



Departamento de
Ingeniería Mecánica
Universidad de Concepción

Caracterización de acero inoxidable super dúplex mediante técnicas de nanoindentación a 475°C

Daniel Ibañez Fuentes

Memoria de Título presentada a la Facultad de Ingeniería de la Universidad de
Concepción para optar al título profesional de Ingeniero Civil Mecánico

Profesor(es) guía(s):
Dr. Carlos Medina Muñoz
Dr. David Rojas Jara

Septiembre 2025
Concepción, Chile

© 2025 Daniel Ibañez Fuentes

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento

Agradecimientos

Primeramente, quiero dar las gracias a Dios y a mis padres por haberme apoyado en toda la travesía de mi vida, especialmente en este proceso de aprendizaje que ha obligado a emprender desafíos y afrontar problemas reales. Asimismo, agradezco a mi hermana que también siempre me ha apoyado.

Por otro lado, agradezco al Dr. Carlos Medina y al Dr. David Rojas por darme la oportunidad de participar en este proyecto FONDECYT 1221600 y haberme ayudado en los momentos que acudí a ellos acomplejado por dudas o inseguridades asociadas a esta investigación.

Agradezco a la Universidad de Concepción y especialmente al departamento de ingeniería de mecánica por mostrarme horizontes que jamás habría podido dilucidar de forma individual, o tópicos que jamás podría haber entendido de no ser por ciertos profesores brillantes y humanos que enseñan desde la pasión hacia sus estudiantes, sin olvidar el lado pragmático, ni dejando de lado la profundidad de ciertos tópicos.

Finalmente, agradezco haber conocido a un gran número de compañeros de carrera y facultad que son personas realmente maravillosas.

Abstract

This work investigates the microstructural and mechanical evolution of a super duplex stainless steel subjected to thermal aging at 475 °C. Samples in the solution-annealed condition (T0) and after heat treatment (T2) were analyzed using optical microscopy, scanning probe microscopy, EDS, and nanoindentation, with an emphasis on statistical property mapping (XPM). At room temperature, the ferrite and austenite phases were clearly distinguished both microstructurally and mechanically, with recorded average values of 5.42 GPa hardness and 225 GPa elastic modulus for ferrite, and 4.03 GPa and 204 GPa for austenite, respectively. Following aging, the ferrite underwent severe spinodal decomposition, leading to the formation of secondary phases with distinct mechanical responses. The secondary austenite exhibited an average hardness of 4.19 GPa and an elastic modulus of 170 GPa. The decomposed ferrite (α') showed notably higher values, with a hardness of 6.56 GPa and a modulus of 220 GPa. The sigma (σ) phase, identified in localized regions, showed the highest stiffness, with a hardness of 9.7 GPa and an elastic modulus of 277 GPa. The main contribution of this study lies in the application of high-temperature XPM, which enabled statistically robust measurements under challenging experimental conditions and provided direct evidence of the mechanical evolution of the secondary phases during aging. The results are consistent with the literature, demonstrating that the 475 °C heat treatment promotes significant hardening of the ferrite through spinodal decomposition and the precipitation of secondary phases, which has direct implications for service conditions.

Resumen

El presente trabajo investiga la evolución microestructural y mecánica de un acero inoxidable súper dúplex sometido a envejecimiento térmico a 475 °C. Se analizaron muestras en estado de solubilizado (T0) y después del tratamiento térmico (T2) mediante microscopía óptica, microscopía de sonda de barrido, EDS y nanoindentación, con énfasis en el mapeo estadístico (XPM). A temperatura ambiente, las fases ferrita y austenita se distinguieron claramente tanto microestructural como mecánicamente, registrando valores promedio de 5.42 GPa de dureza y 225 GPa de módulo elástico para la ferrita, y de 4.03 GPa y 204 GPa para la austenita, respectivamente. Tras el envejecimiento, la ferrita sufrió una severa descomposición espinodal, lo que condujo a la formación de fases secundarias con respuestas mecánicas distintas. La austenita secundaria exhibió una dureza media de 4.19 GPa y un módulo elástico de 170 GPa. La ferrita descompuesta (α') presentó valores notablemente superiores, con una dureza de 6.56 GPa y un módulo de 220 GPa. La fase sigma (σ), identificada en regiones localizadas, mostró la mayor rigidez, con una dureza de 9.7 GPa y un módulo elástico de 277 GPa. El principal aporte de este estudio radica en la aplicación de XPM a alta temperatura, lo que permitió obtener mediciones estadísticamente robustas en condiciones experimentales desafiantes y entregar evidencia directa de la evolución mecánica de las fases secundarias durante el envejecimiento. Los resultados son consistentes con la literatura, demostrando que el tratamiento térmico a 475 °C promueve un endurecimiento significativo de la ferrita mediante descomposición espinodal y precipitación de fases secundarias, lo que tiene implicaciones directas en las condiciones de servicio.

Contenidos

Lista de Figuras	6
Lista de Tablas	7
Nomenclatura.....	8
1 Introducción.....	10
1.1 Contexto.....	10
1.2 Hipótesis	16
1.3 Objetivos.....	16
1.3.1 Objetivos específicos	16
2 Metodología.....	17
2.1 Material.....	17
2.2 Probeta.....	17
2.2.1Microscopía óptica (MO)	20
2.2.2Microscopía de Sonda de Barrido (SPM)	21
2.2.3Microscopía electrónica de barrido(SEM) y espectroscopía de energía dispersiva de rayos X(EDS).....	21
2.2.4Ensayos de dureza (técnicas de nanoindentación)	22
3 Resultados	25
3.1.1Caracterización por microscopía óptica (MO)	25
3.1.2. Caracterización por microscopía de sonda de barrido (SPM).....	26
3.1.3. Caracterización por microscopía electrónica de barrido(SEM) y espectroscopía de energía dispersa (EDS)	33
3.1.4 Caracterización mecánica mediante técnicas de nanoindentación.....	35
4 Discusión de resultados.....	45
4.1 Protocolo experimental.....	45
4.2 Comparación bibliográfica	46
5 Conclusión	48
Referencias	49
6 Anexo.....	53

Lista de Figuras

FIGURA 1 REPRESENTACIÓN DE LA BRECHA DE MISCIBILIDAD PROPUESTA EN FUNCIÓN DEL CONTENIDO DE CROMO(SAHU ET AL., 2009B).	13
FIGURA 2 DIAGRAMA DE PRECIPITACIÓN ISOTÉRMICO PARA ACEROS INOX. SUPER DÚPLEX(SALAMANCA, 2024)	14
FIGURA 3 MONTAJE DEL ESPÉCIMEN EN BAQUELITA PREVIO A LOS PROCESOS DE RECTIFICADO Y PULIDO (ELABORACIÓN PROPIA)	19
FIGURA 4 MUESTRA A ACERO INOXIDABLE DÚPLEX RECTIFICADA Y PULIDA. (ELABORACIÓN PROPIA)	20
FIGURA 5 MICROSCOPIO ÓPTICO LEICA DMI8 M	21
FIGURA 6 DISPOSITIVO SEM/EDS (SALAMANCA, 2024)	22
FIGURA 7 NANOINDENTADOR BRUKER HYSITRON TI PREMIER (ELABORACIÓN PROPIA).	23
FIGURA 8 FUNCIÓN DE CARGA APLICADA A LA MUESTRA BASADA EN LA EVIDENCIA BIBLIOGRÁFICA Y EXPERIENCIAS PREVIAS (ELABORACIÓN PROPIA)	24
FIGURA 9 MICROSCOPIAS ÓPTICAS DE LA MUESTRA T0 DE ACERO INOXIDABLE DÚPLEX A DIFERENTE MAGNIFICACIÓN (ELABORACIÓN PROPIA).	25
FIGURA 10 MICROSCOPIA ÓPTICA DE LA MUESTRA T2 DE ACERO INOXIDABLE DÚPLEX(ELABORACIÓN PROPIA).	26
FIGURA 11 SPMS DE ACERO INOXIDABLE SIN TRATAMIENTO TÉRMICO (T0) SIN INDENTAR A TEMPERATURA AMBIENTE(ELABORACIÓN PROPIA)	27
FIGURA 12 . SPMS DE MUESTRA T0 CON INDENTACIONES PUNTUALES A TEMPERATURA AMBIENTE(ELABORACIÓN PROPIA).	27
FIGURA 13 METALOGRAFÍAS DE MUESTRA T2 CON INDENTACIONES PUNTUALES A TEMPERATURA AMBIENTE(ELABORACIÓN PROPIA)	28
FIGURA 14 METALOGRAFÍAS DE MUESTRA T0 CON INDENTACIONES PUNTUALES CON 1 HORA DE ENVEJECIMIENTO TÉRMICO(ELABORACIÓN PROPIA).	29
FIGURA 15 METALOGRAFÍAS DE LA MUESTRA T2 CON 1 HORA DE ENVEJECIMIENTO A 475 °C(ELABORACIÓN PROPIA).	30
FIGURA 16 METALOGRAFÍAS DE LA MUESTRA T2 CON 2 HORA DE ENVEJECIMIENTO A 475 °C(ELABORACIÓN PROPIA).	31
FIGURA 17 METALOGRAFÍAS DE LA MUESTRA T0 SOMETIDA A ENSAYOS XPM O MATRICES DE INDENTACIONES(ELABORACIÓN PROPIA).	32
FIGURA 18 METALOGRAFÍAS DE LA MUESTRA T2 SOMETIDA A ENSAYOS XPM O MATRICES DE INDENTACIONES(ELABORACIÓN PROPIA).	33
FIGURA 19 MICROSCOPIA DE LA MUESTRA T2 Y SU CONCENTRACIÓN DE CR Y NI(ELABORACIÓN PROPIA).	34
FIGURA 20 SEM Y PUNTOS PARA ENSAYOS EDS (ELABORACIÓN PROPIA).	34
FIGURA 21 PROPIEDADES MECÁNICAS MEDIDAS DE LA MUESTRA T0 (ELABORACIÓN PROPIA).	36
FIGURA 22 PROPIEDADES MECÁNICAS MEDIDAS DE LA MUESTRA T2 (ELABORACIÓN PROPIA).	38
FIGURA 23 MAPEO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS (ELABORACIÓN PROPIA).	40
FIGURA 24 PROPIEDADES MECÁNICAS DE T0 (XPM) (ELABORACIÓN PROPIA).	41
FIGURA 25 PROPIEDADES MECÁNICAS DE T2 A TEMPERATURA AMBIENTE (XPM) (ELABORACIÓN PROPIA).	42
FIGURA 26 PROPIEDADES MECÁNICAS DE T2 EN PRESENCIA DE TEMPERATURA (XPM) ..	43

Lista de Tablas

TABLA 1 COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LA ALEACIÓN (% P/P)(FUENTES CAMPOS, 2024).....	17
TABLA 2 MATERIALIDAD DEL DISCO DE ABRASIÓN SEGÚN LA DUREZA DEL ESPÉCIMEN SEÑALADA EN LA NORMA REDIBUJADA (E04 COMMITTEE, 2017).....	18
TABLA 3 RESULTADOS EDS PARA T2(ELABORACIÓN PROPIA).	35
TABLA 4 RESULTADOS AUXILIARES DE LOS ENSAYOS PUNTUALES DE NANOINDENTACIÓN EN T0 (ELABORACIÓN PROPIA).	37
TABLA 5 RESULTADOS AUXILIARES DE LOS ENSAYOS PUNTUALES DE NANOINDENTACIÓN EN T2 (ELABORACIÓN PROPIA).	38
TABLA 6 EVOLUCIÓN Y RESUMEN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS SEGÚN MUESTRA Y CONDICIÓN (XPM)(ELABORACIÓN PROPIA)	44
TABLA 7 COMPARACIÓN DE VALORES DE DUREZA (GPA) REPORTADOS EN LA LITERATURA Y OBTENIDOS EN ESTE ESTUDIO.....	47

Nomenclatura

SDSS	: Acero inoxidable super dúplex
PREN	: Número equivalente de resistencia al picado
XPM	: Mapeo <i>express</i> de propiedades
MO	: Microscopía óptica
ASTM	: Sociedad Americana para Pruebas y Materiales
AISI	: Instituto Americano del Hierro y el acero
UNS	: Sistema de Numeración Unificado
SEM	: Microscopía electrónica de barrido
SPM	: Microscopía por sonda de Barrido
EDS	: Espectroscopía de energía dispersiva de rayos X
AFM	: Microscopía de Fuerza Atómica
Cr	: Cromo.
Mb	: Molibdeno.
Fe	: Hierro.
Ni	: Níquel.
N	: Nitrógeno.
C	: Carbono
Si	: Silicio
Cu	: Cobre
S	: Azufre
V	: Vanadio
Nb	: Niobio
BCC	: Cúbico centrado en el cuerpo
FCC	: Cúbico centrado en la cara
γ	: Austenita
γ_2	: Austenita secundaria
δ	: Ferrita
α	: Ferrita enriquecida en hierro
α'	: Ferrita enriquecida en Cr
σ	: Fase sigma
E	: Módulo Elástico.

E_r : Módulo elástico reducido o compuesto
 ν : Coeficiente de Poisson.
 P_{max} : Carga máxima aplicada
 H : Dureza.
 h : Desplazamiento
 h_{max} : Desplazamiento o profundidad máxima
 A : Área proyectada de contacto entre la muestra y el indentador
 s : Rigidez en la curva de descarga
desv.std: Desviación estándar

1 Introducción

1.1 Contexto

Dentro de las familias de los aceros, los aceros super dúplex se caracterizan por su microestructura bifásica, compuesta en proporciones aproximadamente iguales de ferrita y austenita (Bhadeshia & Honeycombe, 2017). Esta configuración le confiere una excelente resistencia a la corrosión en comparación con los aceros inoxidables austeníticos o ferríticos convencionales, además de una relación favorable entre propiedades mecánicas y costo (Tucker et al., 2015). Gracias a estas características, los aceros super dúplex se han convertido en materiales clave en diversas aplicaciones industriales, incluyendo plantas de desalinización (tuberías de alta presión, carcasas evaporadoras y tubos de condensadores) (Gunn, 1997), la industria del petróleo y gas (donde se requiere resistencia a la corrosión en ambientes agresivos) (Chail & Kangas, 2016), así como en la industria de la pulpa y papel, plataformas marinas e industria alimentaria (Olsson & Snis, 2007).

A nivel mundial la corrosión es una de las principales causas de fallas prematuras en la industria. El costo global por corrosión está estimado a 2.5 USD trillion, aproximadamente un 3.4 el PIB mundial. Para mitigar este fenómeno el acero inoxidable se ha empleado progresivamente en diferentes aplicaciones industriales, como química, petroquímica, industria del papel, industria solar, industria de generación de energía y aplicaciones mineras (A. Oñate et al., 2023).

Por otro lado, la producción de pulpa de papel y la desalinización del agua exigen materiales de alto rendimiento y excepcional resistencia a la corrosión debido al alto contenido de cloruro de sodio en el agua de mar (Olsson & Snis, 2007). En este contexto, los aceros inoxidables súper dúplex destacan por su resistencia al picado y sus excelentes propiedades mecánicas, con un esfuerzo de fluencia superior a los 500 MPa (Bhadeshia & Honeycombe, 2017). Sin embargo, en el ámbito nacional, la fabricación de estos materiales es limitada, ya que su bajo contenido de carbono exige una inversión significativa por parte de las fundiciones. Para enfrentar esta situación, se ha optado por utilizar una aleación base de ferroaleaciones con bajo contenido de carbono, ajustándola posteriormente a la composición original de un acero súper dúplex (Freitas et al., 2022). No obstante, este proceso puede generar un exceso de carbono que propicia la formación de carburos de cromo, deteriorando las propiedades mecánicas y reduciendo la resistencia a la corrosión debido a la aparición de nuevas fases en el acero (Wu et al., 2022).

Uno de los principales problemas que afecta a los aceros súper dúplex es la fragilización por envejecimiento térmico, fenómeno que implica una degradación de sus propiedades mecánicas esenciales, como la tenacidad y la ductilidad, cuando se exponen a ciertos rangos de temperatura durante su procesamiento o servicio. Este fenómeno restringe su aplicación a temperaturas inferiores a aproximadamente 280-500 °C (Rodríguez-Herrejón & Ruiz, 2023; Sahu et al., 2009), dependiendo del tiempo de exposición y la composición específica del material. La comprensión y mitigación de estos mecanismos de fragilización son fundamentales para garantizar la integridad estructural y la vida útil de los componentes

fabricados con este tipo de acero, evitando fallas catastróficas y costosas interrupciones operativas.

La literatura identifica varios mecanismos principales responsables de la fragilización de los aceros súper dúplex, entre ellos la precipitación de la fase sigma (σ), una fase intermetálica dura y frágil que se forma preferentemente en la fase ferrítica a altas temperaturas (Á. Oñate et al., 2023; Pohl et al., 2007). Esta fase tiende a acumularse en los bordes de grano y en las interfaces entre ferrita y austenita, provocando una reducción en la ductilidad y tenacidad del material. Además, se ha determinado que la composición química del acero influye directamente en este fenómeno, particularmente la presencia de elementos aleantes como cromo, molibdeno y nitrógeno, así como la concentración de impurezas (Hsieh & Wu, 2012). Asimismo, la descomposición espinodal juega un papel preponderante en la fragilización debido a que otorga las condiciones perfectas para la precipitación de fases secundarias y genera brechas en la capa de pasivación. Las condiciones de servicio y los tratamientos térmicos a los que se somete el acero también juegan un papel crucial en la aparición de estas fases (Chail & Kangas, 2016).

En el caso de los procesos de soldadura, las altas temperaturas favorecen la formación de fases intermetálica y carburos, lo que puede comprometer gravemente las propiedades mecánicas del material. La presencia de estas fases disminuye la resistencia al impacto y la capacidad de deformación del acero, generando un mayor riesgo de fracturas frágiles (Silva et al., 2022a). Esto conlleva riesgos tanto para los operarios, al aumentar la posibilidad de fallos estructurales inesperados, como para la continuidad de la producción industrial, ya que cualquier fallo estructural puede derivar en paradas imprevistas y altos costos de mantenimiento.

Para el estudio y caracterización de la fragilización en aceros súper dúplex, se han empleado diversas técnicas avanzadas. Entre ellas, la microscopía electrónica de barrido (SEM) y la microscopía óptica (MO) permiten observar la microestructura y la precipitación de fases secundarias. Asimismo, la microscopía electrónica de transmisión (TEM) y la difracción de rayos X (XRD) han sido utilizadas para identificar y caracterizar la distribución de las fases intermetálicas en el material (Gorka Argandoña et al., 2017; Zhang et al., 2019). No obstante, estas herramientas pueden ser insuficientes para lograr una caracterización avanzada del material, ya que no permiten evaluar directamente las propiedades mecánicas de las fases individuales (Jomar José Knaip Ribeiro et al., 2023).

En este contexto, la nanoindentación surge como una técnica clave para medir las propiedades mecánicas de las fases individuales (ferrita y austenita) y detectar cambios en la dureza y el módulo elástico debido a la precipitación de fases intermetálica (Gadelrab et al., 2012; Liu et al., 2018; Tao et al., 2018). La nanoindentación consiste en aplicar una fuerza controlada a un material para evaluar sus propiedades mecánicas a escalas nanométricas, permitiendo obtener información precisa sobre la respuesta mecánica de cada fase dentro del microestructura del acero súper dúplex (Fuentes Campos, 2024).

Este trabajo se enmarca en el proyecto FONDECYT 1221600, titulado "Estudio cinético de las fases Sigma y Chi en un nuevo acero inoxidable súper dúplex: Enfoque experimental y de modelamiento computacional", una iniciativa del Departamento de Ingeniería de

Materiales orientada a la fabricación de aceros súper dúplex a partir de chatarra de acero, lo que refuerza el sentido ecológico de esta investigación. El estudio se centra en la caracterización mecánica de este nuevo acero súper dúplex ante el fenómeno de la fragilización a 475 °C, utilizando el equipo Hysitron TI PREMIER y diferentes microscopías. A partir del análisis de su microestructura y mediante ensayos de nanoindentación, se determinará su módulo elástico y dureza, empleando como referencia el método de Oliver y Pharr (Oliver & Pharr, 2004).

1.1.1 Contexto Histórico

Los primeros estudios sobre aleaciones de hierro y cromo datan de finales del siglo XIX, pero fue a principios del siglo XX cuando se consolidó el desarrollo del acero inoxidable. La adición de una proporción específica de cromo al acero común dio lugar a un material con propiedades revolucionarias: resistencia a la corrosión, brillo y durabilidad. Esta innovación marcó un hito en la metalurgia, introduciendo un material que hoy en día es indispensable (Ashby et al., 2008).

Los aceros dúplex surgieron a principios del siglo XX en respuesta a la necesidad de materiales con propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión. Estos aceros están formados por una mezcla de ferrita y austenita, lo que les otorga una combinación única de resistencia, ductilidad y resistencia a la corrosión. Los primeros avances significativos en este campo ocurrieron en Europa, con países como Francia, Alemania y Suecia liderando el desarrollo (Gunn, 1997).

Desde sus inicios, la fabricación de aceros dúplex ha evolucionado notablemente. Originalmente, su producción estaba limitada a piezas fundidas y forjadas. No obstante, los avances tecnológicos en la metalurgia han permitido la producción de una amplia gama de productos, desde piezas simples hasta estructuras complejas. La introducción de procesos como la fundición continua y el laminado en caliente ha permitido un mayor control sobre la composición química y la microestructura del acero, mejorando tanto sus propiedades mecánicas como su resistencia a la corrosión. Asimismo, el desarrollo de técnicas de soldadura más avanzadas ha ampliado considerablemente sus aplicaciones.

Paralelamente a estos avances en manufactura, también se han logrado mejoras significativas en las propiedades de los aceros dúplex. La investigación ha optimizado la proporción de ferrita y austenita en su microestructura, aumentando su resistencia a la corrosión por picaduras y hendidura. Además, la incorporación de elementos aleantes como molibdeno, nitrógeno y cobre ha contribuido a mejorar aún más su resistencia a la corrosión y sus propiedades mecánicas (Li et al., 2015). Estos elementos forman compuestos que refuerzan la estructura del acero, haciéndolo más resistente a diversos tipos de ataque químico.

1.1.2 Estado del arte

La fragilización por envejecimiento térmico ocurre entre los 300 a 500 °C se agrava especialmente alrededor de los 475°C ofreciendo la mayor cinética dentro de los rangos intermedios (Rodríguez-Herrejón & Ruiz, 2023). Por otro lado, este fenómeno también es estudiado a temperatura más altas, del orden de los 600 °C a 1100 °C, donde precipitan

otras fases (Sahu et al., 2009). Este fenómeno induce cambios microestructurales significativos y afecta especialmente a las aleaciones con un alto contenido de cromo, oscilando entre el 15% y el 75%.

La fragilización resulta de la descomposición espinodal, consiste en un proceso de separación de las fases, donde se forman 2 fases con el mismo tipo de red cristalina, es decir, con estructura cúbica centrada en el cuerpo, pero con composiciones diferentes (Sahu et al., 2009), esto ocurre en la fase ferrita (δ) lo que implica un proceso de reorganización atómica local de hierro (Fe) y Cromo (Cr) que descompone la ferrita en regiones ricas en Cr y ricas en Fe (Rivolta et al., 2018). Esta descomposición produce un aumento en la dureza y una drástica disminución de la tenacidad y ductilidad, es decir, una fragilización. también causa un agotamiento de Cr en las regiones adyacentes, afectando a la corrosión por picadura (Silva et al., 2022b). Adicionalmente, esta restructuración provoca daños sustantivos a la resistencia a la corrosión del material (uno de sus principales atractivos), tornándolo susceptible a la corrosión por picaduras e intergranular. La figura 1 presenta la brecha de miscibilidad del sistema binario hierro-cromo, esto es, su capacidad para mezclarse y formar una fase homogénea. Esta es una consecuencia ineludible para los aceros dúplex dada su composición y características, que se agrava cuando aumenta el porcentaje de Cr como es el caso de los aceros super dúplex o hiper dúplex.

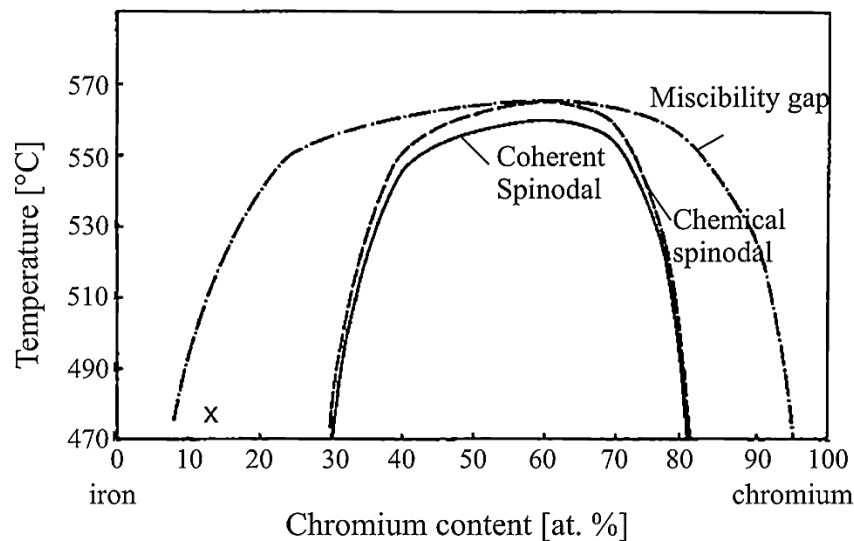


Figura 1 Representación de la brecha de miscibilidad propuesta en función del contenido de Cromo(Sahu et al,2009).

Por otro lado, la precipitación de la fase sigma (σ), la cual impacta drásticamente las propiedades mecánicas y la resistencia a la corrosión. Es típicamente rica en elementos estabilizadores de ferrita como Cr y Molibdeno (Mo) (Medina et al., 2011). La fase sigma nuclea preferentemente en las interfases ferrita/austenita y crece hacia los granos de la ferrita. Un mecanismo importante es la reacción eutécticoide la ferrita en sigma y austenita secundaria (γ_2) (Á. Oñate et al., 2023). El aumento con el tiempo de envejecimiento generalmente incrementa la fracción de la fase sigma (Gorka Argandoña et al., 2017). Se pueden aplicar temperaturas muchísimo más altas para disolver la fase sigma, esto es, por encima de los ~ 1000 °C. La aparición de esta fase queda de manifiesto en la figura 2 que

corresponde al diagrama TTT de los aceros inoxidable dúplex, donde la formación de esta fase se ve catalizada por temperaturas superiores a 600 °C, no obstante, la bibliografía también destaca la fuerte influencia del contenido de Cr y Mo como facilitador de esta precipitación(Wang, 2021).

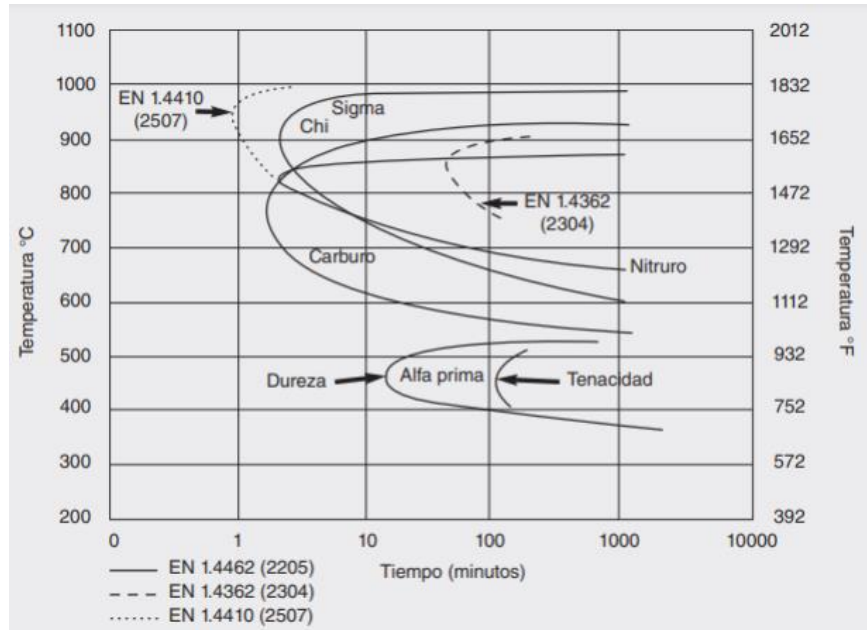


Figura 2 Diagrama de precipitación isotérmica para aceros inox. super dúplex(Salamanca, 2024)

Adicionalmente, existe la precipitación de Fase G: la cual precipita en la ferrita durante el envejecimiento térmico a temperaturas intermedias, como es 475 °C (Rodríguez-Herrejón & Ruiz, 2023). Se forma junto con la descomposición espinodal en la ferrita después del envejecimiento a largo plazo, esto es, del orden >300 horas y de manera ínfima, siendo visibles con técnicas como TEM o parecidas, se requieren una resolución mucho mayor que juegue un rol preponderante dentro de la microestructura, sin embargo, una vez cumplido este requisito produce un daño exagerado a las propiedades del material, al igual que el resto de fases secundarias (Badyka et al., 2019).

La formación de Nitruros (principalmente Cr₂N) y Carburos (Cr₂₃C₆) pueden ocurrir durante el envejecimiento (Medina et al., 2011). Los nitruros tipo Cr₂N se forman, entre los 700 y 850 °C en un acero dúplex pobre en Cr y Mo. Estos precipitan en la interfases y crecen hacia la ferrita (Fang et al., 2010).

Los cambios anteriormente descritos modifican significativamente las propiedades del material. Por otro lado, el estudio del envejecimiento térmico ha significado el uso de diferentes técnicas para caracterizar tanto los cambios microestructurales como sus efectos en las propiedades. Las técnicas más comunes para la caracterización microestructural son MO y SEM las cuales permiten visualizar la microestructura general, la morfología y distribución de las fases (Wang, 2021). SEM por su parte se ha empleado para observar la microestructura a nanoescala para estudiar la descomposición espinodal (Kong et al., 2020a) y la precipitación de otras fases pequeñas como la fase G (Badyka et al., 2019).

Adicionalmente, los ensayos de durezas ya sea a nivel macro o micro son comúnmente utilizados para evaluar el endurecimiento global del material o de fases individuales (Jomar José Knaip Ribeiro et al., 2023). Ensayos de tensión, fatiga e impacto se emplean para medir propiedades a gran escala como resistencia, ductilidad y tenacidad.

Existen otro tipos de técnicas empleadas para evaluar la resistencia a la corrosión que son de índole más electroquímicas, como son la polarización cíclica, DL-EPR (reactivación potenciocinética electroquímica de doble bucle), y polarización anódica se utilizan para cuantificar el efecto del envejecimiento en la susceptibilidad a la corrosión localizada, como la corrosión por picadura y la intergranular (Silva et al., 2022b).

La indentación, específicamente la nanoindentación, ha surgido como una técnica poderosa y relevante para el estudio del *thermal ageing* en aceros inoxidable, diferentes fuentes destacan su creciente importancia (Fuentes Campos, 2024; Liu et al., 2018; Tao et al., 2018).

La indentación permite medir propiedades mecánicas a escala local, lo cual es crucial en materiales multifásicos como los DSS (Gadelrab et al., 2012). A diferencia de las pruebas macroscópicas, la nanoindentación aplicada selectivamente en distintas fases (ferrita, austenita, sigma) permite determinar sus propiedades individuales y los cambios de estas con el envejecimiento térmico (Cheng et al., 2016).

Las fuentes señalan que, aunque existen trabajos que han utilizado la nanoindentación para estudiar el endurecimiento global o determinadas fases, hay pocos trabajos que proporcionen una caracterización mecánica completa de los DSS en función de tratamiento térmicos variables utilizando esta técnica, no obstante, se destaca el potencial de esta técnica (Gorka Argandoña et al., 2017; Jomar José Knaip Ribeiro et al., 2023; Kong et al., 2020b).

Existen diferentes hallazgos claves obtenidos producto de las técnicas de indentación en relación con el tópico. La fase sigma presenta una dureza extremadamente alta en comparación con la ferrita y la austenita. Se ha reportado una dureza del orden de 10 GPa para la fase sigma después de envejecimiento prolongado a 850 °C (Gorka Argandoña et al., 2017). Esta alta dureza de la fase ya mencionada contribuye significativamente al endurecimiento macroscópico del material, no obstante, trae consigo la caída estrepitosa de la tenacidad por lo cual el material se vuelve sumamente frágil, logrando en determinados casos que el material incumpla con normativas de seguridad (Nilsson et al., 2000).

El envejecimiento térmico incrementa la dureza de la ferrita (Rivolta et al., 2018). Esto se asocia a fenómenos como la descomposición espinodal y la precipitación de fase G dentro de la ferrita (Liu et al., 2018). Finalmente, este tipo de ensayos también permite obtener otras propiedades locales como el módulo de elasticidad basado en el modelo de Oliver y Pharr (Oliver & Pharr, 2004).

1.2 Hipótesis

Las propiedades mecánicas (dureza y módulo elástico) de las fases individuales (ferrita y austenita) en un acero inoxidable súper dúplex (SDSS) experimentarán una variación significativa al ser expuestas a temperaturas del orden de los 475 °C. Esta variación se correlaciona directamente con las transformaciones microestructurales inducidas por el envejecimiento térmico, las cuales alteran la respuesta mecánica local del material. Asimismo, la formación y el comportamiento de fases secundarias, como la fase sigma, durante la exposición a alta temperatura influirá de manera crítica en las propiedades mecánicas resultantes.

1.3 Objetivos

Analizar un material súper dúplex mediante técnicas de nanoindentación.

1.3.1 Objetivos específicos

- a) Visualizar a temperatura ambiente las diferentes fases del acero inoxidable súper dúplex.
- b) Calcular las propiedades mecánicas de cada una de las fases mediante técnicas de nanoindentación a temperatura ambiente.
- c) Habilitar el equipo Hysitron TI PREMIER para ensayos de nanoindentación a alta temperatura.
- d) Visualizar las fases sigma y austenita secundaria del acero inoxidable súper dúplex a alta temperatura.
- e) Calcular las propiedades mecánicas de cada una de las fases mediante técnicas de nanoindentación a alta temperatura.

2 Metodología

2.1 Material

En este estudio se utilizará un acero dúplex previamente fabricado y empleado en investigaciones anteriores, centradas en temas como la tasa de enfriamiento y la microestructura (Fuentes Campos, 2024), (Olave Moran, 2023), (Á. Oñate et al., 2023). En dichas investigaciones, se creó una variante de acero inoxidable súper dúplex basada en el acero SAF-2507 (UNS S32750) mediante un proceso de fusión por inducción en atmósfera abierta. Para alcanzar la composición química deseada, se utilizó chatarra de acero inoxidable AISI 329, complementada con ferroaleaciones como FeCr, FeMo, FeSi, FeMn y FeNb (Fuentes Campos, 2024).

Posteriormente, se realizó una evaluación del contenido químico del lingote obtenido y se calculó el PREN (Número Equivalente de Resistencia a las Picaduras) utilizando la fórmula de Truman. Este cálculo arrojó un valor de 41.82, lo que indica que la resistencia teórica a la corrosión por picaduras es comparable a la de las aleaciones súper dúplex SAF 2507.

Los aceros inoxidables súper dúplex, en general, presentan un PREN superior a 40, lo que denota una resistencia excepcional frente a la corrosión por picaduras. Además, tras el proceso de fundición, se determinó la composición química de la aleación mediante espectroscopía de emisión óptica utilizando el equipo SpectroMaxx (Fuentes Campos, 2024).

Tabla 1 Composición química de la aleación (% p/p)(Fuentes Campos, 2024)

Acero	C	Cr	Ni	Mo	Mn	N	Cu	Si	Nb	V	P	S	Fe
SDSS	0,06	26,42	8,06	4,08	2,71	0,12	0,69	0,68	0,25	0,1	0,02	0,01	56,8

Para este estudio se seleccionaron 2 muestras del mismo acero dúplex SDSS: una de las cuales se mantuvo como referencia (sin tratamiento térmico) y la otra fue sometida a envejecimiento isotérmico a 475°C durante 24 horas, siendo T0 y T2 los nombres estos especímenes, respectivamente. Todo lo anterior con el fin de evaluar el mismo material en diferentes condiciones.

2.2 Probeta

Los especímenes son preparados conforme a las disposiciones de la norma ASTM E3-11 "Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens". Según esta norma, estos deben seleccionarse de una ubicación que revele la mayor cantidad de diferencias dentro del material de estudio.

La norma específica que los especímenes deben tener un área de entre 12 a 25 mm², o un diámetro de entre 12 a 25 mm si el material es cilíndrico, mientras que la altura no debe ser mayor a lo necesario para facilitar su manejo durante el proceso de pulido (E04 Committee, 2017).

Durante el corte del espécimen desde el cuerpo principal, es crucial minimizar las alteraciones en la estructura del material. Para este proceso, la norma detalla tres opciones: corte con sierra (*Sawing*), disco abrasivo de corte (*Abrasive cut-off Blade*), y cizalla (*Shear*). En el caso de utilizar el disco abrasivo, se proporciona una lista de materiales recomendados para el disco según la dureza Vickers del material a trabajar.

En la tabla 2 se indica que elementos abrasivos o adhesivos usar según la dureza del espécimen y según la dureza de este. Se debe considerar que cada P significa phenolic, R rubber, R&R resin and rubber, y finalmente M metal.

Tabla 2 Materialidad del disco de abrasión según la dureza del espécimen señalada en la norma redibujada (E04 Committee, 2017)

Hardness HV	Materials	Abrasivo	Bond	Bond hardness
up to 300	non-ferrous (AL,Cu)	SiC	P or R	hard
up to 400	non-ferrous (Ti)	SiC	P or R	med. Hard
up to 400	soft ferrous	AL ₂ O ₃	P or R	hard
up to 500	medium soft ferrous	AL ₂ O ₃	P or R	med.hard
up to 600	medium hard ferrous	AL ₂ O ₃	P or R	medium
up to 700	hard ferrous	AL ₂ O ₃	P or R	med.soft
up to 800	very hard ferrous	AL ₂ O ₃	P or R&R	soft
>800	extremely hard ferrous	CBN	P or M	hard
	more brittle ceramics	diamond	P or M	very hard
	tougher ceramics	diamond	M	ext.hard

Posteriormente, se realiza el montaje por compresión en caliente, donde una prensa aplica calor (entre 140 y 180 °C) y comprime la muestra junto a un plástico termoendurecible, en este caso baquelita. Luego, se deja enfriar dentro de la misma prensa, el resultado de este proceso se muestra en la figura 3.

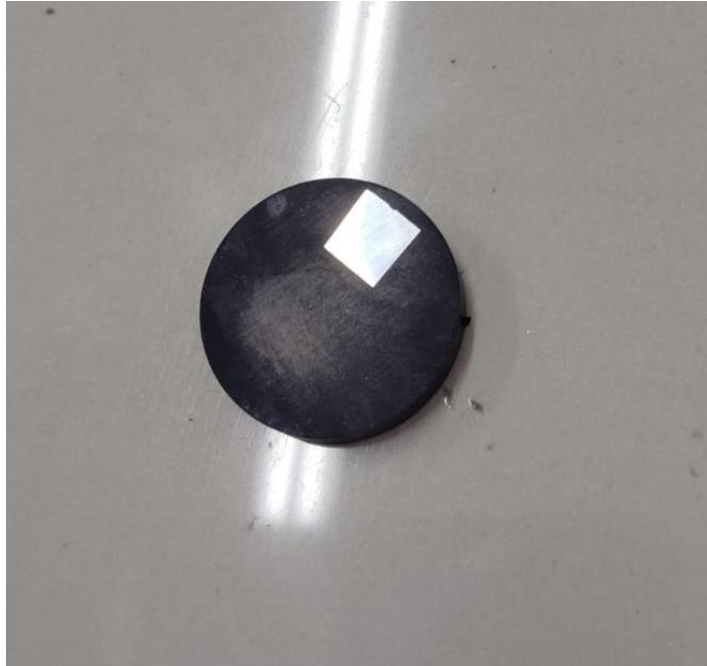


Figura 3 Montaje del espécimen en baquelita previo a los procesos de rectificado y pulido (Elaboración propia)

Una vez que la muestra montada en el plástico se ha enfriado, se procede a realizar el rectificado de manera manual. Este proceso tiene como objetivo nivelar las superficies irregulares, eliminar daños o remover material para obtener un plano deseado. El espécimen se lija utilizando papel abrasivo, comenzando con el de grano más grueso y progresando hacia los más finos, rotando la muestra 45° o 90° tras cada cambio de papel lija, específicamente, se emplea primero uno con granulometría igual a 240, después 320, seguido de uno de 400, luego 600, finalmente 1000 y 2000, respectivamente. Es importante utilizar agua durante el proceso para eliminar los residuos del rectificado, y aplicar la fuerza adecuada, ya que un exceso o déficit podría alterar la geometría de la muestra, este proceso dura alrededor de 30 minutos en total.

Finalmente, se lleva a cabo el pulido, que consiste en sujetar el espécimen contra una rueda o disco con una superficie abrasiva. Este proceso puede realizarse manual o automáticamente, dependiendo de la disponibilidad de equipos. La figura 4 muestra una muestra terminada y lista para el proceso de nanoindentación.



Figura 4 Muestra a acero inoxidable dúplex rectificada y pulida(elaboración propia).

2.2.1 Microscopía óptica (MO)

Esta técnica es esencial para el estudio del material, permite visualizar e identificar las fases primarias del material, que son la ferrita (α) y la austenita (γ), y aplicada de con una alta magnificencia permite incluso observar la fase sigma (σ), entre otras. Para revelar estas fases, se realizó un ataque químico con una solución KOH al 10%, una velocidad de agitación 10, por 5 [s] aplicando un voltaje de 3 V. Este procedimiento permite que las fases se revelen con diferentes contrastes bajo el microscopio. La MO también ayuda a identificar otras características importantes como el tamaño de grano o precipitaciones.

Esta técnica se implementará mediante el equipo microscopio óptico Leica modelo Dmi8 M como paso inicial para visualizar la superficie de la muestra el cual se muestra en la figura 5, mientras que antes de cada ensayo de dureza se implementaran las MOs que permite realizar el nanoindentador para aproximarse en la fase deseada a probar.



Figura 5 Microscopio óptico Leica DMi8 M

2.2.2 Microscopía de Sonda de Barrido (SPM)

Es una técnica de visualización de alta resolución utilizada en este estudio por el nanoindentador Bruker Hysitron TI Premier. Se emplea después de una inspección inicial con MO para obtener una aproximación mucho más exacta y detallada de la microestructura. Las imágenes de SPM permiten identificar visualmente las fases primarias, como la austenita y la ferrita. Sin embargo, la SPM es fundamental para identificar inclusiones no metálicas, que se muestran como figuras irregulares con grandes sombras o que alteran significativamente los patrones de valores circundantes en mapas, que significan un gran daño a las propiedades mecánicas, ductilidad, fatiga y resistencia a la corrosión (Fonseca et al., 2019), pero que son parte inherente del proceso de fabricación del acero investigado (Salamanca, 2024).

En los ensayos de nanoindentación, la SPM cumple un rol crucial para la preparación y el posicionamiento preciso. Permite visualizar la superficie de la muestra con el detalle necesario para seleccionar las zonas específicas donde se realizará cada indentación, asegurando que el indentador (como la punta Berkovich) se posicione en la fase deseada, minimizando la interferencia de otras fases o inclusiones no deseadas. La escala de las imágenes de SPM (por ejemplo, 30x30 μm o 50x50 μm) es especialmente pertinente para observar las huellas de las indentaciones, que son del orden de 2 a 3 μm de longitud. Además, las imágenes de SPM obtenidas después del ensayo permiten visualizar la matriz de indentaciones realizadas y correlacionar la ubicación exacta de cada huella con las características microestructurales.

2.2.3 Microscopía electrónica de barrido(SEM) y espectroscopía de energía dispersiva de rayos X(EDS)

Se llevan a cabo diferentes ensayos SEM y EDS en la muestra T2, estos permiten observar la microestructura de una forma más estándar y documentada que la técnica SPM, y a partir

de la zona mostrada se realizan diferentes ensayos EDS que muestra las diferencias en composición de diferentes zonas puntuales, lo cual faculta una caracterización más *ad hoc* de las fases secundarias ya que todas estas están aglutinadas en la zona que inicial correspondía a la ferrita y su frontera, por lo que su muchas veces su estructura no es suficiente para diferenciarlas, ya que en algunos casos estas heredan la estructura de BCC como sucede con la ferrita α y α' . Todo lo anterior se lleva a cabo en el equipo microscopio SEM JEOL JSM-6380LV (modelo: 6010 PLUS/LA) con EDS de la compañía Oxford Instruments el cual se muestra en la figura 6.



Figura 6 Dispositivo SEM/EDS (Salamanca, 2024)

2.2.4 Ensayos de dureza (técnicas de nanoindentación)

La nanoindentación mide la dureza y el módulo elástico de materiales a escala microscópica aplicando una fuerza con un indentador y registrando la profundidad de penetración. Esta técnica es ideal para analizar materiales pequeños, como películas delgadas, sin necesidad de observar la huella directamente (Zhang et al., 2019).

En este estudio, se utilizó el equipo Bruker Hysitron TI Premiere, el cual se muestra en la figura 7, capaz de realizar nanoindentación y SPM. Este equipo cuenta con dos configuraciones: a) para ensayos a temperatura ambiente con múltiples muestras, y b) para alta temperatura con una sola muestra, requiriendo el uso de argón/nitrógeno, aire comprimido y agua destilada para proteger sus componentes internos.

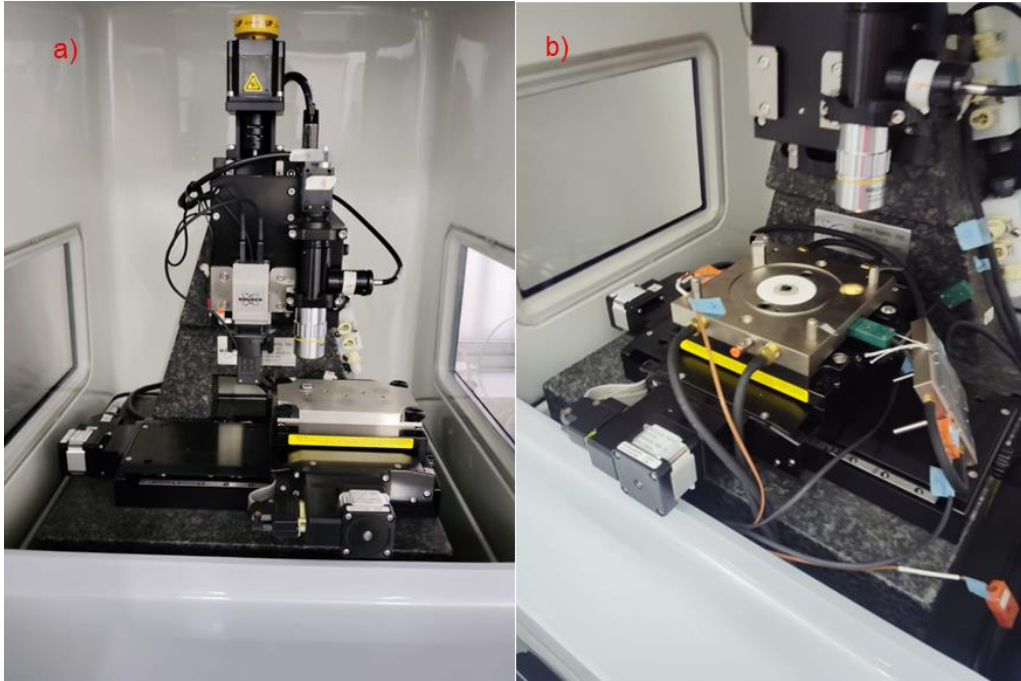


Figura 7 Nanoindentador Bruker Hysitron TI Premier (Elaboración propia)

La nanoindentación caracteriza propiedades mecánicas mediante un ciclo controlado de carga, mantención y descarga. Durante la descarga, recuperación elástica permite determinar la rigidez s en la profundidad máxima, la cual es menester para calcular el módulo elástico reducido (E_r) mediante la ecuación

$$E_r = \frac{s\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A(h_c)}} \quad (1)$$

donde A es el área de contacto proyectada calculada a partir de la profundidad y la geometría del indentador (modelo de Oliver-Pharr). Este módulo compuesto relaciona las propiedades del material y el indentador mediante

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} |_{\text{indentador}} + \frac{1 - \nu^2}{E} |_{\text{material}} \quad (2)$$

Donde E es el módulo elástico y ν el módulo de Poisson. La dureza se obtiene como

$$H = \frac{P_{\max}}{A(h_c)} \quad (3)$$

donde P_{\max} es la carga máxima aplicada y h_c es la profundidad de contacto. La precisión de estos cálculos depende críticamente de la calibración previa de la función de área del

indentador y del marco de carga, garantizando la fiabilidad de los resultados en materiales homogéneos y heterogéneos.

Para esta investigación, se evaluaron las muestras T0 (sin tratamiento) y T2 (tratada) bajo tres condiciones térmicas: temperatura ambiente, envejecimiento isotérmico de 1 h ($T_{h,1}$) y de 2 h ($T_{h,2}$) a 475 °C. Para cada combinación (6 total), se realizaron al menos 3 indentaciones por fase (austenita y ferrita), localizadas mediante MO y SPM. Todos los ensayos puntuales emplearon una carga máxima de 5000 μN y un ciclo trapezoidal (6 s carga, 1 s mantenimiento, 6 s descarga) como se ilustra en la figura 8, asegurando comparabilidad.



Figura 8 Función de carga aplicada a la muestra basada en la evidencia bibliográfica y experiencias previas (Elaboración propia).

Adicionalmente, se aplica una matriz de ensayo de indentaciones para cada combinación muestra-condición térmica que consta de grilla de 10 x 10, donde cada indentación aplica una fuerza de 3000 μN y un ciclo de carga de 1,1,1 s para carga, mantenimiento y descarga, respectivamente. La modificación en cuanto al ciclo de carga, con respecto, a su contraparte puntual se debe a que de otra forma los tiempos de desarrollo de este segundo tipo de ensayo se disparan, impidiendo el correcto desarrollo del resto de ensayos.

3 Resultados

3.1.1 Caracterización por microscopía óptica (MO)

La figura 9 ofrece una clara observación a nivel microscópico del acero inoxidable, denotada por una evidente matriz austenita-ferrita. Al seguir observando se muestra que existe una clara diferencia de tonalidades entre las fases debido al ataque químico. La austenita manifiesta un tono café oscuro, mientras que la ferrita posee un tono más pálido. La matriz no exhibe ninguna presencia de fase sigma en los bordes de las fases, pero presenta heterogeneidades que corresponden a inclusiones no metálicas. En esta rotulación con respecto a las MO existe un gran consenso cuando se ataca con KOH (Gorka Argandoña et al., 2017; Salamanca, 2024; Wang, 2021). La fracción porcentual de área corresponde a 49.366% de ferrita y 50.634% de austenita, estas fracciones fueron determinadas mediante el software ImageJ.

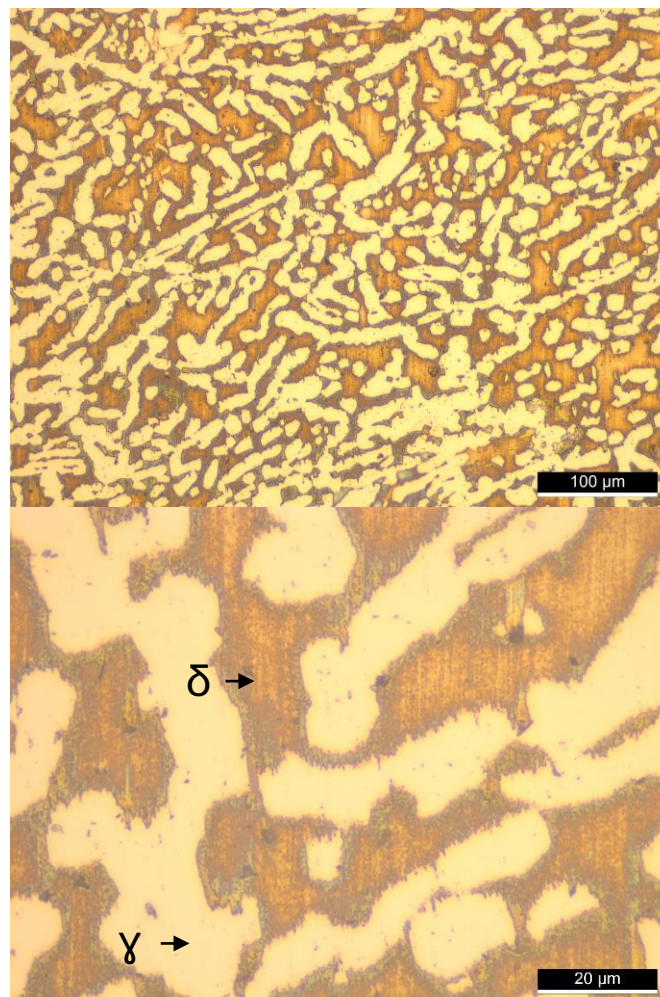


Figura 9 Microscopías ópticas de la muestra T0 de acero inoxidable dúplex a diferente magnificación (Elaboración propia).

La figura 10 muestra el espécimen T2, el cual además de tener la misma característica de matriz austenita-ferrita y sus asociados colores, también manifiesta diferencias considerables que están remarcadas en la figura, esto es, por un lado, el círculo rojo señala una zona una tonalidad más oscura que se manifiesta en las zonas pertenecientes a la ferrita lo cual indica que la cinética proveniente del envejecimiento térmico produjo cambios significativos en la microestructura de la muestra, esto confirma la existencia de fases secundarias.

Adicionalmente, queda de manifiesto al analizar la zona destacada con un círculo negro que está ocurriendo otro suceso que antes no estaba presente en la muestra anterior, este fenómeno corresponde a la corrosión intergranular que nuclea en la frontera austenita-ferrita y crece hacia la ferrita. Esto se debe a la diferencia entre tasas de expansión térmica entre la ferrita y la austenita, lo que conlleva a que una ocurra una segregación de aleantes en la frontera como el Cr y Mo (Wang, 2021), lo cual genera una zona crítica caracterizada por la formación de fases secundarias como la fase sigma o ferrita descompuesta en regiones ricas en Cr y Fe o austenita secundaria, y óxidos debido a que estas fases en conjunto con las inclusiones no metálicas generan una brecha en la capa de pasivación del material logrando que este pierda el atributo de inoxidable.



Figura 10 Microscopía óptica de la muestra T2 de acero inoxidable dúplex(Elaboración propia).

3.1.2. Caracterización por microscopía de sonda de barrido (SPM)

A continuación, en la figura 11 se presenta una metalografía de la muestra T0 sin indentaciones donde claramente se pueden identificar 2 estructuras totalmente diferentes, una caracterizada por una superficie lisa con pocas interrupciones, la cual corresponde a la ferrita, mientras que, la otra caracterizada por su rugosidad corresponde a la ferrita. En la

esquina superior izquierda se manifiesta una estructura que no corresponde a ninguna de las anteriormente descritas, esta corresponde a una inclusión no metálica. Adicionalmente, se expone un mapa tridimensional donde el eje Z indica la fuerza relacionada con la deflexión de Cantilever, lo cual nos indica que esa zona rugosa tiene una forma diferente y más heterogénea en su forma de interactuar con la punta, lo cual coincide que se trata de la ferrita ya que esta fase es mucho más reactiva que la austenita, siendo esta última más noble.

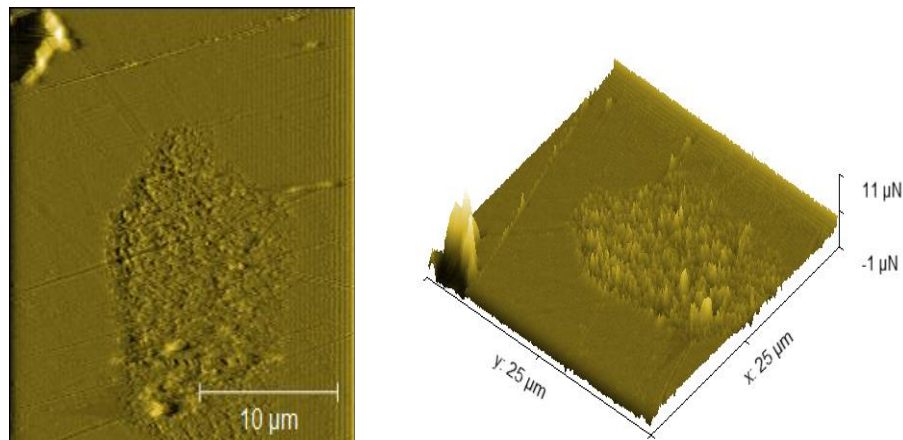


Figura 11 SPMs de acero inoxidable sin tratamiento térmico (T0) sin indentar a temperatura ambiente (Elaboración propia).

Una vez identificadas las fases en la muestra se procede a indentar procurando dar la distancia necesaria evitar los fenómenos de *pile-up* o *sink-in*, los resultados gráficos de las indentaciones se observan de forma inmediata en la figura 12, donde la parte a) corresponde a indentaciones en la fase ferrita, mientras que b) corresponde a una indentación puntual en austenita con diferentes gradientes de colores.

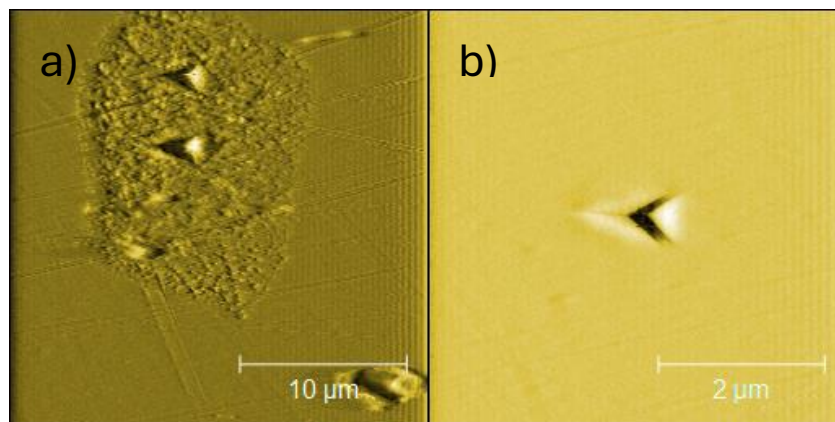


Figura 12 SPMs de muestra T0 con indentaciones puntuales a temperatura ambiente (Elaboración propia).

La figura 13 manifiesta de forma análoga las SPMs pertinentes a la muestra T2, donde a) corresponde a una MO que señala mediante un rectángulo negro la zona de acercamiento que abarca la zona b), en b) se muestra las zonas deseada a indentar y se relaciona indicando las exactamente los puntos donde se realiza cada ensayo, mientras que c) nos

vuelve a otorgar una vista tridimensional de la zona, y d) muestra la misma zona de b) con el mismo enfoque pero ya indentada, estos resultados en conjunto, permite comparar de forma más amigable el tamaño de las huellas entre sí efectuadas en las fases de ferrita y austenita, siendo las huellas en la ferrita considerablemente más difíciles de identificar.

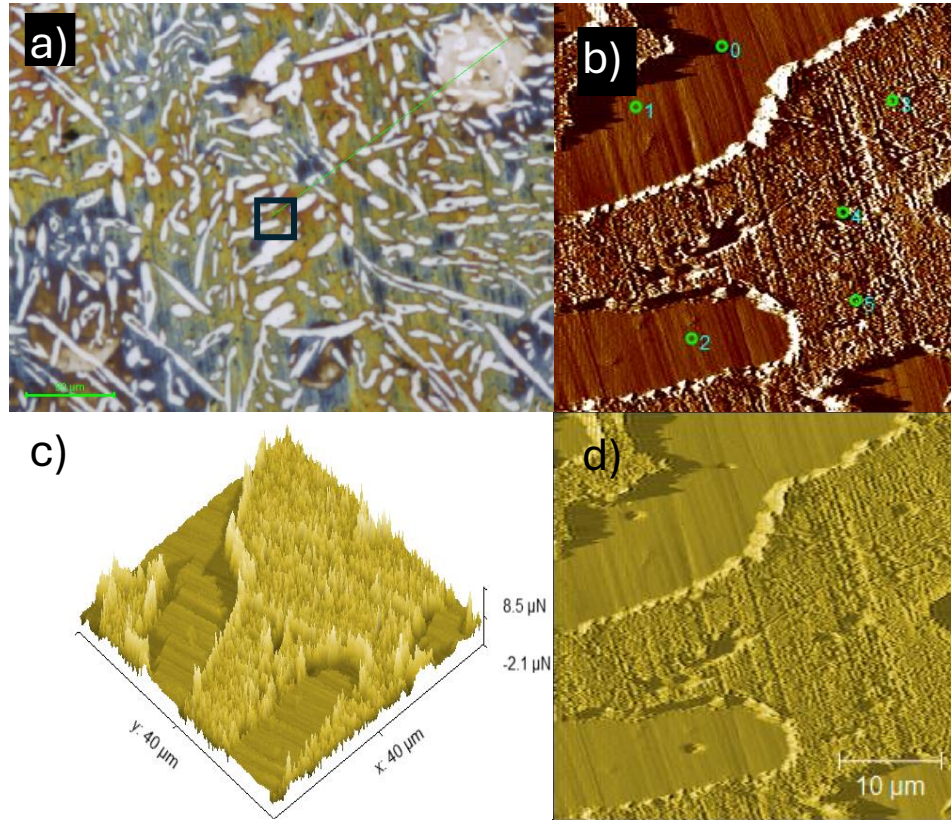


Figura 13 Metalografías de muestra T2 con indentaciones puntuales a temperatura ambiente (Elaboración propia).

La Figura 14 muestra la muestra T0 sometida a 1 hora de envejecimiento térmico. En este estado, las fases se presentan con una apariencia mucho más homogénea, al punto que resulta difícil distinguirlas visualmente entre sí. En la micrografía c) se aprecia que los bordes de las fases se diferencian del resto de la superficie, y en d) se observan huellas de indentación con tamaños distintos: las indentaciones 3, 4 y 5 son de menor tamaño que las 0, 1 y 2. Asimismo, las zonas con morfología más suave y de contorno circular recuerdan a “islas”, lo que facilita su asociación con la austenita. Finalmente, en c) se aprecia un hundimiento localizado, el cual coincide espacialmente con la inclusión no metálica observada en la parte inferior de b).

Las diferencias en los bordes de fase pueden atribuirse a la acumulación de Cr y Mo, lo cual genera regiones más susceptibles a corrosión intergranular o por picadura. El endurecimiento de la ferrita, producto de la descomposición espinodal, explica que sus huellas de indentación sean más pequeñas frente a las de la austenita, que se mantiene

prácticamente inerte frente al envejecimiento. La imposibilidad de identificar fases secundarias mediante microscopía óptica concuerda con lo señalado por Silva et al. (2016), quien destaca que el espesor nanométrico de α y α' está por debajo de la resolución de esta técnica. Por otro lado, la correlación entre las formas suaves y circulares con la austenita confirma el rotulado realizado a partir de la comparación con otras micrografías. El hundimiento localizado observado en c) se interpreta como una alteración mecánica causada por la inclusión no metálica, la cual rompe con el comportamiento homogéneo visto en el resto de la muestra.

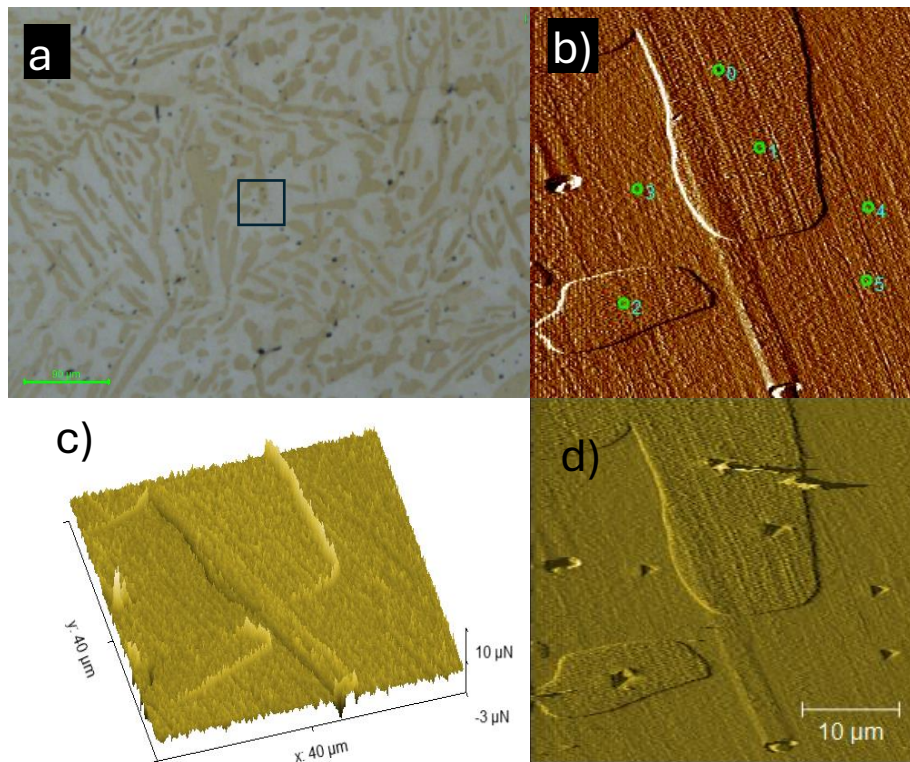


Figura 14 Metalografías de muestra T0 con indentaciones puntuales con 1 hora de envejecimiento térmico (Elaboración propia).

La figura 15 en a) muestra la micrografía óptica de la superficie, destacando la zona ampliada en b). En b) se aprecia que la morfología general de la muestra es similar a la observada en T0 tras 1 hora de envejecimiento. En la imagen c) se repite el patrón de fronteras con un comportamiento claramente diferenciado respecto de la matriz, evidenciado en la deflexión de la sonda. En d), el mapa tridimensional obtenido por AFM presenta una calidad inferior en comparación con las muestras anteriores, debido a que la superficie exhibe mayor interacción con la sonda, lo que dificulta la definición de las huellas.

La dificultad para distinguir fases mediante el tamaño de las huellas de indentación se asocia al mayor endurecimiento y a la cinética más activa en este estado, lo que genera superficies menos estables frente al barrido del instrumento. A pesar de esta limitación, se

mantuvo el criterio de identificación empleado en muestras anteriores: las morfologías suaves y circulares, semejantes a “islas”, corresponden a la austenita, mientras que la matriz que rodea dichas estructuras corresponde a la ferrita.

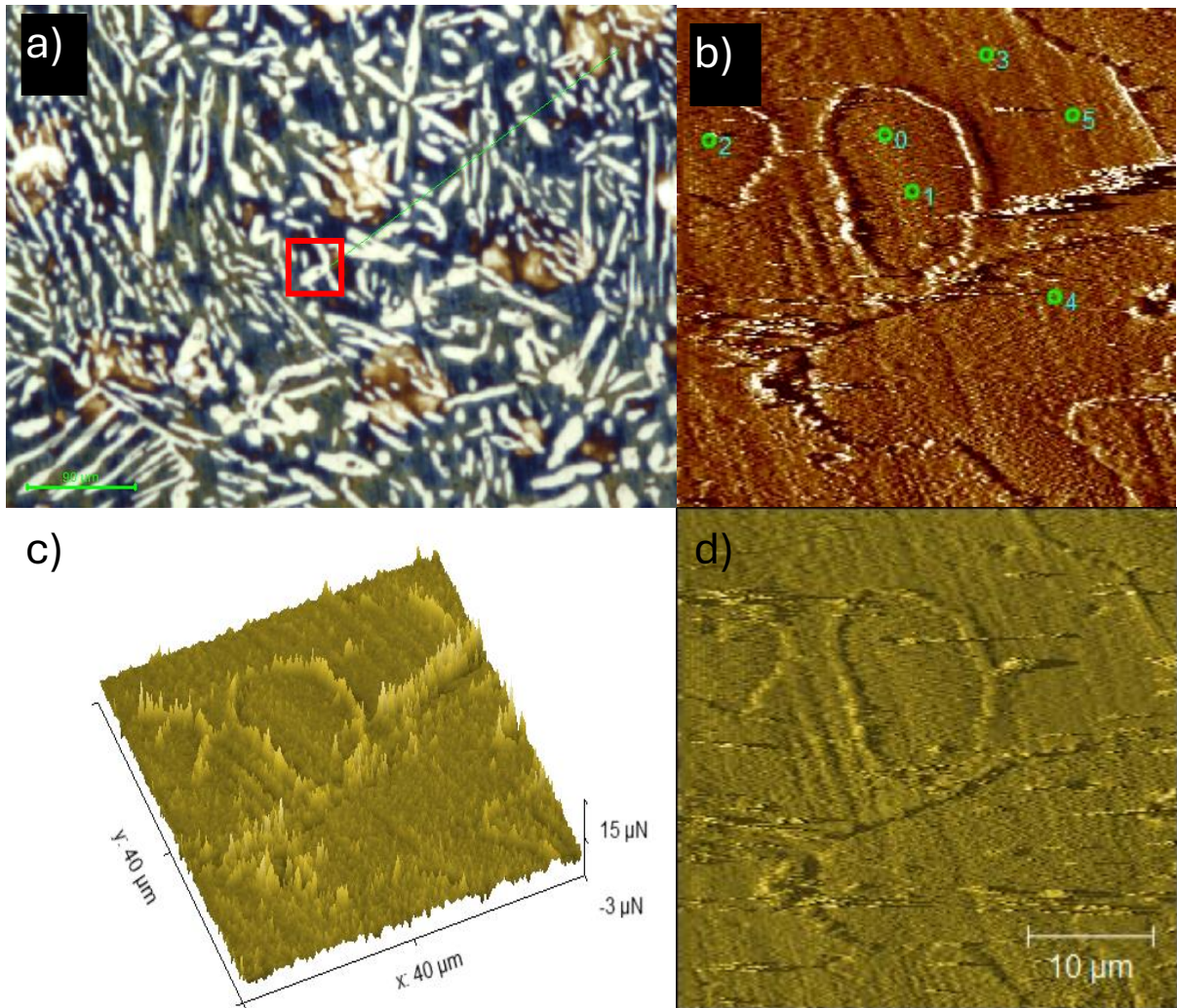


Figura 15 Metalografías de la muestra T2 con 1 hora de envejecimiento a 475 °C (Elaboración propia).

La Figura 16 corresponde a la muestra T2 tras 2 h de envejecimiento a 475 °C. En a) se observa, por MO, una fracción de la superficie; b) amplía la zona resaltada y muestra un grano de austenita en el centro. La imagen c) es la misma región con distinto gradiente de color y sin indicadores, mientras que d) corresponde a su reconstrucción 3D. En e) se presenta la misma zona tras las indentaciones puntuales y, debido a la baja calidad de la imagen 2D, en f) se recurre a la vista 3D para confirmar las huellas, coincidentes con las posiciones 0, 1 y 2 en b).

El grano de austenita central confirma la persistencia de la diferenciación de fases tras 2 h de envejecimiento. La necesidad de usar reconstrucciones 3D para validar las huellas revela las limitaciones de la microscopía 2D en superficies más degradadas. La asignación

de las indentaciones a la austenita sigue el criterio morfológico aplicado en muestras anteriores, validando la correlación entre microscopía, AFM y nanoindentación.

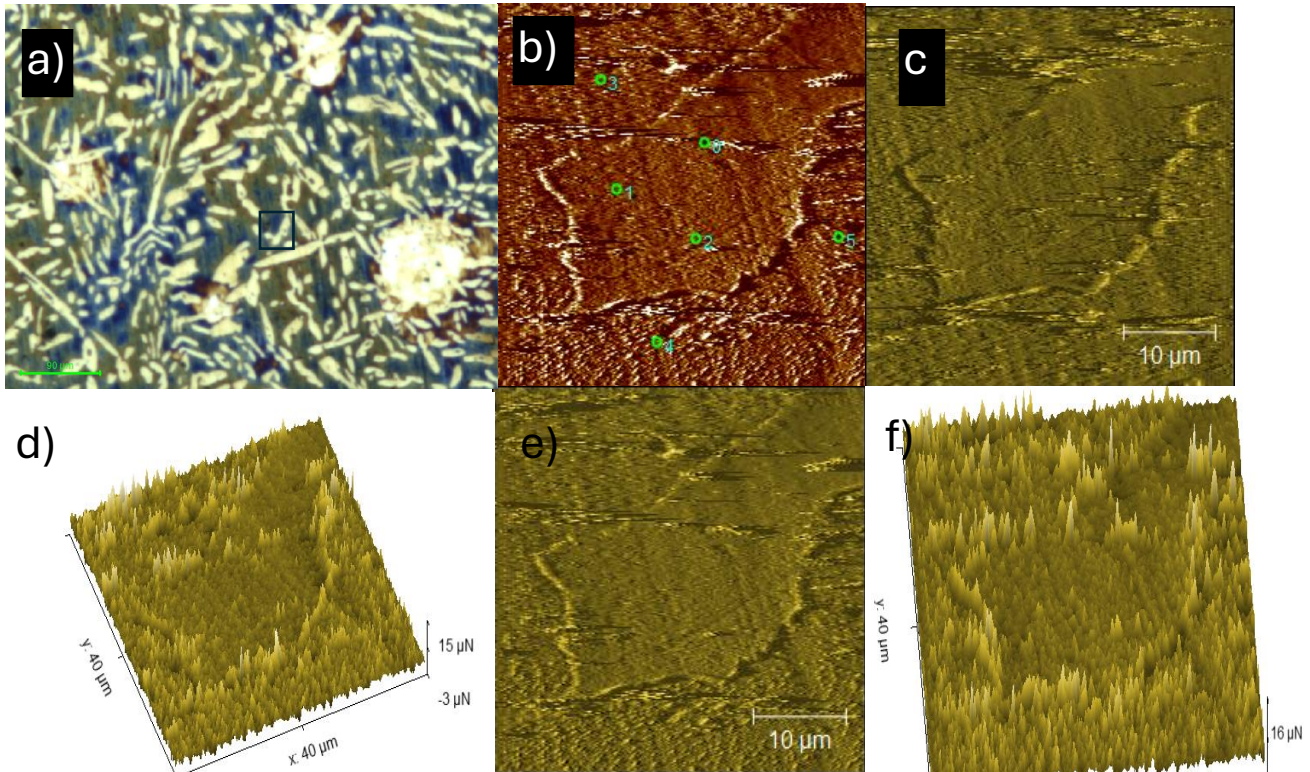


Figura 16 Metalografías de la muestra T2 con 2 hora de envejecimiento a 475 °C(Elaboración propia).

La figura 17 muestra todos los ensayos basados en matrices de indentaciones realizados en la muestra T0 a temperatura ambiente y luego a 1 hora de fragilización a 475°C, con una primera revisión es notable que falta la MO de la temperatura ambiente, y falta la fila que correspondiente T_{h2} , lo primero se debe a que el equipo nanoindentador Hysitron TI Premiere permite mover libremente la sonda sin regresar a la interfaz de MO, y dado que los ensayos se realizan de forma consecutiva se optó por mover la sonda desde su posición resultante posterior a los ensayos puntuales, a una zona arbitraria que manifestara las 2 fases, para la segundo el equipo experimentó una advertencia crítica lo cual implicó hacer un cese de las actividades experimentales en pos de la integridad de este. Por otro lado, los ensayos XPM a temperatura ambiente fueron sumamente pulcros, resultando en huellas uniformes y repetitivas a lo largo de la superficie, mientras que a alta temperatura las huellas fueron mucho más aleatorias y muchas incluso invisibles o inexistentes, esto se explica ya que debido al envejecimiento térmico que experimentó la muestra la dureza de la ferrita aumenta de forma progresiva.

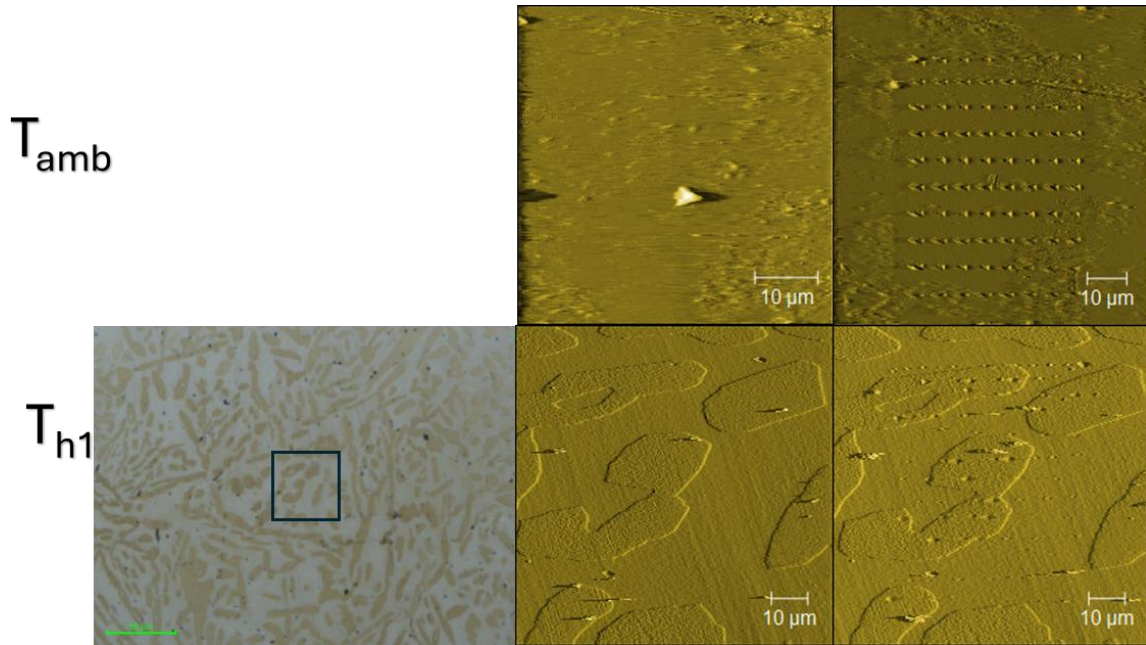


Figura 17 metalografías de la muestra T0 sometida a ensayos XPM o matrices de indentaciones(Elaboración propia).

La figura 18, exhibe los ensayos XPM realizados en la muestra T2, como se puede apreciar, existen diferencias significativas entre los diferentes tiempos de envejecimiento, por un lado, en cuanto a MO a temperatura ambiente existen diferentes tonalidades dentro de las fases de ferrita que son coherentes a la diferenciación de las fases secundarias con respecto a las primarias, el objetivo de hacer las MO previo a los ensayos es detectar zonas borde amplias entre fases para tener cantidades significativas de ambas dentro de la matriz de ensayo. Las SPMs a medida que aumenta el envejecimiento las huellas se vuelven más difíciles de detectar como pasó en casos anteriores se, no obstante, la gran cantidad de huellas facilita el discernimiento del área estudiada.

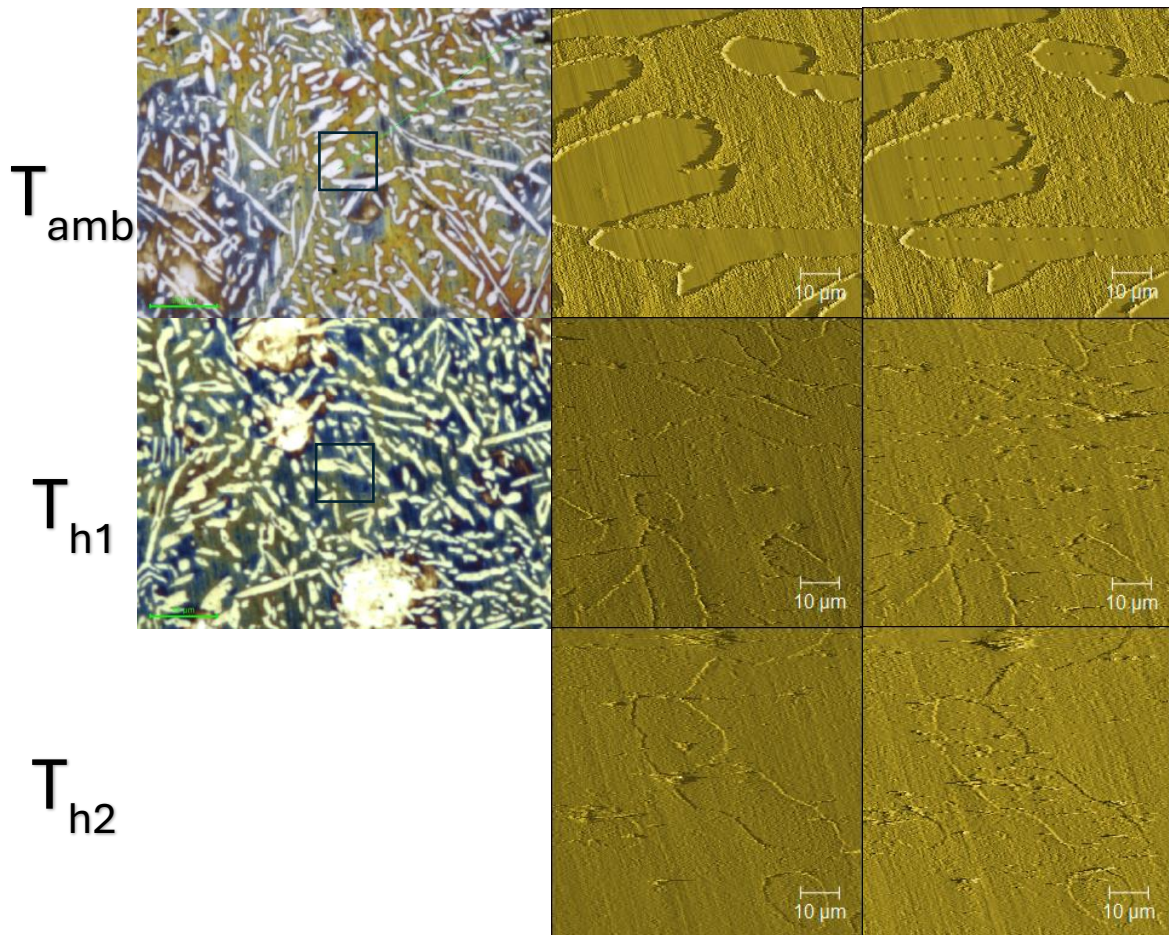


Figura 18 metalografías de la muestra T2 sometida a ensayos XPM o matrices de indentaciones (Elaboración propia).

3.1.3. Caracterización por microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía de energía dispersa (EDS)

La figura 19 corresponde a una microscopía realizada en T2 donde a) es un SEM de la muestra, b) corresponde a un gráfico de línea que indica la concentración de cromo a lo largo del área, y c) corresponde a la concentración de níquel análogo a b, se puede observar que en a) el área más pálida y agrietada corresponde a la ferrita debido su naturaleza reactiva que genera diferentes microestructuras y brechas en la capa de pasivación que permiten la corrosión en la superficie de esta, mientras que el área más gris corresponde a austenita y posee una microestructura más homogénea. Adicionalmente, existe un área intermedia resaltada con un rectángulo rojo que rompe el comportamiento austenita-ferrita. Esta área resaltada coincide con el aumento de cromo mostrado en la sección b) y con la caída de níquel en c), lo anterior corresponde a propiedades características de las fases secundarias que comprueba que existe fases secundarias asociadas a la cinética de la ferrita las cuales se manifiestan a nivel microestructural.

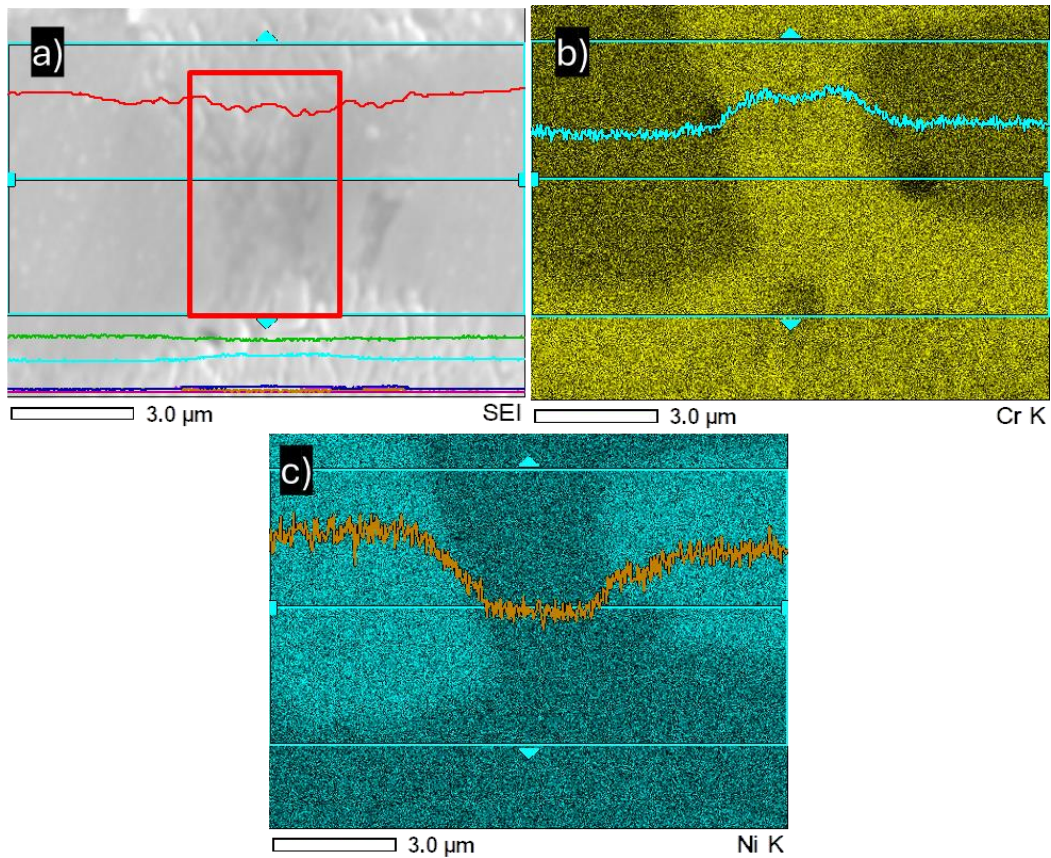


Figura 19 Microscopía de la muestra T2 y su concentración de Cr y Ni(Elaboración propia).

Para los ensayos EDS se seleccionan 2 zonas de la muestra en las cuales se trabajó y dentro de estas se establecen los puntos de interés y se determina su composición. En la Figura 20 se muestran las zonas trabajadas y los puntos mencionados, cabe destacar que a) permite diferenciar claramente entre austenita-ferrita y permite ver las huellas de los ensayos de nanoindentación, mientras que b) está enfocada en determinar la composición de 003 de una forma más específica.

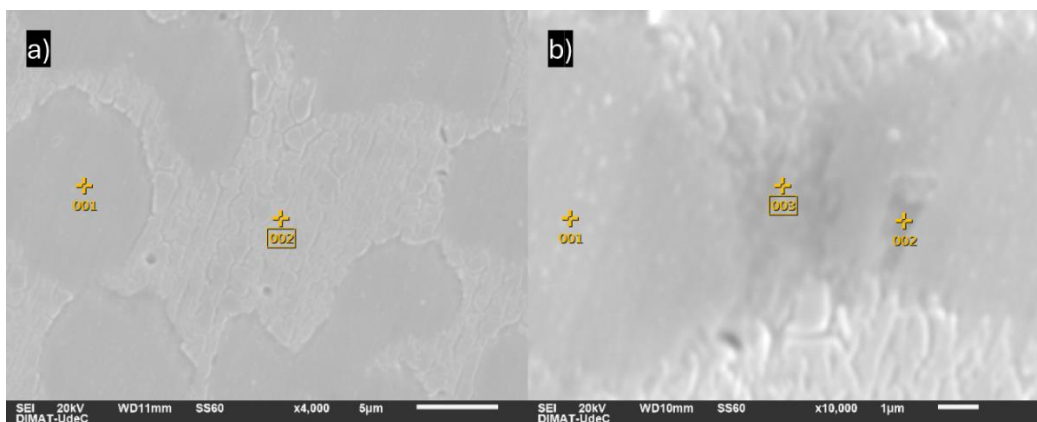


Figura 20 SEM y puntos para ensayos EDS (Elaboración propia).

La tabla 3 expone los resultados de los ensayos EDS planteados, por un lado, en a) se muestran claros distintivos entre 1 y 2, como son la menor cantidad de Cr y la mayor cantidad de Níquel con respecto a 2 siendo estas 2 características distintivos de la austenita frente a la ferrita y sus derivados, lo anterior comprueba rotundamente todo el análisis y rotulación de las fases austenita-ferrita que se ha dado a lo largo de este trabajo.

En el inciso b) se observa que la región 1 corresponde a austenita. Si bien existen leves diferencias entre las zonas 2 y 3, el análisis microestructural revela una clara distinción entre ambas y el resto de la matriz de ferrita visible en la micrografía. Dado que los contenidos de cromo en estas zonas son significativamente mayores que los de la ferrita circundante, se confirma la presencia de fases secundarias. La formación de estas fases es suficientemente relevante para comprometer la integridad de la capa de pasividad, generando discontinuidades que favorecen la oxidación (Á. Oñate et al., 2023). Este fenómeno se manifiesta microestructuralmente como grietas en la ferrita y se corrobora con el aumento en el contenido de oxígeno detectado. Cabe señalar que esta última característica también puede estar asociado a las fases α' y α .

Tabla 3 Resultados EDS para T2 (Elaboración propia).

Resultados de a)								
	Fe	O	Al	Si	S	Ca	Cr	Ni
1	61.99		0.27	0.77	0.94		23.82	12.21
2	57.1	5.75	0.2	0.89	1.47	0.14	27.09	7.36
Resultados de b)								
	Fe	O	Al	Si	S	Cr	Ni	Mo
1	60.89			0.67	0.29	23.54	12.02	2.6
2	57.43	2.17	0.45	0.79	0.52	27.72	7.48	3.44
3	58.44			0.86	0.54	28.49	7.8	3.87

3.1.4 Caracterización mecánica mediante técnicas de nanoindentación

3.1.4.1. Ensayos puntuales

Los resultados de los ensayos puntuales realizados en la muestra T0 se plasman en la figura 21, donde destacan a primera vista las amplias magnitudes de los ensayos a las 2 horas de fragilización, siendo estos valores totalmente fuera de lo esperado o documentado, lo cual requiere un análisis conjunto del resto de variables. No obstante, entre $T_{h,2}$ y $T_{h,1}$ si ocurre el comportamiento esperado que es un aumento de las propiedades mecánicas, dado los procesos de endurecimiento asociados a la descomposición espinodal de la ferrita, y en menor medida el endurecimiento por deformación presente en la austenita. Mientras que, para todas las condiciones se cumple la condición de que las propiedades de la ferrita son mayores que las de la austenita, situación ampliamente documentada en la bibliografía.

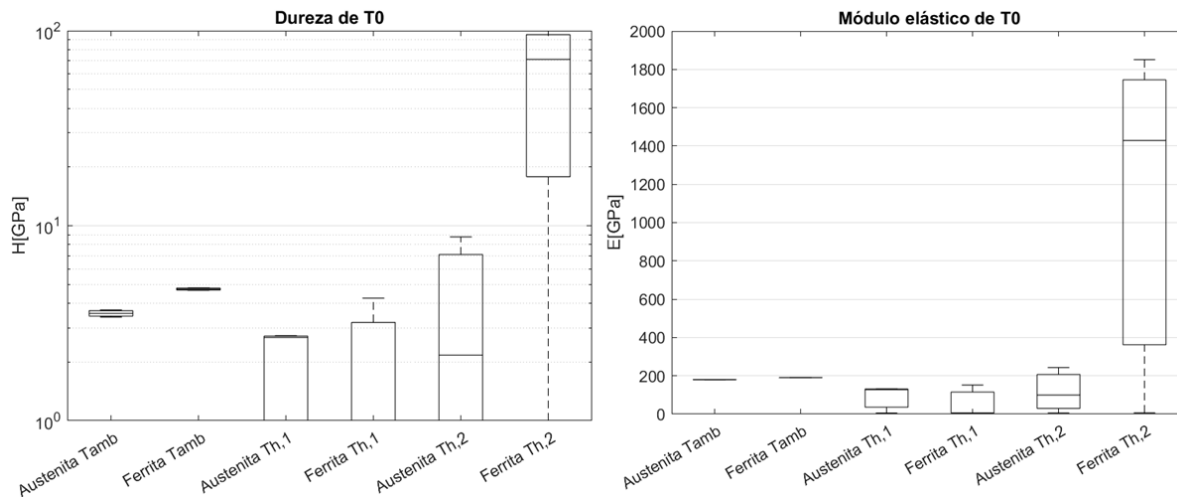


Figura 21 Propiedades mecánicas medidas de la muestra T0 (Elaboración propia).

Durante los ensayos de nanoindentación a alta temperatura (475°C), se observó un comportamiento triple en los resultados. Mientras una parte de las indentaciones arrojó profundidades de penetración máxima consistentes con el endurecimiento esperado de la fase ferrita (~200 nm) como se observa en la tabla 4, un subconjunto significativo de mediciones presentó anomalías críticas, incluyendo profundidades de hasta 4 μm , y otro conjunto obtuvo mediciones demasiado conservadoras del orden ~60 nm.

Estas observaciones no reflejan una propiedad intrínseca del material, sino que constituyen un caso de estudio sobre los instrumentos inducidos por la inestabilidad térmica en condiciones experimentales complejas, puesto que estas mediciones están acompañadas por un 0.00 en el *drift* lo cual indica que esta variable no fue medida de forma exitosa, esto implica una condición esporádica y transiente de descontrol dentro del artefacto, que implica cambios en la longitud de las partes cercanas al sonda de indentación dado el flujo de calor inherente en el ensayo, lo cual explica las profundidades de penetración totalmente alejadas de lo deseados alejándose incluso del orden de magnitud de los 300 nm, error el cual se transmite a partir del Área proyectada A, ya que, A se calcula mediante un polinomio evaluado en función de la profundidad de contacto.

Tabla 4 Resultados auxiliares de los ensayos puntuales de nanoindentación en T0 (Elaboración propia).

Muestra, condición y fase	A[nm²]	h_{max}[nm]	Drift[nm/s]
T0 T_h,1 austenita	1.83.E+06	277.79	-1.22
T0 T_h,1 austenita	5.67.E+08	5317.29	0.00
T0 T_h,1 austenita	1.87.E+06	281.40	-2.04
T0 T_h,1 ferrita	4.84.E+08	4914.51	0.00
T0 T_h,1 ferrita	1.18.E+06	227.46	-2.00
T0 T_h,1 ferrita	3.59.E+08	4224.73	-0.01
T0 T_h,2 austenita	2.30.E+06	316.88	-0.83
T0 T_h,2 austenita	4.29.E+08	4615.21	-0.01
T0 T_h,2 austenita	5.70.E+05	161.42	-1.36
T0 T_h,2 ferrita	4.19.E+08	4562.66	0.00
T0 T_h,2 ferrita	7.01.E+04	66.73	-1.31
T0 T_h,2 ferrita	4.83.E+04	61.83	-1.00

Los resultados de los ensayos en la muestra T2 se grafican en la figura 22, en este caso se aprecia un fenómeno similar, debido a que los testeos en ausencia de temperatura (pero con fragilización previa ya que corresponde a la muestra T2) posee una alta precisión debido a la poca influencia de la deriva térmica, y la posterior pérdida de precisión en la segunda hora de calentamiento ya que de los 3 ensayos en ferrita ninguno pudo medir alguna magnitud significativa para comparar con su condición antecesora, mientras que 2 de los 3 ensayos en la austenita se dispararon. Pese a ello, se manifiesta la conducta deseada, es decir, un endurecimiento efectivo de la ferrita entre T_{amb} y $T_{h,1}$, pero no acreditable por este medio para $T_{h,2}$. Adicionalmente, en los ensayos a temperatura ambiental se detectó un valor cercano al de la austenita, pero dentro de la zona ferrítica por lo que se rotula como austenita secundaria, lo cual se confirma al ver la imagen SPM asociada y notar una microestructura diferida del resto de la superficie (punto 4 de la figura 13).

Por otro lado, la pérdida de precisión para $T_{h,2}$ y para todos los ensayos en T2 en general, también se explica debido a la contaminación de la sonda debido al contacto e interacción que tiene constantemente con la superficie la cual la lleva a adherir inclusiones y óxidos presentes en la muestra, en conjunto, con los acumulados en la experiencia anterior. Adicionalmente, esta contaminación se manifiesta en la pérdida de calidad en las imágenes SPM del apartado anterior en que se hace particularmente visible a en las microscopías pertenecientes a los periodos $T_{h,2}$ de ambas muestras.

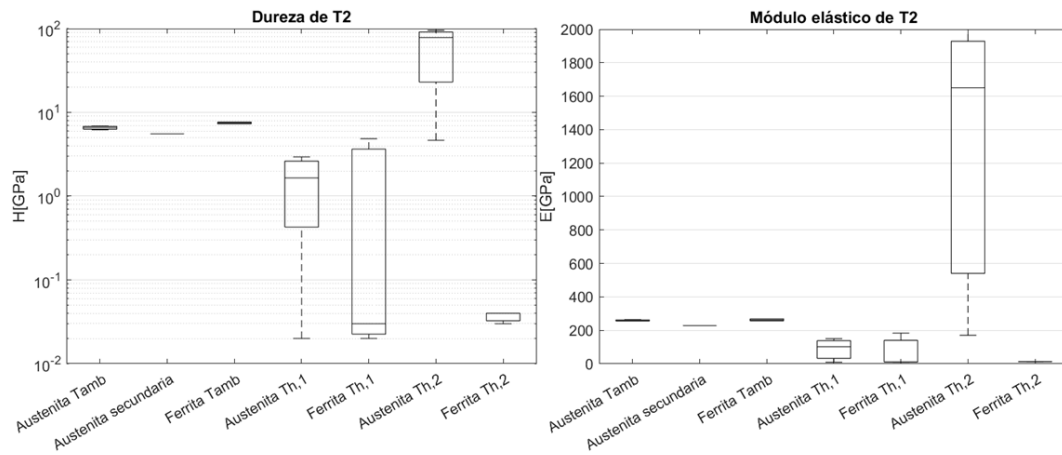


Figura 22 Propiedades mecánicas medidas de la muestra T2 (Elaboración propia).

Para este caso se vuelve aún más esclarecedor ver los resultados auxiliares estos se muestran en la tabla 5, y permiten relacionar directamente la inexactitud de los últimos 3 ensayos en ferrita con la profundidad de penetración que es totalmente evidente con respecto al fenómeno de deriva que, en este caso, alejó la sonda de indentación de la muestra. Finalmente, en este caso las profundidades extremas registradas son mayores a las de la muestra anterior, lo cual indica que esta muestra causa más deriva térmica no medida por el dispositivo, lo cual lleva a la idea de que la muestra más fragilizada es más violenta con respecto a los flujos de calor que trasmite al momento de realizar la carga.

Tabla 5 Resultados auxiliares de los ensayos puntuales de nanoindentación en T2 (Elaboración propia).

Muestra, condición y fase	A[nm ²]	H _{max} [nm]	Drift[nm/s]
T2 T_amb austenita	7.28.E+05	174.54566	-1.108786
T2 T_amb austenita	7.60.E+05	177.107863	-1.449638
T2 T_amb austenita	8.06.E+05	181.695436	-1.558422
T2 T_amb ferrita	6.52.E+05	167.397618	-1.074849
T2 T_amb ferrita	9.02.E+05	192.859435	-1.407009
T2 T_amb ferrita	6.86.E+05	169.426406	-1.307278
T2 T_h,1 austenita	3.02.E+06	357.128387	-1.524185
T2 T_h,1 austenita	2.29.E+08	3352.645108	-1.645283
T2 T_h,1 austenita	1.70.E+06	264.88806	-0.005718
T2 T_h,1 ferrita	2.03.E+08	3153.800135	-1.889196
T2 T_h,1 ferrita	1.03.E+06	210.047308	-0.001833
T2 T_h,1 ferrita	1.63.E+08	2816.378955	-1.83888
T2 T_h,2 austenita	1.08.E+06	1024334.036	-1.76189
T2 T_h,2 austenita	6.40.E+04	73423.13204	-1.600638
T2 T_h,2 austenita	5.24.E+04	74205.59157	-1.448576
T2 T_h,2 ferrita	1.56.E+08	200199469.3	-0.010911
T2 T_h,2 ferrita	1.20.E+08	153701687.7	-0.011232
T2 T_h,2 ferrita	1.12.E+08	143798111.2	-0.012897

Ambas muestras manifestaron comportamiento semejantes entre sí, demostrando una leve caída de las propiedades mecánicas entre 0 y 1 hora de envejecimiento, seguido de un descontrol del drift a las 2 horas de envejecimiento midiendo magnitudes que reflejan problemas de medición más que la propia naturaleza del material, aunque, en todo momento se manifiesta el comportamiento esperado, esto es, endurecimiento proporcional a la duración del tratamiento térmico y el aumento significativo de las propiedades de la ferrita muy por encima de su contraparte (Gorka Argandoña et al., 2017).

Esta investigación tiene la particularidad de emplear ensayos masivos de indentación (XPM) que ataca directamente los obstáculos vistos en este apartado, a cambio de manejar un volumen inmenso de datos con respecto a ensayos puntuales.

3.1.4.1 *Ensayos de matrices de indentación (express property mapping)*

Estos ensayos tienen el orden 100 indentaciones cada uno, y permiten estudiar un área de forma intensiva, lo cual indica que por un lado va a aumentar la posibilidad de tener datos de áreas de interés como fase sigma, austenita secundaria y las fases producto de la descomposición espinodal de la ferrita, no obstante, los datos atípicos corresponden a inclusiones no metálicas o deriva térmica.

Los ensayos XPM poseen la restricción de que requieren una función de carga más acotada, y la configuración para estos ensayos obliga a la sonda de indentación a mantenerse más cercana a la superficie, lo cual combinado, con el comportamiento repetitivo y monótono, genera que sea más fácil para el ensayo ajustar la deriva térmica y entrar en equilibrio térmico de una forma expedita, obteniendo una estabilidad nanométrica entre las superficies muestra-indentador.

Los resultados brutos de las nanoindentaciones se representan en la figura 23 mediante mapas de propiedades mecánicas, que permiten visualizar la dureza y el módulo elástico medidos en cada punto de la matriz según sus coordenadas x e y. La primera fila de mapas corresponde a las mediciones realizadas a temperatura ambiente. En el estado T0, se observa una distribución binaria claramente definida entre austenita y ferrita, con una ligera influencia de inclusiones no metálicas, representadas mediante puntos amarillos que corresponden a valores extremos registrados. Por su parte, el estado T2 muestra patrones asociados a la presencia de múltiples fases, aunque de forma más difusa y compleja, lo cual se atribuye a la coexistencia de fases secundarias con comportamientos mecánicos contrapuestos. Este fenómeno no había sido identificado en etapas previas de la investigación debido a las limitaciones de las técnicas caracterizadoras empleadas. Asimismo, al igual que en T0, los resultados en T2 también reflejan la influencia de inclusiones no metálicas.

En cuanto a la tercera fila de la figura 23, se exhibe un comportamiento errático de las mediciones logrando una imagen áspera y muchísimo menos difuminada que las anteriores, esto se debe a que a pesar de que en general se mitiga el fenómeno de las profundidades excesivas e ínfimas en ciertos rangos, esta condición está lejos de ser erradicada. Por lo tanto, los mapeos carecen de sentido para los ensayos en temperatura ya que están fuertemente influenciados por los datos viciados que no revelan propiedades del material,

y estos al estar adyacentes a los datos que si son objeto de estudio terminan por entorpecer el análisis.

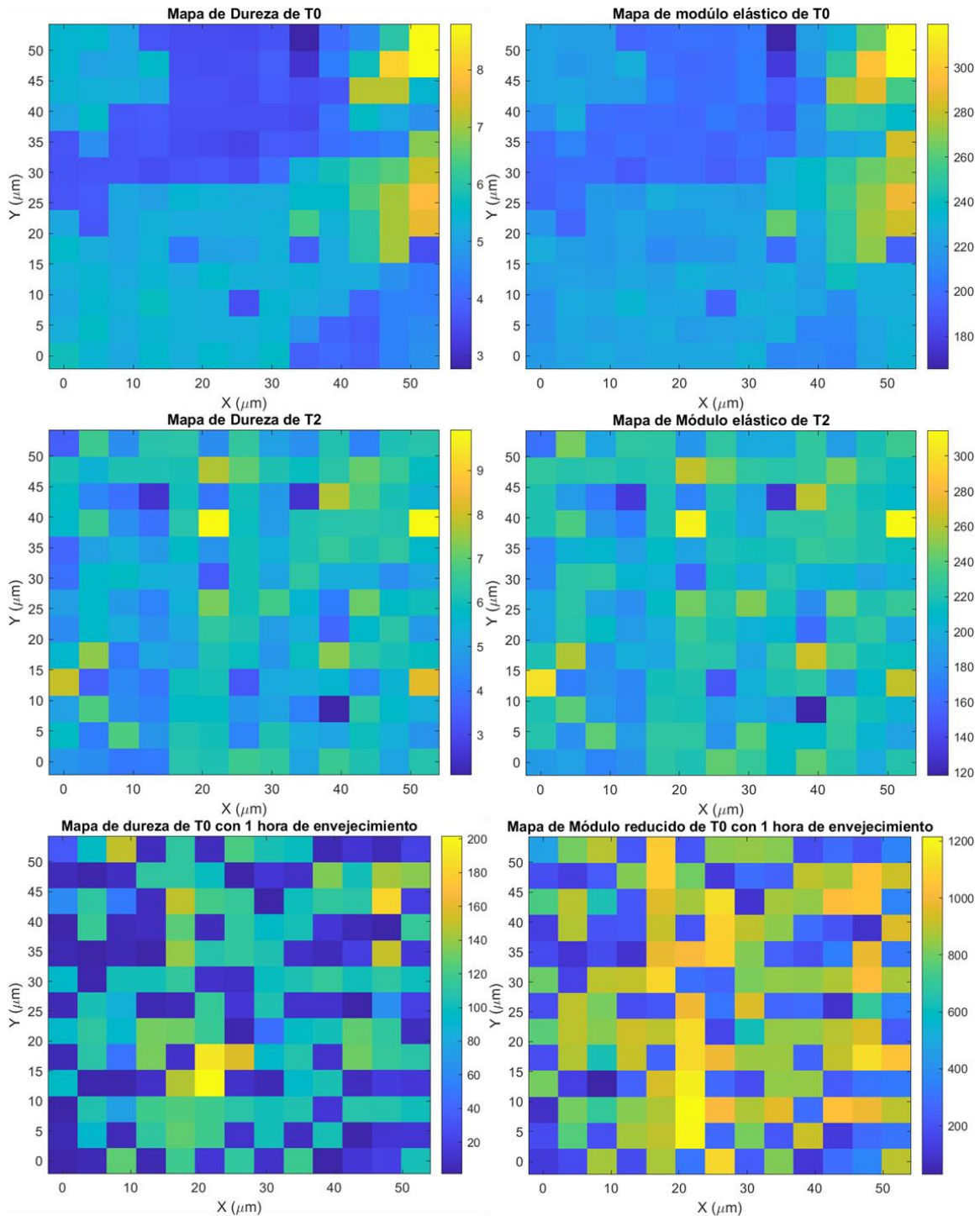


Figura 23 Mapeo de las propiedades mecánicas (Elaboración propia).

Dadas las condiciones anteriormente mencionadas, se vuelve imperativo rescatar los datos que muestran comportamiento del material del resto de datos, para ello simplemente se

verifica que los parámetros característicos de cada indentación se encuentren dentro del orden de magnitud de los datos vistos en ensayos a temperatura ambiente, para este fin se verifica que los valores de área proyectada (que se calculan en base a la profundidad de contacto) se mantenga dentro de lo comúnmente visto.

Una vez definido el volumen de datos en base a lo anterior se identifica 2 fases primarias que son austenita y ferrita, con el valor numérico se pueden obtener comportamientos y diagnósticos más concluyentes que con las observaciones hechas en los apartados anteriores.

En la figura 24 se observan los resultados obtenidos para la muestra T0 diferenciando por fase y condición. Por un lado, destaca como las propiedades mecánicas aumentan su magnitud con respecto a sus mediciones a temperatura ambiente, lo cual es totalmente coherente con la literatura.

Adicionalmente, los datos muestran que existe un subgrupo dentro de la ferrita que supero de forma notoria las mediciones del resto de la fase, esto es atribuible a la formación de la una nueva fase producto de la descomposición espinodal, la cual genera una fase enriquecida en Cr y otro empobrecida en este y rica en Fe. La fase enriquecida posee un mayor dureza y módulo elástico que su contraparte y la ferrita sin reaccionar.

También existen datos que salen de los bordes de las cajas, esto se explica debido a que como se vio en el mapeo de propiedades las inclusiones no metálicas influyen fuertemente en las mediciones y sus propiedades mecánicas también son registradas en el proceso, y a pesar de poseer microscopías en abundancia existen mediciones que a primera vista están fuera de estas inclusiones, pero el dato resultante se encuentra dentro de la incertidumbre.

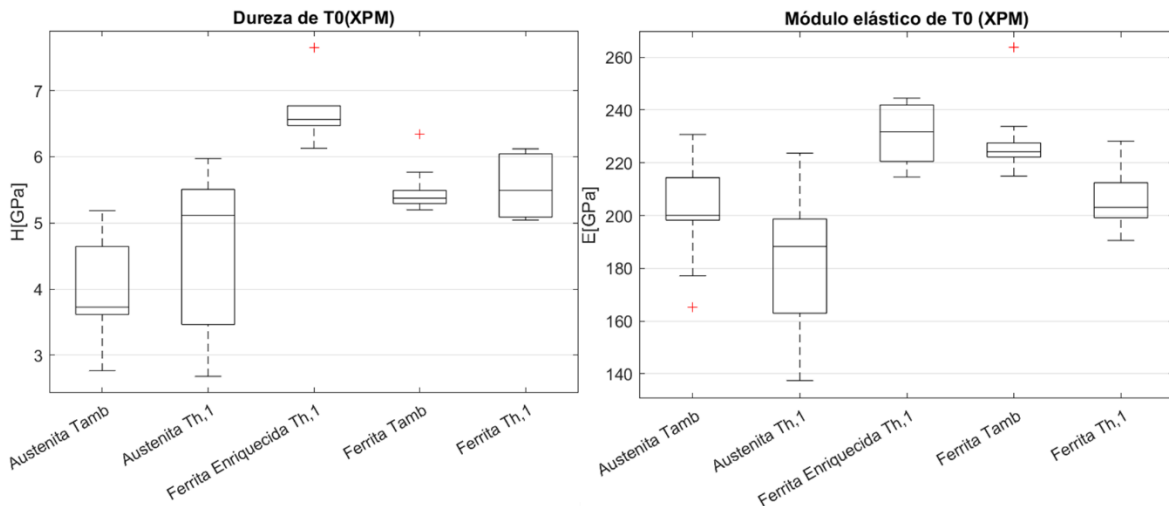


Figura 24 Propiedades mecánicas de T0 (XPM) (Elaboración propia).

Las propiedades mecánicas de T2 se muestran en la figura 25, debido a la complejidad de la muestra es posible identificar un amplio espectro de fases a partir del comportamiento mecánico, destacando inmediatamente la presencia de ferrita enriquecida, dentro de la cual existen valores que sobrepasan el bigote superior de la caja asociada, esto indica que esos

datos fueron influenciados por inclusiones no metálicas o son un intermedio entre ferrita enriquecida y fase sigma.

A diferencia de los resultados en T0 en la muestra T2 existen datos de dureza y módulo elástico superiores incluso a la mencionada ferrita enriquecida, y estas mediciones al encontrarse dentro de la fase ferrítica indican que se trata de fase sigma, no obstante al menos en temperatura ambiente la cantidad de estos de datos es exageradamente pequeña mostrando una caja sin bigotes ya que solo 2 valores de esta naturaleza fueron encontrados para esa condición los cuales pueden ser atribuibles a inclusiones metálicas, sin embargo, a la primera hora de envejecimiento se detectaron muchísimos más lo cual permite una caracterización más robusta y confiable de esta fase.

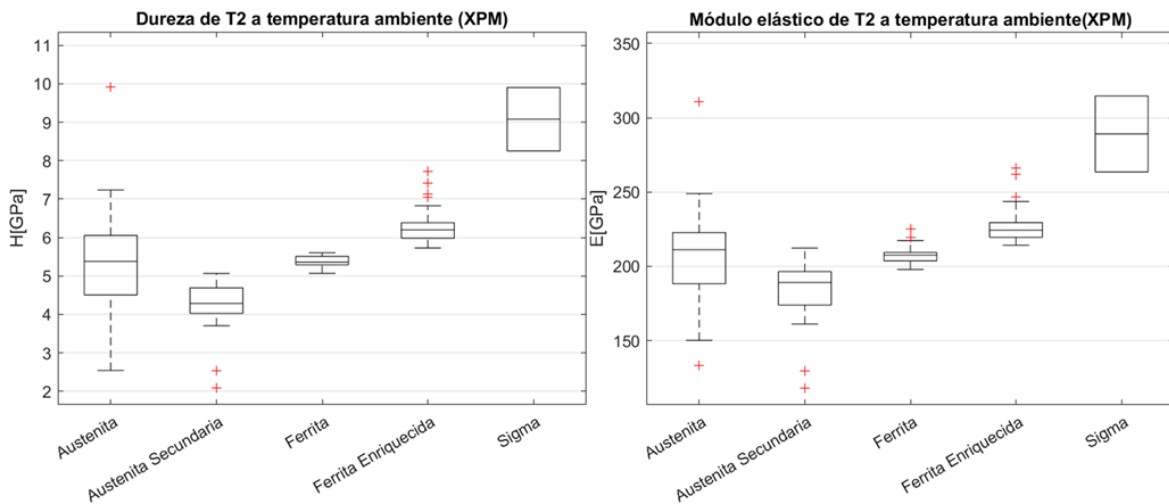


Figura 25 Propiedades mecánicas de T2 a temperatura ambiente (XPM) (Elaboración propia).

La figura 26 en su primera fila permite observar los primeros efectos del envejecimiento térmico, el cual tiene un efecto significativo en la cantidad de datos pertenecientes a la ferrita enriquecida, mientras que la austenita sufre leves cambios. Mientras que la segunda fila, exhibe una baja de datos en general, esto debido a la influencia paulatina de la suciedad y acumulación de errores que llevaron a un volumen de datos total inferior que el de 1 hora de envejecimiento, dada la adversidad anterior los datos pertenecientes a fase sigma vuelven a ser escasos.

Existe una cantidad de datos ínfima de ferrita esto se debe a que la fase ferrítica (δ) es progresivamente reemplazada por las fases secundarias generadas a partir de esta, esto es, ferrita enriquecida en Cr (α'), ferrita empobrecida en Cr (α), fase sigma (σ) y austenita secundaria (γ_2).

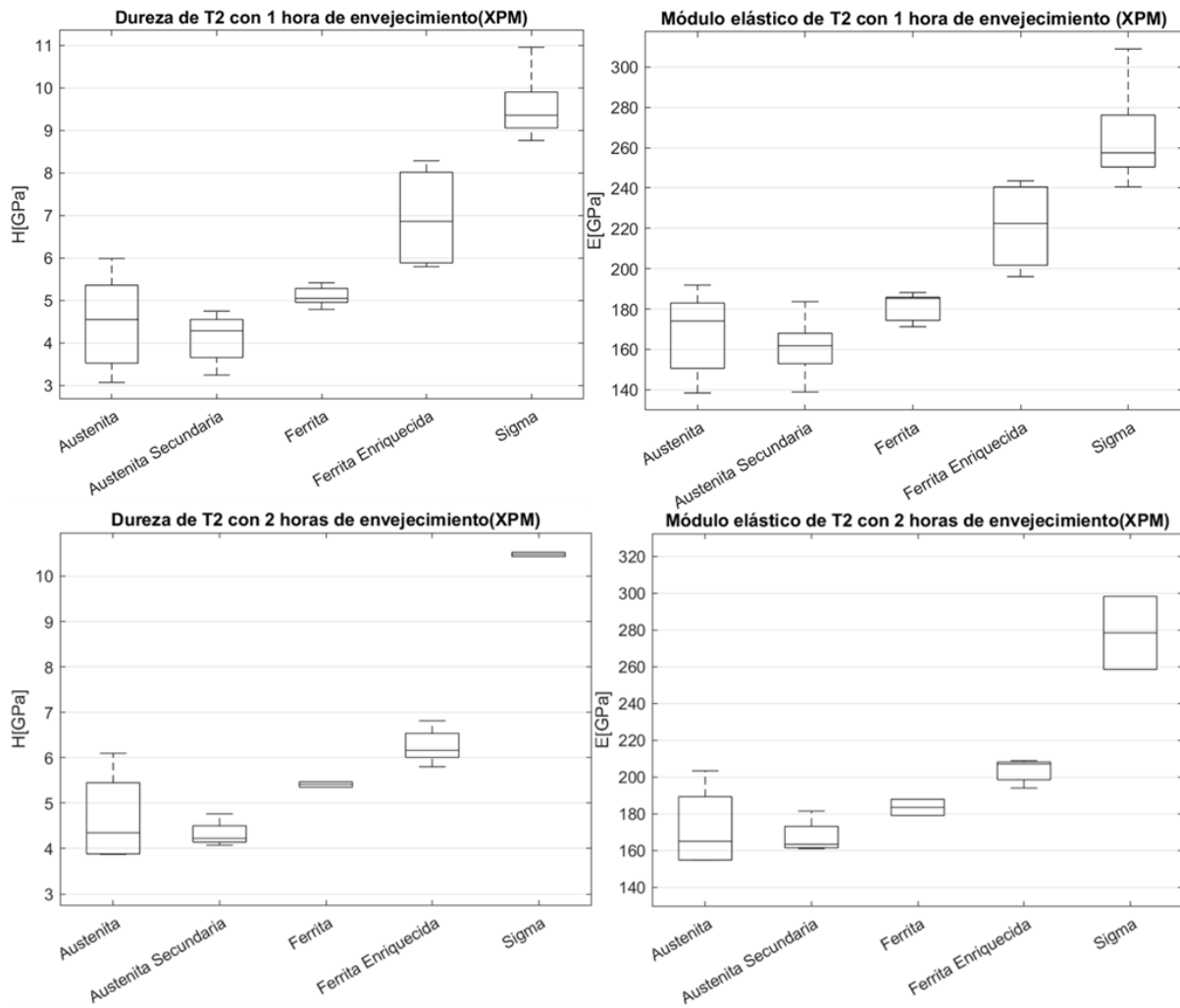


Figura 26 Propiedades mecánicas de T2 en presencia de temperatura (XPM)

A modo de resumen los principales hallazgos se presentan en la tabla 6 las propiedades mecánicas obtenidas del método XPM, se puede observar un comportamiento común en el que el módulo elástico cae en la austenita para los ensayos con temperatura, mientras que la dureza exhibe un comportamiento más variado, ocasionado en menor medida debido a la diferenciación ferrita y ferrita enriquecida.

Tabla 6 Evolución y resumen de las propiedades mecánicas según muestra y condición (XPM)(Elaboración propia)

		T0				T0 y T2	
condición		Tamb		Th,1		Todas sus condiciones	
		Promedio	Desv.std.	Promedio	Desv.std.	Promedio	Desv.std.
Austenita	H	4.03	0.63	4.64	1.13	4.63	0.92
	E	204.17	11.43	181.97	24.7	186.75	19.75
Austenita Secundaria	H					4.19	0.54
	E					169.18	15.86
Ferrita	H	5.42	0.18	5.56	0.45	5.38	0.22
	E	225.5	6.47	206.21	12.29	201.2	7.31
Ferrita Enriquecida	H			6.69	0.47	6.56	0.59
	E			230.82	10.68	220.8	11.98
Sigma	H					9.7	0.54
	E					277.53	22.91

muestra		T2					
condición		Tamb		Th,1		Th,2	
		Promedio	Desv.std.	Promedio	Desv.std.	Promedio	Desv.std.
Austenita	H	5.31	1.06	4.55	0.92	4.66	0.91
	E	206.15	25.22	169.49	17.54	171.97	19.87
Austenita Secundaria	H	4.14	0.86	4.11	0.53	4.32	0.26
	E	179.45	26.44	160.88	12.85	167.23	8.28
Ferrita	H	5.4	0.20	5.10	0.20	5.41	0.06
	E	209.54	7.02	181.36	6.41	183.38	4.40
Ferrita Enriquecida	H	6.32	0.44	6.95	1.09	6.26	0.34
	E	227.77	11.64	221.12	19.9	203.47	5.71
Sigma	H	9.08	0.82	9.56	0.75	10.48	0.05
	E	289.08	25.58	265.19	23.28	278.33	19.88

4 Discusión de resultados

4.1 Protocolo experimental

El protocolo experimental se estructuró para caracterizar el acero inoxidable súper dúplex en estado inicial (T0), tras envejecimiento térmico (T2) y luego aplicar envejecimiento a ambas, asegurando primero una adecuada preparación metalográfica de las probetas y luego la identificación de fases mediante MO, SPM y EDS. Una vez establecida la microestructura, la caracterización mecánica se centró en la nanoindentación, tanto puntual como mediante mapeos express (XPM), técnicas esenciales para cuantificar dureza y módulo elástico a escala local. De este modo, los valores de dureza y módulo obtenidos en las fases principales bajo T0 y T2 permanecen como resultados consistentes y representativos.

La identificación de fases es crucial para la caracterización mecánica de estas y constituye resultados en sí. La identificación de las fases primarias resulta bastante fácil en MO y SEM debido a la variedad de estudio que especifican las tonalidades y microestructura correspondiente (Fang et al., 2010; Tao et al., 2018). No obstante, a la hora de aplicar calor y envejecimiento detectar las fases presentes se vuelve mucho más complejo debido a la variedad de estas y a que el acero no corresponde estrictamente a una aleación convencional, puesto que el contenido de Nb genera más inclusiones que corresponden a carburos de niobio, que sumado a lo anterior y la rica cinética de la ferrita terminan por entorpecer el protocolo. Aun así, la identificación de austenita y ferrita en estado inicial y su evolución tras envejecimiento constituyen resultados válidos y comparables con lo reportado en la literatura.

A pesar de lo anterior, los datos de nanoindentación y los estudios de Gorka Argandoña et al. (2017) y Maamache et al. (2020) resultaron esclarecedores al mostrar micrografías de fases secundarias como sigma. Por otro lado, los aportes de Liu et al. (2017) y Silva et al. (2016) son concluyentes al afirmar que solo técnicas de muy alta resolución como TEM pueden detectar las finas películas resultantes de la descomposición espinodal de la ferrita (α/α'), lo que excluyó esta posibilidad en nuestro estudio. No obstante, la fragilización por este fenómeno se evidenció en las indentaciones. Así, se logró demostrar la presencia de descomposición espinodal en la ferrita, y en menor medida, de fase sigma y austenita secundaria, así como óxido originado por las brechas en la capa pasivada bajo las condiciones descritas. Estos hallazgos aseguran que los registros de endurecimiento y pérdida de tenacidad de la ferrita son resultados robustos y representativos.

Las principales dificultades al trabajar con las muestras a temperatura incluyeron: la deriva térmica, que afectó el registro de la profundidad de contacto en algunas indentaciones, generando valores inconsistentes en las propiedades mecánicas; la acumulación de residuos por el uso y la interacción de la sonda, que redujo la calidad de las microscopías y, en menor medida, de las mediciones; y la falta de señalización para realizar ensayos SEM-EDS directamente en todas las zonas de indentación. Pese a estas limitaciones, los mapas XPM y la caracterización global de propiedades locales mantienen su validez como evidencia experimental.

En ese sentido, se propone como protocolo de mejora implementar un registro cartesiano de las zonas indentadas para ubicarlas con mayor facilidad en las microscopías posteriores, el uso de ensayos XPM como herramienta estándar relegando los ensayos puntuales a fines exploratorios, experiencias de ensayo previas para monitorear las temperaturas al interior de los stages y su relación con las condiciones de operación de los fluidos de refrigeración. En el caso de estudiar fases extremadamente pequeñas se recomienda fuertemente el uso de TEM para confirmar la naturaleza deseada. Finalmente, en caso de trabajar con más de una muestra es deseable desmontar la sonda y limpiarla antes de proseguir con el resto. De esta manera, los resultados obtenidos en este estudio no solo son representativos, sino que sientan una base para futuros trabajos.

4.2 Comparación bibliográfica

Entre los estudios que han explorado las propiedades locales de las fases en aceros super dúplex tras envejecimiento térmico, la bibliografía se ha concentrado predominantemente en la caracterización de la dureza, por encima del módulo elástico. Destacan los trabajos de Gadelrab et al. (2013), quienes estudiaron un acero UNS S32750 y reportaron valores de dureza de 4.41 ± 0.44 GPa para ferrita y 3.57 ± 0.52 GPa para austenita. Si bien los resultados de esta investigación se alejan de esos valores, un estudio más reciente del mismo material (Fuentes Campos, 2024) obtuvo durezas de 6.3 GPa y 6.0 GPa para ferrita y austenita, respectivamente. Asimismo, la literatura reporta que los tratamientos superficiales —como el pulido mecánico— influyen sustancialmente en las propiedades medidas: X. F. Wang et al. (2007) registraron durezas de 5.71 GPa y 5.61 GPa para ferrita y austenita con dicho método, mientras que otras técnicas no superaron los 5 GPa en ninguna fase.

En cuanto a la medición de propiedades mecánicas en presencia de envejecimiento térmico, Zhang et al. (2018) estudió un acero inoxidable dúplex fundido UNS J92205 y como era afectado por la descomposición espinodal de la ferrita, obteniendo un aumento de 2.4 GPa luego de 2000 horas de envejecimiento a 475°C resultando en una dureza 6.1 GPa. Comparando el valor mencionado, con el obtenido para la ferrita enriquecida se observa una clara coherencia entre los valores. La austenita secundaria ha sido estudiada por Y.L Fang et al. (2010) donde obtuvo valores de 3.75 GPa en un acero UNS S32101 empleando temperaturas del orden de 800 °C, de forma comparativa este valor se encuentra muy cercano al registrado siendo levemente inferior. Finalmente, la fase sigma registrada por Gorka Argandoña et al. en acero UNS 32750 obtuvo 10.8 GPa de dureza para un envejecimiento del orden de 20 minutos con una temperatura de 850°C lo cual es ligeramente superior a los 9.7 GPa obtenidos en esta investigación, pero añade que la fase sigma posee un amplio rango de medidas de dureza debido a la complejidad de esta. Para situar los resultados en el contexto existente, la tabla 7 contrasta los valores de dureza obtenidos experimentalmente con los reportados en la literatura para fases equivalentes.

Tabla 7 Comparación de valores de dureza [GPa] reportados en la literatura y obtenidos en este estudio.

Fase	Valores de Dureza reportados en la literatura [GPa]	Dureza obtenida (promedio de todas las condiciones de T0 y T2) [GPa]
Ferrita	4.41 ± 0.44 - (Gadelrab et al., 2013)	5.38 ± 0.22
	6.3 - (Fuentes Campos, 2024)	
Ferrita enriquecida en Cr	6.1 -(Zhang et al., 2019)	6.56 ± 0.59
Austenita	3.57 ± 0.52 - (Gadelrab et al., 2013)	4.63 ± 0.92
Austenita secundaria	3.75 - (Y.L. Fang et al., 2010)	4.19 ± 0.92
Sigma	10.8 - (Gorka Argandoña et al.)	9.7 ± 0.54

Los resultados obtenidos en esta investigación se encuentran dentro del rango mencionado por la literatura especializada, aunque en diferentes ocasiones no se encuentran mediciones para exactamente el acero UNS 32750 ni para el rango de temperaturas estudiado, por lo que es necesario comparar con aceros dúplex de contenido y tratamiento semejante en la medida de lo existente en la documentación, en ese sentido la investigación marca un precedente sobre las propiedades estudiadas. Adicionalmente, el acero estudiado tiene diferencias relevantes con respecto al UNS 32750, debido a que su mayor contenido en Cr lo vuelve más propenso a la precipitación de fases secundarias, y su contenido de Niobio genera carburos de niobio que son inclusiones no metálicas las cuales endurecen el material de forma local.

La investigación presentada se diferencia de la literatura existente, puesto que emplea XPM a alta temperatura *in situ* mientras que la literatura se concentra en indentaciones puntuales o ensayos ex situ después del envejecimiento, y constituye un avance en la investigación de la cinética que afecta este tipo de aceros en la temperatura crítica para la descomposición espinodal.

Los resultados de este estudio evidencian que la ferrita se endurece significativamente por efecto de la descomposición espinodal durante el envejecimiento a 475 °C, reflejado en mayores valores de dureza y módulo elástico. Asimismo, se logró identificar la presencia de fases secundarias, particularmente sigma y austenita secundaria, asociadas a la fragilización del material. Finalmente, la validación del mapeo XPM frente a la dispersión de los ensayos puntuales confirma su utilidad como técnica robusta y estadísticamente confiable para caracterizar la heterogeneidad mecánica en aceros súper dúplex

5 Conclusión

El presente trabajo permitió establecer una relación entre la evolución microestructural y la respuesta local de las fases constituyentes. En el estado inicial, la ferrita y la austenita se diferenciaron de manera clara tanto en términos microestructurales como en propiedades mecánicas, validadas mediante MO, SPM y EDS. Tras el envejecimiento, la ferrita evidenció un endurecimiento severo y un incremento significativo en el módulo elástico, atribuibles a la descomposición espinodal y a la precipitación incipiente de fases secundarias. Estos resultados son consistentes con lo reportado previamente en la literatura y confirman que la fragilización inducida a 475 °C constituye un fenómeno temprano e intenso en este tipo de materiales.

La metodología empleada demostró que la nanoindentación, en particular mediante mapeos XPM, constituye una herramienta fundamental para la evaluación confiable de propiedades mecánicas locales en sistemas heterogéneos y bajo condiciones de alta temperatura. Entre las principales dificultades experimentales se identificaron la deriva térmica, la contaminación de la sonda y la dispersión asociada a inclusiones; no obstante, el empleo de XPM permitió reducir estos efectos y obtener resultados estadísticamente representativos. El protocolo desarrollado se presenta como una base sólida para investigaciones posteriores orientadas a correlacionar transformaciones microestructurales con propiedades mecánicas en aceros inoxidables dúplex.

Los objetivos planteados fueron alcanzados en su totalidad, esto es, se identificaron las fases constituyentes en el estado inicial, se caracterizó su respuesta mecánica mediante nanoindentación, se habilitó el equipo Hysitron TI PREMIER para ensayos de nanoindentación a alta temperatura, se analizaron los cambios asociados al envejecimiento a 475 °C ya sea en identificación de fases secundarias o en la caracterización mecánica de estas y se contrastaron los resultados con antecedentes disponibles en la bibliografía. La hipótesis inicial, que proponía que el envejecimiento térmico induciría un endurecimiento notable en la ferrita y se relacionaría directamente con la microestructura y generación de fases secundarias, fue corroborada experimentalmente. Estos hallazgos refuerzan la comprensión de los mecanismos de fragilización en aceros súper dúplex, confirman la pertinencia del enfoque metodológico adoptado y son relevantes para aplicaciones en soldaduras y componentes sometidos a temperaturas intermedias en ambientes corrosivos.

Finalmente, queda como trabajo a futuro, profundizar en la caracterización de las fases secundarias mediante técnicas de mayor resolución, como TEM, que permitan confirmar con certeza la microestructura de las películas asociadas a la descomposición espinodal. Asimismo, sería valioso extender los ensayos de nanoindentación XPM a distintos tiempos y temperaturas de envejecimiento, logrando así una perspectiva más amplia de la evolución mecánica del material y su relación con el desempeño en servicio.

Referencias

- Ashby, M. F., Shercliff, H., & Cebon, D. (2008). *Materials: Engineering, science, processing and design* (1. ed., reprinted). Elsevier Butterworth-Heinemann.
- Badyka, R., Monnet, G., SAILLET, S., Domain, C., & Pareige, C. (2019). Quantification of hardening contribution of G-Phase precipitation and spinodal decomposition in aged duplex stainless steel: APT analysis and micro-hardness measurements. *Journal of Nuclear Materials*, 514, 266-275. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.12.002>
- Bhadeshia, H. K. D. H., & Honeycombe, R. W. K. (2017). *Steels: Microstructure and properties* (Fourth edition). Butterworth-Heinemann.
- Chail, G., & Kangas, P. (2016). Super and hyper duplex stainless steels: Structures, properties and applications. *Procedia Structural Integrity*, 2, 1755-1762. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.221>
- Cheng, G., Choi, K. S., Hu, X., & Sun, X. (2016). Determining individual phase properties in a multi-phase Q&P steel using multi-scale indentation tests. *Materials Science and Engineering: A*, 652, 384-395. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.072>
- E04 Committee. (2017). *Guide for Preparation of Metallographic Specimens*. ASTM International. <https://doi.org/10.1520/E0003-11R17>
- Fang, Y. L., Liu, Z. Y., Xue, W. Y., Song, H. M., & Jiang, L. Z. (2010). Precipitation of Secondary Phases in Lean Duplex Stainless Steel 2101 during Isothermal Ageing. *ISIJ International*, 50(2), 286-293. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.50.286>
- Fonseca, G. S. D., Mendes, P. S. N., & Silva, A. C. M. (2019). Sigma Phase: Nucleation and Growth. *Metals*, 9(1), 34. <https://doi.org/10.3390/met9010034>
- Freitas, B. J. M., Rodrigues, L. C. M., Claros, C. A. E., Botta, W. J., Koga, G. Y., & Bolfarini, C. (2022). Ferritic-induced high-alloyed stainless steel produced by laser powder bed fusion (L-PBF) of 2205 duplex stainless steel: Role of microstructure, corrosion, and wear resistance. *Journal of Alloys and Compounds*, 918, 165576. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.165576>
- Fuentes Campos, J. (2024). *Estudio experimental de la respuesta mecánica submicrométrica de aceros inoxidables superduplex con tratamientos térmicos mediante técnicas de nanoindentación* [Trabajo de Título]. Universidad del Bío-Bío.
- Gadelrab, K. R., Li, G., Chiesa, M., & Souier, T. (2012). Local characterization of austenite and ferrite phases in duplex stainless steel using MFM and nanoindentation. *Journal of Materials Research*, 27(12), 1573-1579. <https://doi.org/10.1557/jmr.2012.99>
- Gorka Argandoña, Argandoña, G., José F. Palacio, Palacio, J. F., Carlos Berlanga, Berlanga, C., M. V. Biezma, Biezma, M. V., Pedro J. Rivero, Rivero, P. J., J.M. González Peña, Peña, J., R. Rodríguez, & Rodríguez, R. (2017). *Effect of the Temperature in the Mechanical Properties of Austenite, Ferrite and Sigma Phases of Duplex Stainless Steels Using Hardness, Microhardness and Nanoindentation Techniques*. 7(6), 219. <https://doi.org/10.3390/met7060219>

Gunn, R. N. (Ed.). (1997). *Duplex stainless steels: Microstructure, properties and applications ; [based ... on the keynote papers from the Glasgow and Beaune conferences]*. Abington.

Hsieh, C.-C., & Wu, W. (2012). Overview of Intermetallic Sigma (σ) Phase Precipitation in Stainless Steels. *ISRN Metallurgy*, 2012, 1-16. <https://doi.org/10.5402/2012/732471>

Hysitron, Inc. (2014). *TI Premier User Manual*. Hysitron, Inc.

Jomar José Knaip Ribeiro, Alba Regina Turin, Yamid E. Núñez de la Rosa, Pedro Victorio Caetano Abrantes Quadros, Oriana Palma Calabokis, C.M. Lepienski, Sílvio Francisco Brunatto, & Paulo César Borges. (2023). *Mechanical Characterization at Nanoscale of Austenite, Ferrite, and Sigma Phases via Hardness Measurement and Fretting Wear Behavior of a Duplex Stainless Steel*. 13(5), 864-864. <https://doi.org/10.3390/met13050864>

Kong, B. S., Shin, J., Obulan Subramanian, G., Chen, J., Jang, C., Na, Y., Jang, D., Lee, H. J., & Yang, J.-S. (2020a). Evaluation of thermal ageing activation energy of δ -ferrite in an austenitic stainless steel weld using nanopillar compression test. *Scripta Materialia*, 186, 236-241. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.05.046>

Kong, B. S., Shin, J., Obulan Subramanian, G., Chen, J., Jang, C., Na, Y., Jang, D., Lee, H. J., & Yang, J.-S. (2020b). Evaluation of thermal ageing activation energy of δ -ferrite in an austenitic stainless steel weld using nanopillar compression test. *Scripta Materialia*, 186, 236-241. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.05.046>

Li, S., Wang, Y., & Wang, X. (2015). Effects of Ni content on the microstructures, mechanical properties and thermal aging embrittlement behaviors of Fe–20Cr–xNi alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 639, 640-646. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.05.063>

Liu, G., Wang, Y., Li, S., & Wang, X. (2018). Nano-Deformation Behavior of a Thermally Aged Duplex Stainless Steel Investigated by Nanoindentation, FIB and TEM. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 27(9), 4714-4721. <https://doi.org/10.1007/s11665-018-3540-2>

Medina, N., Rodríguez, E., & Stella, J. (2011). Caracterización microestructural de la precipitación y disolución de la fase sigma en el acero saf 2507. *Revista de la Facultad de Ingeniería Universidad Central de Venezuela*, 26(4), 45-53.

Nilsson, J.-O., Kangas, P., Wilson, A., & Karlsson, T. (2000). Mechanical properties, microstructural stability and kinetics of σ -phase formation in 29Cr-6Ni-2Mo-0.38N superduplex stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31(1), 35-45. <https://doi.org/10.1007/s11661-000-0050-1>

Olave Moran, D. A. (2023). *EVOLUCIÓN DE LA MICROESTRUCTURA EN UN ACERO SUPERDUPLEX ESTABILIZADO CON NIOBIO A 700°C* [Tesis]. Universidad de Concepción.

Oliver, W. C., & Pharr, G. M. (2004). Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, 19(1), 3-20. <https://doi.org/10.1557/jmr.2004.19.1.3>

- Olsson, J., & Snis, M. (2007). Duplex—A new generation of stainless steels for desalination plants. *Desalination*, 205(1-3), 104-113. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2006.02.051>
- Oñate, A., Toledo, E., Ramirez, J., Alvarado, M. I., Jaramillo, A., Sanhueza, J. P., Medina, C., Melendrez, M. F., & Rojas, D. (2023). Production of Nb-doped super duplex stainless steel based on recycled material: A study of the microstructural characterization, corrosion, and mechanical behavior. *Materials Chemistry and Physics*, 308, 128294. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2023.128294>
- Oñate, Á., Torres, E., Olave, D., Ramírez, J., Medina, C., Sanhueza, J. P., Melendrez, M., Tuninetti, V., & Rojas, D. (2023). Exploring the Impact of Cooling Rate on Microstructural Features, Mechanical Properties, and Corrosion Resistance of a Novel Nb-Stabilized Super Duplex Stainless Steel in Shielded Metal Arc Welding. *Crystals*, 13(8), 1192. <https://doi.org/10.3390/cryst13081192>
- Pohl, M., Storz, O., & Glogowski, T. (2007). Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. *Materials Characterization*, 58(1), 65-71. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2006.03.015>
- Rivolta, B., Gerosa, R., & Tavasci, F. (2018). The dilatometric technique for studying sigma phase precipitation kinetics in F55 steel grade. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 132(2), 869-877. <https://doi.org/10.1007/s10973-017-6940-x>
- Rodríguez-Herrejón, V., & Ruiz, A. (2023). The Effects of 475 °C Embrittlement on the Mechanical Behavior of Thermally Aged 2507 and 2101 Duplex Stainless Steel Alloys. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 32(10), 4626-4642. <https://doi.org/10.1007/s11665-022-07424-w>
- Sahu, J. K., Krupp, U., Ghosh, R. N., & Christ, H.-J. (2009a). Effect of 475°C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 508(1-2), 1-14. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.01.039>
- Sahu, J. K., Krupp, U., Ghosh, R. N., & Christ, H.-J. (2009b). Effect of 475°C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 508(1-2), 1-14. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.01.039>
- Salamanca, L. (2024). *Estudio de la Fragilización 475°C de un Nuevo Acero Súper Dúplex Modificado con Niobio: Caracterización, Evolución de Microestructura, Propiedades Mecánicas y de Corrosión*. [Memoria de Título]. Universidad de Concepción.
- Silva, R., Vacchi, G. S., Kugelmeier, C. L., Santos, I. G. R., Filho, A. A. M., Magalhães, D. C. C., Afonso, C. R. M., Sordi, V. L., & Rovere, C. A. D. (2022a). New insights into the hardening and pitting corrosion mechanisms of thermally aged duplex stainless steel at 475 °C: A comparative study between 2205 and 2101 steels. *Journal of Materials Science & Technology*, 98, 123-135. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.04.046>
- Silva, R., Vacchi, G. S., Kugelmeier, C. L., Santos, I. G. R., Filho, A. A. M., Magalhães, D. C. C., Afonso, C. R. M., Sordi, V. L., & Rovere, C. A. D. (2022b). New insights into the hardening and pitting corrosion mechanisms of thermally aged duplex stainless steel at 475

°C: A comparative study between 2205 and 2101 steels. *Journal of Materials Science & Technology*, 98, 123-135. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.04.046>

Tao, P., Gong, J., Wang, Y., Jiang, Y., Li, Y., & Cen, W. (2018). Characterization on stress-strain behavior of ferrite and austenite in a 2205 duplex stainless steel based on nanoindentation and finite element method. *Results in Physics*, 11, 377-384. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2018.06.023>

Tucker, J. D., Miller, M. K., & Young, G. A. (2015). Assessment of thermal embrittlement in duplex stainless steels 2003 and 2205 for nuclear power applications. *Acta Materialia*, 87, 15-24. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.12.012>

Wang, R. (2021). Precipitation of sigma phase in duplex stainless steel and recent development on its detection by electrochemical potentiokinetic reactivation: A review. *Corrosion Communications*, 2, 41-54. <https://doi.org/10.1016/j.corcom.2021.08.001>

Wu, B., Guo, K., Yang, X., Gao, Y., Jin, Y., Gao, Y., Wang, Q., & Zhang, F. (2022). Effect of carbon content of substrate on the microstructure changes and tensile behavior of clad layer of stainless steel composites. *Materials Science and Engineering: A*, 831, 142201. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142201>

Zhang, Q., Singaravelu, A. S. S., Zhao, Y., Jing, T., & Chawla, N. (2019). Mechanical properties of a thermally-aged cast duplex stainless steel by nanoindentation and micropillar compression. *Materials Science and Engineering: A*, 743, 520-528. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.11.112>

6 Anexo

PROTOCOLO DE MONTAJE XSOL

Hay que diferenciar entre desmontaje total y desmontaje parcial, en el desmontaje parcial se mantienen las piezas pertinentes al sistema xSol que permiten el funcionamiento de Premiere, mientras que es un desmontaje total se remueven todas las piezas pertenecientes al sistema xSol incluyendo los sistemas de tuberías y los remanentes del escudo de protección de presión positiva ambiental (EPPS). Normalmente, el equipo solo fluctúa entre un desarmado parcial y el armado total del sistema xSol, por tanto, se desarrollará en ese sentido el anexo.

Dado que el transductor y la sonda son críticos en el sistema y son artefactos muchísimo más frágiles estos se dejan para el final del montaje.

Preparativos

1. Ubicar la sonda lo más a la izquierda posible dentro del plano cartesiano de movimiento dentro del software Triboscan.
2. Pausar el software asociado a la manipulación del equipo con el botón de aspecto semejante a una mano, señalado en la figura A 1.



Figura A 1 Interfaz superior de Triboscan1 (Hysitron, Inc, 2014) .

Montaje General (Fluidos de trabajo y platina)

Se debe montar el sistema de tuberías exterior a la cabina del equipo, este sistema debe conectar los 3 fluidos (cada sistema independiente del otro) con el interior de la estructura permitiendo el flujo de aire comprimida, gas seco, y agua destilada refrigerada. Por un lado, el circuito de agua destilada permite que proteger los componentes electrónicos delicados al interior de los *stages* xSol como se observa la figura A.2. Este fluido es controlado mediante el chiller y monitoreado mediante la unidad de control Lakeshore 366, Se recomienda una temperatura para el agua de 20 °C o parecidos.

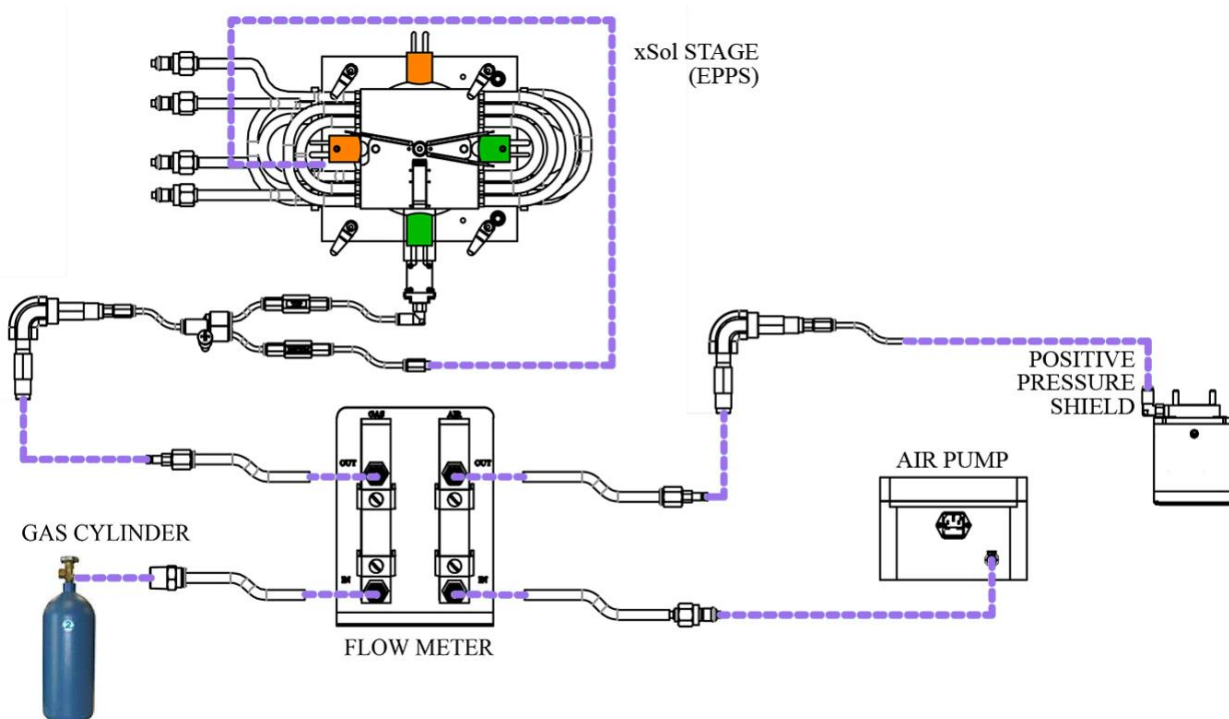


Figura A 3 Diagrama de conexiones EPPS (Hysitron, Inc, 2014).

Las condiciones de operación específicas por el fabricante mediante el manual especializado consisten en 1.5 a 2 l/min con una presión de 30 a 100 psi para el gas seco, 1l/min para el aire comprimido, mientras que las condiciones para el agua se mantienen libres siempre y cuando se cumpla el control de temperatura, esto es, que el agua se mantenga a la temperatura seteada antes de subir la temperatura.

Antes de proceder a las conexiones al interior de la cabina es menester cambiar la platina del equipo, para desmontar la platina estándar que consiste en un metal imantado para sujetar los portamuestra, se debe desatornillar los pernos negros de los extremos y luego remover la pieza entera, sobre esta superficie se debe atornillar mediante el uso de llave hexagonal el stage inferior xSol, el resultado de esto se muestra en la figura A 4.

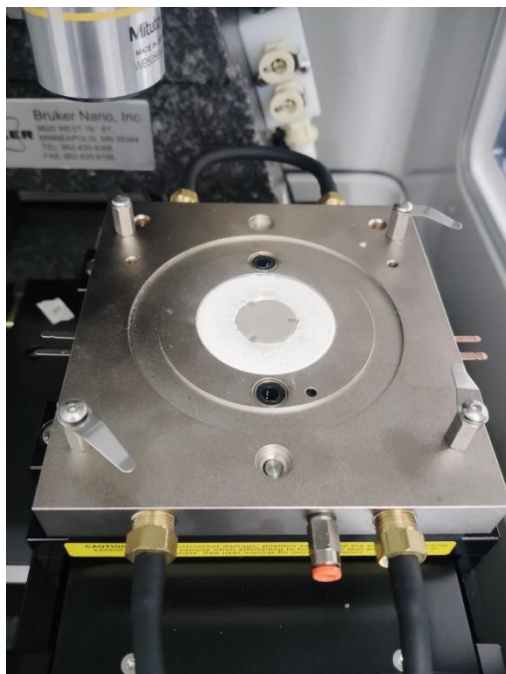


Figura A 4 stage inferior de la platina xSol (Elaboración propia).

Corresponde montar la muestra deseada a estudiar y luego ubicar el stage superior sobre toda la estructura, esta acción se debe realizar de forma minuciosa, evitando impactos entre los artefactos. Se deben ajustar los ganchos metálicos cercanos a los vértices mediante una llave hexagonal para que sujeten de forma efectiva el *stage* superior como se observa en la figura A 5. Hay que conectar la estructura encargada de entregar el flujo de gas seco a la muestra esta conexión está remarcada con un rectángulo amarillo en la figura A.5, del mismo modo, hay que atornillar la muestra de calibración y los diferentes conectores de elementos de calor y termocuplas, estos elementos se encuentran destacados en los colores rojo, verde y negro, respectivamente. Los elementos de calor y termocuplas también poseen conexiones en el *stage* inferior.

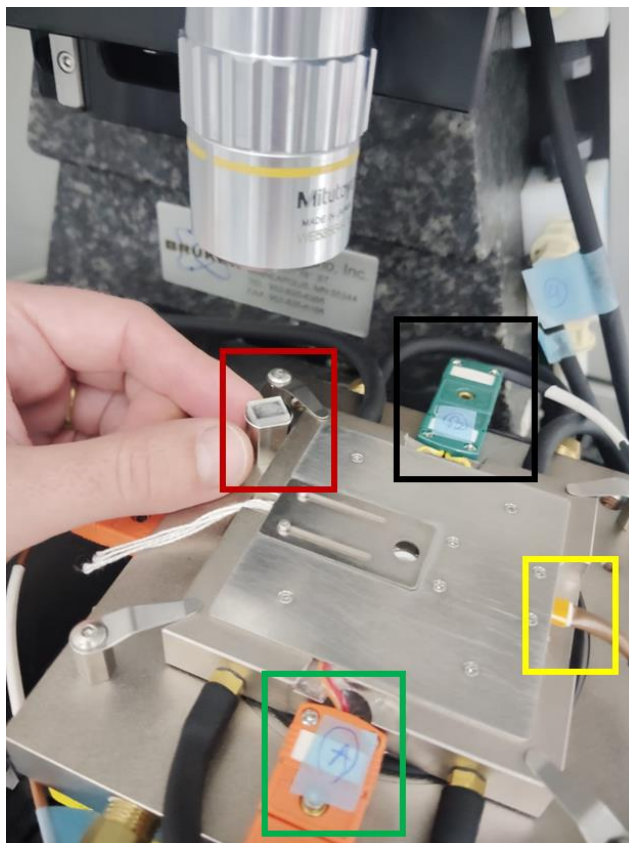


Figura A 5 Conexiones del stage superior xSol (Elaboración propia).

Finalmente, ya es posible conectar las mangueras correspondientes al agua destilada y el gas seco y hacer diferentes pruebas. No obstante, el circuito de aire comprimido solo se puede conectar después del cambio de sonda y transductor.

Montaje de Transductor, Piezo Escáner y Sonda.

Todos los pasos a continuación deben ser realizados con la mayor precaución posible y evitando la mayor cantidad de distracciones posibles:

1. Descontar los cables en la parte superior del piezo escáner, cabe destacar que uno de estos está conectado en la parte posterior del frame de granito, lo cual lo hace sumamente difícil de encontrar(ver Figura A 6).

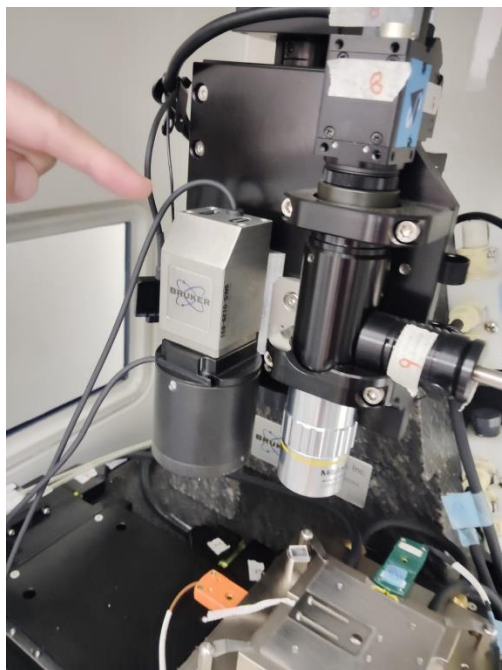


Figura A 6 Complejo MO-Transductor-Piezo escáner-sonda desconectado (Elaboración propia).

2. Desaflojar el perno (**no** sacar totalmente) que sujeta el conjunto Transductor-Escáner-Sonda mientras se sujeta este último (Ver Figura A 7), y luego se retira con cuidado para apoyarlo con la superficie plana boca abajo, esto es, la *dovetail* (cola de Milano) mirando hacia la superficie (Ver figura A 8 que corresponde a la mencionada cara plana).



Figura A 7 Proceso de desmontaje del complejo transductor- piezo- sonda (Elaboración propia).

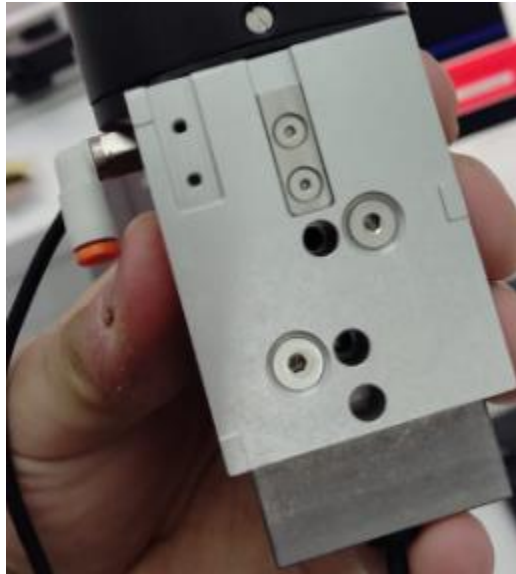


Figura A 8 Dovetail en su configuración xSol y con EPPS equipado (Elaboración propia).

3. Retirar la sonda en uso, para ello se debe emplear la herramienta indicada en la figura A 9, girando la herramienta en sentido antihorario la sonda resulta liberada del transductor y descansa en la herramienta. Luego se debe guardar la sonda en su funda protectora y finalmente en el estuche pertinente.



Figura A 9 herramienta exclusiva de la sonda (Elaboración propia).

4. Es vital cambiar la configuración del dovetail, la izquierda de la figura A10 muestra las diferentes configuraciones de la pieza, siendo Storage la configuración estándar y xSol la configuración que permite hacer ensayos a temperatura, la derecha de la figura muestra el escáner con un desmontaje parcial y en una configuración estándar.

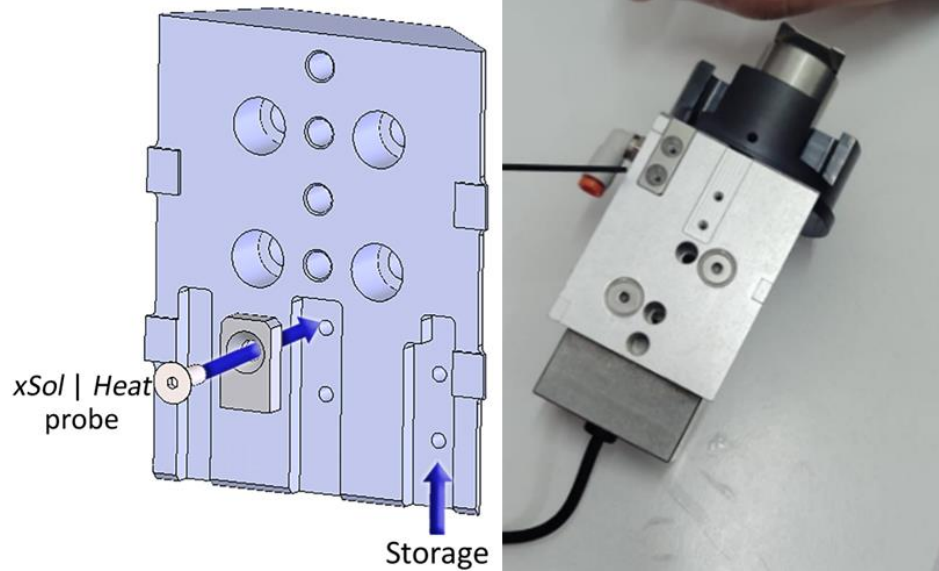


Figura A 10 Dovetail en su configuración estándar (Elaboración propia basada en (Hysitron, Inc, 2014)).

5. Para desmontar el transductor basta con moverlo de forma normal a la superficie y se desliza con respecto al piezo escáner. Antes de insertar el nuevo transductor asociado a la punta xSol resulta práctico revisar la integridad de este, especialmente en cuanto al ángulo entre sus caras, dado que sus caras laterales deben ser paralelas entre sí, el ángulo que forman estas con la cara que sujeta la sonda debe ser de 90° con la mayor precisión posible, de no ser así, el ángulo puede ser corregido mediante un tornillo hexagonal presente en la estructura del transductor por medio de la llave correspondiente(Ver figura A 11).

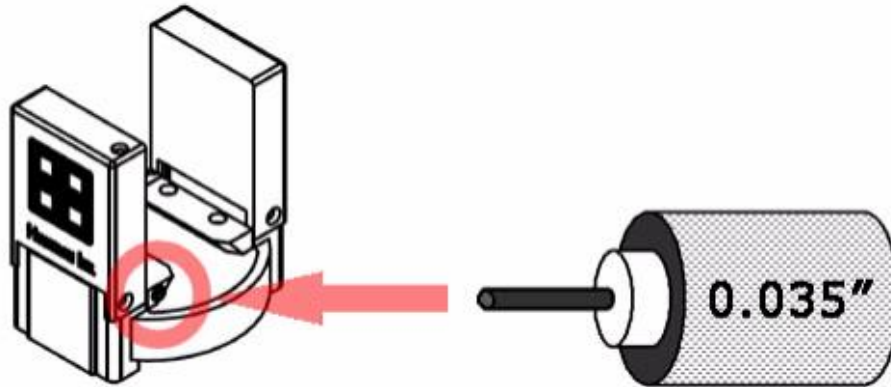


Figura A 11 La ubicación del tornillo hexagonal al interior del piezo escáner (Hysitron, Inc, 2014).

6. Para el montaje del escudo EPPS (enviromental positive pressure shield) que protege al transductor considerando que anteriormente hubo en desmontaje parcial, esto es, dejar la parte superior del EPPS montada en el escáner, basta con montar el cilindro sobre la parte superior del EPPS y cerrar el cilindro con su respectivo cabezal ajustando los pernos correspondientes. La figura A 12 muestra en su izquierda la condición inicial de este paso, mientras la derecha muestra lo el EPPS ya casi terminado.



Figura A 12 Proceso de montaje del EPPS (Elaboración propia).

7. Para el montaje de la punta, esta se saca de su funda protectora mediante la herramienta ya mostrada en la figura A 9, luego se ubica en el transductor de forma inclinada, esto es, no totalmente horizontal ya que se caería, sino con una pendiente para que se afirme en la herramienta. Luego se gira en sentido antihorario hasta sentir un "click" que indica que la rosca de la sonda encajó dentro del transductor, luego se gira en sentido horario hasta que se ajuste, evitando en todo momento el

exceso de fuerza y giro. La figura A 13 compara la inclinación de la herramienta, siendo la parte izquierda la forma correcta de montar la punta y la parte derecha la incorrecta.



Figura A 13 Instalación de la sonda en el piezo escáner sin EPPS (Hysitron, Inc, 2014).

8. Se sujeta cuidadosamente la estructura escáner-transductor- sonda y se ubica en el eje inicial antes de sacarlo para posteriormente apretar el perno mencionado en el paso 2 y dejar la estructura fija en el equipo.
9. Conectar todo el cableado mencionado en el paso 1, y conectar el flujo de aire comprimido mediante el acople rápido en el costado del EPPS, y reanudar el software.