# Caracterización de óxidos formados a alta temperatura en el procesamiento de tubos de aceros microaleados

Autor: Andrés Anticevic Directora de Proyecto: Dra. Silvia Simison

División Corrosión, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Mar del Plata

**Julio 2008** 



RINFI se desarrolla en forma conjunta entre el INTEMA y la Biblioteca de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata. Tiene como objetivo recopilar, organizar, gestionar, difundir y preservar documentos digitales en Ingeniería, Ciencia y Tecnología de Materiales y Ciencias Afines. A través del Acceso Abierto, se pretende aumentar la visibilidad y el impacto de los resultados de la investigación, asumiendo las políticas y cumpliendo con los protocolos y estándares internacionales para la interoperabilidad entre repositorios

Esta obra está bajo una <u>Licencia Creative Commons Atribución</u>-NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional.

# Índice

1. Resumen y Objetivos	5
2. Introducción	6
2.1 Proceso productivo	6
2.2 Técnicas de caracterización utilizadas	8
2.2.1 Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)	8
2.2.2 Análisis por dispersión de energía de rayos X (EDX)	9
2.2.3 Difracción de rayos X (DRX)	9
2.3 Corrosión	10
2.3.1 Clasificación	10
2.3.2 Reacciones electroquímicas	10
2.3.3 Corrosión de alta temperatura	10
2.3.4 Velocidades de oxidación	12
2.3.5 Propiedades protectoras de la capa de óxido	13
2.3.6 Óxidos de fases múltiples	14
2.3.7 Efectos de elementos aleantes en la formación de cascarilla	14
2.3.8 Óxido de Hierro a altas temperaturas	15
2.3.9 Decarburización y empobrecimiento de elementos aleantes	17
2.3.10 Desprendimiento de Óxidos	17
3. Desarrollo	21
4. Resultados	23
4.1 DS850	23
4.1.1 Caracterización visual	23
4.1.2 Caracterización mediante SEM/EDAX de las muestras de producción	24
4.1.3 Pruebas en mufla	42
4.1.4 Caracterización mediante SEM/EDAX de las muestras de mufla	44
4.1.5 Ataque químico mediante reactivo 1%HCl en Etanol	52
4.2 DS702	55
4.2.1 Caracterización visual	55
4.2.2 Caracterización mediante SEM/EDAX de las muestras de producción	56
4.2.3 Ataque químico mediante reactivo 1% HCl en Etanol	66
4.3 Espesores de cascarilla por condición	69
4.4 DRX DS850 DS702	69
5. Conclusiones	80
6. Trabajos futuros	81
7. Referencias	82
8. Anexos	83
8.1 Anexo I (DS850) y (DS702)	83
8.2 Anexo II (Pruebas de Tratamiento Térmico de recalque para conexión RTS- 6 C/1	
RECUT en un acero DS 856 grado TN110SS)	87

8.1 Anexo II

# Pruebas de Tratamiento Térmico de recalque para conexión RTS-6 C/1 RECUT en un acero DS 856 grado TN110SS

Autor: Andrés Anticevic Directora de Proyecto: Dra. Silvia Simison

División Corrosión, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Mar del Plata

**Julio 2008** 

# Índice

1. Introducción	91
2. Objetivo	91
3. Desarrollo	91
3.1 Revenido en PEMA	91
3.2 Revenido en línea de distensionado de SWAGING	92
3.3 Tratamientos en TTTU	92
3.4 Datos del material	93
4. Resultados	93
4.1 Revenido en PEMA	93
4.2 Revenido en línea de distensionado de SWAGING	94
4.3 Tratamiento térmico en TTTU	95
5. Conclusiones	96
6. Anexos	97

## **1. Resumen y Objetivos**

En el presente trabajo se describen parte de las actividades realizadas durante la Pasantía Educativa de Verano 2007 en los meses de Enero a Marzo inclusive en el Área de Metalurgia dependiente del departamento de Calidad de la empresa TenarisSiderca en la ciudad de Campana.

El informe central se basa en la caracterización de óxidos formados a alta temperatura en los diferentes hornos de tratamiento térmico sobre dos tipos de aceros microaleados elaborados en la empresa. Los ensayos de caracterización incluyen caracterización visual y análisis morfológico y elemental de la cascarilla mediante SEM, EDX y DRX.

Paralelamente a la caracterización se realizó una búsqueda bibliográfica con el objeto de conocer las principales variables que determinan la formación de cascarilla a alta temperatura de manera tal de encontrar diferentes condiciones de procesamiento para reducir la pérdida de material por corrosión.

Los objetivos planteados surgen en el marco de un problema con un cliente de la empresa a raíz del aspecto superficial de los tubos adquiridos. Los tubos presentaban, como se verá en el informe, un aspecto superficial discontinuo debido al desprendimiento de escamas de cascarilla. De ahí que se buscó caracterizar la cascarilla formada a alta temperatura y plantear posibles soluciones al problema. Para poder controlar la formación de esta cascarilla, es necesario, además de conocer sus características, determinar las variables que rigen su comportamiento, y todo esto se logra mediante gran cantidad de ensayos.

En función de lo encontrado en la bibliografía consultada y al trabajo realizado se pudo caracterizar en forma consistente la cascarilla presente en la superficie de los tubos analizados. Se pudieron sugerir trabajos futuros relacionados con el estudio de la cinética de formación de cascarilla a alta temperatura, estudio de las condiciones de los hornos de tratamiento térmico y su atmósfera, y posibles condiciones aceleradas de enfriamiento para inhibir la formación de cierto tipo de óxido en la cascarilla.

Asimismo, se realizaron pruebas de revenido de recalques de tubos que no cumplían con los requerimientos mecánicos y microestructurales admisibles. Dichos requerimientos están dados por las especificaciones del producto que incluyen al tubo y los recalques de acuerdo a lo definido en normas internas de TenarisSiderca para los grados propietarios TN 100 SS y TN 110 SS. En el informe correspondiente se presentan los resultados de las pruebas de revenido en diversas instalaciones que presenta la planta y de los diferentes ensayos de caracterización del material revenido entre los que se pueden nombrar ensayos de tracción, dureza y análisis metalográficos bajo microscopía óptica. Si bien los resultados de laminación, se incorporaron el grado de análisis de las referidas al estudio de las cascarillas de laminación, se incorporaron como anexo a este informe ya que contribuyeron a enriquecer mi formación experimental en ensayos mecánicos y análisis microestructural de aceros. (Ver Anexo II "Pruebas de Tratamiento Térmico de recalque para conexión RTS-6 C/1 RECUT en un acero DS856 grado TN110SS")

# 2. Introducción

Para dar contexto al presente trabajo se presenta una breve descripción de parte del proceso productivo, de las técnicas de caracterización utilizadas para la obtención de resultados experimentales y de los mecanismos de formación y ruptura de las películas de óxidos formadas.

## 2.1 Proceso productivo

El proceso de laminación de tubos sin costura tiene como material de partida barras cilíndricas macizas obtenidas mediante colada continua. Luego de ser trasladadas desde la acería, las barras son calentadas a unos 1300°C en un horno rotatorio, para luego ser perforadas. Luego los tubos son laminados para conferirles el espesor de pared y diámetro interno deseados. Se les realiza un nuevo recalentamiento en el horno conocido como "walking beam furnace" para homogeneizar temperaturas y nuevamente son laminados para obtener las dimensiones finales. La Figura 1 esquematiza el proceso anteriormente descrito.



Figura 1. Esquema del proceso de perforación de barras y laminación de tubos.

Una vez obtenidas las dimensiones buscadas, los tubos son sometidos al tratamiento térmico adecuado en función de las propiedades mecánicas requeridas.

El tratamiento térmico consiste básicamente en realizar ciclos térmicos sobre los tubos de manera de alterar su microestructura y por consiguiente sus propiedades mecánicas. Los diferentes tratamientos térmicos son:

<u>Austenizado</u>: el material es calentado y posteriormente mantenido aproximadamente a unos 900°C de manera de transformar la estructura cristalina en austenita y homogeneizar estructuralmente el acero. Es el tratamiento previo a los tratamientos de normalizado o templado.

<u>Normalizado</u>: el material es calentado hasta alcanzar la temperatura de austenización y luego es enfriado al aire. El propósito de este tratamiento es el de aumentar la ductilidad del material.

<u>Templado</u>: el material que sale del horno de austenizado es enfriado rápidamente mediante rociadores de agua o bien sumergido en una pileta de agua o aceite dependiendo la severidad de temple buscada. La estructura formada en el templado es martensita, sumamente dura y frágil, por lo que el tratamiento de templado es seguido del tratamiento de revenido.

<u>Revenido</u>: el material templado es calentado hasta una temperatura menor a la de transformación austenítica de manera de reducir su fragilidad. Las temperaturas y tiempos de estadía del horno de revenido brindan las propiedades finales del acero.

Finalmente los tubos son enderezados mecánicamente, se les da rectitud y se reduce la ovalidad que pudiera haberse producido durante el tratamiento térmico previo. El tratamiento de enderezado se lleva a cabo temperatura ambiente o a unos 450°C dependiendo de las especificaciones del producto.

Posteriormente el proceso continúa incrementando el valor agregado del tubo, pero su descripción va más allá de la breve reseña necesaria para el presente trabajo.

Los distintos tratamientos térmicos a los que es sometido el acero en su proceso productivo promueven la oxidación superficial del material. Las elevadas temperaturas aceleran la corrosión cuya velocidad es controlada por difusión. Se ha reportado que debido a este problema se pierden aproximadamente unos 100 • m de espesor de tubo por tratamiento térmico, por lo que la pérdida de material por tonelada producida es apreciable. La caracterización de los óxidos formados a alta temperatura permite conocer sus propiedades y las variables que las determinan. Es posible entonces conocer las propiedades protectoras de la cascarilla formada, analizar su desprendimiento, observar su aspecto visual, analizar variables, etc.

#### 2.2 Técnicas de caracterización utilizadas

#### 2.2.1 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

La resolución de una imagen obtenida por microscopía depende de la longitud de la onda electromagnética que incide sobre la muestra. Por ejemplo, la longitud de onda de la luz se encuentra alrededor de los 500 nm por lo que la máxima resolución que puede obtenerse con un microscopio óptico es de ese orden, unos 200 nm. Si en vez de luz, se incide el material a analizar con un haz de electrones cuya longitud de onda es de 2 nm, podrá obtenerse una resolución de 1 nm. La interacción de los electrones con la materia genera una gran cantidad de señales tal como se ve en la Figura 2.



Figura 2. Tipo de radiación utilizada en SEM y profundidad de la región sub-superficial de donde se obtiene la información [01]

Los tipos de señales detectadas en el SEM para generar una imagen incluyen electrones secundarios "secondary electrons (SE)" y electrones retrodispersados "backscattered electrons (BE)". A través de su modo primario de funcionamiento, mediante la detección de los (SE), el SEM genera imágenes de alta resolución de la superficie de la muestra. Asimismo, detectando los (BE) también puede generarse una imagen que, en conjunto con los rayos-X emitidos por la muestra cuando el haz principal incide sobre la misma, puede dar contraste en función de su composición elemental.

#### Funcionamiento

En un SEM, los electrones son emitidos por un cátodo, generalmente de Tungsteno y acelerados hacia un ánodo. Normalmente se utiliza un filamento de Tungsteno ya que presenta el más alto punto de fusión y menor presión de vapor de todos los metales por lo que puede ser calentado para la emisión de electrones. El haz posee una energía que varía entre los 100 eV y los 100 KeV. Su límite de resolución es del orden del nm.

#### Preparación de las muestras

Las muestras a analizar, en el caso de no ser conductoras de electricidad, deben ser tratadas aplicando un recubrimiento de un material conductor como por ejemplo Oro, Platino, Tungsteno, Grafito, etc. Esto se realiza para prevenir la acumulación de estática en el espécimen debido a la irradiación de electrones. Asimismo, al aumentar la conductividad, mejora el contraste de las imágenes detectadas [01].

#### 2.2.2 Análisis por dispersión de energía de rayos X (EDX)

El EDX (Energy Dispersive X-Ray) es una técnica analítica que utilizada en conjunto con el SEM permite conocer los elementos que componen la muestra en cuestión. Este análisis químico cualitativo se lleva a cabo gracias a la detección de los rayos-X emitidos por la muestra como resultado de la interacción de la misma con el haz de electrones incidente. Debido a que los rayos-X son emitidos desde una región del material a 2  $\mu$ m por debajo de la superficie, con el EDX no se analiza exactamente la imagen que se ve mediante SEM.

Cada material emite rayos-X con una energía característica, de esta manera es posible determinar la composición elemental [01].

#### 2.2.3 Difracción de rayos X (DRX)

La DRX (X-Ray Diffraction) es una técnica de caracterización que permite la identificación de sustancias cristalinas. Cada sólido cristalino que es sometido a esta técnica presenta un patrón característico que puede ser utilizado como una huella digital. En forma alternativa, la DRX puede ser utilizada para conocer la estructura cristalina del material analizado.

La técnica consiste básicamente en hacer incidir un haz de rayos-X a través de la muestra y mediante el patrón de difracción generado aplicando la Ley de Bragg puede determinarse de que sustancia se trata.

#### Ley de Bragg

 $n.\bullet = 2.d.sen(\bullet)$ 

El patrón de DRX es una serie de líneas o picos de diferente posición e intensidad presentados en un gráfico de Intensidad vs Posición (espaciado-d o ángulo de Bragg). El patrón obtenido en el análisis es comparado con una serie de patrones estándar publicados en un archivo de mas de 35.000 patrones y de esta manera es posible determinar la sustancia sujeta a análisis [01].

## 2.3 Corrosión

La corrosión es un proceso electroquímico que produce la destrucción o deterioro de un material que reacciona con el medio circundante. Algunos autores sostienen que la definición debiera aplicarse exclusivamente a metales pero el problema afecta tanto a metales como no metales. Prácticamente todos los ambientes son corrosivos en algún grado y en general, las altas presiones y temperaturas promueven condiciones de corrosión más severas [02].

#### 2.3.1 Clasificación

La corrosión ha sido clasificada de diversas maneras, en este trabajo se ha optado por clasificarla como corrosión electrolítica y corrosión gaseosa.

La corrosión electrolítica ocurre cuando hay un líquido presente y usualmente involucra soluciones acuosas o electrolitos. Un ejemplo común es la corrosión de acero en agua. La corrosión gaseosa se produce en ausencia de una fase líquida, siendo normalmente gases o vapores los agentes corrosivos. La corrosión gaseosa está asociada con altas temperaturas y un ejemplo puede ser la corrosión de acero por gases de horno [02].

#### 2.3.2 Reacciones electroquímicas

La naturaleza electroquímica del fenómeno de corrosión puede ser ilustrada por el ataque que sufre el Zinc en ácido clorhídrico.

La reacción global es:

 $Zn + 2HCl a ZnCl_2 + H_2$ 

En la forma simplificada es:

 $Zn + 2H^+$ à  $Zn^{2+} + H_2$ 

El Zinc reacciona con los iones Hidrógeno de la solución ácida para formar iones de Zinc y gas Hidrógeno. Entonces el Zinc se oxida a iones Zinc y los iones Hidrógeno se reducen a Hidrógeno. La ecuación simplificada puede ser dividida en dos hemireacciones, la oxidación del Zinc, que es la reacción anódica donde se produce un incremento de valencia de la especie o una producción de electrones y la reducción de los iones Hidrógeno, que es la reacción catódica en donde se disminuye el número de valencia o se consumen de electrones de la siguiente manera:

Oxidación Zn à  $Zn^{2+} + 2e^{-}$ Reducción  $2H^{+} + 2e^{-}a H_{2}$ 

Una reacción que puede ser dividida en dos o más reacciones parciales de oxidación y reducción es denominada electroquímica. La reacción analizada es un claro ejemplo de corrosión electrolítica.

Un proceso electroquímico está caracterizado por transporte de masa, iones y electrones [02].

#### 2.3.3 Corrosión de alta temperatura

Un metal M reacciona con Oxígeno u otro gas a alta temperatura inicialmente debido a la absorción de Oxígeno, luego reacciona químicamente para formar una superficie de óxido (nucleación y crecimiento de una capa continua de óxido) que puede proteger el metal o bien una cascarilla que no oficia ninguna protección debido a la presencia de innumerables defectos como cavidades, microfisuras y porosidad [03].

La corrosión de alta temperatura también es un proceso electroquímico, como por ejemplo la oxidación de un metal por oxígeno gaseoso cuya reacción global puede ser dividida en dos hemireacciones de la siguiente manera:

 $M + 1/2O_2$ à MO

Oxidación del metal en la interfase metal-cascarilla Reducción del oxígeno en la interfase cascarilla-gas  $M a M^{2+} + 2e^{-1}$  $1/2O_2 + 2e^{-1}a O^{-2}$ 

Se forman iones metálicos en la interfase metal-cascarilla y el Oxígeno es reducido a iones Óxido  $(O^{-2})$  en la interfase cascarilla-gas. Debido a que todos los óxidos metálicos permiten la conducción iónica y electrónica en cierto grado, esta reacción electroquímica ocurre sin la necesidad de un conductor electrónico externo entre el cátodo y el ánodo [02].



Figura 3. Esquema ilustrativo del proceso electroquímico que ocurre durante la corrosión gaseosa.

En la Figura 3 puede verse cómo la cascarilla funciona simultáneamente como conductor iónico y electrónico, electrodo en el cual el Oxígeno se reduce y una barrera difusiva que permite el paso de electrones y la migración de iones a través de defectos en la red, como vacancias ( $V_M$  y  $V_0$ ) [02].

La conductividad electrónica de los óxidos es varios órdenes de magnitud mas elevada que la conductividad iónica, razón por la cual la difusión de cationes o iones Óxido controla la velocidad de la reacción [04].

Los iones Óxido y los cationes difunden a través de la cascarilla de óxido a distinta velocidad ya que vacancias de una de las dos especies predominan en la misma. De esta manera, el control de velocidad de reacción por difusión resulta en el crecimiento de cascarilla en la interfase metalcascarilla o bien en la interfase cascarilla-gas. Si bien es cierto que para disminuir la formación de cascarilla puede reducirse la difusión iónica dopando la red del óxido, el procedimiento más usual a seguir es cambiar la composición del metal base con aleantes o recubrir la superficie metálica de manera que se forme una cascarilla binaria o ternaria que confiera una mayor protección.

Muchos metales incluyendo el Hierro forman diferentes fases estables de óxido ubicadas en secuencia encontrando el óxido más rico en Oxígeno en la interfase cascarilla-gas y el óxido más rico en metal en la interfase metal-cascarilla. Este tipo de cascarilla crece principalmente en la interfase cascarilla-gas por la difusión de cationes metálicos hacia el exterior. Debido a la condensación de las vacancias catiónicas en la interfase metal-cascarilla, normalmente aparece un gran volumen de huecos y poros [02].

#### 2.3.4 Velocidades de oxidación

Las velocidades de oxidación de la mayoría de los metales y aleaciones responden a alguna de las tres tipos de leyes cinéticas: Lineal, Parabólica o Logarítmica. El Oxígeno que reacciona para formar la cascarilla en la superficie del metal es medido mediante aumento de peso. Estas mediciones requieren una cuidadosa interpretación, especialmente si los óxidos se evaporan o forman una cascarilla no adherente que permanentemente se desprende. La Figura 4 muestra el aumento de peso en función del tiempo para las tres leyes cinéticas [03].



Figura 4. Leyes cinéticas de oxidación.

#### Ley lineal

Se presenta cuando domina la reacción en una de las interfases, metal-cascarilla o cascarilla gas. La cascarilla formada debe ser no protectora, porosa y quebradiza, de manera tal que no representa una barrera difusiva entre los reactantes. Velocidades lineales de corrosión han sido observadas en el Na, K, Ta y Nb. La relación se expresa de la siguiente manera:

 $W = K_L t$ 

Donde W es el aumento de peso por unidad de área, t es el tiempo y  $K_L$  es la constante de la ley lineal [02].

#### Ley parabólica

La velocidad de corrosión de alta temperatura de muchos metales normalmente sigue la ley parabólica en donde el aumento de peso por unidad de área (W) formada es proporcional al tiempo (t) de la siguiente manera:

 $W^2 = k_P t + C$ 

Donde  $k_P$  es la constante de la ley parabólica y C es otra constante. La difusión iónica en la cascarilla es la etapa controlante del proceso ya que la movilidad de electrones y huecos es mucho más elevada [03]. Fe, Co, Ni y Cu son ejemplos de metales que presentan esta cinética [02].

#### Ley logarítmica

Normalmente se observa en capas de óxido relativamente finas a bajas temperaturas [03]. La relación se expresa de la siguiente manera:

 $W = k_E \log(C.t + A)$ 

Donde nuevamente W es el aumento de peso por unidad de área, t es el tiempo y  $k_E$  es la constante de la ley Logarítmica. C y A son constantes. Al y Cu son ejemplos de metales que oxidan siguiendo ésta cinética a temperatura ambiente [02].

#### 2.3.5 Propiedades protectoras de la capa de óxido

La velocidad de oxidación de un metal o aleación puede minimizarse si el film de óxido formado tiene una combinación de propiedades favorables que incluyen:

- § Buena adherencia al metal base para prevenir desprendimientos.
- § Alta temperatura de fusión.
- § Baja presión de vapor para resistir la evaporación.
- § Coeficiente de expansión térmica semejante al metal base.
- § Plasticidad a altas temperaturas para resistir las diferencias de expansión térmica y de volúmenes específicos con el metal base.
- § Baja conductividad electrónica, y bajos coeficientes de difusión para los cationes y iones Óxido.

Las propiedades de los films de óxido formados sobre los metales son difíciles de medir "in situ", por lo que lo enumerado anteriormente debe ser tomado como cualitativo. Sólo el

agregado de elementos de aleación como Cromo, Aluminio y Silicio ha mostrado ser efectivo para la formación de capas de óxido protectoras a altas temperaturas [03].

#### 2.3.6 Óxidos de fases múltiples

Algunos metales debido a su carácter multivalente generan óxidos de fases múltiples que complican el análisis de la cinética (por ejemplo el hierro). El óxido progresa desde rico en metal a rico en Oxígeno, predominando  $Fe^{2+}$  en FeO (Wüstita) en la interfase metal-cascarilla, una mezcla de  $Fe^{2+}$  y  $Fe^{3+}$  en el medio para formar  $Fe_3O_4$  (Magnetita) y finalmente en la interfase cascarilla-gas  $Fe^{3+}$  para formar  $Fe_3O_4$  (Hematita).

Como se había comentado anteriormente, la coalescencia de las vacancias catiónicas genera un gran volumen de huecos y poros y estos últimos, sumados a bordes de grano, fisuras y grietas generan desviaciones de la ley parabólica de corrosión [03].

#### 2.3.7 Efectos de elementos aleantes en la formación de cascarilla

La mayoría de las aleaciones ferrosas diseñadas para resistir corrosión a alta temperatura contienen Cromo. La Figura 5 muestra los efectos de incrementar la cantidad de Cromo aleado en la resistencia a la corrosión y en la morfología de los óxidos formados a 1000°C. La velocidad de corrosión disminuye rápidamente a mayor cantidad de Cromo en la aleación, hasta un 20 %, mientras que los óxidos de Cromo también aumentan hasta ser los predominantes en la cascarilla. Por encima de los 1000°C, el  $Cr_2O_3$  comienza a vaporizarse mientras que por encima de los 1200°C este comportamiento es crítico [03].



Figura 5. Efecto del Cr en la aleación ferrosa respecto de la resistencia a la corrosión y la morfología de la cascarilla a 1000°C [03].

#### 2.3.8 Óxidos de Hierro a altas temperaturas

Como se había mencionado, el hierro genera capas de óxido de fases múltiples y a altas temperaturas, los 3 tipos de óxidos de hierro son estables y forman capas paralelas ordenadas en función del contenido de oxígeno de la siguiente manera:

Capa interna: FeO (Wüstita). Capa intermedia:  $Fe_3O_4$  (Magnetita). Capa externa:  $Fe_2O_3$  (Hematita).

A lo largo de la fase de óxido existe un gradiente de concentración tanto de hierro (más abundante en la capa interna) como de oxígeno (más abundante en la capa externa). Como la

difusión es el proceso que controla el crecimiento de cascarillas, ocurre con mayor velocidad a mayores temperaturas [05].

Para aceros que contienen Cromo y Molibdeno, con contenidos menores al 1% en peso, la tasa de oxidación se ve reducida debido a la formación de una espinela ( $Fe_2MoO_4$ ) en la interfase cascarilla/metal. El cromo forma una espinela similar. De esta manera se inhibe la difusión de hierro hacia fuera lo que se traduce en velocidades de corrosión menores. [05]

La composición del óxido varía con la temperatura y la presión parcial de oxígeno. La Figura 6 presenta el diagrama de fase Fe-O como función de la presión de O y la temperatura [01]. Este diagrama muestra que no se forma Wüstita por debajo de 570° C y que el óxido consiste principalmente en Magnetita y Hematita dependiendo de la presión parcial de oxígeno en la atmósfera. Por encima de esta temperatura, el oxido formado de manera secuencial consiste de Wüstita principalmente (95%) y luego Magnetita y Hematita.

A 1000° C la Wüstita existe con un amplio rango de estequiometrías. La magnetita tiene una estructura de espinela invertida y presenta una muy pequeña desviación de la estequiometría, especialmente a altas Temperaturas. La Hematita existe en dos formas alotrópicas,  $\bullet$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y  $\bullet$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, con estructuras romboédricas y cúbicas respectivamente.



Figura 6. Diagrama de fase Fe-O como función de la presión de oxígeno y temperatura. [01].

#### 2.3.9 Decarburización y empobrecimiento de elementos aleantes

En los hornos de tratamiento térmico, el carbono se oxida más rápidamente que el hierro, promoviendo la remoción de carbono de la capa superficial del acero. Como consecuencia de esto aparece una merma en las propiedades mecánicas del producto final [05]. El metal, además de presentar una decarburización cercana a la interfase metal/óxido, también presenta un empobrecimiento en los elementos aleantes (Mn, Cr) [06].

#### 2.3.10 Desprendimiento de Óxidos

Los productos de las reacciones de decarburización son gaseosos, y el gas debe escapar o generar presión. Si la presión rompe la cascarilla, los gases escapan y se produce un rápido incremento en la oxidación a medida que la atmósfera tiene mayor acceso a la superficie del metal. De esta manera es fácil de entender porqué los sectores donde se produce desprendimiento de escamas se encuentran más decarburizados que los sectores donde la cascarilla permanece adherida [05].

La cascarilla surgida en el horno generalmente es porosa y se encuentra fisurada. Si la cascarilla externa se encuentra separada de la sub-cascarilla por una fisura paralela a la superficie, ésta se enfría mucho mas rápidamente ya que se encuentra aislada del acero caliente. La caída de temperatura aumenta la fragilidad de la cascarilla externa, que se fisura y se desprende en los rodillos de laminación. La cascarilla adherida a la superficie se mantiene a alta temperatura sin perder plasticidad, capaz de deformarse junto con la superficie del acero [05].

El FeO presenta una aceptable capacidad de deformación a altas temperaturas mientras que prácticamente no se observa "creep" en Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> y Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Como resultado de la baja plasticidad, se generan tensiones entre el metal y la capa de óxido en el proceso de oxidación. Estas tensiones pueden llevar a una pérdida de contacto entre el metal y la capa de óxido o a la generación de fisuras y escamas [06].

La razón principal del desprendimiento de escamas es la generación de tensiones en la capa de óxido durante el crecimiento de la misma. Existen varias causas por las cuales pueden generarse tensiones durante el crecimiento de la cascarilla y cualquiera de ellas o una combinación de las mismas puede conllevar al desprendimiento de escamas [01].

Según plantea A.S.Khanna [01] existen varios factores que pueden ser los responsables de la generación de tensiones:

- Diferencias entre el volumen molar del metal y el óxido, "Pilling Bedworth Ratio (PBR)".
- Tensiones epitaxiales.
- Modos de difusión.
- Geometría de la muestra.
- Composición del óxido.
- Diferencias entre los coeficientes de expansión térmica del metal y del óxido.

#### PBR (Pilling Bedworth Ratio)

PBR se define como la relación entre el volumen molar del metal y del óxido. Si existen grandes diferencias entre los dos valores, el óxido tiende a desprenderse, mientras que si la relación es cercana a 1, el óxido permanece adherido al sustrato metálico. Si la relación es mayor que 1, las tensiones acumuladas son de carácter compresivo, mientras que en relaciones menores que 1, las tensiones son de tracción. Como el PBR no es el único factor generador de tensiones entre el metal y el óxido, hay que tomarlo como un indicador, sin embargo permite conocer el tipo de tensiones generadas entre el metal y el óxido. En la Tabla 1 se presenta PBR para el Hierro y sus óxidos.

Oxido	PBR
FeO en •-Fe	1.68
$Fe_3O_4$ en • -Fe	2.10
$Fe_2O_3$ en • -Fe	2.14
Fe <sub>3</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>4</sub> Espinela en aleación Fe-9Cr	2.1
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> en FeO	1.2
$Fe_2O_3$ en $Fe_3O_4$	1.02
	1011

 Tabla 1. PBR para el hierro y sus óxidos [01].

#### Relaciones epitaxiales entre el metal y el óxido

Las redes cristalinas del metal y del óxido generalmente son diferentes por lo que la nucleación de óxidos en el metal esta acompañada de la generación de tensiones epitaxiales. Es de esperar que estas tensiones sean máximas en la interfase sustrato-óxido, decreciendo, y llegando a cero en la superficie libre del óxido.

#### Cambios de composición

Los cambios de composición en el óxido pueden llevar a la generación de tensiones. La débil interfase entre FeO y  $Fe_3O_4$  durante la oxidación a temperaturas por encima de 570° C se debe a la diferente microestructura que presentan ambos óxidos.

#### Generación de vacancias en el sustrato

En muchos metales que se oxidan por difusión catiónica a través de la capa de óxido se generan vacancias. La acumulación de estas vacancias en la interfase metal-óxido resulta en la nucleación de huecos que llevan a la falta de adhesión y finalmente al desprendimiento de escamas. Este fenómeno es de importancia en aleaciones Fe-Cr. En presencia de dislocaciones o ciertas impurezas como Y o Sc, la nucleación de huecos se dificulta, por lo que el óxido presenta buena adherencia y no se desprende.

#### Tensiones generadas durante ciclados térmicos

En la práctica, los ciclos térmicos llevan a la generación de tensiones debido a las diferencias entre los coeficientes de expansión térmica del metal y del óxido. En la tabla 2 se presentan los coeficientes de expansión térmica del hierro y sus óxidos.

Sistema	Coeficiente del Óxido	Rango de	Coeficiente del Metal	Rango de	Relación
	$(x10^{-6} \bullet_0)$	Temperatura (° C)	$(x10^{-6} \bullet_{m})$	Temperatura (° C)	$(\bullet_0 / \bullet_m)$
Fe/FeO	12,1	100-1000	15,3	0-900	1.25
Fe/ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	14,9	20-900	15,3	0-900	1.03

Tabla 2. Coeficiente de expansión térmica del hierro y sus óxidos [01].

#### Comportamiento durante el laminado

Durante el laminado en caliente siempre se forma una capa de cascarilla. La cascarilla primaria formada durante tratamientos de austenizado es removida por el desescamador. Luego, la cascarilla secundaria formada en los procesos consecutivos, es laminada junto con el acero, causando defectos en el mismo.

Resultados de estudios muestran que la cascarilla primaria de aceros de bajo carbono formada a alta temperatura presenta alta capacidad de deformación plástica. También hay evidencia que el espesor de la cascarilla disminuye con la deformación del sustrato, y con un aumento en las velocidades de deformación [07].

#### Velocidades de enfriamiento

Entre 700 y 900° C, la cascarilla esta compuesta principalmente por Wüstita, teniendo un pequeño contenido de Magnetita y Hematita [08], por encima de 800° C, la primera es plástica y puede ser deformada [09]. A menores temperaturas, la Magnetita predomina en la cascarilla. El enfriamiento convencional lleva a la transformación de Wüstita a Magnetita por debajo de 570° C especialmente entre el sustrato y la Wüstita.

Un enfriamiento acelerado minimiza la transformación de Wüstita a Magnetita. También se registra un pequeño incremento en las propiedades mecánicas del sustrato debido a este tipo de enfriamiento, aunque éste puede ser considerado despreciable. Se logra una apariencia superficial mejor que las sujetas a enfriamiento convencional. También se forma un 15% menos cascarilla que en el enfriamiento convencional [08].

Es casi imposible suprimir la formación de precipitados de Magnetita dentro de la capa de Wüstita durante el enfriamiento continuo. Se encontró que a menores velocidades de enfriamiento, mayor es la cantidad de precipitados de este tipo.

Se sabe que es más fácil decapar químicamente la Wüstita que la Magnetita, ya que la presencia de esta última retarda el proceso electroquímico. También estudios previos demostraron que la formación de la Capa de Magnetita en la interfase Wüstita-Sustrato dificulta el desescamado mecánico [09].

En el rango de temperaturas entre 550-650° C, las tasas criticas de enfriamiento para suprimir la formación de la Magnetita en la interfase son 30° C/min para evitar nucleación y 15° C/min para evitar la formación de una capa continua. Estos resultados discrepan con trabajos anteriores donde se determinó que alrededor de 600° C, las tasas críticas para evitar la nucleación y formación de la capa continua de Magnetita en la interfase son 60 y 30° C/min respectivamente. La Figura 7 resume lo anteriormente dicho en un diagrama de fracción molar de óxido formado en función de la temperatura [09].



Figura 7. Efecto de la temperatura en la formación de óxidos [08].

# 3. Desarrollo

En el Anexo I se encuentran listados los datos de los productos, identificación de especímenes, tratamiento térmico e información de los tipos de óxidos de Fe relevantes a esta caracterización, para el acero DS850 (Tablas de la AI-1 a la AI-7) y para el acero DS702 (Tablas de la AI-8 a la AI-12).

Con el objeto de efectuar una caracterización visual y conocer la evolución de la capa de óxido durante el proceso de fabricación, se tomaron muestras de 500mm de largo durante la producción.

El tratamiento térmico aplicado al acero DS850, grado TN150DW es un doble temple y revenido. Se tomaron muestras luego de cada uno de los procesos de fabricación del producto (ver esquema de extracción de muestras en la Tabla AI-4, Anexo I) a fin de realizar la presente caracterización. La primer muestra (AR) fue tomada al salir del laminador. La segunda corresponde a la condición de temple (Q) con el desescamador en funcionamiento. Luego de cada temple y revenido, se extrajeron las muestras (1Q+T) y (2Q+T) respectivamente para su posterior análisis. Para la condición 1Q+T se tomó una muestra sin desescamar (S/D) a fin de evaluar el efecto del desescamador en la apariencia superficial y el óxido resultante.

El tratamiento térmico aplicado al acero DS702, grado TN95HC, es de un único temple y revenido (ver esquema de extracción de muestras en la Tabla AI-11, Anexo I).

De cada muestra, para ambos aceros, se cortaron y prepararon (desbaste con papel esmeril hasta granulometría 1200, pulido y ataque químico con Nital al 2%) probetas para realizar análisis metalográficos de la cascarilla utilizando microscopía electrónica de barrido (SEM Philips XL 30 CP perteneciente al Centro de Investigación Industrial "CINI") a fin de:

- Identificar las diferentes capas de óxidos, la secuencia en la que éstas son formadas y la composición cualitativa (mediante EDAX) de las mismas.
- Observar diferentes tipos de estructura en las capas de óxido con el objeto de lograr una mejor descripción de los mismos.

Paralelamente a estos análisis, sólo para el acero DS850, se realizaron pruebas en mufla de muestras de material AR emulando el tratamiento térmico que sufre el material en producción. Se cortó una teja de 500 mm de largo y 200 mm de ancho de la muestra AR y se la sometió a un proceso de arenado para eliminar la cascarilla superficial. Dos muestras arenadas y dos sin arenar del material en su condición de laminado fueron sometidas a los tratamientos detallados en las Tablas AI-5 y AI-6, Anexo I. De esta manera, y mediante condiciones controladas, fue posible comparar visualmente las diferencias en la calidad superficial de especímenes con iguales tratamientos térmicos y diferentes condiciones iniciales. Para completar la caracterización, se prepararon muestras de todas las condiciones listadas en la Tabla AI-5 del Anexo I para analizar mediante SEM y poder hacer una comparación con las muestras de producción.

A través de la búsqueda bibliográfica [09] se encontró un reactivo (solución de 1% de HCl en Etanol) que ataca preferentemente cierto tipo de óxido (Wüstita y Hematita) para revelar sitios preferenciales de formación de Magnetita que no se utiliza usualmente en Siderca. Con el objeto de conocer las características de la cascarilla formada se realizaron ataques químicos con dicha

solución a las probetas 1Q+T tomadas de producción de los dos aceros evaluados en esta caracterización.

Se sometió a la técnica de análisis por difracción de RX a los óxidos resultantes del proceso de fabricación a fin de ampliar el conocimiento sobre la cascarilla. Los patrones de difracción de RX se obtuvieron utilizando un difractómetro "Philips X'Pert MPD System DY-1083", con tubo de cobre, perteneciente al Centro de Investigación Industrial (CINI). Se mostraran los espectros de difracción de rayos X de las probetas en la zona con cascarilla de las muestras obtenidas durante el proceso de fabricación (muestras AR, Q, Q+T y S/D).

# 4. Resultados

### 4.1 DS850

#### 4.1.1 Caracterización visual

En la muestra AR puede verse una superficie uniforme y suave al tacto (Figura 8). El aspecto del óxido es continuo, y no se observa desprendimiento de escamas. La coloración rojiza debe corresponder a la presencia de Hematita, lo que fue posteriormente comprobado mediante análisis EDAX.

La muestra Q (Figura 9) se presenta opaca y considerablemente rugosa al tacto. Es apreciable el desprendimiento de cascarilla en ciertos lugares y el aspecto discontinuo de la superficie.



Luego del tratamiento de revenido puede verse un mayor desprendimiento de escamas y se hace evidente el trabajado mecánico ejercido por la enderezadora. Es de destacar el aspecto brilloso del óxido en la muestra 1Q+T (Figura 10). Debido a que el desprendimiento no es uniforme se aprecian áreas donde el óxido sigue adherido y otras donde no.

Se logra un aspecto superficial ligeramente mejorado luego del 2do Temple y Revenido (ver Figura 11), donde el trabajado mecánico es mas evidente. Si bien la superficie se ve más homogénea, todavía se aprecian áreas donde la cascarilla permanece adherida, aunque en menor proporción que la muestra 1Q+T.



En la muestra S/D (Figura 12) no puede apreciarse a primera vista una diferencia con el aspecto de la muestra 1Q+T, que tiene el mismo tratamiento térmico que la muestra S/D, pero fue sometida al desescamado mecánico. También presenta zonas donde la cascarilla se ha desprendido en forma de escamas.



La capa de óxido formada durante la laminación en caliente del tubo sufre un progresivo deterioro en los sucesivos tratamientos a los que es sometido el material. Según lo observado, en función del desprendimiento de cascarilla, pueden ordenarse a las muestras de la siguiente manera. AR, Q, S/D, 1Q+T, 2Q+T.

#### 4.1.2 Caracterización mediante SEM/EDAX de las muestras de producción

En aquellos casos donde se observa la cascarilla intacta, pueden distinguirse 4 capas estratificadas sucesivas de diferente aspecto y composición, y esto es válido para todas las condiciones sometidas al presente análisis. La capa inmediatamente contigua al sustrato (Capa 1), es rica en Cr y Mo. La segunda capa (Capa 2), que ocupa la mayor parte de la cascarilla es Wüstita. Siguiendo hacia el exterior, la tercera capa (Capa 3) esta formada mayoritariamente por Magnetita. La última capa (Capa 4) esta compuesta principalmente por Hematita. La topografía y visualización de la morfología dependen de la manipulación de las muestras y preparación de las probetas.

#### Muestra AR

En la Figura 13 se observa una cascarilla compacta de óxido uniforme presentando cierta porosidad. Pueden verse también grietas transversales que corren a lo largo del espesor y apreciarse las 4 capas antes descritas.

Las Tablas 3, 4 y 5 muestran las composiciones en peso obtenidas mediante EDAX en las cuantificaciones de las Figuras 13, 14 y 15 respectivamente. Utilizando las relaciones en peso para los óxidos puros, se asignó a cada cuantificación el óxido de Fe más probable (ver Tabla AI-7 del Anexo I y diagrama de fase presentado en la Figura 6. En la misma Tabla AI-7 se detalla el código de colores adoptado para cada tipo de óxido).



Elemento	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
0	20	20	20	21	28	32	22	26	25	34	20	28	34	32
Fe	77	78	80	69	72	67	64	70	74	64	71	72	64	67
Мо	2	0	0	5	0	0	9	4	0	0	3	0	0	0
Cr	0	1	0	3	0	0	4	0	0	1	4	0	1	0
Mn	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Si		1	0	2	1	1	2	0	1	1	2	1	1	1

Tabla 3. Porcentaje en peso por elemento Figura 13. (SEM/EDAX).

En la Figura 14 se observa un desprendimiento en la capa de óxido y una clara decohesión paralela a los estratos antes mencionados. La decohesión se presenta entre la Capa 1 y la Capa 2. Sobre la superficie generada del desprendimiento se observa Magnetita (EDAX N° 15, 16, 17, 19 y 20), y en la Capa 4 se encontró principalmente Hematita (EDAX N° 18 y 22). Posiblemente el desprendimiento observado ocurrió durante la manipulación de la muestra, el maquinado y posterior pulido de la probeta.



Elemento	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26
0	29	28	25	33	28	24	30	35	21	20	27	35
Fe	64	66	74	64	71	75	69	63	68	79	72	37
Мо	0	0	0	0	0	0	0	0	4	0	0	0
Cr	2	1	0	0	0	1	0	0	4	0	0	0
Mn	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1
Si	5	5	1	2	1	1	1	2	2	0	1	1

Tabla 4. Porcentaje en peso por elemento Figura 14. (SEM/EDAX).

En la Figura 15 se observa una condición similar a la anteriormente descrita, en donde también existe una decohesión en dirección paralela a los estratos de oxido y puede verse desprendimiento de cascarilla.



Figura 15. Muestra AR 200 x (SEM - BSE).

Elemento	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41
0	28	17	15	28	32	23	20	23	25	36	34	21	19	26	31
Fe	70	76	84	71	66	73	77	76	74	63	65	74	81	74	67
Мо	0	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Cr	1	2	0	0	0	2	1	0	0	0	0	4	0	0	0
Mn	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Si	1	1	1	1	2	1	2	1	1	2	1	2	0	0	2

Tabla 5. Porcentaje en peso por elemento Figura 15. (SEM/EDAX).

En las Figuras 16 y 17 se presentan los espesores de cascarilla medidos en la probeta en cuestión, siendo el valor máximo registrado de  $114 \cdot m$ .



En la Figura 18 se representa la variación cualitativa del porcentaje en peso de elementos en el espesor de la cascarilla de la Figura 13, siendo estos resultados extrapolables a toda la muestra. En las Figuras 19 y 20 se presentan dos micrografías de alta resolución donde puede apreciarse la topografía de la cascarilla analizada.



Figura 18. Muestra AR. Variación cualitativa del porcentaje en peso de elementos en el espesor de la cascarilla de la Figura 13.



#### Muestra Q

En la Figura 21 se pueden diferenciar con facilidad las distintas capas en la cascarilla. Puede verse una estructura mas gruesa y no tan compacta como en la muestra AR. Puede notarse que entre la Capa 1 y el sustrato hay pérdida de cohesión, ocurre lo mismo entre las Capas 1 y 2.



Elemento	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
0	22	22	30	26	36	36	22	21	29	37	31	22	20	26	34	24	36
Fe	73	75	68	62	60	57	67	77	67	59	66	69	78	70	56	71	61
Мо	2	1	1	4	1	1	4	1	1	1	1	3	1	1	1	1	0
Cr	2	1	0	5	0	1	4	1	0	1	1	4	0	0	1	1	0
Mn	0	0	0	0	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Si	1	1	1	2	1	3	2	0	1	1	0	2	1	1	3	2	1

Tabla 6. Porcentaje en peso por elemento Figura 21. (SEM/EDAX).

En la Figura 22 puede apreciarse una marcada decohesión entre la Capa 1 y el sustrato. Se observa que la cascarilla no fue pulida transversalmente en la preparación de la probeta, sino que parte de esta fue arrancada durante dicho proceso.



Figura 22. Muestra Q 200 x (SEM - BSE).

Elemento	17	18	19	20	21	22	24	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38
0	20	17	24	31	30	27	35	32	20	13	19	35	35	15	17	35	32	27	34	37
Fe	70	76	72	61	64	68	62	63	71	81	76	61	61	79	76	63	64	68	63	61
Мо	3	1	1	1	1	1	1	2	3	1	1	1	1	1	2	0	1	1	1	0
Cr	3	1	0	0	1	0	0	0	3	1	1	0	1	2	2	0	0	0	0	0
Mn	1	1	1	1	1	1	0	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	2	1
Si	2	3	1	6	3	3	1	1	3	3	2	1	1	2	2	1	2	2	1	1

Tabla 7. Porcentaje en peso por elemento Figura 22. (SEM/EDAX).

En la Figura 23 puede apreciarse decohesión entre las Capas 1 y 2. En esta figura, además, puede notarse una separación entre las Capas 2 y 3.



				_	_	_					_		
Elemento	_ 39 _	40	_41	42	44	_45_	_46	_47	48	_ 49 _	50	51	52
0	23	23	24	21	28	19	20	22	37	13	21	34	33
Fe	74	75	63	74	60	77	76	75	59	79	76	62	63
Мо	1	0	5	2	3	1	1	1	1	2	0	1	1
Cr	1	0	3	1	3	1	1	1	0	3	1	0	0
Mn	1	1	1	1	1	1	1	2	1	1	1	1	1
Si	0	0	3	1	5	1	1	1	1	1	0	1	2
	_					-			-	-			

Tabla 8. Porcentaje en peso por elemento Figura 23. (SEM/EDAX).

Las Tablas 6, 7 y 8 muestran las composiciones en peso analizadas mediante EDAX en las cuantificaciones de las Figuras 21, 22 y 23 respectivamente. Se observa que la secuencia de las capas de óxido en la cascarilla sigue siendo la descrita anteriormente.

En las Figuras 24 y 25 se presentan los espesores de cascarilla medidos de la muestra en cuestión siendo el valor máximo registrado de 166  $\cdot$  m. En la Figura 26 se representa la variación cualitativa del porcentaje en peso de elementos en el espesor de la cascarilla de la Figura 14.





Figura 26. Muestra Q. Variación cualitativa del porcentaje en peso de elementos en el espesor de la cascarilla de la Figura 21.

En las Figuras 27 y 28 se muestra la misma zona, visualizada con diferente detector, y pueden diferenciarse las distintas morfologías de las capas que componen la cascarilla. La Capa 1 es compacta con poca porosidad, luego de una zona de decohesión, sigue la Capa 2 de morfología granular con menor porosidad. Avanzando hacia el exterior se ve la Capa 3 de morfología granular más fina que la capa 2 y con un marcado aumento en la porosidad. Finalmente se presenta la Capa 4 de menor espesor, más compacta y menos porosa.



#### Muestra 1Q+T

En la Figura 29 se observa una cascarilla de estructura granular. Puede verse también que la estructura ha sido pulida parcialmente en la preparación de la muestra y más bien está desbastada. No pueden diferenciarse visualmente las distintas capas ni apreciarse grietas o signos de decohesión. En la Tabla 9 sin embargo puede verse que las composiciones cualitativas obtenidas mediante EDAX corresponden a las 4 capas antes mencionadas. Cabe mencionar que se observan en la capa más externa de la cascarilla dos mediciones EDAX con elevado porcentaje en peso de Cr y Mo, cosa que no se observó en las otras muestras analizadas.



Elemento	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	27	28
0	22	18	25	25	30	21	20	28	26	35	24	31
Fe	71	70	72	71	63	72	76	69	66	61	70	65
Мо	2	5	1	1	3	3	1	1	4	1	2	1
Cr	2	4	1	1	2	3	0	0	3	1	2	1
Mn	1	1	1	1	0	1	1	1	1	1	1	1
Si	1	2	0	1	2	1	1	1	2	2	1	1
Tahla 9	Porc	entai	e en	neso	nor e	leme	nto F	ioura	29 (	SEM	/ED/	1 X)

Tabla 9. Porcentaje en peso por elemento Figura 29. (SEM/EDAX).

En la Figura 30 se observa una condición similar a la de la Figura 29 donde la cascarilla ha sido pulida parcialmente en la preparación de la muestra. Se pueden ver partículas que pueden provenir del pulido. En la Figura 31 se observa nuevamente la estructura granular a una mayor magnificación (500X).



Figura .	<i>30</i> .	Muestra	1Q+T	200 x	(SEM ·	- <b>BSE</b> ).
----------	-------------	---------	------	-------	--------	-----------------

Elemento	1	2	3	4	5	6	7	8	9	11	12	13	14	15
0	21	26	31	30	30	28	26	34	20	19	33	28	21	34
Fe	71	70	65	63	63	69	60	60	69	78	63	64	75	62
Mo	3	1	1	1	1	1	1	2	5	1	1	1	1	1
Cr	3	0	1	0	0	1	0	1	4	0	0	1	0	1
Mn	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Si	1	2	2	2	2	1	6	1	1	1	1	1	1	1

Tabla 10. Porcentaje en peso por elemento Figura 30. (SEM/EDAX).



Elemento	29	30	31	32	33	34
0	13	6	33	34	23	27
Fe	81	83	63	61	73	68
Mo	2	3	1	1	1	2
Cr	3	4	1	1	0	1
Mn	1	2	1	1	1	1
Si	1	1	1	3	2	1

Tabla 11. Porcentaje en peso por elemento Figura 31. (SEM/EDAX).

Las Tablas 9, 10 y 11 muestran las composiciones en peso obtenidas de la cuantificación mediante EDAX de las Figuras 29, 30 y 31 respectivamente. Al igual que en las condiciones anteriores, se observa la secuencia de 4 Capas antes descrita.

En las Figuras 32 y 33 se presentan los espesores de cascarilla medidos de la muestra en cuestión siendo el valor máximo registrado de 137  $\cdot$  m. En la Figura 34 se representa la variación cualitativa del porcentaje en peso de elementos en el espesor de la cascarilla de la Figura 29.





Figura 34. Muestra 1Q+T. Variación cualitativa del porcentaje en peso de elementos en el espesor de la cascarilla de la Figura 29.

En las Figuras 35 y 36 se presentan dos micrografías de alta resolución donde puede apreciarse la topografía de la cascarilla.



#### Muestra 2Q+T

Tanto en la Figura 37 como en el resto de las micrografías se observa que la cascarilla ha sido desprendida o bien sólo parte de la misma se encuentra adherida al sustrato. Sobre la superficie generada del desprendimiento se observa Hematita (EDAX N° 1, 3, 6, 7 y 10).


Figura 37. Muestra 2Q+T 200 x (SEM - BSE).

Elemento	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	13
0	31	20	30	18	28	32	25	18	12	29	26	26
Fe	65	76	66	77	67	62	71	75	83	67	67	72
Mo	1	1	1	2	2	1	1	1	1	1	3	1
Cr	1	1	1	1	2	1	1	2	2	1	2	1
Mn	0	0	0	1	0	1	1	1	1	0	0	1
Si	1	1	1	1	1	2	2	4	1	1	1	1

Tabla 12. Porcentaje en peso por elemento Figura 37. (SEM/EDAX).

En la Figura 38 se observa que parte de la cascarilla se encuentra por debajo de la superficie del sustrato. Ésta pudo haberse formado en una imperfección en la superficie del material o bien es producto de corrosión localizada. Puede verse en la tabla 13 que esta cascarilla es la Capa 1 (EDAX N° 14 a 20). En la Figura 39 se observa cascarilla de mayor espesor, aunque también se encuentra desbastada y poco uniforme y con signos de decohesión.



Elemento	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
0	22	23	22	33	25	28	27	31	21	32	31
Fe	65	70	65	58	67	60	65	62	74	63	66
Мо	5	2	5	4	3	3	3	2	2	2	1
Cr	5	3	6	3	3	4	3	2	2	1	0
Mn	1	1	1	0	1	1	1	1	1	1	0
Si	2	1	1	2	1	3	2	3	1	1	1

Tabla 13. Porcentaje en peso por elemento Figura 38. (SEM/EDAX).



Figura 39 Muestra 2Q+T 200 x (SEM - BSE).

Elemento	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38
0	18	23	31	18	30	22	27	23	24	31	23	21	29	18
Fe	71	67	65	80	64	76	71	66	69	64	65	77	70	77
Мо	4	4	1	1	2	0	1	4	3	2	5	1	0	2
Cr	4	3	2	0	2	0	1	4	3	2	4	0	0	2
Mn	1	1	0	1	1	1	1	1	1	1	0	1	1	1
Si	1	2	1	1	1	1	0	2	1	1	2	0	0	1

Tabla 14. Porcentaje en peso por elemento Figura 39. (SEM/EDAX).

Las Tablas 12, 13 y 14 muestran las composiciones en peso analizadas mediante EDAX en las cuantificaciones de las Figuras 37, 38 y 39 respectivamente. No se distinguieron las 4 capas estratificadas ya que no se encontró una zona donde la cascarilla permaneciera adherida en forma completa.

En las Figuras 40 y 41 se presentan los espesores de cascarilla medidos de la muestra en cuestión siendo el valor máximo registrado de 55 • m. En las Figuras 42, 43 y 44 se presentan tres micrografías de alta resolución donde puede apreciarse la topografía de la cascarilla. Se observa que parte de la cascarilla se ha desprendido, quedando adherida sólo porciones de la misma.



Figura 40. Espesor de cascarilla muestra 2Q+T

Figura 41. Espesor de cascarilla muestra 2Q+T



Figura 42. Muestra 2Q+T 1000 x (SEM - SE).



# Muestra S/D

En la Figura 45 se observa una cascarilla compacta y uniforme. Comparándola con la muestra 1Q+T, que difiere de la que es ahora analizada por la utilización del desescamador únicamente, se observa que esta cascarilla presenta menor porosidad y mayores espesores registrados. No pueden diferenciarse visualmente las distintas capas pero se aprecian grietas y zonas donde se ha desprendido cascarilla. En la Tabla 15 sin embargo puede verse que las composiciones cualitativas obtenidas mediante EDAX corresponden a las 4 capas antes mencionadas.



Figura 45. Muestra S/D 200 x (SEM - BSE).

Elemento	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34
0	21	21	28	30	21	36	19	21	23	20	31	31	21	28	19	19	25
Fe	75	76	69	66	69	61	71	77	74	77	63	63	68	70	78	78	72
Мо	1	1	2	1	3	1	4	1	1	1	2	1	4	0	1	1	1
Cr	1	0	0	0	4	0	4	1	0	1	1	1	4	0	0	0	1
Mn	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	1	1	1	1	1	1
Si	1	0	1	1	2	1	2	0	1	0	2	3	2	1	1	1	1
Si	1	0	1	1	2	1	2	0	1	0	2	3	2	1	1	1	

Tabla 15. Porcentaje en peso por elemento Figura 45. (SEM/EDAX).

En la Figura 46 se observa una condición similar a la de la Figura 45 con respecto a la porosidad y al aspecto compacto y uniforme. Se pueden apreciar signos de decohesión y grietas paralelas a las capas de óxido.



Figura 46. Muestra S/D 200 x (SEM - BSE).

Elemento	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
0	19	30	28	26	20	27	18	22	21	20	23	11	37	34	29	35	36
Fe	78	66	68	71	74	65	79	72	73	74	70	80	61	63	68	62	60
Мо	1	2	1	1	2	3	1	2	2	3	3	3	1	1	1	1	1
Cr	1	1	1	1	1	3	1	2	2	1	2	3	1	1	1	0	1
Mn	1	0	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	1
Si	0	1	2	0	1	1	0	1	2	1	1	1	1	1	1	1	1

Tabla 16. Porcentaje en peso por elemento Figura 46. (SEM/EDAX).

En la Figura 47 se ve que ha sido desprendida parte de la cascarilla y en función de las composiciones obtenidas mediante EDAX se distinguieron las 4 capas antes mencionadas.



Elemento	40	41	42	43	44
0	22	32	20	26	32
Fe	69	58	76	70	64
Мо	3	4	1	1	1
Cr	3	3	1	1	1
Mn	1	1	1	1	1
Si	2	2	1	2	1

Tabla 17. Porcentaje en peso por elemento Figura 47. (SEM/EDAX).

Las Tablas 15, 16 y 17 muestran las composiciones en peso analizadas mediante EDAX en las cuantificaciones de las Figuras 45, 46 y 47 respectivamente. Se observa que la secuencia de las capas de óxido en la cascarilla sigue siendo la descrita anteriormente.

En las Figuras 48 y 49 se presentan los espesores de cascarilla medidos de la muestra en cuestión siendo el valor máximo registrado de 171 • m. En la Figura 50 se representa la variación cualitativa del porcentaje en peso de elementos en el espesor de la cascarilla de la Figura 45.





Figura 50. Muestra S/D. Variación cualitativa del porcentaje en peso de elementos en el espesor de la cascarilla de la Figura 45.

En las Figuras 51 y 52 se presentan dos micrografías de alta resolución donde puede apreciarse la topografía de la cascarilla.



#### 4.1.3 Pruebas en mufla

Las Figuras 53 a 58 muestran las fotografías digitales de las muestras Sin Arenar y Arenadas con las que se hicieron las pruebas en mufla indicadas en la Tabla AI-6 del Anexo I. La Tabla AI-5 del mismo anexo muestra la identificación de las muestras utilizadas en el presente análisis. La Figura 54 muestra la superficie de la teja AAR donde se observa una superficie continua y homogénea, libre de cascarilla.



Muestras Sin Arenar: Las figuras 55 y 57 corresponden a las muestras SAQ y SAQ+T respectivamente. Ambas presentan una superficie oxidada discontinua, donde se aprecia el desprendimiento parcial de cascarilla, muy similar a lo observado en las muestras para las condiciones 1Q+T, 2Q+T y S/D extraídas del circuito de producción.

Muestras Arenadas: Las figuras 56 y 58 corresponden a las muestras AQ y AQ+T respectivamente. Puede verse una capa continua de cascarilla de aspecto visual más homogéneo y continuo, aunque también se observaron zonas de desprendimiento localizado, pero en una menor superficie que en el caso de las muestras sin arenar.



# 4.1.4 Caracterización mediante SEM/EDAX de las muestras de mufla

La Tabla AI-5 del Anexo I lista las condiciones caracterizadas mediante ensayos en mufla. Cabe aclarar que la condición de partida para las probetas sin arenar es la condición As Rolled de producción.

Las Figuras 59 y 60 muestran lo observado mediante SEM a diferente magnificación de la superficie arenada de la muestra AAR. Puede verse la deformación causada por el arenado. El análisis mediante EDAX en diferentes sectores de la muestra revela que la superficie esta libre de óxido (ver Tabla 18).



Elemento				
0	9	4	4	9
Fe	82	92	92	84
Al	2			
Cr	2	1	1	2
Mn	1	1	1	1
Si	5	2	2	5

Tabla 18. Porcentaje en peso por elemento Figura 60. (SEM/EDAX).

Las Figuras 61 y 62 muestran las observaciones realizadas mediante SEM para la muestra SAQ. Se observa una cascarilla discontinua, aunque en los lugares en donde sí se encontró cascarilla adherida, se comprobó que está formada por las cuatro capas de óxido antes mencionadas en este informe para el acero en cuestión. El espesor máximo registrado de la cascarilla es de 93,6

m. Contigua a la interfase óxido/sustrato se aprecia una microestructura ferrítica de unos 50
m de espesor aproximadamente, y a partir de ahí, hacia el seno del sustrato, la microestructura es martensítica en su totalidad.



Figura 61. Muestra Sin Arenar Templada (SAQ) 500 x (SEM - BSE).



Figura 62. Muestra Sin Arenar Templada (SAQ) (SEM).

Las Figuras 63 y 64 muestran las micrografías obtenidas mediante SEM para la muestra AQ. Se observa una cascarilla continua de espesor variable y se comprobó la existencia de las cuatro capas de óxido. Puede verse también la deformación causada por el arenado en el sustrato, que presenta una superficie irregular con crestas y valles. El espesor máximo registrado de la cascarilla es de 108 • m. Al igual que en la muestra SAQ, contigua a la interfase óxido/sustrato se aprecia una microestructura ferrítica, aunque en este caso de unos 100 • m de espesor aproximadamente, y a partir de ahí, hacia el seno del sustrato, martensita. Se observó que la Capa 2 presenta líneas orientadas en forma perpendicular a la superficie metálica.



Figura 63. Muestra Arenada Templada (AQ) 500 x (SEM - BSE).



Figura 64. Muestra Arenada Templada (AQ) (SEM).

Las Figuras 65 y 66 son micrografías realizadas utilizando SEM para la muestra SAQ+T. Se encontraron sectores donde la cascarilla permaneció adherida pudiéndose distinguir las 4 capas de óxido aunque principalmente la superficie tiene una fina capa de óxido de unos pocos • m y son escasos los sitios donde se encuentra cascarilla completa. Se observa que la Capa 1 rica en Cr y Mo presenta proporciones en peso similares a las encontradas en las muestras obtenidas en planta. El espesor máximo registrado de la cascarilla fue de 86,8 • m. Contigua a la interfase óxido/sustrato se aprecia una microestructura ferrítica de unos 50 • m de espesor aproximadamente, y a partir de ahí, hacia el seno del sustrato sólo martensita revenida.



Figura 65. Muestra Sin Arenar, Q+T (SAQ+T) 200 x (SEM - BSE).



Figura 66. Muestra Sin Arenar, Q+T (SAQ+T) (SEM).

En las Figuras 67 y 68 se ven las diferentes micrografías tomadas de la muestra AQ+T. Se observa una cascarilla continua, casi en su totalidad compuesta por Wüstita. Se encontró la Capa 1 rica en Cr y Mo contigua al sustrato, aunque de menores proporciones en peso que las analizadas en las muestras de planta. Al igual que la otra muestra arenada, puede apreciarse la deformación causada por el arenado en el sustrato, presentando una superficie con picos y valles. El espesor máximo registrado de la fase óxido es de 91,6 • m. Al igual que el resto de las muestras, en la zona contigua a la interfase óxido/sustrato se aprecia una microestructura diferente a la del seno del sustrato, una capa ferrítica, de unos 100 • m de espesor aproximadamente, y hacia el seno del sustrato, martensita revenida.



Figura 67. Muestra Arenada, Q+T (AQ+T) 500 x (SEM - BSE).



Figura 68. Muestra Arenada, Q+T (AQ+T) (SEM).

La Figura 69 presenta la variación del máximo espesor de cascarilla registrado en cada muestra sometida a las pruebas en mufla. Se observan espesores de cascarilla mayores en las muestras arenadas. La misma figura presenta el espesor de la banda decarburizada para cada muestra. Puede verse que en las muestras arenadas, el espesor es el doble del de las muestras sin arenar, por lo que se puede inferir que la cascarilla oficia de protección contra la decarburización. Por otra parte, a partir de los resultados de la presente prueba, la remoción de la capa oxidada por efecto del arenado previo a los subsiguientes tratamientos térmicos resulta en una decarburización más evidente.



Figura 69. Variación de espesores máximos registrados de cascarilla y de banda decarburizada para cada muestra sometida a pruebas en mufla.

#### 4.1.5 Ataque químico mediante reactivo 1%HCl en Etanol

Las Figuras 70 a 75 son micrografías tomadas mediante microscopía óptica y electrónica de barrido para la muestra 1Q+T sometida al presente ensayo.

El reactivo utilizado ataca preferencialmente a la Hematita y Wüstita, dejando intacto al sustrato y Magnetita. El análisis fue llevado a cabo con el objeto de revelar sectores preferenciales de formación de Magnetita en la cascarilla durante el enfriado de los tubos luego del tratamiento de revenido. Para asegurar la integridad de la cascarilla durante los ensayos, la muestra fue incluida en una matriz polimérica.

En las Figuras 70 y 72 se observa la muestra sin atacar y en las Figuras 71 y 73 luego de ser sometida al ataque químico con la solución de HCl en etanol por unos 30 segundos aproximadamente. Puede observarse que los sectores atacados se ven más oscuros, sin embargo no puede asegurarse que las zonas sin atacar sean Magnetita según los análisis EDAX efectuados.

La probeta fue sometida a un nuevo pulido y ataque químico, esta vez de mayor duración (60 segundos de exposición). Este nuevo tratamiento del espécimen se hizo debido a que, aunque luego del primer ataque con la solución se tomaron los recaudos necesarios en el secado y guardado del mismo, se observó que en la probeta había continuado la reacción entre la solución y la capa de óxido. Esto posiblemente haya ocurrido debido a que restos de la solución ácida quedaron alojados en la estructura porosa del óxido y el secado llevado a cabo resulta ineficaz.



Las Figuras 74 y 75 muestran que la mayor parte de la cascarilla ha sido atacada por el reactivo, aunque no pueden diferenciarse zonas preferenciales que hayan permanecido sin atacar.





# 4.2 DS702

# 4.2.1 Caracterización visual

Se observa una superficie uniforme y suave al tacto en la muestra AR, similar a lo observado para la misma condición del acero DS850. El aspecto de la muestra es continuo, y no se observa desprendimiento de escamas. La coloración rojiza debe corresponder a la presencia de Hematita, lo que fue posteriormente comprobado mediante análisis EDAX (ver Figuras 81 y 82 y Tabla 19).

La muestra Q se presenta opaca y un tanto mas rugosa al tacto que la condición AR. No puede apreciarse a simple vista la formación de cascarilla o esta se encuentra firmemente adherida.

Luego del tratamiento de revenido se observa un aspecto discontinuo para la muestra Q+T como consecuencia de la formación y desprendimiento de cascarilla. Debido a que el desprendimiento no es uniforme se aprecian áreas donde el óxido sigue adherido y otras donde no. Cabe aclarar que la cascarilla remanente es de fácil desprendimiento, distinto al comportamiento observado para el acero DS850.



Figura 76. As Rolled (AR)

Figura 77. Templado (Q)

En la muestra S/D no puede apreciarse visualmente una diferencia con el aspecto de la muestra Q+T para los tubos sujetos a estudio. Esta muestra presenta zonas donde la cascarilla se ha desprendido parcialmente en forma de escamas dando un aspecto no muy bueno.

La capa de óxido formada durante la laminación en caliente del tubo es escasa o no apreciable, y en los sucesivos tratamientos térmicos a los que es sometido el material se produce la formación y deterioro de la misma, dando como resultado un aspecto escamoso para la condición final de producción aunque visualmente un tanto mas continuo y parejo que el observado en el acero DS850.



# 4.2.2 Caracterización mediante SEM/EDAX de las muestras de producción

#### Muestra AR

En las Figuras 80 a 82 se observa que la cascarilla es discontinua, presente sólo en algunos sectores de la probeta. Contiguo al sustrato pueden observarse valores en Cr y Mo superiores al resto de los análisis efectuados para otros puntos de la cascarilla (cabe aclarar que el acero en cuestión posee menor proporción de Cr y Mo en su composición química que el DS850). La cascarilla esta compuesta principalmente por Wüstita, con una capa externa de Magnetita (ver Figura 80) o Hematita (ver Figura 81 y 82) según la porción cuantificada.





La Tabla 19 muestra la composición en peso obtenida mediante EDAX en las cuantificaciones de las Figuras 80 a 82. Utilizando las relaciones en peso para los óxidos puros, se asignó a cada cuantificación el óxido de Fe más probable (ver Tabla AI-12 del Anexo I y diagrama de fase en la Figura 6).

Elemento	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
0	20	21	27	24	20	32	29	33	20	20	19	22	30	32	29
Fe	75	75	69	70	77	65	68	63	73	77	77	74	66	66	66
Мо	1	1	1	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Cr	1	0	0	0	0	0	0	0	2	0	0	0	0	0	0
Mn	1	1	1	1	1	1	1	1	2	1	2	2	1	1	2
Si	2	1	1	2	1	0	1	1	3	0	0	1	0	1	1
Ti	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
V	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabla 19. Porcentaje en peso por elemento Figuras 80 a 82 (SEM/EDAX).

En la Figura 83 se presentan los espesores de cascarilla medidos en la probeta en cuestión, siendo el valor máximo registrado de 89.7 • m. En la Figura 84 se presenta una micrografía de alta resolución donde puede apreciarse la microestructura ferrito-perlítica de la matriz.



#### Muestra Q

En las Figuras 85 a 87 se observa que la cascarilla es discontinua, presente sólo en unos pocos sectores de la probeta. En la Figura 85 se puede apreciar que la cascarilla se encuentra formada casi en su totalidad por Wüstita y la capa mas alejada del sustrato se encuentra principalmente formada por Hematita. También se encontró Magnetita entre el sustrato y la Wüstita (ver EDAX 1 y 6 de la Tabla 20). La Tabla 20 muestra la composición en peso obtenida mediante EDAX en las posiciones analizadas de las Figuras 85 y 86.

En la Figura 88 se presentan los espesores de cascarilla medidos en la probeta analizada, siendo el valor máximo registrado de 72,4 • m. En la Figura 89 se presenta una micrografía de alta resolución donde en el sustrato sólo puede apreciarse martensita.



Elemento	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
0	24	18	33	23	34	25	23	26	18	30	30	22
Fe	68	78	63	75	62	71	73	70	77	68	67	65
Мо	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	2
Cr	2	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	3
Mn	2	2	2	0	1	2	2	2	2	1	2	2
Si	3	1	0	0	1	1	1	1	1	1	0	5
Ti	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
V	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1

Tabla 20. Porcentaje en peso por elemento Figuras 80 y 81. (SEM/EDAX).



Figura 89. Muestra Q 1000 x (SEM - SE).

# <u>Muestra Q+T</u>

En las Figuras 90 a 92 se observa que la cascarilla es discontinua, presente sólo en unos pocos sectores de la probeta. En la Figura 85 se puede apreciar que la cascarilla se encuentra formada casi en su totalidad por Wüstita y la capa mas alejada del sustrato se encuentra principalmente

formada por Magnetita. Contiguo al sustrato se encontraron mayores valores de Cr y Mo que en el resto de los sectores de cascarilla analizados (ver EDAX 12 y 18 en la Tabla 21). La Tabla 21 resume las cuantificaciones obtenidas mediante EDAX de las porciones analizadas en las Figuras 90 a 92.





*Figura 92. Muestra Q+T 200 x (SEM - BSE).* 

Elemento	1	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
0	3	10	17	29	30	27	17	33	21	23	23	24	27	26	21	25	21	21
Fe	91	85	77	66	61	60	75	57	74	71	66	72	68	66	75	71	70	75
Мо	0	1	1	1	1	2	1	2	1	1	2	1	1	1	1	1	2	1
Cr	2	1	1	1	2	3	2	1	0	1	2	0	1	1	0	0	2	0
Mn	3	1	2	1	2	2	2	1	2	2	2	1	1	1	1	1	2	1
Si	0	1	2	2	3	6	3	4	1	2	4	0	2	3	0	1	2	1
Ti	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
V	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabla 21. Porcentaje en peso por elemento Figuras 90 a 92. (SEM/EDAX).

En la Figura 93 se presentan los espesores de cascarilla medidos en la probeta en cuestión, siendo el valor máximo registrado de 74,3 • m. En la Figura 94 se presenta una micrografía de alta resolución donde puede apreciarse martensita revenida en el sustrato.





# Muestra S/D

En la Figura 95 se observa un sector donde la cascarilla permaneció adherida en su totalidad, siendo la misma de aspecto compacto y continuo. Está compuesta principalmente por Wüstita y una capa externa de Hematita.



En las Figuras 96 y 97 se observa que la cascarilla es discontinua, y está presente sólo en algunos sectores de la probeta. La Tabla 22 muestra la composición en peso obtenida mediante EDAX en las cuantificaciones de las Figuras 95 a 97.



Figura 97. Muestra S/D 200 x (SEM - BSE).

Elemento	1	2	3	4	5	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27
0	20	22	20	21	28	23	22	18	19	24	30	31	32	22	21	20	2	24	33	19	27	26	29	28	22	35
Fe	77	70	74	75	68	68	71	78	76	73	66	65	64	70	74	77	92	72	65	76	64	70	67	68	70	61
Мо	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	2	1	1	1	1	0	1	1	1	2
Cr		2	1	0	0	2	1	0	0	0	0	0	0	1	1	0	2	0	0	1	1	0	0	0	2	1
Mn	2	2	2	2	2	2	2	2	2	1	1	1	1	2	2	2	1	1	1	2	2	1	1	1	2	2
Si	1	3	1	1	0	4	2	1	0	0	1	1	1	2	1	0	0	1	0	1	3	1	1	1	3	2
Ti	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
V		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
			T	11	22	D		. •				1				0	- (		ana			7)				

Tabla 22. Porcentaje en peso por elemento Figuras 95 a 97. (SEM/EDAX).

En la Figura 98 se presentan los espesores de cascarilla medidos en la probeta en cuestión, siendo el valor máximo registrado de 89.7 • m. La Figura 99 muestra la matriz metálica, observándose la microestructura propia de la martensita revenida



A diferencia con el acero DS850, sólo para la condición S/D se encontró un único sector con la cascarilla intacta donde fue posible realizar un análisis completo de la misma. En general, se observó que la cascarilla es discontinua y está presente en unos pocos sectores. Para todas las condiciones, se comprobó que la cascarilla se compone principalmente por Wüstita y una capa exterior formada mayoritariamente por Hematita. También se encontró una capa rica en Cr y Mo contigua al sustrato aunque de menores proporciones en peso que las registradas para el acero DS850.

El análisis EDAX efectuado a las muestras es puntual y da como resultado la composición cualitativa en peso del material. En las Tablas se presentan los resultados de la cuantificación de los espectros. En la Figura 100, a modo de ejemplo, puede verse el espectro del cual se realizó la cuantificación de elementos del punto 27 de la Tabla 22.



# 4.2.3 Ataque químico mediante reactivo 1%HCl en Etanol

En las Figuras 101 y 103 se observa la muestra sin atacar y en las Figuras 102 y 104 luego de ser sometida al ataque químico con la solución de HCl en etanol durante 60 segundos. Puede observarse que los sectores atacados se ven más oscuros, sin embargo no puede asegurarse que las zonas sin atacar estén compuestas por Magnetita según los análisis EDAX efectuados.





Las Figuras 105 a 107 muestran que la mayor parte de la cascarilla ha sido atacada por el reactivo, aunque hay zonas de Wüstita que permanecieron sin atacar. El ataque químico efectuado deja la cascarilla con un aspecto abierto y poroso.





#### 4.3 Espesores de cascarilla para cada condición

En la Figura 108 se presentan los máximos espesores de cascarilla registrados para cada condición y cada uno de los aceros sometidos a análisis en este informe. Cabe mencionar que los valores graficados en la Figura 108 se obtuvieron de las mediciones hechas en las probetas observadas mediante microscopía electrónica. Dichas probetas fueron extraídas de las muestras de 500 mm tomadas en la línea de producción en las zonas donde visualmente se observaba cascarilla. Los valores mostrados de máximo espesor son sólo a modo informativo, un análisis más detallado requeriría de una cierta cantidad de muestras con las cuales hacer una caracterización estadística sobre el grosor de la capa de óxido generada durante los tratamientos térmicos sucesivos a los que es sometido el tubo.

Puede observarse que la condición S/D para ambos aceros presenta un espesor de cascarilla mayor que el obtenido para la condición 1Q+T, que sí fue desescamada mecánicamente.



Figura 108. Máximos espesores de cascarilla registrados por condición.

# 4.4 DRX aceros DS850 y DS702

Las Figuras 109 a 122 muestran los resultados obtenidos por difracción de los especimenes analizados. Las leyendas en el borde superior derecho de cada figura indican los números de los patrones de referencia contra los que se comparó los espectros obtenidos y además, la identificación por nombre y color del óxido encontrado.

De la observación de los espectros resultantes para las muestras AR del acero DS702 (Figuras 108 y 109) se observa que los tres óxidos (wüstita, magnetita y hematita) se hallan presentes.



Figura 108. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra AR – Zona sin cascarilla (DS702)



Figura 109. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra AR – Zona con cascarilla (DS702)

La Figura 110, en la que se superpusieron los espectros de las zonas con y sin cascarilla (zonas apreciadas visualmente), se observa que el único pico distintivo es el correspondiente al hierro puro (ubicados en la posición  $2^{\bullet} = 44^{\circ}$  y  $68^{\circ}$  aproximadamente en las figuras). Esto evidencia que el espesor de la cascarilla es variable zona a zona, ya que de otra manera no se hubiese podido tener lecturas de la matriz por la profundidad a la que los RX son difractados. En la Figura 111 se muestra el espectro obtenido para la muestra AR del acero DS850, en la que sólo pueden identificarse las dos fases externas de óxido de Hierro.



Figura 110. Comparación de los espectros de RX mostrados en las Figuras 108 y 109 (DS702)


Figura 111. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra AR (DS850)

Las Figuras 112 a 114 muestran los espectros obtenidos para las muestras templadas de ambos aceros. En el caso del acero DS702 se confirma la presencia de las tres fases de óxido de hierro como así también se registraron los picos característicos del hierro puro. La Figura 113, muestra el espectro de difracción para la probeta templada del acero DS850 en una zona con cascarilla en la que se observó la presencia de hematita y magnetita. En la Figura 113 se amplió la señal de contraste para la hematita ya que posiblemente ésta tenga alguna orientación preferencial lo que hace muy difícil la interpretación del espectro. En la Figura 114 se muestra otra zona de la misma probeta del acero DS850 luego del temple, donde los óxidos no se hallaban formando una capa o costra uniforme. En esta figura sólo se observaron los picos característicos de la hematita en su dos de sus estados posibles • (estructura cúbica) y • (estructura romboédrica), registrándose también los picos característicos del hierro puro.



Figura 112. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra Q (DS702)



Figura 113. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra Q – Zona con cascarilla (DS850)



Figura 114. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra Q – Zona con óxidos discontinuos (DS850)

Las Figuras de la 115 a la 121, muestran los espectros de difracción de los óxidos obtenidos para las probetas templadas y revenidas (con y sin desescamador) para ambos aceros caracterizados. En todos y cada uno de ellos se encontraron los picos de difracción de la hematita y la magnetita, además de los picos del hierro puro. En ninguno de estos espectros aparecen los picos correspondientes a la wüstita (los cuales a modo indicativo están representados por las líneas de color celeste indicadas en cada figura).



Figura 115. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra Q+T (DS702)



Figura 116. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra 1Q+T (DS850)



Figura 117. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra 2Q+T (DS850)



Figura 118. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra Sin Desescamador – Zona con óxidos (DS702)



Figura 119. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra Sin Desescamador – Zona más limpia de óxidos (DS702)



Figura 120. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra Sin Desescamador – Zona con óxidos (DS850)



Figura 121. Espectro de RX mostrando los picos detectados y su asociación con los óxidos presentes en la muestra Sin Desescamador – Zona más limpia de óxidos (DS850)



Figura 122 Comparación de los espectros de RX mostrados en las Figuras 115 a 121 superpuestos (DS702 y DS850) – Templados y Revenidos.

La Figura 122 es la superposición de todos los resultados obtenidos y mostrados por separado en las Figuras de la 115 a la 121. Aquí se puede notar que todas las muestras templadas y revenidas arrojan iguales resultados mediante esta técnica lo que parece indicar que luego del revenido (con o sin desescamado) la capa de óxido, al menos superficialmente, mantiene su composición química inalterable.

Debido a que el análisis se hizo sobre probetas extraídas directamente de las muestras de producción y no sobre polvos de los óxidos de las mismas, y que no se puede hacer una estimación de la profundidad recorrida por el haz de rayos X en la probeta (se desconoce la permeabilidad y porosidad de la capa de óxido), sólo se puede afirmar que en el estrato más alejado de la matriz dentro y sobre la capa de óxido coexisten en todos los casos los óxidos de hierro: magnetita y hematita. Otro hecho a resaltar es que en ninguno de los análisis hechos para probetas de muestras revenidas se encontró wüstita al menos en los primeros 10 a 20• m de la cascarilla (que sería la profundidad promedio analizada).

## 5. Conclusiones

Se comprobó que la cascarilla continua formada durante el proceso de laminación en caliente del acero DS850 crece y luego se deteriora en los tratamientos térmicos sucesivos a los que está sometido el mismo, siendo evidencia de esto el aspecto escamoso y discontinuo que muchas veces presentan los tubos al final de la línea de producción. A simple vista y para los tubos observados, no hay una mejora incluso hay un empeoramiento entre el material desescamado y sin desescamar (para esto último se hizo una prueba).

El acero DS702 se presenta casi libre de cascarilla luego del proceso de laminación en caliente. Los tratamientos térmicos a los que está sometido el material provocan un crecimiento y posterior deterioro de la laminilla, dando como resultado al final de la línea de proceso una superficie discontinua pero de mejor aspecto que la observada en el acero DS850.

En el acero DS850, la cascarilla esta conformada por cuatro capas de óxido sucesivas. Estas difieren en apariencia y composición. Inmediatamente contigua al sustrato se encuentra una capa rica en Cr y Mo, la segunda capa que ocupa la mayor parte de la cascarilla esta formada por Wüstita (FeO). Siguiendo hacia el exterior se encuentra Magnetita (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) y finalmente Hematita (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). En función del tratamiento térmico previo, la cascarilla presenta diferente morfología y porosidad.

En general, para el acero DS702 se observó que la cascarilla es discontinua y está presente en unos pocos sectores de las muestras analizadas. Para todas las condiciones, se comprobó que la cascarilla se compone principalmente por Wüstita y una capa exterior formada mayoritariamente por Hematita. También se encontró que la zona inmediatamente contigua al sustrato presenta mayores tenores de Cr y Mo que en el resto de la cascarilla.

En las pruebas en mufla para el acero DS850, las muestras arenadas presentan una cascarilla continua contrario a las muestras sin arenar. Esto puede ser debido a un anclaje mecánico provocado por el sustrato deformado por el arenado. El espesor de cascarilla registrado en las muestras arenadas es mayor que el de las muestras sin arenar. La banda decarburizada de sustrato de las muestras arenadas es aproximadamente dos veces el espesor de la banda de las muestras sin arenar (100 • m en las muestras arenadas y 50 • m en las muestras sin arenar). Puede decirse entonces que el arenado posterior al laminado incrementa la decarburización y promueve la formación de una cascarilla de mayor espesor en los tratamientos térmicos siguientes.

El ataque químico con la solución de 1% de HCl en Etanol no reveló en ninguno de los aceros sectores preferenciales de formación de Magnetita en la cascarilla durante el enfriamiento de los tubos luego del tratamiento de revenido. Se observó que el reactivo ataca a la Wüstita principalmente pero no se pudo comprobar como reacciona con la Magnetita y Hematita debido a que estos óxidos aparecen juntos y no segregados en una capa homogénea como la Wüstita.

El análisis con la técnica de difracción de RX permite concluir que están presentes dos fases de óxido de hierro en ambos aceros: hematita y magnetita en la cascarilla formada durante la fabricación de los grados analizados. Debido al espesor de la capa de óxido y a la baja penetrabilidad de la radiación, no fue posible en todos los casos comprobar la presencia de wüstita (sólo detectada en el DS702), para ello habría que remover la lamilla, molerla y hacer la cuantificación utilizando el polvo resultante (con esto se evitarían los problemas de orientación encontrados y la cuantificación sería más precisa, además de hacer posible una cuantificación

porcentual de la cantidad presente de cada una de las tres posibles fases del óxido de hierro en la cascarilla).

En función de lo encontrado en la bibliografía consultada, puede decirse que el desprendimiento de escamas de cascarilla es producto de varios sucesos que ocurren durante el proceso de laminación y ciclados térmicos de los materiales analizados. Algunos de ellos pueden evitarse o disminuirse de manera de reducir la formación de cascarilla y su posterior desprendimiento (atmósfera de hornos controlada o atmósfera de gases inertes; velocidades de enfriamiento aceleradas para inhibir la formación de productos de corrosión no deseados). Otros procesos son inevitables y hay que convivir con ellos (las reacciones de decarburización son gaseosas y generan presión, la presión rompe la cascarilla y los gases escapan y generan desprendimientos; diferencias en la capacidad de deformación entre los distintos tipos de óxido de Fe; PBR diferentes de la unidad; diferencias entre las redes cristalinas del Fe y sus óxidos; generación de vacancias y posterior coalescencia de huecos que reducen la adherencia entre el Fe y sus óxidos; generación de tensiones debido a las diferencias de los coeficientes de expansión térmica del Fe y sus óxidos). Debido a esto último, el mal aspecto de los tubos caracterizados puede deberse a cualquiera de los factores antes enumerados ya que muchas son las variables puestas en juego y no puede identificarse una en particular. El problema es inherente del material con que se trabaja y producto del tratamiento al que está sometido en su manufactura.

## 6. Trabajos futuros

- Estudiar las condiciones de los hornos de tratamiento térmico. Atmósfera, porcentaje y presión de O<sub>2</sub>, a fin de relacionar estos datos con los óxidos formados y la pérdida de peso del producto por oxidación.
- Análisis estadístico de espesores máximos de cascarilla por tratamiento térmico.
- Estudiar las cinéticas de oxidación en los diferentes hornos.
- Estudiar los cambios en la cascarilla con condiciones aceleradas de enfriamiento luego de los tratamientos de revenido.

# 7. Referencias

[01] A. S. KHANNA: Introduction to high temperature oxidation and corrosion, 2002, ASM International.

[02] Corrosion Engineering Third Edition Mars G. Fontana, McGraw-Hill, Inc. 1986

[03] Principles and Prevention of Corrosion Second Edition Denny A. Jones, Prentice-Hall International Limited, 1996

[04] Solid State Chemistry and its Applications, Anthony R. West, 1984, John Wiley & Sons Ltd

[05] K. SACHS AND C. W. TUCK: Surface oxidation of steel in industrial furnaces, publication no. 111, Iron and Steel Institute, London, 1968.

[06] A. RAHMEL: Fundamental processes of metal oxidation at high temperatures and their significance in the oxidation of iron, iron alloys and steels, Proc. International. Symposium on Chemical Metallurgy of Iron and Steel, 1973, 395-401, 419-420.

[07] WEIHUA SUN, A. K. TIEU, ZHENGYI JIANG, CHENG LU: High temperature oxide scale characteristics of low carbon steel in hot rolling, Journal of Materials Processing Technology 155-156 (2004) 1307-1312.

[08] R. BHATTACHARYA, G. JHA, S. KUNDU, R. SHANKAR, N. GOPE: Influence of cooling rate on the structure and formation of oxide scale in low carbon steel wire rods during hot rolling. Surface & Coatings Technology 201 (2006) 526-532.

[09] R. Y. CHEN, W. Y. YUEN: A study of the scale structure of hot rolled steel strip by simulated coiling and cooling. Oxidation of Metals. Vol 53. Nos 5/6. 2000.

# 8. Anexos

## 8.1 Anexo I (DS850) y (DS702)

Ciclo	Colada	Grado	DS	OD [mm]	WT [mm]
63898	85292	TN150DW	850	244.48	11.99

Tabla AI-1 Detalles del material a caracterizar.

Elemento	Mínimo	Máximo	Obtenido
С			
Mn			
S			
Р			
Si			
Ni			
Cr			
Mo			
V			
Nb			
Ti			
Al			
В			
N			
Cu			

Tabla AI-2: Composición química del producto en porcentajes en peso.

Temperatura de austenizado	Permanencia (promedio) en horno (austenizado)	Temperatura máxima salida de temple	Temperatura de revenido	Permanencia (promedio) en horno (revenido)	Temperatura mínima de enderezado
[°C]	[min]	[°C]	[°C]	[min]	[°C]
900	46	120	580	74	400

Tabla AI-3 – Temperaturas de proceso especificadas para el ciclo 63898.

# Muestra	Tratamiento	Identificación
1	As Rolled	AR
2	Templado	Q
3	1er Temple y Revenido	1Q+T
4	2do Temple y Revenido	2Q+T
5	Sin Desescamar, 1er Temple y Revenido	S/D

Tabla AI-4 – Detalle muestras de planta.

# Muestra	Tratamiento	Condición	Identificación
1	As Rolled	Arenado	AAR
2	Temple	Arenado	AQ
3	Temple	Sin Arenar	SAQ
4	Temple y Revenido	Arenado	AQ+T
5	Temple y Revenido	Sin Arenar	SAQ+T

Tabla AI-5 – Detalle pruebas en mufla.

Temperatura de austenizado	Permanencia en mufla (austenizado)	Temperatura de revenido	Permanencia en mufla (revenido)
[°C]	[min]	[°C]	[min]
890	10	650	15

Tabla AI-6 – Temperaturas y tiempos de las pruebas en mufla.

Óxido	Fórmula	Porcentaje en peso en el óxido puro.	Relación atómica Fe/O en el óxido puro.
Hematita	Fe2O3	Fe 70%, O 30%	0.66
Magnetita	Fe3O4	Fe 72%, O 28%	0.75
Wüstita	FeO	Fe 78%, O 22%	1
Óxido rico en Cr y Mo	Fe2(Mo,Cr)O4		

Tabla 7 – Tipos de óxido y color utilizado en las micrografías indicando el óxido mas probable.

Ciclo	Colada	Grado	DS	OD [mm]	WT [mm]
63689	20783	TN95HC	702	244.48	11.99

Tabla AI-8. Detalles del material a caracterizar.

Elemento	Mínimo	Máximo	Obtenido
С			
Mn			
S			
Р			
Si			
Ni			
Cr			
Mo			
V			
Nb			
Ti			
Al			
В			
N			
Cu			

Tabla AI-9. Composición química del producto en porcentajes en peso.

Temperatura de austenizado	Permanencia (promedio) en horno (austenizado)	Temperatura máxima salida de temple	Temperatura de revenido	Permanencia (promedio) en horno (revenido)	Temperatura mínima de enderezado
[°C]	[min]	[°C]	[°C]	[min]	[°C]
870	39	180	553	58	410

Tabla AI-10. Temperaturas de proceso especificadas para el ciclo 63689.

# Muestra	Tratamiento	Identificación
1	As Rolled	AR
2	Templado	Q
3	Temple y Revenido	Q+T
4	Sin Desescamar, Temple y Revenido	S/D

Tabla AI-11. Detalle muestras de planta.

Óxido	Fórmula	Porcentaje en peso en el óxido puro.	Relación atómica Fe/O en el óxido puro.
Hematita	Fe2O3	Fe 70%, O 30%	0.66
Magnetita	Fe3O4	Fe 72%, O 28%	0.75
Wüstita	FeO	Fe 78%, O 22%	1

Tabla AI-12. Tipos de óxido y color utilizado en las micrografías indicando el óxido más probable

# 1. Introducción

Durante la etapa de ensayos del proceso de fabricación de un acero grado TN110SS (ciclo 65561) se encontró que un gran número de tubos arrojaron propiedades mecánicas fuera del rango admisible, aún luego de varios reprocesos, dado por los requisitos del producto y del cliente debido a la diferencia de espesor entre el cuerpo y el recalque (relación 2.68). Con el objeto de recuperar estos tubos y cumplir con la orden de fabricación se plantearon diferentes alternativas de tratamiento térmico a fin de encontrar una ventana de condiciones de hornos de Tratamiento Térmico (temperatura – permanencia) que permita alcanzar las propiedades simultáneamente en cuerpo y extremo.

# 2. Objetivo

Realizar pruebas de tratamiento térmico en recalque para un grado TN110SS a fin de lograr las propiedades mecánicas requeridas en el recalque mediante un tratamiento térmico adicional al aplicado a la longitud completa del tubo utilizando las distintas facilidades instaladas en TenarisSiderca.

## 3. Desarrollo

Se llevaron a cabo cinco pruebas en distintas instalaciones a fin de alcanzar, mediante tratamientos de revenido, las propiedades mecánicas deseadas. Dos de estas pruebas se enfocaron en distensionar el recalque solamente ya que fue en esta zona del producto donde no se cumplieron las propiedades (requisitos de dureza) al momento de la fabricación. Estas pruebas se realizaron utilizando los hornos de distensionado de las líneas PEMA (prensa Emmanuel) y SWA3 (línea de swaging N°3). Las tres pruebas restantes, con un enfoque mas general e industrial, se realizaron en las instalaciones del TTTU (tratamiento térmico tubing – LACO I) donde en la primera de estas pruebas se trató todo el tubo luego de un premecanizado del recalque en el cual se eliminaron 3mm en el espesor, la segunda opción evaluada en el TTTU consistió en la remoción por mecanizado de 1.5mm sólo en el diámetro externo del recalque y la última consistió en la realización de un revenido adicional a 252 tubos de la orden.

La Figura AII-1 del Anexo AII-I muestra el esquema de extracción de probetas de cada muestra para cada prueba a fin de caracterizar las propiedades mecánicas luego del TT.

Las tres líneas de acción encaradas se hallan explicadas a continuación:

### 3.1 Revenido en PEMA

Se trataron térmicamente ambos extremos recalcados de un tubo de producción utilizando la bobina de inducción con la que cuenta la prensa Emmanuel y se registró la temperatura alcanzada superficialmente por el extremo tratado utilizándose un pirómetro digital portátil. La temperatura máxima objetivo para el revenido se especificó en 700°C.

Previo al relevo de tensiones se cortó un anillo del extremo recalcado (de aproximadamente 1cm de espesor) a fin de hacer mediciones de dureza (anillo de dureza tipo 1 en cuatro cuadrantes) en el espesor que permitiesen ser comparados con los resultados obtenidos luego del tratamiento a temperatura.

Cada recalque revenido fue objeto de ensayos mecánicos (dureza en el espesor y tracción). Asimismo se hicieron ensayos de dureza longitudinal en la zona del recalque, la zona de desvanecimiento del mismo y el cuerpo del tubo no afectado por el tratamiento (ver Figura AII- 2 del Anexo AII-I). Las mismas probetas en las que se tomó dureza longitudinal fueron utilizadas para la evaluación metalográfica.

#### 3.2 Revenido en línea de distensionado de SWAGING

Se caracterizaron dos extremos recalcados mediante ensayos mecánicos luego del tratamiento térmico de acuerdo al esquema mostrado en la Figura AII-1 del Anexo AII-I. En este caso también se cortó previo al tratamiento un anillo para dureza en cuatro cuadrantes de cada extremo.

El tratamiento térmico se realizó con el sistema que se utiliza durante el distensionado post swaging en la línea de swageado número 3. El calentamiento a temperatura se logra mediante bobinas de inducción y es controlado en todo momento mediante los cuatro pirómetros con los que cuenta esta línea. Los pirómetros controlan la temperatura tanto en el exterior como en la cara interior del tubo a tratar por lo que el control de la temperatura resulta muy preciso. Cuando alguno de los cuatro pirómetros registra el valor de temperatura máximo permitido se interrumpe el calentamiento, siendo éste regulado por el sistema formado por las bobinas inductoras y los pirómetros.

Se alcanzó una temperatura sobre la cara interna del recalque de 650°C y en el exterior de 700°C, notándose un mejor control y repetibilidad de las condiciones de revenido.

Junto con la caracterización en tracción y dureza en el espesor, se hicieron mediciones de dureza en la dirección longitudinal y evaluación metalográfica (ver esquema mostrado en la Figura AII-2 del Anexo AII-I).

#### **3.3 Tratamientos en TTTU**

#### Temple y revenido de tubo completo luego de premecanizado del recalque (3mm)

Se mecanizó tanto el diámetro externo como el interno de los recalques en ambos extremos para 20 tubos, en la línea de roscado Premium. Con esta operación se eliminaron 1.5mm de cada lado en el espesor de los recalques lo cual facilitaría el tratamiento térmico para lograr las propiedades deseadas bajando la relación recalque a cuerpo a 2.36. Con este mecanizado se redujo el espesor desde los 25.5mm iniciales a 22.5mm aproximadamente.

Una vez mecanizados los recalques de los 20 tubos incluidos en esta prueba, los tubos fueron enviados al TTTU donde se trataron térmicamente por temple y revenido con las siguientes condiciones: temperatura de austenizado objetivo 910°C, temperatura de revenido 691°C. Uno de los tubos fue utilizado como muestra fast track de producción y luego de otros dos se cortaron muestras que fueron enviadas al Laboratorio Siderca para su evaluación de acuerdo a lo solicitado en la especificación de fabricación.

Como ensayo adicional se hizo una evaluación de dureza longitudinal y caracterización con metalografía óptica en uno de los recalques enviados por la planta al Laboratorio (ver Figura AII-2 del Anexo AII-I).

#### Temple y revenido de tubo completo luego de premecanizado del recalque (1.5mm)

Se mecanizó a la medida final el diámetro externo del recalque y el cono de desvanecimiento, para luego tomar por el recalque en la operación posterior y evitar excentricidades.

Para esta prueba se tomaron 12 de los tubos utilizados en la prueba de premecanizado explicada en el apartado anterior a los que, primero se cortaron los recalques existentes y luego en la PEMA se volvió a recalcar ambos extremos del total de los tubos. Una vez recalcados y en la línea de mecanizado Premium, se mecanizaron sólo en un extremo y en el diámetro externo a un espesor final de recalque de 24mm (la relación recalque/cuerpo obtenida con este proceso es de 2.52). Los extremos opuestos fueron mecanizados internamente dejando material para posterior torneado.

Estos 12 tubos fueron templados y revenidos en el TTTU en las condiciones estipuladas para la orden de producción.

#### Revenido adicional al 2Q+T de 252 tubos de la orden

Se llevó a cabo un doble revenido de 252 tubos a fin de evaluar las propiedades mecánicas y verificar si con esta opción se pueden cumplir todos los requisitos del producto y evitar los mecanizados previos, lo cual no sobrecargaría a la línea de roscado y haría factible la recuperación del total de los tubos en una operación industrial mas masiva.

La temperatura de revenido a utilizar es la misma que la especificada para los revenidos previos.

#### **3.4 Datos del material**

La Tabla AII-1 del Anexo AII-I muestra los datos del producto evaluado. En la Tabla AII-2 del mismo Anexo, se encuentran listados los requerimientos de propiedades mecánicas especificados para el producto objeto de estas pruebas según el procedimiento L3 OCPS 004 revisión 3.

Para cada una de las muestras tomadas de los tubos distensionados se realizaron ensayos de dureza en el espesor, dureza longitudinal y tracción en el recalque; y evaluación metalográfica tanto del extremo como del cuerpo de cada muestra tratada. La Figura AII-1 del Anexo AII-I muestra la ubicación de probetas a ensayar en cada condición.

En las muestras tomadas de los tubos revenidos en PEMA y SWA3, se caracterizó el material luego de TT en tres generatrices (una a 120° de la siguiente – ver Figura AII-1 del Anexo AII-I, denominadas G1, G2 y G3) y tres secciones en el recalque (denominadas A, B y C). De los 20 tubos tratados en el tratamiento térmico del LACO I se tomaron los ensayos realizados por el Laboratorio y se utilizaron los restos de las muestras existentes para completar la grilla de ensayos desarrollados para las opciones hechas en las líneas de distensionado (no se pudieron conseguir restos de la prueba con un mecanizado de 1.5mm en el OD, por lo que solamente se presentan los resultados de las otras dos pruebas llevadas a cabo).

### 4. Resultados

#### 4.1 Revenido en PEMA

Visualmente, durante el tratamiento, se notó un enrojecimiento del recalque, señal de que la temperatura habría superado ampliamente la objetivo de estas pruebas (ver Figura AII-36 del Anexo AII-VI). Durante la prueba del primer extremo tratado se comenzó con una baja velocidad de calentamiento la cual se incrementó cuando se alcanzó la temperatura de 400°C y en ningún momento la lectura hecha con el pirómetro externo mostró que se hubiese superado la temperatura objetivo de 700°C (ver Figuras AII-34 y AII-35 del Anexo AII-VI). El incremento en la velocidad de calentamiento se instrumentó con el objeto de optimizar el tiempo de proceso en la prensa. Debido a que el control de temperatura de esta línea no resulta preciso y el registro externo no mostró ser operativo debido a lo limitado del espacio físico para ubicar el equipo, el resultado de las mediciones de temperatura no puede ser considerado válido.

Los ensayos realizados confirman que el material fue sobre calentado. Los resultados de los ensayos de tracción, mostrados en la Tabla AII-3 del Anexo AII-II; y los resultados de dureza listados en el Anexo AII- III (Tablas de la AII-4 a la AII-13 y Figuras de la AII-4 a la AII-15)

muestran valores fuera de especificación para un acero de este grado.

Las Figuras AII-10 y AII-11 (Anexo AII-II) muestran otra complejidad asociada con esta prueba en esta instalación, la cual consistió en la ubicación del recalque dentro de la bobina inductora del horno. La no repetibilidad en el posicionado del recalque dentro del horno queda evidenciado en el perfil de dureza hecho longitudinalmente. Para el extremo 1 la zona de desvanecimiento del recalque fue afectada por la temperatura en tanto que en la segunda prueba (extremo 2) esta zona tiene los mismo valores de dureza que el cuerpo del tubo tratado previamente (no se vio afectado por el revenido). Las micrografías mostradas tanto en las Figuras AII-12 a AII-15 (Anexo AII-II) como en las Figuras AII-40 y AII-41 del Anexo AII-VII, muestran esta diferencia en los cambios microestructurales.

Para el extremo 1 se evidencia que todo el recalque y en todo su espesor, luego del TT, la microestructura final consiste en una mezcla de ferrita acicular, perlita y bainita, siendo las cantidades relativas de estos microconstituyentes variables dependiendo la posición en el espesor. Hacia el borde externo del recalque se observa ferrita y precipitados de perlita, consistente con el hecho de ser esta zona la mas afectada por la bobina inductora. En la parte central, además de ferrita y perlita hay bainita cuya cantidad relativa se incrementa hacia el borde interno del recalque.

En el extremo 2 (Figura AII-41) puede verse el efecto localizado sólo sobre el borde exterior del recalque encontrándose en esta zona ferrita y perlita. La zona central e interna del recalque muestra martensita revenida conteniendo además ferrita en forma muy dispersa. Esta última condición se repite para la zona de desvanecimiento del recalque, siendo la microestructura del cuerpo del tubo martensita revenida en su totalidad.

Los resultados de los ensayos realizados para los dos extremos revenidos en la prensa Emmanuel mostraron que el material se reaustenizó por lo que no se lograron las propiedades mecánicas deseadas.

#### 4.2 Revenido en línea de distensionado de SWAGING

La Tabla AII-3 muestra los resultados de los ensayos de tracción para los extremos evaluados. Los resultados obtenidos, ya sea de tensión de fluencia como la máxima tensión de rotura cumplen con los requisitos establecidos para este producto. En la Figura AII-3 del mismo Anexo puede notarse la diferencia entre los extremos revenidos en PEMA y los que fueron distensionados en la SWA3.

El Anexo AII-IV, Tablas de la AII-14 a la AII-23 y Figuras de la AII-16 a la AII-23, muestra los resultados de los ensayos de dureza llevados a cabo a fin de caracterizar esta propiedad en los extremos tratados térmicamente en la línea SWA3.

Las Tablas AII-14 y AII-15 muestran los datos de dureza Rockwell C relevados de ambos extremos recalcados previos al TT. Sendos extremos no muestran variación de dureza fuera lo especificado para el producto, aunque los valores individuales se encuentran recostados sobre el máximo admisible y en el extremo 2 caracterizado hay dos lecturas fuera de especificación. Luego del revenido se pudo observar una notable mejora en las lecturas de dureza en el espesor, no encontrándose valores superiores a los 27.7 HRc en promedio. Las Figuras AII-19 y AII-20 resumen los resultados obtenidos con los ensayos de dureza en el espesor en las tres secciones analizadas junto a los resultados del anillo extraído previo al tratamiento térmico.

Las Tablas AII-22 y AII-23, junto a las Figuras AII-22 y AII-23 del Anexo AII-IV; revelan que la dureza en la sección longitudinal para los recalques revenidos con los hornos de distensionado de la línea SWA3 no muestran diferencias entre la zona afectada por el calor y el cuerpo del tubo tratado previamente.

La Figura AII-39 del Anexo AII-VI muestra las instalaciones de la línea de swaging utilizadas en las pruebas de revenido. Las Figuras AII-37 y AII-38 del mismo Anexo, muestran las curvas de calentamiento de los recalques registradas con el pirómetro externo. En estas Figuras puede notarse dos picos que indican los arrestos en la temperatura de calentamiento de los recalques cuando los pirómetros propios del horno de distensionado de la línea registraron una temperatura de 710°C sobre la cara externa del extremo. En el instante en que el pirómetro de la línea registró el valor de 710°C en el externo, la cara interna registró valores de 620 para el extremo 1 y 628°C para el extremo 2; estas temperaturas fueron registradas por el pirómetro afectado a medir la temperatura en al cara interna del extremo de la SWA3. Con el objeto de homogeneizar la temperatura en el espesor se calentó una segunda vez y la inercia térmica luego de detenido este segundo paso llevó la temperatura en la cara interna del recalque a un valor máximo de 630 y 637°C correspondientes a los extremos 1 y 2.

El análisis metalográfico hecho utilizando microscopía óptica, mostrado en las Figuras AII-24 a AII-27 del Anexo AII-IV y las Figuras AII-42 y AII-43 del Anexo AII-VII, muestran que la microestructura en ambos extremos consta de martensita revenida.

#### 4.3 Tratamiento térmico en TTTU

#### Temple y revenido de tubo completo luego de premecanizado del recalque (3mm)

Los resultados de los ensayos llevados a cabo por el Laboratorio Siderca según los requisitos de producción confirman que se cumplen todos los requerimientos especificados en los documentos de fabricación del producto.

La evaluación de dureza en la dirección longitudinal realizada para este reporte no muestra ningún valor fuera del rango comprendido entre 25 y 27HRc. La máxima variación obtenida en los resultados es de 0.6HRc en el recalque y de 1.4HRc en la zona del cuerpo (Tabla AII-24 y Figura AII-28 del Anexo AII-V).

La evaluación metalográfica hecha con microscopía óptica muestra martensita revenida en todas las zonas (ver Figuras AII-29 y AII-30 del Anexo AII-V, y Figura AII-44 del Anexo AII-VII).

En el Anexo AII-VIII, Figura AII-46, se muestran imágenes de la problemática hallada en las líneas de roscado al momento de hacer el mecanizado final. De los 17 tubos que se enviaron a roscar sólo 3 no presentaron esta defectología en el diámetro externo e interno (zonas negras). Además, según personal de la línea Premium, se encontró una cierta excentricidad de los tubos lo que originó problemas en las mordazas de los tornos. Por lo tanto, aunque los resultados de los ensayos mecánicos dieron valores acordes a los requeridos, los problemas vistos durante el cilindrado final hacen inviable esta práctica con el nivel de reducción de los recalques como se hicieron para esta prueba.

#### Temple y revenido de tubo completo luego de premecanizado del recalque (1.5mm)

Luego de hacer el tratamiento térmico de estos 12 tubos no se observaron ovalizaciones de los extremos recalcados aunque sí algunas marcas atribuibles a golpes durante la carga en el horno y posterior paso por la enderezadora.

Estos tubos se enviaron a arenar (a principios de marzo) para observar si el mecanizado y posterior tratamiento térmico afectó de alguna manera, dimensionalmente, la zona cilindrada de los recalques. El arenado se planteó como proceso adicional debido a que la superficie externa es una superficie terminada. Por igual motivo, según recomendación de la línea de mecanizado, se deben evitar los golpes en caliente después del TT ya que la tolerancia dada por el premecanizado se encuentra muy próxima a la final. Durante el cilindrado a la medida definitiva se hallaron zonas negras lo cual resulta inadmisible para este tipo de producto.

Revenido adicional al 2Q+T de 252 tubos de la orden

Los resultados de los ensayos de propiedades mecánicas realizados por el laboratorio de Tenaris Siderca mostraron que tanto en el cuerpo como en el recalque, con este tratamiento térmico adicional, se cumplen todos los requisitos requeridos por el producto.

La evaluación de dureza en la dirección longitudinal realizada para este reporte en forma adicional a los ensayos de producción, no muestra ningún valor fuera del rango admisible para este tipo de producto. La máxima variación obtenida en los resultados es de 1.7HRc en el recalque y de 0.8HRc en la zona del cuerpo (Tabla AII-25 y Figura AII-31 del Anexo AII-V). A partir de estos resultados se observa que la zona del recalque denominada como 1 (la zona mas alejada del cuerpo) es la que presente la menor dureza de las cuatro zonas evaluadas incluyendo la porción del cuerpo, y a su vez tiene la mayor dispersión en los resultados. La menor variación en los valores de dureza se da en la zona del cuerpo. Esta variación en los valores de dureza es máxima en la zona 1 del recalque y disminuye a medida que se avanza en la dirección del cuerpo de los tubos tratados.

La evaluación metalográfica hecha con microscopía óptica muestra martensita revenida en todas las zonas, siendo esta prueba la que menor variación en la microestructura mostró de todas las realizadas para resolver el problema planteado al inicio de este informe (ver Figuras AII-32 y AII-33 del Anexo AII-V, y Figura AII-45 del Anexo AII-VII).

## **5.** Conclusiones

En el revenido en la PEMA no se tuvo buen control de la temperatura y el material reaustenizó. Se puede repetir la prueba pero parece difícil controlar la temperatura en los rangos requeridos.

El revenido en la SWA3 arrojó valores acordes a los especificados para el producto, al menos en esta prueba. Se logró bajar la dureza sin disminuir las propiedades mecánicas en la zona del recalque. La productividad es baja dado que sólo se puede tratar un extremo por vez.

El mecanizado del recalque y posterior tratamiento en el TTTU (Q+T), a nivel industrial es una opción viable. En la prueba desarrollada, con una disminución en el espesor de 3mm, se logró bajar la dureza y cumplir con las propiedades mecánicas en el recalque sin afectar al cuerpo del tubo, aunque se encontró un problema en la etapa de mecanizado final difícil de superar (zonas negras). En el caso del premecanizado sólo en el externo del recalque las pruebas de propiedades mecánicas resultaron satisfactorias aunque durante el cilindrado final se encontraron zonas negras por lo que los tubos fueron descartados.

Finalmente el resto de la orden se hizo luego de varios TT, realizados en el TTTU (T). Si bien finalmente el resultado fue satisfactorio y se pudo cumplir con la orden; el reproceso múltiple no es una opción viable por el costo del reproceso y la pérdida de peso. Usar un revenido localizado parece una opción, pero se debe optimizar a nivel industrial (si bien no se cumple con el párrafo 6.2.1. de API 5CT/ISO 11960 versión vigente en donde se indica que el tratamiento térmico del recalque debe hacerse tratando térmicamente al tubo por completo).

Estos resultados indican que este tipo de producto no es realizable con una productividad adecuada en la planta hoy en día. Las opciones a futuro son tener una propiedad mecánica diferencial entre el cuerpo y el recalque o debería plantearse para futuras órdenes de similares características, modificaciones en el diseño del recalque evaluando la capacidad de las prensas para obtener menores espesores de recalque; que eviten la problemática del tratamiento térmico en productos con una relación espesor de cuerpo a recalque como las del producto objeto de estas pruebas.

### Anexos

- AII-I. Detalles del material utilizado en las pruebas de planta Requisitos de tracción y dureza del producto evaluado dadas por los procedimientos vigentes Esquemas de cortes de probetas para la caracterización de recalques a tratar térmicamente.
- AII-II. Resultados de los ensayos de tracción de las pruebas realizadas en los extremos caracterizados.
- AII-III. Resultados de los ensayos de dureza en el espesor y longitudinal para la prueba de revenido del recalque desarrollada en la PEMA Microestructura observada en la línea media del recalque para los dos extremos caracterizados.
- AII-IV. Resultados de los ensayos de dureza en el espesor y longitudinal para la prueba de revenido del recalque desarrollada en la SWA3 – Microestructura observada en la línea media del recalque para los dos extremos caracterizados.
- AII-V. Resultados de los ensayos de dureza longitudinal para la primer prueba de TT en TTTU con recalque mecanizado (3mm) y para el material con revenido adicional Microestructura observada en la línea media de uno de los recalques de ambas pruebas.
- AII-VI. Pirometrías y fotografía digital registradas durante las pruebas en los hornos de distensionado de la PEMA y línea SWA3.
- AII-VII. Metalografías de las secciones longitudinales de los recalques revenidos en PEMA, SWA3, y dos de las pruebas realizadas en TTTU (reducción del espesor del recalque en 3mm y doble revenido de 252 tubos de producción).
- AII-VIII. Fotografía digital de los recalques luego del mecanizado a las dimensiones finales (primer prueba en TTTU).

### ANEXO AII-I

Ciclo	Coladas	Grado	DS	Diámetro [mm]	Espesor cuerpo [mm]	Espesor extremo [mm]
65561	49385 45471	TN110SS	856	88.90	9.52	25.50

Tabla AII-1 – Detalle del material estudiado (en PEMA y TTTU colada 49385, y en prueba con SWA3 corresponde la colada 45417).

		Trac	ción •		Dureza Ø
Producto	YS	YS	UTS	UTS	HRc
	min.	máx.	min.	máx.	máx.
	(MPa)	(MPa)	(MPa)	(MPa	individual
65561	758	862	793	*	29

\*: No posee requerimientos en el procedimiento.

Ø: Variación máxima admisible 3.0 HRc en el cuerpo y 6.0 HRc en el recalque.

•: Al 0.6% de deformación total bajo carga. El mismo requisito aplica tanto al recalque como al cuerpo del tubo.

Tabla AII-2 – Requerimientos de tracción y dureza para el grado TN110SS listados en el procedimiento L3 OCPS 004 revisión 3.



Figura AII-1 – Extracción de probetas para los extremos revenidos.



Figura AII-2 – Identificación de zonas para la medición de dureza longitudinal y metalografía.

ANEXO AII-II:	Resultados	ensayos	de	tracción.
	-	<b>J</b>		

Ciclo	Colada	Línea distensionado	Extremo	Tensión de fluencia [MPa]	Tensión de rotura [MPa]	Elongación [%]	YS/UTS
40205	PEMA	1	537.74	669.23	28.00	0.80	
	47303	PEMA	2	597.23	720.45	24.77	0.83
65561	15171	SWA3	1	844.11	899.15	19.79	0.94
00001	43471	SWA3	2	821.91	895.66	19.73	0.92
402	/0385	TTTU	Q+T	803.42	881.86	21.40	0.91
	47303	TTTU	Т	808.81	882.23	21.30	0.92

Tabla AII-3 – Resultados ensayos de tracción.



Figura AII-3 – Tensión de fluencia y máxima tensión de rotura para los cinco recalques caracterizados.

Interior

Extremo 1	Posición	D	ureza HF	Rc	Promedio	Máximo/Mínimo	mo/Mínimo	
Cuadrante 1	Exterior	29.6	27.2	27.3	28.0	Valor Máx Prom.	28.2	
	Medio	27.9	28.4	28.3	28.2	Valor Mín Prom.	28.0	
	Interior	27.9	27.7	28.4	28.0	Diferencia	0.2	
	Exterior	27.5	28.1	27.1	27.6	Valor Máx Prom.	28.2	
Cuadrante 2	Medio	28.4	27.9	27.2	27.8	Valor Mín Prom.	27.6	
	Interior	27.8	28.6	28.1	28.2	Diferencia	0.6	
	Exterior	27.6	28.8	28.3	28.2	Valor Máx Prom.	28.2	
Cuadrante 3	Medio	28.2	28.6	27.9	28.2	Valor Mín Prom.	27.8	
	Interior	27.9	27.1	28.3	27.8	Diferencia	0.5	
	Exterior	26.9	28.9	28.3	28.0	Valor Máx Prom.	28.0	
Cuadrante 4	Medio	26.5	28.1	27.7	27.4	Valor Mín Prom.	27.4	

## ANEXO AII-III: Resultados de los ensayos de dureza (revenido en PEMA)

Tabla AII-4: Resultados ensayos de dureza HRc en 4 cuadrantes tipo 1 en el recalque sin revenir (Extremo 1 – Prensa Emmanuel)

27.7

27.7

Diferencia

0.6

27.8

27.5

Extremo 2	Posición	D	ureza HF	Rc	Promedio	Máximo/Mínimo	)
	Exterior	29.1	29.4	28.7	29.1	Valor Máx Prom.	29.1
Cuadrante 1	Medio	28.2	28.5	28.6	28.4	Valor Mín Prom.	28.3
	Interior	27.8	28.4	28.6	28.3	Diferencia	0.8
	Exterior	28.4	28.7	28.4	28.5	Valor Máx Prom.	28.5
Cuadrante 2	Medio	28.1	28.8	28.4	28.4	Valor Mín Prom.	28.3
	Interior	28.1	28.6	28.2	28.3	Diferencia	0.2
	Exterior	27.3	28.1	28.1	27.8	Valor Máx Prom.	27.9
Cuadrante 3	Medio	28.0	27.6	28.0	27.9	Valor Mín Prom.	27.8
	Interior	27.9	27.7	28.0	27.9	Diferencia	0.1
	Exterior	26.9	28.2	28.2	27.8	Valor Máx Prom.	28.1
Cuadrante 4	Medio	27.8	26.1	28.4	27.4	Valor Mín Prom.	27.4
	Interior	28.0	28.1	28.3	28.1	Diferencia	0.7

Tabla AII-5: Resultados ensayos de dureza HRc en 4 cuadrantes tipo 1 en el recalque sin revenir (Extremo 2 – Prensa Emmanuel)









Sección A	Posición	Dureza HRc			Promedio	Máximo/Mínimo		
Cuadrante 1	Exterior	14.2	13.4	13.4	13.7	Valor Máx Prom.	19.7	
	Medio	16.1	17.2	16.9	16.7	Valor Mín Prom.	13.7	
	Interior	19.2	20.5	19.4	19.7	Diferencia	6.0	
	Exterior	13.7	14.1	13.6	13.8	Valor Máx Prom.	15.8	
Cuadrante 2	Medio	15.6	15.6	16.2	15.8	Valor Mín Prom.	13.8	
	Interior	13.8	14.5	14.6	14.3	Diferencia	2.0	
	Exterior	13.2	13.5	14.3	13.7	Valor Máx Prom.	17.0	
Cuadrante 3	Medio	14.6	14.4	14.6	14.5	Valor Mín Prom.	13.7	
	Interior	16.8	17.0	17.1	17.0	Diferencia	3.3	

Tabla AII-6: Resultados ensayos de dureza HRc en 3 cuadrantes tipo 1 en el recalque revenido (Extremo 1 – Sección A – Prensa Emmanuel)

Sección B	Posición	Dureza HRc		Promedio	Máximo/Mínimo		
Cuadrante 1	Exterior	14.1	15.2	14.4	14.6	Valor Máx Prom.	16.0
	Medio	15.0	16.4	14.9	15.4	Valor Mín Prom.	14.6
	Interior	16.0	17.6	14.5	16.0	Diferencia	1.5
	Exterior	12.9	13.3	13.6	13.3	Valor Máx Prom.	14.9
Cuadrante 2	Medio	13.8	13.9	14.2	14.0	Valor Mín Prom.	13.3
	Interior	15.2	14.4	15.0	14.9	Diferencia	1.6
	Exterior	13.6	13.3	12.9	13.3	Valor Máx Prom.	15.2
Cuadrante 3	Medio	15.1	15.4	15.2	15.2	Valor Mín Prom.	13.3
	Interior	15.5	15.0	15.0	15.2	Diferencia	2.0

Tabla AII-7: Resultados ensayos de dureza HRc en 3 cuadrantes tipo 1 en el recalque revenido (Extremo 1 – Sección B – Prensa Emmanuel)

Sección C	Posición	D	Dureza HRc		Promedio	Máximo/Mínimo	)
	Exterior	13.8	13.5	14.2	13.8	Valor Máx Prom.	15.2
Cuadrante 1	Medio	15.6	14.7	15.3	15.2	Valor Mín Prom.	13.8
	Interior	13.8	14.0	14.9	14.2	Diferencia	1.4
	Exterior	15.0	15.5	15.6	15.4	Valor Máx Prom.	15.6
Cuadrante 2	Medio	15.3	15.9	15.3	15.5	Valor Mín Prom.	15.4
	Interior	15.1	15.9	15.7	15.6	Diferencia	0.2
	Exterior	14.6	15.2	15.0	14.9	Valor Máx Prom.	15.6
Cuadrante 3	Medio	16.0	15.7	15.1	15.6	Valor Mín Prom.	14.9
	Interior	14.5	14.6	15.7	14.9	Diferencia	0.7

Tabla AII-8: Resultados ensayos de dureza HRc en 3 cuadrantes tipo 1 en el recalque revenido (Extremo 1 – Sección C – Prensa Emmanuel)







Figura AII-7 – Promedio de los resultados de dureza mostrados en las Tablas AII-4, AII-6, AII-7 y AII-8. (Extremo 1 – PEMA)

Sección A	Posición	Dureza HRc			Promedio	Máximo/Mínimo	
Cuadrante 1	Exterior	16.2	17.1	16.1	16.5	Valor Máx Prom.	21.5
	Medio	19.3	20.7	21.0	20.3	Valor Mín Prom.	16.5
	Interior	21.4	20.8	22.3	21.5	Diferencia	5.0
	Exterior	15.8	14.7	14.2	14.9	Valor Máx Prom.	21.2
Cuadrante 2	Medio	16.3	17.6	17.4	17.1	Valor Mín Prom.	14.9
	Interior	21.0	21.0	21.7	21.2	Diferencia	6.3
	Exterior	16.7	16.9	15.8	16.5	Valor Máx Prom.	22.5
Cuadrante 3	Medio	22.0	21.5	21.1	21.5	Valor Mín Prom.	16.5
	Interior	22.6	22.5	22.3	22.5	Diferencia	6.0

Tabla AII-9: Resultados ensayos de dureza HRc en 3 cuadrantes tipo 1 en el recalque revenido (Extremo 2 – Sección A – Prensa Emmanuel)

Sección B	Posición	Dureza HRc			Promedio	Máximo/Mínimo	
	Exterior	16.7	15.9	15.6	16.1	Valor Máx Prom.	20.3
Cuadrante 1	Medio	19.2	18.0	18.9	18.7	Valor Mín Prom.	16.1
	Interior	19.8	21.0	20.2	20.3	Diferencia	4.3
	Exterior	16.5	16.3	16.5	16.4	Valor Máx Prom.	19.6
Cuadrante 2	Medio	18.6	19.5	19.3	19.1	Valor Mín Prom.	16.4
	Interior	19.4	19.7	19.6	19.6	Diferencia	3.1
	Exterior	15.9	16.2	15.4	15.8	Valor Máx Prom.	18.5
Cuadrante 3	Medio	17.6	18.0	17.9	17.8	Valor Mín Prom.	15.8
	Interior	17.8	19.1	18.7	18.5	Diferencia	2.7

Tabla AII-10: Resultados ensayos de dureza HRc en 3 cuadrantes tipo 1 en el recalque revenido (Extremo 2 – Sección B – Prensa Emmanuel)

Sección C	Posición	Dureza HRc		Promedio	Máximo/Mínimo	)	
Cuadrante 1	Exterior	15.0	16.2	15.3	15.5	Valor Máx Prom.	21.0
	Medio	19.7	20.2	19.8	19.9	Valor Mín Prom.	15.5
	Interior	21.0	21.5	20.6	21.0	Diferencia	5.5
	Exterior	16.4	16.7	17.3	16.8	Valor Máx Prom.	22.0
Cuadrante 2	Medio	21.0	22.3	22.6	22.0	Valor Mín Prom.	16.8
	Interior	21.5	21.4	22.0	21.6	Diferencia	5.2
	Exterior	16.4	15.7	15.0	15.7	Valor Máx Prom.	21.4
Cuadrante 3	Medio	18.8	18.0	19.4	18.7	Valor Mín Prom.	15.7
	Interior	20.4	21.6	22.3	21.4	Diferencia	5.7

Tabla AII-11: Resultados ensayos de dureza HRc en 3 cuadrantes tipo 1 en el recalque revenido (Extremo 2 – Sección C – Prensa Emmanuel)









Extremo 1	Posición	Dureza HRc		Promedio	Máximo/Mínimo		
Recalque	Exterior	12.5	12.7	13.5	12.9	Valor Máx Prom.	13.8
	Medio	12.7	13.3	14.1	13.4	Valor Mín Prom.	12.9
	Interior	14.2	13.6	13.6	13.8	Diferencia	0.9
Docalquio	Exterior	10.7	11.2	11.0	11.0	Valor Máx Prom.	13.4
	Medio	12.8	13.4	12.9	13.0	Valor Mín Prom.	11.0
20110 2	Interior	13.2	13.0	14.0	13.4	Diferencia	2.4
	Exterior	14.5	18.0	22.3	18.3	Valor Máx Prom.	20.2
Desvanecimiento	Medio	16.1	20.0	22.2	19.4	Valor Mín Prom.	18.3
	Interior	17.3	20.8	22.4	20.2	Diferencia	1.9
Cuerpo	Exterior	25.6	26.8	27.0	26.5	Valor Máx Prom.	27.0
	Medio	26.6	27.5	26.8	27.0	Valor Mín Prom.	26.5
	Interior	26.9	27.1	26.5	26.8	Diferencia	0.5

Tabla AII-12: Resultados ensayos de dureza longitudinal HRc en 4 zonas (recalque y cuerpo) tipo 1 (Extremo 1 – Prensa Emmanuel)

Extremo 2	Posición	Dureza HRc		Promedio	Máximo/Mínimo		
Docalqua	Exterior	16.1	15.4	15.8	15.8	Valor Máx Prom.	21.1
zona 1	Medio	18.6	17.6	17.4	17.9	Valor Mín Prom.	15.8
20110	Interior	22.5	21.5	19.4	21.1	Diferencia	5.4
Docalquia	Exterior	15.8	15.1	16.9	15.9	Valor Máx Prom.	21.2
	Medio	15.2	16.9	18.2	16.8	Valor Mín Prom.	15.9
20110 2	Interior	19.0	22.0	22.5	21.2	Diferencia	5.2
	Exterior	27.4	28.2	27.7	27.8	Valor Máx Prom.	27.8
Desvanecimiento	Medio	27.4	27.9	28.0	27.8	Valor Mín Prom.	27.6
	Interior	27.5	27.7	27.6	27.6	Diferencia	0.2
Cuerpo	Exterior	27.0	26.6	26.8	26.8	Valor Máx Prom.	27.7
	Medio	27.7	27.0	26.8	27.2	Valor Mín Prom.	26.8
	Interior	28.1	27.3	27.6	27.7	Diferencia	0.9

Tabla AII-13: Resultados ensayos de dureza longitudinal HRc en 4 zonas (recalque y cuerpo) tipo 1 (Extremo 2 – Prensa Emmanuel)











Figura AII-12 – Microestructura de la zona 1 – línea media del recalque revenido en PEMA. (Extremo 1 – Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)



Figura AII-13 – Microestructura de la zona 2 – línea media del recalque revenido en PEMA. (Extremo 1 – Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)



Figura AII-14 – Microestructura de la zona 1 – línea media del recalque revenido en PEMA. (Extremo 2 – Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)



Figura AII-15 – Microestructura de la zona 2 – línea media del recalque revenido en PEMA. (Extremo 2 – Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)

Extremo 1	Posición	Dureza HRc			Promedio	Máximo/Mínimo		
	Exterior	28.6	28.6	28.7	28.6	Valor Máx Prom.	28.6	
Cuadrante 1	Medio	28.3	28.6	28.6	28.5	Valor Mín Prom.	28.5	
	Interior	28.7	28.6	28.6	28.6	Diferencia	0.1	
Cuadrante 2	Exterior	28.1	28.5	28.3	28.3	Valor Máx Prom.	28.8	
	Medio	28.7	28.7	28.9	28.8	Valor Mín Prom.	28.3	
	Interior	28.5	28.5	28.5	28.5	Diferencia	0.5	
	Exterior	27.2	27.6	27.4	27.4	Valor Máx Prom.	28.3	
Cuadrante 3	Medio	27.9	28.2	28.4	28.2	Valor Mín Prom.	27.4	
	Interior	28.3	28.2	28.5	28.3	Diferencia	0.9	
Cuadrante 4	Exterior	26.9	27.7	28.0	27.5	Valor Máx Prom.	28.3	
	Medio	27.6	28.5	28.0	28.0	Valor Mín Prom.	27.5	
	Interior	28.2	28.3	28.5	28.3	Diferencia	0.8	

Tabla AII-14: Resultados ensayos de dureza HRc en 4 cuadrantes tipo 1 en el recalque sin revenir (Extremo 1 – Línea Premium)

Extremo 2	Posición	Dureza HRc			Promedio	Máximo/Mínimo	
	Exterior	28.5	28.5	28.6	28.5	Valor Máx Prom.	29.0
Cuadrante 1	Medio	28.7	28.8	29.0	28.8	Valor Mín Prom.	28.5
	Interior	28.6	29.3	29.1	29.0	Diferencia	0.5
	Exterior	27.1	27.7	27.6	27.5	Valor Máx Prom.	27.8
Cuadrante 2	Medio	27.7	27.7	27.9	27.8	Valor Mín Prom.	27.5
	Interior	28.2	27.7	27.0	27.6	Diferencia	0.3
	Exterior	27.7	28.0	26.4	27.4	Valor Máx Prom.	28.2
Cuadrante 3	Medio	27.6	27.8	29.0	28.1	Valor Mín Prom.	27.4
	Interior	27.9	28.4	28.4	28.2	Diferencia	0.9
Cuadrante 4	Exterior	27.8	28.5	28.4	28.2	Valor Máx Prom.	28.2
	Medio	28.3	28.1	28.0	28.1	Valor Mín Prom.	27.8
	Interior	27.6	27.8	27.9	27.8	Diferencia	0.5

Tabla AII-15: Resultados ensayos de dureza HRc en 4 cuadrantes tipo 1 en el recalque sin revenir (Extremo 2 – Línea Premium)



Figura AII-16 – Promedio de los resultados de dureza por cuadrante mostrados en la Tabla AII-14. (Extremo 1 – SWA3)



Figura AII-17 – Promedio de los resultados de dureza por cuadrante mostrados en la Tabla AII-15. (Extremo 2 – SWA3)

Sección A	Posición	Dureza HRc			Promedio	Máximo/Mínimo	
Cuadrante 1	Exterior	26.8	27.7	26.8	27.1	Valor Máx Prom.	27.2
	Medio	27.6	27.3	26.8	27.2	Valor Mín Prom.	26.9
	Interior	27.0	26.9	26.9	26.9	Diferencia	0.3
	Exterior	27.1	27.0	27.2	27.1	Valor Máx Prom.	27.3
Cuadrante 2	Medio	27.1	27.4	27.3	27.3	Valor Mín Prom.	27.1
	Interior	27.2	27.2	27.5	27.3	Diferencia	0.2
Cuadrante 3	Exterior	26.7	26.9	26.8	26.8	Valor Máx Prom.	26.9
	Medio	27.1	27.0	26.7	26.9	Valor Mín Prom.	26.5
	Interior	26.2	26.5	26.9	26.5	Diferencia	0.4

Tabla AII-16: Resultados ensayos de dureza HRc en 3 cuadrantes tipo 1 en el recalque revenido (Extremo 1 – Sección A – SWA3)

Sección B	Posición	Dureza HRc			Promedio	Máximo/Mínimo	
Cuadrante 1	Exterior	26.6	25.9	26.6	26.4	Valor Máx Prom.	27.5
	Medio	27.4	27.6	27.5	27.5	Valor Mín Prom.	26.2
	Interior	26.7	25.8	26.1	26.2	Diferencia	1.3
	Exterior	25.9	27.2	26.1	26.4	Valor Máx Prom.	27.2
Cuadrante 2	Medio	27.6	26.7	27.4	27.2	Valor Mín Prom.	26.4
	Interior	26.2	26.6	26.5	26.4	Diferencia	0.8
Cuadrante 3	Exterior	25.9	25.5	26.0	25.8	Valor Máx Prom.	27.7
	Medio	27.2	27.6	28.2	27.7	Valor Mín Prom.	25.8
	Interior	26.4	27.1	26.6	26.7	Diferencia	1.9

Tabla AII-17: Resultados ensayos de dureza HRc en 3 cuadrantes tipo 1 en el recalque revenido (Extremo 1 – Sección B – SWA3)

Sección C	Posición	Dureza HRc			Promedio	Máximo/Mínimo	
	Exterior	27.1	27.7	27.1	27.3	Valor Máx Prom.	27.5
Cuadrante 1	Medio	27.6	27.8	27.2	27.5	Valor Mín Prom.	26.4
	Interior	26.6	26.3	26.4	26.4	Diferencia	1.1
	Exterior	27.1	27.5	26.8	27.1	Valor Máx Prom.	27.2
Cuadrante 2	Medio	27.5	26.8	27.3	27.2	Valor Mín Prom.	26.5
	Interior	26.1	26.7	26.6	26.5	Diferencia	0.7
Cuadrante 3	Exterior	26.9	28.0	26.9	27.3	Valor Máx Prom.	27.4
	Medio	27.4	27.8	27.1	27.4	Valor Mín Prom.	26.3
	Interior	26.6	26.2	26.2	26.3	Diferencia	1.1

Tabla AII-18: Resultados ensayos de dureza HRc en 3 cuadrantes tipo 1 en el recalque revenido (Extremo 1 – Sección C – SWA3)


Figura AII-18 – Promedio de los resultados de dureza mostrados en las Tablas AII-16, AII-17 y AII-18 combinando la información de los tres cuadrantes evaluados en el recalque revenido. (Extremo 1 – SWA3)



Figura AII-19 – Promedio de los resultados de dureza mostrados en las Tablas AII-14, AII-16, AII-17 y AII-18. (Extremo 1 – SWA3)

Sección A	Posición	Dureza HRc		Promedio	Máximo/Mínimo		
Cuadrante 1	Exterior	26.9	27.6	27.5	27.3	Valor Máx Prom.	27.5
	Medio	27.5	27.5	27.1	27.4	Valor Mín Prom.	27.3
	Interior	26.8	28.5	27.1	27.5	Diferencia	0.1
Cuadrante 2	Exterior	26.5	26.8	27.0	26.8	Valor Máx Prom.	27.2
	Medio	27.5	27.3	26.7	27.2	Valor Mín Prom.	26.8
	Interior	26.4	27.5	27.3	27.1	Diferencia	0.4
Cuadrante 3	Exterior	26.6	27.3	27.1	27.0	Valor Máx Prom.	27.1
	Medio	27.1	26.7	27.4	27.1	Valor Mín Prom.	26.7
	Interior	26.5	26.9	26.7	26.7	Diferencia	0.4

Tabla AII-19: Resultados ensayos de dureza HRc en 3 cuadrantes tipo 1 en el recalque revenido (Extremo 2 – Sección A – SWA3)

Sección B	Posición	Dureza HRc			Promedio	Máximo/Mínimo	
Cuadrante 1	Exterior	26.1	26.4	26.9	26.5	Valor Máx Prom.	27.1
	Medio	27.1	27.3	26.8	27.1	Valor Mín Prom.	26.5
	Interior	26.1	27.3	27.0	26.8	Diferencia	0.6
Cuadrante 2	Exterior	26.5	26.2	26.4	26.4	Valor Máx Prom.	27.3
	Medio	27.4	27.3	27.2	27.3	Valor Mín Prom.	26.3
	Interior	25.8	26.3	26.8	26.3	Diferencia	1.0
Cuadrante 3	Exterior	26.2	26.8	26.7	26.6	Valor Máx Prom.	27.4
	Medio	27.3	27.4	27.5	27.4	Valor Mín Prom.	26.6
	Interior	26.5	26.3	26.9	26.6	Diferencia	0.8

Tabla AII-20: Resultados ensayos de dureza HRc en 3 cuadrantes tipo 1 en el recalque revenido (Extremo 2 – Sección B – SWA3)

Sección C	Posición	Dureza HRc			Promedio	Máximo/Mínimo	
Cuadrante 1	Exterior	27.3	27.5	26.8	27.2	Valor Máx Prom.	27.2
	Medio	27.5	27.3	26.6	27.1	Valor Mín Prom.	26.7
	Interior	26.7	27.0	26.3	26.7	Diferencia	0.5
Cuadrante 2	Exterior	25.9	26.4	26.8	26.4	Valor Máx Prom.	27.1
	Medio	27.1	27.1	27.1	27.1	Valor Mín Prom.	26.2
	Interior	26.0	26.2	26.3	26.2	Diferencia	0.9
Cuadrante 3	Exterior	26.7	27.7	27.1	27.2	Valor Máx Prom.	27.2
	Medio	27.4	27.1	27.1	27.2	Valor Mín Prom.	26.5
	Interior	26.4	26.2	26.8	26.5	Diferencia	0.7

Tabla AII-21: Resultados ensayos de dureza HRc en 3 cuadrantes tipo 1 en el recalque revenido (Extremo 2 – Sección C – SWA3)



Figura AII-20 – Promedio de los resultados de dureza mostrados en las Tablas AII-19, AII-20 y AII-21 combinando la información de los tres cuadrantes evaluados en el recalque revenido. (Extremo 2 – SWA3)



Figura AII-21 – Promedio de los resultados de dureza mostrados en las Tablas AII-15, AII-19, AII-20 y AII-21. (Extremo 2 – SWA3)

Extremo 1	Posición	Dureza HRc		Promedio	Máximo/Mínimo	)	
Docalquio	Exterior	27.8	27.1	26.9	27.3	Valor Máx Prom.	27.3
zona 1	Medio	27.4	27.2	27.1	27.2	Valor Mín Prom.	27.0
	Interior	27.0	26.6	27.5	27.0	Diferencia	0.2
Docalquo	Exterior	26.7	27.6	27.6	27.3	Valor Máx Prom.	27.8
	Medio	27.9	27.8	27.6	27.8	Valor Mín Prom.	27.0
	Interior	27.3	27.0	26.7	27.0	Diferencia	0.8
	Exterior	27.7	27.4	27.0	27.4	Valor Máx Prom.	27.5
Desvanecimiento	Medio	27.8	27.6	27.0	27.5	Valor Mín Prom.	26.8
	Interior	26.6	26.8	26.9	26.8	Diferencia	0.7
Cuerpo	Exterior	25.7	26.7	26.9	26.4	Valor Máx Prom.	27.3
	Medio	27.2	27.5	27.1	27.3	Valor Mín Prom.	26.4
	Interior	26.5	27.3	27.5	27.1	Diferencia	0.8

Tabla AII-22: Resultados ensayos de dureza longitudinal HRc en 4 zonas (recalque y cuerpo) tipo 1 (Extremo 1 – SWA3)

Extremo 2	Posición	Dureza HRc		Promedio	Máximo/Mínimo		
Docalquio	Exterior	27.2	27.2	27.2	27.2	Valor Máx Prom.	27.6
zona 1	Medio	27.4	28.0	27.4	27.6	Valor Mín Prom.	27.2
20110	Interior	26.6	27.6	27.6	27.3	Diferencia	0.4
Docalquia	Exterior	26.1	26.2	27.4	26.6	Valor Máx Prom.	27.8
zona 2	Medio	28.1	27.4	28.0	27.8	Valor Mín Prom.	26.6
	Interior	27.0	27.3	27.5	27.3	Diferencia	1.3
	Exterior	27.4	27.7	28.2	27.8	Valor Máx Prom.	27.8
Desvanecimiento	Medio	27.2	28.0	27.2	27.5	Valor Mín Prom.	27.5
	Interior	27.2	27.4	27.8	27.5	Diferencia	0.3
Cuerpo	Exterior	26.8	27.3	26.1	26.7	Valor Máx Prom.	27.2
	Medio	27.0	28.0	26.6	27.2	Valor Mín Prom.	26.7
	Interior	26.6	26.8	27.5	27.0	Diferencia	0.5

Tabla AII-23: Resultados ensayos de dureza longitudinal HRc en 4 zonas (recalque y cuerpo) tipo 1 (Extremo 2 – SWA3)



Figura AII-22 – Promedio de los resultados de dureza longitudinal mostrados en la Tabla AII-22. (Extremo 1 – SWA3)



Figura AII-23 – Promedio de los resultados de dureza longitudinal mostrados en la Tabla AII-23. (Extremo 2 – SWA3)



Figura AII-24 – Microestructura de la zona 1 – línea media del recalque revenido en SWA3. (Extremo 1 – Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)



Figura AII-25 – Microestructura de la zona 2 – línea media del recalque revenido en SWA3. (Extremo 1 – Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)



Figura AII-26 – Microestructura de la zona 1 – línea media del recalque revenido en SWA3. (Extremo 2 – Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)



Figura AII-27 – Microestructura de la zona 2 – línea media del recalque revenido en SWA3. (Extremo 2 – Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)

ANEXO AII-V:	Tratamientos	en	TTTU
--------------	--------------	----	------

Posición		Dureza HRc			Promedio	Máximo/Mínimo	)
	Exterior	26.6	26.7	26.9	26.7	Valor Máx Prom.	27.0
Recalque zona 1	Medio	26.0	26.6	26.7	26.4	Valor Mín Prom.	26.4
	Interior	26.7	27.2	27.1	27.0	Diferencia	0.6
	Exterior	25.7	27.1	26.9	26.6	Valor Máx Prom.	26.6
Recalque zona 2	Medio	25.9	26.6	26.7	26.4	Valor Mín Prom.	26.2
	Interior	26.0	26.3	26.4	26.2	Diferencia	0.3
	Exterior	24.0	26.4	26.4	25.6	Valor Máx Prom.	25.9
Desvanecimiento	Medio	23.5	26.5	26.5	25.5	Valor Mín Prom.	25.5
	Interior	25.9	25.4	26.5	25.9	Diferencia	0.4
	Exterior	24.3	25.7	24.9	25.0	Valor Máx Prom.	26.4
Cuerpo	Medio	26.0	26.8	26.3	26.4	Valor Mín Prom.	25.0
	Interior	25.5	26.3	25.9	25.9	Diferencia	1.4

Tabla AII-24: Resultados ensayos de dureza longitudinal HRc en 4 zonas (recalque y cuerpo) tipo 1 (Extremo caracterizado – TTTU – Q+T)



Figura AII-28 – Promedio de los resultados de dureza longitudinal mostrados en la Tabla AII-24. (TTTU – Q+T)



Figura AII-29 – Microestructura de la zona 1 – línea media del recalque mecanizado y tratado en TTTU (Q+T). (Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)



Figura AII-30 – Microestructura de la zona 2 – línea media del recalque mecanizado y tratado en TTTU (Q+T). (Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)

Posición		Dureza HRc			Promedio	Máximo/Mínimo	
	Exterior	26.6	26.6	26.4	26.5	Valor Máx Prom.	26.5
Recalque zona 1	Medio	26.2	25.9	25.7	25.9	Valor Mín Prom.	24.8
	Interior	24.8	24.7	25.0	24.8	Diferencia	1.7
	Exterior	26.9	27.4	27.2	27.2	Valor Máx Prom.	27.2
Recalque zona 2	Medio	26.0	26.2	26.4	26.2	Valor Mín Prom.	25.5
	Interior	25.4	25.4	25.8	25.5	Diferencia	1.6
	Exterior	27.4	27.6	27.3	27.4	Valor Máx Prom.	27.4
Desvanecimiento	Medio	27.0	27.1	26.9	27.0	Valor Mín Prom.	26.2
	Interior	26.6	26.0	26.0	26.2	Diferencia	1.2
	Exterior	27.7	27.5	27.6	27.6	Valor Máx Prom.	27.6
Cuerpo	Medio	26.9	27.1	27.1	27.0	Valor Mín Prom.	26.8
	Interior	26.7	27.0	26.8	26.8	Diferencia	0.8

Tabla AII-25: Resultados ensayos de dureza longitudinal HRc en 4 zonas (recalque y cuerpo) tipo 1 (Extremo caracterizado – TTTU – T)



Figura AII-31 – Promedio de los resultados de dureza longitudinal mostrados en la Tabla AII-24. (TTTU – T)



Figura AII-32 – Microestructura de la zona 1 – línea media del recalque tratado en TTTU – T. (Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)



Figura AII-33 – Microestructura de la zona 2 – línea media del recalque tratado en TTTU – T. (Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)





Figura AII-34 – Curva de calentamiento para el extremo 1 – Recalque revenido en PEMA







Figura AII-36 – Registro fotográfico tratamiento de revenido de recalques en PEMA.



Figura AII-37 – Curva de calentamiento para el extremo 1 – Recalque revenido en SWA3



Figura AII-38 – Curva de calentamiento para el extremo 2 – Recalque revenido en SWA3



Figura AII-39 – Registro fotográfico tratamiento de revenido de recalques en SWA3.

## ANEXO All-VII: Metalografías.



Figura AII-40 – Microestructuras del recalque revenido en PEMA – Extremo 1. Cada micrografía corresponde al sector donde se midió la dureza registrada en la Tabla AII-12. (Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)



Figura AII-41 – Microestructuras del recalque revenido en PEMA – Extremo 2. Cada micrografía corresponde al sector donde se midió la dureza registrada en la Tabla AII-13. (Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)



Figura AII-42 – Microestructuras del recalque revenido en SWA3 – Extremo 1. Cada micrografía corresponde al sector donde se midió la dureza registrada en la Tabla AII-22. (Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)



Figura AII-43 – Microestructuras del recalque revenido en SWA3 – Extremo 2. Cada micrografía corresponde al sector donde se midió la dureza registrada en la Tabla AII-23. (Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)







Figura AII-45 – Microestructuras del recalque y cuerpo - Doble revenido en TTTU – T. Cada micrografía corresponde al sector donde se midió la dureza registrada en la Tabla AII-25. (Ataque Nital 2% – Magnificación 500x)

ANEXO All-VIII: Imágenes del mecanizado final.



Figura AII-46 – Fotografía de los recalques en el ajuste final por mecanizado (imágenes proporcionadas por la línea de roscado Premium).