

**CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN DE  
MATERIALES**

**DIVISION DE ESTUDIOS DE POST-GRADO**



**MONITOREO Y CARACTERIZACIÓN DE TRANSFORMACIONES DE  
FASE INVOLUCRADAS EN EL DESARROLLO DE LAS UNIONES  
SOLDADAS EN ACEROS AL CARBONO**

**POR**

**MORELIA VÁZQUEZ RENTERÍA**

**MONOGRAFÍA**

**EN OPCION COMO ESPECIALISTA EN TECNOLOGÍA DE  
LA SOLDADURA INDUSTRIAL**

**SALTILLO, COAHUILA, MÉXICO A 15 DE NOVIEMBRE DEL 2007**

**CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN  
MATERIALES**

**DIVISION DE ESTUDIOS DE POST-GRADO**



**MONITOREO Y CARACTERIZACIÓN DE TRANSFORMACIONES DE  
FASE INVOLUCRADAS EN EL DESARROLLO DE LAS UNIONES  
SOLDADAS EN ACEROS AL CARBONO**

**POR**

**MORELIA VÁZQUEZ RENTERÍA**

**MONOGRAFÍA**

**EN OPCION COMO ESPECIALISTA EN TECNOLOGÍA  
DE LA SOLDADURA INDUSTRIAL**

**SALTILLO, COAHUILA, MÉXICO A 15 DE NOVIEMBRE DEL 2007**

**Corporación Mexicana de Investigación en Materiales, S.A. de C.V.**

**Gerencia de Desarrollo del Factor Humano**

**División de Estudios de Postgrado**

Los miembros del Comité Tutorial recomendamos que la monografía “**Monitoreo y caracterización de transformaciones de fase involucradas en el desarrollo de las uniones soldadas en aceros al carbono**”, realizada por la alumna Morelia Vázquez Rentería, matrícula 06-ESO50, sea aceptada para su defensa como Especialista en Tecnología de la Soldadura Industrial.

El Comité Tutorial



---

Tutor Académico  
Dr. Felipe Arturo Reyes Valdés



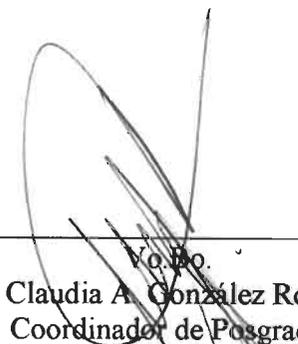
---

Tutor en Planta  
Ing. Victor Hugo López Cortés



---

Asesor  
Dr. Alejandro Garza Gómez



---

Vo. Bo.  
M.C. Claudia A. González Rodríguez  
Coordinador de Posgrado

# I N D I C E

<b>ALCANCE</b>		6
<b>JUSTIFICACIÓN</b>		8
<b>OBJETIVOS</b>		10
<b>SÍNTESIS</b>		11
<b>CAPITULO 1</b>	<b>INTRODUCCIÓN</b>	13
<b>CAPITULO 2</b>	<b>CONSIDERACIONES METALÚRGICAS</b>	16
2.1	TRANSFORMACIONES DE FASE OCURRIDAS DURANTE EL CALENTAMIENTO CONTINUO DE ACEROS AL CARBONO	16
2.1.1	Austenización de la ferrita	17
2.1.2	Austenización de la perlita	18
2.1.3	Austenización de la ferrita – perlita	20
2.2	TRANSFORMACIONES DE FASE OCURRIDAS DURANTE EL ENFRIAMIENTO DE ACEROS AL CARBONO	22
2.2.1	Transformaciones de reconstrucción	24

2.2.1.1	Ferrita	24
2.2.1.2	Perlita	25
2.2.2	Transformaciones de desplazamiento	26
2.2.2.1	Ferrita widmanstätten	26
2.2.2.2	Bainita	27
2.2.2.3	Ferrita acicular	28
2.2.2.4	Martensita	29
<b>CAPITULO 3</b>	<b>MONITOREO IN SITU</b>	30
<b>CAPITULO 4</b>	<b>PRINCIPIOS BÁSICOS DE FUNCIONAMIENTO DE LAS TÉCNICAS DE CRACTERIZACIÓN CONVENCIONALES.</b>	32
4.1	ANÁLISIS TÉRMICO DIFERENCIAL, DTA (Differential Thermal Analysis)	32
4.1.1	Curva DTA	34
4.1.2	Factores que afectan la curva DTA	36
4.2	ANÁLISIS DILATOMÉTRICO, DA (Dilatometric Analysis)	37
4.2.1	Cambios volumétricos en aleaciones ferrosas	38
4.2.2	Equipo básico de dilatometría	40
4.3	MÉTODO DE DIFRACCIÓN CON RAYOS X, XRD (X Ray Diffraction)	41
4.3.1	Generación de Rayos X	43
4.3.2	Interacción entre la materia y la radiación X	44

		4
4.3.2.1	Dirección de los rayos difractados.	45
4.3.2.2	Ley de Bragg	46
4.3.3	Interpretación de resultados.	48
<b>CAPITULO 5</b>	<b>DESCRIPCIÓN DE TECNICAS DE MONITOREO IN SITU</b>	<b>50</b>
5.1	ANÁLISIS TÉRMICO DIFERENCIAL CON UN SOLO SENSOR DE TEMPERATURA, SSDTA (Single Sensor Differential Thermal Analysis)	50
5.1.2	Metodología	50
5.1.2.1	Procedimiento	51
5.1.2.2	Obtención de la temperatura de referencia	53
5.2	DIFRACCIÓN DE RAYOS X EN RESOLUCIÓN DE ESPACIO, SRXRD (Space Resolved X Ray Diffraction) Y DE TIEMPO, TRXRD (Time Resolved X Ray Diffraction)	54
5.2.1	Metodología	55
5.2.1.1	Procedimiento de soldadura	56
5.2.1.2	Monitoreo	56
5.2.1.3	Modelación y análisis	57
<b>CAPITULO 6</b>	<b>RESULTADOS OBTENIDOS POR CADA TÉCNICA</b>	<b>60</b>
6.1	RESULTADOS OBTENIDOS POR SSDT	60
6.1.1	Caracterización microestructural. (Depósito de soldadura E6010/C-Mn)	60
6.1.2	Construcción de los diagramas de transformación de enfriamiento continuo CCT (Continuos Cooling Transformation).	63

6.1.3	Comparación entre SSDTA y DTA	65
6.1.4	Comparación entre SSDTA y DA	66
6.2	RESULTADOS OBTENIDOS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X	68
6.2.1	SRXRD	68
6.2.1.1	Mapeo de fases	68
6.2.1.2	Efecto del calor de entrada en la austenización	70
6.2.1.3	Homogenización de la austenita	71
6.2.2	TRXRD	73
6.2.2.1	Observaciones dinámicas de la transformación ferrita - austenita	73
6.2.2.2.	Formación de bainita y martensita durante enfriamiento rápido	74
<b>CONCLUSIONES</b>		78
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>		80
<b>LISTADO DE FIGURAS Y TABLAS</b>		84

## ALCANCE

La caracterización de cualquier material ferroso, implica la necesidad de tener ciertos conocimientos sobre la naturaleza del mismo, sus principales propiedades, comportamiento de acuerdo al proceso a que fue sometido, etc. Por otro lado cada técnica de análisis utilizada para tal caracterización está basada en principios físicos, químicos, y mecánicos que detecten la respuesta del material cuando se les aplica intencionalmente una energía externa, de tal forma que sea posible conocer a que fenómeno respondió el material y en la forma o grado en que lo hizo.

Para ello, se considera la descripción microestructural típica para aceros al carbono y las morfologías características que presentan estos materiales cuando se someten a ciclos térmicos de calentamiento y enfriamiento muy rápidos como en el caso de la soldadura.

En esta monografía se realiza una descripción de las diferentes técnicas y/ o metodologías que han sido propuestas y desarrolladas a través de los años para caracterizar toda una gama de materiales ferrosos en tiempo real, desde el análisis dilatométrico hasta los métodos poco menos convencionales como difracción de rayos X; para su comprensión, se detallan los principios de funcionamiento por medio de los cuales cada una de estas técnicas se lleva a cabo y los principios en los que está basada cada una de las técnicas propuestas en este trabajo, el equipo utilizado, los

resultados que arroja cada una de las técnicas y la interpretación de los mismos.

El hecho de que se describan diferentes tipos de caracterización específicamente para los procesos de soldadura, hace llamativo a este trabajo; ya que, si bien es cierto que un proceso de soldadura puede definirse como un ciclo térmico; ya sea termomecánico o como un simple tratamiento térmico, en los que sobra información para llevarlos a cabo correctamente, una cantidad importante de uniones soldadas, presentan fallas, precisamente por la falta de información particular para realizar el procedimiento de la unión con las condiciones metalúrgicas, mecánicas, entre otras, óptimas, que garanticen una unión resistente.

Por otro lado, el estudio del proceso en tiempo real, se convierte en una herramienta que proporciona útil información para estudiar y determinar los fenómenos que ocurren en un material en particular, convirtiéndose así en una gran ventaja cuando se habla de estudiar nuevos materiales, de los que existe muy poca información para soldarlos.

## JUSTIFICACIÓN

Cuando se lleva a cabo un proceso de soldadura, generalmente se procura inducir o evitar la formación de ciertas fases que no son solo producto de la composición química del material, sino de las condiciones del ciclo térmico aplicado. La importancia de esa microestructura final, será la que determine en gran medida las propiedades mecánicas finales de la unión.

A pesar de que desde hace ya algunos años, se ha determinado la evolución microestructural y los fenómenos que se involucran cuando un acero es soldado, la actual necesidad de la industria de nuevos materiales (que están sujetos todavía a estudios) y procesos de soldadura que propicien uniones más resistentes y ligeras, ha hecho que los estudios y procedimientos establecidos no sean suficientes para determinar el comportamiento de estos.

Un ejemplo de la problemática actual a la que se enfrenta la industria con respecto a los nuevos materiales, es precisamente la falta de información para establecer los parámetros de operación cuando se trata de soldar los nuevos aceros avanzados de alta resistencia AHSS; aceros fase dual, DP (Dual Phase), aceros TRIP y supermartensíticos.

Una de las herramientas con mayor importancia para el estudio y la operación de los procesos de soldadura, son los diagramas de enfriamiento continuo, CCT; ya que permiten determinar las fases y/ o microestructuras

finales, presentes en las diferentes zonas del metal de acuerdo a la manipulación de los parámetros de operación utilizados. Estos diagramas han tenido un gran éxito; sin embargo su uso es limitado, puesto que para cada acero, existe un diagrama CCT correspondiente. Los diagramas CCT que señalan las transformaciones fuera del equilibrio para los aceros AHSS, no han sido construidos; por lo tanto, obtener una unión soldada con las características metalúrgicas y mecánicas óptimas se torna complejo.

Por ello, un fundamento real basado en el monitoreo en tiempo real del proceso mediante nuevas técnicas de caracterización sofisticadas permitiría obtener información valiosa de cada material para predecir de manera más atinada los fenómenos ocurridos y establecer con más exactitud un procedimiento adecuado que permita optimizar los parámetros de operación para obtener las microestructuras que proporcionen las propiedades mecánicas deseadas.

# OBJETIVOS

## OBJETIVO GENERAL:

Describir las técnicas de caracterización y monitoreo in-situ (en tiempo real) que son empleadas para describir los fenómenos de evolución microestructural durante el ciclo térmico de calentamiento – enfriamiento al cual se somete un material cuando es soldado; la aplicación que han tenido estas nuevas técnicas y el impacto de los resultados que se obtienen, para establecer nuevos y mejores procedimientos al soldar.

## OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

1. Conocer la metodología aplicada para realizar la caracterización y el monitoreo in-situ.
2. Tener conocimiento del equipo utilizado y sus principios de funcionamiento.
3. Conocer e interpretar los resultados obtenidos mediante cada técnica de análisis descrita.

## SÍNTESIS

En los últimos años se han desarrollado diferentes métodos para la caracterización y el monitoreo en tiempo real (in - situ), cuando un proceso de soldadura es llevado a cabo para diferentes materiales ferrosos. Estas técnicas están basadas en los principios básicos de funcionamiento del análisis térmico diferencial y la difracción de rayos X, y proporcionan información que permite determinar la evolución microestructural de los constituyentes formados durante el proceso en función de la temperatura y la velocidad de enfriamiento para un material particular, el proceso aplicado y las condiciones establecidas.

Los resultados correspondientes a cada técnica son validados mediante la caracterización estructural por microscopía óptica y se identifican diferentes morfologías denominadas, por el esquema de clasificación del Instituto Internacional de Soldadura IIW (International Institute Welding) como ferrita primaria o ferrita de segunda fase, las cuales presentan características que las clasifican como procesos de transformación reconstructiva o de desplazamiento respectivamente. Las características que definen a cada morfología son el resultado entre otros factores de la temperatura del proceso y la velocidad del enfriamiento, sin embargo las condiciones en las que se lleve a cabo el calentamiento afectaran el tamaño de grano austenítico y la partición de elementos de aleación dentro del

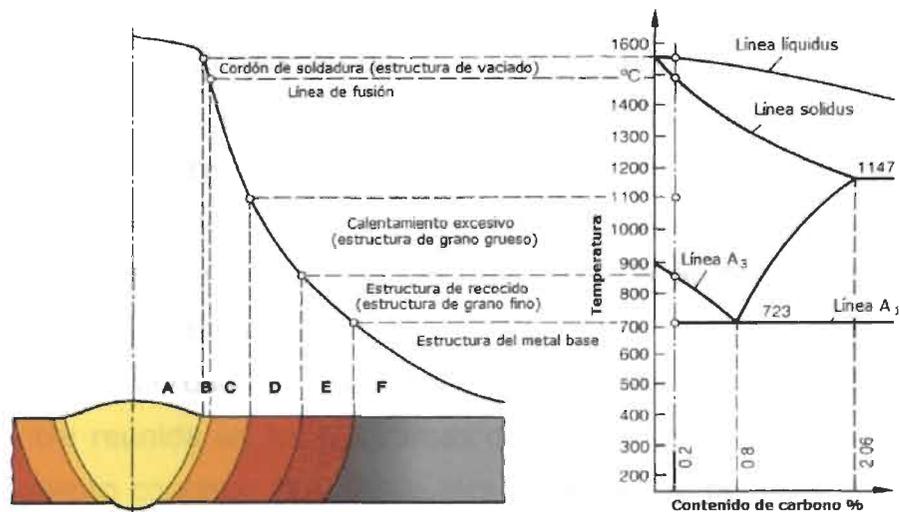
mismo, en donde, durante el enfriamiento, comienza la nucleación de las diferentes morfologías finales en la zona de fusión.

Dependiendo del proceso de transformación (reconstrucción y desplazamiento), las propiedades mecánicas varían y cada morfología presenta propiedades particulares conocidas; así, es posible de acuerdo a los diagramas que se obtienen de cada técnica de análisis, seleccionar los rangos (en base a parámetros de temperatura y tiempo) en los que se lleve a cabo la solidificación, de acuerdo a las funciones destinadas para la unión.

## 1

## INTRODUCCIÓN

Las propiedades mecánicas del metal base en un acero, son alteradas durante la soldadura debido a severos ciclos térmicos aplicados a la pieza de trabajo por una fuente de calor localizada. Como resultado, se forman ciertas zonas perfectamente diferenciadas según el esquema 1.1.



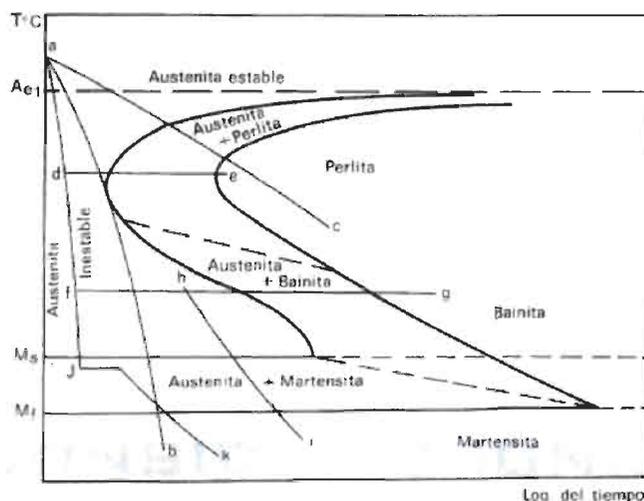
**Figura 1.1** Panorama esquemático de las diferentes zonas encontradas en una unión soldada, mostrando sus máximas temperaturas de exposición.

La zona de fusión ZF, corresponde a la zona que durante el ciclo térmico pasó totalmente al estado líquido, alcanzando temperaturas por encima de la línea de líquidus del diagrama de equilibrio Fe-C; ésta a su vez se divide en dos zonas con características particulares en cuanto a homogenización química, zona A y B del esquema 1.1. La zona parcialmente fundida, que de acuerdo a la temperatura alcanzada, cae en el rango delimitado por la línea de líquidus y sólidus del diagrama de equilibrio, zona C.

La zona afectada por el calor (zona D y F del esquema 1.1) ZAC, corresponde a la zona que durante el ciclo térmico sufrió el calentamiento local intensivo, pero sin llegar a la temperatura de sólidus.<sup>[15]</sup>

De acuerdo a la temperatura alcanzada por cada zona y el rápido enfriamiento, se crean diferentes microestructuras y subestructuras fuera del equilibrio, las cuales no es posible localizarlas en el diagrama Fe-C puesto que las fases que componen este diagrama se forman por difusión durante el calentamiento o durante una solidificación muy lenta (en equilibrio), lo cual no es posible obtener por las rápidas velocidades de enfriamiento inherentes al proceso de soldadura.

Cuando se trata de estudiar el enfriamiento de un acero a partir de un proceso de soldadura, es importante conocer la influencia que el tiempo y la temperatura de transformación de la austenita, tienen en los productos que se obtienen en la transformación y en las propiedades que como consecuencia adquiere el acero. Debido a que por debajo de la temperatura crítica inferior  $A_{e1}$  la austenita es inestable, es necesario conocer a determinada temperatura, el tiempo que tarda la austenita en iniciar su transformación, el tiempo que transcurre hasta que se completa y la naturaleza de los productos que se obtienen en ésta. Toda esta información se encuentra reunida en los diagramas de transformación isotérmica TTT y de enfriamiento continuo CCT, los cuales, a diferencia del diagrama de fase Fe-C, incluyen el factor tiempo y se construyen a partir de las curvas de transformación isotérmicas, representando los puntos de inicio, 50% y fin de la transformación para las diferentes temperaturas.



**Figura 1.2** Diagrama TTT para un acero eutectoide.

En la figura 1.2 se muestra una curva TTT para un acero eutectoide (0.8%C). EL ciclo a-d-e corresponde a una transformación que conduce a una estructura perlítica y el a-f-g a una estructura bainítica. En estas curvas se denomina Ms a la temperatura a la cual comienza la formación de martensita y Mf a la correspondiente a la transformación total.

Durante un enfriamiento continuo, se producen diferentes transformaciones, las cuales se deben analizar utilizando curvas para enfriamiento continuo CCT. Sin embargo, en forma aproximada se pueden utilizar las curvas TTT isotérmicas para este análisis. Curvas como la a-b y la a-c en el gráfico anterior representan las transformaciones del material sujeto a dos enfriamientos continuos con diferente variación de la temperatura.

Por otro lado, los elementos de aleación juegan un papel muy importante en la solidificación de estos materiales, puesto que antes de producirse las transformaciones en el enfriamiento, están homogéneamente distribuidos en la austenita, pero cuando esta se transforma en ferrita, perlita o bainita, deben de redistribuirse y desplazarse por difusión. Al ser átomos grandes, su difusión es lenta y frenan el avance de las transformaciones; estos fenómenos se reflejan en el desplazamiento de las curvas TTT hacia tiempos más prolongados, de forma tal que para un acero de composición química dada, corresponde un diagrama TTT particular.<sup>[31]</sup>

## 2

# CONSIDERACIONES METALÚRGICAS

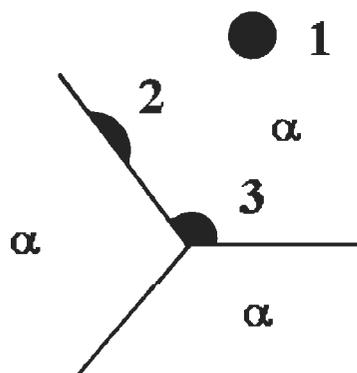
### 2.1 TRANSFORMACIONES DE FASE OCURRIDAS DURANTE EL CALENTAMIENTO CONTINUO DE ACEROS AL CARBONO

La austenización o formación de austenita durante el calentamiento de los aceros es un proceso de nucleación y crecimiento que caracterizan las transformaciones de fase producidas durante un calentamiento continuo y es de especial interés en los aceros. De hecho, la gran mayoría de los tratamientos y/o ciclos térmicos aplicados a los aceros requieren la austenización. A pesar de esta consideración, hasta ahora se ha dedicado poca atención al estudio de la formación de austenita, si se compara con la gran cantidad de investigaciones realizadas sobre su descomposición. Este hecho se debe a que las propiedades de los aceros dependen básicamente de las transformaciones que tienen lugar durante el enfriamiento desde el estado de austenización. Sin embargo, cualquier modificación en el tratamiento de austenización dará lugar a variaciones importantes en las transformaciones de descomposición de la austenita, modificando así el desarrollo de la microestructura y las propiedades mecánicas finales de un acero.<sup>[8]</sup>

### 2.1.1 Austenización de la ferrita

En la austenización de una microestructura completamente ferrítica, la única transformación que tiene lugar durante el calentamiento es la transformación de la ferrita, o celdas  $\alpha$ , en austenita, o celdas  $\gamma$ . La nucleación inicial de la austenita tiene lugar en las fronteras de grano  $\alpha/\alpha$  y la formación de una interfase  $\alpha/\gamma$  de baja energía en el borde de grano ferrítico no es una barrera energética para la nucleación.

La transformación  $\alpha \rightarrow \gamma$  en el hierro puro tiene lugar por mecanismos de transformación masivos, esto hace que la nucleación y el crecimiento de la austenita en ferrita sean procesos muy rápidos. La transformación llega a ser tan rápida que la temperatura crítica de transformación es prácticamente independiente de la velocidad de calentamiento. Los posibles lugares de nucleación de la austenita en la ferrita se ilustran esquemáticamente en la figura 2.1



**Figura 2.1** Posibles lugares de nucleación para la austenita en ferrita

Estos lugares son: la matriz ferrítica, las fronteras de grano, y/o las esquinas de las fronteras de grano. Cuando la velocidad de nucleación de una transformación es muy alta, los posibles lugares de nucleación son ocupados rápidamente. En tal caso, la reacción completa de transformación es controlada principalmente por la cinética de crecimiento.

Así, el crecimiento es controlado por los procesos en la interfase; este tipo de mecanismo describe el crecimiento de una fase cuando el movimiento de

una interfase no da lugar ni a deformación, ni a un cambio de composición, sino sólo a un cambio de fase. Por lo tanto, la transformación tiene lugar por el salto de átomos a través de la interfase  $\alpha/\gamma$ , y ningún proceso de difusión tiene lugar al no haber prácticamente ningún elemento en solución sólida en la red del hierro.

### 2.1.2 Austenización de la perlita

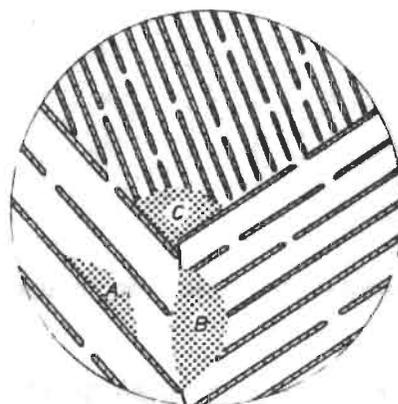
En el caso de la austenización de la perlita, el factor microestructural más importante a tener en consideración es el grado de dispersión de carburos. Para el caso de la perlita laminar, el espaciado interlaminar es una medida de la dispersión de los carburos y, en morfología, perlitas que consisten de agregados de ferrita y carburos esferoidales, el número y tamaño de los carburos serían los factores microestructurales determinantes en la transformación.

La austenita, sólo puede nuclear en una interfase ferrita/cementita. Existen tres diferentes interfases ferrita-cementita en un acero puramente perlítico:

- A. La interfase de las placas de ferrita y cementita en una colonia de perlita.
- B. La línea de intersección de las placas con la superficie de colonia de perlita.
- C. Los puntos de intersección de las placas con los bordes de colonia de perlita. Estos lugares son representados en la figura 2.2.

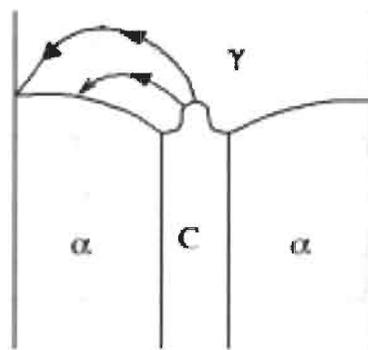
Varios autores <sup>[1, 16, 29]</sup> han estimado que la nucleación de la austenita en una microestructura perlítica es más efectiva en los bordes de las colonias de perlita (modalidad C), que una nucleación en la intersección de las placas de ferrita y cementita con la superficie de las colonias de perlita (modalidad B). De esta forma, la nucleación de la austenita en la perlita ocurre preferencialmente en los puntos de intersección de las placas con los bordes de colonia de perlita o lugares tipo C. Por otro lado, no se registra evidencia experimental de su nucleación en las superficies interlaminares (modalidad

A), a pesar de la gran superficie por unidad de volumen que éstas representan en la microestructura.



**Figura 2.2** Posibles lugares de nucleación de la austenita en la perlita

Una vez que la austenita ha nucleado en la perlita, su crecimiento es controlado por la difusión del carbono en la austenita. Como en el caso de la transformación inversa, el proceso de crecimiento puede ser controlado, o bien por la difusión de carbono en la austenita o por la difusión de aleantes sustitucionales a lo largo de la interfase. Debido a la corta distancia efectiva de difusión del proceso, la velocidad de crecimiento de la austenita en perlita fina será previsiblemente muy alta, y tenderá a disminuir para perlitas con espaciados interlaminares mayores. El frente de crecimiento de la austenita no es planar, la austenita crece tan rápidamente que se disuelven los carburos, por lo que la interfase  $\alpha/\gamma$  avanza con una alta curvatura, figura 2.3. Algunos carburos pueden seguir presentes en la microestructura una vez que la austenización se ha completado; estos carburos residuales se disolverán eventualmente o esferoidizarán dependiendo del contenido en carbono del acero y de la temperatura.



**Figura 2.3** Geometría de difusión para la disolución de la perlita

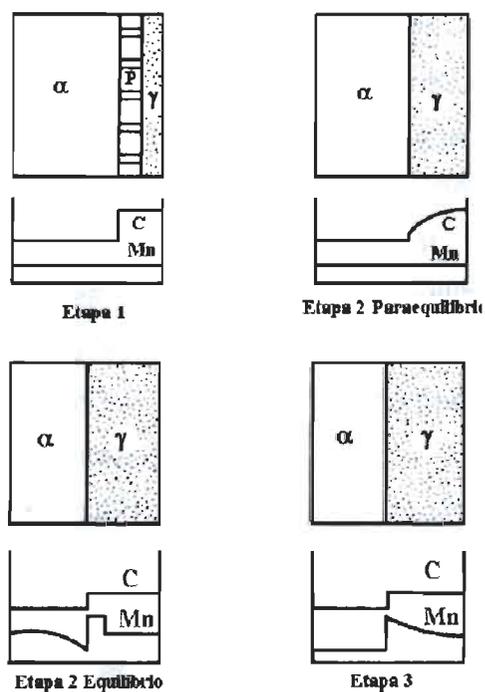
### 2.1.3 Austenización de la ferrita – perlita

A partir de resultados experimentales, la nucleación de la austenita ocurre en la interfase ferrita-perlita de forma instantánea y esencialmente sin barrera de nucleación.

Como ya se mencionó para el caso de la nucleación de austenita en aceros perlíticos, a pesar de la gran cantidad de superficie disponible entre láminas ferrita-cementita para la nucleación en las colonias de perlita, dichas interfases parecen ser menos efectivas para la nucleación de austenita que las interfases de colonias de perlita o interfases ferrita-perlita. No se conoce todavía una explicación completa de por qué este último tipo de superficie es más efectiva en la nucleación de austenita. Sin embargo, se intuye que puede ser debido a que las uniones entre colonias de perlita o ferrita-perlita representan energías de interfase altas, en cuyo caso, la variación de energía libre cuando tales son eliminadas por la formación de un núcleo tiende a reducir proporcionalmente la energía de activación para la nucleación en ellas. Por supuesto, la energía de activación en tales lugares deberá ser suficientemente pequeña para justificar una nucleación más efectiva en ellos, que en las fronteras entre láminas a pesar de su alta densidad de lugares de nucleación.

Se ha descrito un crecimiento de austenita a partir de una estructura ferrita-perlita como un proceso que tiene lugar en tres etapas. La figura 2.4

muestra un diagrama esquemático de las tres etapas de crecimiento de la austenita en aceros ferrítico-perlíticos.



**Figura 2.4** Esquema de las etapas de crecimiento de austenita a partir de una estructura ferrítico-perlítica.

En una primera etapa, e inmediatamente después de la nucleación de la austenita en la interfase ferrita-perlita, la austenita crece en la perlita hasta que ésta se consume completamente. La velocidad de crecimiento en este estado está controlada por la velocidad de difusión de carbono al otro lado de la interfase perlita-austenita. El carbono difunde a lo largo de la interfase perlita-austenita, y la distancia de difusión está directamente relacionada con el propio espaciado interlaminar de la perlita. Debido a la corta distancia de difusión en perlitas finas, se espera que la velocidad de crecimiento de la austenita en este estado sea muy alta. Sin embargo a temperaturas bajas, el crecimiento de la austenita puede ser controlado por la difusión más lenta de elementos sustitucionales como el manganeso, reduciéndose la velocidad de crecimiento de la austenita de forma significativa. Un ligero aumento de la temperatura puede entonces causar que el control de la difusión de elementos sustitucionales pase a ser de intersticiales, y provocar entonces

un significativo incremento en la velocidad de disolución de la perlita. Cuando la perlita se ha disuelto por completo, la austenita queda altamente enriquecida en carbono y, por supuesto, en inequilibrio con la ferrita sin transformar que la rodea. Como consecuencia, en una segunda etapa, la austenita crecerá en la ferrita hasta alcanzar la fracción de volumen que el diagrama de equilibrio marque a la temperatura aplicada. Ello tendrá lugar con o sin la partición de manganeso dependiendo de la fuerza motriz de la transformación. Si la transformación tiene lugar sin la distribución de manganeso entre las fases (estado de paraequilibrio), la velocidad de crecimiento de la austenita será controlada por la difusión de carbono en esta fase y las fracciones de volumen finales y composiciones en la interfase vendrán dadas por el diagrama de paraequilibrio.

En condiciones de equilibrio, a baja temperatura, el grado de sobresaturación de la austenita es menor y el manganeso puede distribuirse conforme ocurre la transformación. Si tenemos en cuenta que la velocidad de difusión del manganeso en la ferrita es casi tres órdenes de magnitud mayor que en la austenita, parece razonable suponer que el crecimiento en esta etapa sea controlado por la difusión del manganeso en la ferrita, en lugar de en la austenita. En consecuencia, en esta segunda etapa, ya sea bajo consideraciones de paraequilibrio o de equilibrio, el crecimiento de la austenita es más lento que en la primera etapa.

Finalmente y en una tercera etapa, se produce la homogenización del manganeso en ambas fases (ferrita y austenita) y el proceso es controlado por la difusión de este elemento en la austenita.<sup>[14]</sup>

## **2.2 TRANSFORMACIONES DE FASE OCURRIDAS DURANTE EL ENFRIAMIENTO DE ACEROS AL CARBONO**

Durante el enfriamiento de aceros procesados térmicamente, pueden formarse una gran variedad de productos de reacción a partir de los límites de grano austenítico. En la zona de fusión de una soldadura, puede llevarse a cabo la formación simultánea y competitiva de una gran variedad de fases a partir de sitios intergranulares o de límite de grano austenítico; mientras

que en la zona afectada por el calor los gradientes térmicos pueden ocasionar un rango amplio de productos de transformación. Estos constituyentes, que son parte de una misma estructura principal pueden aparecer morfológicamente diferentes, originando una gran sub-categoría de componentes. Por lo tanto algunas estructuras pueden tener una morfología similar o de características genéricas pero son mecánicamente diferentes. De manera muy general, los componentes típicos de una microestructura depositada; que se forma cuando el metal líquido de la soldadura solidifica a temperatura ambiente, se clasifican esencialmente en dos categorías: desplazamiento y reconstrucción; se muestran en el siguiente esquema<sup>[20]</sup>:



**Esquema 2.1** Diagrama de flujo de los mecanismos de transformación en estado sólido presentes en un metal soldado.

Varias formas de crecimiento se determinan conforme disminuye la temperatura de transformación y a los fenómenos de difusión que se lleven

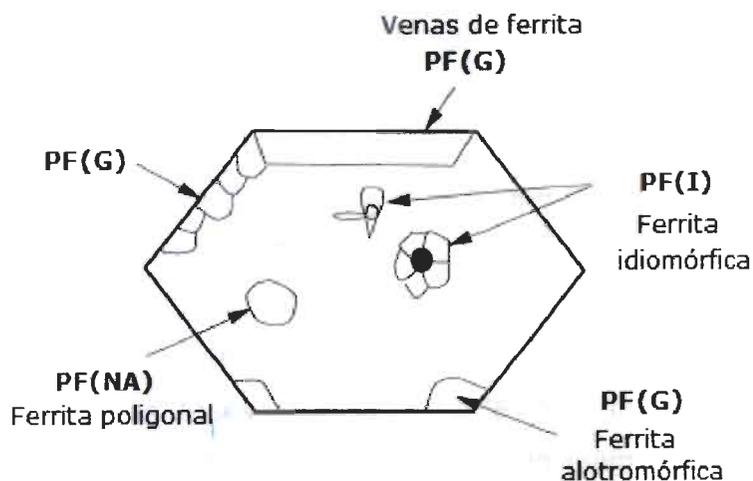
a cabo; a partir de estas formas de crecimiento pueden resultar importantes cambios en morfología: de granos equiaxiales a placas, por ejemplo.

### **2.2.1 Transformaciones de reconstrucción**

El régimen de transformación reconstructiva es controlado por un proceso de difusión a baja velocidad y a temperaturas relativamente altas; involucra la difusión de todos los elementos incluyendo el hierro a través de una interfase de transformación  $\gamma/\alpha$ . Así, la única deformación que se puede generar durante la formación de la ferrita y de la perlita (principales fases regidas por una transformación de reconstrucción), es la asociada al cambio de la densidad debido a la transformación.<sup>[19]</sup>

#### **2.2.1.1 Ferrita**

Usualmente y de acuerdo al esquema de clasificación del IIW (International Institute of Welding), la primera fase que se forma de acuerdo con este régimen de transformación es la ferrita primaria PF, la cual presenta diferentes morfologías (observar la figura 2.5): la primera fase formada a partir de los límites de grano austenítico durante el enfriamiento por debajo de la línea  $A_{e3}$ , es clásicamente denominada ferrita alotrófica, PF(G). Los núcleos de ferrita tienen una orientación relacionada con el grano austenítico y crecen dentro de los granos de austenita adyacentes con una orientación aleatoria. A temperaturas un poco más bajas, la ferrita puede comenzar a nuclear a partir de inclusiones dentro de los granos austeníticos y a ésta se le conoce como ferrita idiomórfica, PF(I). La característica que define a esta estructura es que no presenta una orientación relacionada con la matriz dentro de la cual crece. La ferrita poligonal, crece de manera intragranular y con un tamaño aproximadamente tres veces más grande que la ferrita que rodea el grano austenítico, PF(NA).



**Figura 2.5** Ferrita primaria (FP)

### 2.2.1.2 Perlita

Clásicamente, la transformación perlítica puede ocurrir en el límite de grano austenítico o a partir de inclusiones. La nucleación de ferrita o cementita inicia la transformación perlítica dependiendo de si el acero es hipo o hipereutectoide en composición. El crecimiento de los nódulos de perlita dentro de un grano austenítico tiene lugar con la formación de placas o láminas alternadas de ferrita y cementita. Ambas poseen una única orientación cristalográfica en conjunto con el nódulo de perlita. El proceso que controla la velocidad de crecimiento perlítico es la difusión del carbono. Conforme la temperatura de la transformación baja, las láminas se vuelven cada vez más finas, la fuerza que impulsa la reacción se incrementa, pero la difusión del carbono disminuye debido a que el espaciamiento interlaminar disminuye.

A altas temperaturas de transformación, la perlita generalmente se ve como nódulos de láminas alternadas de ferrita y cementita mucho más gruesas.

Conforme al esquema IIW, el término FC(P) es usado para describir las estructuras perlíticas y el término FC es usado para describir agregados de estructura nodular extremadamente finos de cementita y ferrita llamados agregados de ferrita-carburos.<sup>[17]</sup>

## 2.2.2 Transformaciones de desplazamiento

En este mecanismo, las reacciones de transformación tienden a ser rápidas y a baja temperatura. Un cambio de la red cristalina de austenita a ferrita ocurre por una deformación ocasionada por un esfuerzo de corte dentro de un plano invariante. La energía de tensión puede ser reducida al mínimo si la fase resultante adopta la forma de placa delgada durante una transformación obligada. Consecuentemente, las fases características de este mecanismo son: la martensita, bainita y ferrita widmanstätten.

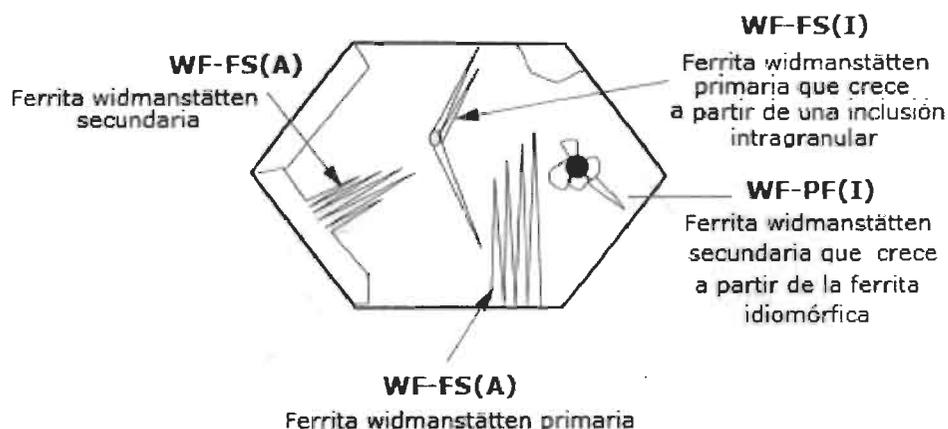
La presencia de estas fases está gobernada por una transformación en paraequilibrio; esto es, sin una redistribución de elementos sustitucionales de aleación durante la transformación. Para una transformación de desplazamiento puramente no hay movimiento de átomos a través de la interfase  $\gamma/\alpha$ . Sin embargo, la difusión de átomos intersticiales de carbono puede acompañar la transformación de corte.<sup>[19]</sup>

### 2.2.2.1 Ferrita widmanstätten

Una característica clásica de la formación de la ferrita widmanstätten es que puede ocurrir a un relativo bajo subenfriamiento. El mecanismo de crecimiento, se cree, involucra la formación simultánea de placas mutuamente acomodadas, de tal forma, que se requiere una mínima energía de impulso para llevar a cabo la transformación en comparación con la transformación bainítica o martensítica. La ferrita widmanstätten no es el resultado de una transformación puramente de desplazamiento, pero se forma por un mecanismo de paraequilibrio, que involucra una rápida difusión del carbono intersticial a través de la interfase dentro de la austenita retenida durante la transformación de corte. La ferrita widmanstätten puede ser confundida fácilmente con bainita. El esquema de clasificación IIW se refiere a estos modos de crecimiento como ferrita de segunda fase FS.

Las placas de ferrita widmanstätten primaria crecen directamente a partir de los límites de grano austenítico o de inclusiones, mientras que las placas de ferrita widmanstätten secundaria, lo hacen a partir de ferrita

alotromórfica WF-FS(A). De acuerdo a su sitio de nucleación se le asigna un término en particular, según el IIW, figura 2.6.



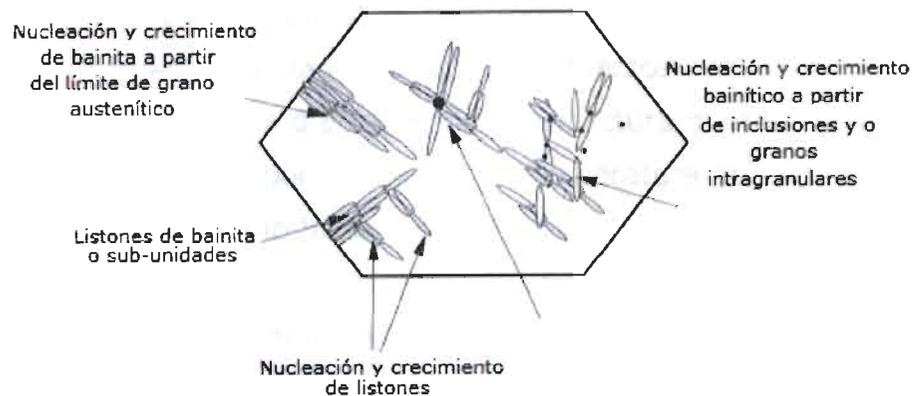
**Figura 2.6** Ferrita de segunda fase (FS). Ferrita Widmanstätten (WF).

### 2.2.2.2 Bainita

La formación de la bainita se da a temperaturas en donde las transformaciones controladas mediante difusión son lentas y tienen características en común con las transformaciones martensíticas de baja temperatura. Crece en listones individuales o en sub-unidades para formar arreglos paralelos a partir del límite de grano austenítico o de inclusiones intragranulares, figura 2.7. El crecimiento de cada sub-unidad está acompañado por la deformación en un plano invariante causada por un movimiento de corte en la red. No hay redistribución de hierro o elementos sustitucionales en la interfase de transformación.

La bainita se ha clasificado dentro de dos componentes estructurales: bainita superior y bainita inferior, dependiendo de la temperatura de transformación. El carbono se particiona dentro de la austenita residual en la bainita superior y precipita como cementita entre las placas de ferrita. En la bainita inferior, la ferrita se satura con carbono originando una precipitación de carburos dentro e internamente de las sub-unidades de ferrita. Un mecanismo de paraequilibrio en la bainita superior involucra una

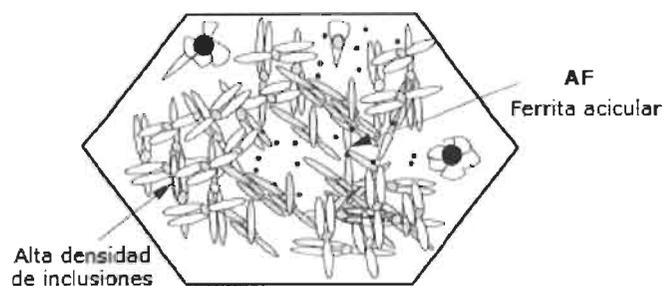
transformación de corte acompañada por una rápida difusión de átomos de carbono a través de la interfase  $\gamma/\alpha$ . A pesar de que la bainita y la ferrita widmanstätten son clasificadas como ferrita de segunda fase, se ha establecido que B-FS(A) se le atribuya a la bainita y por lo tanto B-FS(UB) para bainita superior y B-FS(LB) para bainita inferior.



**Figura 2.7** Ferrita de segunda fase (FS). Bainita (B-FS)

### 2.2.2.3 Ferrita acicular

La ferrita acicular, tiene en sus tres dimensiones una morfología de placas delgadas ovaladas, las cuales nuclean intragranularmente durante la transformación  $\gamma \rightarrow \alpha$  a partir de inclusiones dentro de los granos de austenita (siempre que exista una alta densidad de inclusiones), algunas de estas placas pueden estimular la nucleación de otras; un efecto conocido como autocatálisis. En el esquema del IIW, la ferrita acicular es designada por AF, figura 2.8.<sup>[17]</sup>



**Figura 2.8** Ferrita acicular

#### 2.2.2.4 Martensita

La martensita se forma a partir de una rápida transformación adifusional, provocada por un rápido enfriamiento a partir de una alta temperatura, donde el carbono es retenido en solución. El carbono retenido origina un estado de saturación, que como consecuencia, deforma la red bcc, lo que da lugar a una estructura tetragonal. Con objeto de disminuir la energía de deformación del nuevo sistema, la transformación se realiza de tal manera que geoméricamente puedan coexistir los esfuerzos del sistema; ésta es la razón de la forma astillada o acicular de la estructura martensítica.

Las martensitas nuclean por debajo de la temperatura que suele designarse como temperatura  $M_s$ , y lo hacen en el interior de los granos, propagándose hacia los límites en dos direcciones opuestas. El crecimiento lateral es máximo en el punto de iniciación y mínimo en el punto de su terminación, de ahí también su forma acicular. Su crecimiento se detiene en límites de grano o en otras agujas que se interponen en su trayectoria, originando un arreglo con una alta densidad de dislocaciones; así, pueden distinguirse agujas de la primera, segunda o tercera generación. La intersección de agujas adyacentes suele tener ángulos muy agudos, produciéndose así las formas en punta de flecha.<sup>[26,30]</sup>

### 3

## MONITOREO IN SITU

Las transformaciones de fase durante la soldadura son generalmente controladas por los siguientes factores:

1. La composición del metal base y del metal de aporte.
2. Los procesos metalúrgicos que ocurren en la fuente de calor – el material de aporte – los elementos de protección – el charco de soldadura – la interacción con la zona afectada por el calor.
3. La historia termomecánica impuesta por el proceso de soldadura.

Se han llevado a cabo extensas investigaciones en todo el mundo, apuntando al desarrollo de métodos prácticos aplicables para el control de las transformaciones de fase a través de los factores mencionados anteriormente, con el objeto de mejorar la soldabilidad de diversas aleaciones metálicas y las propiedades de las uniones soldadas.

Generalmente se aplican dos planteamientos para la investigación de las transformaciones de fase y la microestructura en uniones soldadas<sup>[7]</sup>:

- In - vitro: por simulación o ciclos termomecánicos de soldadura en especímenes de laboratorio.
- In - situ: en condiciones de soldadura en tiempo real.

EL método **in - vitro** fue aplicado por primera vez por Nippes y Savage <sup>[28]</sup> en 1949. Este método ha sido ampliamente usado para reproducir áreas específicas de la zona afectada por el calor y la zona de fusión en volúmenes extensos usando especímenes a nivel laboratorio, de este modo es posible la investigación de las relaciones que existen entre microestructura - propiedades de la unión.

Sin embargo, algunos simuladores termomecánicos pueden no ser capaces de reproducir las extremadamente altas velocidades de calentamiento y/o enfriamiento a altos rangos de temperatura que son típicos en la mayoría de los procesos de soldadura. Esto da como resultado largos tiempos de permanencia en el campo de la fase austenita, provocando en los resultados de la simulación un tamaño de grano más grande, temperaturas más bajas de transformación y consecuentemente mayor contenido de productos de descomposición de la austenita de baja temperatura y de más alta dureza en los especímenes de simulación, comparados con los resultados reales.

El segundo planteamiento **in - situ**, fue propuesto por Granjon y Galliard <sup>[18]</sup> en 1967. Este es aplicado por el registro de cambios de temperatura en un punto en particular de una unión soldada real durante el proceso de soldadura. Diferentes métodos, los cuales funcionan en contacto o sin contacto directo con la pieza, se aplican para medir la historia térmica de la misma. Actualmente, los ciclos térmicos de la unión soldada se registran por un microprocesador basado en un sistema de adquisición de datos promoviendo la precisión de los resultados.

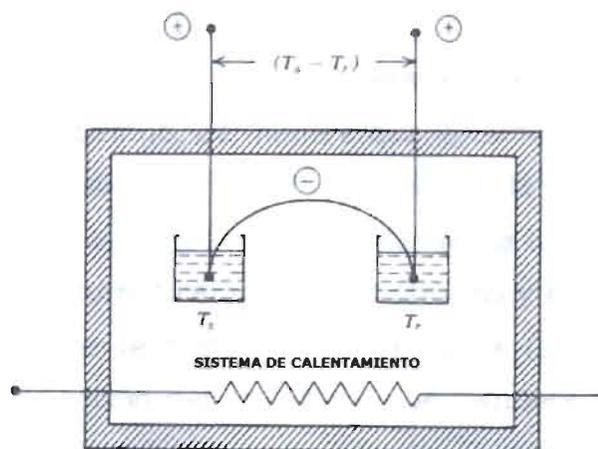
## 4

## PRINCIPIOS BÁSICOS DE FUNCIONAMIENTO DE LAS TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN CONVENCIONALES

### 4.1 ANÁLISIS TÉRMICO DIFERENCIAL, DTA (Differential Thermal Analysis)

El análisis térmico diferencial es una herramienta técnica de investigación, la cual consiste en medir la temperatura de una muestra de análisis, cuando es calentada o enfriada a una velocidad uniformemente controlada, para ser comparada con la temperatura de un material térmicamente inerte; posteriormente, esta última se registra, ya sea en función de la temperatura de la muestra, del material inerte, del horno o algunas veces del tiempo.<sup>[12]</sup>

Si las temperaturas de la muestra y la referencia son  $T_s$  y  $T_r$  respectivamente, figura 4.1; entonces la diferencia en temperaturas  $T_s - T_r$  es la función que se registra.



**Figura 4.1** Sistema básico del análisis térmico diferencial (DTA)

La termoquímica, tomando los principios de la termodinámica señala que el incremento de temperatura en la materia, indica un aumento de energía cinética de sus componentes y que una reacción química es el cambio cualitativo de un estado de equilibrio de la materia hacia otro estado de equilibrio. Estos cambios en sí pueden ser: un cambio de estado físico, la formación de nuevos compuestos o la de nuevas fases metalúrgicas y estos fenómenos están relacionados a una cantidad de energía (detectada por un método diferencial) que es la que permite establecer el equilibrio general de la materia. Esta energía dentro de una reacción puede ser absorbida por la materia por lo que será de tipo endotérmico; o puede desarrollar calor por lo que será exotérmica.

A diferencia del análisis térmico diferencial, el análisis térmico, en el que solo se registra la temperatura de la muestra de análisis, en función del tiempo para obtener la curva de enfriamiento, pequeños cambios en temperatura ocurridos en la muestra generalmente no son detectados por este método. Sin embargo, mediante las técnicas diferenciales, debido a que la detección de los termopares son opuestas una de la otra, pequeñas diferencias entre  $T_s$  y  $T_r$  pueden ser detectadas con dispositivos apropiados para la amplificación del voltaje.<sup>[11]</sup>

En la figura 4.2 se muestra una comparación entre las dos técnicas de análisis. En las curvas (a) y (b), la temperatura de la muestra se registra como una función del tiempo, de manera que la temperatura del sistema se incrementa a una velocidad lineal. Sin embargo, la diferencia entre estas dos, es que ninguna transformación entálpica toma lugar en la muestra (a) mientras que en (b) ocurren cambios endotérmicos y exotérmicos. Debido a que ningún cambio de temperatura en la curva (a) toma lugar, no se detecta ninguna desviación del incremento de temperatura lineal. Por otro lado, en la curva (b), las desviaciones ocurren al comenzar la reacción a la temperatura  $T_i$  y al término de la misma a  $T_f$  hasta que la temperatura de la muestra regrese a su comportamiento original. En las curvas (c), la diferencia de temperaturas es registrada como una función de la temperatura del sistema. A  $T_i$  la curva se desvía de una posición horizontal para formar un pico en dirección de acuerdo al cambio entálpico.

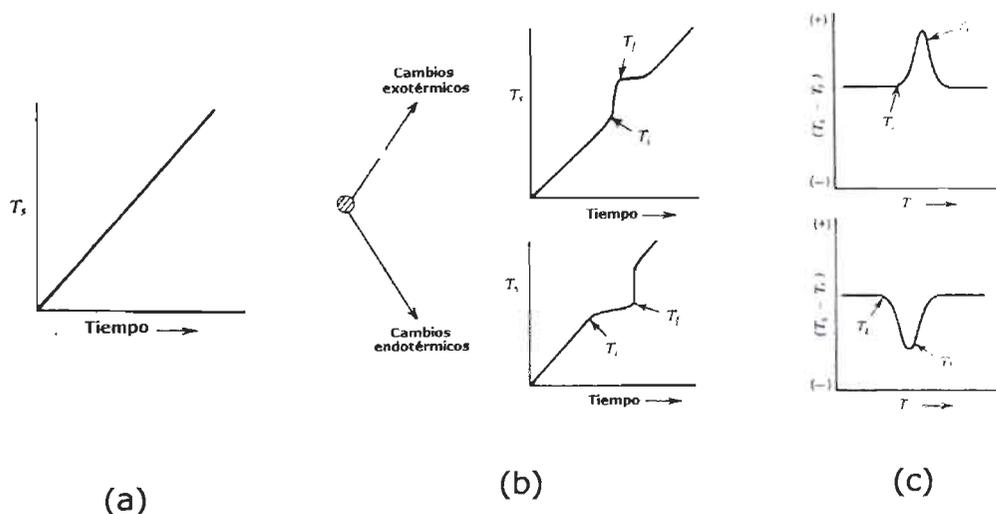


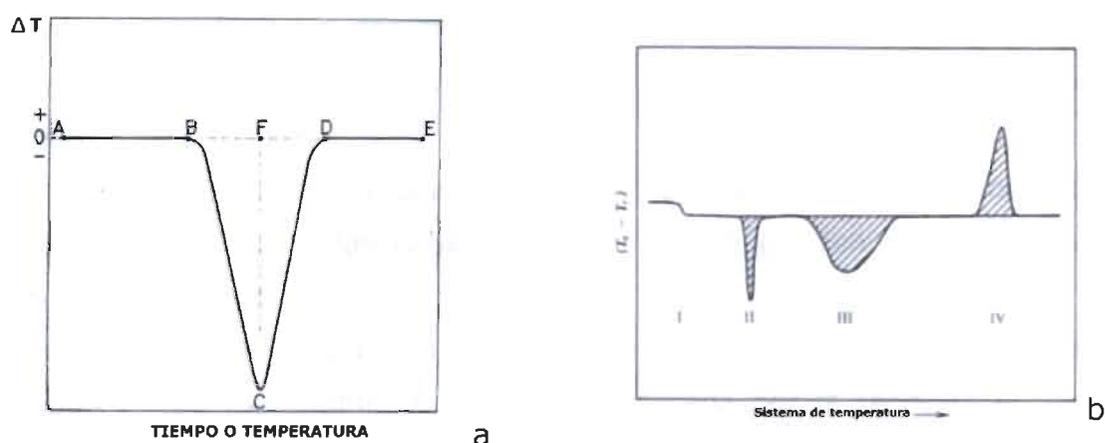
Figura 4.2 Comparación entre el análisis térmico y el DTA

#### 4.1.1 Curva DTA

Todas las transformaciones o reacciones que involucran cambios de energía se reflejan en la curva DTA. Estas reacciones pueden ser clasificadas dentro de 5 puntos: transformaciones de fase, reacciones al estado sólido,

descomposiciones, reacciones superficiales y transiciones de segundo orden (un cambio en entropía sin cambio en entalpía).

Una curva típica de DTA se ilustra en la figura 4.3. En la figura 4.3b se representan cuatro tipos de transiciones: (I) transición de segundo orden en la cual se detecta un cambio en la línea principal; (II) pico endotérmico, causado por un punto de fusión; (III) pico endotérmico, debido a una descomposición o a una reacción de disociación; y (IV) pico exotérmico, causado por un cambio de fase cristalina.



**Figura 4.3** Curva DTA típica

En la figura 4.3a se presenta la curva DTA de un material que sufrió una reacción endotérmica. Se traza  $\Delta T$  en el eje de las ordenadas y la temperatura de la muestra (o del material de referencia) en el eje de las abscisas. A temperatura ambiente, del punto A a B y del punto D a E, no ocurre ninguna reacción, la muestra se calienta a la misma velocidad que el material de referencia y  $\Delta T = 0$ . Los segmentos AB y DE representan la línea principal y BCD representan el pico de la curva. El segmento CF representa la amplitud del pico, BD el ancho del mismo y BCDF el área del pico. El número, la forma y la posición de los picos tanto endotérmicos como exotérmicos con referencia a una temperatura, pueden ser usados para la identificación cualitativa de una sustancia bajo estudio.

A lo largo del segmento BC, parte del calor proporcionado a la muestra por la fuente, es absorbido por la reacción y otra parte es empleado en el calentamiento de la muestra (o para mantenerla a una temperatura constante); por otro lado, la absorción total del calor por la muestra será más grande que la absorción de calor por el material de referencia a causa del valor negativo de  $\Delta T$ . En el punto C, la cantidad adicional de calor proporcionado por la fuente (puesto que es una reacción endotérmica), balancea el calor que está siendo absorbido por la reacción en ese punto; por lo tanto el punto C no indica el término de la reacción. A lo largo de CD la absorción de calor continúa en mayor grado que la del material de referencia hasta lograr un estado cuasi-estacionario en el punto D donde  $\Delta T \approx 0$ .

Si el segmento BCD fuera una reacción exotérmica, apareciendo por encima de la línea principal, las características del pico pueden ser definidas en términos similares.

A lo largo de la línea BC la muestra tiene dos fuentes de calor, una es proporcionada externamente y otra es generada por la reacción en curso. Debido al valor positivo de  $\Delta T$ , la cantidad de calor de la fuente externa es menor que la proporcionada a la referencia. En el punto C la diferencia en la cantidad de calor proporcionado externamente a la muestra y al material de referencia (a causa de la reacción exotérmica) es balanceado por la cantidad de calor generado por la reacción, así de manera similar que el caso anterior, la reacción en el punto C no ha sido completada. A lo largo del segmento CD la cantidad de calor absorbido de la fuente incrementa conforme el valor de  $\Delta T$  disminuye hasta llegar nuevamente al estado cuasi-estacionario en el punto D.<sup>[34]</sup>

#### **4.1.2 Factores que afectan la curva DTA**

El análisis térmico diferencial, puesto que se trata de una técnica térmica dinámica presenta un gran número de factores que afectan directamente los resultados experimentales de las curvas DTA.

Si la curva DTA es usada para propósitos cualitativos, la forma, la posición y el número de picos endotérmicos o exotérmicos son elementos de importante análisis. Para estudios cuantitativos, el área que encierra el pico de la curva es de gran interés, así que debe estudiarse el efecto de parámetros experimentales.

La curva DTA depende de manera general de dos principales categorías de variables<sup>[11]</sup>:

1. Factores instrumentales:

- Atmosfera del horno
- Tamaño y forma del horno
- Material del sujetador de la muestra
- Geometría del sujetador de la muestra
- Alambre y punto de unión de los termopares
- Velocidad de calentamiento
- Velocidad y respuesta del instrumento de registro
- Posición del termopar en la muestra

2. Características de la muestra:

- Tamaño de partículas
- Conductividad térmica
- Capacidad calorífica
- Densidad de empaquetamiento
- Dilatación de la muestra
- Cantidad de muestra
- Grado de cristalinidad

#### **4.2 ANÁLISIS DILATOMÉTRICO, DA (Dilatometric Analysis)**

La dilatometría es una técnica muy útil que ha sido utilizada para obtener datos experimentales en la cinética de transformación de aleaciones ferrosas.

La aplicación de la dilatometría en la investigación de las transformaciones de fase, se debe a los cambios de volumen específico de una muestra durante estas transformaciones. Cuando el material de estudio experimenta

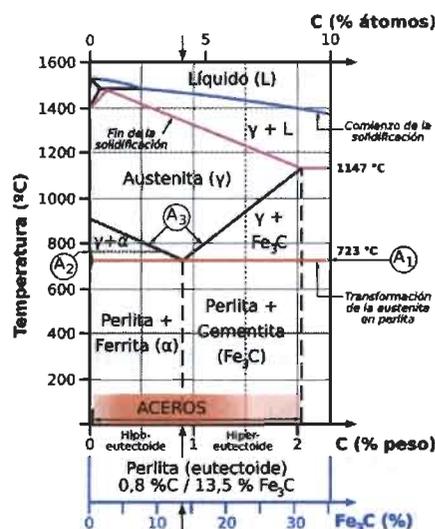
un cambio de fase, la estructura cristalina cambia y este cambio está en principio acompañado por un cambio en el volumen específico.<sup>[34]</sup>

#### 4.2.1 Cambios volumétricos en aleaciones ferrosas

Durante el enfriamiento de una muestra de hierro puro a temperaturas por encima de  $A_3$ , la austenita con una estructura cubica centrada en las caras (fcc), transformará a ferrita, con una densidad de empaquetamiento y condensación atómica menor de estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc). Esta transformación de fase causará una expansión de volumen de aproximadamente 1.6%.

En el caso de los aceros el hierro se encuentra aleado, y esta aleación origina un cambio en el campo de estabilidad de la región multi-fase del diagrama de equilibrio. Cuando un material se transforma en tal región, toma lugar la transformación cristalina, pero aunado a esto habrá una redistribución de los elementos de aleación. Esto significa que la composición de las nuevas fases formadas no es igual a la composición original de las fases descompuestas. Consecuentemente, la composición de la fase descompuesta cambia, y esto origina un aumento en la variación del volumen específico de esta fase. <sup>[6]</sup>

En otras palabras, una muestra de acero al carbono hipoeutectoide enfriada desde la región austenítica, pasará por la región bifásica austenita-ferrita, figura 4.4.



**Figura 4.4** Evolución de un acero hipoeutectoide durante el enfriamiento

Durante este proceso la austenita transformará a ferrita, en la cual la máxima solubilidad del carbono está limitada y la austenita remanente se enriquecerá con carbono. Ambos fenómenos, la formación de ferrita y el enriquecimiento de austenita causarán la expansión de la muestra.

Con un incremento en el contenido de carbono, el volumen de la austenita se incrementa. La máxima solubilidad de carbono en la ferrita es de aproximadamente 0.09%. La influencia del carbono sobre el volumen específico de la ferrita está por tanto limitada. En un enfriamiento un poco rápido, la austenita se descompone para formar fases en equilibrio de baja temperatura: ferrita y perlita (una mezcla de ferrita y cementita  $Fe_3C$ ).

La dependencia del contenido de carbono en los parámetros cristalinos tiene una importante consecuencia en el efecto del volumen en las transformaciones. Primeramente, es que el efecto total del volumen de la transformación depende del contenido de carbono en la aleación. Segundo, el efecto del volumen en la formación de la ferrita a partir de la austenita difiere de manera importante al efecto del volumen en la formación de la perlita. Tercero, el efecto del volumen de la transformación de austenita a ferrita depende de la concentración de carbono de la austenita. Cuarto, el efecto del volumen consiste de dos contribuciones: la diferencia de volumen

específico entre la ferrita y la austenita, y el incremento del volumen específico de la austenita debido a su enriquecimiento con carbono. Por lo tanto, cada uno de estos efectos deben ser considerados cuando se realice el análisis de la dilatación para cada transformación detectada, puesto que en algunos casos estos efectos deberán sumarse, balancearse, etc. [32]

#### 4.2.2 Equipo básico de dilatometría

El equipo consiste básicamente de un sistema de calentamiento y enfriamiento; para su control dispone de un sistema electrónico de alta sensibilidad y precisión para la medida y ampliación de las variaciones de longitud – dilatación y contracción –, temperaturas y tiempos; sus sistemas de registro permiten reproducir las curvas del ciclo térmico del ensayo ( $T=f(t)$ ), las curvas de variación de longitud de las probetas en función de la temperatura ( $dl = f(T)$ ) o del tiempo ( $dl=f(t)$ ) y las curvas derivadas del análisis térmico y de la dilatación, tanto en función de la temperatura como del tiempo,  $dT/dt=f(T)$  o  $f(t)$  y  $dl/dt = f(T)$  o  $f(t)$ , respectivamente.

Para el sistema de medida directa de la temperatura de la probeta, se hace uso de uno o dos termopares, generalmente soldados a la misma. Un termopar es usado para controlar la potencia de calentamiento y el otro sirve como referencia para verificar la homogeneidad en temperatura, figura 4.5.

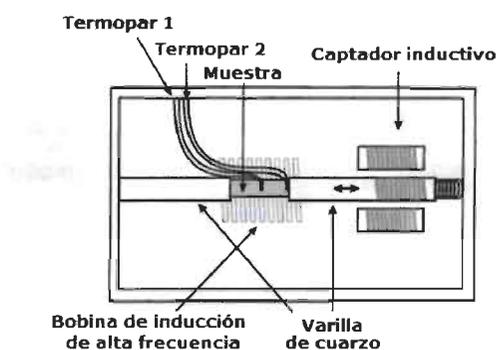
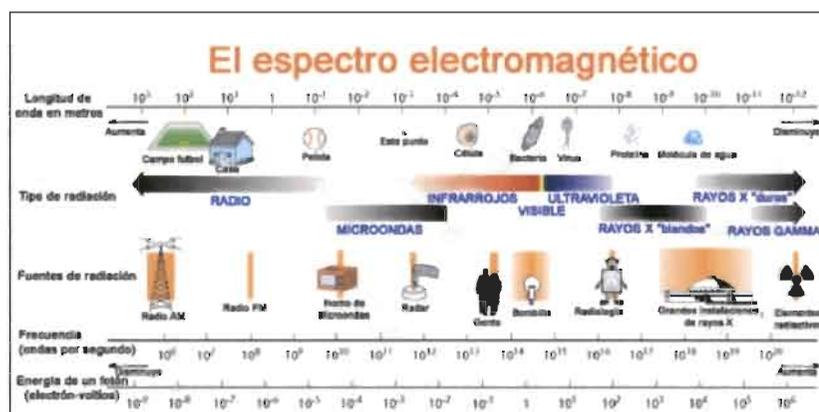


Figura 4.5 Representación esquemática de la configuración de un dilatómetro<sup>[9]</sup>

La medida de la variación de longitud de la probeta se efectúa por medio de un captador inductivo, que permite traducir los desplazamientos aplicados al núcleo de dicho captador en una tensión eléctrica proporcional a la variación de longitud. La señal alternativa de salida del captador es amplificada y posteriormente digitalizada, constituyendo, junto con los datos de temperatura procedente del termopar, la información necesaria para que el software de un ordenador acoplado al equipo visualice las curvas dilatométricas en pantalla.<sup>[27]</sup>

### 4.3 MÉTODO DE DIFRACCIÓN CON RAYOS X, XRD (X Ray Diffraction)

La información estructural sobre un sólido o un material se puede obtener mediante un buen número de técnicas, incluyendo las espectroscópicas. El estudio de la microestructura de los compuestos se puede hacer de igual manera por microscopía óptica, pero los aumentos que se pueden obtener dependen de la longitud de onda ( $\lambda$ ) de la radiación incidente y solo con radiación con  $\lambda \sim 1 \text{ \AA}$  se puede estudiar la materia a escala atómica. Así, el conjunto de técnicas que permiten obtener la mayor información estructural, incluyendo el orden periódico a larga distancia son los métodos difractométricos, los cuales arrojan datos muy importantes para comprender las propiedades físicas y químicas de muchos sólidos.

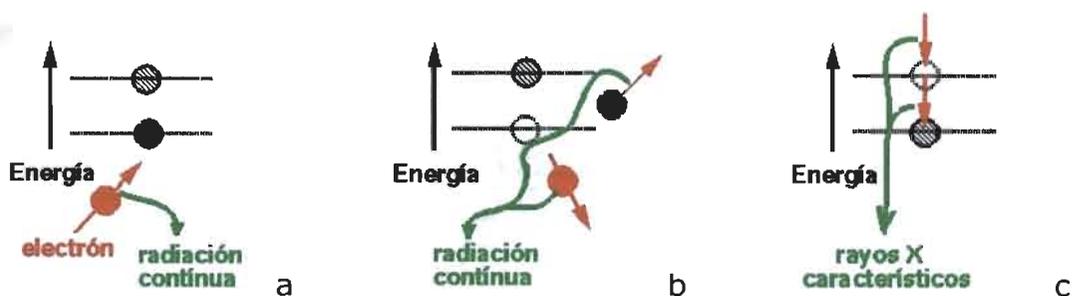


**Figura 4.6** Espectro electromagnético. No hay divisiones claras entre los picos de ondas electromagnéticas ni fronteras bien definidas entre los diferentes colores de la luz visible.

Para aplicar esta técnica se utiliza radiación X, definida por su banda de frecuencias, que está comprendida entre la radiación ultravioleta y la de los rayos  $\gamma$  (gamma), esquema 4.6.

Los rayos X son definidos como una radiación electromagnética de longitud de onda corta producida por la desaceleración de electrones de elevada energía o por transiciones electrónicas que implican el salto de electrones entre los orbitales internos de los átomos. El restablecimiento energético del electrón anódico que se excitó, se lleva a cabo con emisión de rayos X con una frecuencia que corresponde exactamente al salto de energía concreto (cuántico) que necesita ese electrón para volver a su estado inicial, figura 4.7.

El intervalo de longitudes de onda de los rayos X va desde aproximadamente  $10^{-5}$  Å hasta alrededor de 100 Å. La radiación emitida por tal desaceleración se compone de una amplia gama de longitudes de onda conocidas como espectro continuo. Las radiaciones características más importantes en cristalografía de rayos X son las llamadas líneas K-alfa ( $K\alpha$ ), donde los electrones caen a la capa más interior del átomo (mayor energía de ligadura). Si se analizan los rayos X emitidos con un espectrómetro de rayos X, se encuentran ciertas líneas definidas superpuestas sobre el espectro continuo; estas líneas, conocidas como rayos X característicos, corresponden a longitudes de onda que dependen exclusivamente de la estructura de los átomos del blanco.<sup>[13]</sup>



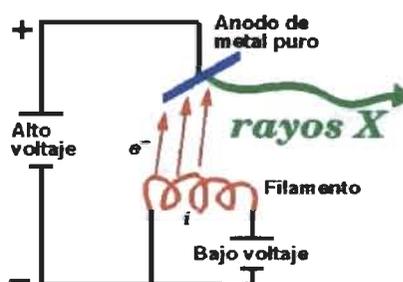
**Figura 4.7** a) estado energético de los electrones en un átomo del ánodo que va a ser alcanzado por un electrón del filamento; b) estado energético de los electrones en un átomo del ánodo después del impacto con un electrón del filamento; c) electrones que vuelven a su estado inicial, emitiendo esta energía en forma de rayos X llamados característicos.

### 4.3.1 Generación de Rayos X

Los tubos de rayos X son un dispositivo utilizado para generar este tipo de radiación. Consisten en un tubo de vidrio en cuyo interior se ha generado un vacío del orden de  $10^{-7}$  mmHg. En el interior de este tubo hay un cátodo formado por un filamento y un ánodo; éste último es una placa metálica frente al filamento.

Normalmente el cátodo es un espiral de Wolframio, suficientemente resistente, de forma tal que sea capaz de soportar la fuerte atracción que se produce entre el cátodo y ánodo debido a la gran diferencia de potencial que se ha de aplicar entre ambos, figura 4.8. El flujo de electrones presenta una intensidad que depende de la temperatura que alcanza el filamento.

Para obtener la radiación X, se aplica una diferencia de potencial de varios miles de voltios entre el cátodo y el ánodo. De esta forma, los electrones emitidos por el filamento incandescente son acelerados en dirección al ánodo. Para obtener la dirección adecuada (hacia el ánodo), el filamento está rodeado de una pantalla metálica denominada focalizador. EL focalizador está abierto únicamente en la dirección de salida deseada y se mantiene a potencial negativo para que pueda repeler todos los electrones que no se dirijan hacia la placa. Al llegar a la placa se produce la colisión y se emiten rayos X en todas direcciones. Para que salgan del tubo en unas direcciones concretas hay unas ventanas ubicadas en las posiciones adecuadas. Al conjunto de filamento y focalizador se le da nombre de cañón de electrones. La zona de la placa en la que inciden los electrones recibe la denominación de foco.



**Figura 4.8** Esquema de un tubo convencional de rayos X.

De la energía total de los electrones generados únicamente una pequeña fracción, inferior al 1%, se invierte en la generación de rayos X. El resto de la energía se transforma en calor que se concentra en una pequeña parte de la placa, concretamente en el foco. Esto obliga a que el material con el que se construye la placa tenga un punto de fusión y un calor específico muy elevados y además exige la existencia de una fuerte refrigeración de la placa para permitir que se pueda utilizar el tubo durante intervalos de tiempo indefinidos.

Para un correcto funcionamiento de un tubo de radiación X, además del tubo en sí, son necesarios una serie de dispositivos: de control, de seguridad y abastecimiento eléctrico. <sup>[10]</sup>

#### **4.3.2 Interacción entre la materia y la radiación X**

Si sobre un determinado material incide un haz de radiación X caracterizado por una intensidad  $I_0$  y una longitud de onda  $\lambda_0$ , la materia absorbe en mayor o menor medida la radiación, dependiendo de los distintos mecanismos de interacción que se producen. Estos mecanismos conllevan a la producción de dos tipos generales de radiación: la llamada radiación de fluorescencia y la denominada radiación dispersa.

La alta penetración de los rayos X en un material y la variación de la absorción por el material al cambiar el espesor, conduce a la técnica conocida como radiografía; por otro lado, la fluorescencia mide la longitud de onda característica de un material cuando se encuentra en estado de excitación por la incidencia de rayos X y resulta ser una técnica de análisis tanto cualitativo como cuantitativo puesto que la concentración de un elemento es proporcional a la intensidad de la radiación fluorescente que también es medida.

Tanto la absorción, como la radiación fluorescente y la radiación dispersa, son propiedades de los rayos X, las cuales tienen un gran número de aplicaciones para el estudio de materiales. Dependiendo del tipo de análisis a efectuar, se determina el tipo de haz (monocromático o continuo), el blanco del tubo de rayos X, la corriente y el potencial a utilizar.

Para nuestro interés; la radiación dispersa puede estar constituida por la fracción de la energía incidente que se vuelve a emitir sin que cambie su longitud de onda. Se denomina radiación dispersa coherente. También puede estar formada por radiación que presenta una longitud de onda ligeramente superior a la de la radiación incidente, es la que se denomina radiación dispersa incoherente o bien radiación Compton. La difracción de los rayos X es un caso particular de la radiación dispersa coherente. [25]

#### **4.3.2.1 Dirección de los rayos difractados.**

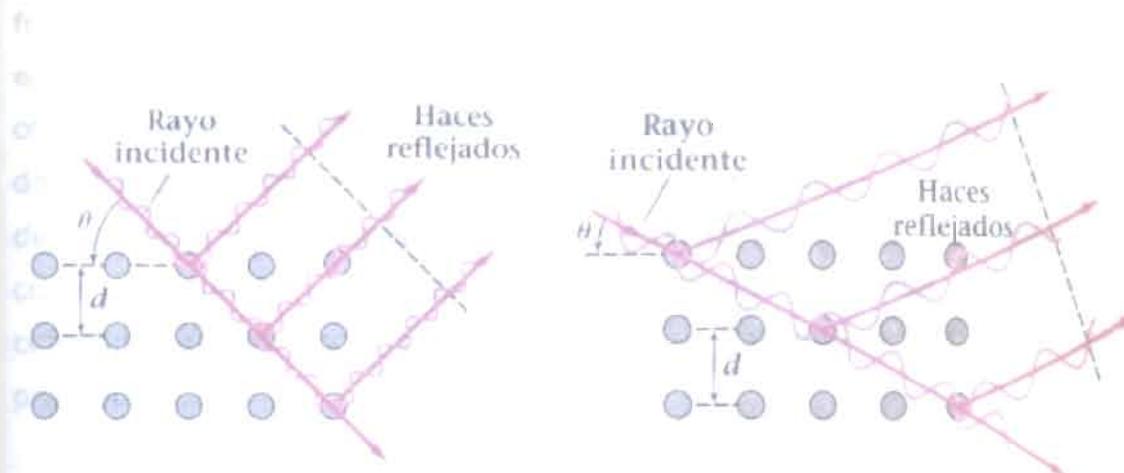
La difracción de rayos X es, básicamente, un proceso de interferencias constructivas de ondas electromagnéticas que se produce cuando una radiación monocromática (de una sola longitud de onda) de rayos X atraviesa por una rejilla formada por los cristales (materia ordenada).

Los cristales, en efecto, son formaciones simétricas de átomos conteniendo líneas y planos de gran densidad atómica, debido a esto son capaces de actuar como retículas de difracción tridimensional. Es un hecho que los rayos de luz son difractados por una rejilla, y el espaciamiento entre líneas de la rejilla debe ser comparable a la longitud de onda de la radiación.

Cuando los rayos X de una frecuencia determinada chocan con un átomo, interactúan con sus electrones haciéndolos que vibren con la frecuencia del haz de los rayos incidentes. Como los electrones se vuelven cargas eléctricas vibratorias, retransmiten los rayos X sin cambio en la frecuencia. Estos rayos reflejados se alejan de los átomos en cualquier dirección.

Cuando los átomos espaciados a intervalos regulares son irradiados por un haz de rayos X, la radiación dispersada sufre interferencia. En ciertas direcciones se producen interferencias destructivas. Por ejemplo, si un plano atómico simple es golpeado por un haz de rayos X paralelo, el haz sufre interferencia constructiva cuando el haz de ondas difractadas presenta, respecto al plano de reflexión, el mismo ángulo que el de incidencia, manteniendo las mismas propiedades de onda, ser paralelas y estar en fase (es decir, las ondas de difracción paralelas deben coincidir en crestas y

valles), figura 4.9. En consecuencia es una onda frontal y la dirección de los rayos reflejados es una dirección de interferencia constructiva.<sup>[25]</sup>

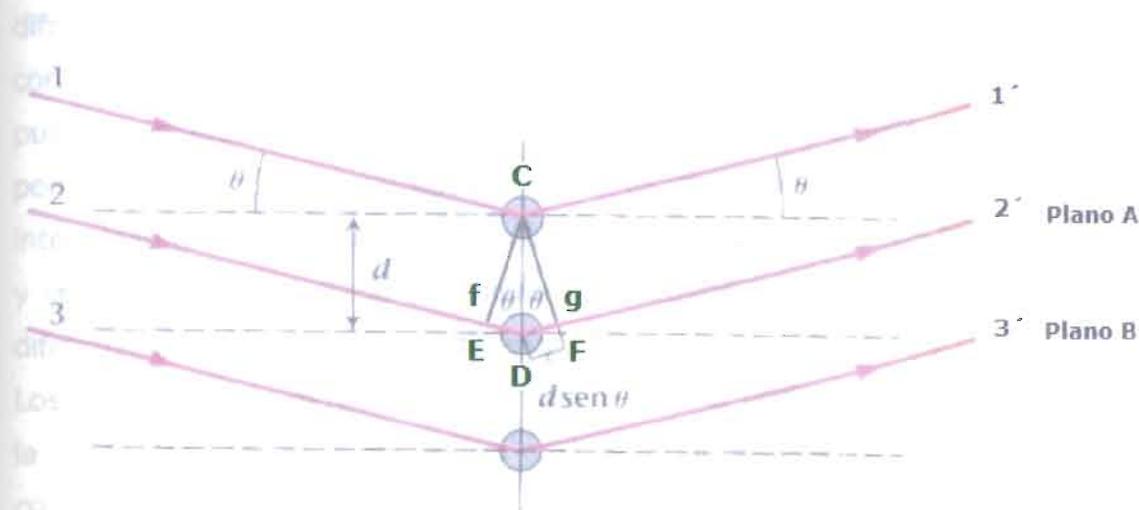


**Figura 4.9** Reflexión de rayos X en capas sucesivas de átomos en un cristal; a) Las ondas difractadas se "reflejan" en fase y se refuerzan entre sí; b) las ondas difractadas se reflejan fuera de fase y se cancelan entre sí.

#### 4.3.2.2. Ley de Bragg

La discusión anterior no depende de la frecuencia de la radiación. Sin embargo, cuando son reflejados los rayos X, no desde una formación de átomos dispuestos en un plano solitario, sino desde átomos sobre ciertos números de planos paralelos espaciados igualmente, tal como existen en los cristales, entonces la interferencia constructiva solo puede ocurrir bajo condiciones de restricción elevadas. La ley que gobierna este último caso se conoce como Ley de Bragg. Si se considera cada plano de átomos en un cristal como un espejo semitransparente, esto es, que cada plano refleje una parte del haz de rayos X y permita también el paso de parte de estos rayos a su través. Cuando los rayos X golpean un cristal, el haz es reflejado no solo por los átomos de la capa superficial, sino por los átomos bajo la superficie hasta una profundidad considerable. La figura 4.10 muestra un haz de rayos X que está siendo reflejado simultáneamente desde dos planos reticulares paralelos. En un caso real, el haz sería reflejado no desde dos planos reticulares únicamente, sino desde un gran número de planos paralelos. El espaciado de la red o distancia entre planos, según índices

de miller, se representa por el símbolo  $(d)$  en la figura 4.10. La línea Cf, se traza perpendicular a los rayos incidentes 1 y 2, por tanto es una onda frontal. Los puntos C y f, que quedan sobre esta onda frontal, deben estar en fase. La línea Cg se traza perpendicular a los rayos reflejados 1' y 2', y la condición para que Cg sea una onda frontal es que los rayos reflejados deben estar en fase en los puntos C y g. Como resultado de la interferencia de dos ondas completamente en fase se produce una nueva onda resultante cuya amplitud es la suma de las amplitudes de cada una de las componentes, es decir, que se produce un máximo en el movimiento ondulatorio.



**Figura 4.10** Un haz de rayos X es reflejado con interferencia constructiva cuando el ángulo de incidencia iguala el ángulo de reflexión.

Esta condición solo puede ser satisfecha si la distancia  $fDg$  es igual a un múltiplo de onda completa, o bien, es igual a  $1\lambda$ ,  $2\lambda$ ,  $3\lambda$  o  $n\lambda$ , donde  $n$  es un número entero arbitrario, y se le conoce como el orden de reflexión.

Así, se expresa la ley de bragg:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Si se satisface la ecuación de bragg los rayos reflejados 1' y 2' están en fase, resultando una interferencia constructiva; así, el máximo de dispersión

se presenta en ángulos donde  $2d\sin\theta$  es un múltiplo entero de las longitudes de onda.<sup>[25]</sup>

#### **4.3.3 Interpretación de resultados.**

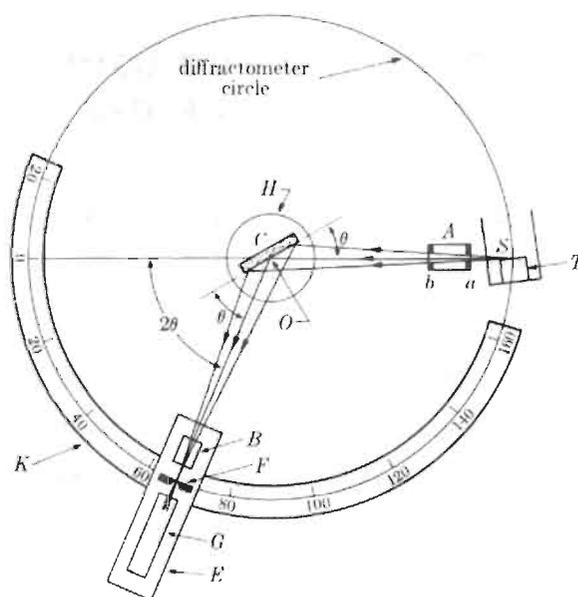
Este tipo de análisis se basa en el uso de una radiación monocromática y en la desorientación de los distintos cristales que forman parte del material, obteniéndose un espectro que refleja las distintas estructuras cristalinas que lo componen.

El registro del espectro se lleva a cabo por medio de un dispositivo conocido como difractómetro, el cual mide directamente la intensidad de un haz difractado por medio de un detector electrónico. Este detector, también conocido como contador, transforma la radiación o el haz difractado en pulsaciones eléctricas. El sistema registra o cuenta el número de pulsaciones por unidad de tiempo, y este número es directamente proporcional a la intensidad del haz difractado. Con la posición angular de cada haz difractado y la intensidad registrada del mismo, se obtiene un registro conocido como difractograma o diagrama de difracción.

Los diagramas de difracción obtenidos, son una poderosa herramienta para la determinación de la estructura cristalina del material investigado, ya que constituyen la huella digital del mismo; permiten determinar las características de la celda unitaria (forma y tamaño), el número de átomos y la posición de los mismos dentro de la celda, mediante las posiciones angulares de las líneas de difracción, a partir de la asignación de uno de los siete sistemas cristalinos conocidos como índices de Miller para cada reflexión. Finalmente, la identificación se realiza mediante comparación en ficheros de bases de datos ya establecidos.

Existen consideraciones físicas que se deben tomar en cuenta de tal forma que sea posible la detección del haz para un ángulo dado, y de las cuales está basada la construcción de los difractómetros. Primeramente, el detector se coloca de forma tal, que pueda desplazarse de manera circunferencial al espécimen de estudio. De acuerdo a la figura 4.11, la muestra de estudio se encuentra en el punto C, sostenida sobre una plataforma H, la cual es capaz

de realizar movimientos de rotación a través del eje O. La fuente de rayos X proviene del punto S, mientras que el blanco está representado por T dentro del tubo de rayos X. Los rayos X, divergen de la fuente y son difractados por el espécimen para formar un haz convergente en el punto F y ser captado por el detector G. A y B son filtros que eliminan la radiación  $k\beta$ . El detector se encuentra dentro de un soporte E con rotación acoplada al eje O; en este soporte se puede leer directamente la posición  $2\theta$ , sobre la escala graduada K. Los soportes E y H se encuentran mecánicamente acoplados debido a que la rotación del detector, este automáticamente acompañada por la rotación del espécimen. Este acoplamiento asegura que los ángulos de incidencia y reflexión, sean siempre iguales y la detección del haz emitido a  $2\theta$  se efectúe respecto al haz de incidencia con ángulo  $\theta$ .<sup>[2]</sup>



**Figura 4.11** Difractor de rayos X

## 5

# DESCRIPCIÓN DE TÉCNICAS DE MONITOREO IN SITU

### **5.1 ANÁLISIS TÉRMICO DIFERENCIAL CON UN SOLO SENSOR DE TEMPERATURA, SSDTA (Single Sensor Differential Thermal Analysis)**

Se ha desarrollado una nueva técnica de análisis térmico diferencial con un solo sensor de temperatura (SS-DTA) en el laboratorio de ingeniería en soldadura de la Universidad de Ohio. Basada en el clásico análisis térmico diferencial, la metodología para el estudio de las transformaciones de fase en la soldadura de un metal, consiste en la recolección digital de datos térmicos durante un proceso de soldadura y el procesamiento de estos datos para determinar las temperaturas de las transformaciones de fase. Para una completa identificación y caracterización de la microestructura del metal soldado se utiliza la microscopía electrónica, así como mediciones de microdureza.<sup>[3]</sup>

#### **5.1.2 Metodología**

La técnica SSDTA determina las temperaturas de las transformaciones de fase por medición de los efectos caloríficos y las transformaciones de fase que los acompañan. En contraste al análisis térmico diferencial clásico, el

SS-DTA utiliza solo un sensor de temperatura que mide la historia térmica del material de interés. Esto permite que una nueva técnica in situ sea aplicada durante un procedimiento térmico o termomecánico en tiempo real de metales o aleaciones en estado líquido y/o sólido.

Comparada la aplicación in-situ con el método DTA que usa dos termopares, esta nueva metodología tiene las siguientes ventajas:

- Permite no usar un termopar de referencia, por tanto simplifica el experimento, permitiendo su aplicación en los procesos de soldadura y evita experimentos adicionales para determinar la distancia óptima entre los termopares a fin de optimizar la sensibilidad.
- Permite controlar la sensibilidad a los efectos térmicos de las transformaciones de fase y el procesamiento por separado de las historias térmicas medidas, por lo tanto incrementa la precisión.<sup>[5]</sup>

#### **5.1.2.1 Procedimiento**

Similar al análisis convencional DTA, es necesario registrar dos temperaturas a partir de un ciclo térmico para obtener el diferencial térmico que va a ser trazado como función de la temperatura o del tiempo y así determinar los puntos de inicio o fin de las transformaciones de fase ocurridas durante los ciclos térmicos.

La historia térmica real de la soldadura, se registra por un muestreo rápido mediante un sistema de recolección de datos usando sensores de temperatura de contacto (termopares) o sin contacto (pirómetros infrarrojos, fibras ópticas). Se utilizan velocidades de muestreo del orden de 500 a 1000s<sup>-1</sup> para obtener datos suficientes a altas velocidades de enfriamiento/calentamiento y a altos rangos de temperatura, donde las transformaciones de fase sólido-líquido y algunas en estado sólido se llevan a cabo.

Para el registro directo de la temperatura, generalmente se usan los termopares tipo K (Ni-Cr/Ni) y tipo C (W-Re/W) con diámetros de 0.25mm, insertados dentro del charco de soldadura durante la depositación o en posiciones que correspondan con la zona afectada por el calor.<sup>[24]</sup>

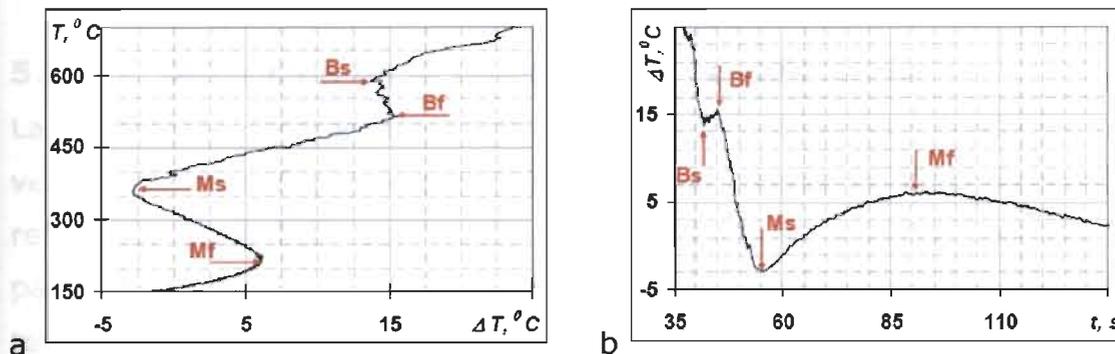
Por otro lado, la historia térmica de referencia se obtiene por modelación o se calcula usando una formula analítica.

La diferencia de temperatura  $\Delta T(t)$  entre la historia o ciclo térmico calculado y el de referencia se traza como una función de la temperatura medida ( $T_{\text{meas}}$ ) o del tiempo ( $t$ ), de acuerdo a la ecuación 1; figura 5.1 a y b respectivamente.

$$\Delta T(t) = T_M(t) - T_R(t)$$

Donde  $T_M(t)$  es la historia térmica medida y  $T_R(t)$  es el ciclo de referencia calculado.

El calor de reacción de cada transformación de fase individual causa derivaciones locales sobre las curvas  $\Delta T(t_{\text{meas}})$  y  $\Delta T(t)$  que reflejan los rangos de temperatura de transformación correspondientes. Para una completa identificación, se realiza la caracterización metalográfica para determinar si las fases identificadas en los termogramas corresponden a las fases presentes en cada zona de análisis. El análisis óptico, mediciones de microdureza y en algunas ocasiones la microscopía electrónica de barrido son necesarias para obtener la información microestructural, que con la ayuda de un esquema de clasificación establecido por el Instituto Internacional de Soldadura IIW (International Institute Welding), determina la evolución microestructural durante el enfriamiento. [3]



**Figura 5.1** Transformaciones de fase registradas mediante el SSDTA en la zona afectada por el calor de una aleación HSLA. SMAW,  $T_{\text{max}} = 1298^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta t_{8/5} = 9$  seg.

Los resultados de las transformaciones de fase y el análisis microestructural han mostrado que la técnica in-situ es altamente sensible a los efectos

térmicos de transformación de los microconstituyentes de soldadura de los aceros bajo carbono y de baja aleación.

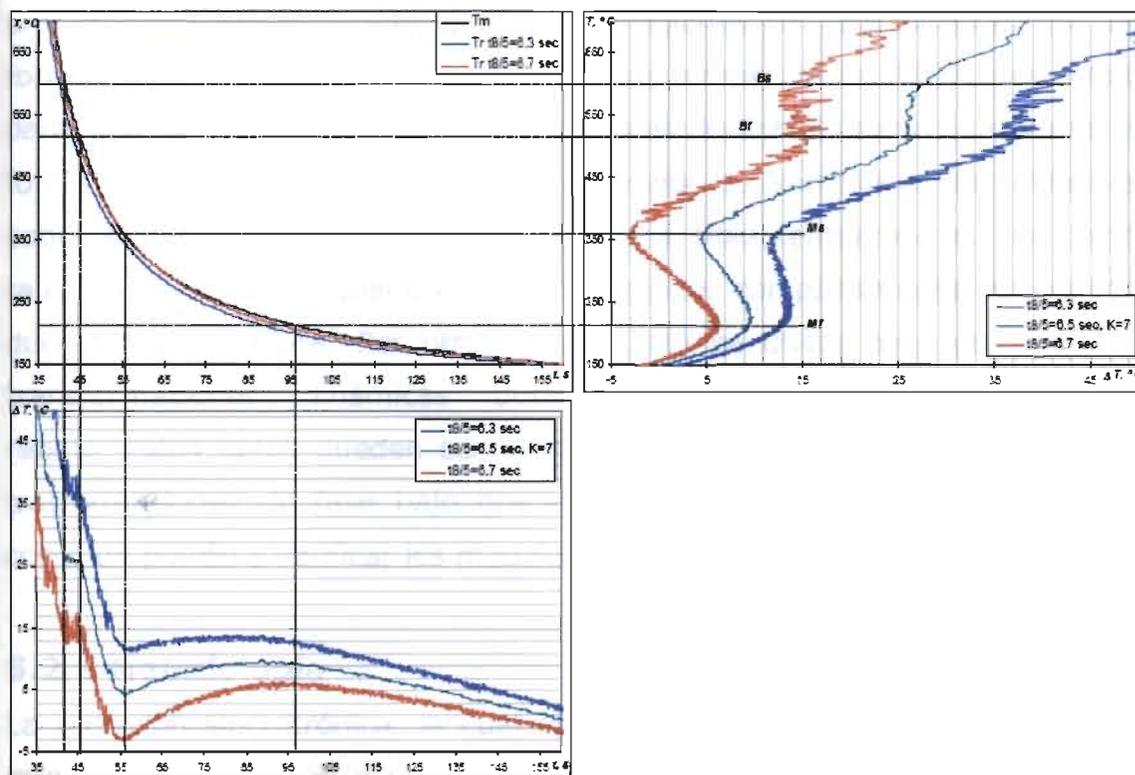
Por otro lado, la técnica SS-DTA ya ha sido aplicada durante los procesos SMAW, GMAW, Soldadura por fricción y durante los tratamientos post-soldadura y en pruebas de soldabilidad para un amplio rango de aleaciones. Detecta un amplio rango de transformaciones de fase en estado sólido, tanto en la zona de fusión como en la zona afectada por el calor de aceros estructurales. Permite la identificación de la formación de pequeñas cantidades de PF (G), FS(A), LB y M a velocidades de enfriamiento extremadamente rápidas y la formación de PF(I), FC(P) y WF a velocidades de enfriamiento muy bajas. Su sensibilidad y exactitud para la determinación de ferrita  $\delta$  a austenita, y de austenita a ferrita  $\alpha$ , ferrita acicular y los rangos de transformación de bainita y martensita se evaluaron por comparación en análisis dilatométrico en un sistema de simulación in-vitro (Gebble), y se encontró que al comparar por dilatometría, el SS-DTA tiene igual exactitud y mejor sensibilidad al determinar la formación de pequeñas cantidades de ferrita de límite de grano y ferrita de segunda fase.<sup>[5]</sup>

El desarrollo de esta técnica ha hecho posible la construcción de diagramas de transformación de enfriamiento continuo (CCT) en la zona de fusión de la soldadura de un metal y en la ZAC de aceros estructurales.<sup>[4]</sup>

#### **5.1.2.2. Obtención de la temperatura de referencia**

La metodología propuesta por esta técnica de monitoreo es aplicada por una versión de un software especializado, el cual calcula un ciclo térmico de referencia preliminar por medio de una fórmula analítica usando los parámetros de la historia térmica medida: temperatura inicial ( $T_0$ ), temperatura máxima ( $T_{max}$ ) y tiempo de enfriamiento a un rango determinado para su análisis entre 800 y 500°C ( $\Delta t_{8/5}$ ). El ciclo de referencia preliminar se optimiza mediante modelos matemáticos, variando los parámetros mencionados para obtener una disminución constante de la función  $\Delta T(t)$  con una velocidad de 3 a 5 °C por cada 100°C durante el

enfriamiento. La solución obtenida se presenta en dos diagramas: superpuesta sobre  $T_M(t)$ ,  $T_R(t)$  y  $T_R(\Delta T)$ ; que representan la temperatura medida en función del tiempo y la temperatura registrada en función del tiempo y de la temperatura respectivamente, figura 5.2.<sup>[7]</sup>



**Figura 5.2** Control de la sensibilidad de las transformaciones de fase por la variación del  $\Delta T_{8/5}$  del ciclo térmico de referencia calculado. Zona afectada por el calor de un acero HSLA. SMAW,  $T_{max} = 1298^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta t_{8/5} = 9 \text{ seg}$ .

Posteriormente, se realiza un análisis minucioso de las graficas obtenidas para detectar los puntos de inflexión que representen una transformación microestructural.

## 5.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X EN RESOLUCIÓN DE ESPACIO, SRXRD (Space Resolved X Ray Diffraction) Y DE TIEMPO, TRXRD (Time Resolved X Ray Diffraction)

Esta técnica de análisis para el monitoreo en tiempo real de los procesos de soldadura, está basada en el desarrollo de la radiación sincrotrónica por el Laboratorio Nacional de Livermore Lawrence (LLNL) para realizar

observaciones directas de la evolución microestructural en un acero, durante los ciclos térmicos utilizados.<sup>[21]</sup> Estas técnicas, conocidas como difracción de rayos X por resolución de espacio (Spatially Resolved X-Ray Difracttion, SRXRD) y resolución de tiempo (Time Resolved X-Ray Difracttion, TRXRD), permiten que se realicen experimentos in-situ durante la soldadura, y proporcionen observaciones de transformaciones de fase directas que se forman bajo intensos ciclos térmicos a altas temperaturas. SRXRD es usado para "mapear" las fases que están presentes durante la soldadura, y más a fondo para determinar la influencia del calor de entrada en la soldadura sobre el tamaño de la región austenítica a altas temperaturas, así como también, el tiempo requerido para homogenizar completamente esta región durante la soldadura. Por otro lado, TRXRD se utiliza para observar las transformaciones dinámicas durante un calentamiento y enfriamiento rápido. Estos datos pueden ser usados para determinar la cinética de las transformaciones de fase bajo gradientes térmicos de soldadura, o bien como un patrón y verificar los modelos de transformaciones de fase.<sup>[23]</sup>

### **5.2.1 Metodología**

La radiación sincrotrónica, la cual es de varios órdenes de magnitud más intensa que los rayos x convencionales, pasa en medio de un arreglo de potentes polos magnéticos para posteriormente aumentar el brillo de los rayos X. La intensidad resultante, radiación altamente colimada, puede ser usada para probar estructuras atómicas en escalas de tiempo de milisegundos y con una resolución sub-milimétrica, lo que permite hacer observaciones en tiempo real de transformaciones de fase durante la soldadura.

En la técnica SRXRD, los patrones de difracción son adquiridos en posiciones particulares a lo largo de una exploración lineal comenzando en la zona de fusión (ZF) y continuando a través de la zona afectada por el calor (ZAC) y dentro del metal base (MB). Los resultados permiten que las transformaciones de fase ocurridas sobre un rango de posiciones en la ZAC sean monitoreadas durante la soldadura en condiciones constantes.

En la técnica TRXRD los patrones de difracción de rayos x son igualmente tomados en tiempo real, pero son adquiridos en intervalos de tiempo muy cortos durante la soldadura en una sola posición durante un punto de soldadura transitorio, nuevamente usando un haz de tamaño sub-milimétrico. TRXRD permite que la transformación de fase sea monitoreada con una alta resolución temporal (10 a 100 ms) durante condiciones de calentamiento y enfriamiento rápidos.

En los últimos años, las dos técnicas han sido usadas para estudiar las transformaciones de fase en aceros, aportes y otras aleaciones. Estos datos han formado una base para el desarrollo de modelos cinéticos, usado para predecir las transformaciones de fase bajo diferentes condiciones de soldadura.

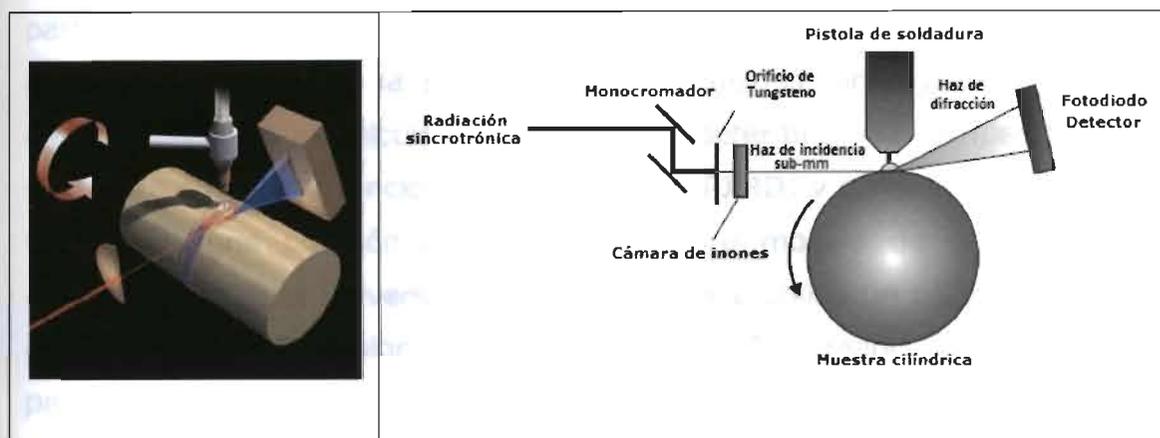
#### **5.2.1.1. Procedimiento de soldadura**

En el procedimiento realizado por Elmer, Palmer y DebRoy, la soldadura por GTAW se hizo en un acero 1045, con una velocidad de avance de 0.6 mm/seg para (SRXRD), y bajo condiciones estacionarias en un punto de soldadura para (TRXRD). Los parámetros de soldadura produjeron una zona de fusión de aproximadamente 10mm de ancho y 5mm de profundidad en ambos casos. La soldadura se hizo sobre una barra cilíndrica de 10.2 cm de diámetro dentro de una cámara sellada a la atmosfera la cual fue llevada a condiciones de vacío antes de llenarla con He de alta pureza antes de soldar. El He evita la contaminación de la soldadura con la atmosfera y minimiza la atenuación del haz de rayos X.<sup>[22]</sup>

#### **5.2.1.2. Monitoreo**

Los componentes principales de los experimentos SRXRD y TRXRD se observan en la figura 5.3. En cada experimento, el haz de rayos X producido por la radiación sincrotrónica, pasa a través de un monocromador antes de pasar a través de un orificio de tungsteno a 250  $\mu\text{m}$  (SRXRD) o a 540  $\mu\text{m}$  (TRXRD). Esto produce un haz monoenergético y de tamaño sub-milimétrico, el cual incide sobre la muestra en una posición dada. En el

experimento SRXRD, el cual se muestra en la figura 5.3, se analizan posiciones específicas en la ZAC a lo largo de una trayectoria perpendicular a la dirección de soldadura con una alta precisión. La disposición del arreglo TRXRD es idéntica, pero la soldadura se hace en una barra estacionaria, y en una sola posición durante un punto de soldadura transitorio.



**Figura 5.3** Diagrama esquemático del arreglo experimental SRXRD. [33]

Los patrones de difracción de rayos X son registrados usando un fotodiodo de silicio como detector. El arreglo fue montado sobre un enfriador de agua a una posición determinada para cubrir el ángulo  $2\theta$ . Este rango  $2\theta$  se optimizó de tal manera que pudiesen obtenerse un total de 6 picos de difracción: 3 de la fase bcc y 3 de fcc.<sup>[23]</sup>

### 5.2.1.3. Modelación y análisis

#### **Análisis de los picos de difracción.**

Los patrones de difracción de los rayos X recolectados durante la soldadura se analizaron a fin de determinar las fases presentes y la fracción de volumen semicuantitativa de cada fase. Este análisis midió la intensidad integrada de los picos en cada patrón de difracción usando una suma de uno o más modelos Gaussianos. Las intensidades integradas de los picos de difracción son entonces convertidas en intensidades relativas de cada fase detectada. Esta conversión se basa en los efectos de un número de factores

sobre la intensidad resultante de un pico dado. En este método, el área pico o la intensidad integrada de cada pico es medida y posteriormente convertida a una fracción relativa de cada fase considerando la estructura cristalina, el factor de polarización de Lorenz, la temperatura, etc.

### ***Modelación térmica.***

Las mediciones directas de las temperaturas al soldar son muy complicadas, particularmente durante experimentos in-situ. Para superar esta dificultad, los ciclos térmicos de la soldadura son calculados, en lugar de medirlos directamente. Los cálculos se usan para determinar la temperatura de soldadura como una función de la posición (SRXRD) y como una función del tiempo en una posición dada (TRXRD). Este modelo de soldadura fue desarrollado por la universidad de Pensilvania y utiliza un código numérico de transferencia de calor y de fluidos 3D que fue creado específicamente para los fenómenos ocurridos en los procesos de soldadura. El modelo resuelve ecuaciones de conservación de masa, momentum y energía, para determinar el tamaño y la forma del charco de soldadura en su estado líquido. En el experimento SRXRD, el perfil térmico en estado constante del charco de soldadura y en la ZAC, se determinó en condiciones cuasi constantes. En el experimento TRXRD, los perfiles térmicos transitorios se calculan como una función del tiempo y de la posición para condiciones en un punto de soldadura, usando una fórmula matemática.

### ***Fases en equilibrio***

Un software para modelación (Thermocalc), se utiliza para calcular los diagramas de fase y por lo tanto la secuencia de transformaciones de fase de la aleación 1045. Se consideran los efectos químicos de elementos como Fe, C, Si, Mn, Ni, y Cr sobre el campo de las fases líquido, ferrita, cementita, austenita, y los resultados indican que la microestructura inicial en equilibrio, consiste en una mezcla de ferrita, la cual transforma a austenita cuando se alcanza la temperatura de  $A_1$  de  $712^\circ\text{C}$ . La transformación completa a austenita ocurre a la temperatura  $A_3$   $765^\circ\text{C}$  y esta austenita permanece estable hasta fundir, lo cual ocurre a  $1410^\circ\text{C}$ . Las transformaciones que ocurren durante el calentamiento serán reversibles

durante el enfriamiento. De cualquier forma, las limitaciones cinéticas pueden afectar el inicio esperado de la transformación y las temperaturas de terminación de las transformaciones de fase, y la formación de fases en no equilibrio tales como la bainita y/o martensita pueden ocurrir a altas velocidades de enfriamiento.<sup>[22]</sup>

## 6

# RESULTADOS OBTENIDOS MEDIANTE CADA TÉCNICA

### 6.1 RESULTADOS OBTENIDOS POR SSDTA

#### 6.1.1 Caracterización microestructural. (Depósito de soldadura E6010/C-Mn)

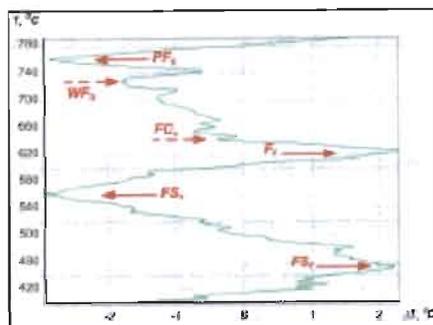
Bajo condiciones de enfriamiento acelerado (como regularmente sucede en los procesos solidificación cuando se aplica una soldadura), la austenita se descompone en ferrita primaria (PF), agregados de ferrita-carburos (FC), ferrita de segunda fase (FS), ferrita widmanstätten (WF), ferrita acicular (AF), bainita (B) y martensita (M). Las micrografías de estos constituyentes y los efectos térmicos asociados con su formación se observan en las figuras 6.1 a 6.3. La mayoría de los microconstituyentes son claramente distinguibles y tienen una morfología que permite la medición de la microdureza. Los rangos de las temperaturas de transformaciones de fase se determinan por la técnica SS-DTA y se resumen en la tabla 6.1.

**Tabla 6.1** Temperaturas de transformaciones de fase y durezas en depósito de soldadura E6010/CMn

$\Delta t_{8/5}$	PF <sub>S</sub>	WF <sub>S</sub>	FC <sub>S</sub>	F <sub>F</sub>	AF	FS	B	M	HV
2.86	760	730	645	625	-	565-455	398-357	290-200	241
2.97	790	720	645	610	-	590-490	418-335	320-160	239
4.41	835	795	685	635	610-530	510-435	370-290	265-210	234
6.11	857	818	677	647	625-505	455-400	385-318	-	219
7.13	880	830	715	680	665-530	-	420-300	-	217
7.94	845	808	725	700	688-570	-	435-305	-	208
9.12	840	812	715	688	685-580	-	460-330	-	201

\*Donde los subíndices (S) y (F) indican el inicio y el fin de la transformación.

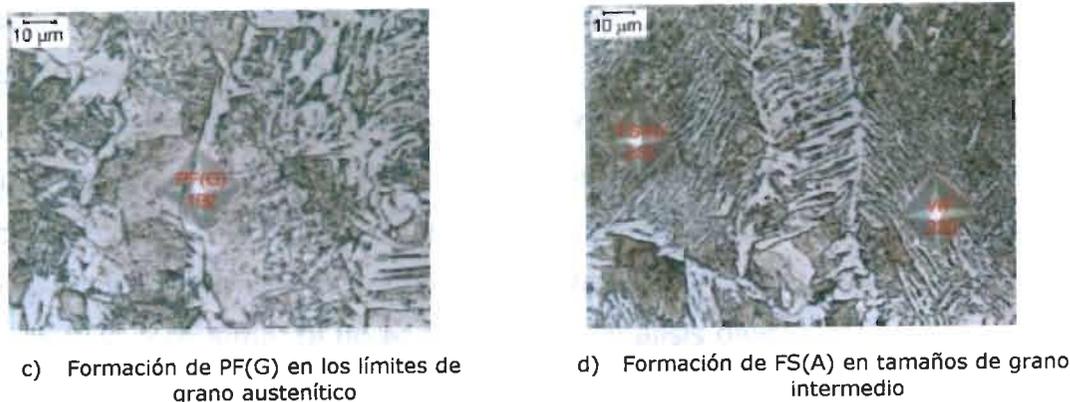
Durante todo el rango investigado de  $\Delta t_{8/5}$ , la reacción proeutectoide comienza con la formación de ferrita primaria a partir de los límites de grano austenítico (PF(G)), seguida por algo de ferrita poligonal intragranular (PF(I)) y perlita fina; Figuras 6.1 y 6.2. En los tamaños de grano más pequeño e intermedio, el límite de grano ferrítico proporciona sitios de nucleación para la ferrita widmanstätten; figuras 6.1c, 6.1d y 6.2a.



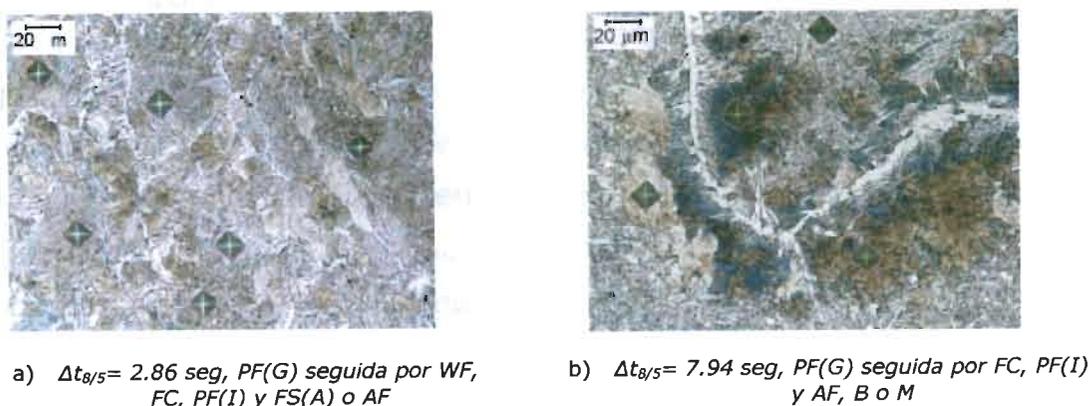
a) Efectos térmicos de las transformaciones de fase



b) Secuencia típica de transformación en granos pequeños: PF(G) seguida por WF, PF(I) y FC



**Figura 6.1** Formación de PF(G), WF, PF(I), FC y FS,  $\Delta t_{8/5} = 2.86$  seg



**Figura 6.2** Secuencias de transformación típicas en tamaños de grano intermedio (a) y grande (b).

A altas velocidades de enfriamiento la formación de WF, en los tamaños de grano intermedio es seguida por la formación de ferrita fina con ferrita alineada de segunda fase (FS(A)), figuras 6.1d y 6.2a. Conforme disminuye la velocidad de enfriamiento la FS (A) es sustituida por ferrita acicular, figuras 6.3a y 6.3b. En los granos más grandes (figura 6.2b), la formación de PF(G), FC y PF(IG) es seguida por la formación de FA, bainita (figuras 6.3c y 6.3d) y/o martensita (figuras 6.3e y 6.3f). Mientras que la martensita es formada a altas velocidades de enfriamiento, la transformación bainítica ocurre durante todo el rango investigado. Estos microconstituyentes son mezclados con ferrita acicular y son difíciles de reconocer por microscopía óptica. La identificación se realizó por los rangos de las temperaturas de transformación y los valores de microdureza de acuerdo con la tabla 6.1. La

exactitud de tal identificación puede ser confirmada por microscopia electrónica de barrido.

Los resultados obtenidos muestran que la técnica SSDTA es lo suficientemente sensible para medir los efectos térmicos de todas la microestructuras formadas en el depósito de soldadura E6010 de un acero C-Mn. Incluso permite distinguir la transformación de austenita a PF, FC y WF, lo cual normalmente no es posible con análisis dilatométrico.<sup>[3]</sup>

### **6.1.2 Construcción de los diagramas de transformación de enfriamiento continuo CCT (Continuos Cooling Transformation).**

Basado en la misma técnica, estos diagramas se obtienen a partir del registro de temperaturas medidas directamente en posiciones particulares, zona afectada por el calor o zona de fusión; trazando las mismas en función del tiempo transcurrido y caracterizando el material a diferentes velocidades de enfriamiento. Así, el diagrama obtenido para condiciones particulares del proceso (parámetros de soldadura), muestra los rangos en los que se favorecen ciertas fases. Por lo tanto, este tipo de diagramas permiten seleccionar los rangos de enfriamiento mediante la manipulación de los parámetros de soldadura para propiciar una microestructura favorable para las propiedades mecánicas finales del material.

En la figura 6.3 se observa un diagrama CCT de la zona afectada por el calor para un acero de composición 0.12%C, 0.8%Si, 0.7%Mn, 0.8%Cr, 0.6%Ni, 0.5%Cu.<sup>[5]</sup>

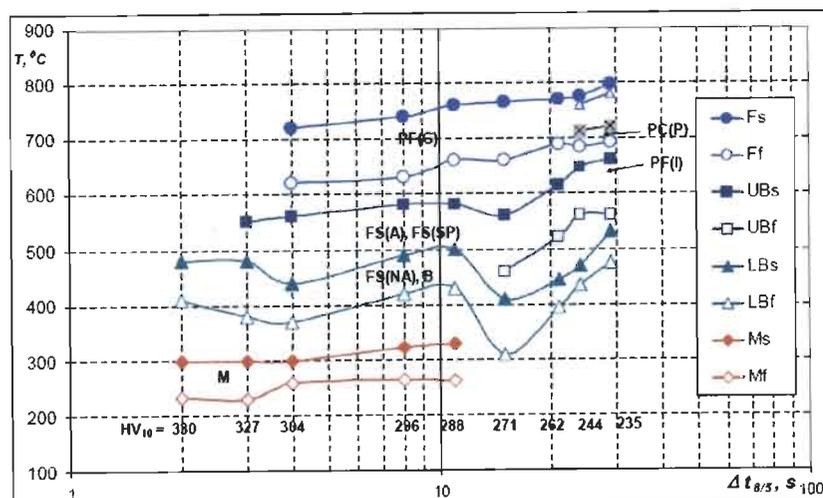
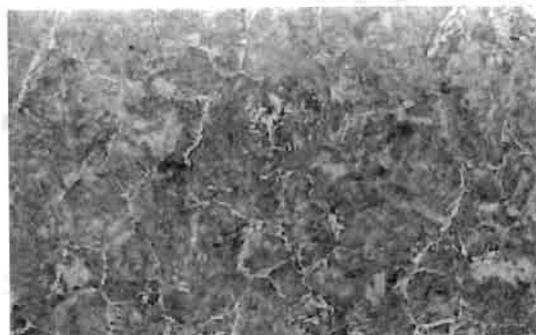


Diagrama de transformación de enfriamiento continuo, CCT



Microestructura a  $\Delta t_{8/5} = 4s$ : PF(G), B(UB, LB) y M. 320X



Microestructura a  $\Delta t_{8/5} = 24s$ : PF(G), FC(P), PF(I), FS(A), FS(NA). 640X

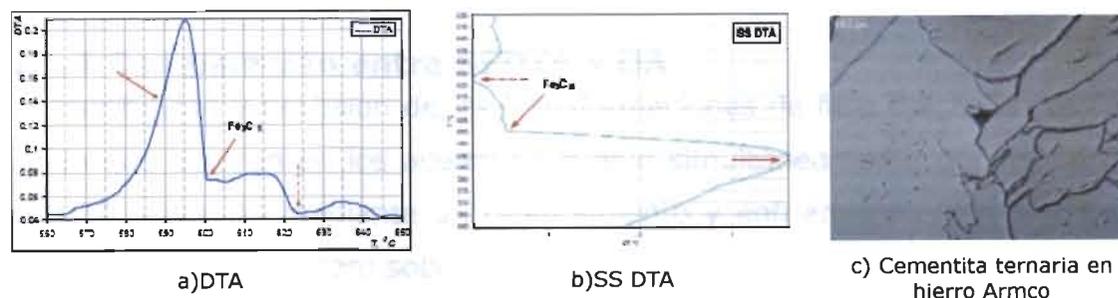
**Figura 6.3** Construcción de diagrama in-situ CCT y microconstituyentes típicos encontrados en la HAZ.

Estos diagramas han sido principalmente aplicados para:

- Análisis microestructural e identificación de microconstituyentes
- Selección de los parámetros de soldadura para producir una combinación particular entre la microestructura y las propiedades mecánicas.
- Selección de temperaturas entre pases y de precalentamiento para evitar el agrietamiento en caliente por hidrógeno.
- Desarrollo y evaluación de WPS.

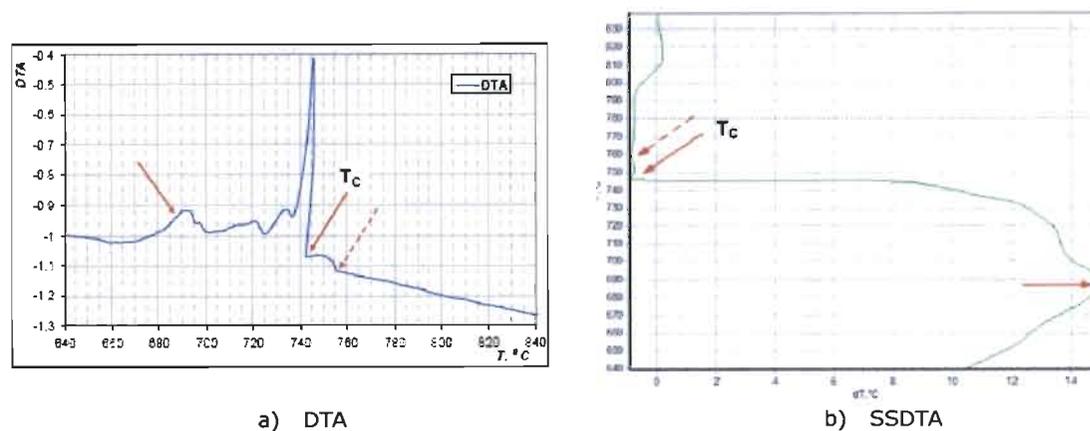
### 6.1.3 Comparación entre SSDTA y DTA

La comparación con el clásico DTA se realizó usando un analizador térmico y un procedimiento estándar de DTA sobre unas muestras de Hierro Armco y un acero P71. La historia térmica de las muestras investigadas, obtenidas mediante equipo de DTA, fue procesada por SS DTA. Los resultados de esta comparación son presentados en la figura 6.4 y 6.5.



**Figura 6.4** Comparación del SSDTA con el DTA. Precipitación de cementita ternaria en Hierro Armco. Velocidad de enfriamiento 10°C/min.

Se encontró una total correspondencia en las temperaturas de inicio y final de la precipitación de la cementita ternaria en el hierro Armco y en la transición paramagnética a ferromagnética en el acero P71, según lo determinado por los dos métodos.

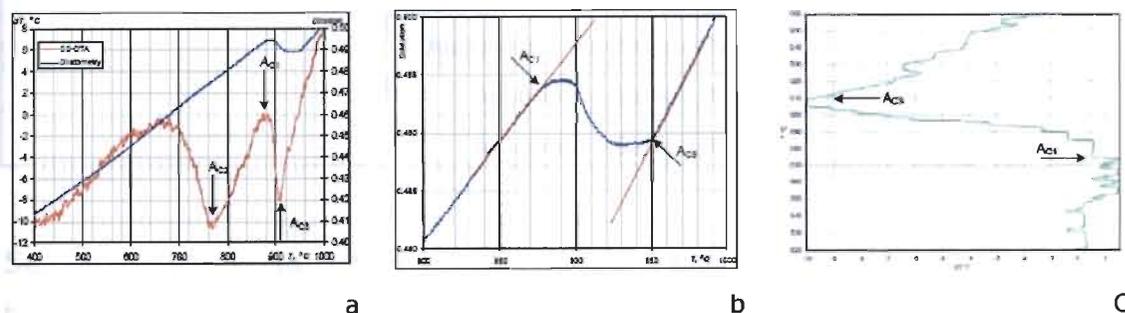


**Figura 6.5** Comparación del SSDTA con el DTA. Transición del estado ferromagnético a paramagnético en el acero P91. Velocidad de enfriamiento 10°C/min.

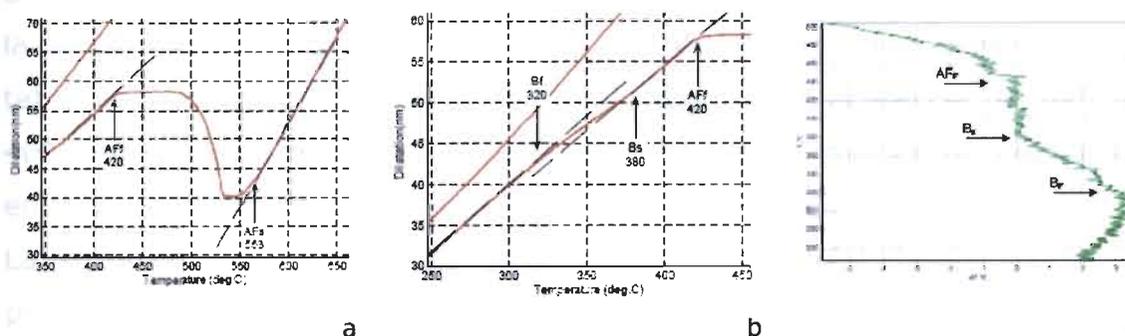
EL clásico DTA traza la derivada de la diferencia de temperaturas entre las muestras de referencia y las de prueba contra la temperatura. Esto permite determinar la temperatura de inicio de las transformaciones, aunque se presentan dificultades al determinar las temperaturas de terminación de las mismas. El final de las dos transformaciones se determina entonces por SS DTA; figuras 6.4 b y 6.5 b y corresponden a los puntos de inflexión que siguen de los valores del pico sobre las curvas DTA; figuras 6.4 a y 6.5 a.<sup>[3]</sup>

#### 6.1.4 Comparación entre SSDTA y DA

La sensibilidad y precisión de las transformaciones de fase típicas en estado sólido que ocurren en los aceros se evaluó simultáneamente por medio de SS DTA y por DA mediante un calentamiento y enfriamiento controlado de varias muestras de acero sobre un simulador térmico in-vitro. Los resultados obtenidos se resumen en la tabla 6.2 y algunos ejemplos se presentan en las figuras 6.6 y 6.7.



**Figura 6.6** Comparación del SSDTA con el DA. Transformación de ferrita a austenita y temperatura de Curie en Hierro Armco. Velocidad de calentamiento 57°C.



**Figura 6.7** Comparación del SSDTA con el DA. Formación de ferrita acicular y bainita en el metal soldado.

**Tabla 6.2** Comparación del SSDTA con el DA.

Material	Transformación	Temperaturas de Transformación, °C	
		SSDTA	DA
Hierro Armco Vel. de cal. 57°C/s	Ferrita a austenita, $A_{C1}$	875	875
	Ferrita a austenita, $A_{C3}$	910	950
	$T_c (A_{C2})$	770	-
Acero P91, Vel. de cal. 84°C/s	Martensita a austenita, $A_{C1}$	850	850
	Martensita a austenita, $A_{C3}$	920	940
	$T_c (A_{C2})$	750	-
Acero P91, HAZ Vel. de cal. 70°C/s	Martensita a austenita, $A_{C1}$	845	845
	Martensita a austenita, $A_{C3}$	905	935
	$T_c (A_{C2})$	750	-
Soldadura multipase E11018 MH-4R, $T_{max}=1350^{\circ}C$ $\Delta t_{8/5}=10$ s	Austenita a ferrita primaria, $PF_S$	860	850
	Austenita a ferrita primaria, $PF_F$	750	750
	Austenita a ferrita acicular, $AF_S$	563	563
	Austenita a ferrita acicular, $AF_F$	440	420
	Austenita a Bainita, $FS_S$	380	380
	Austenita a Bainita, $FS_F$	320	320

Se encontró una buena correlación entre las temperaturas de transformación de fase determinadas por ambas técnicas. Con respecto a SSDTA, DA mostró un retraso en la determinación de la temperatura de terminación de la transformación en los casos de transformación ferrita a austenita y martensita a austenita durante el calentamiento, y en el caso de la austenita a ferrita acicular durante el enfriamiento; figuras 6.6, 6.7 y tabla 6.2. Se detectó mediante los dos métodos, una diferencia de 20°C a 40°C en la temperatura de terminación de la transformación de diferencia en la temperatura de terminación de la transformación.

La razón del retraso no ha sido establecida completamente, pero es probable que esté relacionada a la naturaleza diferente de las mediciones realizadas por estos dos métodos. Mientras que las mediciones de los termopares son más localizadas, el dilatómetro integra la transformación

asociada a los cambios de volumen del metal. Por lo tanto pequeños gradientes de temperatura en la sección transversal medida de la muestra en evaluación causados por un calentamiento o un enfriamiento no uniforme, pueden ser los responsables del retraso medido.

Por lo tanto, comparado con el SS DTA, el DA tiene apreciablemente menos sensibilidad a la formación de pequeñas cantidades de algunos microconstituyentes, figuras 6.7b y 6.7c. Esta baja sensibilidad del DA reduce su resolución y precisión en la determinación de las temperaturas de transformación.<sup>[3]</sup>

## **6.2 RESULTADOS OBTENIDOS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X**

### **6.2.1 SRXRD**

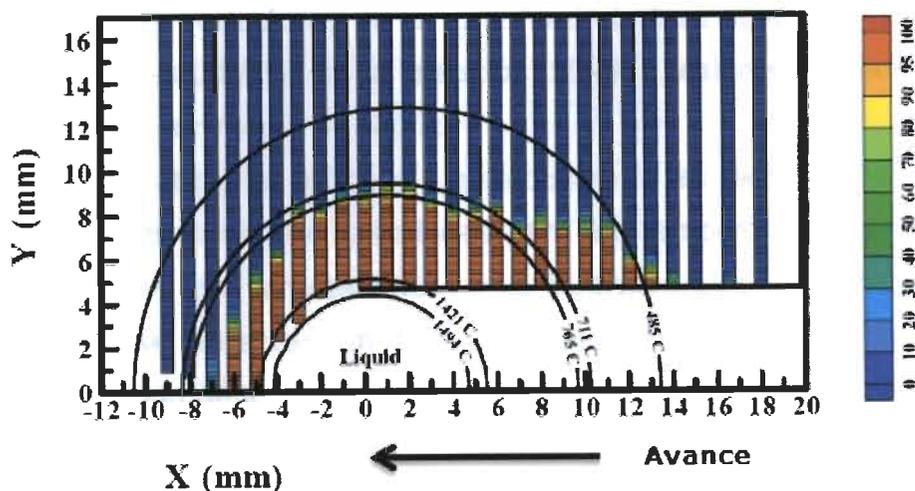
#### **6.2.1.1 Mapeo de fases**

Las transformaciones de fase pueden ser observadas en la ZAC por medio de "mapeos" de fase, usando la técnica SRXRD en un acero 1045 durante la soldadura. Para hacer esto, se usan patrones de difracción que son adquiridos en posiciones lineales, horizontales y perpendiculares a la dirección de avance de la soldadura. Cada patrón de difracción es adquirido a cada .025mm y cada línea de datos contiene más de 30 patrones individuales de rayos X. Aproximadamente, son requeridas más de 20 líneas de datos para completar un "mapa de fases", el cual contiene unos 600 patrones individuales de difracción en la ZAC. Los picos de difracción de rayos X se analizan usando métodos basados en la determinación del área de cada pico, específicamente en la ZAC y en la ZF para estimar el volumen de fracción requerido de austenita y ferrita a cada posición. Los resultados contienen información semicuantitativa acerca de la cantidad relativa de ferrita y austenita que existe en la ZAC durante la soldadura, y se muestran en la figura 6.8 para una soldadura hecha con una potencia de entrada de 2.4 KW a una velocidad de avance de 0.6 mm/seg.

Las isoterms de soldadura, calculadas mediante un modelo de fluidos térmicos para este proceso, son sobrepuestos sobre los datos de SRXRD. Las posiciones de las fases ferrita y austenita fueron trazadas con 250 $\mu$ m de

precisión, perpendiculares a la dirección de avance y 500 $\mu$ m paralelas a la dirección de soldadura. En el diagrama, el área oscura indica la fracción austenita, la cual varía de 0 (azul) a 100% (rojo). La exploración de las líneas individuales SRXRD se hicieron de manera perpendicular a la dirección de soldadura, y muestran una variación de la fase austenita de 0 a 100% sobre una región estrecha de aproximadamente 1 a 1.6 mm de ancho. Estas regiones indican en dónde la transformación de fase  $\alpha \rightarrow$  perlita, toma lugar en la ZAC.

Está claro en la figura, que un gran campo de la fase  $\gamma$  rodea el charco de soldadura y que el campo de esta fase se extiende hacia la zona de arrastre de la misma, con respecto a la isoterma  $A_3$  (765°C).



**Figura 6.8** Mapeo semi-cuantitativo por medio de SRXRD. Volumen de fracción de austenita (rojo) en la zona afectada por el calor de un acero 1045. La escala indica la cantidad de austenita (0-100%) y las isotermas calculadas corresponden a las temperaturas de líquido, sólido,  $A_3$ ,  $A_1$  e inicio de la transformación bainítica.

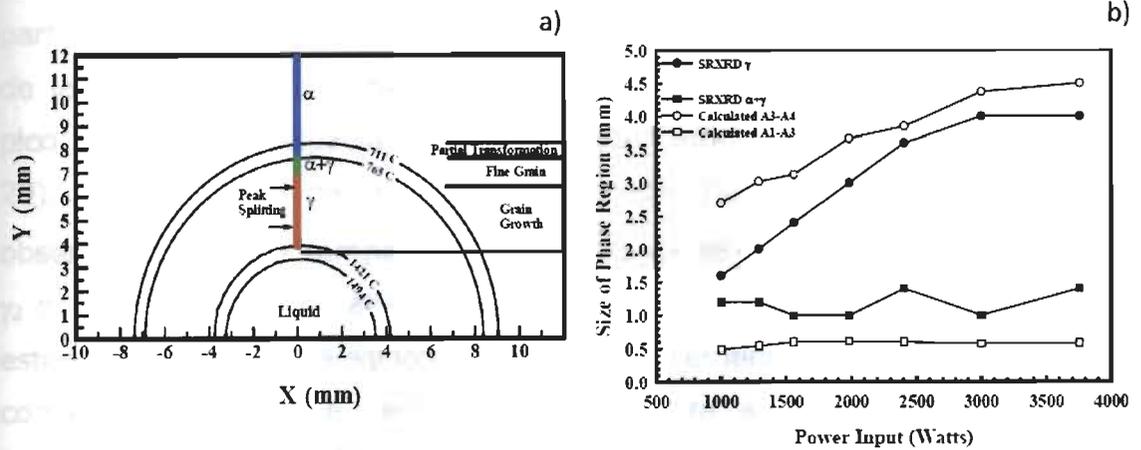
Aparentemente en el campo de la fase  $\gamma$ , la terminación de la transformación de fase  $\alpha \rightarrow \gamma$ , cambia a altas temperaturas en el calentamiento y a bajas temperaturas sobre un relativo enfriamiento a la temperatura  $A_3$ . Diferencias entre las posiciones medidas y calculadas de los campos de la fase austenita son evidencia de las condiciones de no equilibrio que existen durante la soldadura. Los resultados indican que se requiere de un sobrecalentamiento para transformar completamente la microestructura a  $\gamma$  en el calentamiento,

y que en el enfriamiento, el subenfriamiento se requiere para iniciar la transformación a  $\alpha$ . El retraso requerido para completar la transformación de austenita en el calentamiento, es desplazado más allá de la isoterma  $A_3$  en posiciones más cerca de la línea central de soldadura donde las velocidades de calentamiento son las más altas. Esto muestra que la cantidad de sobrecalentamiento requerido para la transformación  $\alpha \rightarrow \gamma$  varía con la velocidad de calentamiento. Durante el enfriamiento, la región más cercana a la zona de fusión requiere un subenfriamiento considerable antes de que aparezcan cantidades de transformación medibles.<sup>[22]</sup>

### **6.2.1.2. Efecto del calor de entrada en la austenización**

Como resultado de los cambios en el calor de entrada en un proceso de soldadura, ocurren variaciones en el tamaño de la fase austenita en la ZAC. Este efecto fue estudiado en la aleación 1045 a calores de entrada de 1000W a 4000W, por medio de SRXRD.

De forma esquemática, en la figura 6.a se observan las regiones de las fases  $\gamma$ ,  $\alpha + \gamma$  y  $\alpha$ ; y las isotermas calculadas para las temperaturas de liquidus, solidus,  $A_3$ ,  $A_1$  y las características microestructurales de la ZAC, que posteriormente se observan en las metalografías, y corresponden a una potencia de entrada de 1984 W.



**Figura 6.9** a) Isotermas calculadas, observaciones experimentales por SRXRD y el tamaño de la ZAC. b) Mediciones del tamaño de las regiones de cada fase y valores calculados de las temperaturas en equilibrio de transformación como una función del calor de entrada.

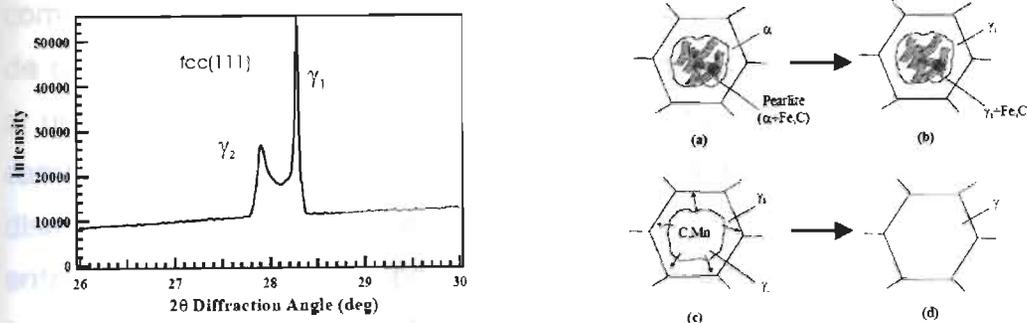
El tamaño de las regiones de fase  $\gamma$  y  $\gamma + \alpha$  sobre el rango de la potencia de entrada que se estudio (determinado por SRXRD), se traza en la figura 6.9b (líneas con símbolos oscuros). Estos valores se comparan con el tamaño de cada región, el cual es calculado bajo consideraciones termodinámicas (línea con símbolos claros), figura 6.9b. Como resultado, el tamaño de la región de fase  $\gamma$  calculada, y obtenida de forma experimental, difiere sobre los rangos de potencia de entrada trazados en la figura 6.9a. La diferencia es mayor a bajas potencias de entrada, debido a que existe un mayor gradiente de temperatura. A potencias de entrada más altas, el tamaño de la región austenita experimental y el calculado es similar. El tamaño de la región  $\alpha + \gamma$  calculada y obtenida experimentalmente son similares, solo que el tamaño medido de la región  $\alpha + \gamma$  es siempre más alto que el valor calculado. [22]

### 6.2.1.3. Homogenización de la austenita

A partir de la obtención de los difractogramas que detectan las estructuras cristalinas en la ZAC, dentro de la región austenítica, se observa (en todas las potencias de entrada investigadas), una heterogeneidad; la cual resulta por la partición de un pico fcc con patrones de difracción distintos. La partición ocurre sobre una región finita del campo de la fase austenítica, la

cual está indicada por las flechas en la fig. 6.9a. y la figura 6.10a muestra la partición del pico para una reflexión en fcc (111) en una posición de 5.2 mm de la línea central del charco de soldadura. Cuando inicia la partición del pico, a un mayor espaciamiento austenítico interplanar  $d$  (a menor ángulo  $2\theta$ ),  $\gamma_2$  se forma a partir del pico de austenita inicial  $\gamma_1$ . La partición se observa cerca de la temperatura calculada de 884°C y el parámetro de red  $\gamma_2$  es resultado de una alta concentración de C y Mn. La fuente primaria de estos elementos de aleación es la red de cementita no disuelta, la cual comienza a disolverse dentro de la austenita a elevadas temperaturas. Inicialmente, la partición del pico  $\gamma_1$  en  $\gamma_2$  es pequeña, ya que  $\gamma_2$  comienza a formarse a partir de  $\gamma_1$ , localizada dentro de las colonias de perlita. Conforme incrementa la temperatura, la partición del pico aumenta según la difusión del C y el Mn a partir de la cementita, dentro del constituyente  $\gamma_2$ . La partición alcanza un máximo a cierta temperatura (1243° C) que se asume corresponde a una completa disolución de la cementita. A mas incremento de temperatura, la partición del pico disminuye hasta que solo se observa un pico, localizado cerca de la línea de la zona de fusión, cuando la fase austenítica alcanza el equilibrio conforme la difusión de los elementos de aleación, crea una sola fase químicamente homogénea.

Este mecanismo se muestra esquemáticamente en la figura 6.10b. En un estado inicial (a), la ferrita dentro de las colonias de perlita y la región de ferrita alotromórfica que la rodea, se transforma a austenita  $\gamma_1$ , (b). Debido a los rápidos ciclos de calentamiento experimentados en la ZAC, las redes de cementita, que originalmente son una parte de las colonias de perlita no se disuelven completamente antes de que la ferrita se consuma por encima de la temperatura  $A_3$ . Estas redes de cementita se disuelven con el calentamiento continuo, introduciendo C y Mn dentro de la austenita causando en un segundo, la aparición de un constituyente de austenita altamente aleado,  $\gamma_2$ , (c). Conforme continúa el calentamiento, esos elementos de aleación, difunden dentro del constituyente de menos aleación  $\gamma_1$ . A temperaturas de aproximadamente 1300°C o mas, la composición química de la austenita se homogeniza. [22]



**Figura 6.10** Patrones de difracción tomados, muestran la partición del pico de austenita  $fcc(111)$ . A la derecha, se muestra la progresión de la transformación  $\alpha \rightarrow \gamma$ .

## 6.2.2 TRXRD

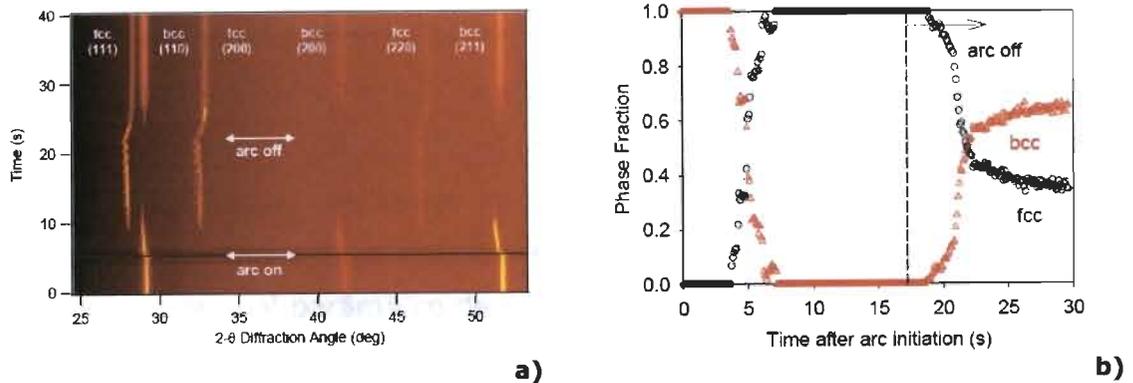
### 6.2.2.1 Observaciones dinámicas de la transformación ferrita - austenita

Esta técnica se usa para investigar las transformaciones de fase de un acero, de forma localizada en la ZAC a 5mm de la línea central del charco de soldadura. Los datos TRXRD por difracción de rayos X para una "corrida", se muestra en la figura 6.11a, la cual representa una serie de 400 patrones de difracción, tomados en intervalos de 100 msec. y muestran los cambios en los picos de difracción como una función del tiempo de soldadura. En esta figura, se observan los datos de difracción para varios segundos antes de que el arco comience. Después de la iniciación del arco, se mantiene por 17 seg. durante el calentamiento y 20 seg. adicionales (después de extinguido) para capturar el ciclo de enfriamiento. La intensidad más grande del pico de difracción se indica por los tonos tenues y la intensidad de los picos más baja, por los tonos oscuros; de forma que los tonos de difracción aparezcan como rayos a lo largo del eje del tiempo (ordenadas) en su localización  $2\theta$  apropiada.

Al principio del experimento ( $t=0$ ) solo existen tres picos de difracción correspondientes a la fase bcc. Después de que el arco inicia, estos tres picos bcc rápidamente cambian a valores menores de  $2\theta$ , debido a que el parámetro de red se expande con la temperatura. Continuando con el calentamiento, aparecen tres nuevos picos correspondientes a la fase fcc. Los 6 picos coexisten por varios segundos antes de que los picos bcc

comiencen a caer en intensidad y desaparecer, dejando solamente los picos de difracción fcc. Los picos fcc están estables hasta que el arco se extingue a un tiempo  $t=17$  seg., después de lo cual, los picos fcc rápidamente cambian a valores más altos de  $2\theta$  conforme el parámetro de la red disminuye durante el enfriamiento. Con 1.5 seg. adicionales de enfriamiento, los picos bcc aparecen nuevamente, e incrementan en intensidad, conforme la soldadura continua enfriándose.

Usando los datos presentados en la figura 6.11a, se determina la fracción relativa de las fases bcc y fcc presentes durante los ciclos de transformación y enfriamiento. Esos datos, basados en las mediciones de las áreas de los picos de difracción de los rayos X, se trazan en la figura 6.10b como una función del tiempo. La cinética de transformación de fase puede ser determinada a partir de estos trazos.<sup>[23]</sup>



**Figura 6.11** a) Los resultados de TRXRD muestran los cambios en los picos de difracción como una función del tiempo de soldadura. b) Fracción de las fases bcc y fcc como una función del tiempo de soldadura.

### 6.2.2.2. Formación de bainita y martensita durante enfriamiento rápido

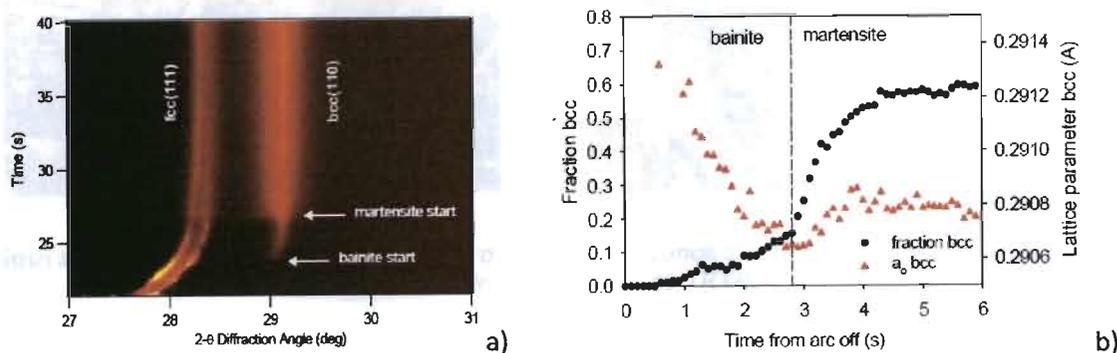
Además de las mediciones de las fases fcc y bcc, se obtiene información adicional a partir de los picos de difracción de rayos X, por lo que es posible indicar la presencia de fases fuera del equilibrio como la bainita y la martensita. Una mirada más cerca a los datos presentados en la figura 6.11a revela detalles acerca de estos mecanismos de transformación durante el enfriamiento, y la figura 6.12a permite ver más a detalle los picos de fcc(111) y bcc(110) después de que el arco se extinguió. Inicialmente el

pico fcc cambia rápidamente a valores más altos de  $2\theta$  conforme el parámetro de red decrece por la contracción que sufre el acero durante el enfriamiento. Se observa que el pico fcc(111) se divide, debido al tiempo insuficiente para homogenizar la austenita durante la rápida corrida de TRXRD. A un tiempo  $t=23s$  el pico bcc (110) aparece durante el enfriamiento y tiene un pico de anchura relativamente estrecha (bainita start). Ambos picos cambian a valores mayores de  $2\theta$  conforme el enfriamiento continua, y el pico bcc incrementa en intensidad mientras que el pico fcc decrece en esta. A  $t=27s$  en el mismo diagrama, ambos picos fcc (110) y bcc (111) muestran un repentino incremento en anchura (martensite start).

El pico más ancho bcc (110) permanece ahí durante el resto de la soldadura, incrementando en intensidad conforme continua el enfriamiento. El repentino incremento en anchura del pico en el acero es causado por los esfuerzos en la red conforme se forma la martensita.

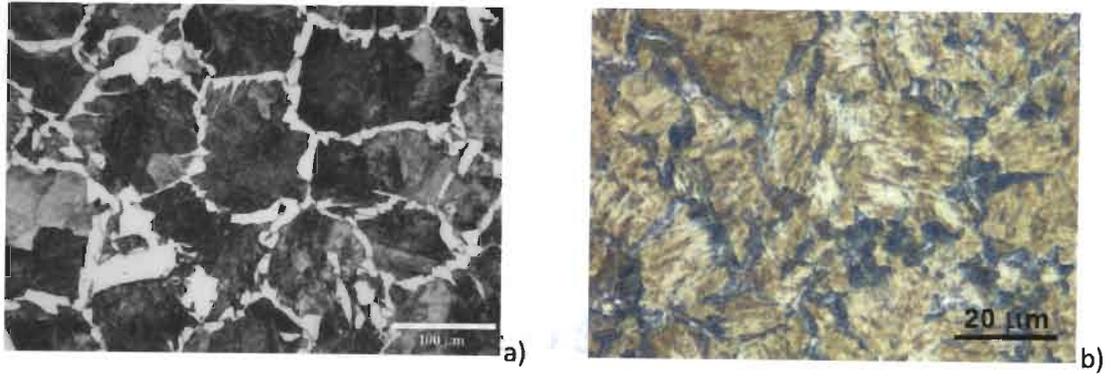
Los picos de difracción TRXRD mencionados, se analizan para determinar las fracciones relativas de las fases y sus parámetros de red durante el enfriamiento. Estos resultados se grafican en la figura 6.12b, donde la fracción de la fase bcc se muestra en la ordenada izquierda como círculos negros, mientras el parámetro de red bcc se grafica en la ordenada derecha como triángulos rojos. En esta figura, la primera fase bcc aparece a  $t=0.5s$  después de que el arco se extinguió y corresponde al punto que indica la flecha bainita start de la figura 6.12a. De acuerdo a la figura 6.12b, la velocidad de formación de la fase inicial bcc es relativamente lenta, alcanzando aproximadamente 15% de transformación a  $t=2.8s$ . A partir de ese punto, los picos bcc incrementan rápidamente en anchura (punto que indica la flecha martensita start de la figura 6.12a), y de acuerdo con la figura 6.12b, la velocidad de transformación se incrementa considerablemente, lo cual indica que hay un cambio en el mecanismo de transformación conforme la martensita se forma. También se grafican los parámetros de red (figura 6.12b), medidos durante el enfriamiento de la soldadura. De aquí, se observa un decremento en el parámetro de red bcc

durante las etapas iniciales de transformación precediendo el cambio del mecanismo a  $t=2.8\text{s}$ .



**Figura 6.12** a) Resultados que muestran los picos de difracción  $fcc(111)$  y  $bcc(110)$  durante el enfriamiento. La formación de la martensita está acompañada por un incremento en la amplitud del pico. b) Fracción bcc y parámetro de red como una función de la velocidad de enfriamiento. La transición de bainita a martensita ocurre a  $t=2.8\text{s}$  después de que el arco fue extinguido.

Las microestructuras que corresponden a los datos presentados anteriormente, se muestran en la figura 6.13. En la condición de vaciado, figura 6.13a, la microestructura contiene ferrita alotrópica y perlita. La ferrita es la fase clara atacada que rodea los límites de grano austeníticos y la perlita es el componente oscuro dentro de la ferrita. La figura 6.13b muestra la microestructura de la ZAC en la posición donde los datos TRXRD fueron obtenidos. En esta microestructura los límites de grano austeníticos en la ZAC son mucho más pequeños que los del metal base original, como resultado de los diversos sitios de nucleación proporcionados dentro de la microestructura perlítica original. No hay perlita presente y los límites de grano ferrítico son mínimos. La porción bainítica de la microestructura aparece como parches oscuros localizados en los límites de grano austenítico. Dentro de los granos la microestructura es altamente refinada y es característica de la red martensítica que se forma durante un rápido enfriamiento en los aceros de medio carbono. Por lo tanto los resultados TRXRD son capaces de distinguir entre martensita y bainita basados en sus velocidades de transformación, parámetros de red y temperaturas a la cual la transformación inició. [23]



**Figura 6.13** *Microestructura de un acero 1045 en a) condición recibida, y b) después de un rápido enfriamiento durante el experimento TRXRD.*

## CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos mediante cada técnica de análisis descrita, proporcionan una herramienta de gran ayuda, no solo para estudios experimentales y de modelación de transformaciones de fase o de evolución microestructural, sino que proporcionan un mejor conocimiento de los fenómenos que ocurren en los procesos de soldadura.

Las técnicas de análisis convencional por dilatometría y análisis térmico diferencial son técnicas de análisis altamente sensibles y representan una herramienta eficaz en el estudio de las transformaciones de fase de los materiales durante los ciclos de enfriamiento y/o calentamiento; sin embargo las altas velocidades del ciclo térmico en la soldadura y las limitaciones del equipo hacen que las técnicas de monitoreo in - situ para análisis en tiempo real durante este proceso, representen herramientas alternativas y novedosas que han demostrado tener la sensibilidad suficiente a un amplio rango de transformaciones de fase detectadas a extremadamente altas velocidades de enfriamiento en estado sólido tanto en la zona de fusión como en la zona afectada por el calor. El efecto térmico de las transformaciones de fase corresponde con los microconstituyentes encontrados en la microestructura, así como la cantidad relativa de cada uno de ellos, incluso con los que son muy pequeños.

Por otro lado, la construcción de diagramas de enfriamiento continuo CCT son un ejemplo de la gran utilidad de éste tipo de técnicas, sobre todo

porque permiten estudiar nuevos materiales metálicos (o los procesos de soldadura de nuevas aleaciones). El estudio de materiales mediante la técnica de análisis SSDTA, no representa un alto costo a diferencia del análisis por rayos X, por lo que bien podría ser una herramienta de gran ayuda para la industria para solucionar los problemas de soldabilidad que presentan los nuevos aceros AHSS; mientras que las técnicas de análisis mediante rayos X son para el investigador una fuente de experimentación con la que se pueden estudiar muchos fenómenos en la soldadura desde diferentes enfoques para diversas aplicaciones.

Los estudios que se han realizado en diferentes materiales a permitido determinar entre otras cosas, los rangos de temperatura de transformación, la identificación y la cuantificación potencial de los microconstituyentes de un metal soldado, el estudio de la cinética de las transformaciones de fase en la soldadura, la verificación de soluciones y la determinación de parámetros para modelaciones numéricas de transformaciones de fase. Por lo que definitivamente, estas nuevas técnicas de análisis, no son herramientas estándar, sino de estudio científico y tecnológico.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Roosz, Z. Gacsi y E.G. Fuchs, *Acta Metall.*, 31, 1983: 509-517.
2. B.D. Cullity. *Elements of X-Ray Diffraction*. Second Edition. Addison Wesley. Pags. 189,199.
3. B.T. Alexandrov and J. C. Lippold. *Single Sensor Differential Thermal Analysis of Phase Transformations and Structural Changes during Welding and Postweld Heat Treatment*. Welding and Joining Metallurgy Group The Ohio State University Columbus, Ohio, USA.
4. B.T. Alexandrov and J. C. Lippold. *Relationship Between the Solidification Temperature Range and Weld Solidification Cracking Susceptibility of Stainless Steels and Ni-base Alloys*. Welding and Joining Metallurgy Group. The Ohio State University, Columbus, Ohio USA.
5. B. T. Alexandrov and J. C. Lippold. *In-Situ Weld Metal Continuous Cooling Transformation Diagrams*. Welding and Joining Metallurgy Group. The Ohio State University, Columbus, Ohio, USA.
6. Blaine J. Weddle, Sue A. Robbinsa and Patrick K. Gallagher. *Further studies on the use of simultaneous TM/DTA to establish Magnetic Transition Temperatures*. Department of Chemistry and Department of

Materials Science & Engineering. The Ohio State University, Columbus, Ohio, U.S.A.

7. Boian T. Alexandrov and John C. Lippold. Methodology for In-situ Investigation of Phase Transformations in Welded Joints.
8. Capdevila Montes Carlos. Modeling of Diffusional Phase Transformation during the Isothermal Decomposition of Austenite in a Carbon Manganese Microalloyed with Vanadium and Titanium. PhD Thesis.
9. Chang-Seok Oh, Heung Nam Han, Chang Gil Lee, Tae-Ho Lee, and Sung-Joon Kim. Dilatometric Analysis on Phase Transformations of Intercritical Annealing of Fe-Mn-Si and Fe-Mn-Si-Cu Low Carbon TRIP Steels Materials Processing Department, Korea Institute of Machinery and Materials, Korea.
10. Charles Kittel. Introduction to Solid State Physics. Seventh Edition. Wiley. p 29.
11. Craig, Ebuckler, Aberdeen Differential Thermal Analysis. The Macaulay Institute for Suil. Edited by R.C. Mackenzie. Volume 1. p 3-12.
12. Douglas A. Skoog, James J. Leary. Análisis Instrumental. McGraw\_HILL. 4a. Edición. p 662, 666.
13. Fishbane, Gasiorowicz, Thornton. Physics for scientist and engineers. Second Edition. Prentice Hall. p 1049.
14. Francisca García Caballero. Modelización de las Transformaciones de Fase en Calentamiento Continuo de Aceros con Microestructura Inicial de Ferrita, Perlita y Ferrita - Perlita. Tesis doctoral. Universidad Complutense de Madrid.
15. George E. Linnert. Welding Metallurgy. Volume 1. Fourth Edition. American Welding Metallurgy. GML Publicationts
16. G.R. Speich y A. Szirmae, Trans. TMS-AIME, 245, 1969: 1063.

17. G. Thewlis. Classification and Quantification of Microstructures in Steels. Materials Perspective.
18. Granjon H., R. Galliard, Possibilite offertes par l'analyse thermique in situ pour l'etude des transformations de l'acier au cours du soudage, Mem. scient. Rev. Metal., 1967, No 4
19. H.K.D.H. Badhesia. J.R. Yang. Reaustenitization experiments on some High strenght Steel Weld Deposits. Taiwan National University, Department of Materials Engineering, Taipei (Taiwan). University of Cambridge, Department of Materials Science and Metallurgy.
20. H. K. D. H. Bhadeshia and L.-E. Svensson, Eds. H. Cerjak and K. E. Eastering. Modelling the Evolution of Microstructure in Steel Weld Metals, Mathematical Modelling of Weld Phenomena. Institute of Materials, London (1993).
21. H. Terasaki, Y. Komizo, M. Yonemura, and T. Osuki. Time-Resolved In-Situ Analysis of Phase Evolution for the Directional Solidification of Carbon Steel Weld Metal.
22. J. Elmer, T. Palmer, T. DebRoy. In-Situ Observations of Phase Transformations During Welding of 1045 Steel using Spatially Resolved and Time Resolved X-Ray Diffraction. Opio, France, 2005.
23. J. Elmer, T. Palmer, S. Babu, W. Zhang, T. Direct Observations of Austenite, Bainite and Martensite Formation During Arc Welding of 1045 Steel using Time Resolved X-Ray Diffraction. 2004.
24. John C. Lippold and Boian T. Alexandrov. Phase Transformations during Welding and Postweld Heat Treatment of a 12Cr-6.5Ni-2.5Mo Supermartensitic Stainless Steel Welding Engineering Program, The Ohio State University, Columbus, Ohio, USA.
25. Jones Edwin, Childers Richard. Física Contemporánea. McGraw-Hill. 3a. Edición. p 834.

26. Leonard E. Samuels. Optical Microscopy of carbon steels. American Society for Metals. 1980. p 293-308, 255, 277.
27. L. Zhao, T. A. Kop, V. Rolin, J. Sietsma, A. Mertens, P. J. Jacques, S. Van Der, Zwaag. Quantitative Dilatometric Analysis of Intercritical Annealing in a Low-Silicon TRIP steel.
28. Nippes E.F. and W.F. Savage, Development of specimen simulating weld heat-affected zone, Weld. J., Vol.28, 1949, pp. 534s - 545s.
29. R.R. Judd y H.W. Paxton, Trans. TMS-AIME, 242, 1968: 206.
30. Sindou Kou. Welding Metallurgy. Second. Edition. A Jhon Wiley & sons, Inc., Publication.
31. Sinney H. Avner. Introducción a la metalurgia física. Libros McGraw-Hill. 1964. p 127, 128, 149, 150.
32. T. A. Kop, J. Sietsma, S. Van Der Zwaag. Dilatometric analysis of phase transformations in hypo-eutectoid steels. Delft University of Technology, Laboratory for Materials Science.
33. T. A. Palmer, J.W. Elmer, and Joe Wong. In-Situ Observations of Phase Transformations in the HAZ of 2205 Duplex Stainless Steel Weldments. Lawrence Livermore National Laboratory.
34. Wesley WM. Wendlant. Thermal Analysis. Third Edition. Department of Chemistry. University of Houston, Houston Texas. p 213-257.

## LISTADO DE FIGURAS Y TABLAS

- Figura 1.1** *Panorama esquemático de las diferentes zonas encontradas en una unión soldada, mostrando sus máximas temperaturas de exposición.*
- Figura 1.2** *Diagrama TTT para un acero eutectoide.*
- Figura 2.1** *Posibles lugares de nucleación para la austenita en la ferrita*
- Figura 2.2** *Posibles lugares de nucleación de la austenita en la perlita*
- Figura 2.3** *Geometría de difusión para la disolución de la perlita*
- Figura 2.4** *Esquema de las etapas de crecimiento de austenita a partir de una estructura ferrítico-perlítica.*
- Figura 2.5** *Ferrita primaria (FP)*
- Figura 2.6** *Ferrita de segunda fase (FS). Ferrita Widmanstätten (WF).*
- Figura 2.7** *Ferrita de segunda fase (FS). Bainita (B-FS)*
- Figura 2.8** *Ferrita acicular*
- Figura 2.9** *Diagrama de transformación de enfriamiento continuo para soldaduras de aceros bajo carbono.*

- Figura 4.1** *Sistema básico del análisis térmico diferencial (DTA)*
- Figura 4.2** *Comparación entre el análisis térmico y el DTA*
- Figura 4.3** *Curva DTA típica*
- Figura 4.4** *Evolución de un acero hipoeutectoide durante el enfriamiento*
- Figura 4.5** *Representación esquemática de la configuración de un dilatómetro*
- Figura 4.6** *Espectro electromagnético. No hay divisiones claras entre los picos de ondas electromagnéticas ni fronteras bien definidas entre los diferentes colores de la luz visible.*
- Figura 4.7** *a) Estado energético de los electrones en un átomo del ánodo que va a ser alcanzado por un electrón del filamento; b) estado energético de los electrones en un átomo del ánodo después del impacto con un electrón del filamento; c) electrones que vuelven a su estado inicial, emitiendo esta energía en forma de rayos X llamados característicos.*
- Figura 4.8** *Esquema de un tubo convencional de rayos X.*
- Figura 4.9** *Reflexión de rayos X en capas sucesivas de átomos en un cristal; a) Las ondas difractas se reflejan en fase y se refuerzan entre sí; b) las ondas difractadas se reflejan fuera de fase y se cancelan entre sí.*
- Figura 4.10** *Un haz de rayos X es reflejado con interferencia constructiva cuando el ángulo de incidencia iguala el ángulo de reflexión.*
- Figura 4.11** *Difractómetro de Rayos X.*

- Figura 5.1** *Transformaciones de fase registradas mediante el SSDTA en la zona afectada por el calor de una aleación HSLA. SMAW,  $T_{max} = 1298^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta t_{8/5} = 9$  seg.*
- Figura 5.2** *Control de la sensibilidad de las transformaciones de fase por la variación del  $\Delta T_{8/5}$  del ciclo térmico de referencia calculado. Zona afectada por el calor de un acero HSLA. SMAW,  $T_{max} = 1298^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta t_{8/5} = 9$  seg.*
- Figura 5.3** *Diagrama esquemático del arreglo experimental SRXRD.*
- Figura 6.1** *Formación de PF(G), WF, PF(I), FC y FS,  $\Delta t_{8/5} = 2.86$  seg*
- Figura 6.2** *Secuencias de transformación típicas en tamaños de grano intermedio (a) y grande (b).*
- Figura 6.3** *Construcción de diagrama in-situ CCT y microconstituyentes típicos encontrados en la HAZ.*
- Figura 6.4** *Comparación del SSDTA con el DTA. Precipitación de cementita ternaria en Hierro Armco. Velocidad de enfriamiento  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .*
- Figura 6.5** *Comparación del SSDTA con el DTA. Transición del estado ferromagnético a paramagnético en el acero P91. Velocidad de enfriamiento  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .*
- Figura 6.6** *Comparación del SSDTA con el DA. Transformación de ferrita a austenita y temperatura de Curie en Hierro Armco. Velocidad de calentamiento  $57^{\circ}\text{C}$ .*
- Figura 6.7** *Comparación del SSDTA con el DA. Formación de ferrita acicular y bainita en el metal soldado.*

**Figura 6.8** *Mapeo semi-cuantitativo por medio de SRXRD. Volumen de fracción de austenita (rojo) en la zona afectada por el calor de un acero 1045. La escala indica la cantidad de austenita (0-100%) y las isotermas calculadas corresponden a las temperaturas de líquido, solidus,  $A_3$ ,  $A_1$  e inicio de la transformación bainítica.*

**Figura 6.9** *a) Isotermas calculadas, observaciones experimentales por SRXRD y el tamaño de la ZAC. b) Mediciones del tamaño de las regiones de cada fase y valores calculados de las temperaturas en equilibrio de transformación como una función del calor de entrada.*

**Figura 6.10** *Patrones de difracción tomados, muestran la partición del pico de austenita fcc(111). A la derecha, se muestra la progresión de la transformación  $\alpha \rightarrow \gamma$ .*

**Figura 6.11** *a) Los resultados de TRXRD muestran los cambios en los picos de difracción como una función del tiempo de soldadura. b) Fracción de las fases bcc y fcc como una función del tiempo de soldadura.*

**Figura 6.12** *a) Resultados que muestran los picos de difracción fcc(111) y bcc(110) durante el enfriamiento. La formación de la martensita está acompañada por un incremento en la amplitud del pico. b) Fracción bcc y parámetro de red como una función de la velocidad de enfriamiento. La transición de bainita a martensita ocurre a  $t=2.8s$  después de que el arco fue extinguido.*

**Figura 6.13** *Microestructura de un acero 1045 en a) condición recibida, y b) después de un rápido enfriamiento durante el experimento TRXRD.*

**Esquema 2.1** *Diagrama de flujo de los mecanismos de transformación en estado sólido presentes en un metal soldado.*

**Tabla 6.1** *Temperaturas de transformaciones de fase y durezas en depósito de soldadura E6010/CMn.*

**Tabla 6.2** *Comparación del SSDTA con el DA.*