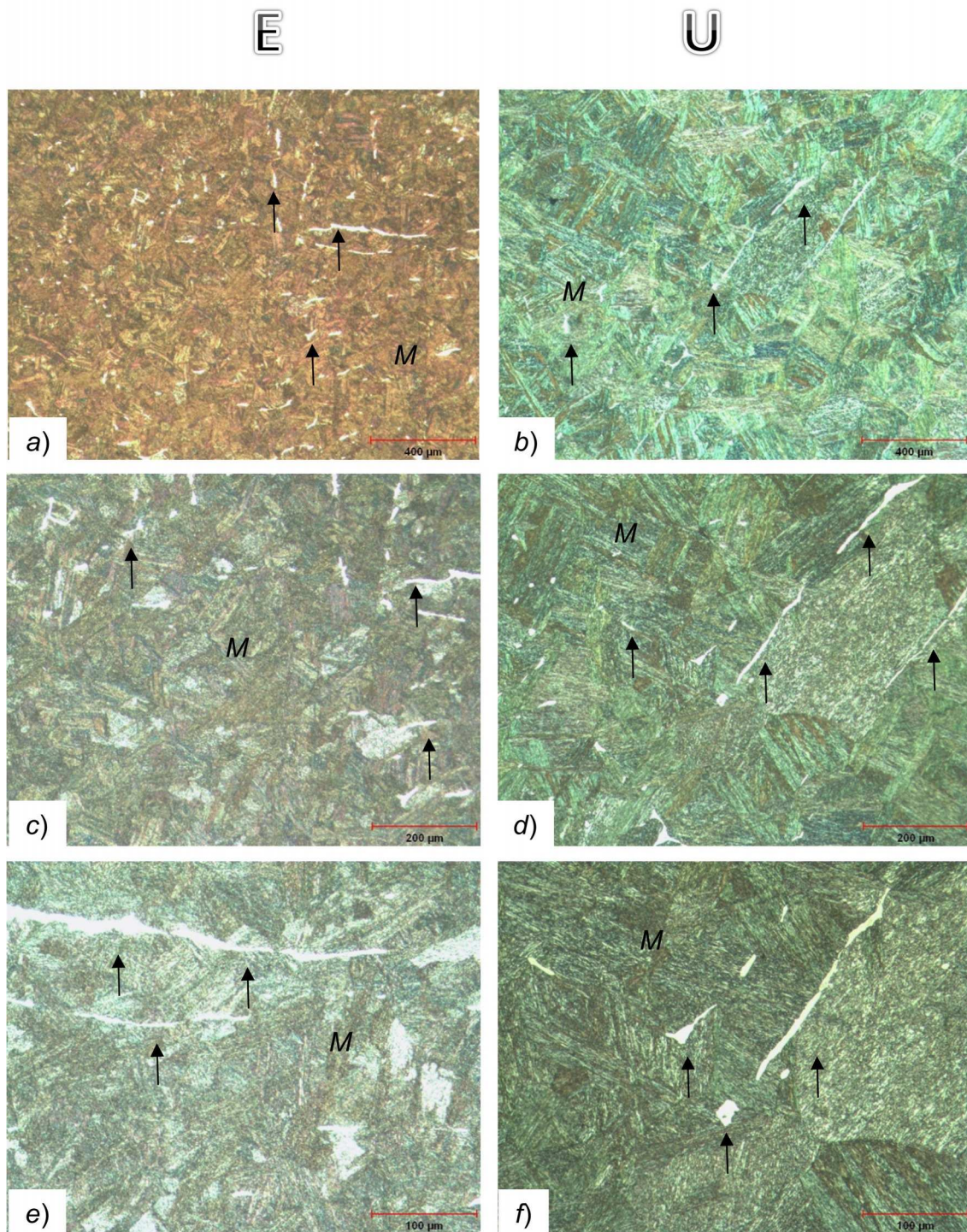


Figura 3. 5 Fotomicrografías con ataque químico. Reactivo utilizado: Vilella's modificado. a), c) y e) muestran las fotomicrografías de 400, 200 y 100X, respectivamente, del material recibido del fabricante **E**. b), d) y f) muestran las fotomicrografías de 400, 200 y 100X, respectivamente, del material recibido del fabricante **U**.

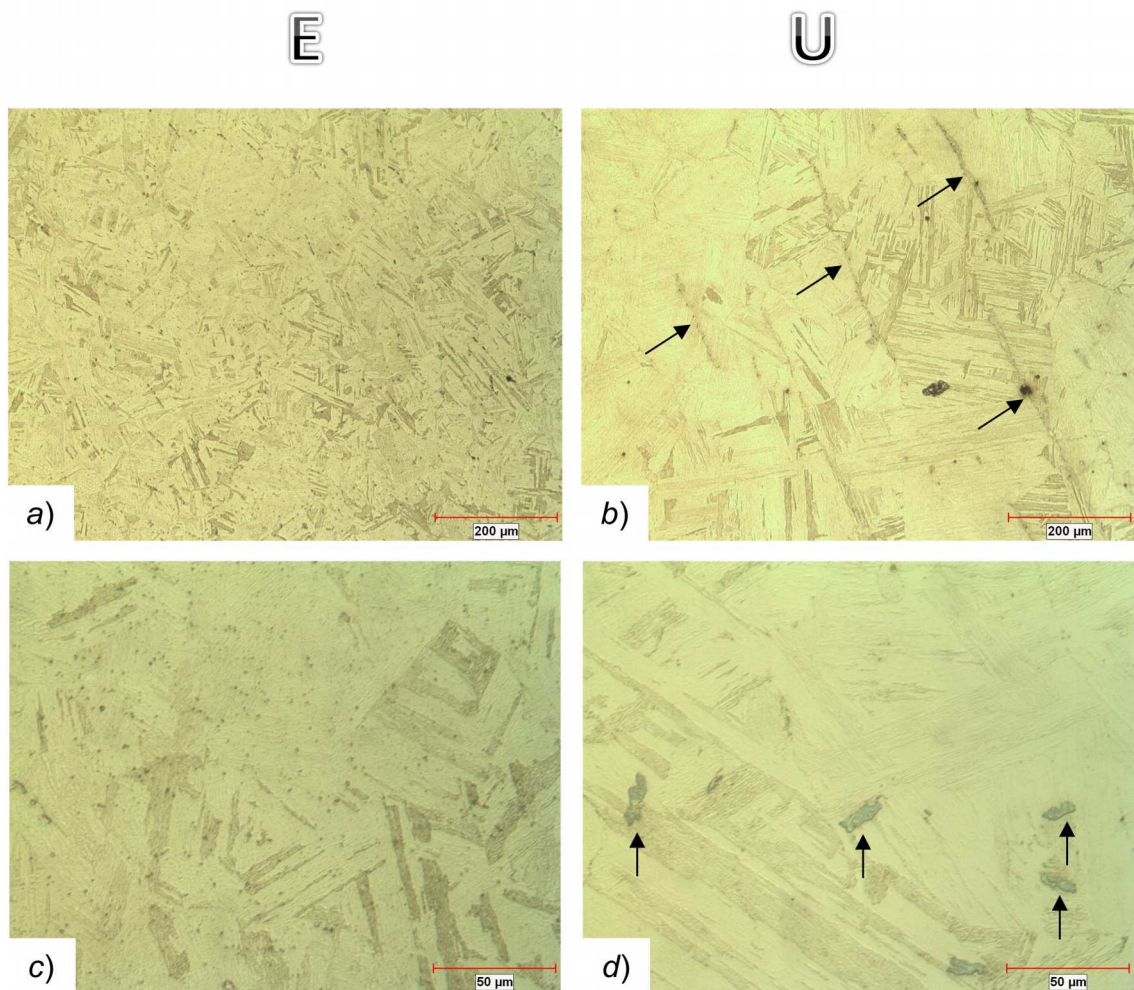


Figura 3. 6 Fotomicrografías metalográficas con ataque químico. Reactivo utilizado: *Glicerregia* a 30 seg. a) y c) muestran las fotomicrografías de 200 y 50X, respectivamente, del material recibido del fabricante **E**. b) y d) muestran las fotomicrografías de 200 y 50X, respectivamente, del material recibido del fabricante **U**.

Ataque químico con *Glicerregia*, véanse Figura 3. 6 y Figura 3. 7. Como se mencionó anteriormente, este ataque fue el más efectivo porque permite revelar los límites de grano, los listones característicos de la martensita, mostrar precipitados y revelar islas de ferrita. En las fotomicrografías con ataque *Glicerregia* las muestras del fabricante **E** presentaron mayor resistencia contra los ataques químicos, tal como se muestra en los tiempos de ataque de la Tabla 2. 2. Se encontró también que la incidencia de observación y la forma de

aparición de la ferrita delta, está relacionada con la dirección de corte que se observe (sin son vistas de segmentos longitudinales o vista de segmentos transversales).

En la fotomicrografía *b*) de la Figura 3. 6 se pueden distinguir los precipitados a lo largo de los límites de la ferrita. Aparentemente hay preferencia de estos precipitados de nuclear y crecer en la interfaz martensita/ferrita.

En la Figura 3. 7 (*a*) no se distingue claramente la microestructura, debido a lo “fina” que se encuentra, se observan las islas de ferrita con formas menos aciculares, de menor tamaño y dispersa. Los carburos o precipitados también son de tamaños reducidos y no son claramente identificables. Por otra parte, las fotomicrografías (*b*) y (*d*), muestran algunos precipitados de tamaño grande y las ferritas aciculares o “islas”. Una vez más, las islas de ferrita observadas en las fotomicrografías del fabricante **U** muestran una considerable cantidad de precipitados en sus interfaces.

Muchas similitudes pueden ser establecidas entre los materiales de los dos fabricantes y a la vez muchas pequeñas diferencias pueden ser marcadas entre las mismas fotomicrografías. Se puede entonces deducir que la mayor resistencia contra el ataque químico del material **E** tiene relación directa con la fina microestructura con precipitados pequeños y dispersos, aunado a un tamaño de grano menor en comparación del otro material **U**.



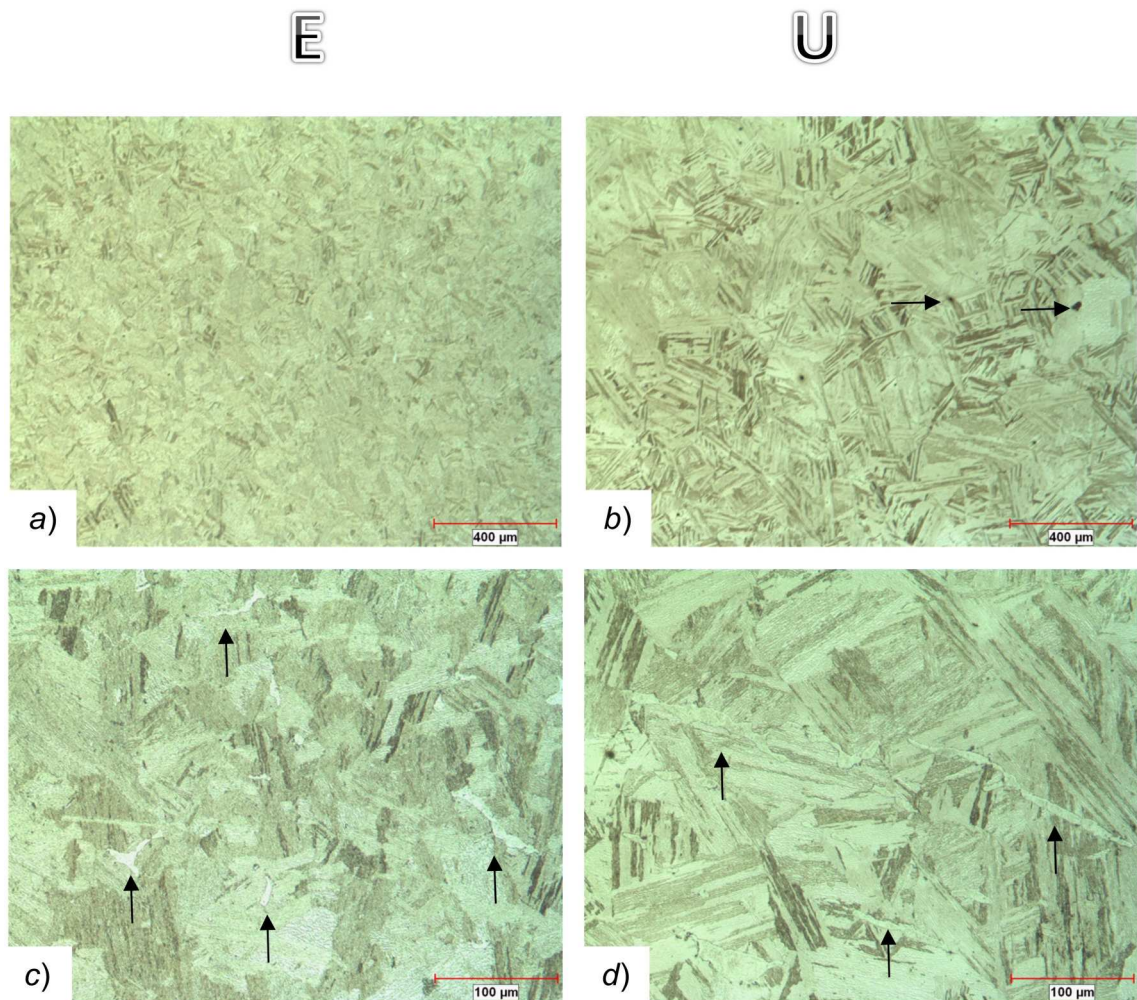


Figura 3. 7 *Gliceregia* 60 segundos. a) y c) muestran las fotomicrografías de 200 y 50X, respectivamente, del material recibido del fabricante *E*. b) y d) muestran las fotomicrografías de 200 y 50X, respectivamente, del material recibido del fabricante *U*.

### 3.2.3 Resultados de SEM y EDS pre-ensayo

Mediante microscopía electrónica de barrido se continuó la caracterización de los materiales. El detector más utilizado en este estudio fue el de electrones retrodispersados, debido a la capacidad de contraste que se obtiene entre diferentes elementos o compuestos presentes en el metal.

En la Figura 3. 8 se observan las fotomicrografías en SEM a 2000X de ambos fabricantes estudiados. Los precipitados brillantes que se observan en todas las fotomicrografías son relacionados al NbC (véase sección 3.5.3). La micrografía

(c) de esta Figura, se presenta con un ataque químico con el reactivo *Gliceregia*.

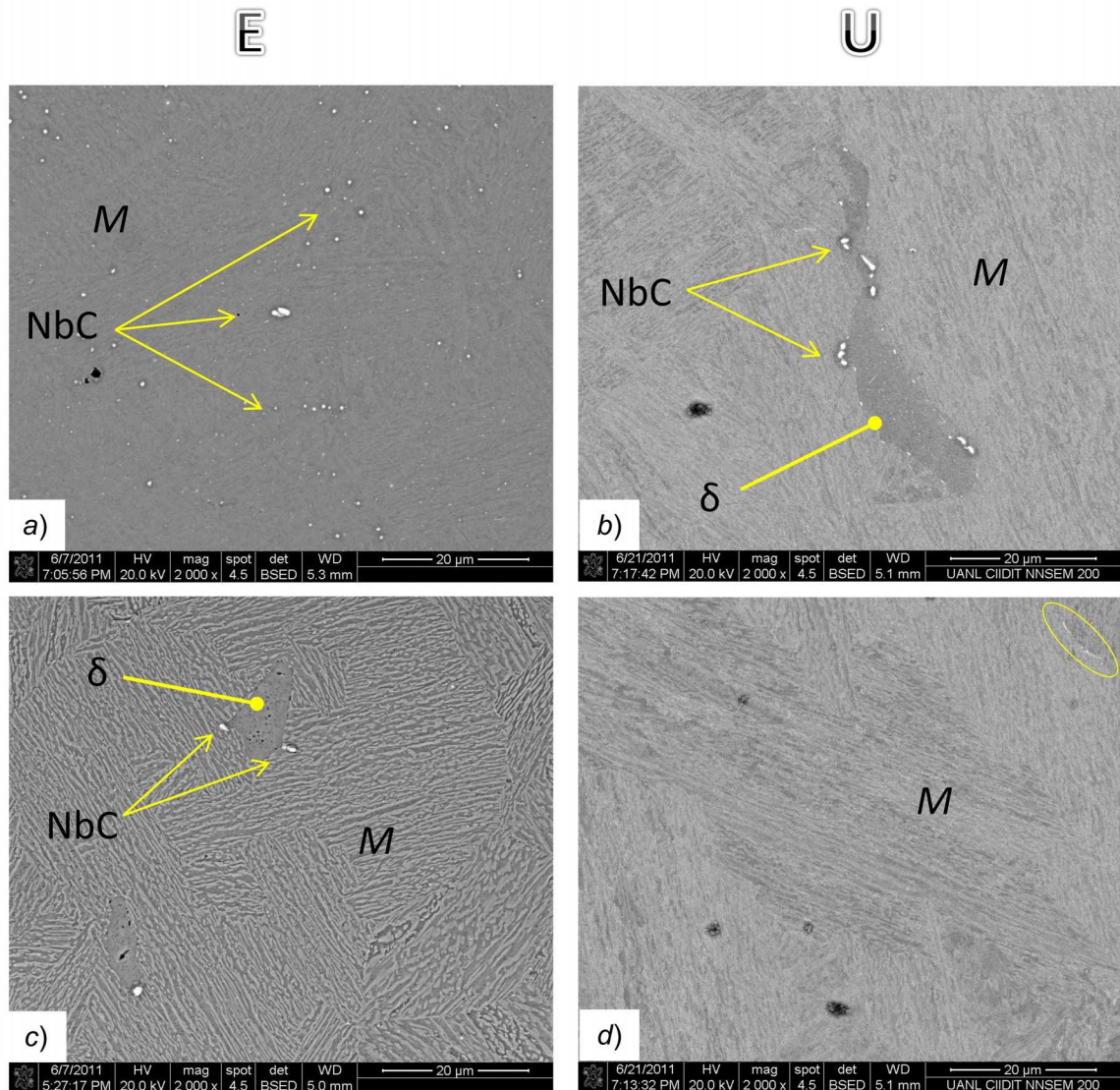


Figura 3. 8 Fotomicrografías SEM de la aleación 17-4PH en condición recibida. En la columna izquierda se muestran las fotomicrografías a 2000X, a) y c), del material **E**. La imagen c) tiene un ataque químico con *Gliceregia*. La columna, fotomicrografías b) y d), corresponde a las imágenes SEM del material recibido del fabricante **U**.

Básicamente se observa la matriz martensítica, algunas cavidades del material sin ensayar, que pueden ser generadas durante el proceso de preparación metalográfica. En la micrografía b) se observa la precipitación del NbC en los límites de la ferrita delta de una muestra pulida de material **U**. Mientras en las

fotomicrografías del fabricante **U** no se observa el carburo de niobio dentro de la matriz martensítica, en las fotomicrografías del fabricante **E** se observa una dispersión más uniforme de dicho precipitado y no solamente en la interface martensita-ferrita.

En Figura 3. 9 se observa una micrografía de SEM obtenida mediante detector de electrones retro-dispersados. Puede apreciarse que el carburo de niobio se encuentra en laminillas delgadas rodeando la isla de ferrita, además pequeños precipitados embebidos en la matriz martensítica.

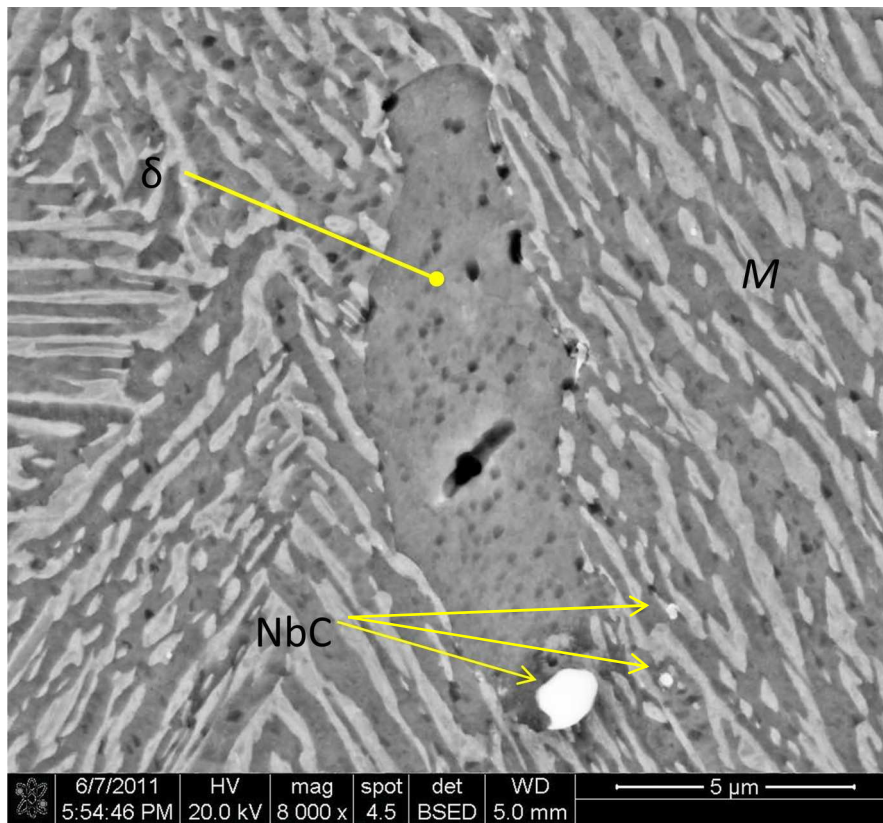


Figura 3. 9 Fotomicrografía SEM de una muestra observada a 8000X de material **E**. La muestra observada tiene un ataque con Glicerregia. Se observa la matriz martensítica con un isla de ferrita y un precipitado de NbC (ver Sección 3.5.3) en la interface de dichas fases

Otra de las técnicas sumamente útiles para la semi-cuantificación de los elementos que componen la aleación, es la espectroscopia de energía dispersiva de rayos X o EDS. En la Figura 3. 10 se muestra una fotomicrografía SEM del material **E** en donde se realizó EDS de zona. Se observan tres regiones evaluadas, que corresponden a a) la ferrita, b) el precipitado de Niobio y c) la martensita. Debido a diversos factores, como el *volumen de interacción* del haz de electrones, se pueden observar en las Tablas de la Figura 3. 10 elementos que sabemos componen la aleación en estudio pero que no son observados superficialmente en la imagen de SEM.

En Figura 3. 10 (a) se observa el resultado de un análisis de zona de EDS, e indica que la ferrita posee aproximadamente un 21% en peso de cromo en solución, debido a que la señal de carbono es muy poca y no se observan precipitados como el carburo de cromo. El carburo que se encuentra preferencialmente en este tipo de aceros inoxidable en el tipo  $M_{23}C_6$ <sup>(15), (16)</sup>. En los mismos análisis, (a), se presenta una pequeña señal de Silicio (aproximadamente la correspondiente al 1.15% en peso de Si) y una señal de Niobio aún más pequeña (aproximadamente de 0.6% en peso).

En la parte (b) de la Figura 3. 10 se muestra un análisis EDS del área de un precipitado de Niobio. La señal corresponde en su mayoría al Niobio, sin embargo se observa una notable señal de hierro (cerca del 20% en peso de Fe) que también se supone es corresponde a la señal de la matriz justo por debajo del área analizada. Los otros elementos (Cr y Cu) detectados también se encuentran por debajo de la superficie donde se aprecia el precipitado. La señal de titanio, en cambio, es difícil de interpretar debido a que en este tipo de acero el carburo de niobio es tan factible como los carburos de titanio<sup>(15)</sup>, o inclusive se esté detectando al señal de alguna fase que involucre al titanio, como lo puede ser desde un carbonitruro de titanio, la fase  $\gamma'$ , fase  $\eta$  o alguna fase Laves, véase Apéndice 7. Sin embargo, estas últimas requieren de condiciones de procesamiento específicas para su formación.

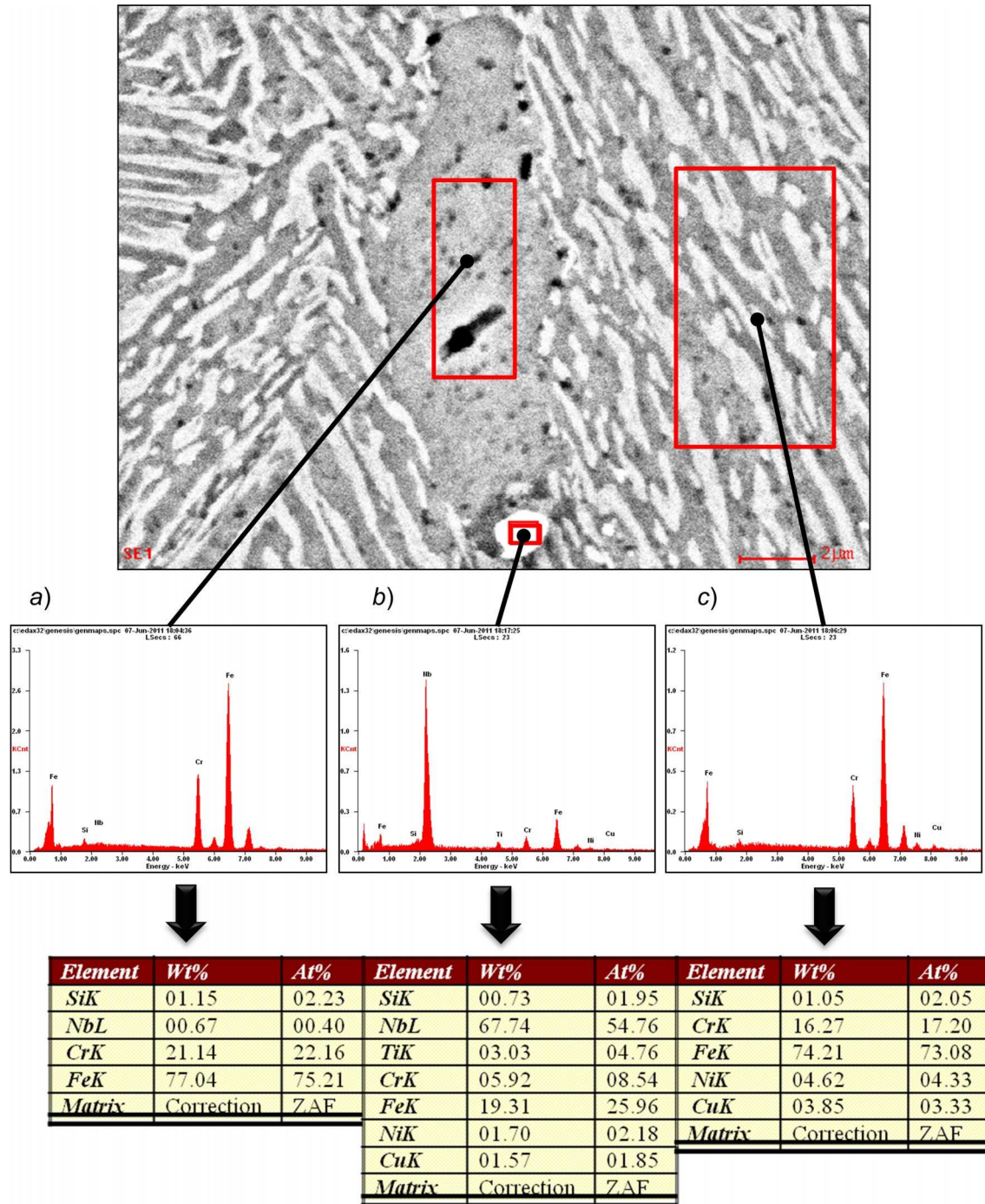


Figura 3. 10 Análisis EDS de la fotomicrografía del material E; tres zonas se muestran respectivamente analizadas. De izquierda a derecha a) EDS en la zona de ferrita delta, b) EDS en la zona del precipitado de NbC y c) EDS correspondiente a la zona de la martensita.

De la Figura 3. 10, se puede decir que los análisis EDS son un “acercamiento” a la química de la muestra analizada (análisis semicuantitativo) y para el reconocimiento de fases y precipitados diversos.

### **3.3 Ensayos de tensión a alta temperatura.**

A continuación se muestran los resultados de ensayos de tensión a alta temperatura para cada material. Se plantean posibles fenómenos que pudieron haberse presentado durante la realización de dichos ensayos.

#### **3.3.1 Ajustes en los datos de las curvas de flujo**

A las gráficas de las curvas de flujo se les modificó mediante el ajuste de las tablas de datos. Para ello se omitió la “sección oscilante” que aparece primero con referencia al efecto de “inercia” de la máquina universal de pruebas. Esto es, debido a que a “altas velocidades” de desplazamiento del cabezal, la máquina no comienza con la velocidad programada desde un principio sino que lleva un pequeño lapso de tiempo para adquirirse la velocidad fijada y éste fenómeno es inherente a la construcción y funcionamiento de los mecanismos tornillo-sinfín de las máquinas universales del tipo servomecánico.

Otro aspecto de las tablas de coordenadas que se modificaron, fueron los valores negativos de fuerza que se registraron en la mayoría de los ensayos de pruebas. Este fenómeno es inherente al ensayo de tensión a alta temperatura. Debido a que los materiales se dilatan conforme la temperatura aumenta. La fuerza negativa (compresión) aparece registrada en la celda de carga, especialmente en los ensayos de tensión en caliente que tienen una velocidad de avance del cabezal lento (para obtener velocidades de deformación ultrabajas) porque mientras la prueba se inicia, la probeta continua expandiéndose debido al calor y se expande más rápido que lo que se desplaza el cabezal (hacia arriba por ser tensión), generando que la celda de carga “detecte” una fuerza de compresión (fuerza negativa). Este error es complicado de suprimir, puesto que en la prueba se tiene que manipular manualmente el

desplazamiento del cabezal para compensar la expansión de la probeta y el ensayo tiende a estropearse si se deja mucho la tendencia a la fuerza negativa, pues se torna tanta la compresión que la probeta se flexiona y queda inservible, anulando el ensayo.

En los ensayos con velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  se almacenaron entre 600 mil y 800 mil datos de Fuerza-Desplazamiento. Se utilizó el programa *GNUplot* para reducir la extensión de dichos datos de 600 mil a 60 mil datos, véase Figura 3. 11. Con referencia a las gráficas de velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , se optó por no suavizarlas (*smoothing*) porque se observan los fenómenos de "serramiento" que son importantes para evaluar el comportamiento de endurecimiento del metal conforme se deforma, por ejemplo en el fenómeno de *Portevin-LeChatelier*. Véanse Sección 3.3.1 y Sección 1.7.2.

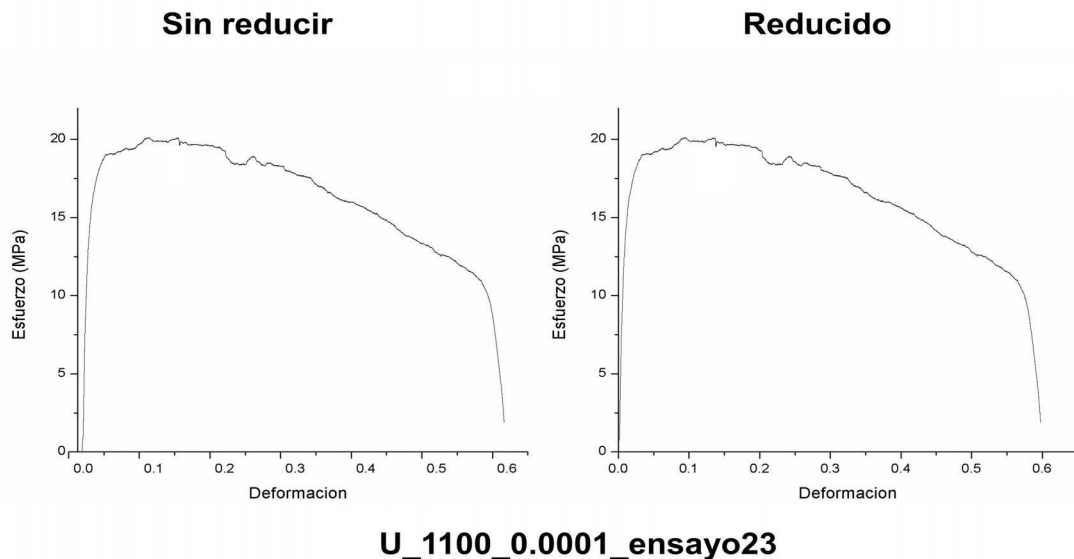


Figura 3. 11 Comparativa en gráfica de la reducción del 90% de los puntos coordenados de las pruebas de mayor duración,  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Se muestra el ejemplo del Ensayo 23 que corresponde al fabricante **U** a una temperatura de  $1100^\circ\text{C}$  con  $e = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

### 3.3.2 Curvas de flujo

Se muestran todas las curvas de flujo ingenieril ( $\sigma - e$ ) para los ensayos realizados. Algunas de las consideraciones antes de mostrar todas las curvas de flujo son:

- Por la microdureza y las observaciones metalográficas realizadas (Sección 3.2.1 y Sección 3.2.2) a los materiales recibidos, se consideraron como *isotrópicos*.
- Las curvas de flujo son del tipo ingenieril para propósitos prácticos y por el tipo de ensayo realizado (Sección 1.6.2). El esfuerzo se muestra en MPa y la deformación en fracción.
- Para fines comparativos cada condición de ensayo se muestra con las dos curvas de flujo, ***E*** y ***U***.



700°C

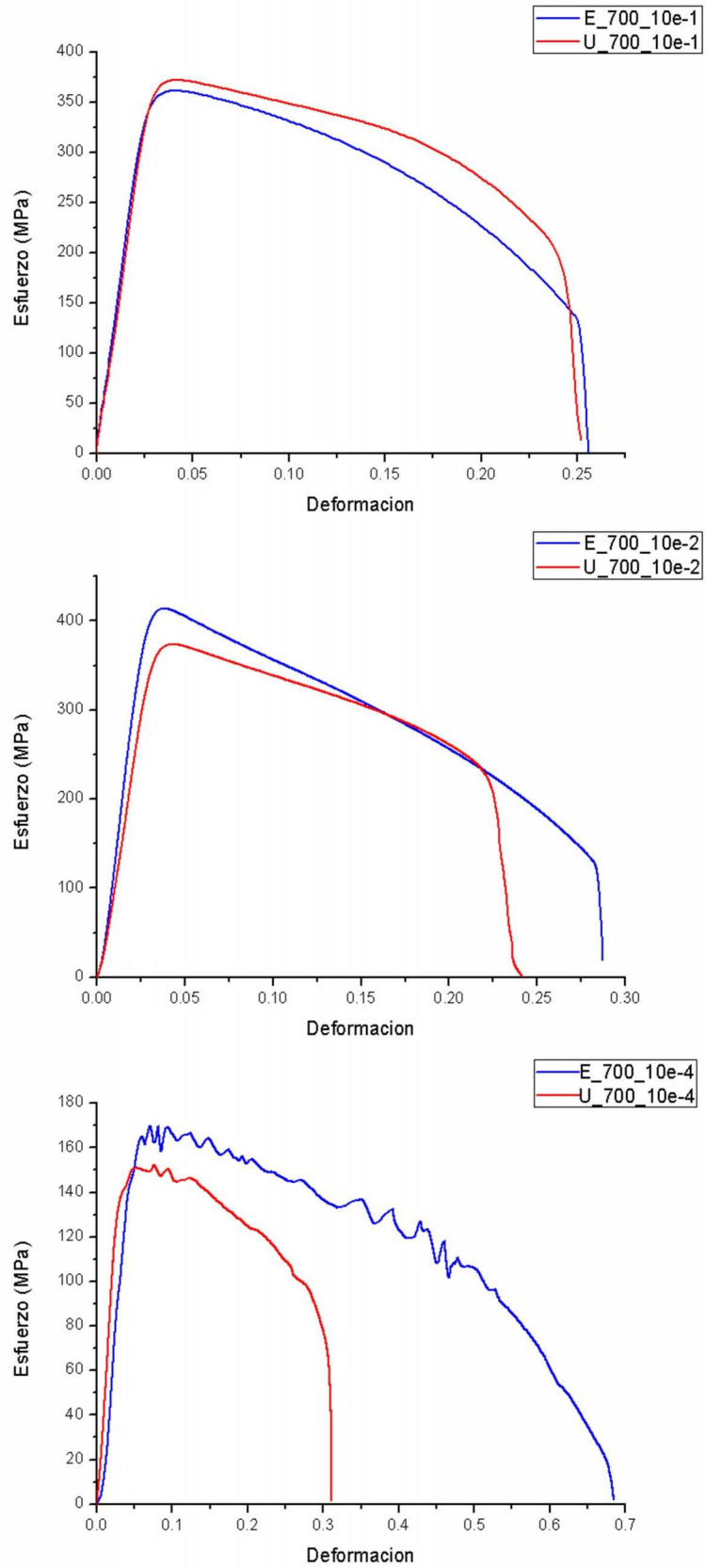


Figura 3. 12 Curvas de flujo para la temperatura de 700°C. De arriba a abajo:  $SR=1 \times 10^{-1} s^{-1}$ ,  $SR=1 \times 10^{-2} s^{-1}$  y  $SR=1 \times 10^{-4} s^{-1}$

800°C

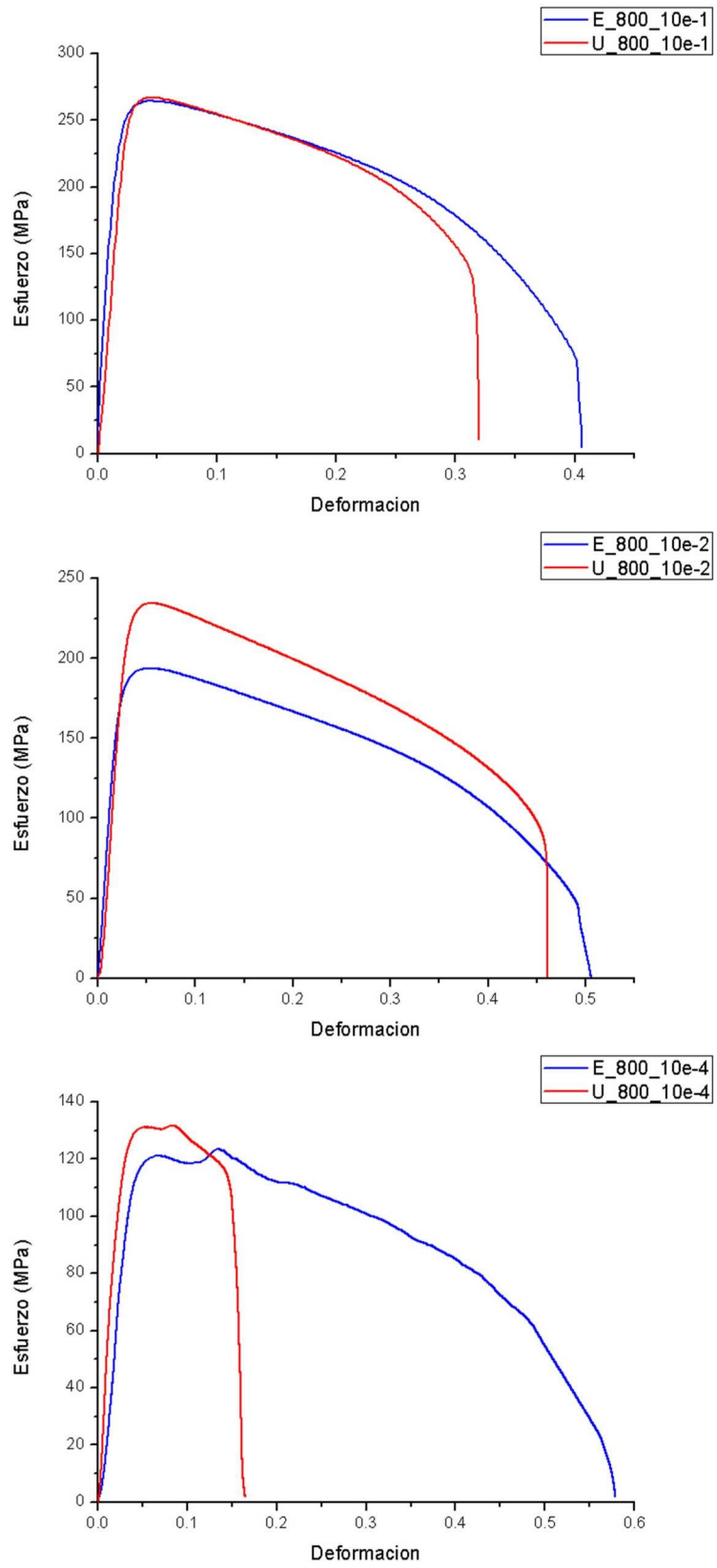


Figura 3. 13 Curvas de flujo para la temperatura de 800°C. De arriba a abajo:  $SR=1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,  $SR=1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  y  $SR=1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

900°C

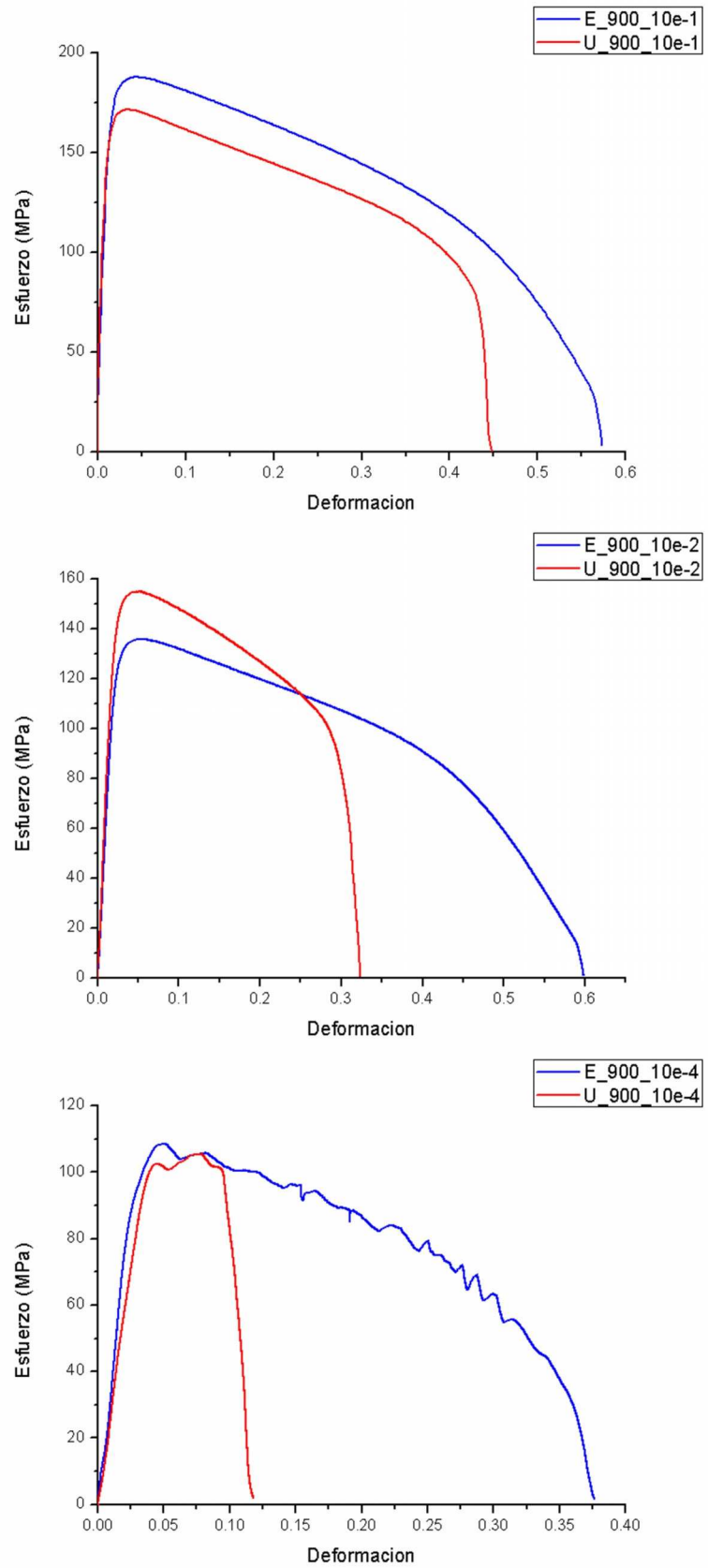


Figura 3. 14 Curvas de flujo para la temperatura de 900°C. De arriba a abajo:  $SR=1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,  $SR=1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  y  $SR=1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

1000°C

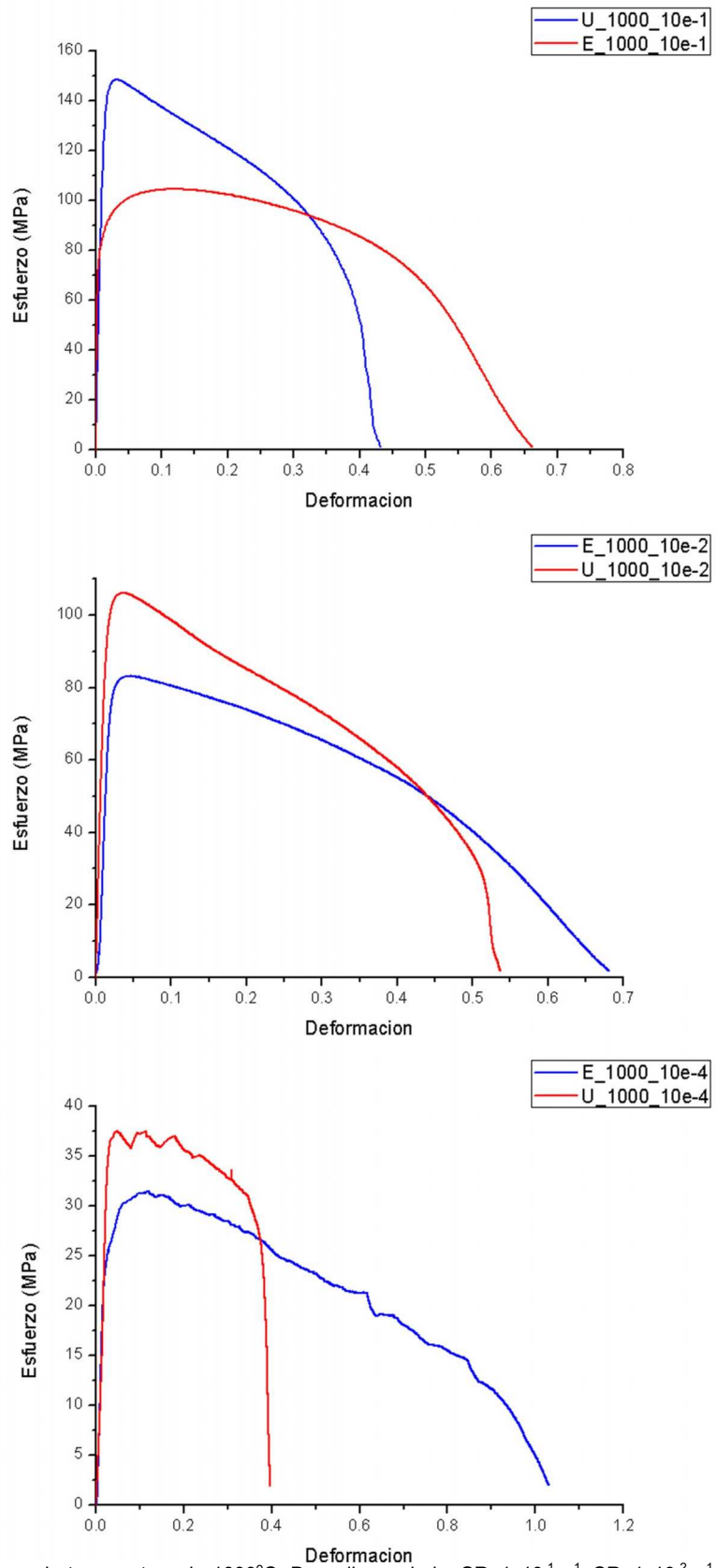


Figura 3. 15 Curvas de flujo para la temperatura de 1000°C. De arriba a abajo:  $SR=1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,  $SR=1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  y  $SR=1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

**1100°C**

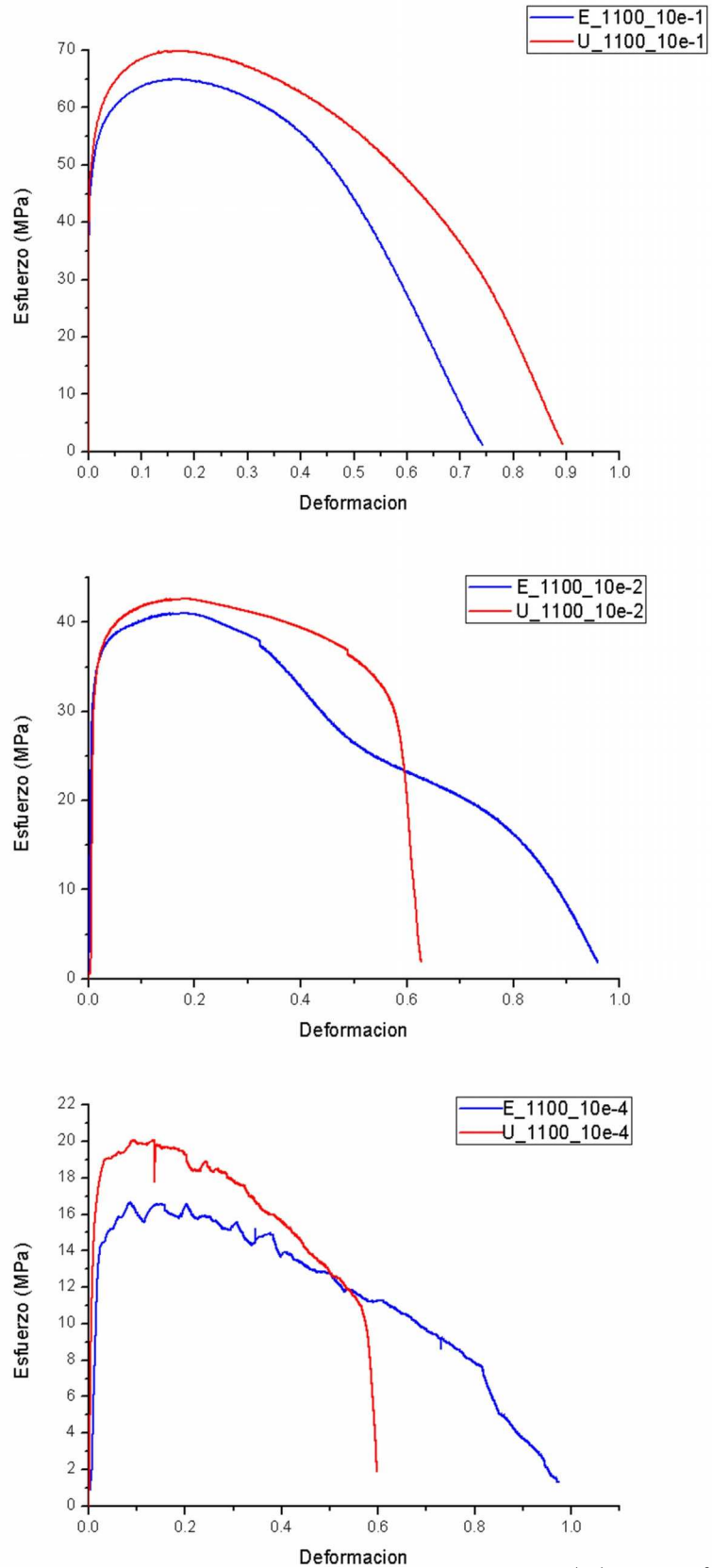


Figura 3. 16 Curvas de flujo para la temperatura de 1100°C. De arriba a abajo:  $SR=1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,  $SR=1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  y  $SR=1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

En las curvas de flujo de los ensayos realizados a 700°C (véase Figura 3. 12) para la velocidad de  $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , se observa que la resistencia última a la tensión es bastante similar para las probetas de los dos materiales aquí estudiados; cerca de 375 MPa para **U** y aproximadamente 360 MPa para **E**. Se puede apreciar, a su vez, un módulo elástico similar para ambos materiales. Otro punto a resaltar es el esfuerzo a la fractura, también similar para ambos materiales. Básicamente se tienen dos curvas de flujo muy similares en características y magnitudes, incluyendo la deformación máxima alcanzada hasta la fractura. En las curvas de flujo de temperatura de 700°C, para la velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , comienzan a aparecer ligeramente las diferencias entre el comportamiento mecánico a la tensión a alta temperatura. Hay que resaltar que el material **U** presenta una menor resistencia máxima a la tensión, de cerca de 375 MPa, en cambio la probeta del material **E** supera los 400 MPa. Otro punto característico es la aparente mayor inclinación de la pendiente de las curvas de flujo es su intervalo elástico; sí bien, no se superponen dichos segmentos de las curvas de flujo, si se distingue una respuesta diferente. La deformación alcanzada al momento de la fractura fue significativamente mayor para el material **E** en comparación del material **U**. Otro rasgo interesante a observar para esta velocidad de deformación es la caída abrupta en el intervalo plástico del material **U** cuando su deformación alcanza aproximadamente el 0.225, caso contrario al material **E** en donde dicha caída es cercana a 0.30 de deformación. En la misma temperatura pero con la velocidad de deformación más baja aquí utilizada,  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , aparecen múltiples “serramientos” en los ensayos de ambos materiales, siendo **E** el que presenta más cantidad de picos o discontinuidades, a diferencia de los 3 picos discontinuos de la curva de flujo del de **U** para esta velocidad de deformación. En este caso la resistencia máxima de la probeta de **E** supera nuevamente a la resistencia de la probeta **U** (aproximadamente 170 MPa y 150 MPa, respectivamente), comparación que contrasta con la deformación superior de la probeta del material **E**.

Para los ensayos realizados a 800°C (véase Figura 3. 13) tenemos tendencias similares en el comportamiento mecánico de tensión a alta temperatura que se observa en los ensayos a 700°C. A la velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  las curvas de flujo a 800°C son muy similares con respecto al esfuerzo máximo a la tensión, en su proporción elástica y parte de su proporción de deformación plástica, sin embargo la deformación final antes de la fractura es mayor para la probeta del material **E**. En la velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  la probeta **U** tiene la mayor resistencia última a la tensión, casi 100MPa más que la alcanzada por la probeta de **E**. Aquí la deformación varía poco para los dos materiales, presentándose aproximadamente 0.46 para **U** y 0.51 para **E**. Un comportamiento similar se observa en la proporción de deformación elástica de los ensayos a la velocidad media y 800°C. Para la velocidad de deformación baja ( $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) aparece una discontinuidad en ambos ensayos, la probeta de **U** tiene una ligera mayor resistencia última a la tensión, sin embargo, la deformación máxima es mucho mayor para la probeta de **E** (cerca del 0.6), lo que denota mucha diferencia en el flujo plástico entre las probetas a esta temperatura y velocidad de deformación.

En los ensayos realizados a la temperatura de 900°C (véase Figura 3. 14), comienzan a surgir más diferencias en el comportamiento de flujo plástico entre los dos materiales, siendo **E** el que presentó una mayor cantidad de deformación antes de fracturarse. En las curvas de flujo de la velocidad de deformación baja fue en donde se presentó la mayor diferencia en la cantidad de deformación total alcanzada, y la velocidad más rápida fue en donde esta diferencia fue menor. Respecto al esfuerzo máximo, en la velocidad baja la resistencia de ambas probetas fue prácticamente la misma, sin embargo en las otras dos velocidades de deformación (alta y media) se presentaron diferencias. En el caso de la velocidad de deformación media ( $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) fue el material **U** el que presentó una mayor resistencia última a la tensión, caso distinto a lo que se presentó en la velocidad de deformación rápida ( $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ) en donde **E** presentó un ligero mayor esfuerzo último a la tensión. El fenómeno de

serramiento en la curva de flujo (fenómeno conocido en inglés como *jerky flow*) se presentó de nuevo en la velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

A  $1000^\circ\text{C}$  (véase Figura 3. 15), se presentaron diferencias aún más notables en comparación con las temperaturas inferiores. La resistencia máxima del material fue superior para las probetas de **U** en las tres velocidades de deformación, siendo la velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  en donde se presentó la mayor discrepancia en la resistencia máxima entre los dos materiales, de cerca de 45 MPa, cantidad significativa en comparación de la diferencia que se presentó en las otras velocidades de deformación. Las pendientes de las porciones elásticas de las curvas de flujo son sumamente similares en todos los ensayos de temperatura de  $1000^\circ\text{C}$ . El flujo discontinuo o “serraciones” aparece una vez más en la velocidad de deformación baja, sin embargo las discontinuidades son más sutiles y se presentan en menor cantidad a las observadas en los ensayos a temperaturas más bajas.

Los ensayos efectuados a la temperatura de deformación de  $1100^\circ\text{C}$  (véase Figura 3. 16), son los que presentaron un mayor flujo plástico en general. El esfuerzo máximo es menor que los observados a temperaturas de deformación más bajas, y también dicha resistencia máxima a la tensión disminuyó con la disminución de la velocidad de deformación. Dicho fenómeno denota la sensibilidad del metal estudiado a la velocidad a la que sea deformado, y la caída de la resistencia conforme se aumenta la temperatura de deformación denota la sensibilidad a la temperatura de deformación. Un punto a observar en el ensayo de **E** a  $1100^\circ\text{C}$  y velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , es la inflexión que aparece cerca del 0.45 de deformación. Esta inflexión puede asociarse a diferentes fenómenos, pero en este caso, es asociado a un posible “doble encuellamiento”, sin embargo no se modificó ese ensayo debido a que se consideró que el resultado final no afectó la tendencia observada entre el resto de los ensayos de todas las temperaturas y velocidades de deformación. El fenómeno de discontinuidad en las curvas de flujo vuelve a aparecer a esta



temperatura a la misma velocidad de deformación observada anteriormente:  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

El fenómeno de "serramiento" se presenta en todas las curvas de flujo para ambos materiales en todas las temperaturas a la velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , estando todas muy remarcadas excepto las pruebas realizadas a  $800^\circ\text{C}$ , que presente solo un "serramiento", aparentemente. Todas las demás curvas de flujo tienen comportamientos más comunes, inclusive en la cantidad de deformación para poder llegar a la fractura, siempre estando el material **E** antes que el **U**.

En promedio en todos los ensayos, las probetas de la aleación del material **U**, registraron esfuerzos mayores pero se presentó la fractura después de la zona plástica de la curva de flujo, cosa contraria a las probetas de **E**, que se elongaron más en comparación con **U**. El esfuerzo máximo registrado de todos los ensayos siempre siguió tendencias, una de ellas fue que **U** siempre se mantuvo por encima de la resistencia de las probetas de **E** y siendo la mayoría de los ensayos de  $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  en donde se asemejó el esfuerzo registrado en ambos materiales, excepto a la temperatura de  $1000^\circ\text{C}$  en donde **U** duplicó el esfuerzo máximo en comparación al de **E**.

Dadas las formas observadas en las curvas de flujo de los ensayos a más altas temperaturas <sup>(17)</sup>, se puede suponer que el fenómeno de recuperación que se lleva a cabo y que favorece la recuperación de la ductilidad a altas temperaturas, es el de la recristalización dinámica <sup>(18)</sup>.

### **3.3.3 Efecto de la velocidad de deformación sobre la resistencia en caliente**

En este estudio se puede resumir la resistencia máxima a la tensión presente en todos los ensayos realizados (ver Tabla 2. 1). La Figura 3. 17 presenta el efecto que tiene la velocidad de deformación sobre la resistencia del material. El

eje X (velocidad de deformación) se muestra en escala logarítmica.

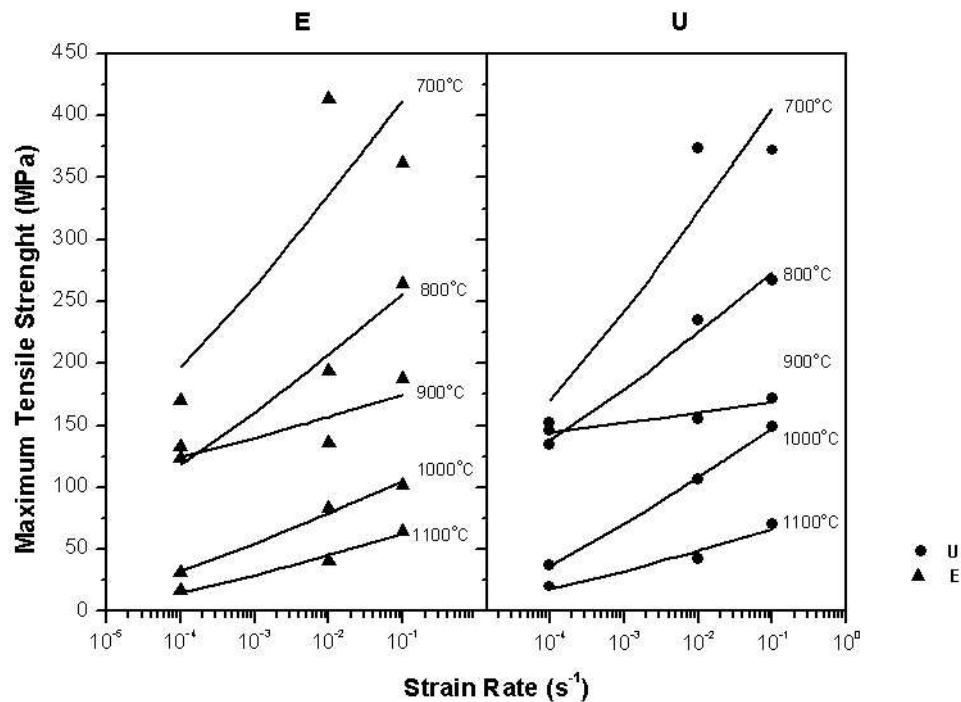


Figura 3. 17 Efecto de la velocidad de deformación sobre la resistencia en caliente, de la aleación 17-4PH, para los fabricantes *E* (izquierda) y *U* (derecha).

La Figura 3. 17 muestra que para el rango de velocidades estudiado (de  $1 \times 10^{-4}$  s<sup>-1</sup> a  $1 \times 10^{-1}$  s<sup>-1</sup>) la resistencia aumenta conforme se deforme a una velocidad más alta. También se encuentra en concordancia la disminución de la resistencia mecánica conforme se aumenta la temperatura del ensayo (temperatura de deformación), principio fundamental en cualquier proceso termomecánico industrial. Un punto importante que se observa en la gráfica es la pendiente irregular de los ensayos realizados a 900°C. Se observa la tendencia de la disminución de la pendiente conforme se aumenta la temperatura. A 900°C no se sigue la tendencia de disminución gradual que se presenta evidenciando que el comportamiento mecánico distinto.

### 3.3.4 Curvas de calentamiento

Se realizaron las curvas de calentamiento con la información adquirida en los ensayos, mediante la adquisición de la señal del termopar en la probeta (véase

Sección 2.4.2). Debido al tipo de control manual en el horno se muestran curvas representativas del calentamiento, para los ensayos a 700°C, para ensayos aleatorios (a las 3 velocidades de deformación).

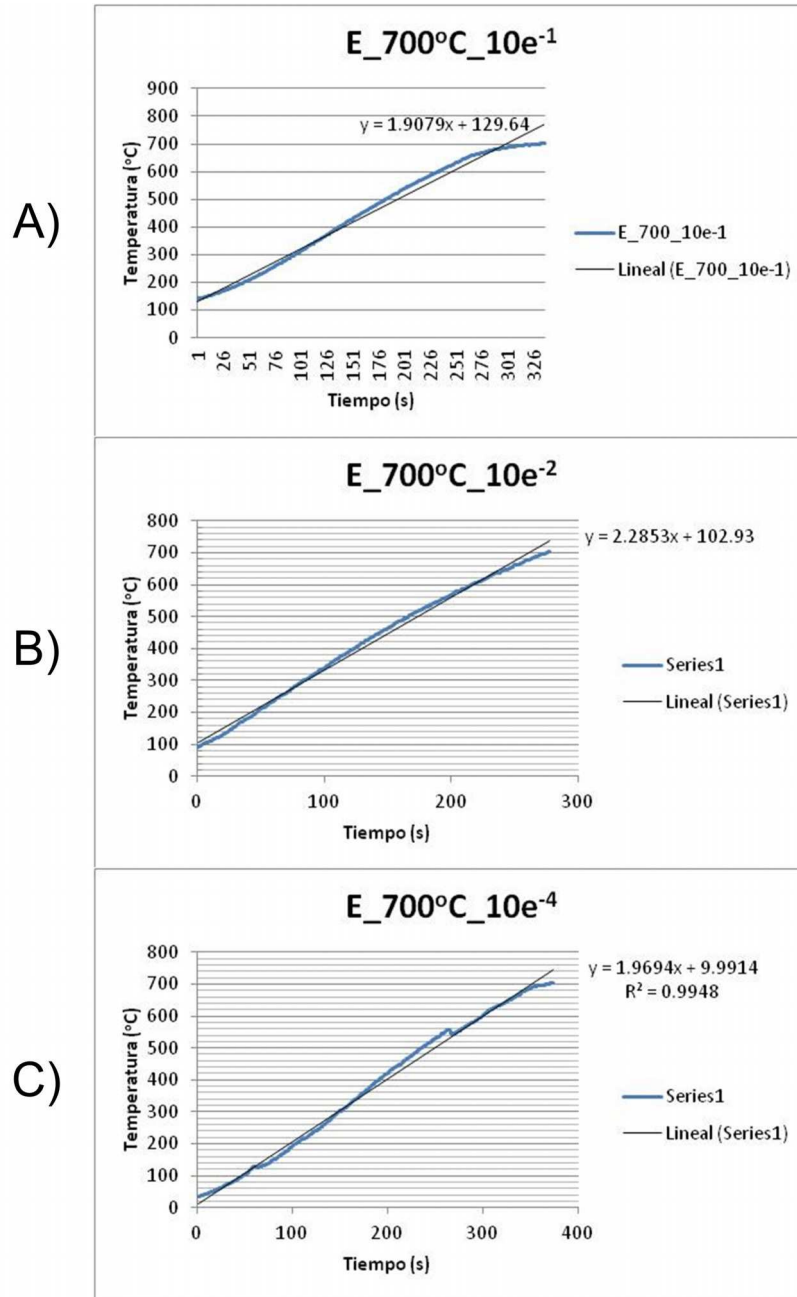


Figura 3. 18 Rampas de calentamiento para los sets de ensayos a 700°C. A) Fabricante **E** calentado hasta 700°C y ensayado a  $1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$ , B) Fabricante **E** calentado hasta 700°C y ensayado a  $1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  y C) Fabricante **E** calentado hasta 700°C y ensayado a  $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ ,

De los termogramas de la Figura 3. 18, que corresponde a tres ensayos a 700°C para cada velocidad de deformación, se observan las regresiones lineales en la rampa de calentamiento. De los tres termogramas podemos promediar una tasa de calentamiento por segundo. Para este caso se cuenta con un promedio de rampa de calentamiento de 2.05°C/s. Se realizó el mismo procedimiento a los demás termogramas de ensayos obteniendo un promedio de la rampa de calentamiento de 1.933°C/s. En comparación con otros estudios <sup>(19)</sup> de dilatometría en donde se estudia la temperatura de transformación de martensita a austenita para el acero inoxidable 17-4PH. Ver Figura 3. 19.

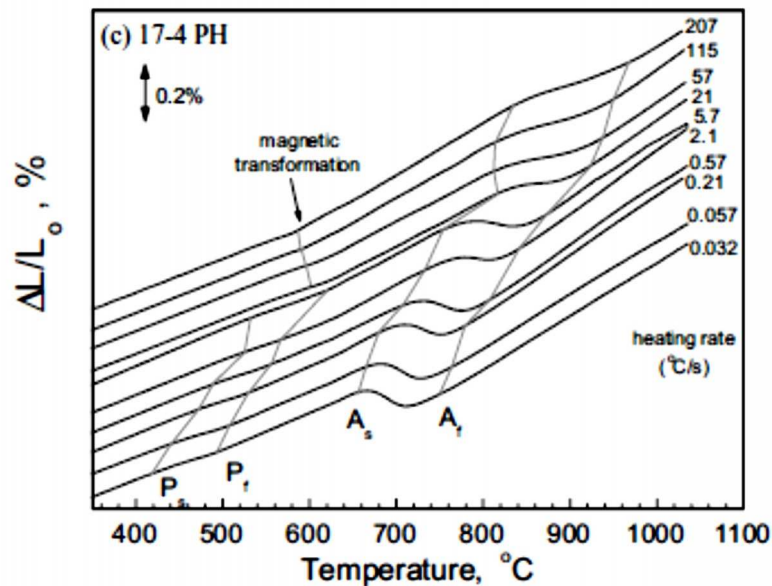


Figura 3. 19  $\Delta L / \Delta L_0$  Vs.  $T$  para un acero inoxidable 17-4 PH a 10 rampas de calentamiento distintas (19).

### 3.4 Resultados de Ductilidad en caliente

A continuación se presenta el análisis para la evaluación de la ductilidad en caliente de la aleación de acero inoxidable 17-4PH para los materiales **E** y **U**. Especial énfasis se hace en la relación de las propiedades evaluadas y el comportamiento mecánico a alta temperatura, con los mecanismo de fragilización en caliente que se han estudiado para evaluaciones de ductilidad (véase Sección 3.4.4).

### 3.4.1 Efecto de la velocidad de deformación sobre la ductilidad en caliente

Otro efecto que se utiliza para el estudio de la ductilidad en caliente es el de la velocidad de deformación sobre la reducción en área, véase Ecuación (6). En la Figura 3. 20 se muestra dicho efecto.

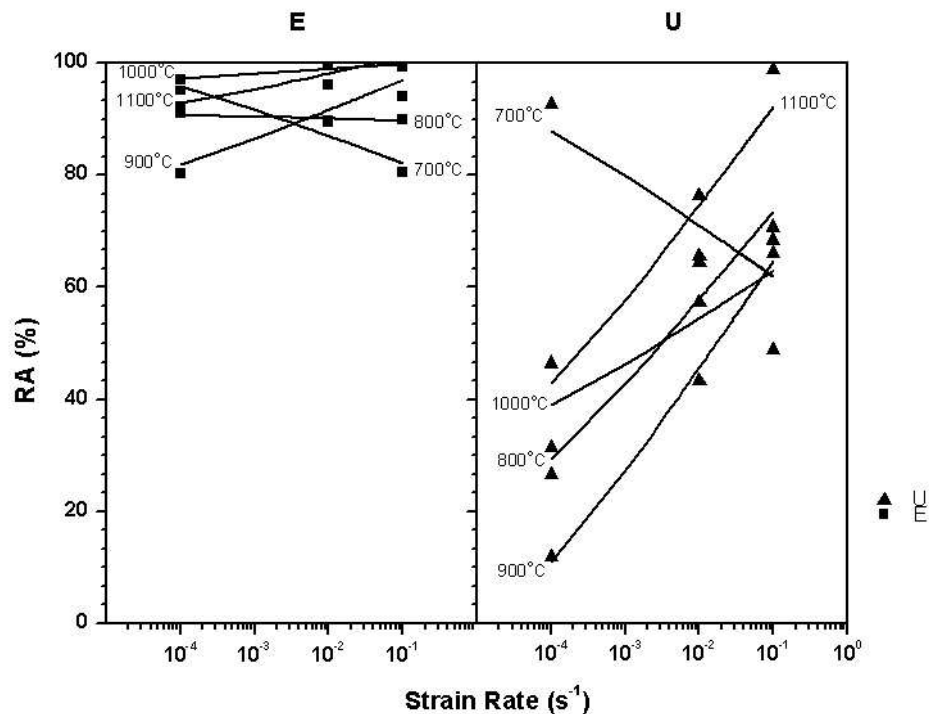


Figura 3. 20 Efecto de la velocidad de deformación sobre la ductilidad en caliente, de la aleación 17-4PH, para los fabricantes **E** (izquierda) y **U** (derecha).

Esta gráfica es una herramienta para la predicción de la ductilidad dependiendo de la velocidad de deformación y la temperatura a la que se deforme. En la gráfica se observan tendencias similares para ambos materiales, **E** y **U**. La principal diferencia es que la reducción de área de los ensayos del material **E** están por encima de su contraparte. Se puede observar que la reducción de área de menos magnitud que se presentó en los ensayos de **E** corresponde al 80% para una temperatura de 700°C y una velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , en cambio la más baja ductilidad (la menor reducción en área) se presenta a los 900°C y una velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , lo que indica que en la

temperatura de 900°C sucede algo que afecta directa y severamente la ductilidad de los ensayos del material **U**.

### 3.4.2 Sensibilidad a la velocidad de deformación

La sensibilidad a la velocidad de deformación  $m$  (o *strain rate sensitivity*) es un parámetro utilizado para la descripción del comportamiento mecánico de los metales. Proporciona referencia directa sobre los rangos de temperaturas o de velocidades de deformación en donde el metal es más susceptible a estas variables.

El método más conveniente para la obtención de  $m$  es una prueba de tensión uniaxial a una cierta temperatura constante y a diferentes velocidades de deformación<sup>(20)</sup>. El método más simple es reflejado en la relación entre el flujo de esfuerzo ( $\sigma$ ) y la velocidad de deformación ( $\dot{\epsilon}$ ). El valor de  $m$  es definido como la pendiente de la línea de regresión  $\text{Log } \sigma$  vs.  $\text{Log } \dot{\epsilon}$ . Como se observa en la Figura 3. 17 la tendencia de los ensayos a 900°C (para ambos materiales) muestra una irregularidad en su tendencia en comparación a las demás líneas, lo que sugiere que a esa temperatura el material es más “sensible” al procesamiento termomecánico.

Las pendientes  $m$  se grafican en función de la temperatura, véase Figura 3. 21. Se puede observar en dicha figura que para ambos materiales existe una mayor sensibilidad a la velocidad de deformación a 900°C, sin embargo es mucho mayor la sensibilidad que presenta la aleación del material **U**. Esta gráfica apunta directamente a la temperatura en donde los fenómenos presentes generan una drástica caída en la ductilidad de la aleación e incrementan su resistencia contra la deformación en caliente.

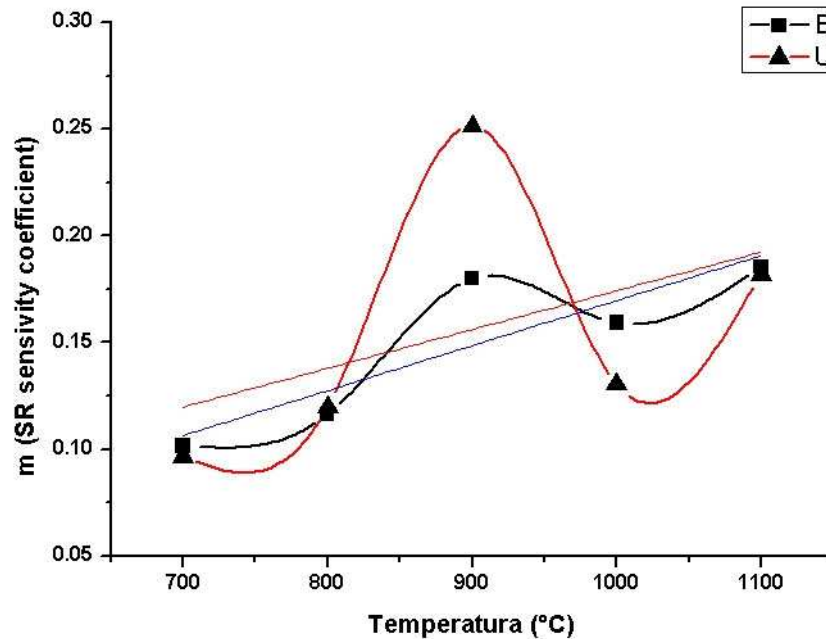


Figura 3. 21 Variación de la sensibilidad a la velocidad de deformación con respecto a la temperatura de deformación.

Los valores que se presentan en esta gráfica están dentro del rango de valores de  $m$  comunes para condiciones de trabajado en caliente que son entre 0.1 y 0.2 <sup>(12)</sup>.

### 3.4.3 Efecto de la temperatura sobre la elongación

Otra relación utilizada para la estimación de ductilidad son las curvas *elongación a la fractura Vs. temperatura*, véase Figura 3. 22. Este tipo de gráficos también ayudan a la identificación de pozos de ductilidad. Debido a que las condiciones en donde se presenta la fragilidad también se presenta un menor encuellamiento (menor reducción en área a la fractura) y, por ello, la probeta soporta más esfuerzo por lo que se elonga en menor proporción.

En la Figura 3. 22 se observan los puntos con menor elongación al momento de la fractura. Se distingue que para la velocidad de deformación baja, el material **E** presenta una menor elongación a los 900°C y en las velocidades restantes

(media y alta) no se aprecia ninguna inflexión pronunciada. Por otra parte la elongación más baja se presenta entre las temperaturas de 800 y 1000°C del material **U**. Para el análisis de la ductilidad basado en la elongación a la fractura se deben considerar varios factores como el inicio de la inestabilidad en tensión. Es por esto que la metodología adecuada y directa es la reducción en área a la fractura.

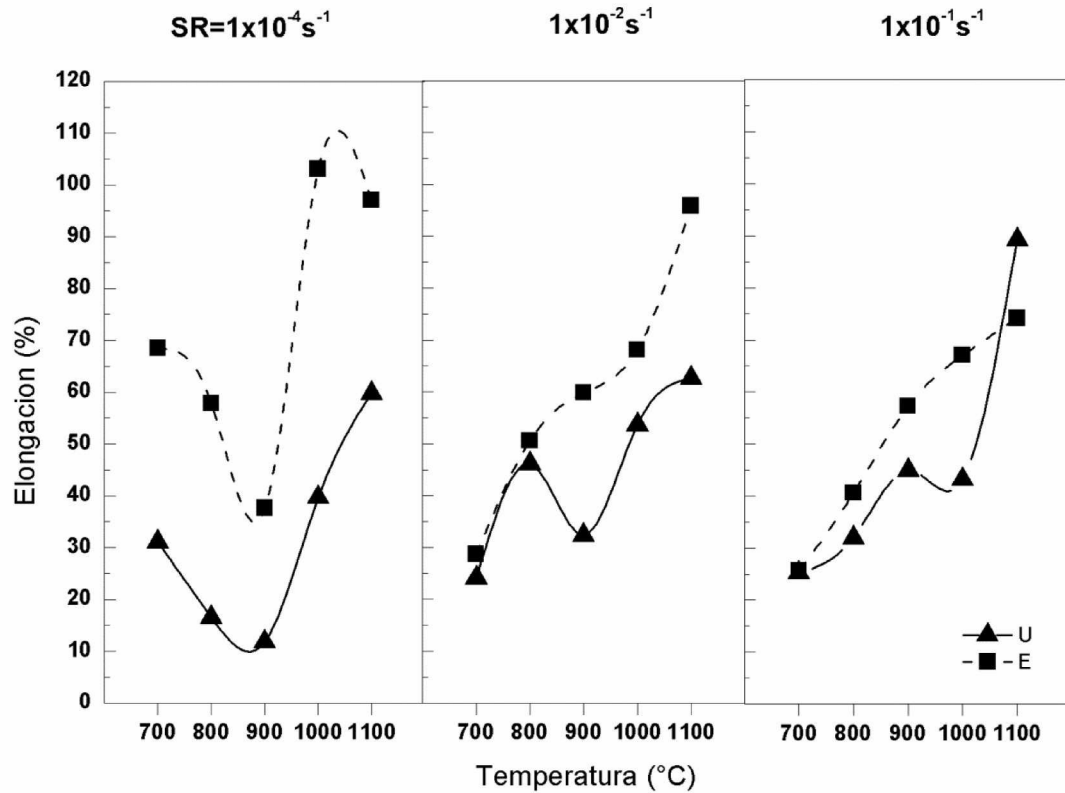


Figura 3. 22 Efecto de la temperatura de deformación sobre la elongación final de la probeta. Se muestran los sets de las tres velocidades de deformación en todo el rango de temperaturas. De izquierda a derecha: SR = 1x10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>, SR = 1x10<sup>-2</sup>s<sup>-1</sup> y SR = 1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>,

### 3.4.4 Efecto de la temperatura sobre la reducción en área a la fractura.

En la Figura 3. 23 se muestra el efecto que tiene la temperatura sobre la ductilidad (reducción de área) del acero 17-4PH de los materiales **E** y **U**. Se muestran los “pozos de ductilidad” o “zonas frágiles”.



Del análisis de las curvas de ductilidad (véase Figura 3. 23) se pueden distinguir los pozos de ductilidad entre 900°C y 1000°C para todo el rango de velocidades de deformación.

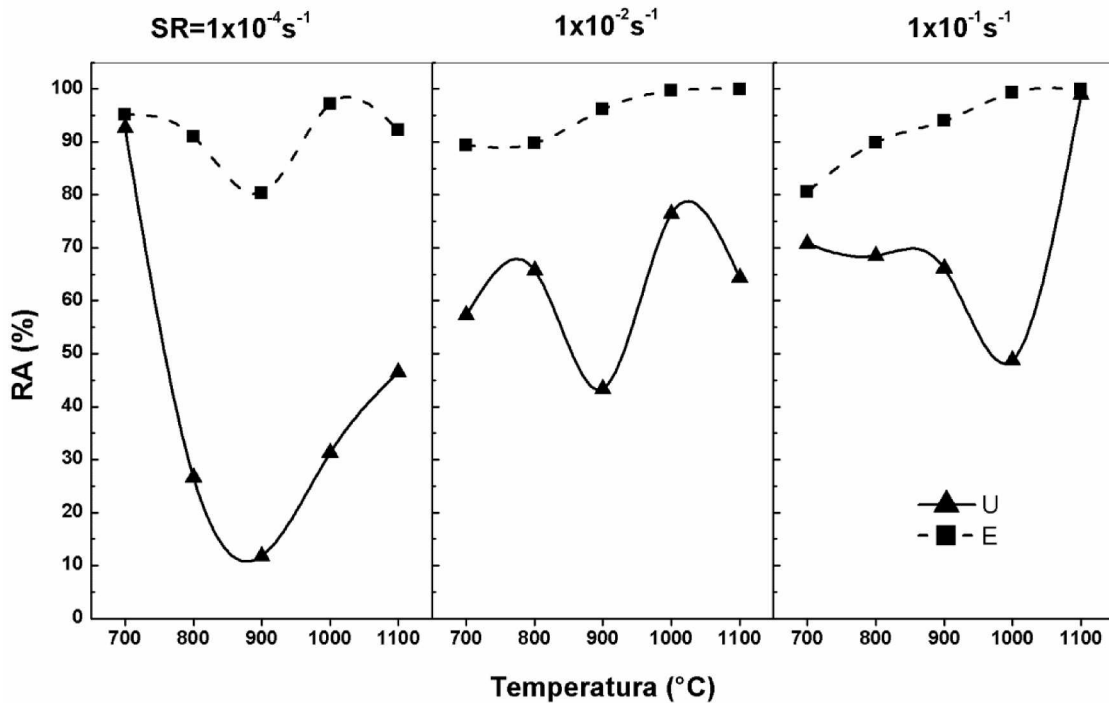


Figura 3. 23 Efecto de la temperatura de deformación sobre la ductilidad en caliente (curvas de ductilidad), de la aleación 17-4PH, ambos fabricantes. Se muestran los sets de las tres velocidades de deformación en todo el rango de temperaturas. De izquierda a derecha:  $SR = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $SR = 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  y  $SR = 1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,

Debido al rango de temperaturas en donde la ductilidad disminuye es posible asociar este comportamiento con al menos dos fenómenos microestructurales que pueden causar esta fragilización a alta temperatura:

- Precipitación en los límites de granos austeníticos, formando zonas libre de precipitados (FPZ).
- Formación de películas de ferrita en los límites de granos austeníticos

La precipitación en los límites de grano austeníticos, reduce el movimiento de las dislocaciones y su deslizamiento. Películas delgadas de ferrita se forman en los límites de grano austeníticos al inicio de la transformación, para el 17-4 PH cerca de 900°C. Debido a la diferencias en las propiedades mecánicas entre la

ferrita y la austenita, toda la deformación se concentra en las películas más suaves de ferrita. La deformación localizada forma microcavidades y grietas (véanse Figura 3. 25 y Figura 3. 27). A temperaturas más bajas de deformación, la presencia de películas de ferrita y la concentración de deformación es menor, con lo que se incrementa la ductilidad antes de caer al pozo de ductilidad. La precipitación dentro de la ferrita disminuye la ductilidad, en el área de la curva, véase Figura 3. 23. Durante la deformación a altas temperaturas, la deformación se concentra dentro de la ferrita suave, conduciendo a la formación de “huecos” dentro de la ferrita <sup>(21)</sup>. Debido a que la ferrita se presenta con la forma de islas alargadas dentro de la matriz martensítica, la deformación localizada de las islas de ferrita resulta en una alta concentración de esfuerzos dentro de la matriz <sup>(22)</sup>. Los precipitados finos de NbC incrementan el esfuerzo requerido para la deformación y por eso incrementan el esfuerzo en la región de límites de grano <sup>(21)</sup>. A su vez Al, Mn, S y N, los cuales se encuentran en solución supersaturada a altas temperaturas, pueden precipitar como AlN y MnS en los límites de grano austeníticos o ferríticos, posible evidencia se presenta en los análisis EDS de la sección 3.5.1.

Si se aplican esfuerzos de tensión a este tipo de microestructuras (ver Figura 3. 24), estas partículas actuarán como fuentes de concentración de esfuerzos, produciendo pequeñas cavidades, mismas que son extendidas por el deslizamiento de los límites de grano <sup>(22), (23), (24)</sup>. Si se continua con esta carga, esas microcavidades coalescen, resultado en una fractura intergranular formada por nucleación, crecimiento y coalescencia de microcavidades (véanse Figura 3. 32 y Figura 3. 33). El Niobio es un elemento que promueve la formación de carburos, el cual es utilizado en los aceros microaleados para controlar el tamaño de grano durante tratamientos termomecánicos y para proveer endurecimiento a través del proceso de precipitación <sup>(25)</sup>. Por lo anterior se puede deducir que un menor contenido en peso de Niobio es menos efectivo en controlar el tamaño de grano durante el calentamiento para el procesamiento termomecánico (como la forja) o para tratamientos térmicos de endurecimiento por precipitación, hecho que corresponde en parte a la mayor cantidad de

niobio presente en la composición química del material **E** (el de mayor ductilidad).

El diagrama binario de equilibrio del hierro-cromo (véase Apéndice 4) muestra que el cromo restringe la ocurrencia del dominio  $\gamma$  hasta extenderse a cerca del 13% en peso de Cr y todo el rango con la fase ferrita presente. Además hay una zona angosta binaria ( $\gamma+\alpha$ ) en un rango entre 12 y 13% en peso de carbono. La ferrita es normalmente referida como *ferrita delta* ( $\delta$ ), debido a que en estos aceros puede presentar una existencia continua desde la temperatura de fusión hasta la temperatura ambiente. Se requiere una cantidad mínima de níquel en los aceros de alto o bajo cromo para poder retener austenita a temperatura ambiente. La ausencia en la capacidad de retención de austenita se ve reflejada en la formación de martensita<sup>(15)</sup>. Por otra parte, algunos elementos extienden el área de la austenita en el diagrama de equilibrio hierro-carbono. El Cr adicionado en forma individual a los aceros planos tiende a cerrar el lazo de la austenita ( $\gamma$ -loop) y a favorecer la formación de ferrita. Sin embargo, cuando el cromo se adiciona a un acero que contiene Ni, éste retarda la cinética de la transformación  $\gamma \rightarrow \alpha$ , además, facilita la retención de austenita a temperatura ambiente.

El manganeso expande la zona de  $\gamma$ , por que puede ser usado en vez del níquel. Sin embargo no es un fuerte formador de austenita y se requieren concentraciones de este elemento. Lo que nos hace pensar en la cantidad mayor de Mn entre los dos fabricantes, ya que el fabricante que presentó la menor ductilidad, **U**, posee una cantidad mayor de Mn en comparación del material **E**.

Como el carbono, el nitrógeno y el níquel son fuertes elementos austenitizadores<sup>(15)</sup>. Esto significa que las adiciones de estos aleantes pueden influenciar en la expansión de la zona bifásica (austenita + ferrita), posibilitando el fenómeno de la pérdida de ductilidad en ese intervalo de temperaturas concerniente a la zona bifásica. En el Apéndice 6 se ilustra la ampliación de la zona bifásica para los aceros inoxidables, dependiendo de la temperatura,

cantidad de cromo en peso y de la cantidad de por ciento en peso de carbono más nitrógeno <sup>(26)</sup>.

El acero **U**, con una posible mayor fracción en volumen de precipitados, tienen mayor facilidad para nuclear las microcavidades y tienen la peor ductilidad, que el acero del **E** para las temperaturas evaluadas. Para el acero **U** este mecanismo de fragilización es tan severo como el que pueda estar teniendo lugar en la zona austenítica, ya que las curvas de ductilidad ( $SR = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  y  $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ) no muestran ninguna inflexión al pasar de una zona a otra, véase Figura 3. 23. El acero de **U** alcanza mínimos de ductilidad entre 900°C y 1000°C (en la región bifásica  $\gamma + \alpha$ ,  $A_1 < T < A_3$ ) con valores de alrededor de 10, 40 y 45% de reducción en área para las velocidades de  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  y  $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , respectivamente. Por otra parte el acero **E** solo presenta un pozo de ductilidad (con reducción en área de cerca del 80%, considerado bastante dúctil) a los 900°C con la velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Existen herramientas como la dilatometría y ecuaciones teóricas para el cálculo de las temperaturas de transformación  $A_1$  y  $A_3$  en aceros microaleados y aleados, como la fórmula de Andrews <sup>(27), (18)</sup>.

Sin embargo, la fórmula de Andrews presenta errores significativos cuando se aplica para calcular las temperaturas de transformación en aceros de alto contenido de elementos de aleación como el caso del 17-4PH. Por otra parte, otros investigadores <sup>(28)</sup>, han determinado temperaturas de transformación austenítica (ver Sección 3.3.3) que están dentro del rango de temperatura observado de los pozos de ductilidad que se presentan en la Figura 3. 23.

Otro punto a observar es la posible aparición de la ferrita inducida por deformación. En el intervalo de temperaturas en el que la ferrita y la austenita coexisten, la pérdida de ductilidad debe ser evaluada considerando que la ferrita puede aparecer inducida por deformación a temperaturas elevadas como la de transformación en condiciones de equilibrio,  $A_3$  <sup>(29)</sup>, lo que sugiere que la variación con respecto a la zona bifásica que se presenta en la Figura 3. 23,

con respecto a otros autores <sup>(19), (28)</sup>, se pueda asociar a ferrita inducida por deformación en el rango de temperaturas de los pozos de ductilidad estudiados en este trabajo.

Una combinación de la presencia de precipitados (NbC) e inclusiones (ver análisis EDS: Figura 3. 30 y Figura 3. 31), serían responsables de que en el intervalo austenítico se presenten reducciones de área tan bajas como 11%RA para el material **U** a la velocidad de deformación  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Hsiao *et al* <sup>(28)</sup> determinaron, mediante estudios de dilatometría, las temperaturas de transformación  $A_{r1}$  y  $A_{r3}$  en 725 y 915°C, respectivamente. Sin embargo, la composición química del acero 17-4PH evaluado en dichos estudios es distinta (ver Tabla 3. 3). La aparición de los pozos de ductilidad para los aceros evaluados **E** y **U** aquí estudiados es cercana a este intervalo. La variación en las temperaturas de transformación ( $A_1$  y  $A_3$ ), se puede deber a la cantidad de carbono, cobre y niobio que tienen un efecto en la región bifásica de esta aleación.

Átomos sustitucionales tenderán a incrementar la energía de activación de la deformación de la austenita y consecuentemente retrasar el comienzo de la recristalización dinámica; los átomos intersticiales promoverá una disminución de la energía de activación por lo cual acelerarán la iniciación de la recristalización dinámica. Para aleaciones como la evaluada en éste estudio, es sabido que el pozo de ductilidad es principalmente controlado por la ferrita inducida por deformación y por el deslizamiento de los límites de grano <sup>(21)</sup>. Esa sería la razón por la cual se presenta generalmente una mayor ductilidad en el acero **E** que en el acero **U**. El primero tiene más carbono (y considerable nitrógeno) y conforme a lo mostrado por Schmidt y Jarleborg <sup>(26)</sup> acerca del desplazamiento de las curvas de la zona bifásica (ferrita + austenita) conforme la temperatura, la cantidad de cromo y la suma del peso en por ciento atómico de los elementos intersticiales de Carbono y Nitrógeno. Véase Apéndice 6.

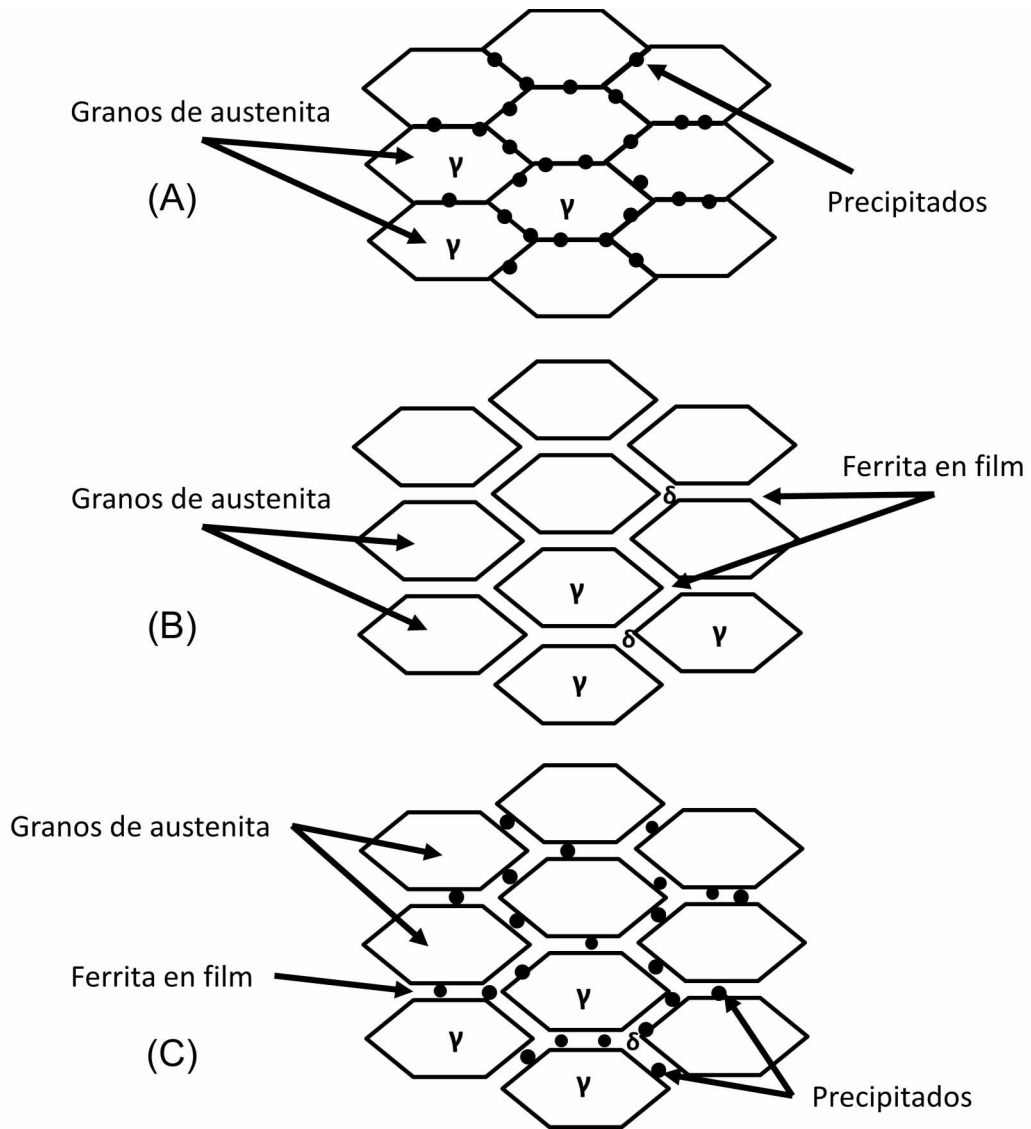


Figura 3. 24 Mecanismos de fragilización en caliente. A) Concentración de esfuerzos en precipitados (rango de austenita); B) Concentración de esfuerzos en ferrita en film (rango de la zona bifásica, ferrita y austenita); C) Concentración de esfuerzos en la ferrita y los precipitados (22).

Tabla 3. 3 Composición química del acero inoxidable 17-4PH utilizado por C.N. Hsiao *et al* (28). Mostrada para fines comparativos de diferencias en la composición química del material utilizado en dichos estudios citados.

<b>C</b>	0.023
<b>Cr</b>	15.7
<b>Ni</b>	4.89
<b>Cu</b>	3.65
<b>Nb + Ta</b>	0.232
<b>Mn</b>	0.73
<b>S</b>	0.001
<b>P</b>	0.0021
<b>Si</b>	0.34
<b>Mo</b>	0.21

### 3.5 Resultados de la caracterización post-ensayo

Aquí se muestran los diversos resultados de la caracterización microestructural de las probetas ensayadas hasta la fractura. Se presentan los resultados que se obtuvieron mediante microscopía electrónica de barrido, análisis por espectrometría de energía dispersiva de rayos X, fractografía y difracción de electrones retrodispersados.

#### 3.5.1 Fotomicrografías SEM y EDS post-ensayo

A continuación se muestran fotomicrografías SEM comparativas entre los aceros **E** y **U**. Se presentan las imágenes representativas para el estudio de

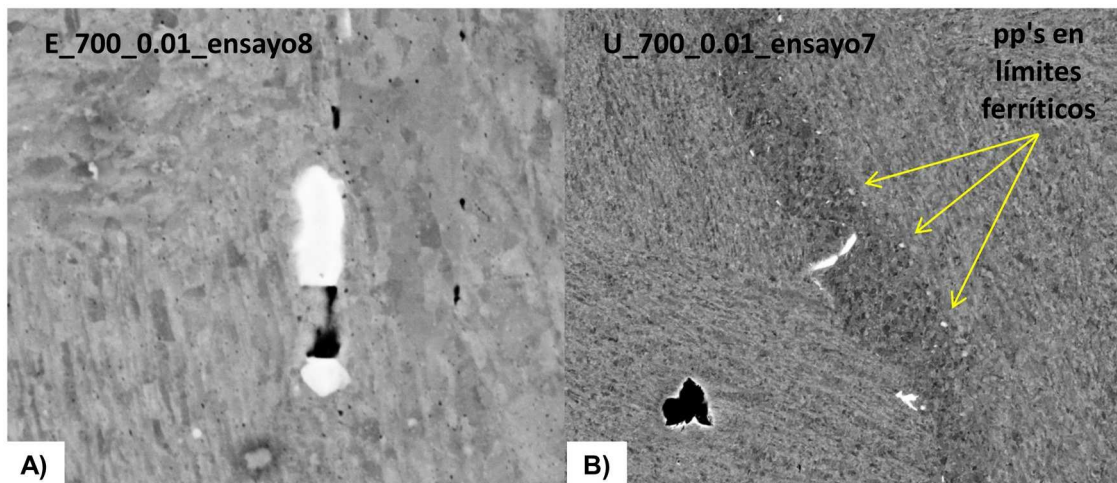


Figura 3. 25 Fotomicrografías SEM que muestran precipitados de Niobio. A) Fotomicrografía de SEM con detector TLD a 8000x, correspondiente al ensayo 8 del fabricante **E** a 700°C y  $SR = 1 \times 10^{-2} s^{-1}$ . B) Fotomicrografía SEM con detector BSED a 2502x, correspondiente al ensayo 8 del fabricante **U** a 700°C y  $SR = 1 \times 10^{-2} s^{-1}$ .

ductilidad en caliente. En la Figura 3. 25 se muestran dos fotomicrografías SEM para los ensayos del fabricante **E** (A) y para el fabricante **U** (B) para los ensayos de 700°C y de velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . En la figura (A) se puede observar la matriz martensítica con un precipitado de NbC (véase sección 4.4.3) aparentemente fracturado y puede ser asociado a una grieta y microcavidades cerca de éste. Aparentemente la fractura puede ser asociada con la concentración de esfuerzos durante la deformación o durante la redistribución de la microestructura conforme ocurrió el enfriamiento de la probeta. Como se discutió en la Sección 3.4.4, los precipitados de Nb (C, N) tienen una estrecha relación con el comportamiento mecánico a alta temperatura de este tipo de acero, ya que interactúan con los límites de grano, y sí se encuentra en cantidad, tamaño y dispersión fina, impedirán el crecimiento de grano a altas temperaturas, manteniendo estable la microestructura.

En la Figura 3. 25 (B) se puede observar la precipitación del Nb (C, N) dentro de una isla de ferrita delta pero preferencialmente en la interface ferrita/martensita, como lo han observado y reportado otros investigadores <sup>(30)</sup>. También se observa una cavidad embebida en la matriz martensítica. Se considera que ésta es debida a que en ese punto nuclearon y colaescieron microcavidades debido a la ferrita delta.

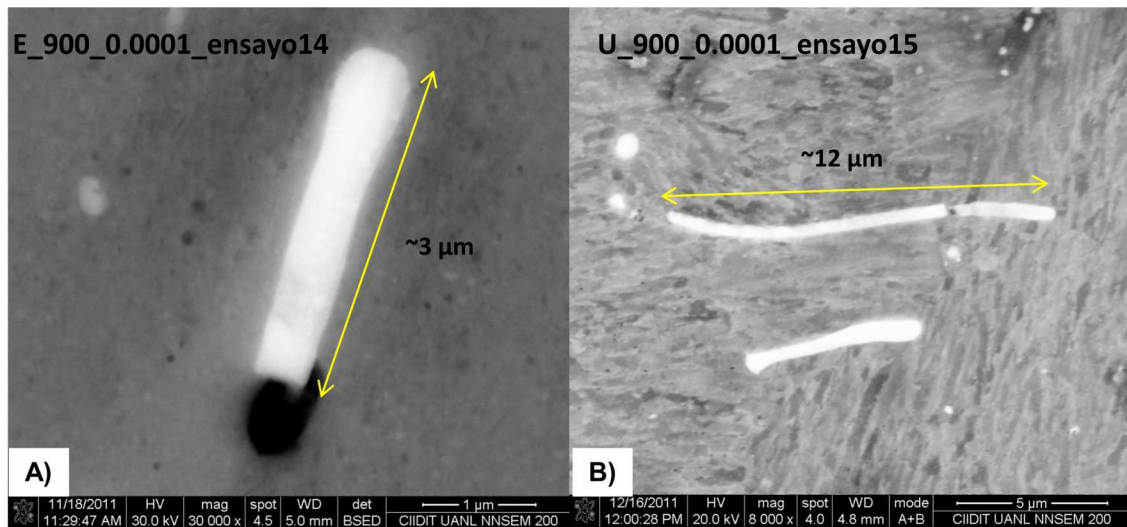


Figura 3. 26 Fotomicrografías SEM que muestran precipitados de Niobio. A) Micrografía de SEM con detector BSED a 8000x, correspondiente al ensayo 14 del fabricante **E** a 900°C y  $SR = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . B) Micrografía SEM con detector TLD a 8000x, correspondiente al ensayo 15 del fabricante **U** a 900°C y  $SR = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .



En la Figura 3. 26 se muestran dos fotomicrografías SEM comparativas para los ensayos correspondientes a los pozos de ductilidad más pronunciados (véase Sección 3.4.4) de los ensayos a 900°C y de velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (velocidad de deformación lenta). Se observa en ambas fotomicrografías la presencia del NbC con formas aciculares, pero de mayor tamaño en la micrografía del material **U** (**B**). En **B**) también podemos observar otros precipitados de NbC pero de tamaños muy pequeños y mejor distribuidos, aparentemente entre la matriz martensítica. Un punto importante a mencionar es la orientación de los precipitados que corresponde a la dirección en la que se realizó la tensión uniaxial. En **A**) podemos observar el precipitado de NbC con una forma rectangular, asociado con una cavidad en uno de los extremos, un factor más que relaciona a este tipos de precipitados con la nucleación y coalescencia de microcavidades durante el proceso termomecánico del ensayo.

Como se sabe, el tamaño de partícula y la fracción de volumen son parámetros muy importantes en los mecanismos de fractura. Estas pueden proveer sitios de nucleación. Las partículas pequeñas, muy cercanas unas a otras, pueden anclar los límites de grano, impidiendo su movimiento y permitiendo la coalescencia de las cavidades <sup>(22)</sup>. Por otra parte, sí las partículas son grandes y se encuentran más separadas, las cavidades se unen con mayor dificultad y no son tan efectivas en el anclado de los límites de grano (véase Figura 3. 26).

Debido a la naturaleza del enfriamiento después de la fractura del material en los ensayos, las microestructuras observadas no corresponden completamente a las presentes durante los ensayos y en base a las observaciones y condición de enfriamiento se tiene que estimar las condiciones microestructurales durante cada ensayo. Además, se utilizaron otras herramientas que nos permiten cuantificar las fases presentes en los aceros inoxidables, una de ellas es el diagrama de Schaeffler <sup>(15), (2)</sup> (ver Apéndice 8) en donde se puede estimar las cantidades de ferrita, austenita o martensita presentes en una aleación de acero inoxidable a temperatura ambiente mediante la obtención del Cromo y Níquel equivalentes. Sin embargo, a pesar de ser un buen punto de referencia de la

microestructura de los aceros inoxidable, no se aplica directamente para altas temperaturas pero brinda una buena aproximación de la cantidad de fases que se encuentren en equilibrio entre sí. En este caso se calcularon el cromo y el níquel equivalentes para la cuantificación de fases en el diagrama de Schaeffler. De la fórmula del diagrama de Schaeffler (ver Apéndice 8) se tienen  $Ni_{equivalente} = 6.085$  y  $Cr_{equivalente} = 16.58$  para **E**; y  $Ni_{equivalente} = 5.56$  y  $Cr_{equivalente} = 16.405$  para **U**. Con eso se puede estimar la cantidad de la fase ferrita presente a la temperatura ambiente de nuestra aleación; para el caso de **E** se tiene un estimado del 15% de ferrita y aproximadamente 20% de ferrita para **U**.

Es posible suponer que si a temperatura ambiente se tiene más ferrita, es probable que en temperaturas altas se presenta ésta con mayor facilidad, probablemente alterando el comportamiento de la ductilidad en caliente de la aleación.

En la Figura 3. 27 se observa una micrografía SEM de muy baja magnificación que muestra la zona de fractura material **E** ensayada a  $700^{\circ}\text{C}$  y  $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Se puede apreciar la orientación preferencial, antes mencionada, de la ferrita y de algunos precipitados (óvalos en amarillo). Debido al corte longitudinal de la micrografía, se establece que la dirección preferencial de la ferrita delta es en la dirección de la carga a tensión ejercida en el ensayo hasta la fractura. Se observa también la precipitación preferencial del Nb (C, N) sobre los límites ferríticos. A su vez también se distingue pequeñas cavidades en las puntas de las islas de ferrita ( $\delta$ ) o muy cerca de esta segunda fase. Dichas observaciones corresponden a lo establecido aquí sobre el principal mecanismo de fragilización en caliente (ver Sección 3.4.4 y Figura 3. 24) relacionada a la nucleación y coalescencia de cavidades en películas de ferrita y sobre precipitados dentro de la ferrita.

En las fotomicrografías de la Figura 3. 28 se observa los precipitados aciculares de NbC, las matrices martensíticas y las islas de ferrita delta alineadas según la dirección de deformación a la tensión. Como se muestra en investigaciones

previas de aceros multifase <sup>(21), (31)</sup>, la morfología de la segunda fase es el factor más importante para el control del comportamiento de deformación.

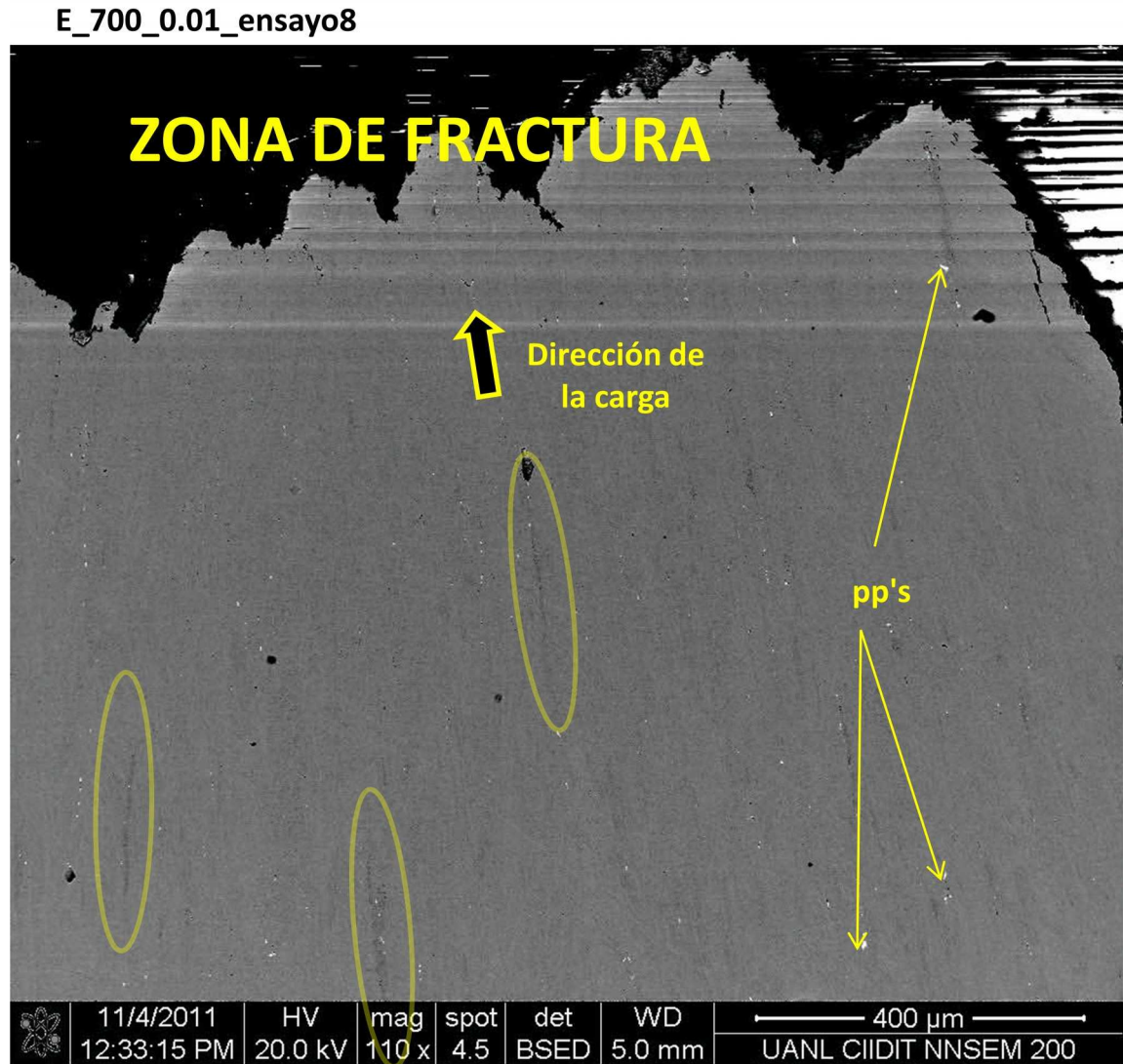


Figura 3. 27 Micrografía SEM de corte longitudinal, detector de electrones retrodispersados (BSED), de baja magnificación correspondiente al ensayo 8 del fabricante **E** a 700°C y  $SR = 1 \times 10^{-2} s^{-1}$ .

Otros estudios <sup>(19)</sup> sugieren que la distribución de precipitados indica que el aumento de los niveles de fósforo resulta en la disminución de la cantidad de precipitados Nb(C, N). Se ha sugerido que la precipitación de Nb(C, N) ocurre en los sitios vacantes y las líneas de dislocación, el fósforo puede segregarse

preferencialmente en esos sitios potenciales de nucleación previniendo la precipitación de los precipitados más dañinos de Nb(C, N) <sup>(32)</sup>. Debido a que **E** tiene una ligera cantidad más de fósforo que el **U**, se puede explicar la presencia de más precipitados (y de tamaños más grande) en las fotomicrografías observadas del fabricante **U**, véase Figura 3. 26. Sin embargo, no se encontró evidencia del fósforo en interfaces o en grietas o cavidades. El fósforo es un elemento el cual segrega fácilmente en los límites de grano en ambas fases, ferrita y austenita y puede esperarse que debilite la cohesión en los límites de grano y así reducir la ductilidad en caliente, favoreciendo la fractura intergranular <sup>(33)</sup>.

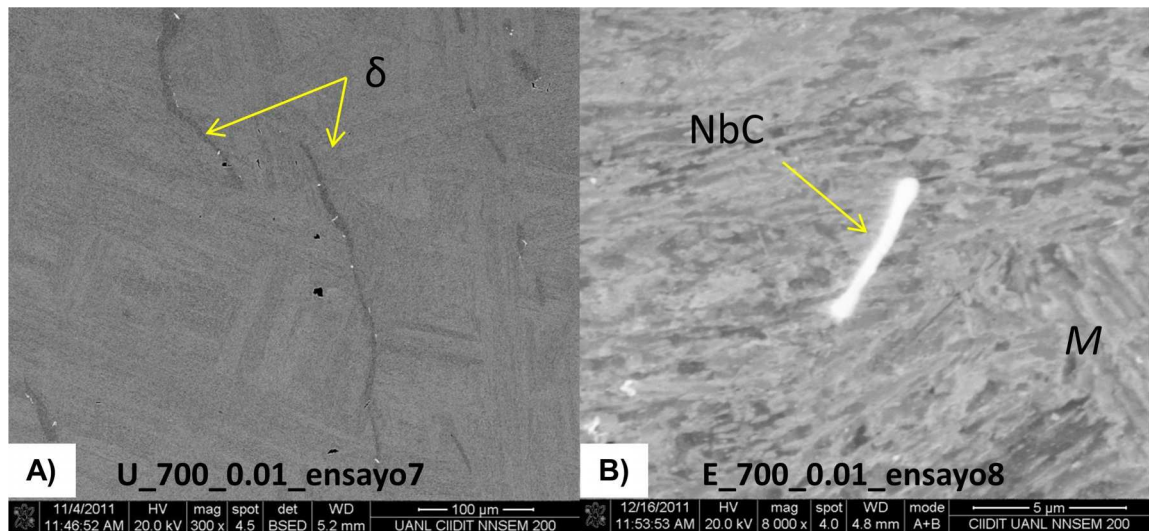


Figura 3. 28 Fotomicrografías SEM. A) Micrografía de SEM con detector BSED a 300x, correspondiente al ensayo 7 del fabricante **U** a 700°C y  $SR = 1 \times 10^{-2} s^{-1}$ .

En la Figura 3. 29 se presentan dos fotomicrografías SEM para el material **U** deformado a 900°C (en el pozo de ductilidad, véase Figura 3. 23) a una velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-2} s^{-1}$ . Se observa la ferrita en la probeta fracturada del ensayo. Los precipitados se observan entre los límites de grano y también se observan cavidades relacionada a las segundas fases presentes en la aleación.

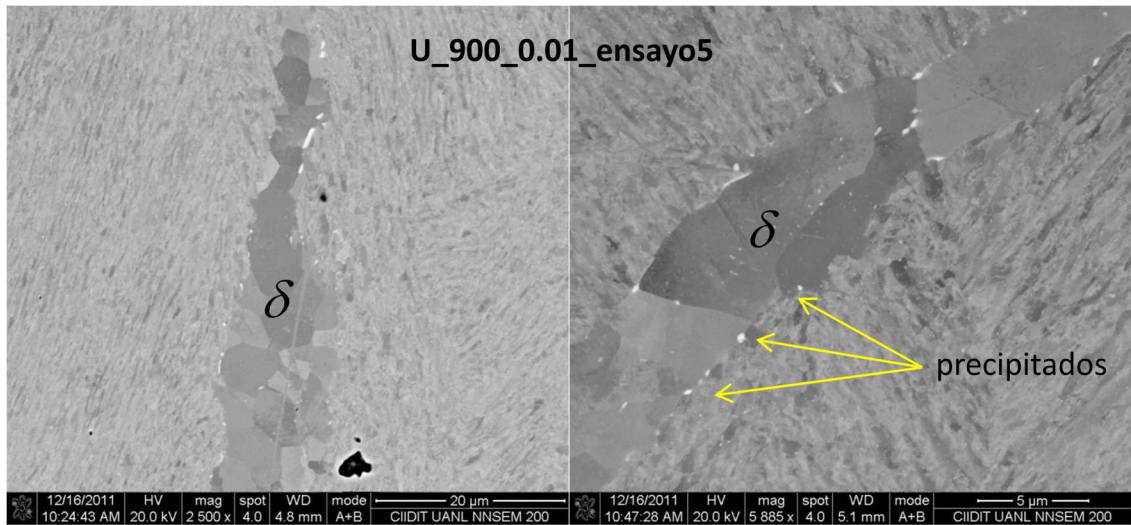


Figura 3. 29 Fotomicrografías SEM para el ensayo 5 del fabricante **U** a 900°C y  $SR = 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Se observa ferrita con precipitados aparentes de NbC en la interface ferrita/martensita.

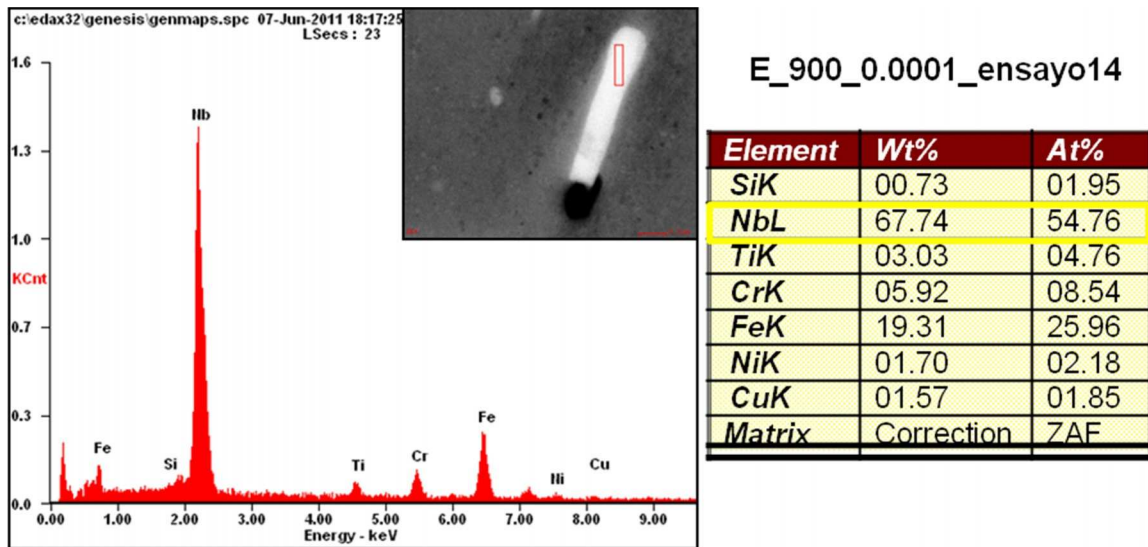


Figura 3. 30 Análisis EDS post-ensayo de un precipitado brillante de la muestra analizada del ensayo 14 del fabricante **E** a 900°C y  $SR = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Se observa en el diagrama y en la tabla que la señal corresponde en su mayor parte al Niobio, seguido por el hierro, cromo titanio y demás. La presencia del Niobio y el titanio indican la posible aparición de precipitados de carburo de Niobio o carburos de titanio. La señal del carbono se alcanza a distinguir en el diagrama muy cerca de los niveles más bajos de energía dispersiva.

En la Figura 3. 30 se observa el resultado de un análisis EDS de un precipitado brillante. Se puede distinguir claramente que la mayor parte de la señal corresponde al nivel  $L\alpha$  del Niobio. La señal del hierro que se detecta proviene de capas inferiores a la de la superficie en donde el haz de electrones del SEM esta interactuando con la muestra.

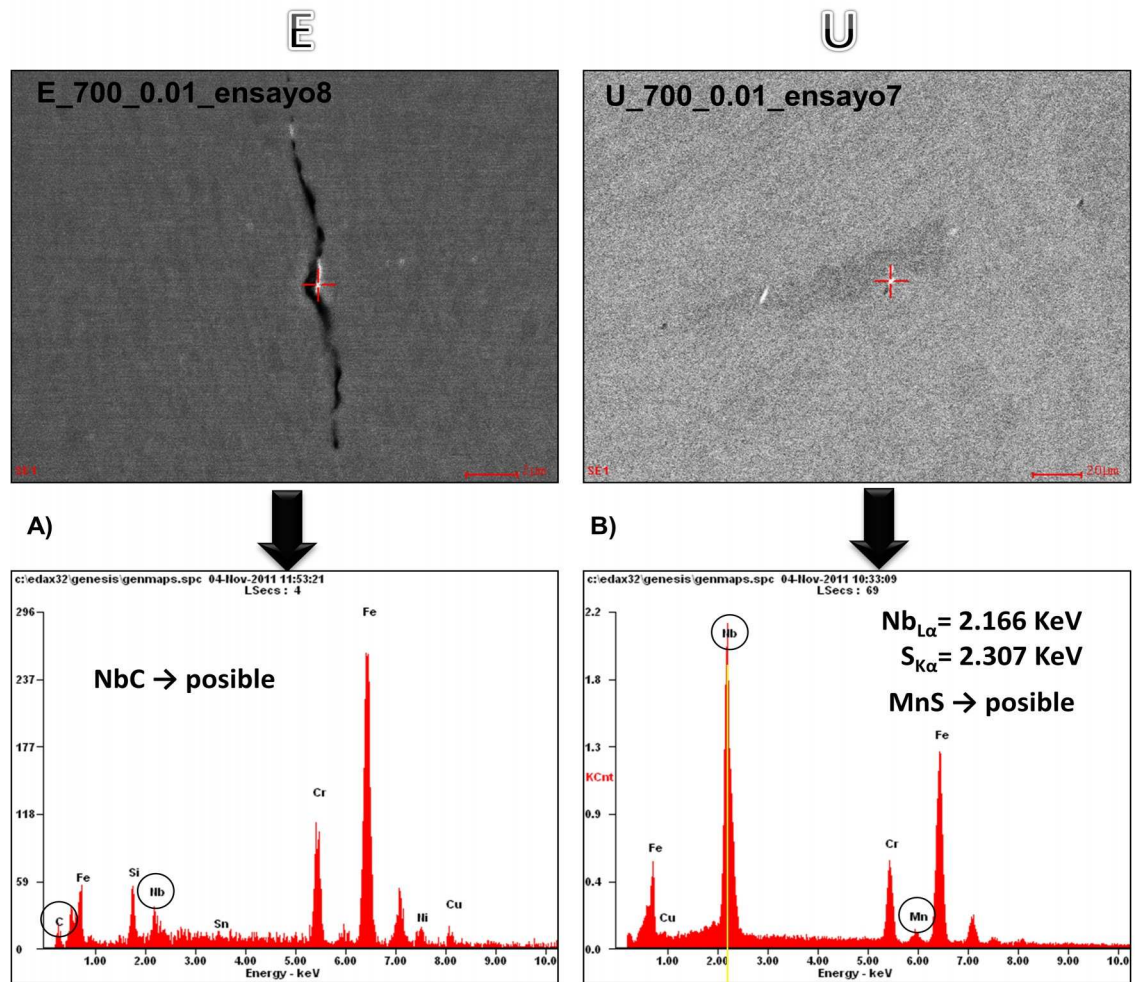


Figura 3. 31 Análisis EDS de dos muestras distintas. A) Análisis puntual EDS del ensayo 8 del fabricante **E** a 700°C y  $SR = 1 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ . Se observan diferentes elementos en el análisis puntual sobre un extremo de la grieta. La presencia de estaño y silicio indican la posible presencia de precipitados dañinos que se segregaron hacia

En la Figura 3. 31 se muestra el resultado de un par de análisis EDS para los ensayos a 700°C y  $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  de ambos materiales en estudio. En el EDS (A) realizado sobre el borde de una grieta, muestra la presencia de Niobio y de Carbono, por lo que este espectro puede ser asociado al Carburo de Niobio. Por otra parte, la aparición de las señales como la del estaño, cobre y silicio indican que pueden estar presentes y relacionados con las grietas, en concordancia por lo encontrado por Matsuoka *et al.* <sup>(34)</sup>. En (B) se observan los resultados del análisis EDS de un punto brillante (aparentemente un precipitado de Niobio) en el material **U**. La presencia de la señal del Mn y una posible señal superpuesta de azufre, en la señal del Niobio, generan la posibilidad de que se trate de punto en el límite ferrítico con MnS, precipitado plenamente identificado como dañino <sup>(18), (22), (23)</sup> para la ductilidad en caliente de muchos tipos de aceros.

El pozo de ductilidad a alta temperatura es asociado a la precipitación fina de partículas finas de Nb (C, N). A bajas temperaturas la caída de ductilidad es asociada con el crecimiento de los precipitados <sup>(21)</sup>, véase Figura 3. 23.

### 3.5.2 Fractografía y mediciones de reducción de área

Se realizaron fractografías mediante estereoscopía y SEM, además de las mediciones del diámetro en la superficie de fractura para la obtención de la reducción en área (véase Sección 1.6.4).

En la Figura 3. 32 se puede observar el área de fractura del acero **E** a la temperatura de 1000°C y velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  con detector TLD de la superficie de fractura. Se puede apreciar la existencia de una gran cantidad de pequeñas cavidades cubriendo los granos, esto sugiere que la fractura sobrevino como consecuencia de su crecimiento y coalescencia. Este mecanismo es conocido como *dimple rupture* <sup>(13)</sup>. Por las evidencias encontradas se cree que los precipitados de niobio y posiblemente los de cobre son los principales puntos de nucleación de las microcavidades.

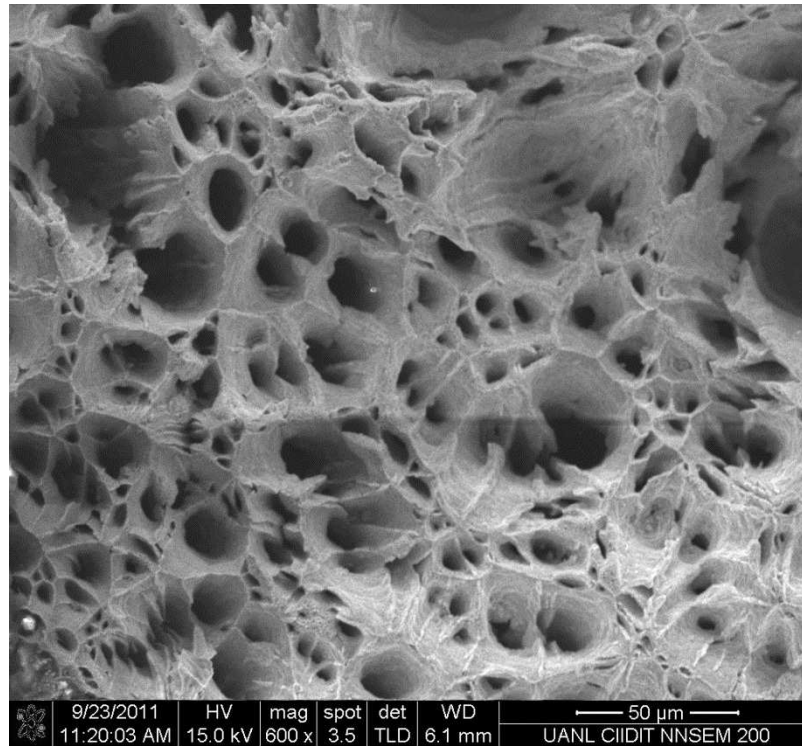


Figura 3. 32 Fractografía SEM del material **E** a 1000°C y  $SR = 1 \times 10^{-1} s^{-1}$  con detector TLD, 600x.

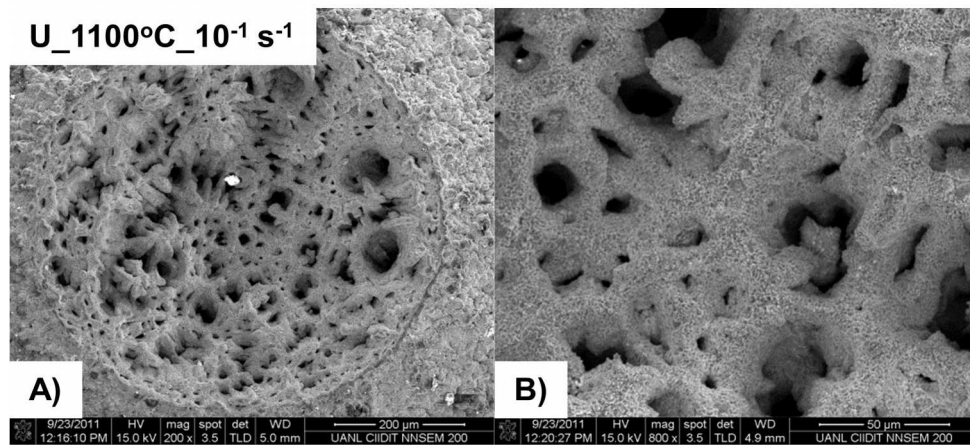


Figura 3. 33 Fractografía SEM del material **U** a 1100°C y  $SR = 1 \times 10^{-1} s^{-1}$ . A) Detector TLD, 200x. B) Detector TLD, 800x. Muestras visiblemente oxidadas.



En la Figura 3. 33 se observa dos fractografías del ensayo a 1100°C con velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  para **U**. En (A) se muestra la imagen con detector TLD a 200x la zona de fractura de la probeta y en el inciso B) la misma zona pero a 800x. Al igual que en la Figura 3. 32, se aprecia que las microcavidades son las que nuclearon y coalescieron hasta lograr la fractura, por lo que se supone como mecanismo de fractura dúctil a la nucleación de microcavidades (*dimple rupture*).

Con la fractografía mediante estereoscopia, se obtuvieron buenos resultados para la medición del diámetro de la superficie de fractura en todos los ensayos. Sin embargo, las superficies sufrieron considerable oxidación y una fractografía “limpia” no se pudo llevar a cabo, sin embargo esto no afecto de manera significativa el análisis del modo de fractura. A continuación se muestran las superficies de fractura para todas las pruebas (véase Tabla 2. 3).

En la Figura 3. 34, Figura 3. 35 y Figura 3. 36 se muestran las fractografías en estereoscopia. Las escalas y/o aumentos varían dependiendo del enfoque y del área de fractura que se tiene en el ensayo, por lo que la función es ilustrativa y comparativa.

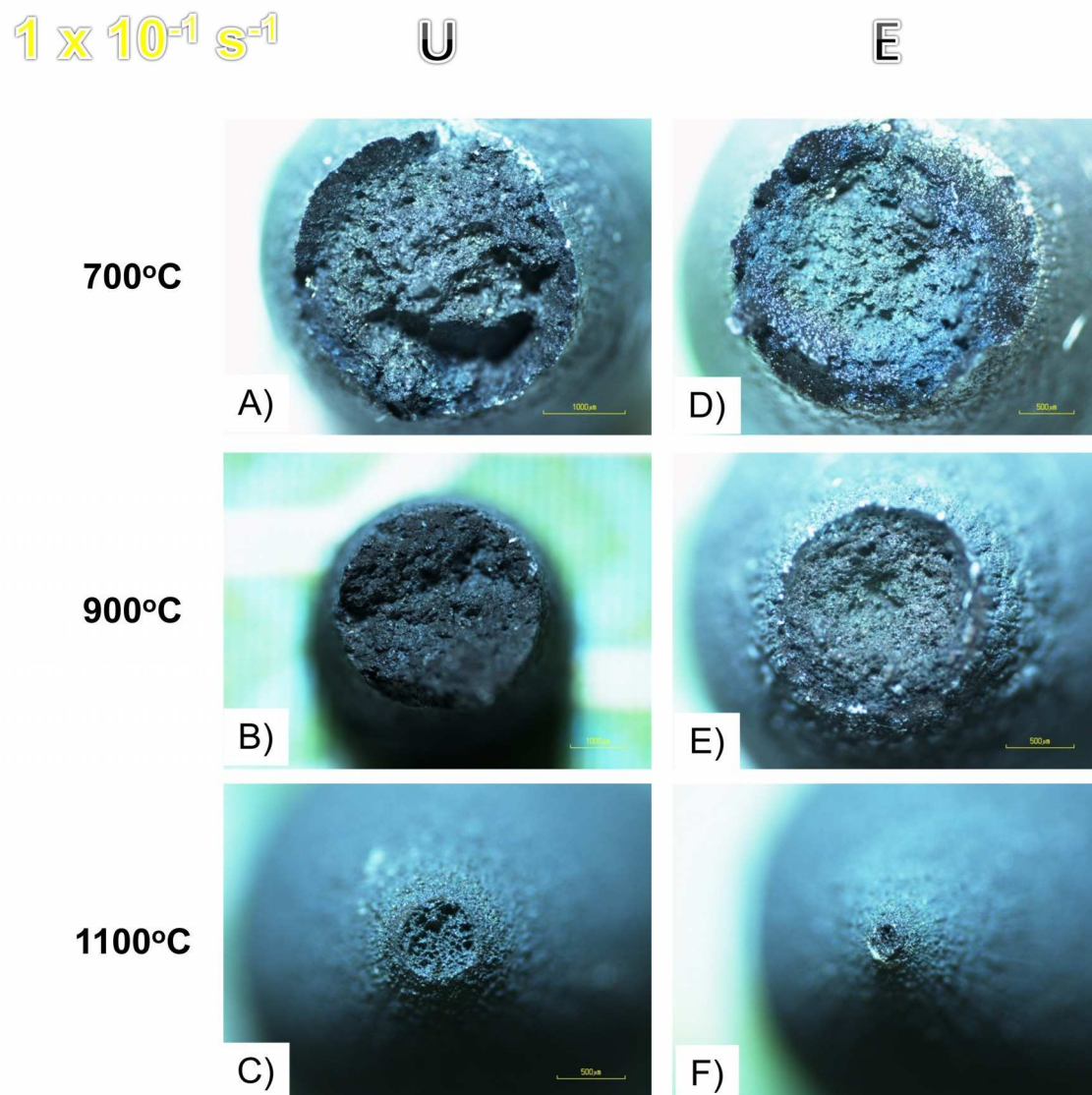


Figura 3. 34 Imágenes fractográficas ensayos a  $SR = 1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . Columna izquierda: material **U**. Columna derecha: material **E**. Primera fila: áreas de fractura a 700°C. Segunda fila: áreas de fractura a 900°C. Tercera fila: áreas de fractura a 1100°C.

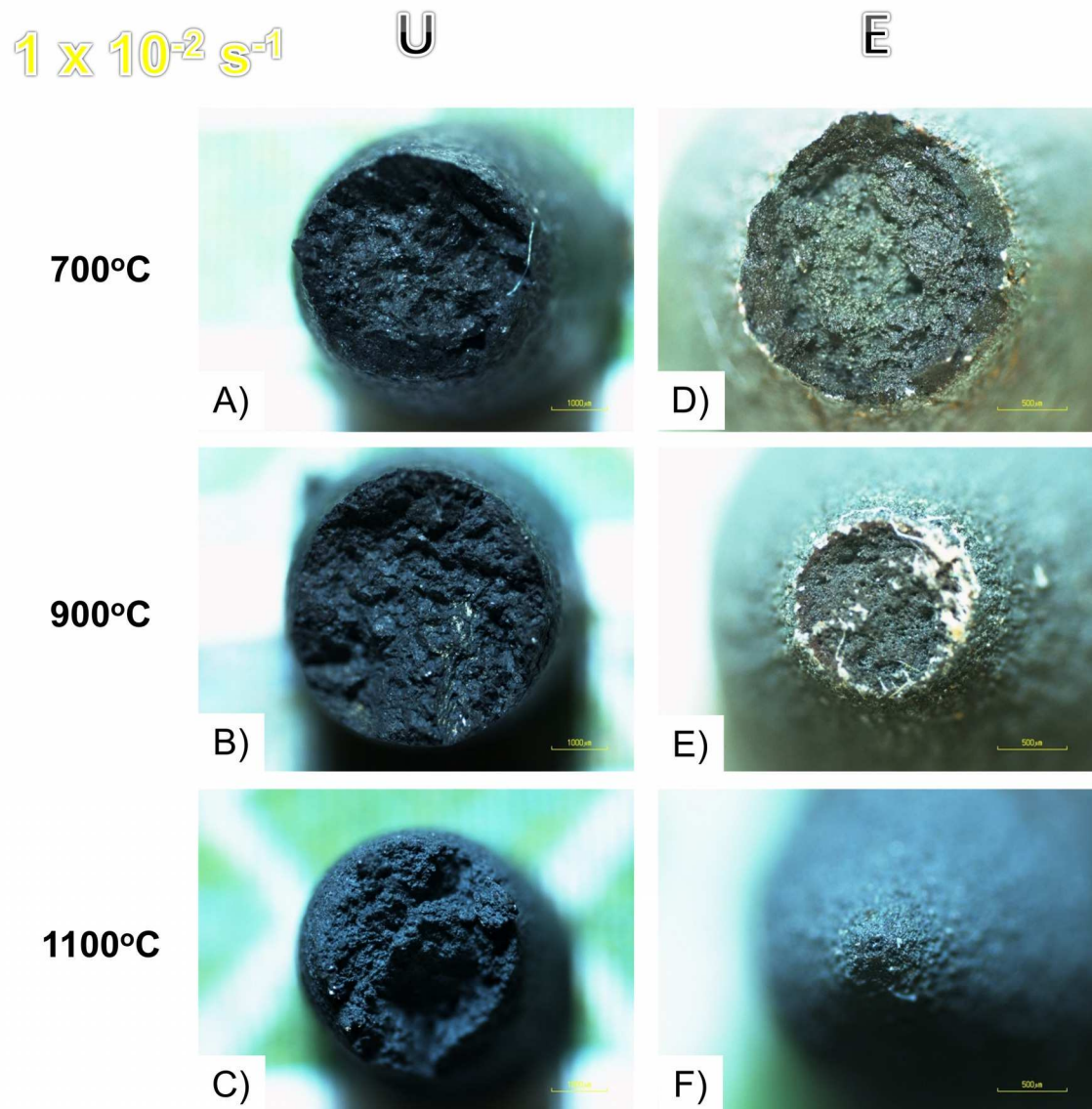


Figura 3. 35 Imágenes fractográficas ensayos a  $SR = 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Columna izquierda: material **U**. Columna derecha: material **E**. Primera fila: áreas de fractura a 700°C. Segunda fila: áreas de fractura a 900°C. Tercera fila: áreas de fractura a 1100°C.

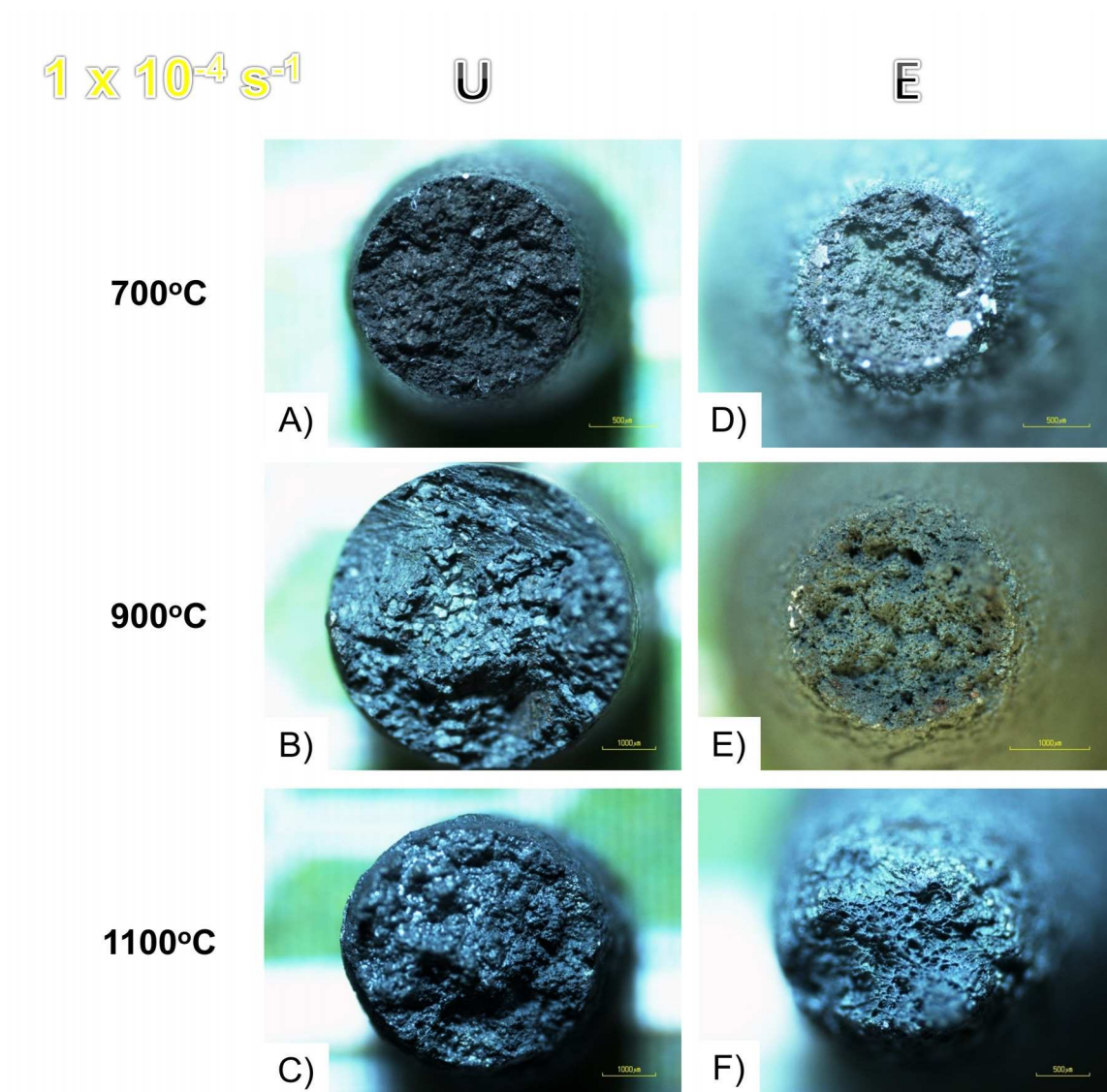


Figura 3. 36 Imágenes fractográficas ensayos a  $SR = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Columna izquierda: material **U**. Columna derecha: material **E**. Primera fila: áreas de fractura a 700°C. Segunda fila: áreas de fractura a 900°C. Tercera fila: áreas de fractura a 1100°C.

En las fractografías se observa las diferentes variaciones en forma, relieve y tipo de fractura en las pruebas realizadas, resaltando las fractografías de 900°C en donde se encuentran los pozos de ductilidad. En las fracturas correspondientes a los pozos de ductilidad, se observan fracturas frágiles en donde el relieve de la fractura es totalmente irregular. Caso contrario a los ensayos de más alta temperatura, en donde el área de fractura es apenas visible y en donde se distinguen las microcavidades.

### 3.5.3 EBSD

Con el objetivo de complementar los análisis de EDS realizados en este estudio, y para corroborar la precipitación del carburo de Niobio se utilizó en conjunto la técnica de EBSD (Electron Backscatter Diffraction). En la Figura 3. 37 y Figura 3. 38 se muestran la pantalla de resultados de la indexación de las líneas de *Kikuchi* para una partícula de NbC y la otra en la fase martensítica. Con lo que se verificó que los precipitados con alto contenido de Nb, son precipitados de Carburo de Niobio.

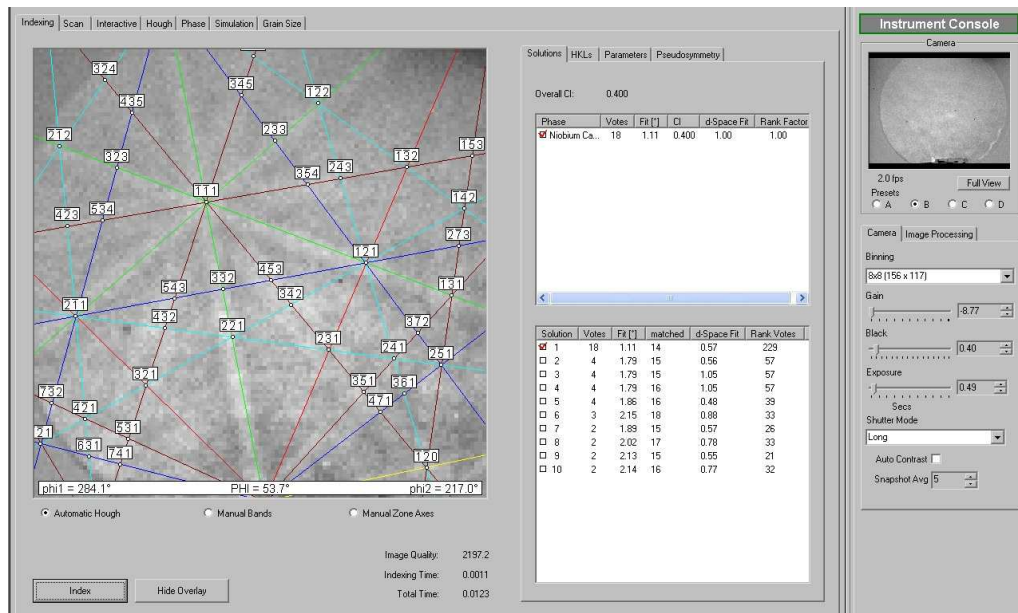


Figura 3. 37 Análisis EDS de una partícula de NbC.

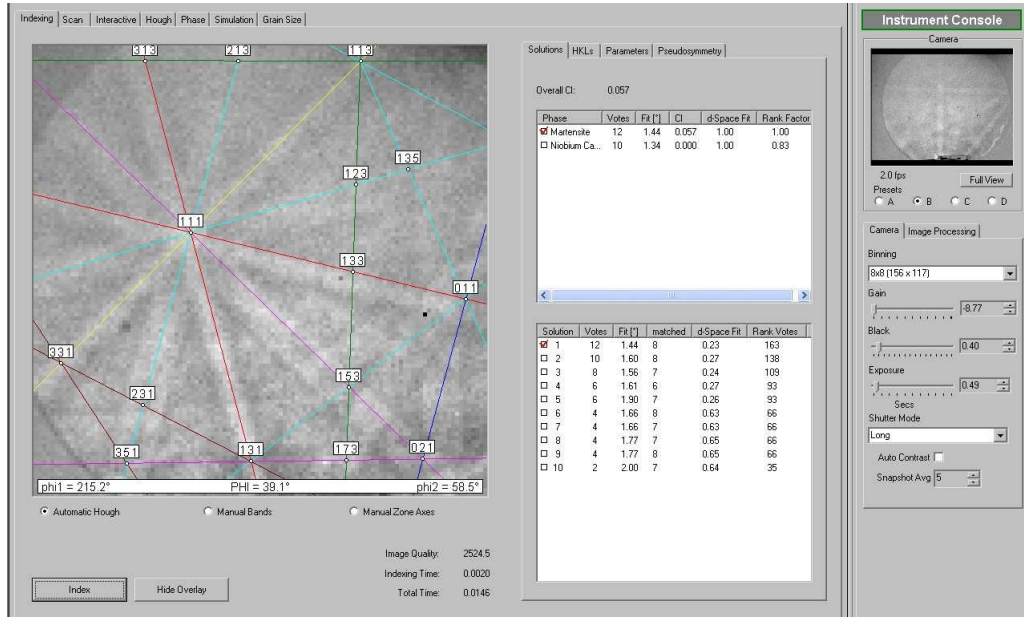


Figura 3. 38 Análisis EDS de una matriz martensítica.

## Capítulo IV

### Conclusiones y recomendaciones

En base a los resultados observados en esta investigación, es posible enunciar las siguientes conclusiones:

- La dureza pre-ensayo difiere muy poco entre las aleaciones estudiadas. Se encontró que la dureza de la matriz, martensita, es muy similar para ambos materiales.
- En las curvas de flujo (ver Sección 3.3.1) se observa el comportamiento “serrado” con múltiples picos de fluctuación en el YS (*yield stress*) o esfuerzo de cedencia, lo que se traduce en cedencia discontinua. Para todo el rango de temperaturas estudiado, se presentó el fenómeno de DSA (*Dynamic Strain Aging*, por sus siglas en inglés). Por lo anterior se sugiere que el rango de temperatura en el estudio de ductilidad en caliente estudiado en este trabajo, de 700°C a 1100°C, y para una velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , se encuentra una región frágil azul (*blue brittle region*) (12) que se caracteriza por una cedencia discontinua en la sección de deformación plástica de la curva de flujo.
- No se encontró evidencia directa de zonas de alta concentración de soluto (zonas de *Guiner-Preston*) mediante análisis de EDS. Se considera factible la fusión incipiente en los ensayos hechos a temperaturas de 1000°C, los cuales son cercanos a la  $T_f$  del cobre (1083°C) y que los ensayos a 1100°C que superan la  $T_f$  del cobre.

- La composición química y la microestructura juegan un papel importante en el comportamiento mecánico a alta temperatura de la aleación 17-4PH. La matriz martensítica (a temperatura ambiente), la austenita (a altas temperaturas), la ferrita delta (observada a temperatura ambiente y la que actúa a altas temperaturas), junto con los precipitados, son puntos importantes en el comportamiento mecánico en la forja de la aleación 17-4PH.
- Es posible relacionar el grado y tipo de impurezas, presentes en la aleación, de acuerdo a la metalurgia de fundición que se empleó para la producción de la aleación. Se recomienda el análisis de ductilidad para esta aleación con fabricantes que tengan el mismo proceso de metalurgia de fundición para fines comparativos en propiedades mecánicas a altas temperaturas. El tipo de fractura, observada en la fractografía por SEM, para las probetas ensayadas de ambos materiales corresponde al tipo de Dimple Rupture (13) (nucleación de microcavidades) para las con mayor ductilidad y fractura del tipo corte transgranular para las fracturas de los ensayos de menor ductilidad.
- La fase ferrita que se observa en las fotomicrografías de los ensayos realizados, influye en el comportamiento de la aleación debido a que es una fase más suave que la austenita hace que la ferrita sea un punto preferencial para la deformación, concentrando esfuerzos y llevando a la deformación localizada, lo que disminuye la cohesión entre los granos austeníticos y provocando menor resistencia a la tensión. La ferrita también concentra la mayor cantidad de elementos aleantes y contaminantes.
- De la gráfica de ductilidad (ver Figura 3. 23) podemos determinar empíricamente el rango de temperatura  $A_{r1} < T < A_{r3}$ . Que en nuestro caso corresponde a 900°C para las velocidades de deformación de  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  y



$1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , y correspondiente a  $1000^\circ\text{C}$  para la velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

- Los límites ferríticos presentan una visible segregación de precipitados, tales como el carburo de niobio, y existe la posibilidad de la segregación de otros precipitados perjudiciales tales como el sulfuro de manganeso.
- La orientación del precipitado de carburo de niobio, la fase ferrita delta y las grietas, como se observa en la Sección 4.4.1, siguen la misma dirección que es correspondiente a la dirección de la tensión en la probeta. Por lo que se asume un agrietamiento en dirección preferencial.
- Se encontró que el carburo de niobio, su tamaño y forma de precipitado, son factores de suma relevancia en el comportamiento mecánico a alta temperatura de la aleación 17-4PH.
- Se observaron grietas preferencialmente cerca de las “islas” de ferrita delta, a su vez cerca o en contacto con los precipitados de NbC. Por ello, se asume que la mecánica de fractura se ve alterada por la forma de agujas de los precipitados de carburo de niobio.
- Dada la composición química que poseen los aceros aquí estudiados (con elementos residuales como azufre, fósforo y estaño), la pérdida de ductilidad que sufren a temperaturas por encima de  $A_3$ , también puede ser debida a la presencia de MnS y/o posibles segregaciones de los elementos residuales, en especial del cobre y del estaño <sup>(35), (18)</sup>.
- Procesos industriales de procesamiento termomecánico, como la forja, para este acero debe de ser conducido en el rango de temperatura de estabilidad de la fase austenítica <sup>(37)</sup> para evitar la fragilidad por el fenómeno de la nucleación de la ferrita en películas entre los granos austeníticos.

Las recomendaciones son:

- Se recomienda emplear dilatometría para definir con más exactitud las temperaturas de cambio de fase para la aleación de acero inoxidable 17-4PH. A su vez, se recomienda la repetición de ensayos para una mayor certidumbre de resultados.
- Se recomienda el estudio de la cinética de precipitación específicamente para el carburo de niobio dentro de esta aleación para la mejor comprensión de la interacción de éste y la matriz austenítica a temperaturas altas y de la matriz austenita+ferrita en el rango de temperaturas que corresponde al pozo de ductilidad.
- Se recomienda la estimación del tamaño crítico de precipitado de NbC para la pérdida de ductilidad en el acero
- Respecto al ensayo, se recomienda la utilización de maquinas Gleelbe® para una simulación más veraz de las velocidades de deformación aquí estudiadas, de las temperaturas de deformación y para la realización de los ensayos con vacío sin la oxidación típica que se presenta en los ensayos de alta temperatura en atmosferas abiertas o semi-inertes.
- Se recomienda, para el procedimiento del ensayo de tensión a alta temperatura, la utilización de temple para la retención de las fases y precipitados presentes a la temperatura y condiciones durante la fractura en el ensayo. Con eso se podría estimar el grosor de las películas de ferrita presente a la temperatura específica de los ensayos realizados, así como el tamaño y forma de los precipitados importantes que se encuentran en ese punto y a esa temperatura. Se recomienda la realización de los ensayos con hornos de control automatizado para fijar las rampas de calentamiento mediante dilatometría para determinar las temperaturas de la transformación de martensita a austenita en el acero 17-4PH en función de la velocidad de calentamiento.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Castro, R. [ed.] B. Baroux, and G. Beranger P. Lacombe. Les Ulis : s.n., 1993. pp. 1-12. Capítulo 1.
2. Totten, George E. Steel Heat Treatment Handbook. Portland : CRC Press, 2006. pp. 707-751. ISBN 0-8493-8455-9.
3. Streicher, M.A. [ed.] R.Q. Barr. Londres : s.n., 1978, Stainless Steel' 77, pp. 1 - 34. Climax Molybdenum Company.
4. Monnartz, P. 1911, Metallurgie, Vol. 8, pp. 161-176, 193-203.
5. Bain, E.C.; Griffiths, W.E. 75, 1927, Transactions, pp. 166-213. AIME.
6. Perry, D.C.; Jasper, J.C. [ed.] I.M. Bernstein D. Peckner. Handbook of stainless steels. New York : McGraw-Hill, 1977, 7. pp. 7-1-7-18.
7. J. Bourrat, C. Goux. [ed.] B. Baroux, G. Beranger P. Lacombe. Stainless steels. 1993, 19, pp. 659-692.
8. Washko, S.D. and Aggen, G. ASM Handbook. 10ma. 1990. Vol. 1.
9. Techonologies, Lambda.  
<http://www.lambdatechs.com/publications/application-notes.html>.
10. forgings, special steel. <http://www.specialsteel-forgings.com/steel-news/>.
11. Trading, Zeusan. [http://www.exporting.com.br/index\\_ing.php?op=4](http://www.exporting.com.br/index_ing.php?op=4).
12. Dieter, George Ellwood. Mechanical metallurgy SI Metric Edition. [ed.] Adapted by David Bacon. s.l. : McGraw-Hill. ISBN 0-07100406-8.
13. ASM Metal Handbook Fractography. s.l. : ASM International, Vol. 12.
14. Decker, R. F. 1973, Metall. Trans., Vol. 4, pp. 2508 - 2611.
15. Badeshia, H.K.D.H; Honeycombe, R.W.K. Tercera. s.l. : Butterworth-Heinemann, 2006. ISBN-13: 978-0-750-68084-4.
16. Wang, Jun; Zou, Hong; Li, Cong; Qiu, Shaoyu; Shen, Baoluo. 59, s.l. : Elsevier, 2008, MATERIALS CHARACTERIZATION, pp. 5 8 7 – 5 9 1. doi:10.1016/j.matchar.2007.04.018.
17. Sellars, M.; Tegart, J. McG. 1972, Int. Metal. Rev., Vol. 12, pp. 1-24.

18. Calvo, J.; Cabrera, J. M.; Prado, J. M. 1, Madrid : s.n., 2006, Revista de Metalurgia, Vol. 42, pp. 11-17. ISSN: 0034-8570.
19. Kapoor, Rajeev; Batra, I.S. 371, s.l. : Elsevier, 2004, Materials Science and Engineering A, pp. 324 – 334. doi:10.1016/j.msea.2003.12.023. 0921-5093/\$.
20. Smolej, Anton; Skaza, Brane; Matevz. 4, s.l. : RMZ, 2009, Materials and Geoenvironment, Vol. 56, pp. 389-399.
21. Kim, Sung K.; Kim, June Sung; Kim, Nack J. Marzo 2002, METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, Vol. 33A, pp. 701-704.
22. Cardoso, G.I.S.L.; Yue, S. 1989, Mechanical working and steel processing proceedings, pp. 585 - 593.
23. Suzuki, H. G.; Nishimura, S.; Yamaguchi, S. 1982, Trans. Iron Steel Japan, Vol. 22, pp. 48-56.
24. Funell, G. D.; Davies, R. J. 1978, Met. Technol., pp. 150-153.
25. Courtois, E.; Epicier, T.; Scott, C. Suiza : Trans Tech Publications, 2005. Materials Science Forum. Vols. 500-501, pp. 669-676. doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501-669.
26. Schmidt, W.; Jarleborg, O. 1972. p. 118.
27. Andrews, K. W. 1965, Iron Steel Inst, Vol. 203, pp. 721-727.
28. Hsiao, C.N.; Chiou, C.S.; Yang, J.R. 74, s.l. : Elsevier, 2002, Materials Chemistry and Physics, pp. 134 - 142. 0254-0584/02/\$. PII: S0 2 5 4 -0 5 8 4 (0 1 )0 0 4 6 0 -6.
29. Mintz, B.; Jonas, J. J. 721-727, 1994, Mater. Sci. Technol., Vol. 10.
30. Murayama, M.; Katayama, Y.; Hono, K. 1999, Metall. Mater. Trans. A., Vol. 30A, pp. 345-353.
31. Jui-Hung Wu, Chih-Kuang Lin. 38, s.l. : Kluwer Academic Publishers, 2003, JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE, Vols. 0022–2461, pp. 965 - 971.
32. Ohmori, Y.; Maehara, Y. 25, 1984, Trans. Jpn. Inst. Met., Vol. 3, p. 160.
33. Mintz, B.; Cowley, A.; Tailan, C.; Crowther, D. N.; Abushosha, R. Febrero 2003, Materials Science and Technology, Vol. 19, pp. 184-188.

34. Matsuoka, Hideki; Osawa, Koichi; Ono, Moriaki; Ohmura, Masanori. 3, 1997, ISIJ International, Vol. 37, pp. 255 - 262.
35. Mintz, B. 39, 1999, ISIJ International, pp. 833-855.
36. Mirzadeh, Hamed; Najafizadeh, Abbas; Moazeny, Mohammad. s.l. : The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International, December 2009, METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, Vol. 40A, pp. 2950 - 2958. DOI: 10.1007/s11661-009-0029-5.
37. ASM Metal Handbook Alloy Phase Diagrams. s.l. : ASM International. Vol. 3.
38. Foct, F.; Boursier, J.-M.; Cipièrre, M.-F.; Dordonat, M.; Gaubert, B.
39. Chiang, W.C.; Pu, C.C.; Yu, B.L.; Wu, J.K. s.l. : Elsevier, 2003, Materials Letters 57, pp. 2485– 2488.
40. Christien, F.; Gall, R. Le; Saindrenan, G. 48, s.l. : PERGAMON, 2003, Scripta Materialia, pp. 301 - 306. PII: S13 5 9-6 4 62 (0 2 )0 03 1 0-X.
41. Colombier; Hoffman. [ed.] Edward Arnold. London : s.n., 1967.
42. Gonzalez, B.M.; Castro, C.S.B.; Buono, V.T.L.; Vilela, J.M.C.; Andrade, M.S.; Moraes, J.M.D.; Mantel, M.J. s.l. : Elsevier, 2002, Materials Science and Engineering, Vol. A343, pp. 51 - 56. 0921-5093/02/\$.
43. Gaskell, David R. Introduction to metallurgical thermodynamics. s.l. : Hemisphere Pub. Corp., 1981.
44. K. S. Raja, K. Prasad Rao. 12, s.l. : Chapman & Hall, 1993, JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE LETTERS, pp. 963-966. 0261-8028.
45. Mintz, B. 1996, Mater. Sci. Technol, Vol. 12, pp. 132-138.
46. Mintz, B.; Abushosha, R.; Comineli, O.; Oliveira, M. A. Loyola de. 1997, Thermec'97, Vol. I, pp. 867-873.
47. Mirzadeh, H.; Najafizadeh, A. 116, s.l. : Elsevier, 2009, Materials Chemistry and Physics, pp. 119 - 124. doi:10.1016/j.matchemphys.2009.02.049. 02540584/\$.
48. Mirzadeh, H.; Najafizadeh, A. 31, s.l. : Elsevier Ltd., 2009, Materials and Design, pp. 1174-1179. 0261-3069.
49. Mirzadeh, H.; Najafizadeh, A. 31, s.l. : Elsevier Ltd., 2010, Materials and Design, pp. 4577-4583. 0261-3069/\$.

50. Shakshin, N. I.; Deordiev, G. I.; Scherbinin, V. E.; Moorthy, V.; Jayakumar, T.; Bhattacharya, D. K.; Kalyanasundaram, P.; Raj, Baldev. 6, 1997, NDT&E International, Vol. 29, pp. 379-385. PII: S0963-8695(96)00041-2.
51. Viswanathan, U. K.; Banerjee, S.; Krishnan, R. s.l. : Elsevier Seguoia, 1988, Materials Science and Engineering, Vol. A104, pp. 181 - 189. 0921-5093/88/\$3.50.
52. Wang, Jun; Zou, Hong; Li, Cong; Qiu, Shao-yu; Shen, Bao-luo. 57, s.l. : Elsevier, 2006, Materials Characterization, pp. 274 - 280. doi:10.1016/j.matchar.2006.02.004. 1044-5803/\$.
53. Yanushkevich, Z.; Mogucheva, A.; Tikhonova, M.; Belyakov, A.; Kaibyshev, R. 62, s.l. : Elsevier Ltd., 2011, MATERIALS CHARACTERIZATION, pp. 432 – 437. 1044-5803/\$.
54. Wu, Jui-Hung Lin; Chih-Kuang. June 2002, METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, Vol. 33A, pp. 1715 - 1724.

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. 1 Convertidor de Bessemer .....	15
Figura 1. 2 Mineral de Crocoíta o <i>Plomo rojo de Siberia</i> . .....	19
Figura 1. 3 Alabes para compresores de turbinas militares. Se muestra un avión militar estadounidense C-130 Hércules <sup>(9)</sup> .....	25
Figura 1. 4 Se observa en la figura, un anillo forjado de aleación 17-4 PH para turbinas de gas para generación de energía eléctrica <sup>(10)</sup> .....	25
Figura 1. 5 Tornillería de acero inoxidable martensítico 17-4 PH. ....	26
Figura 1. 6 “ <i>Brackets</i> ” dentales hechos de acero inoxidable 17-4 PH usados en ortodoncia común <sup>(11)</sup> .....	26
Figura 1. 7 Sección de tubería para unión con bridas, comúnmente utilizada en plantas del ramo petrolero, de acero inoxidable 17-4 PH <sup>(10)</sup> .....	27
Figura 1. 8 Curva Esfuerzo-Deformación típica <sup>(12)</sup> .....	28
Figura 1. 9 Interpretación gráfica del criterio de encuellamiento de un espécimen cilíndrico en una prueba de tensión. ....	32
Figura 1. 10 Construcción de <i>Considère</i> para la determinación de punto de carga máxima e inestabilidad en tensión. ....	33
Figura 1. 11 Esquema del diagrama $\delta$ -e de los cambios de la curva de flujo con respecto a la temperatura de un acero dulce <sup>(12)</sup> .....	36
Figura 1. 12 Curvas esfuerzo-deformación para un acero de bajo carbono. Región <i>A</i> , material original deformado hasta la cedencia. Región <i>B</i> , material inmediatamente re-ensayado después de alcanzarse el punto <i>X</i> . Región <i>C</i> , reaparición e incremento del punto de cedencia después de un envejecido a 400K <sup>(12)</sup> .....	39
Figura 1. 13 Esquema del efecto <i>Portevin-LeChatelier</i> en el hierro. (12) .....	40
Figura 1. 14 Tipos de microestructuras de doble fase. (a) Estructura agregada, (b) Estructura dispersa <sup>(12)</sup> .....	42
Figura 1. 15 Variación del esfuerzo de cedencia respecto al tiempo de envejecido. La primera parte se presentan las zonas <i>GP</i> o zonas ricas en soluto <sup>(12)</sup> .....	44

Figura 1. 16 Tipos reforzamiento de metales por partículas finas. A) Una dislocación cortando una partícula y, B) Dibujo esquemático del mecanismo de Orowan, envolvimiento de partículas de segunda fase por una dislocación <sup>(12)</sup>. 44

Figura 1. 17 Tipos de fractura más comunes en ensayos a tensión. A) fractura totalmente frágil. B) Fractura de copa y cono y C) fractura totalmente dúctil. ... 46

Figura 2. 1 Material recibido en forma de cilindros de 1" de diámetro y 3" de largo, maquinadas de "billets" de aleación 17-4PH que se usa en la industria para la forja y rolado de anillos. .... 50

Figura 2. 2 Microdurómetro *HMV2 Shimadzu* en donde se realizaron las mediciones de Microdureza Vickers. .... 52

Figura 2. 3 Matrices de indentaciones para dos especímenes, material **E** y **U**. 53

Figura 2. 4 Se muestra la fotografía de una probeta ya maquina a escala real. El *gage length* (longitud calibrada) de la probeta es de aproximadamente 29 mm. .... 57

Figura 2. 5 Dados adaptadores maquinados. .... 57

Figura 2. 6 Se observan los dados adaptadores y ocho probetas maquinadas en su inspección de geometrías y tolerancias. .... 57

Figura 2. 7 Se observa el equipo ya montado y listo para ensayar las probetas. Obsérvese que el horno tubular rodea al centro de las mordazas en donde se encuentra el espécimen. .... 58

Figura 2. 8 *Display* lateral de la máquina universal servo mecánica. En este se pueden manipular manualmente el cabezal, fijar los puntos neutros de la celda de carga (poner a cero) y la posición. .... 62

Figura 2. 9 Tablero de control de los extensómetros (no utilizados en este ensayo) y del horno de la máquina *Shimadzu*. .... 62

Figura 2. 10 Se observa el procedimiento de sujeción superficial del termopar a la probeta mediante alambre de níquel. Este procedimiento se repite para cada ensayo. Obsérvese también la lanza de alúmina que es la encargada de inyectar el gas N<sub>2</sub> al interior del horno durante la prueba. .... 62



- Figura 2. 11 Esquema de los cortes realizados al extremo de la fractura de una probeta. Las distancias son aproximadas debido a la irregularidad de la superficie de fractura de algunos especímenes..... 64
- Figura 2. 12 Se muestra la imagen del acomodo de la probeta en las mordazas del cabezal para la realización del primer corte, que corresponde al corte que separa la punta de la probeta. .... 65
- Figura 2. 13 Se observa un extremo de probeta montado en resina y sus correspondientes secciones ya cortadas. .... 65
- Figura 2. 14 Se observa un extremo de probeta ya cortado y aún montado en resina. También se observan las secciones transversales de los otros cortes de la misma probeta. .... 66
- Figura 2. 15 Se observa el corte de un extremo de la probeta, el tercer corte, que tiene que ser montado en resina para que las mordazas puedan sujetarlo debido a que la pieza a corta es demasiado pequeña..... 66
- Figura 2. 16 Se observa una imagen obtenida en el estereoscopio, imagen sin medir e imagen ya medida. El espécimen que se muestra corresponde a una punta de fractura del ensayo #17, identificado como **U\_700\_0.0001\_ensayo17**. En este caso la medición corresponde a 5386.63  $\mu\text{m}$ . .... 67
- Figura 2. 17 Se observa la comparación en imagen y mediciones entre el SEM y el estereoscopio del ensayo #31, que está identificado como **E\_1000\_0.1\_ensayo31** que es un ensayo del fabricante *E* hecho a una temperatura de 1000°C y con una velocidad de deformación de  $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ..... 67
- Figura 2. 18 Un ejemplo de piezas cortadas y listas para montarse. La foto corresponde a dos secciones transversales, dos longitudinales y una punta de fractura del ensayo marcado como **U\_1000\_0.0001\_ensayo21**. .... 68
- Figura 2. 19 se observa la preparación para el montaje en resina de los cortes, uno transversal y uno longitudinal..... 68
- Figura 2. 20 Se muestran los especímenes ya montados en resina y grabados en su parte anterior..... 69

- Figura 3. 1 Fotomicrografías del material recibido. A la izquierda (*a* y *c*) se muestran las fotomicrografías del material del fabricante **E** en 50X y 100X, respectivamente. A la derecha (*b* y *d*) se muestran las fotomicrografías del material del fabricante **U** en 50X y 100X, respectivamente. .... 74
- Figura 3. 2 Fotomicrografías del material recibido. A la izquierda (*a* y *c*) se muestran las fotomicrografías del material del fabricante **E** en 200X y 400X, respectivamente. A la derecha (*b* y *d*) se muestran las fotomicrografías del material del fabricante **U** en 200X y 400X, respectivamente. .... 75
- Figura 3. 3 Fotomicrografías metalográficas con ataque químico. Reactivo utilizado: Fry's. *a*) y *c*) muestran las fotomicrografías de 200 y 100X del material recibido del fabricante **E**. *b*) y *d*) muestran las fotomicrografías de 100 y 50X del material recibido del fabricante **U**. .... 76
- Figura 3. 4 Fotomicrografías con ataque químico. Reactivo utilizado: Superpicral. *a*), *c*) y *e*) muestran las fotomicrografías de 400, 200 y 100X, respectivamente, del material recibido del fabricante **E**. *b*), *d*) y *f*) muestran las fotomicrografías de 400, 200 y 100X, respectivamente, del material recibido del fabricante **U**. .... 78
- Figura 3. 5 Fotomicrografías con ataque químico. Reactivo utilizado: Vilella's modificado. *a*), *c*) y *e*) muestran las fotomicrografías de 400, 200 y 100X, respectivamente, del material recibido del fabricante **E**. *b*), *d*) y *f*) muestran las fotomicrografías de 400, 200 y 100X, respectivamente, del material recibido del fabricante **U**. .... 79
- Figura 3. 6 Fotomicrografías metalográficas con ataque químico. Reactivo utilizado: *Gliceregia* a 30 seg. *a*) y *c*) muestran las fotomicrografías de 200 y 50X, respectivamente, del material recibido del fabricante **E**. *b*) y *d*) muestran las fotomicrografías de 200 y 50X, respectivamente, del material recibido del fabricante **U**. .... 80
- Figura 3. 7 *Gliceregia* 60 segundos. *a*) y *c*) muestran las fotomicrografías de 200 y 50X, respectivamente, del material recibido del fabricante **E**. *b*) y *d*) muestran las fotomicrografías de 200 y 50X, respectivamente, del material recibido del fabricante **U**. .... 82

Figura 3. 8 Fotomicrografías SEM de la aleación 17-4PH en condición recibida. En la columna izquierda se muestran las fotomicrografías a 2000X, a) y c), del material <b>E</b> . La imagen c) tiene un ataque químico con <i>Gliceregia</i> . La columna, fotomicrografías b) y d), corresponde a las imágenes SEM del material recibido del fabricante <b>U</b> .....	83
Figura 3. 9 Fotomicrografía SEM de una muestra observada a 8000X de material <b>E</b> . La muestra observada tiene un ataque con Gliceregia. Se observa la matriz martensítica con un isla de ferrita y un precipitado de NbC (ver Sección 3.5.3) en la interface de dichas fases .....	84
Figura 3. 10 Análisis EDS de la fotomicrografía del material <b>E</b> ; tres zonas se muestran respectivamente analizadas. De izquierda a derecha a) EDS en la zona de ferrita delta, b) EDS en la zona del precipitado de NbC y c) EDS correspondiente a la zona de la martensita. ....	86
Figura 3. 11 Comparativa en gráfica de la reducción del 90% de los puntos coordenados de las pruebas de mayor duración, $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Se muestra el ejemplo del Ensayo 23 que corresponde al fabricante <b>U</b> a una temperatura de $1100^{\circ}\text{C}$ con $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . ....	88
Figura 3. 12 Curvas de flujo para la temperatura de $700^{\circ}\text{C}$ . De arriba a abajo: $\text{SR}=1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , $\text{SR}=1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y $\text{SR}=1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .....	90
Figura 3. 13 Curvas de flujo para la temperatura de $800^{\circ}\text{C}$ . De arriba a abajo: $\text{SR}=1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , $\text{SR}=1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y $\text{SR}=1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .....	91
Figura 3. 14 Curvas de flujo para la temperatura de $900^{\circ}\text{C}$ . De arriba a abajo: $\text{SR}=1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , $\text{SR}=1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y $\text{SR}=1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .....	92
Figura 3. 15 Curvas de flujo para la temperatura de $1000^{\circ}\text{C}$ . De arriba a abajo: $\text{SR}=1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , $\text{SR}=1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y $\text{SR}=1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .....	93
Figura 3. 16 Curvas de flujo para la temperatura de $1100^{\circ}\text{C}$ . De arriba a abajo: $\text{SR}=1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ , $\text{SR}=1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y $\text{SR}=1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .....	94
Figura 3. 17 Efecto de la velocidad de deformación sobre la resistencia en caliente, de la aleación 17-4PH, para los fabricantes <b>E</b> (izquierda) y <b>U</b> (derecha). ....	99

Figura 3. 18 Rampas de calentamiento para los sets de ensayos a 700°C. A) Fabricante <b>E</b> calentado hasta 700°C y ensayado a $1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$ , B) Fabricante <b>E</b> calentado hasta 700°C y ensayado a $1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ y C) Fabricante <b>E</b> calentado hasta 700°C y ensayado a $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ , .....	100
Figura 3. 19 $\Delta L / \Delta L_0$ Vs. $T$ para un acero inoxidable 17-4 PH a 10 rampas de calentamiento distintas (19). .....	101
Figura 3. 20 Efecto de la velocidad de deformación sobre la ductilidad en caliente, de la aleación 17-4PH, para los fabricantes <b>E</b> (izquierda) y <b>U</b> (derecha). .....	102
Figura 3. 21 Variación de la sensibilidad a la velocidad de deformación con respecto a la temperatura de deformación. ....	104
Figura 3. 22 Efecto de la temperatura de deformación sobre la elongación final de la probeta. Se muestran los sets de las tres velocidades de deformación en todo el rango de temperaturas. De izquierda a derecha: $\text{SR} = 1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ , $\text{SR} = 1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ y $\text{SR} = 1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$ , .....	105
Figura 3. 23 Efecto de la temperatura de deformación sobre la ductilidad en caliente (curvas de ductilidad), de la aleación 17-4PH, ambos fabricantes. Se muestran los sets de las tres velocidades de deformación en todo el rango de temperaturas. De izquierda a derecha: $\text{SR} = 1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ , $\text{SR} = 1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ y $\text{SR} = 1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$ , .....	106
Figura 3. 24 Mecanismos de fragilización en caliente. A) Concentración de esfuerzos en precipitados (rango de austenita); B) Concentración de esfuerzos en ferrita en filme (rango de la zona bifásica, ferrita y austenita); C) Concentración de esfuerzos en la ferrita y los precipitados (22).....	111
Figura 3. 25 Fotomicrografías SEM que muestran precipitados de Niobio. A) Fotomicrografía de SEM con detector TLD a 8000x, correspondiente al ensayo 8 del fabricante <b>E</b> a 700°C y $\text{SR} = 1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ . B) Fotomicrografía SEM con detector BSED a 2502x, correspondiente al ensayo 8 del fabricante <b>U</b> a 700°C y $\text{SR} = 1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ . .....	112
Figura 3. 26 Fotomicrografías SEM que muestran precipitados de Niobio. A) Micrografía de SEM con detector BSED a 8000x, correspondiente al ensayo 14	

- del fabricante **E** a 900°C y  $SR = 1 \times 10^{-4} s^{-1}$ . B) Micrografía SEM con detector TLD a 8000x, correspondiente al ensayo 15 del fabricante **U** a 900°C y  $SR = 1 \times 10^{-4} s^{-1}$ . ..... 113
- Figura 3. 27 Micrografía SEM de corte longitudinal, detector de electrones retrodispersados (BSED), de baja magnificación correspondiente al ensayo 8 del fabricante **E** a 700°C y  $SR = 1 \times 10^{-2} s^{-1}$ . ..... 116
- Figura 3. 28 Fotomicrografías SEM. A) Micrografía de SEM con detector BSED a 300x, correspondiente al ensayo 7 del fabricante **U** a 700°C y  $SR = 1 \times 10^{-2} s^{-1}$ . ..... 117
- Figura 3. 29 Fotomicrografías SEM para el ensayo 5 del fabricante **U** a 900°C y  $SR = 1 \times 10^{-2} s^{-1}$ . Se observa ferrita con precipitados aparentes de NbC en la interface ferrita/martensita. .... 118
- Figura 3. 30 Análisis EDS post-ensayo de un precipitado brillante de la muestra analizada del ensayo 14 del fabricante **E** a 900°C y  $SR = 1 \times 10^{-4} s^{-1}$ . Se observa en el diagrama y en la tabla que la señal corresponde en su mayor parte al Niobio, seguido por el hierro, cromo titanio y demás. La presencia del Niobio y el titanio indican la posible aparición de precipitados de carburo de Niobio o carburos de titanio. La señal del carbono se alcanza a distinguir en le diagrama muy cerca de los niveles más bajos de energía dispersiva. .... 118
- Figura 3. 31 Análisis EDS de dos muestras distintas. A) Análisis puntual EDS del ensayo 8 del fabricante **E** a 700°C y  $SR = 1 \times 10^{-2} s^{-1}$ . Se observan diferentes elementos en el análisis puntual sobre un extremo de la grieta. La presencia de estaño y silicio indican la posible presencia de precipitados dañinos que se segregaron hacia ..... 118
- Figura 3. 32 Fractografía SEM del material **E** a 1000°C y  $SR = 1 \times 10^{-1} s^{-1}$  con detector TLD, 600x. .... 118
- Figura 3. 33 Fractografía SEM del material **U** a 1100°C y  $SR = 1 \times 10^{-1} s^{-1}$ . A) Detector TLD, 200x. B) Detector TLD, 800x. Muestras visiblemente oxidadas. .... 118
- Figura 3. 34 Imágenes fractográficas ensayos a  $SR = 1 \times 10^{-1} s^{-1}$ . Columna izquierda: material **U**. Columna derecha: material **E**. Primera fila: áreas de

fractura a 700°C. Segunda fila: áreas de fractura a 900°C. Tercera fila: áreas de fractura a 1100°C..... 118

Figura 3. 35 Imágenes fractográficas ensayos a  $SR = 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Columna izquierda: material **U**. Columna derecha: material **E**. Primera fila: áreas de fractura a 700°C. Segunda fila: áreas de fractura a 900°C. Tercera fila: áreas de fractura a 1100°C..... 118

Figura 3. 36 Imágenes fractográficas ensayos a  $SR = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Columna izquierda: material **U**. Columna derecha: material **E**. Primera fila: áreas de fractura a 700°C. Segunda fila: áreas de fractura a 900°C. Tercera fila: áreas de fractura a 1100°C..... 118

Figura 3. 37 Análisis EDS de una partícula de NbC. .... 118

Figura 3. 38 Análisis EDS de una matriz martensítica. .... 118

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. 1 Composición química, en porcentaje de peso, de algunos aceros inoxidables <i>PH</i> típicos <sup>(2), (8)</sup> .....	23
Tabla 1. 2 Diferentes designaciones de la aleación 17-4 PH.....	24
Tabla 1. 3 Espectro de las velocidades de deformación en ensayos mecánicos (12). .....	34
Tabla 2. 1 Composición química del material suministrado. Fabricante <b>E</b> y la del fabricante <b>U</b> . Las cifras están en % de peso y el Hierro esta balanceado. ....	51
Tabla 2. 2 Tiempos (en segundos) de ataque químico de los dos fabricantes del material de estudio. NOTA: para ver la composición de los reactivos ver en el Apéndice 1.....	53
Tabla 2. 3 Matriz experimental. Tres velocidades de deformación distintas a cinco temperaturas distintas. A cada fabricante de acero 17-4 PH se le realiza la misma cantidad de experimentos. ....	56
Tabla 3. 1 Resultados de las matrices de indentación para las muestras de los fabricantes <b>E</b> y <b>U</b> . Ver Figura 2. 3 para relacionar las indentaciones con el número de mediciones mostradas en la tabla. ....	72
Tabla 3. 2 Resultado de la matriz de indentaciones para los fabricantes <b>E</b> y <b>U</b> . <b>Los valores de la microdureza se encuentran en Vickers (HV)</b> . ....	73
Tabla 3. 3 Composición química del acero inoxidable 17-4PH utilizado por C.N. Hsiao <i>et al</i> (28). Mostrada para fines comparativos de diferencias en la composición química del material utilizado en dichos estudios citados. ....	112

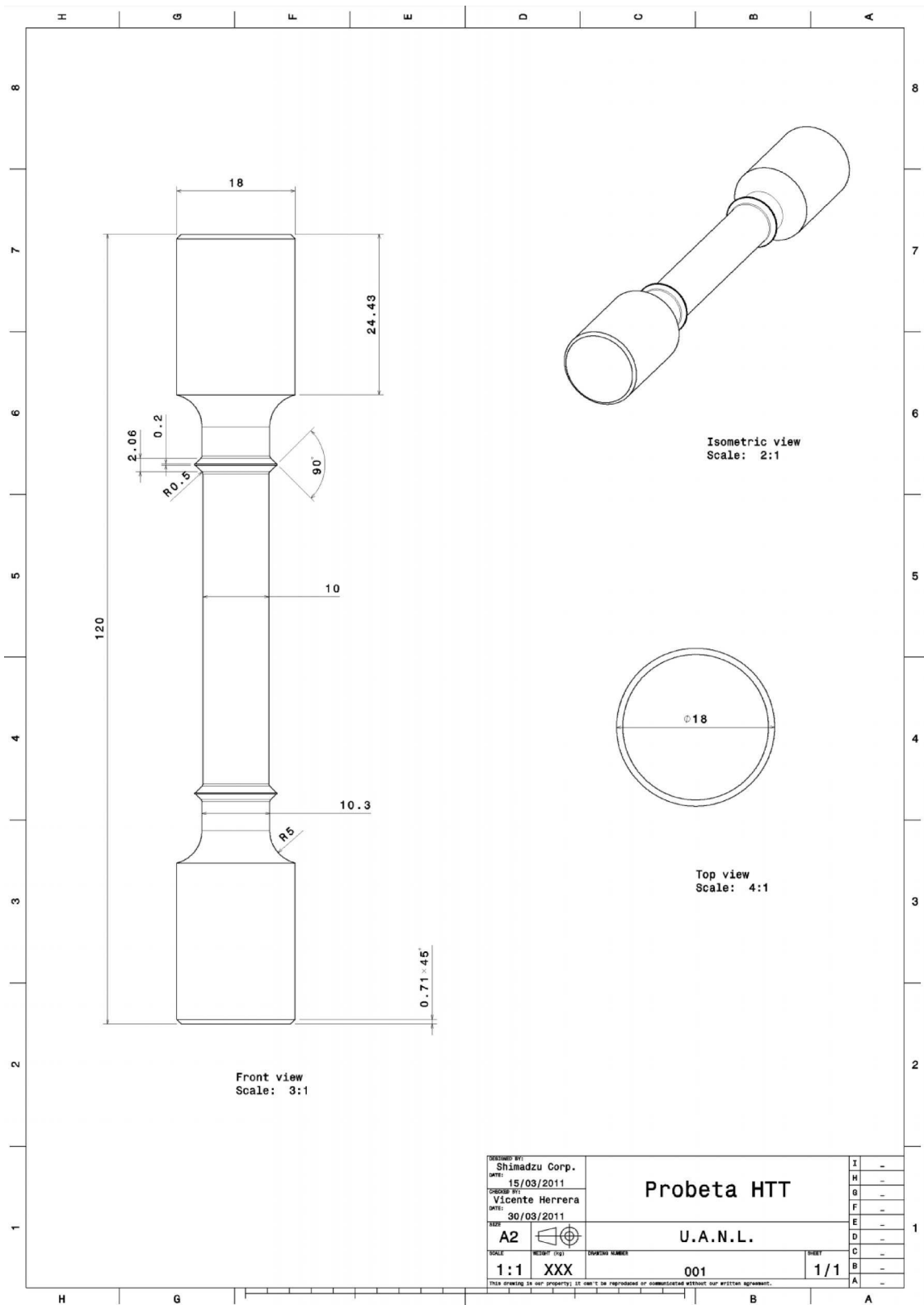
# APÉNDICES

Apéndice 1 Composición de los reactivos utilizados.

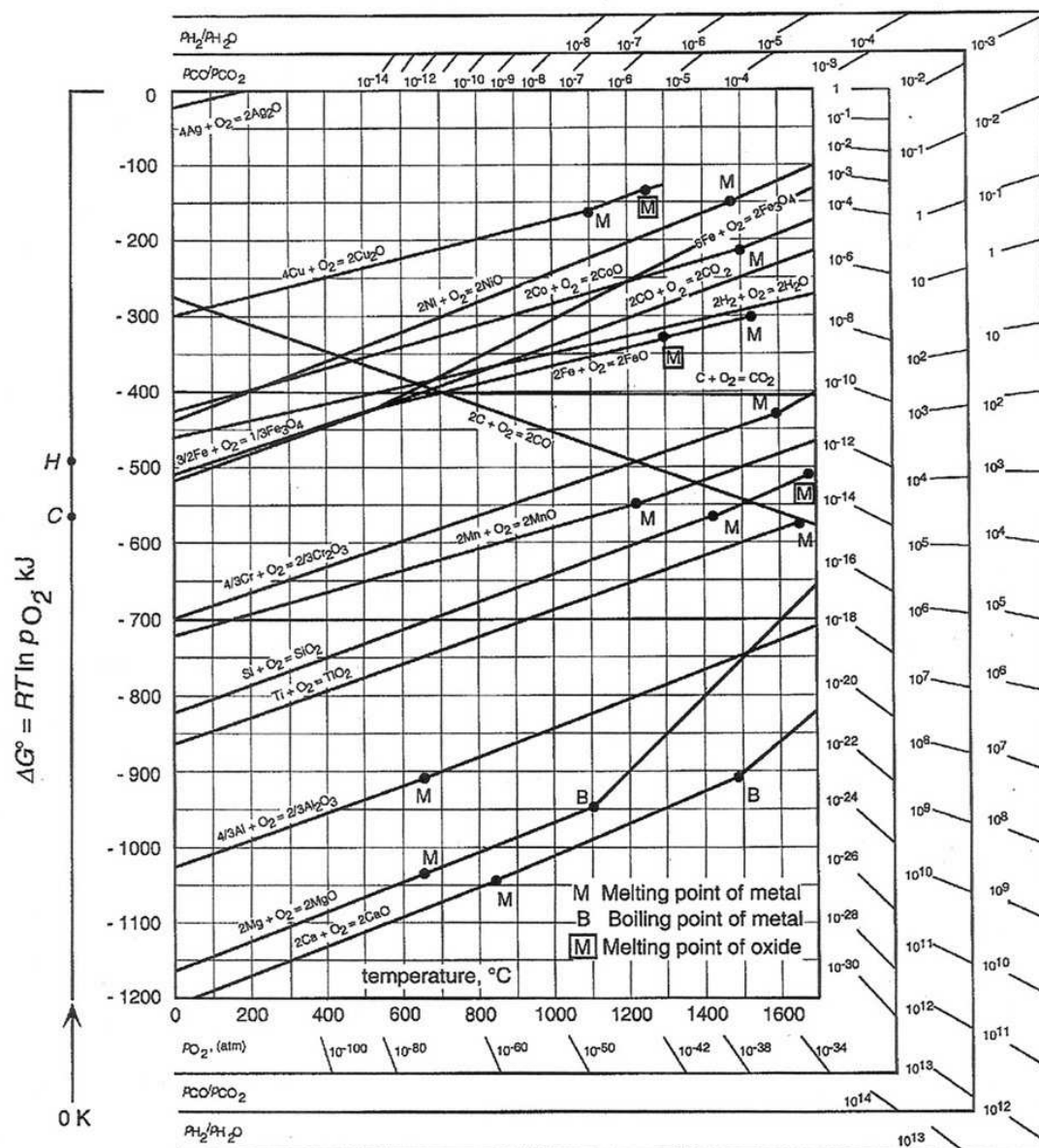
<b>Reactivo de Fry</b>	
H <sub>2</sub> O	30 ml
HCl	40 ml
Etanol	25 ml
CuCl <sub>2</sub>	5 gr
<b>Superpical</b>	
Etanol	100 ml
Ácido pícrico	4 gr
<b>Vilella modificado</b>	
Etanol	100 ml
Ácido pícrico	1 gr
HCl	5 ml
<b>Gliceregia</b>	
Glicerol	45 ml
HNO <sub>3</sub>	15 ml
HCl	30 ml



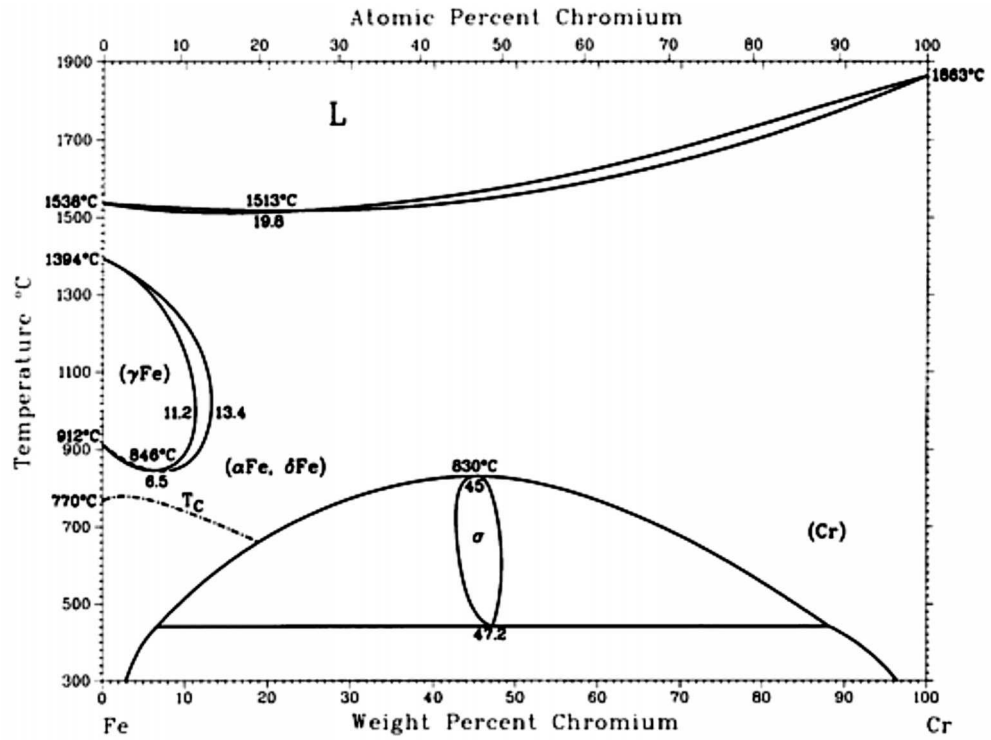
Apéndice 2 Dibujo de la probeta de tensión para alta temperatura.



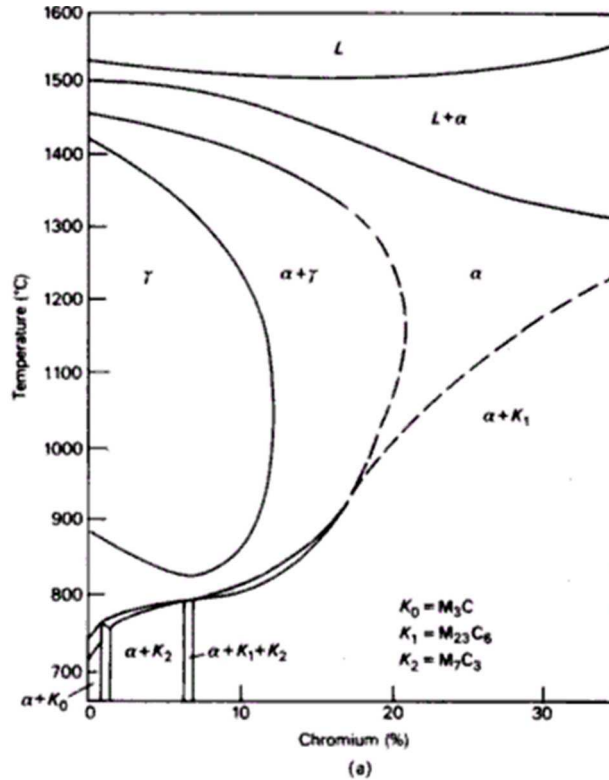
Apéndice 3 Diagrama de Ellingham de diversos metales (39).



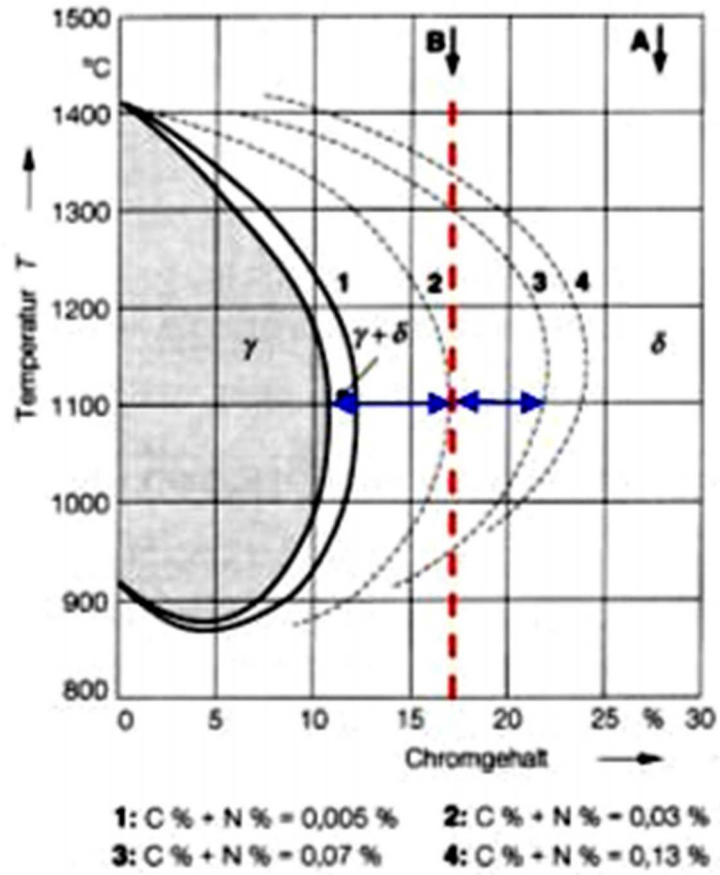
Apéndice 4 Diagrama de equilibrio del sistema binario Fe-Cr (51).



Apéndice 5 Efecto del carbono en el diagrama Fe-Cr. 0.05% en peso de C (52) (15).



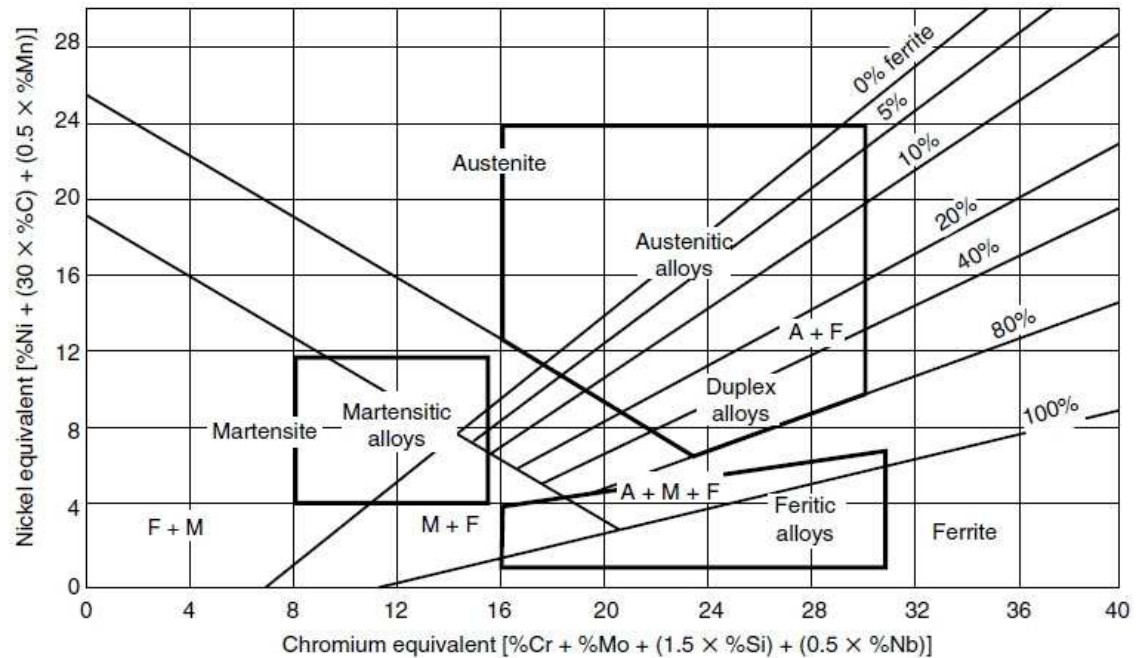
Apéndice 6 Ampliación de la región  $\gamma+\alpha$  en aceros inoxidables de acuerdo a la temperatura, contenido de cromo y contenido de C+N (26).



Apéndice 7 Estructuras cristalinas y composiciones de las fases que pueden presentarse en los aceros inoxidables (2).

Phase	Unit Cell	Atoms per Cell	Space Group	Lattice Parameters (nm)	Composition
<i>Intermetallic phases</i>					
Sigma ( $\sigma$ )	bct	30	P4 <sub>2</sub> /mnm	$a = 0.87\text{--}0.92$ ; $c = 0.4554\text{--}0.48$	(Fe,Ni) <sub>x</sub> (Cr,Mo) <sub>y</sub>
Chi ( $\chi$ )	bcc	58	I43m	$a = 0.881\text{--}0.895$	Fe <sub>36</sub> Cr <sub>12</sub> Mo <sub>10</sub> ; (Fe,Ni) <sub>36</sub> Cr <sub>18</sub> Mo <sub>4</sub>
Laves ( $\eta$ )	hex.	12	P6 <sub>3</sub> /mmc	$a = 0.473\text{--}0.483$ ; $c = 0.772\text{--}0.786$	Fe <sub>2</sub> Mo; Fe <sub>2</sub> Nb; Fe <sub>2</sub> Ta; Fe <sub>2</sub> Ti; Fe <sub>2</sub> W
G	fcc	116	Fd3m	$a = 1.115\text{--}1.120$	Ni <sub>16</sub> Nb <sub>6</sub> Si <sub>7</sub> ; Ni <sub>16</sub> Ti <sub>6</sub> Si <sub>7</sub> ; (Ni,Fe,Cr) <sub>16</sub> (Nb,Ti) <sub>6</sub> Si <sub>7</sub>
R	hex.	53 (159)	R3	$a = 1.090$ ; $c = 1.934$	Fe <sub>22</sub> Mo <sub>18</sub> Cr <sub>13</sub> ; (Fe,Ni) <sub>10</sub> Cr <sub>5</sub> Mo <sub>3</sub> Si <sub>2</sub>
Mu ( $\mu$ )	rhombohedral	13	R3m	$a = 0.4762$ ; $c = 2.5015$	(Fe,Co) <sub>7</sub> (Mo,W) <sub>6</sub> ; (Cr,Fe) <sub>7</sub> (Mo) <sub>2</sub> (Cr, Fe,Mo) <sub>4</sub>
$\gamma'$	fcc	4	Pm3m	$a = 0.3565\text{--}0.3601$ ; $c = 0.7406$	(Ni,Co,Fe,Cr) <sub>3</sub> (Al,Ti)
$\gamma''$	mnm	Ni <sub>3</sub> Nb	I4/mmm		
$\eta$	hex.	8	P6 <sub>3</sub> /mmc	$a = 0.5109$ ; $c = 0.8299$	Ni <sub>3</sub> Ti
$\delta$	orthorhombic	8	Pmmn	$a = 0.5116$ ; $b = 0.4259$ ; $c = 0.4565$	Ni <sub>3</sub> Nb
$\beta$	ord bcc	2	Pm3m	$a = 0.2865\text{--}0.2887$	NiAl
<i>Carbides</i>					
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	fcc	116	Fm3m	$a = 1.057\text{--}1.068$	(Cr,Fe,Mo) <sub>23</sub> C <sub>6</sub> ; (Cr <sub>16</sub> Fe <sub>5</sub> Mo <sub>2</sub> )C <sub>6</sub>
MC	ord fcc	8	Fm3m	$a = 0.4131\text{--}0.4698$	(Ti,Nb,V)C
M <sub>6</sub> C	fcc	112	Fd3m	$a = 1.085\text{--}1.128$	(Fe,Mo,Nb,Cr) <sub>6</sub> C
M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	pseudo hex.	40	Pnma	$a = 1.398$ ; $c = 0.4523$	(Cr,Fe) <sub>7</sub> C <sub>3</sub>
<i>Nitrides</i>					
MN	ord fcc	8	Fm3m	$a = 0.4097\text{--}0.4577$	ZrN; TiN; NbN; VN
M <sub>2</sub> N	hexagonal	9	P31m	$a = 0.478\text{--}0.480$ ; $c = 0.444\text{--}0.447$	(Cr,Fe) <sub>2</sub> N
Z-phase	tetragonal	6	P4/nmm	$a = 0.3037$ ; $c = 0.7391$	CrNNb
<i>Borides</i>					
M <sub>2</sub> B	orthorhombic	48	Fddd	$a = 1.4585$ ; $b = 0.7331$ ; $c = 0.4223$	Cr <sub>1.04</sub> Fe <sub>0.96</sub> B
M <sub>3</sub> B <sub>2</sub>	tetragonal	10	P4/mbm	$a = 0.5807$ ; $c = 0.3142$	FeMo <sub>2</sub> B <sub>2</sub>
<i>Sulfides</i>					
M <sub>4</sub> C <sub>2</sub> S <sub>2</sub>	hexagonal	8	P6 <sub>3</sub> /mmc	$a = 0.320\text{--}3.39$ ; $c = 1.118\text{--}1.210$	Ti <sub>4</sub> C <sub>2</sub> S <sub>2</sub> Zr <sub>4</sub> C <sub>2</sub> S <sub>2</sub>

Apéndice 8 Diagrama constitutivo de Schaeffler para aceros inoxidables (2). Los rangos típicos de aceros inoxidables ferríticos, martensíticos, austeníticos y dúplex han sido superpuestos en el diagrama.



**FIGURE 12.4** Schaeffler's constitution diagram for stainless steels. The typical compositional ranges of the ferritic, martensitic, austenitic, and duplex alloys have been superimposed on this diagram. (From J.R. Davis (Ed.): *ASM Speciality Handbook: Stainless Steels*, ASM International, Materials Park, OH, 1994; W. Reick, M. Pohl, and A.F. Padilha: *Metallurgia International*, 3, 46–50, 1990; M. Pohl, A.F. Padilha, and O. Fossmark: Bruchvorgänge in ferritisch-austenitischen Duplexstählen mit 475°-Versprödung. *Materialkundlich-Technische Reihe*, Vol. 9 (Gefüge und Bruch, K.L. Maurer and M. Pohl (Eds.), Gebrüder Borntraeger, Berlin, pp. 305–314, 1990. With permission.)