



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLAS DE HIDALGO**



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALURGICAS

TESIS:

**“CARACTERIZACION NO DESTRUCTIVA DE TRATAMIENTOS TÉRMICOS DE
ENVEJECIMIENTO EN ACERO INOXIDABLE DÚPLEX 2205”**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

MAESTRO EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

PRESENTA:

ING. NOEMÍ ORTIZ LARA

ASESOR DE TESIS:

DR. ALBERTO RUIZ MARINES

MORELIA MICH. FEBRERO DE 2008

INDICE

RESUMEN	x
OBJETIVO	xi
CAPITULO I INTRODUCCION	11
1.1 Justificación	12
1.2 Hipótesis	13
CAPITULO II MARCO TEORICO	14
2.1 Introducción	14
2.2 Aceros inoxidables dúplex	14
2.2.1 Evolución de los aceros inoxidables dúplex	14
2.2.2 Clasificación de los aceros inoxidables dúplex	15
2.2.2 Transformaciones microestructurales de los aceros inoxidables dúplex	17
2.2.3 Evolución microestructural en el endurecimiento por envejecimiento o por precipitación.	21
2.3 Fundamento teóricos de ultrasonido.	27
2.3.1 Definición de onda y propiedades de una onda	31
2.3.2 Ondas longitudinales propagándose en una varilla delgada	33
2.4 Métodos de caracterización de materiales	35
2.4.1 Método Pulso-Eco	35
2.4.2 Procesamiento de Señales Pulso-Eco.	36
2.4.3 Mediciones de atenuación	37
2.4.4 Cambios de Velocidad Ultrasónica en materiales con textura cristalina	38
2.4.5 Efecto de la microestructura en la atenuación ultrasónica	39
2.5 Atenuación inducida por dispersión en materiales policristalinos	41
2.5.1 Método de retro dispersión	42
2.6 Termoelectricidad	43
2.6.1 El efecto Seebeck	44
2.6.2 El efecto de Thomson	46
2.6.3 El efecto de Peltier	47
CAPITULO III DESARROLLO EXPERIMENTAL	49
3.1 Composición química	49
3.2 Tratamientos térmicos	49
3.3 Velocidad ultrasónica con ondas de corte	50
3.4 Mediciones de atenuación ultrasónica	52
3.5 Potencial termoeléctrico	54
3.6 Medición de ferrita por medios no destructivos	56
3.7 Determinación de la tenacidad al impacto	56
3.8 Fractografías de las muestras que se ensayaron por medio de impacto	57
3.9 Metalografía	58

3.10 Microdureza	59
CAPITULO IV RESULTADOS Y DISCUSION	60
4.1 Introducción	60
4.2 Velocidad ultrasónica con ondas de corte	60
4.3 Mediciones de atenuación ultrasónica	62
4.4 Mediciones de potencial termoeléctrico	65
4.5 Medición de ferrita por medios no destructivos	66
4.6 Determinación de la tenacidad al impacto	68
4.7 Fractografías	69
4.8 Metalografía	71
4.9 Microdureza	76
CAPITULO V CONCLUSIONES	78
REFERENCIAS	79
APÉNDICE	82

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1	Diagrama pseudobinario Fe-Cr-Ni mostrando las fases presentes en estado sólido para diferentes aceros inoxidable dúplex.	18
Figura 2.2	Diagrama Tiempo-Temperatura-Precipitación de fases secundarias en un acero inoxidable dúplex [2].	19
Figura 2.3	El extremo rico en aluminio del diagrama de fases aluminio-cobre muestra los tres pasos en el tratamiento térmico de endurecimiento por envejecimiento y las microestructuras que se producen.	21
Figura 2.4	Diagrama de fase hierro-carburo de hierro	24
Figura 2.5	Crecimiento y estructura de la perlita	26
Figura 2.6	Ondas longitudinales	29
Figura 2.7	Ondas de corte	29
Figura 2.8	Diagrama de una onda armónica plana que muestra las definiciones de longitud de onda y velocidad de fase.	32
Figura 2.9	Sección de una varilla delgada (a) con coordenada x y desplazamiento u y (b) el esfuerzo actuando en un elemento diferencial de la varilla.	33
Figura 2.10	Sección transversal de un transductor ultrasónico usado para caracterización de materiales en la técnica de pulso-eco.	36
Figura 2.11	Secuencia usada en el método pulso-eco para encontrar el coeficiente de atenuación, la velocidad se calcula del tiempo de viaje entre pulsos: a) arreglo experimental, b) señales en el dominio del tiempo, c) espectros de frecuencia, d) coeficiente de atenuación versus frecuencia.	37
Figura 2.12	Diagrama de un sistema ultrasónico de pulso-eco	38
Figura 2.13	Anisotropía introducida por el proceso laminado en frío	39
Figura 2.14	Esquema del circuito usado para medir la fuerza electromotriz térmica	44
Figura 2.14	Ilustración esquemática del efecto Thomson	46
Figura 2.15	Esquema del efecto Peltier	47
Figura 3.1	Diagrama de tratamiento térmico	50
Figura 3.2	Diagrama esquemático de las mediciones de velocidad ultrasónica	51
Figura 3.3	Representación esquemática de los cruces en cero para la medición precisa del tiempo de vuelo	51
Figura 3.4	Diagrama esquemático de la técnica de inmersión pulso-eco para las mediciones de atenuación y velocidad longitudinal ultrasónica.	53
Figura 3.5	Diagrama esquemático de las mediciones de potencialtermoeléctrico.	55
Figura 3.6	Ajuste de datos experimentales conocidos para determinar el potencial termoeléctrico	55
Figura 3.7	Medición no destructiva del contenido de ferrita.	56
Figura 3.8	Espécimen con dimensiones especificadas en la norma ASTM E370.	57
Figura 3.9	Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM.5910-LV	58
Figura 3.10	Fotomicrografía de metal base	58
Figura 3.11	Microdurometro Mitutoyo	59

Figura 4.1	Influencia del tiempo de envejecimiento en la velocidad de propagación de los modos lento y rápido de la onda ultrasónica de corte.	61
Figura 4.2	Coefficiente de atenuación para en especímenes con tratamiento térmico a 900 °C y diferentes tiempos de permanencia.	63
Figura 4.3	Coefficiente de atenuación para en especímenes con tratamiento térmico a 700 °C y diferentes tiempos de permanencia.	64
Figura 4.4	Variación potencial termoelectrico con tiempo de envejecimiento	66
Figura 4.5	Tiempo de envejecimiento y ferrita equivalente.	67
Figura 4.6	Cambio en la energía absorbida en función del tiempo de envejecimiento.	68
Figura 4.7	Variación de la energía de impacto con el % de ferrita equivalente	69
Figura 4.8	Fractografía del espécimen tratado térmicamente 30 minutos a 700°C	70
Figura 4.9	Fractografía del espécimen tratado térmicamente 48 horas a 700°C	70
Figura 4.10	Metal base, 200X.	71
Figura 4.11	Tratamiento térmico de envejecimiento por 5 minutos a 900°C, 200X	72
Figura 4.12	Tratamiento térmico de envejecimiento por 10 minutos a 900°C. 200X	72
Figura 4.13	Tratamiento térmico de envejecimiento 30 minutos a 900°C. 200X	73
Figura 4.14	Tratamiento térmico de envejecimiento por 2 horas a 900°C. 200X	73
Figura 4.15	Tratamiento térmico de envejecimiento por 6 horas. 900°C, 200X	74
Figura 4.16	Tratamiento térmico de envejecimiento por 24 horas a 700°C. 200X	74
Figura 4.17	Tratamiento térmico de envejecimiento por 48 horas a 700 °C. 200X	75
Figura 4.18	Tratamiento térmico de envejecimiento por 6 horas a 900 °C 500X	76
Figura 4.19	Relación microdureza con respecto al tiempo de envejecimiento	77

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1	Propiedades mecánicas de los aceros inoxidables dúplex más empleados.	16
Tabla 2.2	Propiedades mecánicas de los diferentes aceros inoxidables [3].	17
Tabla 2.3	Coefficientes teoréticos de atenuación ultrasónica para sólidos elásticos policristalinos	42
Tabla 3.1	Porcentaje en peso de principales elementos aleantes	49
Tabla 3.2	Combinación de tiempo y temperaturas de tratamientos térmicos.	49

RESUMEN

Los aceros inoxidables dúplex presentan una microestructura de dos fases con cantidades aproximadamente iguales de ferrita (α) y austenita (γ) lo cual le dan una combinación de buenas propiedades mecánicas y excelente resistencia al agrietamiento por corrosión lo cual los hace atractivos para ser usados en la industria petrolera, química y nuclear. La buena relación entre propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión que presenta este tipo de aceros puede ser perdida por la presencia de fases no deseables, si se da un proceso de manufactura deficiente o las condiciones durante el servicio no son adecuadas. Entre estas fases se tiene la presencia de la fase σ , la cual causa una degradación drástica en las excelentes propiedades de estos aceros. La detección de estas fases se hace por métodos tradicionales de metalografía y métodos no destructivos magnéticos. Los métodos no destructivos magnéticos tienen la desventaja de ser semi-superficiales lo cual limita su aplicación si el componente está cubierto con algún tipo de protección. Es por ello que en esta investigación se estudia la posibilidad de evaluar el grado de deterioro por medio de la técnica ultrasónica no destructiva.

En este proyecto, se investigó la viabilidad para utilizar mediciones de birrefringencia de ondas acústicas de corte, mediciones de atenuación ultrasónica y de potencial termoeléctrico, para caracterizar el grado de deterioro de un acero inoxidable dúplex 2205 sometido a diferentes tratamientos de envejecimiento a temperaturas de 700°C y 900°C con intervalos de tiempo que van desde los 5 minutos hasta las 48 horas. La evidencia experimental encontrada demuestra que el potencial termoeléctrico, el modo rápido de ondas acústicas de corte y mediciones de atenuación son sensibles a los cambios microestructurales causados por el tratamiento de envejecimiento. Por otra parte, el modo lento de la onda acústica de corte no mostró sensibilidad alguna a estos cambios. Los resultados obtenidos en el ensayo de impacto, muestran una disminución drástica en la energía de impacto para los diferentes tratamientos térmicos. Estos resultados sugieren que es posible caracterizar en forma no destructiva el grado de deterioro causado por los tratamientos térmicos.

OBJETIVO

El objetivo general de este trabajo de investigación es evaluar el grado de deterioro de acero inoxidable dúplex 2205 por métodos no destructivos y así poder implementar una técnica no destructiva para su monitoreo o como control de calidad de componentes fabricados con este tipo de acero.

Como objetivos particulares tenemos:

- Medir el efecto de tratamientos térmicos de envejecimiento en la velocidad ultrasónica de ondas de corte, mediciones de atenuación ultrasónica y el potencial termoeléctrico.
- Relacionar los resultados de ensayos no destructivos con los resultados de pruebas mecánicas.
- Obtener por medio de una técnica no destructiva la cantidad de ferrita equivalente para cada uno de los tratamientos térmicos en sus diferentes tiempos y así relacionar todas las técnicas utilizadas.

CAPITULO I

INTRODUCCION

El uso de aceros inoxidable dúplex se ha incrementado en los últimos años para diversas aplicaciones en las industrias marina, química, nuclear y petrolera; debido a la combinación de buenas propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión. Es bien conocido que sus excelentes propiedades dependen de su microestructura que consiste en cantidades aproximadamente iguales de ferrita (α) y austenita (γ). Sin embargo, el deterioro en la tenacidad a la fractura y resistencia a la corrosión como resultado de la exposición a altas temperaturas, ya sea durante su fabricación es un problema típico para los consumidores de aceros inoxidable dúplex. Ciertamente, las fases indeseables como intermetálicos, carburos y nitruros pueden existir en los aceros y afectar seriamente sus propiedades si los procesos de manufactura no son controlados apropiadamente. Entre estas fases se encuentra la fase σ , la cual se forma rápidamente y ha sido estudiada por sus efectos dañinos en la tenacidad y resistencia a la corrosión. Típicamente, la fase sigma precipita por la transformación $\delta \rightarrow \alpha + \sigma$ entre 600°C y 1000°C.

Aunque la evolución microestructural y propiedades mecánicas en un tratamiento de envejecido ha sido estudiada por varios investigadores no existe un método no destructivo que nos pueda indicar el grado de deterioro o hasta qué punto el acero funciona o cumple con los requerimientos para su aplicación; y las técnicas no destructivas como velocidad ultrasónica y potencial termoeléctrico son una buena alternativa.

Entre los métodos de inspección no destructivos, el ultrasonido ha sido considerado como una alternativa atractiva para la caracterización de las propiedades elásticas, esfuerzos residuales, degradación del material, etc., a partir de la interacción entre onda acústica y material. En esta interacción, la velocidad y la atenuación ultrasónica juegan un rol muy importante. Cuando una onda acústica viaja a través de un material, la microestructura afecta su propagación por lo que la onda ultrasónica pierde energía debido a la dispersión de la onda en la frontera de grano. Esta pérdida es usualmente caracterizada por la atenuación del medio. En forma general, la atenuación y velocidad de onda dependen del

tamaño de grano, forma y distribución de la orientación particular de los granos de tal forma que si el medio es isotrópico desde el punto de vista ultrasónico la velocidad y atenuación son independientes de la dirección en la que son medidas. Sin embargo, la atenuación y velocidad de onda se vuelven función de la dirección de propagación si los granos tienen una orientación preferencial o textura cristalográfica como en el caso de los metales laminados. En materiales que son trabajados en frío y presentan textura cristalográfica, si se dan cambios modestos en la temperatura a la cuál operan los componentes pueden dar lugar a la recristalización de la microestructura, con lo que los efectos de la deformación plástica son eliminados. Para el uso a largo plazo de componentes con una seguridad completa, existe la necesidad de establecer técnicas no destructivas que evalúen la degradación del material del que está hecho el componente. Debido a la sensibilidad de las ondas acústicas a la orientación cristalográfica, cambios causados por recristalización de la microestructura pueden ser determinados mediante mediciones de velocidad y atenuación de la onda ultrasónica. Las mediciones de velocidad y atenuación ultrasónica proveerán un medio muy útil para monitorear el envejecimiento y degradación de componentes. En esta investigación experimental, mediciones de velocidad ondas de corte y atenuación de ondas longitudinales se realizaron para determinar el efecto de tratamientos térmicos de envejecimiento del acero inoxidable dúplex 2205. Con el propósito de lograr esto, los resultados experimentales de atenuación y velocidad ultrasónica fueron comparados con metalografías de las probetas envejecidas a diferentes temperaturas.

1.1 Justificación

Como se mencionó anteriormente los aceros inoxidables dúplex son ampliamente usados debido a sus excelentes propiedades; sin embargo, la exposición de estos aceros a temperaturas entre los 400° y 950°C puede provocar la precipitación de fases secundarias como la fase σ , fase χ , fase R, la descomposición espinodal de la ferrita, nitruros, austenita secundaria, las cuales perjudican significativamente sus propiedades mecánicas y su resistencia a la corrosión. Para tener un largo periodo de uso en completa satisfacción, es

necesario establecer una técnica para evaluar el grado de deterioro del material o las condiciones en las que se encuentra; de vital importancia es que la técnica sea no destructiva debido a las aplicaciones especiales que tienen los aceros inoxidables dúplex. Tanto ultrasonido como potencial termoeléctrico se pueden medir en los aceros aún en servicio y sin tener que cortar el material ni hacer ningún daño, por lo tanto su uso para evaluar este tipo de materiales.

1.2 Hipótesis

El proceso de trabajado en frío conlleva deformar plásticamente un material y produce una reorientación cristalográfica relativa a la dirección del esfuerzo aplicado, conocida como textura cristalográfica (orientación preferencial). Esta reorientación cristalográfica, resulta en un comportamiento anisotrópico del material de tal forma que las propiedades mecánicas varían dependiendo de la orientación en la que son medidas, esta textura afecta la propagación de las ondas de corte produciendo el fenómeno de birrefringencia. Por otra parte, la recristalización de la microestructura desencadenada por cambios en la temperatura de operación produce también un cambio en la morfología de los granos alargados y los nuevos granos recristalizados tienden a ser granos equiaxiales. Estos cambios morfológicos deben de incidir en la atenuación de la onda ultrasónica. Por lo que el grado de deterioro se medirá utilizando dos fenómenos ultrasónicos que son influenciados en forma independiente por la microestructura del material.

Por otro parte, se sabe también que el potencial termoeléctrico es muy sensible a los cambios microestructurales, como el trabajo en frío, que produce cambios en la resistividad eléctrica aumentando el potencial termoeléctrico; el acero inoxidable dúplex presenta este proceso de conformado por lo tanto podríamos observar algunos cambios causados por la recristalización impulsada por los tratamientos térmicos.

CAPITULO II

REVISION BIBLIOGRAFICA

2.1 Introducción

En este capítulo se presenta una clasificación de los aceros inoxidable dúplex, sus características y aplicaciones así como su evolución microestructural si es sometido a ciclos térmicos o a temperaturas a las cuales no es segura su operación. También se describen las bases teóricas de las técnicas utilizadas para la evaluación no destructiva del material.

2.2 Aceros inoxidable dúplex

2.2.1 Evolución de los aceros inoxidable dúplex

Desarrollados hace más de 70 años, los aceros inoxidable dúplex son hoy en día una de las aleaciones más empleadas en diferentes sectores de la industria. Los primeros aceros inoxidable dúplex fueron fabricados en Suecia y en Finlandia en 1930, aunque Francia logró la primera patente en 1935, cuando la compañía Holtzer descubrió su primera aleación dúplex de una manera accidental, al equivocarse en la composición química durante la fabricación de un acero inoxidable del tipo AISI 316.

La primera generación de dúplex fueron aleaciones empleadas exclusivamente para la fabricación de piezas fundidas (G-X40CrNi25-5, G-X40CrNiSi27-4), posteriormente aparecen las primeras aleaciones forjadas como el UR-50, que presentaban una muy buena resistencia a la corrosión por picaduras, pero que al contener un alto %C, exhibían una tendencia elevada a la precipitación de fase sigma. El gran problema de la primera generación de inoxidable dúplex era su elevada tendencia a la formación de microestructuras con un alto contenido de ferrita y la rápida precipitación de fases secundarias que hacían que las uniones soldadas presentaran una reducida tenacidad y una baja resistencia a la corrosión. La aleación X8CrNiMo27-5 (EN 1.4460, AISI 329) era un ejemplo típico de estas primeras aleaciones. La década de los 60, a través del desarrollo de las nuevas tecnologías de afino de los aceros marcó el camino del desarrollo constante de

estas aleaciones. El empleo del nitrógeno como elemento de aleación en los aceros inoxidable constituyó un enorme avance para la mejora de las propiedades mecánicas y de la resistencia a la corrosión. Es así que en la década de los 70 aparecen los aceros inoxidable de segunda generación, que presentaban una excelente resistencia a la corrosión debida a cloruros y una menor tendencia a la precipitación de fases secundarias en la unión soldada. Es con esta nueva generación que los inoxidable dúplex se hacen populares y nace la aleación 22Cr-5Ni-3Mo-0.16N (EN 1.44642), considerada hoy en día como el “caballo de batalla” de esta familia de aceros inoxidable (UR 45N, SAF 2205, Remanit 4462, Cronifer 2205, Nirosta 4462, etc.). Su aplicación se extendió de manera importante en la industria petroquímica, especialmente en equipos de plataformas *off-shore*.

Posteriormente en la década de los 80 se desarrollaron los aceros inoxidable súper dúplex, diseñados para aplicaciones altamente corrosivas en la industria *off-shore*, del papel, plantas desulfuradora de gases, etc. Estas aleaciones presentan mayores contenidos de Cr, Mo, N que sus predecesores, incrementando notablemente su resistencia a la corrosión debida a cloruros.

En la última década se han re-direccionado el desarrollo de los inoxidable dúplex a la búsqueda de aleaciones más económicas que puedan competir ventajosamente con los aceros inoxidable austeníticos convencionales como el AISI 304 y el 316. Es así que nace un nuevo grupo de dúplex con menores contenidos de Ni y Mo (UNS S32304, UNS S32101) destacando los grados 23Cr-4Ni-0.1N, 21Cr-5.0Mn-1.5Ni-0.22N [2].

2.2.2 Clasificación de los aceros inoxidable dúplex

Hoy en día podemos diferenciar cuatro grandes grupos de aceros inoxidable dúplex:

1. Los aceros inoxidable dúplex sin Mo (lean dúplex) en los que destacan las aleaciones de 23%Cr-4%Ni (EN 1.4362, UNS S32304) y las versiones más económicas con 21%Cr-1,5%Ni (EN 1.4162, UNS S32101, LDX2101™). Dentro de este grupo se podría incorporar también la aleación con 20%Cr-3%Ni, aunque ella contenga hasta cerca de

2%Mo (UNS S32003, AL 2003™). Este grupo de aleaciones compite ventajosamente con los aceros inoxidable austeníticos del tipo AISI 304 y 316.

2. Los aceros inoxidable dúplex clásicos o estándar con 22%Cr-5%Ni que contienen además 3%Mo y 0.17%N. Constituyen actualmente el 80% de las ventas de inoxidable dúplex y poseen mejores propiedades frente a la corrosión que los inoxidable austeníticos convencionales.

3. Los aceros inoxidable dúplex de 25%Cr-5%Ni(UNS S32550, DP-3™) con contenidos de 3%Mo, 0,17%N y adiciones de Cu y W. Aunque estos no llegan a la categoría de súper-dúplex, poseen en general una mejor resistencia a la corrosión que sus los dúplex 22Cr-5Ni.

4. Los aceros inoxidable súper-dúplex o de alta aleación, empleados en condiciones altamente exigentes donde la resistencia a la corrosión por picadura requiere aleaciones con índices PREN > 40. A este grupo pertenecen las aleaciones 25-26%Cr-7%Ni (2507, Zeron 100™, UR 52N+™, Ferralium alloy SD40™, DP-3W™) que poseen además mayores contenidos de Mo (3.7%) y de N (0.27%) así como adiciones de Cu y W.

En la tabla 2.1 se puede observar propiedades mecánicas de los aceros inoxidable mas empleados. Por otro lado, la tabla 2.2 presenta la variación de las propiedades mecánicas de los diferentes aceros inoxidable.

Tabla 2.1 Propiedades mecánicas de los aceros inoxidable dúplex más empleados.

UNS	EN	Nombre comercial	σ_y [MPa]	σ_{raccion} [MPa]	ϵ [%]
S32003		AL2003	450	655-760	25
S32101	1.4262	LDX2101	450	650	30
S32304	1.4362	SAF2304	400	600-820	25
S32205	1.4462	SAF2205	450	680-880	25
		UR45N+	510	720	25
S32550	1.4507	255	550	760	15
S31260		DP3	485	690	20
S32550	1.4507				
S32750	1.4410	SAF2505	550	800-1000	25
		DP-3W	550	800	25
S32760	1.4501	ZERON100			

Tabla 2.2 Propiedades mecánicas de los diferentes aceros inoxidables [3].

Acero Inoxidable	Ferrítico	Austenítico	Martensítico	Dúplex	
Resistencia a la tracción [MPa]	415-460	490-860	480-1000	680-900	
Limite elástico [MPa]	275-550	205-575	275-860	410-900	
Elongación [en 50 mm]	10-25	30-60	14-30	270-310	
Dureza	[HB]	180-200	201-217	217	270-310
	HRB/HRC*	88-95	92-95	96	28-31

2.2.2 Transformaciones microestructurales de los aceros inoxidables dúplex

Como se ha señalado anteriormente estas aleaciones han sido diseñadas para alcanzar la óptima combinación de propiedades con una microestructura que presenta una proporción de 50% ferrita y 50% austenita. Tomando en cuenta el diagrama pseudobinario Fe-Cr-Ni de la Figura 2.1 se puede apreciar que el proceso de solidificación de los aceros inoxidables dúplex (se señalan tres grados comerciales) se lleva a cabo mediante la nucleación y crecimiento de cristales de ferrita δ hasta completar toda la transformación de fase líquida a sólida.

Posteriormente conforme se continúa enfriando la aleación, la ferrita δ inicia su transformación parcial a austenita (zona bifásica $\delta + \gamma$), adquiriendo allí su estructura bifásica característica. Si la aleación es sometida posteriormente a calentamientos dentro de la zona $\delta + \gamma$ la proporción ferrita/austenita se modificará según sea la temperatura máxima que se haya alcanzado y la velocidad de enfriamiento hasta la temperatura ambiente. La proporción de ferrita δ se incrementa conforme aumenta la temperatura de calentamiento y cuanto más rápido se ha efectuado el enfriamiento (1300°C/agua).

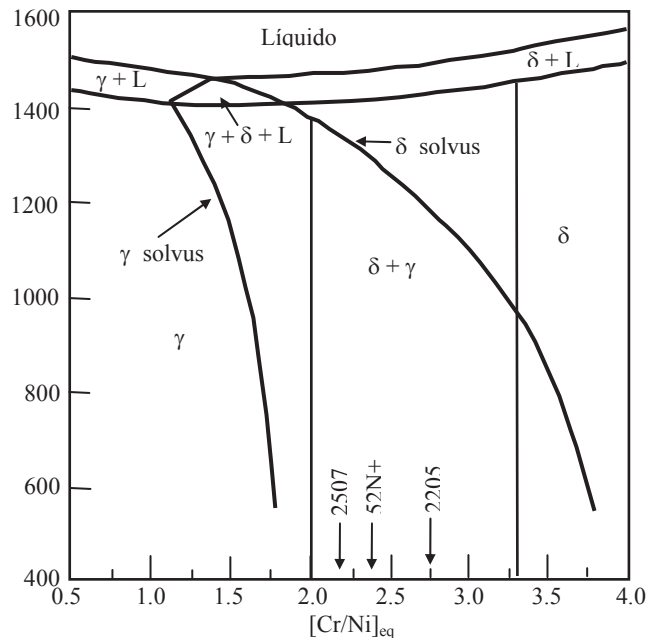


Figura 2.1 Diagrama pseudobinario Fe-Cr-Ni mostrando las fases presentes en estado sólido para diferentes aceros inoxidable dúplex [2].

Si el enfriamiento se realiza muy rápidamente desde elevadas temperaturas el paso por la región bifásica puede ser insuficientemente como para permitir una transformación en equilibrio de la ferrita en austenita, lo cual se traduce en microestructuras con altos contenidos de ferrita. Esto es más notorio en aceros inoxidable dúplex como el 2205, que presenta un inicio de la región bifásica a más bajas temperaturas, comparado con los aceros inoxidable súper-dúplex.

En este caso, si la aleación 2205 fuese calentada a elevadas temperaturas, podría alcanzar la región monofásica δ , la cual al ser enfriada rápidamente se transformaría parcialmente en una austenita en forma de placas alargadas conocida como “austenita Widmanstätten” que se forman en los límites de grano y sub-granos de la ferrita.

Esta microestructura, obtenida por enfriamientos rápidos desde temperaturas elevadas resulta muy inestable y si posteriormente es calentada isotérmicamente (entre 600° y 1100°C) favorecerá rápidamente la transformación secundaria de la ferrita en austenita.

Esta austenita secundaria (γ_2) se precipita en forma de placas finas preferencialmente en los límites y sub-límites de grano de la ferrita.

Sin embargo, la transformación de la ferrita a austenita no es la única que puede ocurrir en los aceros inoxidable dúplex. Por el contrario, como consecuencia de una solubilidad decreciente de los elementos aleantes como el Cr, Mo, Cu, W, N, C en ambas fases y de la muy alta velocidad de difusión de estos elementos en la ferrita, se produce la precipitación de fases secundarias, las cuales nuclean en las interfases γ/α y crecen a costa de la ferrita. La Figura 2.2 muestra la relación entre la temperatura, la permanencia a dicha temperatura y la precipitación de fases secundarias de un acero inoxidable dúplex.

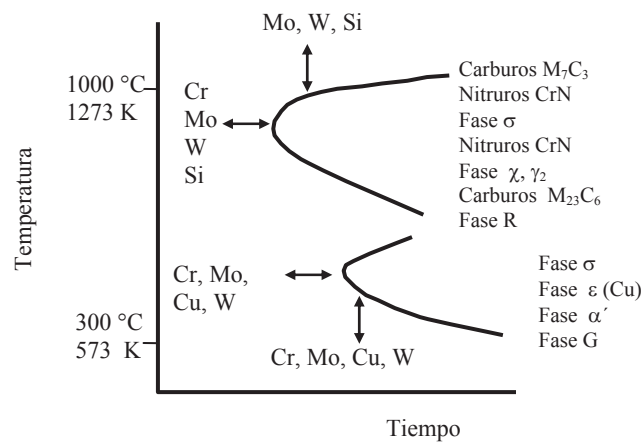


Figura 2.2 Diagrama Tiempo-Temperatura-Precipitación de fases secundarias en un acero inoxidable dúplex [2].

De la Figura anterior se puede observar dos regiones de transformación isotérmica muy bien definidas:

1. Una primera región (600°-1050°C) donde se favorece la precipitación de austenita secundaria (γ_2), fase σ , fase R, fase χ , carburos y nitruros. Dependiendo del contenido de elementos aleantes presentes en la aleación (Cr, Mo, W y Si), se producirá una mayor tendencia a la precipitación de estas fases. Los aceros inoxidables súper-dúplex al tener mayores contenidos de estos elementos son más susceptibles a la precipitación de estas fases, especialmente de fase sigma.

2. Una segunda región (300° - 600°C) donde se produce principalmente la precipitación de nitruros, fase G, fase π , fase ε y la descomposición espinodal de la ferrita en fases α y α' .

Todas estas transformaciones microestructurales conllevan a un endurecimiento del material y a una reducción significativa de su tenacidad, así como de su resistencia a la corrosión. Especialmente perjudicial es la presencia de fase sigma en estas aleaciones, pues reduce dramáticamente las propiedades del acero inoxidable.

Los aceros inoxidables altamente aleados como los súper-dúplex (SAF2507™) son muy susceptibles al efecto de estas fases secundarias (especialmente fase σ). Aceros inoxidables menos aleados, especialmente aquellos con bajos contenidos de Mo (SAF2304™), son menos propensos al efecto perjudicial de estos constituyentes.

A temperaturas entre 350° y 500°C se presenta también una reducción marcada de la tenacidad (y en menor medida de la resistencia a la corrosión), conocida como “fragilización a 475°C”, como consecuencia de la descomposición espinodal de la ferrita (α - α') aunque algunos autores como Auger y colaboradores [4] consideran que también está asociada a la precipitación de otras fases como la fase G, precipitación de carburos y nitruros [5]. Debido a ello, se limita la aplicación industrial de los aceros inoxidables dúplex a un rango de temperaturas entre -50° y 300°C.

De todas las fases secundarias, es la fase σ sin duda alguna, la más perjudicial tanto para las propiedades mecánicas (tenacidad) como para la resistencia a la corrosión de los aceros inoxidables dúplex.

Aunque no es materia de este proyecto en la metalurgia de transformación de los aceros inoxidables dúplex, es importante indicar que la fase sigma es un compuesto intermetálico que responde a una estequiometría de tipo Fe-30%Cr-4%Ni-(4-7%)Mo y cuya cinética de precipitación depende de la composición química del acero, de su microestructura inicial, del grado de deformación en frío previo y de la temperatura de precipitación. Su nucleación se da preferentemente en las interfases γ/σ en los límites de los sub-granos de la ferrita y en zonas aledañas a carburos. En presencia de la austenita secundaria, la fase σ tiende a nuclear en sus límites de grano y crecer hacia el interior de la ferrita aledaña. También es posible su

formación a través de un mecanismo similar a una descomposición eutectoide $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma$ donde se produce la precipitación simultánea de fase σ y austenita (γ_3).

2.2.3 Evolución microestructural en el endurecimiento por envejecimiento o por precipitación.

¿Cómo se forman los precipitados durante el envejecimiento por precipitación? ¿Cómo crecen o envejecen? ¿Pueden los precipitados crecer demasiado, o envejecer en exceso, de forma en que ya no es posible un endurecimiento máximo por dispersión? Las respuestas a estas preguntas se obtienen siguiendo la secuencia de transformaciones de fase que son necesarias para el endurecimiento por envejecimiento.

Supongamos que utilizamos el Al-Cu como un sistema arquetípico para ilustrar estas ideas. La aleación Al-4% Cu es un ejemplo clásico de una aleación endurecible por envejecimiento. Existen tres pasos en el tratamiento térmico de endurecimiento por envejecimiento (Figura 2.3).

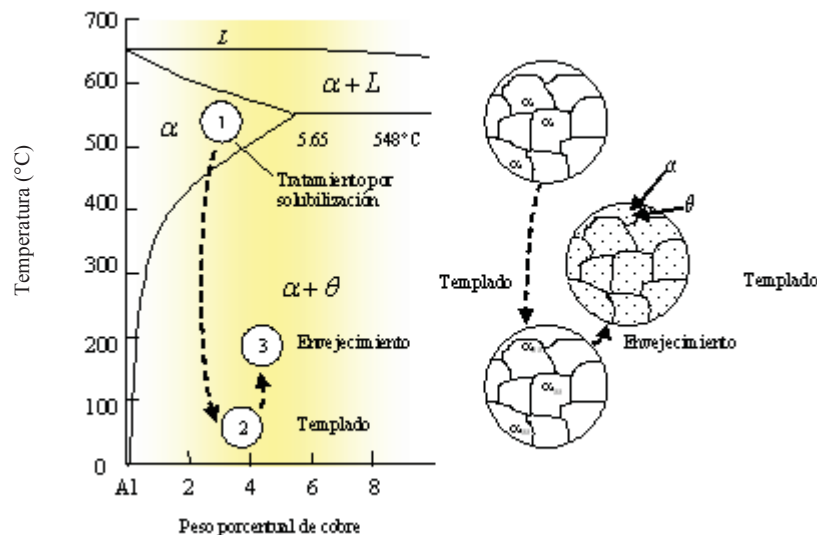


Figura 2.3 El extremo rico en aluminio del diagrama de fases aluminio-cobre muestra los tres pasos en el tratamiento térmico de endurecimiento por envejecimiento y las microestructuras que se producen [6].

Paso 1: Tratamiento por solubilización. En el tratamiento por solubilización, primero se calienta la aleación por encima de la temperatura del solvus y se mantiene así hasta que se

produzca una solución sólida α homogénea. Este paso disuelve el precipitado de la fase θ , reduciendo cualquier segregación microquímica presente en la aleación original.

Podríamos calentar la aleación justo por debajo de la temperatura de solidus e incrementar la velocidad de homogeneización; sin embargo, la presencia de un microconstituyente eutéctico fuera del equilibrio puede causar fusión. Por lo tanto, la aleación Al 4% Cu es tratada por solubilización entre 500°C y 548°C, esto es, entre las temperaturas del solvus y eutéctica.

Paso 2: Templado. Después del tratamiento por solubilización, la aleación, que en su estructura sólo contiene α , se enfría rápidamente, es decir, se temple. Los átomos no tienen tiempo para difundirse hacia sitios de nucleación potenciales, por lo que no se forma la fase θ . Después del templado, la estructura es una solución sólida sobresaturada α_{ss} que contiene un exceso de cobre y que no es una estructura en equilibrio, es una estructura metaestable. Esta situación efectivamente es la misma que el subenfriamiento del agua y de los metales fundidos, así como de los vidrios de silicatos que se subenfrian. La única diferencia es que estamos tratando con materiales en su estado sólido.

Paso 3: Envejecimiento. Finalmente, la solución α supersaturada se calienta a una temperatura por debajo de la solvus. A esta temperatura de envejecimiento, los átomos sólo pueden difundirse cortas distancias. Dado que la solución α supersaturada es metaestable, los átomos de cobre adicionales se difunden a numerosos sitios de nucleación y los precipitados crecen. Finalmente, si mantenemos la aleación a la temperatura de envejecimiento durante un tiempo suficiente, se llega a un equilibrio en la estructura $\alpha + \theta$. Obsérvese que aun cuando la estructura formada tiene dos fases en equilibrio (es decir, $\alpha + \theta$), la morfología de las fases es diferente de la estructura que se habría obtenido mediante el enfriamiento lento de esa aleación. Cuando seguimos los tres pasos antes mencionados, producimos la fase θ en forma de partículas ultrafinas de precipitado de segunda fase

uniformemente dispersas. Esto es lo que necesitamos para un endurecimiento eficaz por precipitación.

La reacción eutectoide

Se define eutectoide como una reacción de estado sólido en la cual una fase sólida se transforma en otras dos fases sólidas:



Como ejemplo de la forma en que podemos utilizar la reacción eutectoide para controlar la microestructura y las propiedades de una aleación, examinemos la porción tecnológicamente importante del diagrama de fase de hierro-carburo de hierro ($Fe - Fe_3C$) (Figura 2.4); que es la base de los aceros y de los hierros colados. La formación de las dos fase sólidas (α y Fe_3C) nos permite obtener endurecimiento por dispersión. La posibilidad de controlar la aparición de la reacción eutectoide (lo que incluye hacer que ocurra, reducirla o evitarla completamente) es posiblemente el paso mas importante en el procesamiento termomecánico de los aceros. En el diagrama $Fe - Fe_3C$, la temperatura eutectoide se llama temperatura A_1 . La frontera entre la austenita (γ) y el campo de dos fases formado por la ferrita y la austenita se conoce como A_{cm} .

Por lo general, no estamos interesados en el extremo rico en carbono del diagrama de fase $Fe - C$, y ésta es la razón por la cual estudiamos el diagrama $Fe - Fe_3C$ como parte del diagrama de fase binaria $Fe - C$.

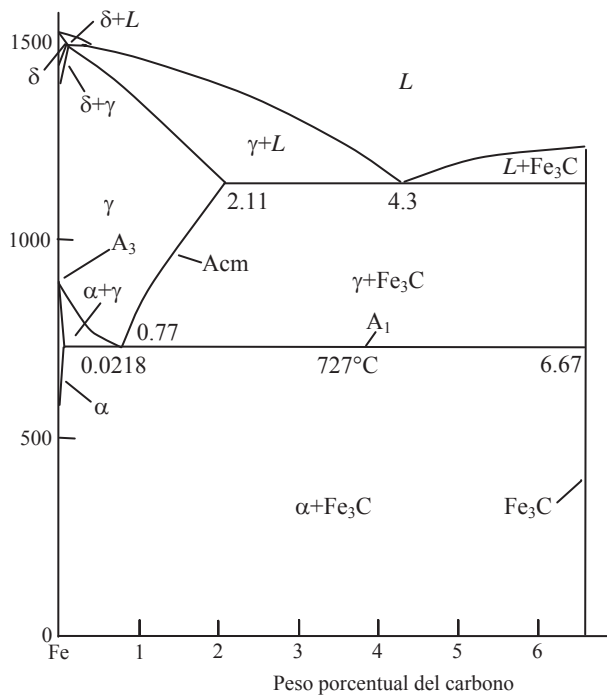


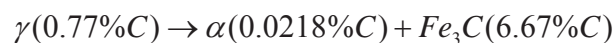
Figura 2.4 Diagrama de fase hierro-carburo de hierro ($Fe - Fe_3C$)

Soluciones sólidas. El hierro sufre dos transformaciones alotrópicas durante el calentamiento o el enfriamiento. Inmediatamente después de la solidificación, el hierro forma una estructura BCC conocida como ferrita δ . A un mayor enfriamiento, el hierro se transforma a una estructura FCC llamada γ , o austenita. Esta fase se llama así en honor a Sir W. C. Robert-Austen, que fue el primero en reportarla. Finalmente, el hierro vuelve a transformarse en una estructura BCC a temperaturas todavía más reducidas; esta estructura se llama α , es decir, ferrita. Tanto las ferritas (α y δ) como la austenita son soluciones sólidas de átomos intersticiales de carbono. Normalmente, cuando no se hace una referencia específica, el término ferrita se refiere a la ferrita α , ya que ésta es la fase más frecuentemente encontrada durante el tratamiento térmico de los aceros. Ciertos materiales cerámicos utilizados en aplicaciones magnéticas también son conocidos como ferritas, pero no tienen relación con la fase ferrítica del sistema $Fe - Fe_3C$.

Dado que los huecos intersticiales en la estructura cristalina FCC son algo mayores que los de la estructura BCC, en un hierro FCC puede acomodarse un número mayor de átomos de carbono. Entonces, la solubilidad máxima del carbono en el BCC es muy inferior (es decir $\sim 0.0218\%$ C en α y 0.09% C en δ). Las soluciones sólidas de carbono en el hierro son relativamente blandas y dúctiles, pero más resistentes que el hierro puro gracias al endurecimiento por solución sólida del carbono.

Compuestos. Cuando se excede la solubilidad del carbono en el hierro sólido, se forma un compuesto estequiométrico Fe_3C , o cementita. El Fe_3C contiene 6.67% C, es extremadamente duro y frágil (parecido a un material cerámico) y está presente en todos los aceros comerciales. Al controlar adecuadamente la cantidad, tamaño y forma del Fe_3C , podemos definir el grado de endurecimiento por dispersión y las propiedades del acero.

Si calentamos una aleación que contenga la composición eutéctica de 0.77% C por encima de los 727°C , producimos una estructura que solo contendrá granos de austenita. Cuando la austenita se enfría a 727°C , empieza la reacción eutectoide:



Al igual que en el caso de la reacción eutéctica, las dos fases que se forman tienen composiciones diferentes, por lo que los átomos deben difundirse durante la reacción. La mayor parte del carbono en la austenita se difunde al Fe_3C , y la mayoría de los átomos del hierro se difunden hacia α . Esta redistribución de los átomos resulta más fácil si las distancias de difusión son cortas, que es el caso cuando α y Fe_3C crecen en forma de laminillas o placas delgadas (Figura 2.5).

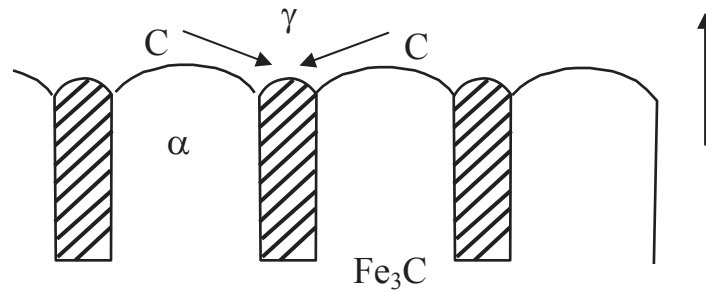


Figura 2.5 Crecimiento y estructura de la perlita

La estructura laminar de α y Fe_3C que se desarrolla en el sistema hierro carbono se conoce como perlita, que es un microconstituyente en el acero. Fue llamada así porque una perlita pulida y atacada químicamente muestra el colorido de la madre perla. Las laminillas en la perlita son mucho más finas que las del eutéctico plomo estaño, porque los átomos de hierro y de carbono deben difundirse a través de austenita sólida, en vez de líquida. Una forma de pensar acerca de la perlita es considerarla como un nanocompuesto metálico cerámico.

Microconstituyentes primarios. Los aceros hipoeutectoides contienen menos de 0.77% C; los aceros hipereutectoides, más de 0.77% C. La ferrita es el microconstituyente primario o proeutectoide de los aceros hipereutectoides. Si calentamos una aleación hipoeutectoide con 0.60% C por arriba de 750°C, solamente quedará austenita en la microestructura. Justo por debajo de 750°C, la ferrita se nuclea y crece, por lo general, en los bordes de los granos de la austenita. La ferrita primaria sigue creciendo hasta que la temperatura se reduce a 727°C. La austenita restante a esta temperatura queda rodeada por ferrita y ha cambiado su composición de 0.60% C a 0.77% C. Un enfriamiento adicional por debajo de 727°C hace que toda la austenita restante se transforme en perlita mediante una reacción eutectoide. La estructura queda con dos fases, ferrita y cementita organizadas como dos microconstituyentes, es decir, ferrita y perlita primarias. La estructura final tiene islas de perlita rodeadas por ferrita primaria. Esta estructura hace que la aleación sea resistente, debido a la perlita endurecida por dispersión, aunque todavía dúctil, debido a la ferrita primaria continua. En las aleaciones hipereutectoides, la fase primaria Fe_3C , que se forma

en los bordes de grano de austenita. Después de que la austenita se enfría a través de la reacción eutéctode, el acero contiene cementita dura y frágil que rodea islas de perlita. Ahora, debido a que el microconstituyente duro y frágil es continuo, el acero también es frágil. Afortunadamente, mediante un tratamiento térmico podemos mejorar la microestructura y las propiedades de los aceros hipereutéctoides [6].

2.3 Fundamento teóricos de ultrasonido

Ultrasonido es el nombre dado al estudio y aplicación de las ondas de sonido que no pueden ser detectadas por el oído humano. Estas frecuencias están en el rango de 20,000 Hz hasta el orden de los giga-hertz (GHz). Históricamente, las pruebas no destructivas (PND) han sido usadas para la detección macroscópica de discontinuidades o defectos en estructuras. Se ha hecho evidente que debido a su relación costo-efectividad que la aplicación de los PND se puede expandir a todos los aspectos de producción del material y aplicaciones. En tiempos recientes, se han incrementado los esfuerzos para desarrollar y perfeccionar técnicas no destructivas que tengan la capacidad de monitorear (1) procesos de producción de materiales, (2) integridad de materiales ya sea después de la fabricación u el transporte (3) La velocidad de degradación en el servicio. Las técnicas ultrasónicas juegan un rol muy importante en estos desarrollos ya que ellas aportan métodos útiles y versátiles para evaluar microestructura, propiedades mecánicas así como la detección de defectos a escala macroscópica y microscópica [7].

La principal diferencia entre las técnicas ultrasónicas tradicionales y las más especializadas como la evaluación no destructiva (END) ultrasónica estriba en la forma en que se considera al medio elástico. En el ultrasonido tradicional, el medio elástico se asume que es ideal, es decir, isotrópico, homogéneo, lineal, libre de atenuación, libre de dispersión, etc. En los ensayos no destructivos el medio se considera hecho de un materiales reales, la razón para ello, estriba en que los procesos de fabricación y conformado que se usan para fabricar la mayoría de los materiales con aplicaciones de ingeniería no generan una distribución aleatoria en la orientación cristalográfica y por lo general no producen una

estructura uniforme de los granos. Es por ello que la mayoría de los materiales policristalinos poseen una textura que afecta fuertemente las propiedades mecánicas del material ahora anisotrópico esto le da propiedades elásticas más complejas; entre las que tenemos, anisotropía, inhomogeneidad, no-linealidad, atenuación, dispersión, etc. Todas estas afectan la propagación de ondas ultrasónicas.

El propósito principal de la END ultrasónica es el de entender la interacción onda-material y establecer las propiedades mecánicas buscadas a partir de la desviación observada e la respuesta ultrasónica de aquella respuesta en un medio ideal libre de defectos. Para ello, se requiere que tiene como prerequisite que se tenga un conocimiento profundo de las características de la propagación de ondas ultrasónicas.

En general, tres ondas elásticas lineales y diferentes (Figura 2.6 y 2.7) llamadas ondas longitudinales y de corte y superficiales) pueden propagarse en una dirección dada de un material anisotrópico. Estas tres ondas, generalmente no son modos puros ya que cada onda normalmente tiene componentes de desplazamiento de las partículas paralelo y perpendicular a la propagación de la onda y uno de estos componentes es usualmente mucho mayor al otro. La onda que presente un componente de polarización paralela mayor se llama onda cuasi longitudinal. Por otra parte, las ondas con un componente de polarización perpendicular mayor se conocen como cuasi-corte. En el caso de que por algún proceso se produzca un material isotrópico todos estos modos se convierten en modos puros [7].

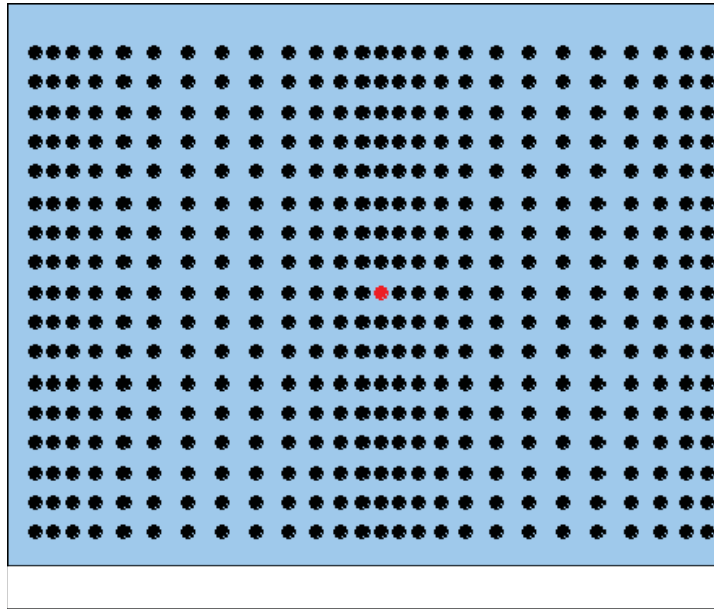


Figura 2.6 Ondas longitudinales

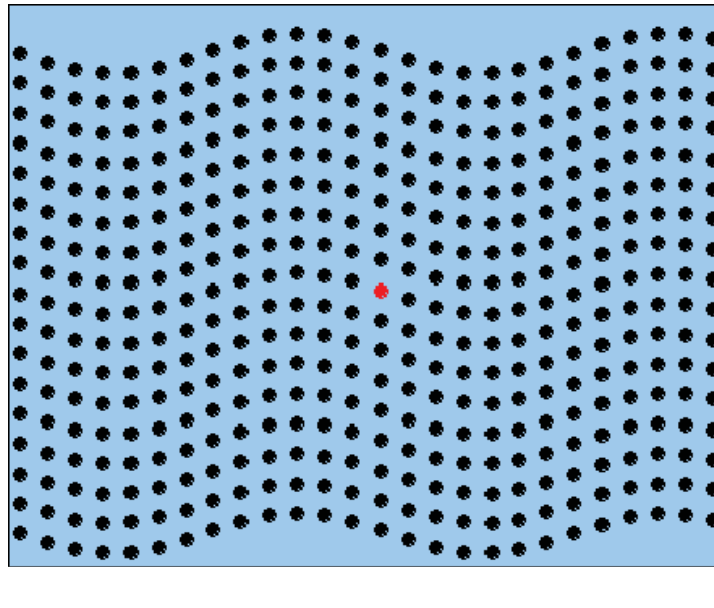


Figura 2.7 Ondas de corte.

Conforme una onda se propaga en un material, esta sufre una atenuación como resultado de una pérdida de energía causada por diversos mecanismos. Las mediciones de atenuación ultrasónica sirven como un indicador muy sensible de las pérdidas internas de energía causados por microestructura y alteraciones microestructurales del material de prueba. Esta sensibilidad de las ondas ultrasónicas estriba en la capacidad de interactuar con una variedad de discontinuidades las cuales incluyen grietas, inclusiones, fronteras de grano entre otras.

Aunque la posibilidad del uso de ondas ultrasónicas fue sugerida por científicos rusos y alemanes al comienzo de la década los treintas, fue hasta la década de los cuarentas cuando la tecnología necesaria llegó a estar disponible y fue Floyd Firestone quien desarrolla en los E.E.U.U., el detector ultrasónico de la técnica pulso-eco. Desde entonces, la prueba ultrasónica ha progresado notablemente como resultado de adelantos en electrónica y en informática. El método ultrasónico es actualmente uno de los métodos de prueba más extensamente utilizado debido al ahorro de tiempo y dinero que ofrece en el proceso de producción. Podemos decir que las principales ventajas la técnica ultrasónica son: a) la interacción onda-material brinda información importante de las propiedades mecánicas del material, b) un alto grado de la penetración es posible en muchos materiales de uso general, que está en contraste con el grado más bajo de la penetración encontrado con la prueba radiológica de metales, c) exactitud en localización y medición de defectos, d) sensibilidad de detectar y clasificar defectos muy pequeños, e) compatibilidad con los dispositivos de exploración automática. Algunas desventajas son: a) Los operadores deben ser entrenados b) se requiere un alto grado de contacto entre el transductor y la superficie que se explorará, c) el costo elevado del equipo.

La técnica ultrasónica no destructiva utiliza como parámetro indicativo algunas características particulares de una onda de esfuerzo propagándose. Estas ondas esfuerzo están en el rango ultrasónico, esto es, tiene frecuencias superiores a los 20,000 Hz. Más aun, las ondas de esfuerzo de mayor interés existen como pulso de corta duración en lugar de ondas continuamente producidas.

Esta parte explica los conceptos fundamentales para describir matemática y físicamente el fenómeno de propagación de ondas. Estos fenómenos son la base para el entendimiento de la propagación de ondas ultrasónicas usadas en la evaluación no destructiva.

2.3.1 Definición de onda y propiedades de una onda

En ultrasonido se involucra la propagación de ondas por lo que es necesario entender las características básicas de la propagación de ondas y algunas de sus ecuaciones matemáticas.

Una onda es una perturbación que transmite energía a través del espacio en una forma que depende de la posición y del tiempo. La representación matemática más simple es la de una onda que se propaga en una dimensión y está dada por la expresión

$$u(x,t) = A \cos(kx - \omega t) = A \cos k(x - c_0 t) \quad (2.1)$$

donde:

$u(x,t)$ = el valor de la perturbación en el espacio en determinada posición y tiempo;

A = la amplitud de la perturbación [volts];

ω = la frecuencia angular [rad/s];

k = el número de onda

c_0 = velocidad de la onda

u = desplazamiento

t = tiempo

La frecuencia angular ω está relacionada a la frecuencia f de la onda por la expresión $\omega = 2\pi f$ la frecuencia es el número de ondas que pasan por un punto determinado en una unidad de tiempo sus unidad es el ciclo/seg o Hertz (Hz). Por lo que por ejemplo si por un punto pasan 20 ondas cada segundo, la frecuencia es 20 Hz. El número de onda k está relacionado al inverso de la longitud de onda por lo que $k = 2\pi/\lambda$. En otras palabras, k es el número de ondas contenidas en una distancia con escala 2π . El número de onda y la

frecuencia angular (o la longitud de onda y la frecuencia) están relacionadas a la velocidad a la cual un punto de la onda se mueve o propaga a través del espacio por la relación

$$c_0 = \frac{\omega}{k} = f\lambda \quad (2.2)$$

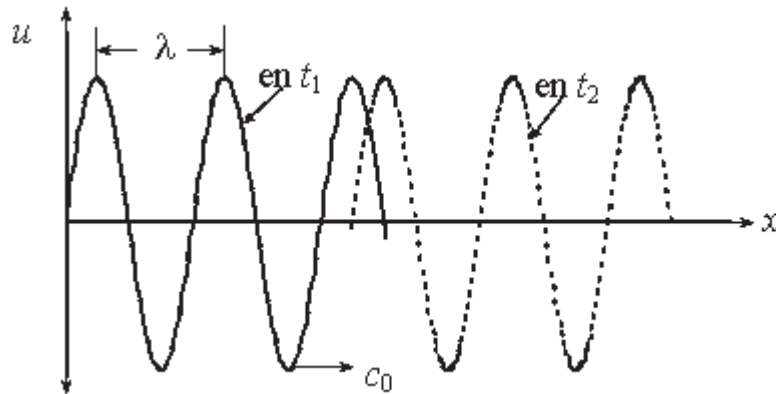


Figura 2.8 Diagrama de una onda armónica plana que muestra las definiciones de longitud de onda y velocidad de fase.

La Figura 2.8, muestra la representación esquemática de una onda que se propaga en la dirección positiva x para un valor particular de longitud de onda λ . Ya que $k = 2\pi/\lambda$, podemos dibujar $u(x,t)$ para varios valores de tiempo t . El ángulo de fase ϕ es el argumento de la función coseno

$$\phi = kx - \omega t = k(x - c_0 t) \quad (2.3)$$

Haciendo un análisis de la ecuación 2.3 se observa que, conforme el tiempo aumenta, x debe de aumentar una cantidad $c_0 \Delta t$ para mantener una fase constante, es decir para que todos los puntos de la onda se propaguen a la misma velocidad. Ya que $x = c_0 \Delta t$ dos cosas pueden ocurrir:

- a) $f(x - c_0 t)$ una onda que se propague a la derecha ya que x debe de ser positiva
- b) $f(x + c_0 t)$ una onda que se propague a la izquierda ya que x debe de ser negativa

2.3.2 Ondas longitudinales propagándose en una varilla delgada

Ahora investigaremos las ecuaciones más básicas que gobiernan la propagación de ondas en muchos sistemas mecánicos. El caso de una varilla elástica delgada será usado aquí. Como se muestra en la Figura 2.9

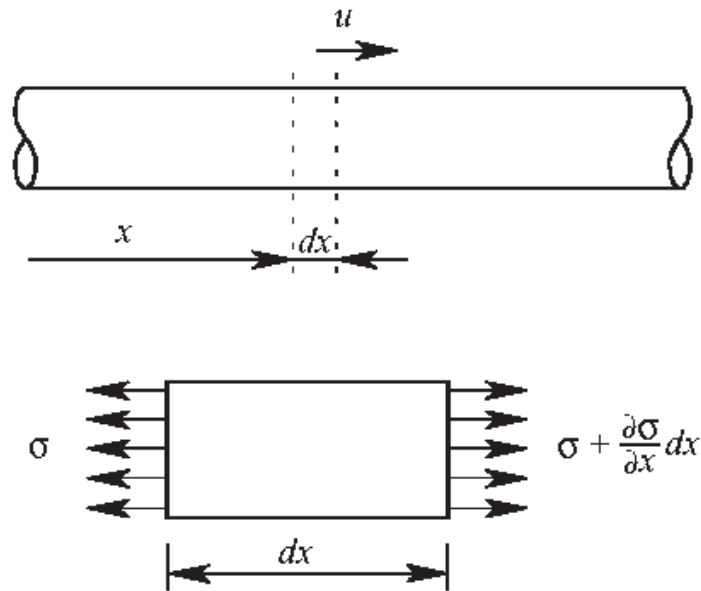


Figura 2.9 Sección de una varilla delgada (a) con coordenada x y desplazamiento u y (b) el esfuerzo actuando en un elemento diferencial de la varilla.

Aplicando la ecuación de movimiento de Newton $F = ma$ en el elemento de la varilla nos da

$$\sigma A + \frac{\partial \sigma}{\partial x} dx A - \sigma A = \rho A dx \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (2.4)$$

Aquí, A es el área de la sección transversal y ρ es la densidad de masa. Esta ecuación se reduce a

$$\frac{\partial \sigma}{\partial x} = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (2.5)$$

Aplicando la ley de Hook para un material elástico tenemos

$$\sigma = E \varepsilon \quad (2.6)$$

Donde ε es la deformación del material la cual es definida como

$$\varepsilon = \frac{\partial u}{\partial x} \quad (2.7)$$

Nota: En mecánica de materiales ε se define como $\varepsilon = \Delta L/L$. En nuestro desarrollo hacemos, $\Delta u \approx \Delta L$, $\Delta x \approx L$ lo que nos lleva a $\varepsilon = \Delta u / \Delta x$. Tomando esto en forma diferencial sería $\varepsilon = d u / d x$. Ya que $u = u(x, t)$, esto se convierte en derivadas parciales, $\varepsilon = \partial u / \partial x$. Sustituyendo (2.7) en (2.6) y esta en (2.5) nos da lo siguiente

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(E \frac{\partial u}{\partial x} \right) = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2}$$

simplificando tenemos la siguiente ecuación en una varilla delgada

$$E \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (2.8)$$

donde E es el módulo de Young, la ecuación (2.8) puede ser escrita en una forma más usual como

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{1}{c_L^2} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2}, \quad c_L = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2.9)$$

La ecuación (2.9) es conocida como *ecuación de onda*. Esta ecuación es la forma en una dimensión de la ecuación de una onda longitudinal plana. La constante c_0 es la velocidad de viaje de la perturbación y queda claramente demostrada la dependencia de la magnitud de esta velocidad en las propiedades del material E y ρ .

La misma ecuación puede ser derivada para la propagación de la onda de corte, para ello, la fuente se sujeta a las tensiones de corte periódicas y realizando así vibraciones transversales a la dirección, esto da como resultado

$$c_S = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \quad (2.10)$$

En esta ecuación μ es el módulo de corte del material. Las ondas longitudinales y de corte difieren básicamente en dos aspectos. Primero, análisis de las ecs. (2.9) y (2.10) muestra que la velocidad de la onda longitudinal es aproximadamente el doble de la velocidad de la onda de corte. Segundo, el movimiento de las partículas de la onda longitudinal es paralelo a la dirección de viaje del pulso, y el movimiento de las partículas de la onda de corte es perpendicular a la dirección de viaje del pulso.

2.4 Métodos de caracterización de materiales

Existe una gran variedad de técnicas de ondas mecánicas disponibles para la caracterización no destructiva de materiales [7]. Por mencionar algunos: métodos de vibraciones sónicas, emisiones acústicas, etc. Aquí se discutirá el método de pulso-eco así como las técnicas de análisis de señales.

2.4.1 Método Pulso-Eco

Esta es una técnica fundamental para la caracterización de materiales y es de gran uso por la capacidad de realizar mediciones ultrasónicas precisas de velocidad y atenuación[8-10]. Como se ha mencionado estas dos mediciones son la base para evaluar módulo elástico caracterización de microestructura y para valorar propiedades mecánicas. La técnica de pulso-eco utiliza un transductor piezoeléctrico de banda ancha el cual emite y recibe señales ultrasónicas. El transductor es mantenido en contacto con el espécimen de prueba en incidencia perpendicular como se muestra en la Figura 2.10.

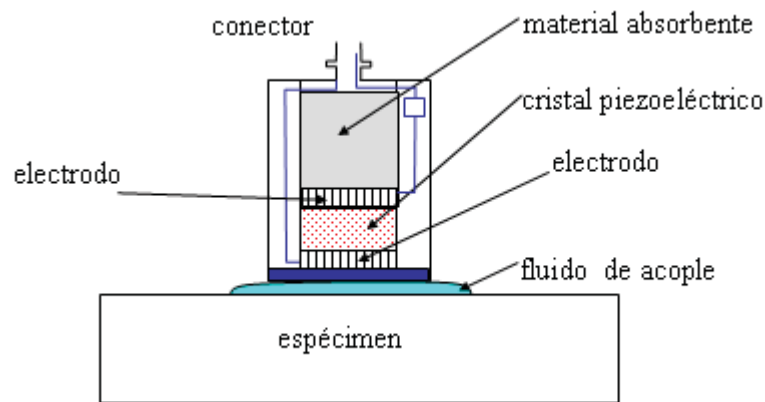


Figura 10 Sección transversal de un transductor ultrasónico usado para caracterización de materiales en la técnica de pulso-eco.

El contacto es hecho por un medio de acople, prefiriéndose que haya una distancia significativa entre el espécimen y el transductor, ésta es lograda al utilizar una columna de agua o de sílice fundida. El propósito de ello es el de aislar una serie de ecos de la superficie frontal y previene que se confundan con reverberaciones del cristal piezoeléctrico. La longitud depende del número de ecos que necesita ser incluidos dentro del tiempo de retardo de la columna y del espesor del espécimen.

2.4.2 Procesamiento de Señales Pulso-Eco

Para mediciones de velocidad, el objetivo es establecer con exactitud el intervalo de tiempo que le toma a una señal viajar de la pared superior a la pared posterior del espécimen. Para mediciones de atenuación el objetivo es determinar la pérdida de energía experimentada por señales que atraviesan el objeto de ensayo. Mediante análisis de señales, se puede obtener un coeficiente de atenuación versus frecuencia el cual es un espectro de atenuación único para el material. Mediante el uso de la computadora, ambas mediciones pueden hacerse conjuntamente al almacenar una serie de ecos reflejados por la pared posterior del espécimen. Como se muestra en la Figura 2.11.

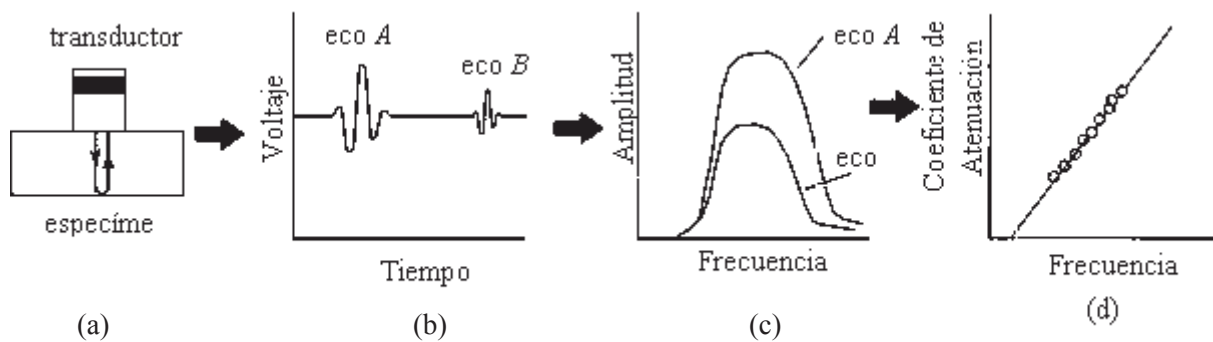


Figura 11 Secuencia usada en el método pulso-eco para encontrar el coeficiente de atenuación, la velocidad se calcula del tiempo de viaje entre pulsos: a) arreglo experimental, b) señales en el dominio del tiempo, c) espectros de frecuencia, d) coeficiente de atenuación versus frecuencia.

El análisis de la señal se puede realizar ya sea en el dominio del tiempo o en el dominio de la frecuencia dependiendo de la necesidad. Se utiliza la transformada rápida de Fourier para determinar la dependencia de la atenuación en un rango amplio de frecuencia.

2.4.3 Mediciones de Atenuación

El método más directo para medir la atenuación es el de medir directamente las amplitudes de voltaje (A-scans) de cada señal en el osciloscopio y poner los resultados en una gráfica, en general este método tiene poca exactitud. Los métodos preferidos utilizan transformada digital de Fourier para determinar la dependencia en la frecuencia en un rango amplio de frecuencia. La Figura 2.12 muestra las cantidades y definiciones y características principales de las mediciones de atenuación.

Las cantidades A_1 , A_2 , I_1 e I_2 en la Figura 2.12 son función de la frecuencia (Transformadas de Fourier de las cantidades en el dominio de la frecuencia). Las cantidades A_1 , A_2 , I_1 e I_2 son espectros de frecuencia de los ecos correspondientes. El coeficiente de reflexión R es en general también función de la frecuencia.

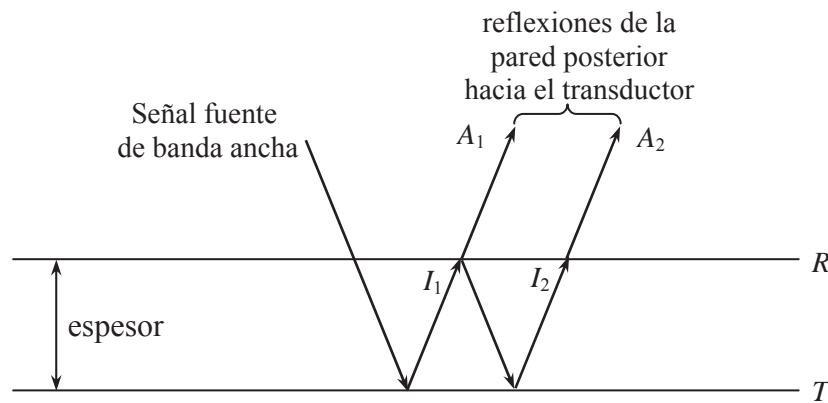


Figura 2.12 Diagrama de un sistema ultrasónico de pulso-eco para determinar la dependencia en la frecuencia de la atenuación.

El coeficiente de reflexión puede ser determinado en términos de energía (intensidad) o amplitud (presión)[11]. El coeficiente de atenuación puede ser escrito como[7,11]:

$$\alpha = \frac{1}{2d} \ln \left(R \frac{A_1}{A_2} \right) \quad (2.11)$$

La técnica de pulso-eco es preferida para mediciones precisas de atenuación que pueden ser usadas para caracterización cuantitativa de microestructura y aseguramiento de propiedades mecánicas de materiales.

2.4.4 Cambios de velocidad ultrasónica en materiales con textura cristalina

La velocidad de onda se considera constante en todas las direcciones en un material dado, y esta suposición es adecuada para la mayoría de las situaciones. Un material que tiene la misma velocidad de onda en cualquier dirección se considera que es isotrópico con respecto a la propagación de onda. Dos excepciones particulares a esta consideración de isotropía ocurren cuando un material es sometido a esfuerzos (efecto acustoelástico) o cuando es trabajado mecánicamente (fenómeno de birrefringencia). El efecto de esfuerzos aplicados no será discutido en esta tesis.

Pongamos por ejemplo el proceso de laminado en frío el cual es mostrado en la Figura 2.13.

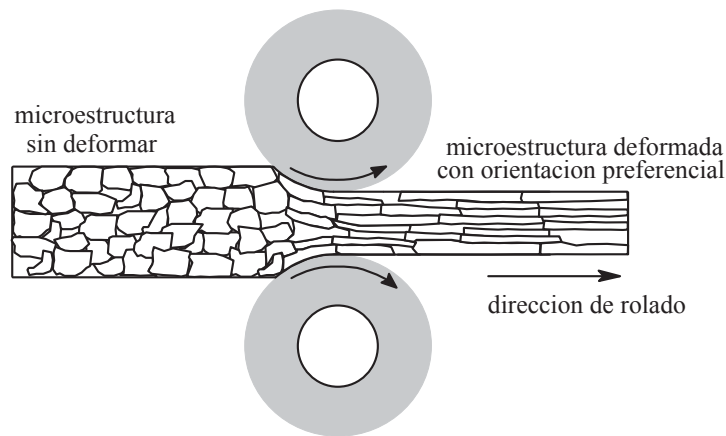


Figura 12 Anisotropía introducida por el proceso laminado en frío

En nuestro caso, el trabajado mecánico en frío, afecta la velocidad de onda en muchas formas: a) dependencia de la velocidad en la dirección de propagación y b) birrefringencia entre algunas. Deformar plásticamente un material produce una reorientación relativa a la dirección del esfuerzo aplicado, textura cristalográfica (orientación preferencial). Esta reorientación cristalográfica, resulta en un comportamiento anisotrópico del material de tal forma que las propiedades mecánicas varían dependiendo de la orientación en la que son medidas. Como se mencionó anteriormente la textura cristalográfica afecta la velocidad ultrasónica por el llamado fenómeno de birrefringencia. Birrefringencia es la refracción de una onda ultrasónica que se propaga en una dirección en dos modos con velocidades ligeramente diferentes y direcciones de polarización mutuamente ortogonales. De tal forma que la orientación preferencial de un espécimen puede ser determinada al medir la diferencia en tiempo de viaje de las dos ondas de corte para una misma distancia de propagación.

2.4.5 Efecto de la microestructura en la atenuación ultrasónica

Las mediciones de atenuación son fundamentales para establecer correlaciones entre microestructura y propiedades mecánicas. Green [11] y Vary [12] llegaron a la conclusión de que la caracterización de propiedades mecánicas depende de una medición precisa de la atenuación.

La dispersión y la absorción son los mecanismos de pérdida de energía que gobiernan la atenuación en el rango de frecuencias de interés para caracterizar la mayoría de los materiales con aplicaciones en ingeniería.

En forma general Atenuación significa la *pérdida* de la amplitud de la señal al incrementarse la distancia de propagación. La pérdida es definida como el cociente de dos amplitudes y es regularmente expresada en unidades logarítmicas como el Neper el decibel [dB] por

$$L \text{ [Neper]} = \ln \frac{A_1}{A_2} \tag{2.12}$$
$$LL \text{ [dB]} = 20 \log \frac{A_1}{A_2}$$

Donde, A_1 = Amplitud de la señal sin atenuación, A_2 = Amplitud de la señal con atenuación
En algunos casos la pérdida L ocurre en forma local como resultado de una interacción de la onda con una discontinuidad del material, entre las cuales están pérdidas por reflexión y transmisión de la onda ultrasónica en la interfase, pérdidas por dispersión en superficies rugosas, etc. También existen otras pérdidas, estas ocurren sobre una distancia conforme la onda ultrasónica se propaga, pero no son proporcionales a la distancia cubierta. Estas pérdidas están asociadas con la divergencia o ensanchamiento del haz ultrasónico. Cuando hablamos estrictamente de atenuación causada por el medio, entonces limitamos el concepto de atenuación al fenómeno que causa una pérdida proporcional a la distancia de propagación, es decir que la pérdida total puede ser expresada como

$$L = \alpha d \tag{2.13}$$

donde d es la distancia de propagación y α es el llamado coeficiente de atenuación.

Existen dos clases principales de mecanismos de atenuación que se deben de considerar en la caracterización ultrasónica de materiales. El primero, la absorción convierte la energía acústica en calor a través de viscosidad, relajación conducción de calor, histéresis elástica, etc. El proceso de absorción de energía es una pérdida irreversible del campo acústico ya que se disipa en el medio. El segundo, la dispersión convierte la energía del haz colimado y

coherente, en ondas incoherentes y divergentes como resultado de la interacción de las ondas con heterogeneidades del material. La energía dispersada llevada por las ondas acústicas incoherentes no necesariamente se pierde ya que al menos parte de ella puede ser recogida por el mismo transductor ultrasónico. Considerando esto, el coeficiente de atenuación puede ser escrito como

$$\alpha = \alpha_{\text{absorción}} + \alpha_{\text{dispersión}} \quad (2.14)$$

Aunque la dispersión cuenta como la mayor parte de la atenuación en metales policristalinos y cerámicos, la absorción es la pérdida dominante en otros materiales como polímeros y fluidos. Por ejemplo, en agua, la cual es usada frecuentemente en sistemas de inmersión el coeficiente de absorción es

$$\alpha_{\text{agua}} = 0.2 f^2 \quad (2.15)$$

donde, f es la frecuencia ultrasónica en MHz y α_{agua} es el coeficiente de atenuación en [dB/m]. Atenuación severa ocurre a altas frecuencias mientras que a bajas frecuencias la expansión del haz ultrasónico es la causa predominante de pérdida sobre una distancia de propagación grande. Por ejemplo, con 10 MHz de frecuencia $\alpha_{\text{agua}} = 0.2$ dB/cm, lo que indica que la atenuación por absorción se puede despreciar en distancias en el agua de hasta unos cuantos centímetros. En metales, la absorción se da por la conversión de energía acústica en calor y es función de la conductividad térmica del material, cuando una onda ultrasónica pasa a través del material existe un flujo de calor de zonas de compresión a zonas de dilatación en el material. Lücke [13] indica que este tipo de pérdidas es proporcional al cuadrado de la frecuencia pero su valor absoluto es despreciable si se compara con las pérdidas por dispersión.

2.5 Atenuación inducida por dispersión en materiales policristalinos

La dispersión de ondas elásticas en sólidos es causada por diferencias en las propiedades elásticas de punto a punto. Las propiedades mecánicas están controladas por composición,

microestructura y morfología. Estos factores también afectan a la propagación de las ondas elásticas, es posible realizar la caracterización ultrasónica de propiedades de materiales.

2.5.1 Método de retro dispersión

En la técnica de retro dispersión, se da la generación y aparición de reflexiones aleatorias de la onda elástica conforme ésta se propaga entre la pared frontal y la pared posterior del espécimen. Esta retro dispersión es causada por cambios en la densidad y la velocidad, es decir es causada por la diferencias en la impedancia acústica encontrada en las fronteras de grano de metales. Estas variaciones en la impedancia acústica se deben a que los granos presentan diferentes velocidades en diferentes direcciones principales. La técnica de retro dispersión ha sido usada principalmente para determinación de tamaño de grano [14-16]. Los parámetros principales que gobiernan la naturaleza y magnitud de la retro dispersión son los cambios de la impedancia acústica y la razón a/λ . La técnica de retro dispersión ha probado su valía en la medición de profundidad en capa endurecidas [17], monitoreo de porosidad y textura en metales y compuestos [18].

La atenuación inducida por dispersión aumenta con la frecuencia a través de todo el rango de frecuencia. Existen tres regiones separadas de acuerdo al mecanismo pérdida de energía, de estas regiones la *región de baja frecuencia* o *región de Rayleigh* es el más importante rango de frecuencia, debido que las técnicas ultrasónicas ordinarias se llevan a cabo en esta región, ya que la atenuación es aceptablemente baja. La tabla siguiente muestra los coeficientes de atenuación en estas tres regiones

Tabla 2.3 Coeficientes teóricos de atenuación ultrasónica para sólidos elásticos policristalinos [19]

Relación de longitud de onda	Mecanismo de Atenuación	Coefficiente de atenuación
$\lambda \gg \pi D$	Dispersión de Rayleigh	$\alpha \propto \Delta^2 D^3 f^4$
$\lambda \cong \pi D$	Estocástica	$\alpha \propto \Delta^2 D f^2$
$\lambda \ll \pi D$	Geométrica	$\alpha \propto \Delta^2 D^{-1}$

En donde

- λ = longitud de onda
- D = tamaño de grano nominal.
- f = frecuencia
- α = coeficiente de atenuación
- Δ = Cambio relativo de las propiedades elásticas entre el dispersor y el medio.

Para cristales cúbicos Δ puede ser definido como el factor de anisotropía

$$\Delta = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} - 1 \quad (2.16)$$

Donde C_{nm} son constantes elásticas del material.

Otra forma de escribir el mecanismo de atenuación en la región de Rayleigh es

$$\alpha_{Rayleigh} = a_R D^3 f^4 \quad (2.17)$$

aquí, a_R es una constante proporcional a Δ^2 . a_R puede ser determinada ya sea por medios empíricos o analíticos y es la relación básica entre los parámetros del material (grado de anisotropía y tamaño de grano) por un lado y frecuencia por el otro. El coeficiente a_R has sido tabulado para la mayoría de materiales policristalinos [9]. Otros parámetros que afectan la medición de la atenuación son de gran importancia en muchos casos. Por ejemplo, la orientación preferencial entre granos vecinos (estructura granos columnares, flujo plástico severo, etc.). El método más directo para medir la atenuación es el de medir directamente las amplitudes de voltaje de cada señal en el osciloscopio y poner los resultados en una grafica.

2.6 Termoelectricidad

En un termopar común, se induce un voltaje entre las uniones caliente y fría de dos metales diferentes, el que aumenta progresivamente con el gradiente de temperatura. Esta diferencia

de temperatura produce cambios en la distribución de electrones en los estados de energía en los extremos caliente y frío, produciéndose un flujo de electricidad. Tres observaciones experimentales de termoelectricidad, los efectos Seebeck, Thomson y Peltier, están relacionados termodinámicamente por las ecuaciones de Kelvin (Thomson).

2.6.1 El efecto Seebeck

Considere la barra conductora ilustrada en la Figura 2.14 con un extremo caliente y otro frío. En el caliente, los electrones serán excitados en promedio a energías más elevadas; la distribución de Fermi tendrá más electrones sobre E_F y menos electrones debajo de este valor. Los electrones de mayor energía en el extremo caliente pueden disminuir su energía por difusión hacia el extremo frío. En esta forma, el extremo frío se carga negativamente, el extremo caliente se carga positivamente, y hay un voltaje inducido a lo largo de la barra. El voltaje inducido hace que fluya una corriente, la que es igual al voltaje dividido por la resistencia eléctrica de la barra. Se produce el equilibrio cuando la corriente es igual al flujo de electrones debido a la diferencia de temperatura y el voltaje inducido es constante.

Debe notarse que el voltaje inducido entre los extremos de la barra depende solamente de las temperaturas de los extremos. Se producirá el mismo voltaje entre los extremos cualquiera que sea la distribución de temperaturas.

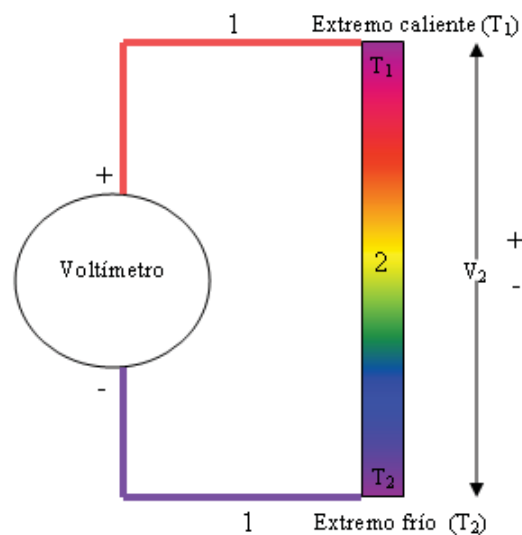


Figura 2.14 Esquema del circuito usado para medir la fuerza electromotriz térmica [20].

Para medir el voltaje inducido, se conecta un voltímetro a los extremos de la barra como se indica en la Figura 2.14. Si los alambres de conexión, 1, son del mismo material que la barra, 2, la diferencia de temperatura inducirá el mismo voltaje en los alambres de conexión y en la barra, y no habrá voltaje entre los terminales del instrumento. Por otra parte, si los conectores son de otro material, se inducirá un voltaje diferente en 1 y se observará el voltaje neto $V_1 - V_2$ en el medidor. Si aumentamos la diferencia de temperatura $T_1 - T_2$ en una pequeña cantidad ΔT , los voltajes inducidos aumentarán en una cantidad pequeña. El voltaje neto, designado por V_{12} , cambiará. El régimen de cambio del voltaje con la temperatura se define como la *potencia termoeléctrica* S_{12} de la unión 1-2:

$$S_{12} = \frac{dV_{12}}{dT} = \frac{dV_1}{dT} - \frac{dV_2}{dT} \text{ ó } S_1 - S_2$$

Aunque S_{12} recibe el nombre de potencia termoeléctrica de la unión, no es una propiedad de la unión. Depende solamente de las propiedades S_1 y S_2 de los dos materiales en bruto. La expresión potencia, aunque inapropiada, se usa corrientemente de todas maneras.

El voltaje inducido térmicamente V_{12} , denominado *potencial de Seebeck*, se usa a menudo para medir temperatura. Una unión del termopar se mantiene a una temperatura conocida. El voltaje V_{12} es entonces una función de la temperatura de la otra unión. Se han compilado las potencias termoeléctricas para una gran cantidad de materiales y pares, y alambre calibrado para termopares se consigue comercialmente. De uso común son cobre (hasta 315°C), Constantan (60 Cu- 40 Ni) y hierro (ambos hasta 950°C), Cromel (90 Ni 10 Cr) y Alumel (94 Ni- 2 Al- 3 Mn- 1 Si), ambos hasta alrededor de 1200°C. Para temperaturas mas elevadas, hasta 1500°C se usan pares de platino-radio, y sobre 1500°C aleaciones de tungsteno-renio.

A temperatura ambiente y superiores, son comunes los potenciales termoeléctricos del orden de milivolts; a temperaturas bajas, los potenciales son normalmente del orden de microvolts. La potencia termoeléctrica es muy sensitiva a los defectos microestructurales de modo que los materiales para termopares deben ser cuidadosamente procesados. En

general, cualquiera cosa que aumente la resistividad, como el trabajo en frío, aumentara la potencia termoeléctrica.

2.6.2 El efecto de Thomson

Con referencia nuevamente a la barra de la Figura 2.14 con un extremo caliente y el otro frío, los extremos se cargarán y se desarrollará un voltaje a lo largo de la barra. Si pasa corriente eléctrica convencional por la barra desde el extremo caliente al frío, los electrones fluyen desde el extremo frío al caliente, ya que van del extremo negativo al positivo de la barra. Esto aumenta su energía potencial por la absorción de energía en forma de calor. Si se invierte el flujo de corriente, los electrones disminuirán sus energías potenciales emitiendo calor. Esta absorción o emisión de calor debe sumarse a la pérdida de potencia o calor de Joule I^2R junto con el flujo de calor debido al gradiente térmico en la barra, para obtener la producción y el flujo total de calor. La absorción o emisión calor recibe el nombre de *efecto Thomson*, y la relación

$$\frac{dQ(\text{thomson})}{dt} = -\mu_T J_x \frac{dT}{dx}$$

Define el coeficiente de Thomson $\mu_T \cdot J_x$ y dT/dx son la densidad de corriente y el gradiente térmico a lo largo de la barra de la Figura 2.15 y dQ/dt es el calor emitido por unidad de volumen por segundo.

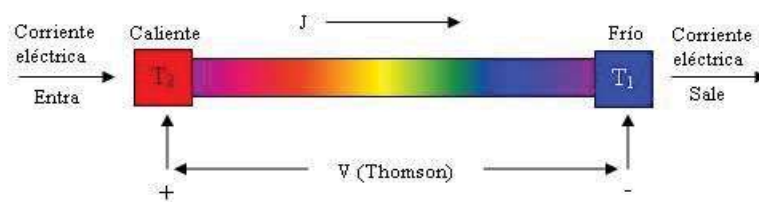


Figura 2.15 Ilustración esquemática del efecto Thomson [20].

2.6.3 El efecto de Peltier

Un tercer efecto termoeléctrico importante es el *de Peltier*, ilustrado en la Figura 2.16. Cuando se hace pasar corriente a través de la unión termopar, es absorbido o evolucionado calor, según la dirección de la corriente. El *calor de Peltier* μ_{12} se define como el calor reversible emitido en la unión por unidad de tiempo por unidad de corriente eléctrica que fluye de 1 a 2, o

$$\frac{dQ(\text{unión})}{d_t} = \mu_{12}$$

Por esta definición, $\mu_{12} = -\mu_{21}$.

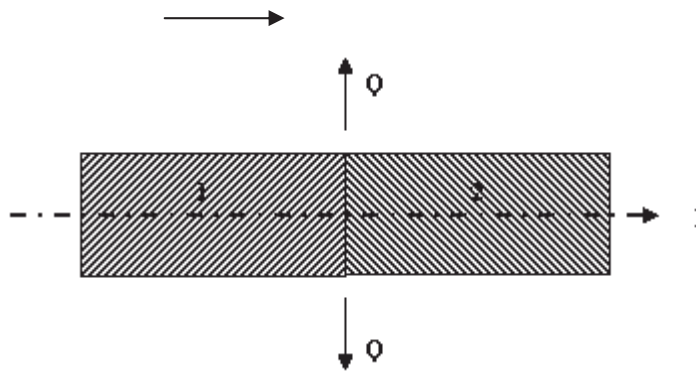


Figura 2.13 Esquema del efecto Peltier [20].

En la discusión del efecto Thomson se dijo que los electrones pueden convertir calor en energía potencial y viceversa. En general, los electrones pueden transportar calor en las formas de energía térmica y potencial. La proporción de calor que llevan los electrones depende de la temperatura, campos eléctricos, y del material por el cual fluyen los electrones y su valor por mol de electrones es diferente para diferentes materiales, y en consecuencia sus potencias termoeléctricas y coeficientes de Thomson difieren. Cuando los electrones fluyen del material 1 al material 2 en la Figura 2.15, cambian la cantidad de calor que llevan, y la diferencia tiene que ser absorbida o liberada, dependiendo de la dirección del flujo de corriente en la unión. En consecuencia, el efecto de Peltier es proporcional a la diferencia en el calor llevado por los electrones de conducción de los dos materiales. El

calor absoluto de Peltier puede definirse de la misma manera que la potencia termoeléctrica absoluta

$$\mu_{12} = \mu_1 - \mu_2$$

Ni el efecto de Peltier ni el de Seebeck dependen de la naturaleza de la unión entre los dos materiales. La unión puede ser soldada en diferentes formas o fundida. Los efectos se deben a los materiales mismos y no a las propiedades de la unión [20].

CAPITULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 Composición química

El análisis químico del acero inoxidable duplex 2205 se realizó en la compañía llamada METALTEST que se encuentra en el estado de Washington, E.U., el reporte de los resultados se muestra en la tabla 4 en la cual la composición química está dada en porcentaje de peso de los principales elementos de aleación.

Tabla 3.1 Porcentaje en peso de principales elementos aleantes

C	Cr	Ni	Mo	Fe	V	W	Co	Mn
0.02	22.5	5.8	3.1	66.01	0.159	0.020	0.055	1.5

3.2 Tratamientos térmicos

Se realizó el tratamiento de solución a una temperatura de 1100°C por un tiempo de 30 minutos a una velocidad de calentamiento de 10°C/min. Posteriormente se llevó a cabo el tratamiento de envejecimiento a 700 y 900°C en intervalos de tiempo desde 5 minutos hasta 48 horas; cuatro muestras para cada condición. La tabla 3.2 muestra las temperaturas y tiempos de exposición diseñadas para este experimento.

Tabla 3.2 Combinación de tiempo y temperaturas de tratamientos térmicos.

TEMP.	TIEMPO (min.)							
700°C	5	10	30	60	120	360	1440	2880
900°C	5	10	30	60	120	360		

La figura 3.1 muestra en forma esquemática los ciclos de tratamientos térmicos a los que fueron sometidos las diferentes muestras de acero dúplex 2205.

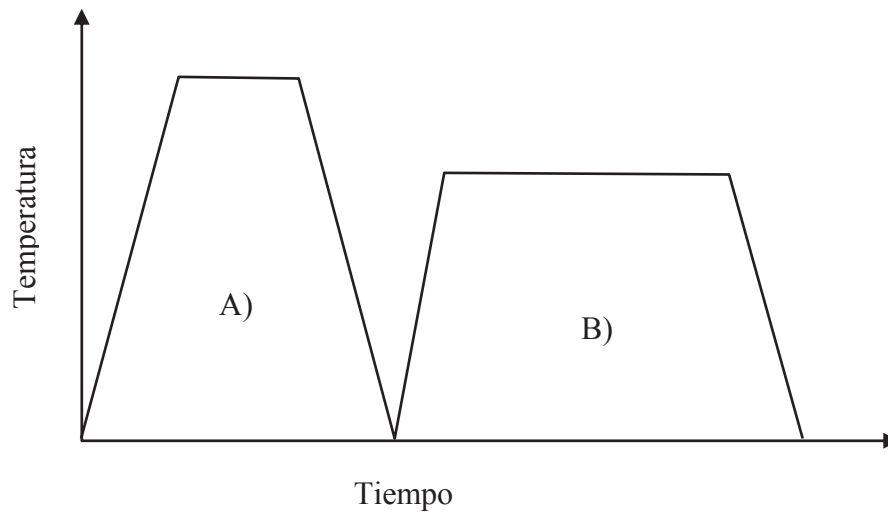


Figura 3.1 Diagrama de tratamiento térmico

- A) Tratamiento de solución a 1100°C
- B) Tratamiento de envejecimiento a 700 y 900°C.

3.3 Velocidad ultrasónica con ondas de corte

El proceso de deformar plásticamente un material puede afectar la velocidad de la onda, debido a la textura cristalográfica que se adquiere en este proceso; el acero que trabajamos fue laminado. Birrefringencia, como se mencionó en el capítulo anterior, significa la refracción de las ondas ultrasónicas propagándose en una dirección dada en dos ondas que tienen velocidades ligeramente diferentes y polarizaciones mutuamente ortogonales. Por lo que, la orientación preferencial en un material laminado puede ser determinado midiendo la diferencia en el tiempo de viaje de las dos ondas de corte en la misma longitud de camino. En la figura 3.2 se muestra en forma esquemática el arreglo experimental utilizado en las mediciones de birrefringencia de ondas ultrasónica, en donde un transductor de ondas de corte de 5 MHz de incidencia normal, fue montado en el espécimen y excitado por un pulsador/receptor de banda ancha marca Panametrics modelo 5073PR. La señal ultrasónica fue digitalizada y promediada en un osciloscopio LeCroy Wavejet 332. El tiempo de vuelo o viaje fue medido en cinco diferentes posiciones en cada muestra Para determinar en forma precisa el tiempo de vuelo se decidió medir el cruce positivo en cero correspondiente

en el primero y segundo eco de la pared posterior que es el tiempo que la onda de corte tarda en recorrer el espesor del espécimen.

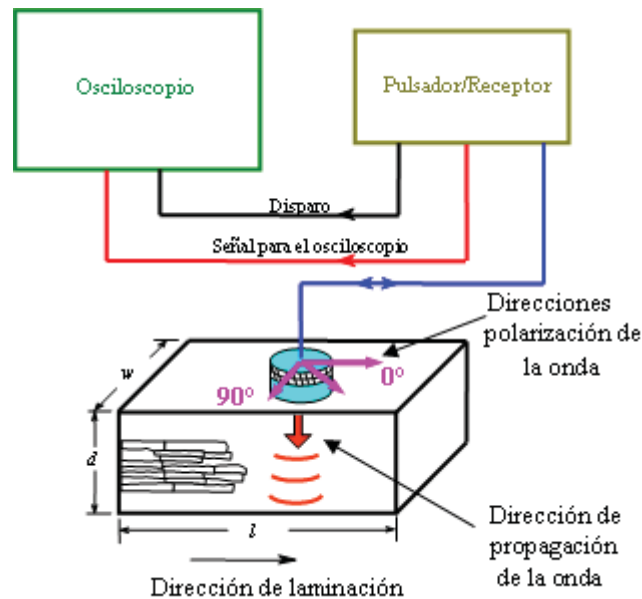


Figura 3.2 Diagrama esquemático de las mediciones de velocidad ultrasónica de corte.

Los detalles para ajustar las puertas de medición son mostrados en la figura 3.3.

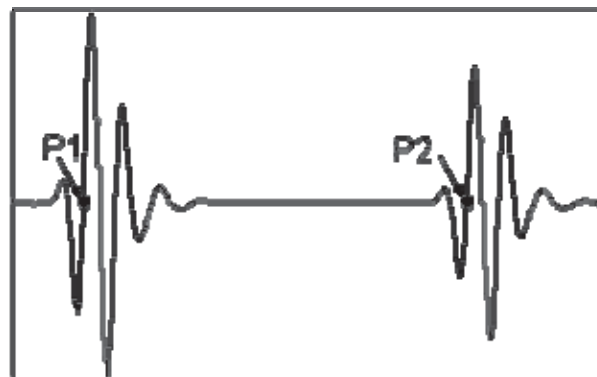


Figura 3.3 Representación esquemática de los cruces en cero para la medición precisa del tiempo de vuelo

La velocidad de la onda de corte fue medida para el *modo rápido*, propagándose en la dirección del espesor (d) del espécimen con polarización en dirección del largo (l) del espécimen, la cual es la dirección de laminación, y el *modo lento* propagándose en la dirección del espesor (d) del espécimen con polarización en la dirección del ancho (w),

cual es transversal a la dirección de laminación. La velocidad de onda de corte se determina por la fórmula:

$$c_{m,n} = \frac{2d}{t_{m,n}} \quad (3.1)$$

Donde $c_{m,n}$ es la velocidad de la onda de corte, y $t_{m,n}$ es el tiempo de viaje. El subíndice m indica la dirección de propagación y el subíndice n la dirección de polarización y d es el espesor del espécimen.

3.4 Mediciones de atenuación ultrasónica

Las mediciones de atenuación son fundamentales para establecer correlaciones entre microestructura y propiedades mecánicas. Green [11] y Vary [12] llegaron a la conclusión de que la caracterización de propiedades mecánicas depende de una medición precisa de la atenuación. La Figura 3.4 muestra el arreglo experimental utilizado para la medición precisa de atenuación y velocidad longitudinal ultrasónica. En donde, un transductor de inmersión marca Panametrics de 6 mm de diámetro y frecuencia nominal central de 20 MHz fue montado en un sistema de traslación xyz marca velmex a una distancia de 10 mm de la muestra. El transductor fue excitado en modo pulso-eco por un pulsador/receptor de banda ancha marca Panametrics modelo 5073PR.

Por medio de un goniómetro xy fabricado para este propósito el transductor fue colocado de forma tal que el haz ultrasónico incide perpendicularmente a la superficie de espécimen de tal forma que la dirección de laminación es ortogonal a la dirección de propagación de la onda ultrasónica.

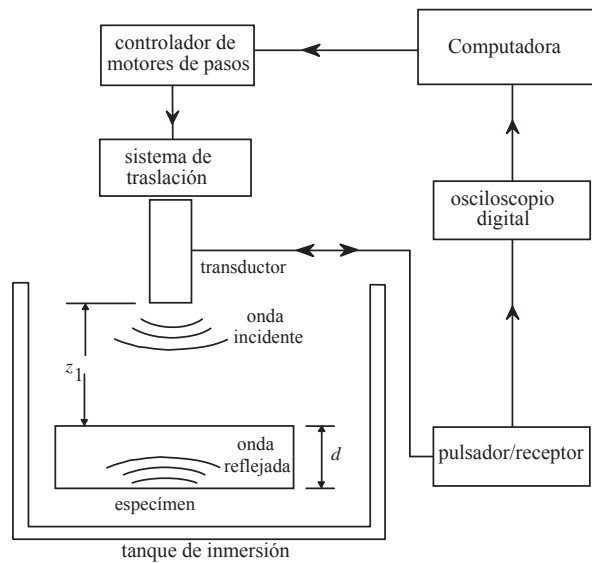


Figura 3.4 Diagrama esquemático de la técnica de inmersión pulso-eco para las mediciones de atenuación y velocidad longitudinal ultrasónica.

Mediante un programa LabView una computadora controla la posición relativa entre el transductor y el espécimen por medio del sistema de traslación y de un controlador de motores de paso conectado en el puerto RS-232. El sistema de traslación tiene 3 motores de pasos de 200 pasos/rev que mueven tres tornillos sinfín en las direcciones xyz . La señal ultrasónica reflejada por la cara inferior de espécimen es recibida por el transductor y a través del efecto piezoeléctrico es convertida en una señal eléctrica por el pulsador/receptor. La señal eléctrica es enviada a un osciloscopio marca LeCroy modelo Waveruner® donde es desplegada en la pantalla en forma de voltaje contra tiempo. La señal es promediada un total de 264 veces para eliminar el ruido coherente para después utilizar el software del osciloscopio ejecutar la transformada rápida de Fourier (FFT) para su análisis en el dominio de la frecuencia, los espectros de frecuencia son enviados a la computadora para su análisis posterior. Las muestras utilizadas en nuestras mediciones de atenuación y velocidad fueron cortadas en pequeños bloques de $40 \times 30 \times 12$ mm, rectificadas y desbastadas hasta papel lija de 600. Para mayores detalles sobre las mediciones de atenuación leer referencia [21].

3.5 Potencial termoelectrico

Kawaguchi y Yamanaka [22], demuestran en su trabajo que mediciones de potencial termoelectrico en un efectivo método para evaluar el envejecimiento térmico en aceros inoxidables duplex. Las mediciones de potencial termoelectrico se realizaron en un equipo marca Walker, el diagrama esquemático de las mediciones termoelectricas se muestra en la Figura 3.5. En esta medición, uno de los electrodos de referencia es calentado por medios eléctricos hasta una temperatura de 240°C mientras el otro electrodo permanece a temperatura ambiente; el material del electrodo caliente usado para las mediciones es oro, el electrodo frío es de cobre. Los electrodos son colocados en el espécimen que se lijo para tener un mejor contacto con los electrodos al momento de cerrar el circuito eléctrico y así obtener la señal. Se realizaron y se promediaron un total de cuarenta lecturas en cada espécimen. Una vez medido el voltaje termoelectrico, es necesario convertir este, en el potencial termoelectrico. Para ello, se realizaron una serie de mediciones en materiales con potencial termoelectrico conocidos como el *alumel*, *cobre*, *titanio 6Al4V* y *cromel*.

Los resultados de microvoltaje contra potencial termoelectrico de estas mediciones son mostrados en la Figura 3.6. Posteriormente se procedió a realizar un ajuste por medio de una regresión lineal de los datos experimentales, obteniéndose la ecuación de ajuste dada por

$$PTE = 0.0672A + 2.0052 \quad (3.2)$$

Donde, *PTE* es el potencial termoelectrico buscado, *A* es el promedio del microvoltaje medido.

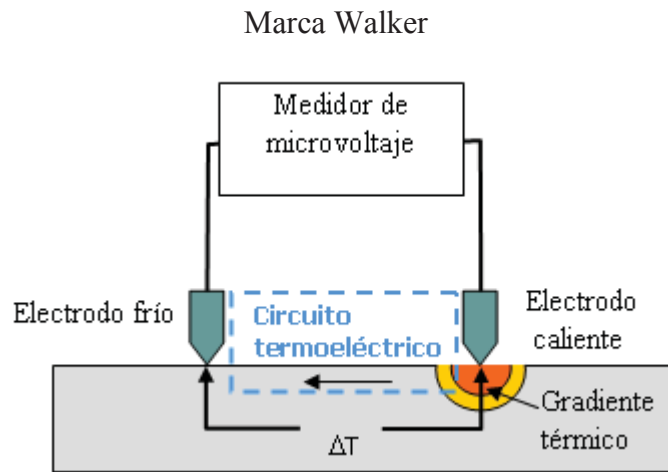


Figura 3.5 Diagrama esquemático de las mediciones de potencial termoeléctrico.

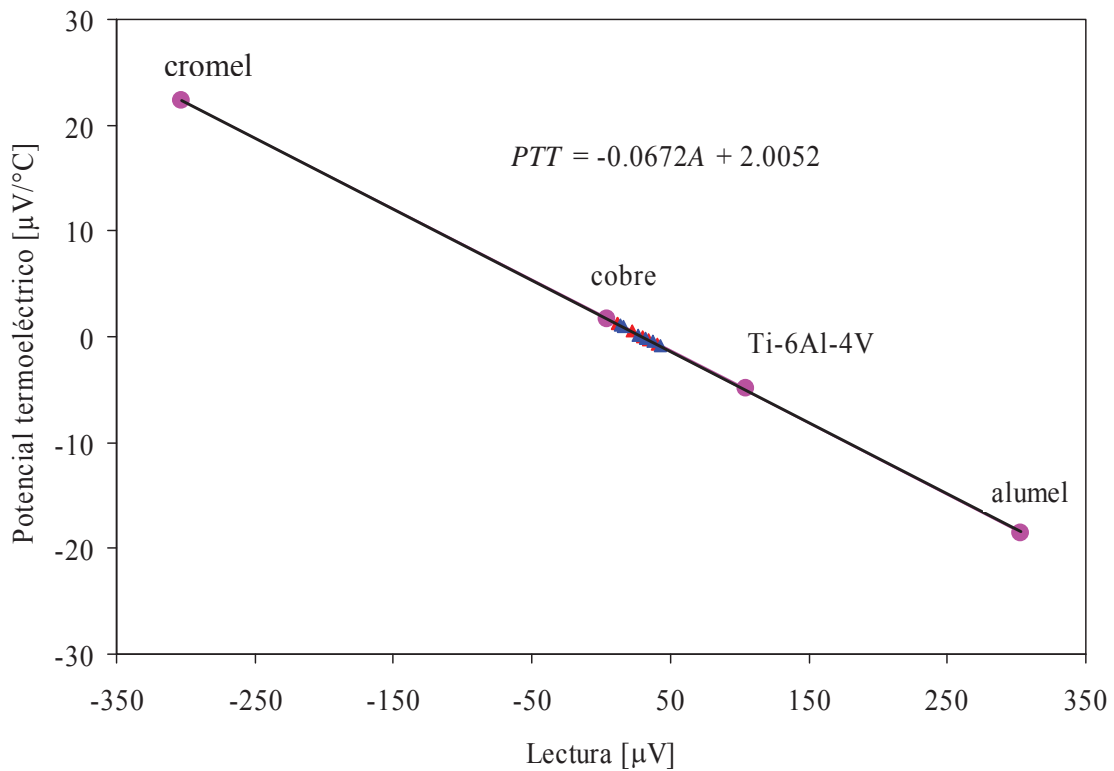


Figura 3.6 Ajuste de datos experimentales conocidos para determinar el potencial termoeléctrico.

3.6 Medición de ferrita por medios no destructivos

El porcentaje de ferrita equivalente se midió usando un ferriscopio, el cual es un método no destructivo, fácil y rápido. Su principio de funcionamiento es sencillo: se crea un campo magnético generado por una bobina, este campo magnético interactúa con los componentes magnéticos del espécimen (ferrita). Los cambios en el campo magnético producen un voltaje proporcional al contenido de ferrita. El diagrama se muestra en la Figura 3.7.

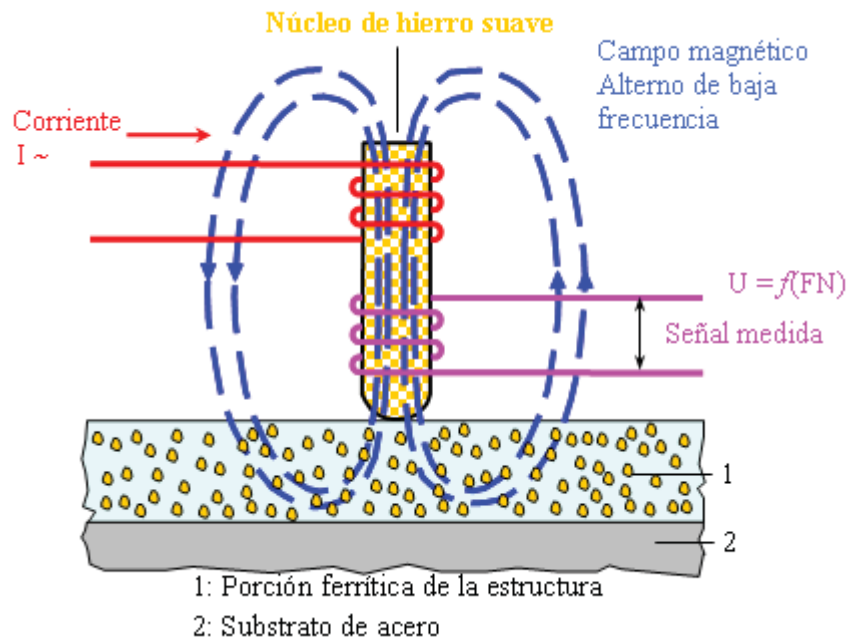


Figura 3.7 Medición no destructiva del contenido de ferrita.

3.6 Determinación de la tenacidad al impacto

La Figura 3.8 muestra esquemáticamente un espécimen para ensayos de impacto Charpy-“V” con las dimensiones especificadas en la norma ASTM E370. El espécimen es una barra de 55 mm de longitud con una sección cuadrada con 10 mm por cada lado. A la muestra se le maquina una muesca en forma de “V” exactamente a la mitad del espécimen. A fin de obtener datos de alta calidad, las dimensiones se deben mantener dentro de las tolerancias

especificadas. Varios investigadores afirman que variaciones dimensionales incluyendo no cuadraturas, radio, profundidad, ángulo, y acabado superficial de la muestra pueden afectar los resultados. La orientación del espécimen fue en la dirección de laminación y la muesca perpendicular. Para cada condición experimental se ensayaron 3 muestras según la norma ya que los estos se realizaron a temperatura ambiente.

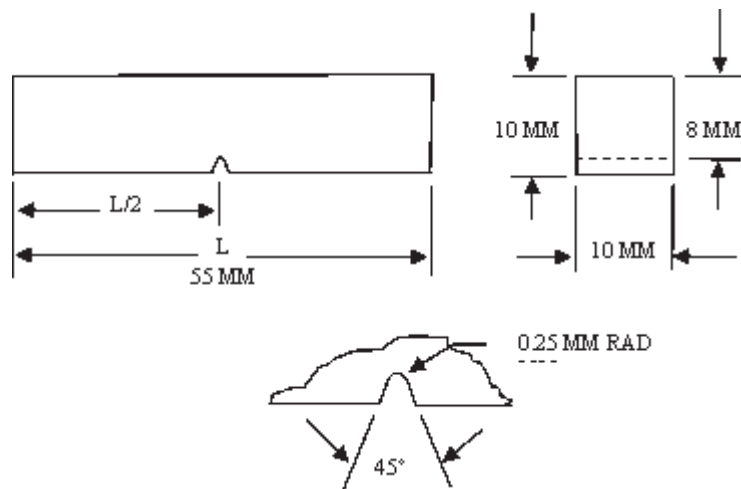


Figura 3.8 Espécimen con dimensiones especificadas en la norma ASTM E370.

3.6 Fractografías de las muestras que se ensayaron por medio de impacto

Las fractografías se tomaron para las muestras que fueron probadas por medio del ensayo de Charpy para observar qué tipo de fractura tienen y el comportamiento de la microestructura ante el ensayo. En la Figura 3.9 se observa el equipo utilizado, un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-5910-LV ubicado en el Laboratorio de Microscopía Electrónica del Centro de Graduados en Metalurgia del Instituto Tecnológico de Morelia. El equipo electrónico es controlado con un software que permite realizar observaciones y microanálisis en el MEB.



Figura 3.9 Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM.5910-LV

3.7 Metalografía

De cada uno de los tratamientos térmicos se obtuvo una probeta que se desbastó con lijas desde el más alto grado hasta el más fino; posteriormente se pulió con paño y una suspensión de diamante de 1 micra. Se realizó el ataque con un reactivo de la siguiente composición: 30ml HCl, 30ml HNO₃, 45 ml glicerol y 2 ml HF; durante 5 segundos con un poco de agitación porque se forman 2 capas con el glicerol. El equipo utilizado fue un microscopio Nikon Epithot 300, la figura 3.10 muestra la microestructura del metal base.

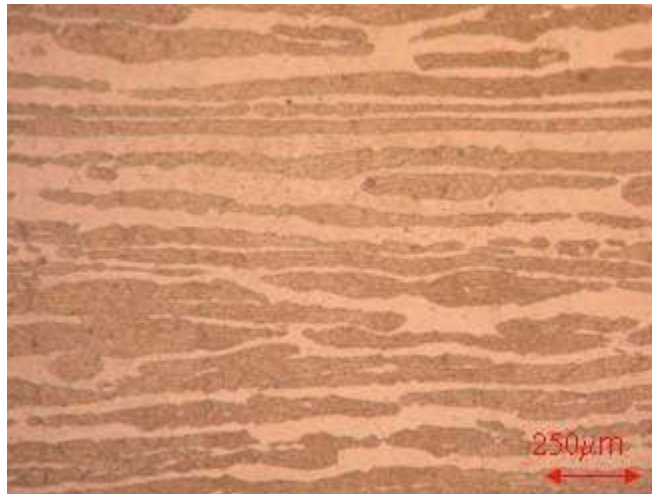


Figura 3.10 Fotomicrografía de metal base

3.8 Microdureza

Para las mediciones de microdureza las muestras se desbastaron, lijaron, pulieron y atacaron químicamente con un reactivo de la siguiente composición: 30ml HCl, 30ml HNO₃, 45 ml glicerol y 2 ml HF; durante 5 segundos con un poco de agitación tal y como se realizó para metalografía. El microdurómetro marca Mitutoyo figura 3.11 el cual se encuentra en el Instituto Tecnológico de Morelia, en Centro de Graduados en Metalurgia. En el monitor del equipo se localiza la fase o el area a la cual se desea aplicar la carga, la cual fue de 25 gramos. Para cada área se midió dureza 10 veces y se promediaron los resultados.



Figura 3.11 Microdurómetro Mitutoyo

CAPITULO IV

RESULTADOS Y DISCUSION

4.1 Introducción

En este capítulo se presentan los resultados experimentales obtenidos en este trabajo de investigación mediante birrefringencia de ondas ultrasónicas de corte, mediciones de atenuación ultrasónica, potencial termoeléctrico y la determinación de ferrita equivalente a través de métodos magnéticos. También se utilizaron técnicas destructivas para determinar el grado de deterioro del acero inoxidable dúplex 2205 al determinar la energía absorbida utilizando el ensayo de impacto, el cambio en las propiedades elásticas del material mediante la medición de la microdureza Vickers. Por último, se realizaron metalografías de las probetas tratadas térmicamente en tiempos de 5,10, 30, 60,120, 360, 1440 y 2880 minutos. Se discuten las relaciones existentes entre los resultados destructivos y no destructivos de manera concreta así como su comportamiento a través de las diferentes etapas del envejecimiento para las dos temperaturas ya que en ellas se basan las conclusiones de los resultados experimentales encontrados.

4.2 Velocidad ultrasónica de ondas de corte

Debido a que el proceso de conformado del acero se da a través de una laminación en frío, la microestructura del material está constituida de granos con textura cristalográfica causada por el deslizamiento de planos cristalográficos con orientación preferencial de los granos en el sentido perpendicular a la aplicación de la fuerza de laminando. Las ondas de corte son sensibles a la textura cristalográfica a través del fenómeno de birrefringencia produciendo el modo lento con propagación en la dirección de espesor y polarización en la dirección transversal (*TL*) y el modo rápido con propagación en la dirección del espesor y polarización la dirección de laminación (*DL*). En el material intacto se encontró que la diferencia de velocidades entre estos dos modos es de 5.3 %, es decir; se tiene una diferencia de velocidades entre el modo lento y el rápido de ≈ 180 m/s. En la Figura 4.1 se muestran las mediciones de velocidad ultrasónica de corte para las dos temperaturas y

diferentes tiempos de envejecimiento, como se observa, la velocidad de propagación del modo rápido en las muestras envejecidas a 900 °C disminuye inmediatamente después de 5 minutos de tratamiento y continúa disminuyendo monotónicamente con el tiempo de envejecimiento. Por otra parte, la velocidad de propagación del modo lento en las muestras envejecidas a 700 °C se mantiene constante durante los primeros minutos y es hasta después de 360 minutos que comienza a disminuir hasta alcanzar en 2480 minutos de envejecimiento, un valor de velocidad de 3.255 mm/μs el cuál es similar al valor de velocidad que presenta la muestra tratada a 900 °C por 360 minutos.

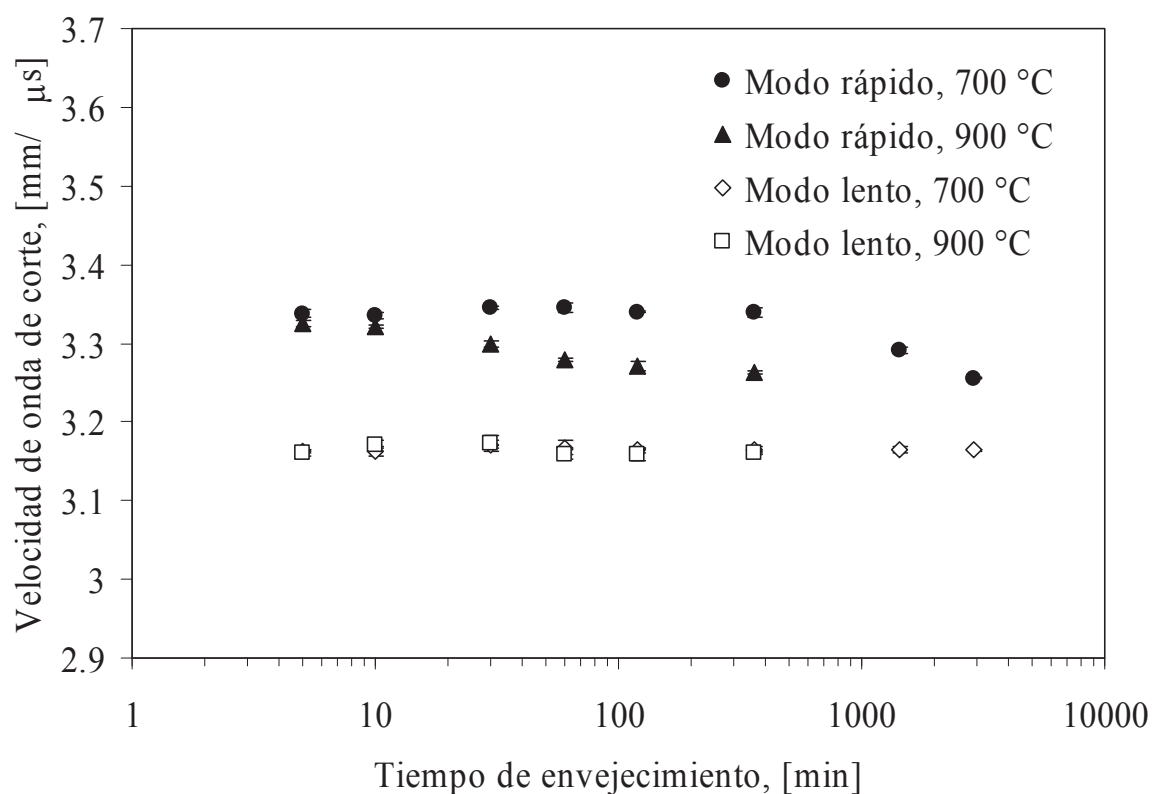


Figura 4.1 Influencia del tiempo de envejecimiento en la velocidad de propagación de los modos lento y rápido de la onda ultrasónica de corte.

Por el contrario, el modo lento no se presenta cambios significativos en la velocidad de propagación en las diferentes muestras tratadas térmicamente a 900 °C y 700 °C. Debido a que no hay cambio en el modo lento, se puede concluir que la velocidad ultrasónica de

corte en el material puede tomarse como el promedio de las mediciones del modo lento. Este valor puede ser definido como el valor isotrópico de velocidad, y a este valor tiende la velocidad del modo rápido.

4.3 Mediciones de atenuación ultrasónica

Como se mencionó anteriormente, la interacción de la onda acústica con la microestructura del material produce una pérdida de energía, esta es causada principalmente por dispersión en la frontera de cada grano. Y es precisamente este tipo de pérdida una cantidad muy importante para la determinación del daño microestructural. La mayoría de los sólidos policristalinos de aplicación en ingeniería presentan dispersión en dos regiones, Rayleigh y estocástica. Siendo la más importante la región de Rayleigh. En estas regiones el coeficiente de atenuación depende en general del cambio relativo en las propiedades elásticas, el tamaño promedio de grano, y la frecuencia de la onda ultrasónica y se comporta en forma diferente en estas dos regiones. De acuerdo a Yang y colaboradores [23], Nicoletti y colaboradores [24] el coeficiente de atenuación en estas regiones se puede escribir mediante las siguientes formulas

$$\begin{aligned}\alpha_R &= \Delta^2 d^3 f^4 \\ \alpha_E &= \Delta^2 d f^2\end{aligned}\tag{4.1}$$

Donde, α_R es el coeficiente de atenuación en la región de Rayleigh, α_E es el coeficiente de atenuación en la región de estocástica, Δ es relativo en las propiedades elásticas entre el dispersor y el medio donde esta, d es el tamaño promedio de grano y f es la frecuencia ultrasónica.

La Figura 4.2, muestra el espectro de frecuencia de datos experimentales obtenidos en muestras tratadas térmicamente a 900 °C con diferentes tiempos de permanencia; donde se observa que el coeficiente de atenuación aumenta en forma exponencial conforme la frecuencia aumenta para todas los tiempos de permanencia. Además, se puede apreciar que el material base presenta una coeficiente de atenuación mayor, esto ha sido documentado por Lücke [13], ya que la morfología alargada de los granos aumenta el mecanismo de

dispersión de una onda que incide perpendicular la dirección de laminación. El coeficiente de atenuación comienza a disminuir inclusive en tiempos cortos de permanencia y continua disminuyendo en forma gradual conforme el tiempo de permanencia aumenta.

La Figura 4.3 muestra el espectro de frecuencia de la muestra tratada térmicamente a 700 °C y diferentes tiempos de permanencia. A diferencia de la Figura 4.2, el coeficiente de atenuación disminuye en menor proporción en tiempos similares, esto se debe a que a esta temperatura la transformación $\delta \rightarrow \alpha + \sigma$ se da de forma más lenta por lo que una menor cantidad de austenita secundaria y de fase sigma se forman, el material continua teniendo una mayor proporción de granos alargados. Una característica distintiva del coeficiente de atenuación, es la que está prevista en la ecuación (4.1) donde el coeficiente de atenuación aumenta en forma exponencial en función de la frecuencia. También se muestran en las figuras 4.2 y 4.3 los mejores ajustes exponenciales realizados por mínimos cuadrados utilizando una ecuación del tipo $\alpha = Bf^n$ donde el exponente n tiene un valor de 2, y la constante B contiene las características de Δ y d en forma conjunta.

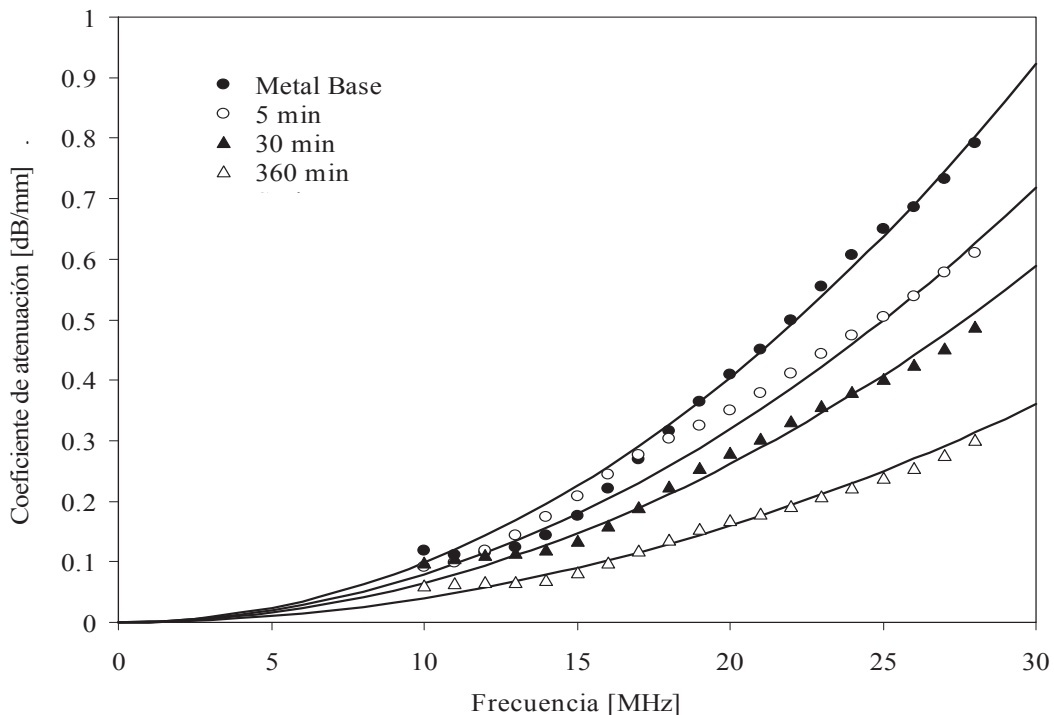


Figura 4.2 Coeficiente de atenuación para en especímenes con tratamiento térmico a 900°C y diferentes tiempos de permanencia.

Este valor de la potencia observada experimentalmente es de alguna manera menor a lo predicho teóricamente en las ecuaciones 4.1 para la región de Rayleigh, en donde la potencia del exponente es cuatro lo cual es cierto en la región de Rayleigh. Conforme se transita de la región de Rayleigh a la estocástica la potencia del exponente comienza a disminuir hasta llegar a dos en esta región. El valor del exponente sugiere que las mediciones son realizadas en la región estocástica.

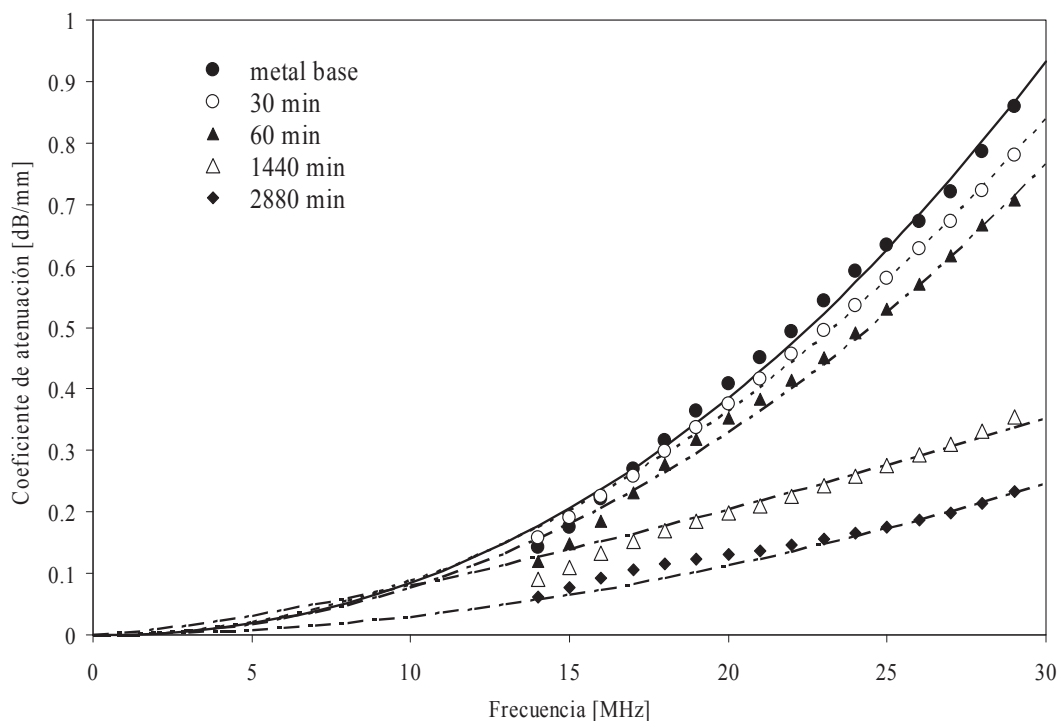


Figura 4.3 Coeficiente de atenuación para en especímenes con tratamiento térmico a 700 °C y diferentes tiempos de permanencia.

Por último, en las Figuras 4.2 y 4.3, se observa que el ultrasonido puede distinguir con claridad el efecto de los diferentes tratamientos térmicos en las características microestructurales del acero, y aún para tiempos de permanencia relativamente cortos el coeficiente de atenuación muestra una disminución significativa lo que indica que transformaciones microestructurales se están dando en el material. Estas producen un cambio en las constantes elásticas de granos adyacentes. Lo cual tiene disminuye la dispersión de la energía de una onda ultrasónica incidente.

Esta sensibilidad del coeficiente de atenuación a los cambios microestructurales es un claro ejemplo del potencial que tiene esta técnica para evaluar en forma no destructiva los cambios microestructurales causados por degradación térmica.

Los resultados experimentales obtenidos en estas mediciones sugieren que el principal mecanismo de atenuación es causado por dispersión en la frontera de grano y el efecto de la absorción es despreciable como ha sido sugerido por Papadakis [9], Yang [23] y Nicoletti [24].

Los cambios microestructurales previstos por las mediciones de atenuación, serán visibles en metalografías y los cambios en las constantes elásticas se observarán en las pruebas de impacto y de microdureza.

4.4 Mediciones de potencial termoeléctrico

Las mediciones del potencial termoeléctrico se muestran en la Figura 4.4, en ella se observa un rápido descenso en el potencial de las muestras de 900°C que inicia en 0.61 mV/°C hasta -1.48 mV/°C para la muestra envejecida en un tiempo de 360 minutos. Para el caso de 700°C, se tiene un ligero incremento a partir de un tiempo de 30 minutos hasta 360 minutos, y finalmente un descenso hasta -1.33 mV/°C. El incremento de potencial en el rango mencionado se atribuye a la formación del carburo $M_{23}C_6$, esta transformación conocida como precipitación laminar que ocurre por la siguiente reacción eutectoide $\delta \leftrightarrow M_{23}C_6 + \gamma_2$, Lee y colaboradores [25] afirman que como una regla, que la precipitación de la fase σ en aceros inoxidable dúplex es más lenta que la del carburo $M_{23}C_6$ debido a la retardada nucleación. Entonces, la segunda reacción eutectoide ocurre frecuentemente después de una completa precipitación laminar.

Benkirat y colaboradores [26] afirma que siempre hay un incremento en el potencial termoeléctrico durante la precipitación de carburos; esto esta en total acuerdo con el comportamiento de la grafica en este rango de tiempo. Por otro lado, en las muestras envejecidas a 900°C, la velocidad o cinética del proceso de transformación es mucho más alta, así como la velocidad de crecimiento y es de esperar que se termine la transformación en un lapso de tiempo menor [6].

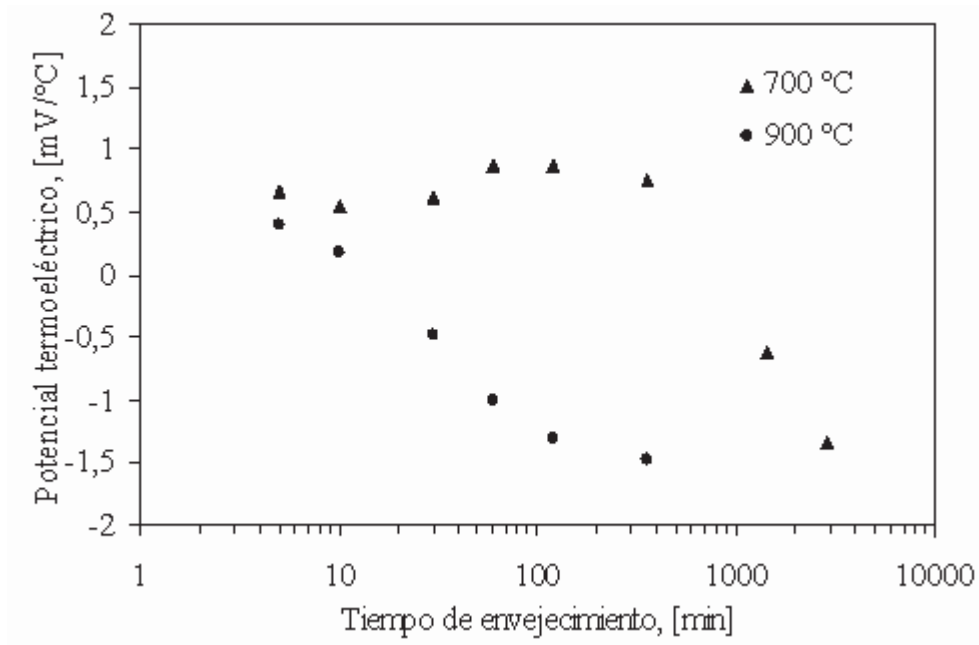


Figura 4.4 Variación potencial termoelectrico con tiempo de envejecimiento

4.5 Medición de ferrita por medios no destructivos

La Figura 4.5 muestra un comportamiento muy similar al de las mediciones ultrasónicas en el modo rápido; obsérvese que las muestras envejecidas a 700°C mantienen su porcentaje de ferrita equivalente hasta un tiempo de 360 minutos y a 24 y 48 horas tiene una caída muy marcada casi del 80%. En cambio las muestras envejecidas a 900°C tienen la caída desde los primeros tiempos alcanzando casi el mismo porcentaje de ferrita equivalente que la muestra a 700°C pero con un tiempo de 48 horas. Chen, Weng y Yang [27] encontraron que la fracción en volumen de la fase sigma se incrementa continuamente con el tiempo de envejecimiento y que la ferrita original en la estructura dúplex puede ser completamente descompuesta en fase σ y austenita secundaria después de un largo tiempo de envejecimiento; en tratamientos de envejecimiento realizados en esta investigación no se llega a una descomposición total de la ferrita pero sí se obtienen porcentajes muy bajos de esta fase, del orden de 8.5% después de tiempos de envejecimiento prolongados a la

temperatura de 700 °C o en tiempos relativamente cortos a la temperatura de 900 °C, en comparación con el porcentaje inicial de 41%.

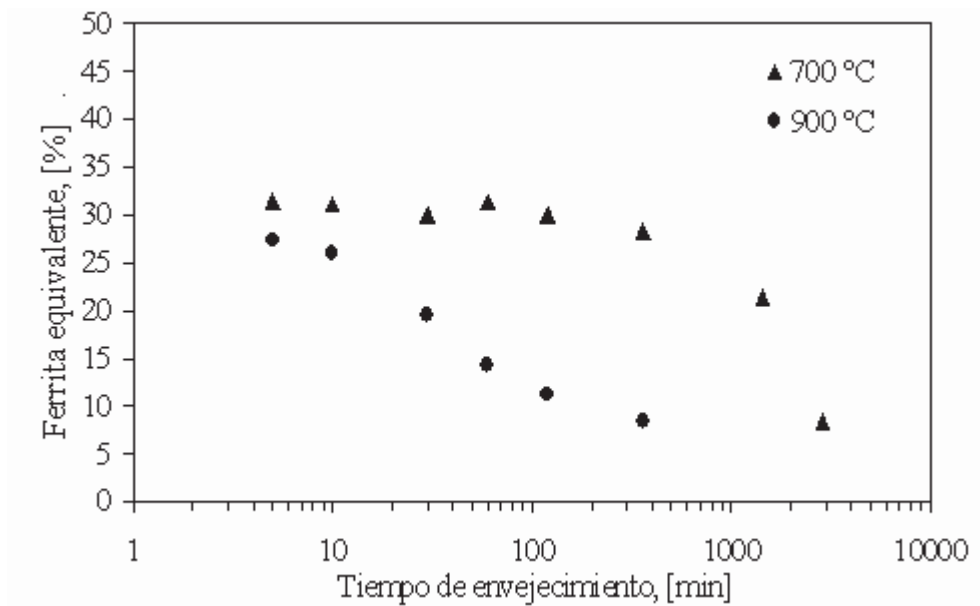


Figura 4.5 Tiempo de envejecimiento y ferrita equivalente.

Para evaluar el error que podría tener la medición de ferrita por medios no destructivos ya que es una técnica superficial se realizó una cuantificación de ferrita por medio de un analizador de imágenes Sigma Scan y se encontró que las diferencias son del orden del 2%; por lo que se puede concluir que las mediciones con el ferriscopio son confiables.

4.6 Determinación de la tenacidad al impacto

Los ensayos de impacto Charpy fueron hechos a temperatura ambiente de acuerdo a la norma E370 usando tres especímenes para cada combinación de tiempo y temperatura. Los resultados se presentan en la Figura 4.6, en ella se observa que para las muestras envejecidas a 700°C la tenacidad disminuye gradualmente con el tiempo de envejecimiento, y cuando alcanza los 360 minutos aún contiene 30% de ferrita pero la energía absorbida ha disminuido en aproximadamente el 74.4 %.

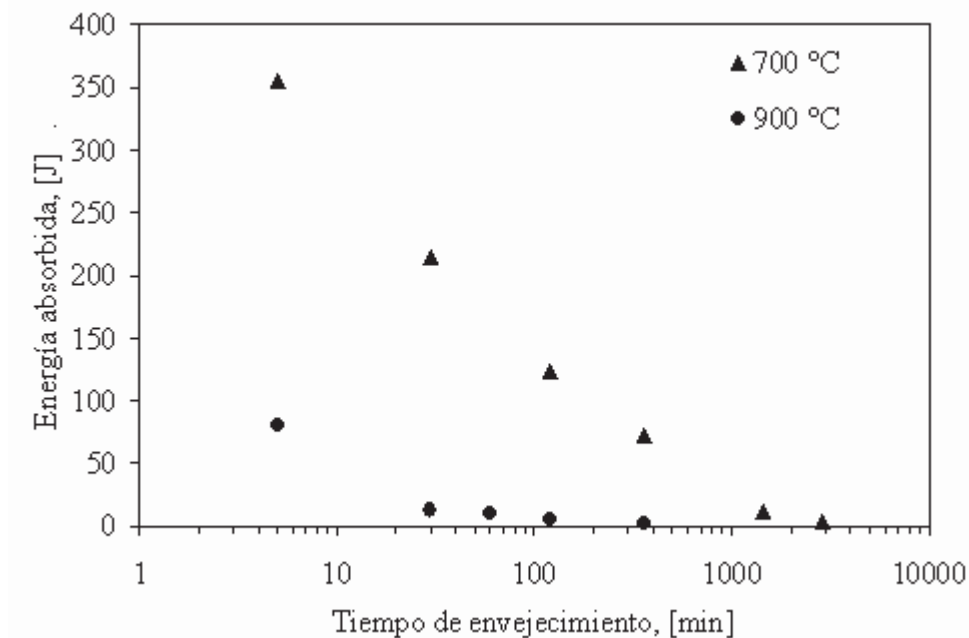


Figura 4.6 Cambio en la energía absorbida en función del tiempo de envejecimiento.

En el caso del envejecimiento a 900°C, la energía de impacto disminuye en forma drástica en un tiempo relativamente corto de 30 minutos en comparación con el porcentaje de ferrita equivalente, ésta continua disminuyendo gradualmente. Este es un claro indicativo de el efecto nocivo de la formación fase σ en las propiedades de impacto de estos aceros [18]. Estos resultados permiten predecir el daño aun sin conocer la cantidad de fase σ formada durante el envejecimiento, como se observa en la Figura 4.7 donde se muestran los resultados de impacto en función del porcentaje de ferrita equivalente. Se puede observar

que en el caso de ambas temperaturas 700 °C y 900°C los datos experimentales pueden ser modelados por medio de una ecuación exponencial de la forma $J = Ae^{C\delta}$ donde J es la energía absorbida, A y C son constantes de proporcionalidad y δ es la cantidad de ferrita remanente en la microestructura después del envejecido.

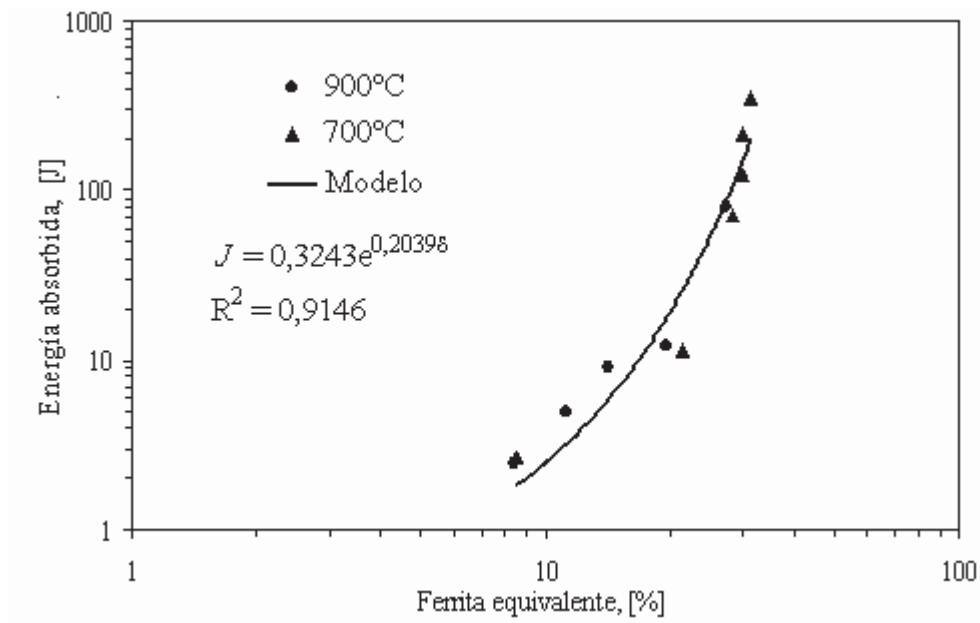


Figura 4.7 Variación de la energía de impacto con el porcentaje de ferrita equivalente

4.7 Fractografías

Una vez que fueron probadas las muestras mediante el ensayo de Charpy se observaron en el microscopio electrónico de barrido, la Figura 4.8 del espécimen envejecido por 30 minutos a 700°C a 1000 aumentos muestra que aún a este tiempo se tiene flujo plástico, también se muestra en la Figura 4.9 que es la del espécimen con el tiempo más largo que se realizó 48 horas que la fractura es totalmente frágil, no existe flujo plástico y que presumiblemente esas cavidades sean de la fase sigma causante del deterioro de las propiedades mecánicas.

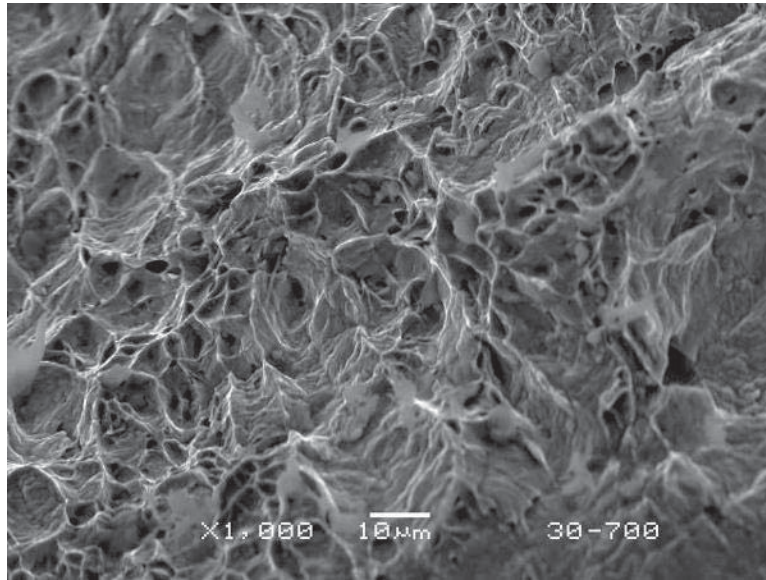


Figura 4.8 Fractografía del espécimen tratado térmicamente 30 minutos a 700°C

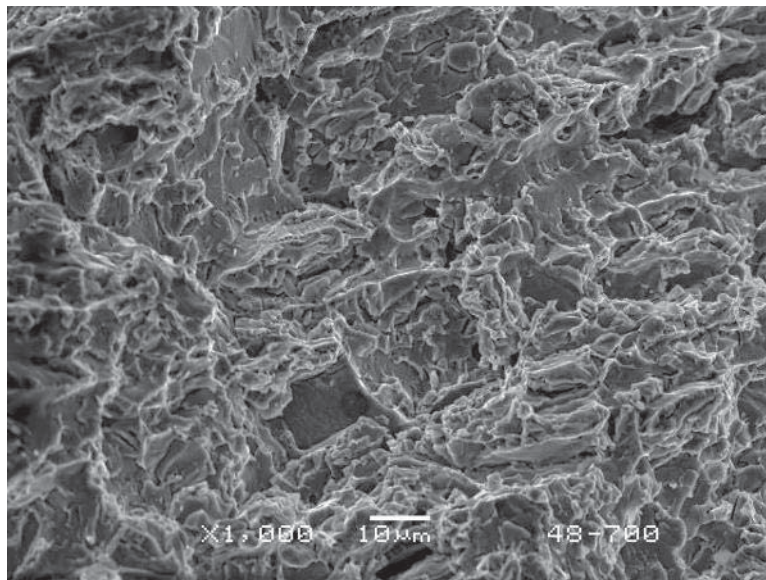


Figura 4.9 Fractografía del espécimen tratado térmicamente 48 horas a 700°C

4.8 Metalografía

La Figura 4.10 muestra la microestructura del material base del acero inoxidable dúplex 2205 en la condición de recibido donde se observan granos alargados de austenita (claro) en una matriz de ferrita (obscura) y austenita uniformemente distribuidas como resultado del proceso de conformado. La micrografía se tomó en el sentido de la laminación que se determinó por medio de ultrasonido. En la Figura 4.11 se muestra cómo con un tiempo de tan sólo 5 minutos la microestructura ha cambiado parcialmente en comparación con la Figura 4.10, además se observan diminutas partículas en la interfase ferrita-austenita. Estas interfases han sido conocidas como sitios de nucleación preferencial para la precipitación de la fase σ [25]. El tamaño y la cantidad de la fase σ se incrementan con el tiempo de envejecimiento a 900°C. El cambio progresivo y evolución microestructural que presentan las diferentes muestras en diferentes tiempos se presentan en la serie de micrografías de la Figura 4.10 a la Figura 4.16.

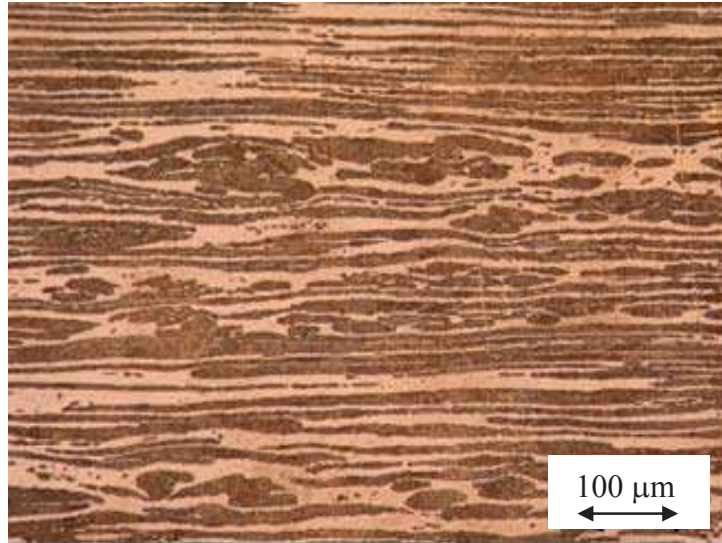


Figura 4.10 Metal base, 200X.

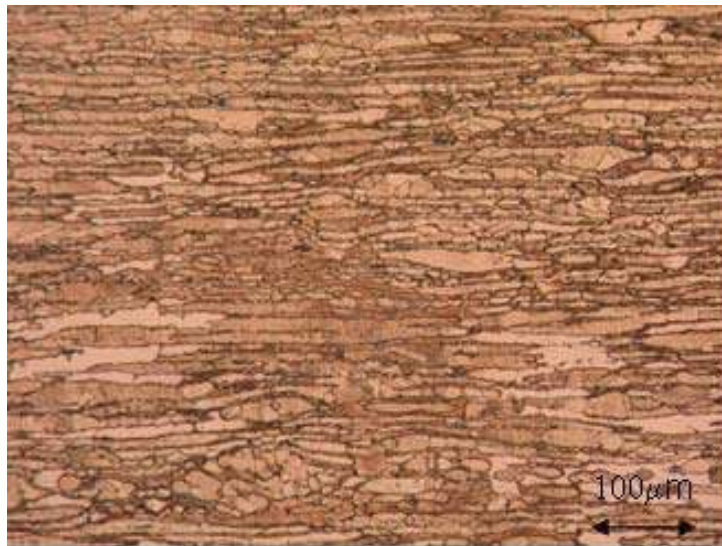


Figura 4.11 Tratamiento térmico de envejecimiento por 5 minutos a 900°C, 200X.

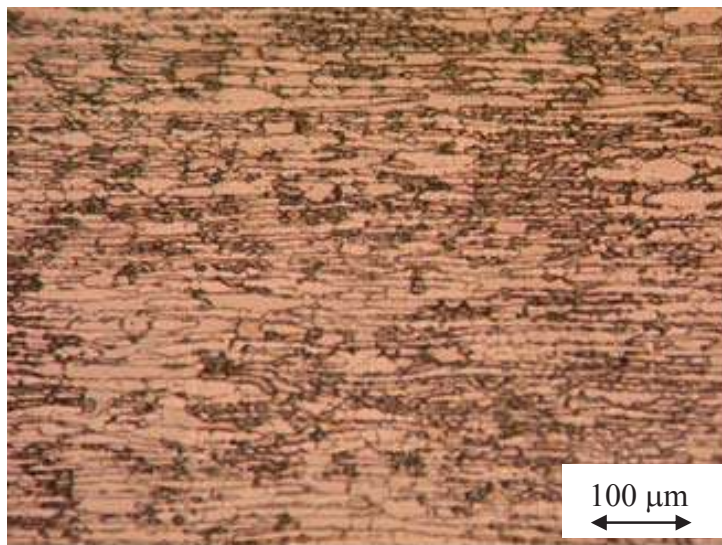


Figura 4.12 Tratamiento térmico de envejecimiento por 10 minutos a 900°C. 200x

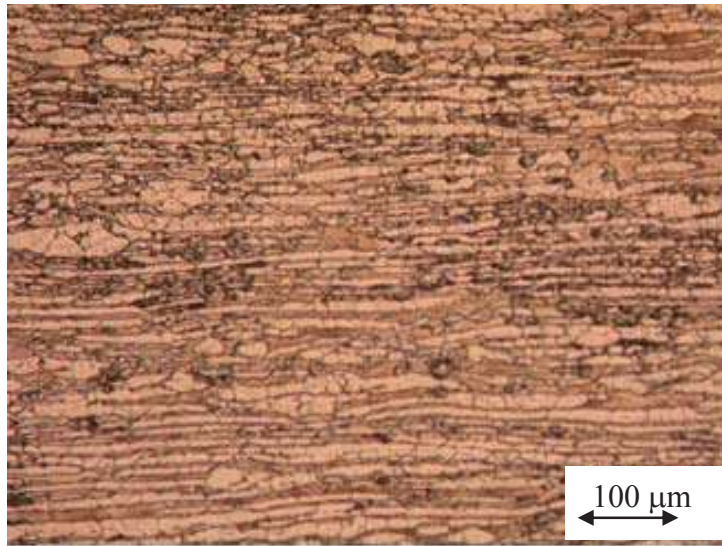


Figura 4.13 Tratamiento térmico de envejecimiento 30 minutos a 900°C. 200x.

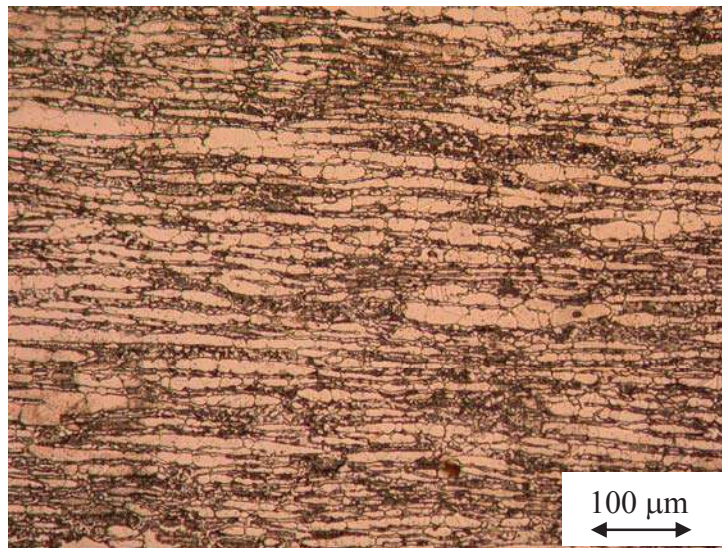


Figura 4.14 Tratamiento térmico de envejecimiento por 2 horas a 900°C. 200x

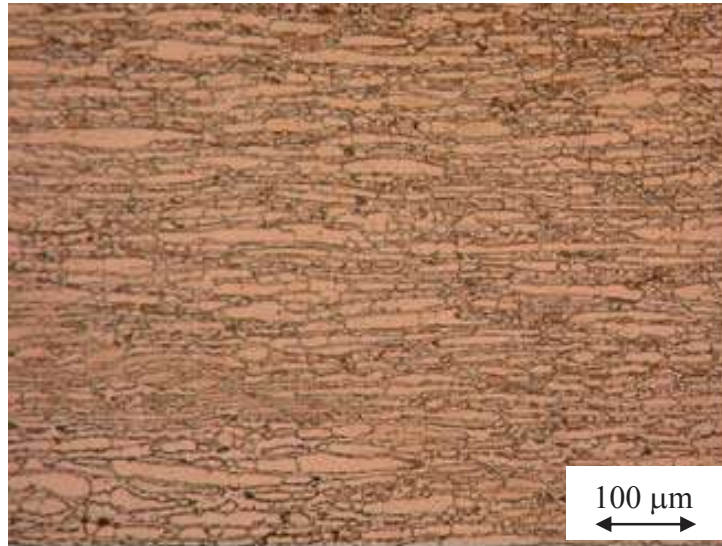


Figura 4.15 Tratamiento térmico de envejecimiento por 6 horas. 900°C, 200x.

La Figura 4.15 muestra la microestructura del acero con el tiempo de exposición más largo que se realizó a 900°C de 6 horas, en la se observa que la ferrita se ha transformado en nuevas fases de austenita secundaria (granos ya redondeados) y fase σ . Nótese también, que aun quedan granos alargados lo cual nos indica que aun no se tiene una transformación completa y que tenemos aun textura en el material.

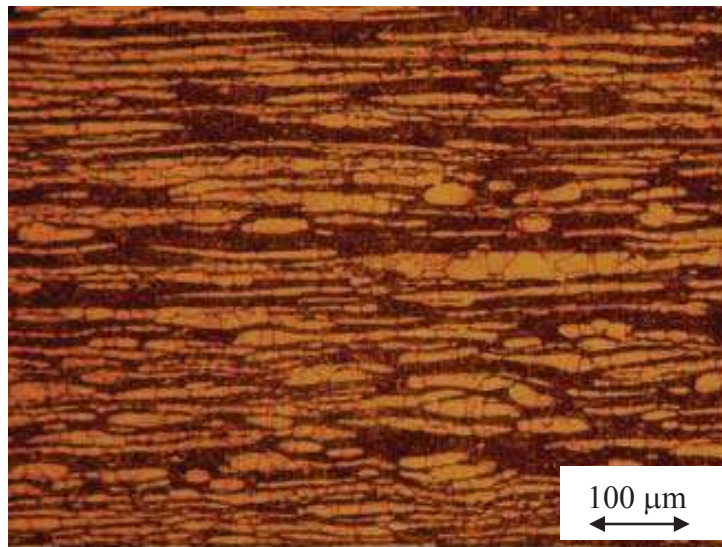


Figura 4.16 Tratamiento térmico de envejecimiento por 24 horas a 700°C. 200x

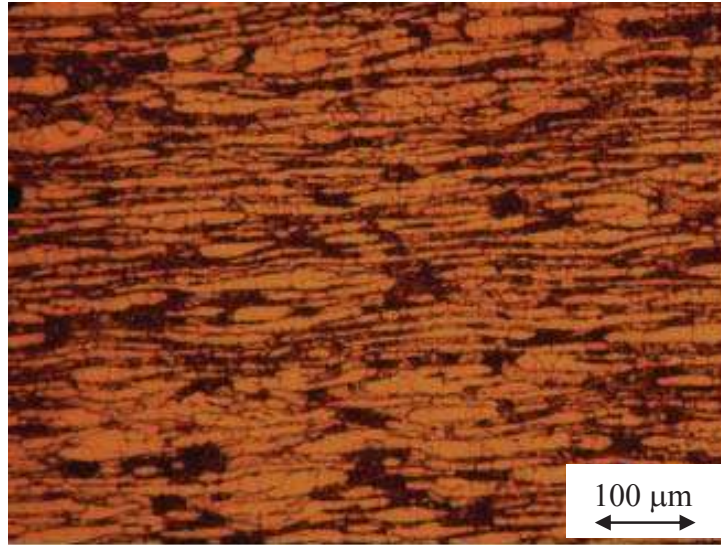


Figura 4.17 Tratamiento térmico de envejecimiento por 48 horas a 700 °C. 200X.

Las Figuras 4.16 y 4.17 se muestran los tiempos más largos de envejecimiento en los cuales se presentan mayores cambios para los tratamientos térmicos de 700°C; la cantidad de fases secundarias es muy poca a etapas finales del envejecimiento y son similares a las cantidades presentes en las muestras envejecidas a 900°C. Esto concuerda con las mediciones de ferrita presentadas anteriormente en las que los porcentajes de ferrita disminuyen de 41% a 8.5%.

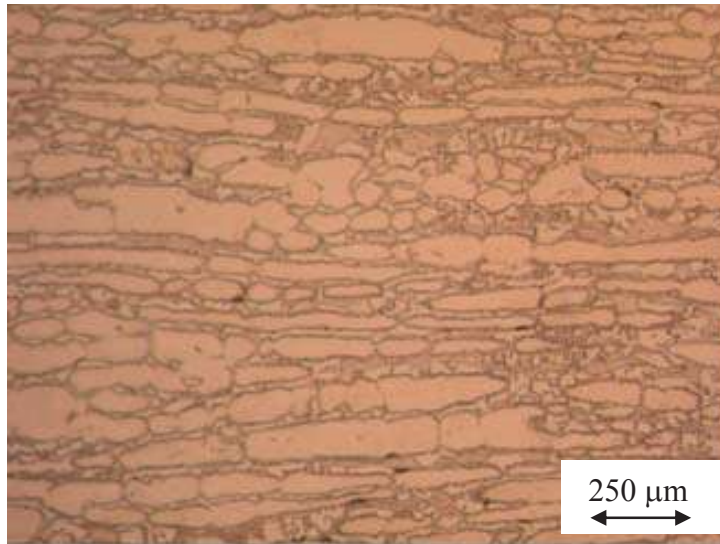


Figura 4.18 Tratamiento térmico de envejecimiento por 6 horas a 900 °C 500X.

Por último, la Figura 4.18 muestra una micrografía del acero envejecido a 900 °C por 360 minutos, aquí se observan cambios significativos en comparación con el metal base, donde la ferrita δ ha desaparecido casi por completo dando lugar a las nuevas fases de austenita secundaria y fase σ que precipita en la frontera de grano. Más aún se observan algunos granos de austenita que no han recristalizado manteniendo su forma y textura cristalográfica. Las micrografías son comparables con el seguimiento de la fase sigma que realizaron Elmer, Palmer y Specht [28], en su investigación del mismo acero llevan a cabo tratamientos térmicos a 850°C y encontraron que a esta temperatura con solo 40 segundos inicia la formación de la fase sigma y que crece en una hora aproximadamente teniendo una fracción volumétrica de 13% aproximadamente. También observan un aumento en la fracción volumétrica de la austenita y una disminución de la ferrita [28]

4.7 Microdureza

Las mediciones de microdureza del acero envejecido a 700°C Figura 4.19 revelan que se mantienen las mismas microdurezas en la fase ferrita hasta un tiempo de 360 minutos, pero después de que el tiempo de permanencia se incrementa a 1440 minutos y 2880 minutos la dureza de la ferrita aumenta y en el tiempo más largo la dureza aumenta aproximadamente

un 63% aproximadamente. Obsérvese que la fase austenita se mantiene sin cambio alguno para todos los tiempos. Los resultados experimentales que nosotros encontramos concuerdan con los de Tane y colaboradores [29].

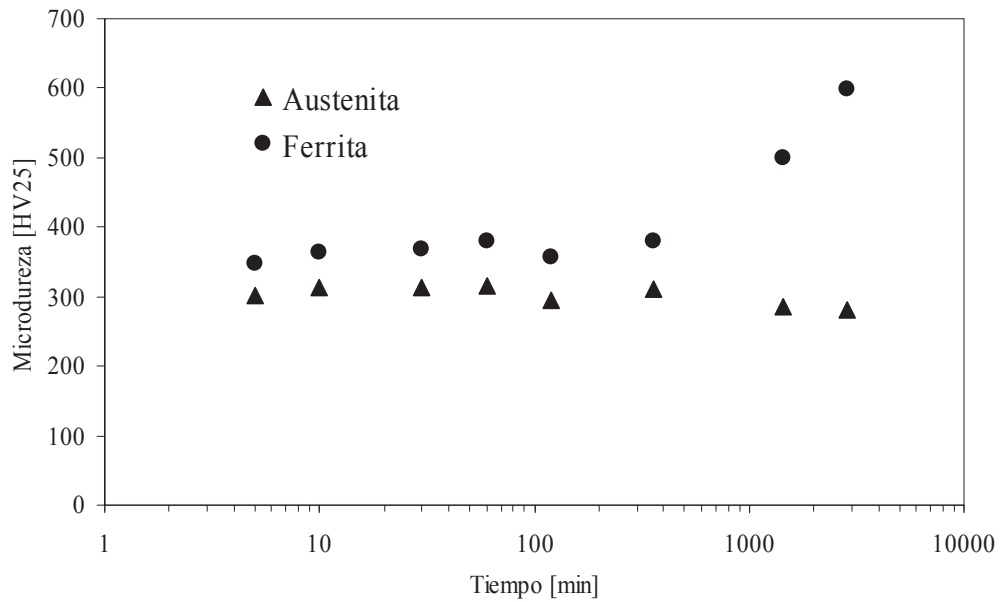


Figura 4.19 Relación microdureza con respecto al tiempo de envejecimiento.

CAPITULO V

CONCLUSIONES

El grado de deterioro del acero inoxidable dúplex 2205 fue evaluado por medio de ensayos no destructivos: velocidad ultrasónica de corte, potencial termoeléctrico, así como las mediciones de ferrita por utilizando un ferriscopio. Las correlaciones existentes entre estos ensayos, las pruebas mecánicas y la metalografía realizada nos indican que es posible determinar en forma no destructiva el grado de deterioro de propiedades mecánicas producido por envejecimiento térmico.

El contenido de ferrita disminuye conforme el tiempo de envejecimiento aumenta, debido a la transformación eutectica en la que la ferrita se descompone en fase σ y austenita secundaria.

La velocidad ultrasónica de ondas de corte en el modo rápido disminuye con el tiempo de envejecimiento mientras que velocidad del modo lento permanece sin cambio. El fenómeno de birrefringencia permite medir la textura del material; en este caso a tiempos muy largos de envejecimiento ya no habría diferencias en el tiempo de transito; es decir, la velocidad en el modo rápido disminuiría hasta llegar a la del modo lento.

Los cambios microestructurales detectados por mediciones del coeficiente de atenuación son consistentes con los observados por medio de metalografía en muestras tratadas térmicamente.

El potencial termoeléctrico cambia en forma drástica para las diferentes temperaturas mostrando un comportamiento similar a la disminución en el contenido de ferrita. Por otro lado, la tenacidad al impacto es muy sensible a la fase σ observándose una drástica caída aún en tiempos de envejecimiento cortos y también en los resultados de microdureza se observa ésta sensibilidad.

REFERENCIAS

- [1] H.D. Solomon, T.M. Devine, 1983 in: R.A. Lura (Ed.), Dúplex Stainless Steel, American Society for Metals, Metals Park, OH.
- [2] Carlos Fosca Conferencia: “Comportamiento Mecánico y Resistencia a la Corrosión de Uniones Soldadas de Aceros Inoxidables Dúplex”. La Pontificia Universidad Católica del Perú.
- [3] Hugas Robert, 2005, “Influencia de la fase sigma en la resistencia a la corrosión del aceros inoxidables dúplex laminados en caliente”. Universitat Politècnica de Catalunya. Escola Tècnica Superior d'Enginyeria Industrial de Barcelona.
- [4] Auger, P Danoix, F.,Guttman, M. y Blavette D. , 1991, “300-400°C aging of the ferrite of a Mo-bearing steel: An atom-probe investigation”. Dúplex Stainless Steel Conference, Beaune, Francia.
- [5] Guttman, M., 1991, “Intermediate Temperature Aging of Dúplex Stainless Steel. A review” Dúplex Stainless Steel Conference, Beaune, Francia.
- [6] Donald R. Askeland, “La ciencia e ingeniería de los materiales” Grupo Editorial Iberoamericana.
- [7] Krautkramer, J. And H. Krautkramer. *Ultrasonic testing of material*. New york, NY: Springer-Verlag (1969).
- [8] Papadakis, E. “Ultrasonic Velocity and Attenuation Measurement Methods for Scientific and Industrial Applications,” *Physical Acoustics-Principles and Methods*. Vol. 12 W. Mason and R. Thurston, eds. New York, NY: Academic Press (1976): p 277-374.
- [9] Papadakis, E. P. “Ultrasonic Attenuation Caused by Scattering Polycrystalline,” *Physical Acoustics* Vol. 4A, (1968): p 269-327.
- [10] Papadakis E.P. “Buffer- Rod System for Ultrasonic Attenuation Measurements” J. Acoust. Soc. Am. 1968 p 1437-1441.
- [11] Green, R. “Effect of Metallic Microstructure on Ultrasonic Attenuation,” *Nondestructive Evaluation-Microstructural Characterization and Reliability Strategies*. O. Buck and S. Wolf. Eds. Warrendale, Metallurgical Society of the American Institute of Mechanical Engineers (1981): p 115-132.

- [12] Vary, A. "Concepts for Interrrelation Ultrasonic Attenuation, Microstructure and Fracture Toughness in Polycrystalline," *Materials Evaluation*. Vol. 4, No. 5. Columbus OH; The American Society for Nondestructive Testing (1988): p 642-649
- [13] Lücke, K. *Journal of Applied Physics* New York, NY: American Institute of Physics (1956): p 1433-1438.
- [14] Goebbels, K. "Structural Analysis By Scattered Ultrasonic Radiation," *Research Techniques In Nondestructive Testing*. Vol. 4, R. Sarphe, ed. London, England: Academic Press (1980): p 87-157.
- [15] Theiner, W. and H. Willems. "Determination of Microstructural Parameters by Ultrasonic NDE," *Nondestructive Methods for Material Property Determination*. C. Ruud and R. Green eds. New York, NY: Plenum Press (1984): p 249-258.
- [16] Willems, H. and K. Goebbels. "Characterization of of Microstructure by Backscatter Ultrasonic Waves," *Metal Science* (1981): p 549-553.
- [17] Good, M. and J. Rose. "Measurements of Thin Case Depth in Hardened Steel by Ultrasonic Pulse-Echo Techniques,," *Nondestructive Methods for Material Property Determination*. C. Ruud and R. Green eds. New York, NY: Plenum Press (1984): p 189-206.
- [18] Telschow, K. and J. Flinn. "Ultrasonic Characterization of Consolidated Rapidly Solidified Powders," *Nondestructive Characterization of Materials: II*. J. Bussière, J. Monchalín, C. Ruud and R. Green eds. New York, NY: Plenum Press (1987): p 149-157.
- [19] Qu, J. and J. Achenbach. "Analytical Treatment of Polar Backscatter from Porous Composites," *Review of Progress in nondestructive Evaluation*. Vol. 68. D. Thompson and D. Chimenti. eds. New York, NY: Plenum Press (1987): p 1137-1146.
- [20] Lawrence R. and Wulf J. "Propiedades Electronicas" New York, NY. Centro Regional de Ayuda Técnica.
- [21] Isis Perez Mendoza, Tesis de Maestría Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, 2007.
- [22] Yasukhiro Kawaguchi, Shinsuke Yamanaka., 2002 "Mechanism of change in thermoelectric power of cast duplex stainless steel due to thermal aging"

- [23] Yang L. and Turner J. A. “Ultrasonic characterization of microstructure evolution during processing” J. Acoust. Soc. Am. 121 (1), Enero 2007 pp 50-59.
- [24] Nicoletti D. and Anderson A. “Determination of grain-size distribution from ultrasonic attenuation: Transformation and inversion” J. Acoust. Soc. Am. 101 (2), Enero 1997.
- [25] Kwang Min Lee, Hoon Sung Cho, Dap Chun Choi. “Effect of isothermal treatment of SAF 2205 duplex stainless steel on migration of σ/γ interface boundary and growth of austenite”.
- [26] D. Benkirat, P. Merle and R. Borrelly. “Effect of precipitation on the thermoelectric power of iron-carbon alloys”.
- [27] T.H. Chen *, K.L. Weng, J.R. Yang. “The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel.” Materials Science and Engineering A338, (2002) pp 259-270.
- [28] T.A. Palmer, J.W. Elmer “Direct Observations of Sigma Phase Growth and Dissolution in 2205 Duplex Stainless Steel” Lawrence Livermore National Laboratory, Reporte Científico Mayo, 2005, p 1-8.
- [29] Masakazu Tane, Hirotsugu Ogi y Masahiko Hirao. “Elastic property of aged duplex stainless steel”.