IDENTIFICACIÓN DE FASES Y PRECIPITADOS POR MFA EN UNIONES DE ACERO INOXIDABLE DÚPLEX

<u>María Eugenia Herrera López¹</u>, Eduardo Hurtado Delgado², David Torre Torres³, Ana María Arizmendi Morquecho⁴

^{1, 2,} Corporación Mexicana de Investigación en Materiales, Posgrado, Saltillo, Coahuila, MÉXICO. ^{3, 4}, Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C. Unidad Monterrey, Apodaca, Nuevo León, MÉXICO

Resumen: La Microscopía de Fuerza Atómica (MFA) es una técnica de caracterización que genera imágenes topográficas de superficies a muy altas resoluciones [1][2], y opera registrando los detalles de relieve superficial del material con un cantiléver que se mueve sobre la muestra, mientras un detector piezoeléctrico monitorea los cambios de altura. Ésta, adquiere relevancia en el campo de la identificación de fases, partículas y precipitados a niveles de nanoescala por lo que se propone para su identificación en la zona de fusión de componentes soldados y para la identificación temprana de fallas por agrietamiento [3] [4]. Es una técnica que no requiere de muestras conductoras, o la especial preparación metalográfica de probetas como es el caso de la microscopia electrónica. El material de estudio es un acero inoxidable dúplex 2205, unido por arco metálico y electrodo de tungsteno (GTAW). Al material soldado se le practicó ensayo de tensión. Las probetas fueron caracterizadas mediante microscopia óptica, microscopía electrónica de barrido, microscopía de fuerza atómica y pruebas de nanoindentación. Los resultados se concentran en la identificación de las características magnéticas, topográficas y de dureza específicos de cada una de las fases, partículas y regiones presentes en el metal base, soldadura y la zona deformada por la fractura.

Palabras clave: Microscopia de Fuerza Atómica. Austenita. Acero Inoxidable Dúplex. Ferrita.

Abstract: Atomic Force Microscopy (AFM) is a characterization technique that generates topographic images of surfaces at very high resolutions [1] [2], and operates recording details of surface relief of material with a cantilever that moves on the sample, while a piezoelectric detector monitors changes in height. It acquires relevance in the field of identification phase, particles and precipitation at nanoscale level so, it is proposed for identification in the fusion zone of welded components and for the early identification of failures by cracking [3] [4]. It is a technique that does not require conductive samples, or special preparation of metallographic specimens such as electron microscopy. The study material is a duplex stainless steel 2205, joined by Gas Metal Arc Welding (GTAW). This material was performed tensile test. The specimens were characterized by optical microscopy, scanning electron microscopy, atomic force microscopy and nanoindentation tests. Results focus on the identification of the magnetic characteristics, and specific topography of each of the phases, regions and particles present in the base metal and weld zone as well in the crack deformed by fracture.

Key Words: Atomic Force Microscopy, Austenite, duplex stainless steel, ferrite, GTAW, nanoindentation

1. Introducción: Los temas de seguridad y confiabilidad de operación de los equipos, son temas centrales en sectores estratégicos como lo es el de la industria petroquímica, campos en los que se requiere del desarrollo de técnicas y métodos más precisos y sofisticados para la evaluación de la situación presente y vida remanente de componentes [5].

Derivado de los exigentes ambientes de operación, en cuanto a resistencia mecánica y corrosividad en los que trabajan los equipos y componentes industriales dedicados a la extracción, conducción y refinación de crudo, es que desde hace tiempo se han ido introduciendo aceros inoxidables martensíticos y dúplex, los cuales presentan un sobresaliente desempeño en estos campos y son capaces de enfrentar entornos con altos niveles de sulfuro de hidrógeno, dióxido de carbono, cloruros y de manera general ambientes clasificados como ácidos [6][7][8]. Los aceros inoxidables dúplex (AID) son llamados así, debido a la presencia de las fases (a temperatura ambiente) ferrita y austenita Ref. [9] [10] [11]. No obstante las sobresalientes propiedades de resistencia mecánica y contra la corrosión de estos materiales, al momento de ser soldados, si no se tiene cuidado con los parámetros a emplear, particularmente con aquellos asociados al calor de

entrada [12] [3] [14] [15], se produce un desbalance microestructural entre las fases ferrita y austenita causando la pérdida o deterioro de las propiedades de resistencia que tan atractivos los hacen Ref. [9] [16] [17]. Debido a su composición química, estos materiales son altamente propensos a la precipitación de fases secundarias en el rango aproximado de 600-1000°C, las cuales incluyen las fases intermetálicas como la fase sigma (σ), la fase Chi (Xi), alfa prima (α'), etc; carburos del tipo M7C₃ y M₂₃C₆ y nitruros del tipo Cr₂N. Estas reacciones de precipitación, son dependientes del tiempo y la temperatura y la mayoría de ellas, tienden a fragilizar a las aleaciones dúplex, afectando su comportamiento y desempeño Ref. [10] [18] [19] [20] [21] [22].

La comprensión del comportamiento microestructural de componentes o elementos industriales de aceros estructurales bajo condiciones exigentes de operación ha sido objeto de múltiples estudios, como los encabezados por los equipos de trabajo de Dobrotvorskii (2014), García (2014), P.G Ulyanvov (2013) y Badaji (2007) Ref. [3] [4] [16] [23], que dan cuenta de cómo la microscopia de fuerza atómica presenta grandes ventajas para la obtención rápida y confiable de datos, lo anterior debido a la preparación básica que requieren las superficies a analizar y por la posibilidad de emplear versiones portátiles de estos equipos directamente en el campo, permitiendo la obtención de información a nivel nanométrico de la evolución microestructural de una componente en servicio y proceder a la evaluación de su condición presente de operación y su vida remanente Ref. [24] [25] [26].

Por otra parte, si bien es cierto que se han conducido estudios que involucran la microscopia de fuerza atómica como medio de evaluación de componentes industriales como se ha venido mencionando, existe un gran campo de estudio nuevo cuando se trata de aceros inoxidables como los dúplex, materiales semimagnéticos y de su evolución y cambio microestructural cuando han sido soldados por procesos de arco. Ref. [27] [28].

2. Experimentación: Las actividades de experimentación se organizaron de la siguiente manera: Recepción del material, posteriormente se realizó la preparación de las placas para unirlo mediante el proceso GTAW. Una vez unido el material, se maquinaron las probetas de tensión de acuerdo a ASME Sección IX. Las muestras correspondientes fueron ensayadas para la prueba de tensión para la evaluación de sus propiedades mecánicas.



Figura 1. Ejemplar de probeta de tensión de donde se extrajeron las muestras para la caracterización

Posteriormente fueron preparadas las probetas para caracterizar por microscopía óptica (MO) equipo marca Olympus y microscopía electrónica de barrido (MEB) equipo de la marca JEOL, microscopia de fuerza atómica (MFA) y nanoindentador marca NANOSURF Finalmente se registraron los resultados para la posterior integración del apartado de conclusiones.

La composición química del metal base empleando es un AID 2205 misma que se describe en la Tabla 1. Las dimensiones del cupón del material base fueron de 25 cm x 21cm x 10 mm. El número UNS del acero inoxidable dúplex 2205 corresponde a un S32205.

				1	1				1			
Elemento	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Mo	Nb	Cu	Со	Ν
% e.p	0.016	0.47	1.42	0.026	0.001	22.41	5.73	3.13	0.007	0.28	0.16	0.179

Tabla 1.	Composición	química	del metal	base AID	2205	e.p%

El metal de aporte empleado es un A5.9 (Especificación SFA) y ER 2209 (No. AWS) en calibres de 3/32 y 1/8 de pulgada. La composición química se detalla en la Tabla 2.

	Tal	bla 2. C	omposici	ón quími	ca del me	etal de ap	orte 22	09		
Elemento	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Mo	Ti	Cu
% e.p	0.03	0.9	2.00	0.03	0.02	21.5	9.5	3.5	-	0.5

En cuanto a la soldadura por GTAW, se prepararon las láminas de acero de 10 mm de espesor para ser

soldadas en una junta de ranura en V sencilla, de acuerdo al detalle señalado en la Figura 2.



Figura 2. Preparación de la junta para las placas de acero inoxidable dúplex 2205 empleadas en el estudio

Los parámetros utilizados para la unión de los aceros inoxidables dúplex del presente estudio se indican en la Tabla 3.

Na		Metal de	aporte	Corriente y			
No. Pase	Proceso	Clasificación	Diámetro	tipo de polaridad	Amperaje	Volts	Velocidad
1	GTAW	ER2209	3/32 in	CDEN	165	17	3 in/min
2	GTAW	ER2209	3/32 in	CDEN	165	17	3 in/min
3-n	GTAW	ER2209	1/8 in	CDEN	190	18	3 in/min

Tabla 3. Parámetros de soldadu

En cuanto a las técnicas de caracterización, el espécimen de acero inoxidable dúplex fue desbastado, pulido y atacado con reactivo Beraha [29] lo anterior con la finalidad de permitir el revelado de las microestructuras presentes, así como el aspecto físico del material después de haber sido soldado mediante el proceso GTAW y después del ensayo de tensión. La primera técnica de caracterización se llevó a cabo con la ayuda de un microscopio óptico marca OLYMPUS, modelo PMG-3. Se analizaron las muestras a diversas magnificaciones (50X, 200X y 500X). La segunda técnica de caracterización fue la microscopia electrónica de barrido (MEB) JEOL JSM-6490L Scaning Electron Microscope con un analizador INCA X-SIGHT OXFORD INSTRUMENTS modelo 7573 y posteriormente se procedió a caracterizar mediante microscopia de fuerza atómica así como la nanoindentación. Se emplearon analizadores de imágenes como el Gwyddion y el WSxM 5.0 Ref. [30].

3. Resultados: Es de interés de este trabajo de investigación, la caracterización de la unión soldada: zona de fusión (soldadura), zona afectada por el calor (ZAC) y metal base (MB) así como la región de fractura. En la Figura 3, es posible identificar con claridad las tres regiones de la probeta en la soldadura.



Figura 3. Microscopia óptica. Soldadura de acero inoxidable dúplex 2205. Ataque con reactivo Beraha, a) Tres regiones, b) Soldadura, c) ZAC, d) MB

Y en la Figura 4, se puede apreciar la deformación plástica que experimentó el AID, en el metal base como resultado de la prueba de tensión que se le practicó.

Figura 4. Microscopia óptica zona de fractura. Ataque con reactivo Beraha

Tanto en la Figura 3 como en la Figura 4, es posible identificar la microestructura bifásica característica de estos materiales (ferrita-austenita). Se procedió a la cuantificación de fases con la ayuda del software IMAGE PRO y se detallan los resultados a continuación.

En el metal base se mantiene el balance microestructural de estos materiales, tal y como se observa en los resultados mostrados en la Figura 5, en niveles de 51.2 % ferrita y 48.8 % austenita, ello es indicativo de que efectivamente es posible encontrar las propiedades mecánicas típicas de estos materiales encontrando también esta misma condición en la soldadura (49.9% ferrita y 50.1 austenita) (Ver Figura 6).

Figura 5. Cuantificación de fases en metal base. Tamaño de grano de ferrita 6.8, tamaño de grano austenita 7.3. Fracciones 51.2% ferrita y 48.8 % austenita. Método estándar ASTM E 1382-97

Figura 6. Cuantificación de fases en soldadura. Tamaño de grano de ferrita 8.3, tamaño de grano de austenita 8.4. Fracciones 49.9% ferrita y 50.1 austenita. Método estándar ASTM E 1382-97

Por otra parte, en cuanto a la ZAC, se identifica un predominio ferrítico (84.6%) contra una presencia austenítica significativamente menor (15.4%), lo anterior dada la tendencia que tienen estos materiales para solidificar en este tipo de fases a altas temperaturas (Ver Figura 7).

Figura 7. Cuantificación de fases en ZAC. Tamaño de grano de ferrita 5.8, tamaño de grano de austenita 10.1. Fracciones 84.6% ferrita y 15.4 austenita. Método estándar ASTM E 1382-97

Derivado del desbalance microestructural identificado en la ZAC, se procedió a realizar una caracterización a mayor profundidad, verificando por medio del MEB si tenía lugar la identificación de morfologías diferentes a las típicas de este tipo de materiales. Como resultado de esta técnica de caracterización no se identificaron con las resoluciones empleadas estructuras distintas a la ferrita y austenita (Ver Figura 8).

Figura 8. Caracterización mediante microscopia electrónica de barrido. a) Metal base a 1500X, 3000X y 5000X, b) ZAC a 1500X y 5000X y c) Soldadura a 1500X, 3000X y 5000X, b) ZAC a 1500X y 5000X

Dado que la resolución empleada a nivel de MEB no se encontró evidencia de microestructuras o partículas distintas a las típicas del material, se optó por emplear la MFA para realizar un estudio más minucioso, iniciando con una caracterización en modo magnético y de ángulo de fase en metal base y en soldadura el material de estudio. Como se puede observar en la Figura 9, de manera ilustrativa se muestra, cómo una probeta sin la preparación previa que requieren otras técnicas de caracterización ofrecen información relevante para el análisis de materiales. En la Figura 9 a, se presenta el aspecto de la micrografía en modo topográfico, señalando una línea de inspección y de la cual se obtiene una gráfica del relieve presente, identificándose que se trata de una superficie con importantes diferencias de altura (a estas escalas). De manera complementaria la Figura 9 ben modo magnético es posible distinguir la presencia de fases ferrita y austenita como resultado de las propiedades magnéticas que poseen.

Figura 9. MFA en modo de operación topográfico y magnético

Considerando la información obtenida en la Figura 9, es posible trazar líneas de inspección en el modo de operación de ángulo de fase y escanear la imagen obtenida mediante MFA e localizar estructuras o partículas específicas en las imágenes obtenidas.

Al igual que en la caracterización en MFA en fuerzas magnéticas, en el modo de ángulo de fase, se identifica la respuesta del material tanto en soldadura en la línea 204 como en la línea 50 de metal base (Ver Figura 10), en dónde hay respuesta puntual en puntos brillante o zonas claras.

Figura 10. MFA ángulo de fase. Líneas 50 y 204

Aunado a los resultados anteriores, la determinación del módulo de rigidez en las diversas regiones del material, permite identificar comportamientos característicos de fases o partículas presentes, se trata de una

prueba sumamente sensible debido a la precisión con la que se realiza la nanoindentación y el número de lecturas que se obtienen por punto (en el caso específico de este trabajo del orden de 3000 lecturas por nanoindentación). En la Figura 11, se esquematiza las regiones en las que fueron tomadas las lecturas correspondientes al metal base. En ésta, se muestra imagen topográfica y fuerza lateral obtenida mediante MFA en dos regiones: a) en una región predominantemente austenítica como se observa en la Figura 11a y Figura 11c y en otra región ferrítica como lo muestran la Figura 11 b y Figura 11d.

Figura 11. Caracterización del metal base mediante MFA. a) Modo de operación topográfico en μm en campo predominantemente austenítico, b) modo de operación topográfico en μm en campo predominantemente ferrítico c) Modo de operación de contacto (fuerza lateral en μN), huellas y valores módulo de rigidez obtenidos mediante nanoindentación en grano austenítico, d) modo de operación de contacto (fuerza lateral en μN), huellas y valores de módulo de rigidez obtenidos por nanoindentación en grano ferrítico.

De la misma manera, se condujo el ensayo en la región de soldadura (Ver Figura 12) y en la zona deformada por el ensayo de tensión (Ver Figura 13).

Figura 12.Soldadura caracterizada mediante MFA. a) Modo de operación topográfico en μ m, b) imagen en 3D mostrando el relieve de la superficie de la soldadura c) y d) modo de operación de contacto (fuerza lateral en μ N), huellas y valores módulo de rigidez obtenidos mediante nanoindentación en cúmulos de granos pequeños en ferrita

Figura 13. Zona deformada caracterizada mediante MFA: a) Modo de operación topográfico en μm , b) modo de operación de contacto (fuerza lateral en μN), huellas del módulo de rigidez obtenido mediante nanoindentación

Los resultados por región se concentran en la Figura 14. Por lo que respecta al metal base, fue posible establecer el módulo de rigidez de manera clara y distintiva entre las fases presentes (ferrita y austenita), como se anticipaba, la curva que representa el módulo de rigidez de la ferrita (Figura 14 a) se encuentra desplazada hacia la derecha, indicando que a una carga determinada, la ferrita experimenta mayor penetración que la austenita en condiciones similares. Por lo que respecta al módulo de rigidez obtenido en la soldadura (Ver Figura 14b), los resultados en la zona de inspección elegida (con diez nanoindentaciones, tal y como se observa en la Figura 12 c y d), es posible afirmar que se trata de una zona ferrítica (debido a sus características topográficas), aun y cuando los valores del módulo de rigidez correspondan a los logrados por la austenita. Lo anterior debido a que probablemente el endurecimiento de la ferrita se deba a la presencia de nitruros en la superficie inspeccionada. En la Figura 12b, se pude apreciar una topografía en la que sobresalen puntos brillantes en cúmulos de partículas que de la misma manera parecen responder al análisis en MFA en modo magnético y ángulo de fase (Ver Figura 9 y Figura 10).

Y finalmente, en cuanto al comportamiento obtenido en la zona deformada por el ensayo de tensión y con presencia de grieta, de las 13 nanoindentaciones practicadas (Ver Figura 13b), el módulo de rigidez identificado en esa zona experimenta también un comportamiento similar al de la austenita, lo anterior debido a la deformación plástica que hay producto del ensayo de tensión. En este caso no podría decirse que el comportamiento mecánico de la zona se deba a algún fenómeno de precipitación, ya que la cuantificación de fases en esta zona se encuentra en equilibrio de fases.

Figura 14. Comportamiento de la prueba de nanoindentación y valores de módulo de rigidez para: a) metal base, b) soldadura y c) grieta

4. Discusión: Como producto de la información obtenida para posterior análisis, se hace énfasis en los siguientes aspectos:

Por cuantificación de fases se cuenta con información de que en la soldadura existe un balance microestructural de ferrita y austenita aproximada al 50% por cada una, sin embargo la zona de ensayo para la realización de la nanoindentación se identifica la presencia predominante de ferrita, lo anterior se explica gracias a los siguientes elementos:

Con punto de partida en el diagrama Fe- Cr- Ni y dada la composición química del metal base y del metal de aporte, por las temperaturas logradas, los tiempos de enfriamiento y el crecimiento de una ferrita fuera de equilibrio que trasciende el campo $\gamma + \delta$ para alcanzar temperaturas en las que tiene lugar la formación incipiente de granos austeníticos al interior de la misma ferrita.

Al tener una fase ferrítica fuera del equilibrio en la soldadura es posible que se hayan dado condiciones para la precipitación de elementos como nitrógeno y su posterior conversión en nitruros.

Lo anterior tiene repercusiones no solo en el empobrecimiento del metal producto de la precipitación, sino por el efecto endurecedor que tiene el cromo de compuestos como nitruros de cromo.

Los productos de este proceso termodinámico es detectado a niveles nanométrico en etapas en las que no es posible identificarlo con otras técnicas de caracterización como el MEB.

5. Conclusiones: Es posible emplear la MFA como un recurso que confiere confiablidad en la caracterización de materiales empleados en aplicaciones industriales, con la finalidad de detectar elementos que comprometen su integridad mecánica. Si bien es cierto que no existe una técnica de caracterización que ofrezca todas las ventajas y posibilidades de operación, funcionalidad, resolución, portabilidad, información, etc, la MFA se constituye como una alternativa viable para la evaluación de componentes industriales sin los tiempos y requisitos que demandan otras técnicas y con la posibilidad de detección temprana de condiciones y a nivel nanométrico de elementos perjudiciales en los materiales.

6. Agradecimientos: Se extienden agradecimientos al Dr. Yuriy Kudriastev y a la MC. Georgina Ramírez CINVESTAV México del Departamento de Ingeniería Eléctrica-SEES por su colaboración en etapas preparación y caracterización en MFA. A la MC. Lourdes Santiago Bautista y a la Ing. Diana Carolina Romo Mendoza.

Referencias:

1. Daniel Johnson, Nidal Hilal, W. Richard Bowen. BASIC PRINCIPLES OF ATOMIC FORCE MICROSCOPY. [book auth.] Nidal Hila W. Richard Bowen. ATOMIC FORCE MICROSCOPY IN PROCESS ENGINEERING. Great Britain : Elsevier Ltd, 2009.

2. Lianqing Liu, Ning XI, Guangyong Li, Heping Chen. ATOMIC FORCE MICROSCOPE-BASED NANOROBOTIC SYSTEM FOR NANOASSEMBLY. [book auth.] King Wai Chiu Lai Ning Xi. NANO-OPTOELECTRONIC SENSORS AND DEVICES-NANOPHOTONICS FROM DESIGN TO MANUFACTURING. Great Britain : Elsevier, 2012.

3. Adrian Luis García-García, Ivan Dominguez-López, Luis López-Jiménez, J.D Oscar Barceinas-Sánchez. COMPARATIVE QUANTIFICACTION AND STATISTICAL ANALYSIS OF n' AND n PRECIPITATES IN ALUMINIUM ALLOY AA7075-T651 BY TEM AND AFM. Cerro Blanco, Querétaro : Elsevier, 2013. Vol. 87.

4. A.M. Dobrotvorskii, E.I Masilkova and E.P Shevyakova, PG. ULýanov, D. Yu. Usachev, B.V Senkovinsy, V. K Adamchuck, S. V. Pushko, A.A Mal'tsev and K.S Balizh. METALLOGRAPHIC STUDY OF CONSTRUCTION MATERIALS WITH ATOMIC FORCE MICROSCOPY METHOD. San Petersburg, Rusia : Pleiades Publishing, LTD, 2014. Vols. Inorganic Materials, 80.

5. Chater, James. THE LAST FRONTIER: THE HUNT FOR DEEP SEA OIL AND GAS. s.l. : Stainless Steel World, 2008.

6. *Mc Guire, Michel F. STAINLESS STEELS FOR DESIGN ENGINEERS. United States of America : ASM, 2008.*

7. Grocki, J. A PRIMER FOR DUPLEX STAINLES STEEL. s.l. : Arcelor Mittal, 2012.

8. **Outokumpu Corporation.** Outokumpu. [Online] 2013. [Cited: Enero 6, 2014.] http://www.outokumpu.com/en/Pages/default.aspx.

9. Campbell, Richard D. PROFESIONAL'S ADVISOR ON WELDING OF STAINLESS STEEL. United States of America : American Welding Society, 1999.

10. Lippold, John C. and Kotecki, Damian J. WELDING METELLURGY AND WELDABILITY OF STAINLESS STEELS. United States of America : John Wiley &Sons, Inc., 2005. 0-471-47379-0.

11. *Gunn, R.* STAINLESS STEELS. MICROSTRUCTURE, PROPERTIES AND APPLICATIONS. Cambridge, Inglaterra : Abington Publishing, 2003. 1 85573 218 8.

12. Ureña. A, Otero. E, Utrilla and M.V, Múñez. C.J. WELDABILITY OF A 2205 DUPLEX SATINLESS STEELS USING PLASMA ARC WELDING. Madrid, España : Elsevier, 2006.

13. Yousefieh. M, Shamaninan. M, Saatchi.A. INFLUENCE OF HEAT INPUT IN PULSED CURRENT GTAW PROCESS ON MICROSTRUCTURE AND CORROSION RESISTANCE OF DUPLEX STAINLESS STEEL WELDS. Iran : Elsevier, 2011.

14. Luo. J, Dong. Y, Li . L, Wang. X. MICROSTRUCTURE OF 2205 DUPLEX STAINLESS STEEL JOINT IN SUBMERGED ARC WELDING BY POST WELD HEAT TREATMENT. Chongin, China : Elsevier, 2013. 1526-6125/\$.

15. Mourad, A-H.I. Khourshid, A. Sharef, T. GAS TUNGSTEN ARC AND LASER BEAM WELDING PROCESSES EFFECTS ON DUPLEX STAINLESS STEEL 2205 PROPERTIES. Emiratos Árabes Unidos : Elsevier, 2012.

16. Badaji, Riad. Bourabdallah, Mabrouk. Bacroix, Brigitte. Kahloun, Charlie. Belkessa, Brahim. Maza, Halim. PHASE TRANSFORMATION AND MECHANICAL BEHAVIOR IN ANNEALED 2205 DUPLEX STAINLESS STEEL WELDS. París, Francia : Elsevier, 2007.

17. Stephenson, N. WELDING STATUS OF DUPLEX STAINLES STEELS FOR OFFSOHRE APPLICATIONS. United Kingdom : Nickel Development Institute, 1987.

18. Sieurin H., Sandstörm R. SIGMA PHASE PRECIPITATION IN DUPLEX STAINLESS STEEL 2205. Estocolmo : Elsevier, 2006. pp. 271-276. Vol. 444.

19. Michalska, J. Sozanska, M. QUALITATIVE AND QUANTITATVE ANALYSIS OF SIGMA AND CHI PHASES IN 2205 DUPLEX STAINLES STEEL. Katowice : Elsevier, 2006. pp. 355-362.

20. Villalobos, Doris Ivette. PRECIPITACIÓN DE FASE SIGMA BAJO LA APLICACIÓN DE CICLOS TÉRMICOS EN UN ACERO INOXIDABLE SUPERDÚPLEX SAF 2507. Morelia, Michoacán. : Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, 2011.

21. Krauss, G. STEELS. PROCESSING, STRUCTURE AND PERFORMANCE. United States of America : ASM International, 2005.

22. Escriba, D.M. Materna-Morris, E. Plaut, R. L. Padilha, A. F. CHI-PHASE PRECIPITATION IN DUPLEX STAINLESS STEEL. Sao Paulo : Elsevier, 2009.

23. P:G Ulyanov, D. Yu. Usachov, A.V. Fedorov, A.S. Bondareko, B.V Senkovinski, O.F. Vivenko, S.V. Pushko, K.S. Balizh, A.A. Maltcev, K.I. Borygina, A.M Dobrotvroskii, V.K. Adamchuk. MICROSCOPY OF CARBON STEELS: COMAINED AFM AND EBS STUDY. San Petersburgo, Rusia : Elsevier, 2013.

24. Digital Instruments. MAGNETIC FORCE MICROSCOPY (MFM). APPLICABLE TO DIMENSION TM SERIES AND MULTIMODE TM SYSTEMS. Santa Bárbara, CA : Digital Instruments, 1996.

25. F.A Ferri, M.A. Pereira-da Silva, E. Marega Jr. MAGNETIC FORCE MICROSCOPY: BASIC PRINCIPLES AND APPLICATIONS. San Carlos, Brasil : Insituto de Física de San Carlos.

26. **Robbins, R.** MAGNETC FORCE MICROSCOPY. OPERATING PROCEDURE. Texas : University of Texas at Dallas, 2009.

27. H. Liu, X. Jin. SECONDRY AUSTENITE MORPHOLOGIES IN FUSION ZONE OF WELDED JOIN AFTER POST WELD HEAT TREATMENT WITH A CONTINUOUS WAVE LASER. Shangai, China : Elsevier, 2012.

28. E. Bettini, U. Kivisakk, C. Leygraf, J.Pan. STUDY OF CORROSION BEHAVIOR OF 2507 SUPERDUPLEX STAINLESS STEEL: INFLUENCE OF QUENCHED IN AND ISOTHERMAL NITRIDES. Estcolmo, Suecia : International Journal of Electrochemical Science, 2014.

29. Bruce L. Bramfitt, Arlan O. Benscoter. METALLOGRAPHER'S GUIDE. EUA: ASM International, 2002. 0-87170-748-9.

30. I. Horcas, R. Fernandez, M. Gómez _Rodríguez, J. Colchero, J.Gómez_Herrero, A.M Baro. WSXM: A SOFTWARE FOR SCANNING PROBE MICROSCOPY AND TOOL FOR NANAOTECHNOLOGY. Madrid : AIP: Review of Scientific Instruments, 2007. Vol. 78.