



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS

TESIS:

**“CARACTERIZACIÓN NO DESTRUCTIVA, MICROESTRUCTURAL Y
MECÁNICA DE ACERO INOXIDABLE DÚPLEX 2205 ENVEJECIDO
TÉRMICAMENTE”**

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:
DOCTORA EN CIENCIAS EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

PRESENTA:

NOEMÍ ORTIZ LARA

ASESOR DE TESIS:

DR. ALBERTO RUIZ MARINES

CO-ASESOR:

DR. CARLOS RUBIO GONZÁLEZ

MORELIA MICH. AGOSTO DE 2012

Resumen

La investigación presenta los resultados obtenidos de la aplicación de técnicas no destructivas, para evaluar y monitorear cambios microestructurales en un acero inoxidable dúplex 2205 inducidos mediante tratamientos térmicos de envejecimiento. Los tratamientos térmicos de envejecimiento fueron llevados a cabo a temperaturas entre 650-900°C a diferentes tiempos de permanencia. Los tratamientos térmicos afectaron la microestructura del acero inoxidable dúplex modificando morfología y porcentaje de fases, así como la precipitación de fases secundarias. La temperatura y el tiempo de envejecimiento son parámetros de vital importancia en la evolución microestructural de los aceros inoxidables dúplex 2205, disminuyendo el contenido de ferrita y las propiedades de impacto, así como precipitación y crecimiento de fase sigma.

La caracterización no destructiva se realizó mediante ultrasonido con ondas de corte y longitudinales, atenuación ultrasónica, potencial termoeléctrico (PTE) y ultrasonido no lineal con ondas superficiales Rayleigh. Las correlaciones existentes entre las diferentes técnicas indican que es posible determinar de manera no destructiva cambios microestructurales, los cuales están relacionados con precipitación de segundas fases, cambios en porcentaje de fases, cambios en morfología y tamaño de grano.

Los resultados experimentales mediante mediciones ultrasónicas de birrefringencia de ondas de corte, muestran que la velocidad de corte en el modo rápido disminuye conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, mientras que la velocidad del modo lento permanece sin cambios durante el proceso de envejecimiento. El coeficiente de atenuación disminuye conforme aumenta el tiempo de envejecimiento. En cuanto a la técnica de ultrasonido no lineal, los resultados experimentales muestran que el coeficiente no lineal es más sensible a cambios microestructurales que ocurren en tiempos cortos de envejecimiento comparado con las técnicas ultrasónicas convencionales. El potencial termoeléctrico disminuye conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, por lo que es posible el uso de esta técnica para

monitorear cambios microestructurales causados por la exposición del acero a temperaturas altas.

Finalmente, se evaluó la respuesta a la corrosión intergranular por medio de la técnica de polarización potenciodinámica de reactivación de doble ciclo (RPDDC), los resultados experimentales indican que el grado de sensibilización medido en este acero se correlaciona con las mediciones de la técnica de PTE.

Abstract

This research presents experimental results of non-destructive techniques to evaluate and monitor microstructural changes in a 2205 duplex stainless steel caused by aging treatments. Aging treatments were carried out between 650-900°C for different holding times. The thermal treatments affect microstructure of duplex stainless steel, modifying morphology and phases content, as well as secondary phases precipitation. The time and temperature are crucial parameters in the microstructural evolution of 2205 duplex stainless steel, diminishing ferrite content and impact properties, as well as precipitation and growth of sigma phase.

The non-destructive techniques used were: velocity of shear wave modes, attenuation of longitudinal waves, nonlinear ultrasonic and thermoelectric power (TEP). The correlations between different techniques indicate that it is possible to determinate nondestructively microstructural changes related with secondary phases precipitation, changes in phases content, morphology and grain size; these changes affect mechanical properties.

The experimental results of the ultrasonic velocity of shear wave modes indicate that the velocity of the fast mode of shear wave show changes at high aging times and does not show changes at early aging times whereas the velocity of the slow mode remains unchanged. The attenuation coefficient decreases with aging. Nonlinear ultrasonic measurements show that acoustic nonlinearity parameter is more sensitive to microstructural changes in early times compared with ultrasonic conventional techniques. Experimental results indicate that TEP coefficient decreases with aging time so that it is possible to use the TEP as a nondestructive assessment technique in order to characterize the aging kinetics of 2205 duplex stainless steel.

Finally, the use of (TEP) measurements as a nondestructive method for the determination of the degree of sensitization (DOS) in 2205 duplex stainless steel (DSS) was evaluated. The correlation between TEP and the DOS evaluated by the double loop electrochemical potentiokinetic reactivation test (DL-EPR) method indicates that the TEP coefficient is

sensitive to gradual microstructural changes produced by thermal aging and may be used to monitor the susceptibility to intergranular corrosion in 2205 DSS.

CONTENIDO

CAPÍTULO I	17
INTRODUCCIÓN.....	17
1.1 Introducción.....	18
1.2 Justificación.....	19
1.3 Objetivo general	20
1.4 Objetivos particulares	20
CAPÍTULO II.....	22
ESTADO DEL ARTE	22
2.1 Definición de acero inoxidable.....	23
2.2 Resistencia a la corrosión.....	23
2.3 Aceros inoxidables dúplex y su evolución microestructural.....	24
2.4 Influencia de la precipitación sobre las propiedades mecánicas.....	27
2.5 Efecto de la sensibilización en los aceros inoxidables dúplex.....	28
2.5.1 Técnicas para determinar la sensibilización en los aceros inoxidables.....	29
2.5.2 Polarización potenciodinámica de reactivación de doble ciclo.....	29
2.6 Efecto de la fatiga en uniones soldadas de acero inoxidable dúplex 2205.....	30
CAPÍTULO III	32
ASPECTOS TEÓRICOS DE ENSAYOS NO DESTRUCTIVOS	32
3.1. Fundamentos teóricos de ultrasonido.....	33
3.1.1 Definición y propiedades de una onda.....	36
3.1.2 Ondas longitudinales propagándose en una varilla delgada.....	38
3.1.3 Cambios de velocidad ultrasónica en materiales con textura cristalina.....	40
3.1.4 Efecto de la microestructura en la atenuación ultrasónica.....	41
3.1.5 Técnica ultrasónica de no linealidad	45

3.2	Termoelectricidad.....	48
3.2.1	El efecto Seebeck.....	48
3.2.2	Aplicaciones de potencial termoeléctrico.....	50
CAPÍTULO IV		53
DESARROLLO EXPERIMENTAL		53
4.1	Análisis químico.....	54
4.2	Preparación de las muestras.....	54
4.3	Microestructura.....	54
4.4	Medición de ferrita por medios no destructivos.....	55
4.5	Determinación de la tenacidad al impacto.....	55
4.6	Dureza.....	56
4.7	Análisis por difracción de rayos X.....	56
4.8	Análisis de microscopía electrónica de transmisión.....	56
4.9	Técnicas de ultrasonido.....	57
4.9.1	Velocidad ultrasónica con ondas de corte.....	57
4.9.2	Mediciones de atenuación ultrasónica.....	60
4.9.3	Mediciones de ultrasonido no lineal.....	61
4.10	Técnica de potencial termoeléctrico.....	64
4.11	Caracterización electroquímica.....	66
4.12	Daño por fatiga en uniones soldadas.....	67
CAPÍTULO V		69
RESULTADOS Y DISCUSIÓN		69
5.1	Caracterización microestructural.....	70
5.1.1	Microscopía óptica.....	70
5.1.2	Microscopía electrónica de barrido.....	73

5.1.3	Difracción de rayos X.....	78
5.1.4	Microscopía electrónica de transmisión.	79
5.1.5	Mediciones de ferrita.....	81
5.1.6	Determinación de la tenacidad al impacto.....	83
5.1.7	Dureza.....	85
5.2	Técnicas de ultrasonido.	86
5.2.1	Velocidad con ondas de corte.....	86
5.2.2	Mediciones de atenuación ultrasónica.....	87
5.2.3	Mediciones de ultrasonido no lineal.....	90
5.3	Mediciones de potencial termoeléctrico.....	97
5.3.1	Relación entre mediciones de PTE y mediciones de ferrita.....	99
5.4	Mediciones de fase sigma y modelo Johnson-Mehl-Avrami.....	100
5.5	Caracterización electroquímica.....	102
5.5.1	Polarización potenciodinámica de doble ciclo.....	102
5.5.2	Microestructura.....	105
5.5.3	Relación entre el PTE y el comportamiento a la corrosión.....	110
5.6	Daño por fatiga en uniones soldadas.....	113
5.6.1	Caracterización microestructural.....	113
5.6.2	Ensayo de tensión.....	116
5.6.3	Ensayo de fatiga.....	118
5.6.4	Análisis del modo de falla.....	121
CAPÍTULO VI.....		124
CONCLUSIONES.....		124
6.1	Conclusiones.....	125
6.2	Trabajo futuro.....	127

BIBLIOGRAFÍA	128
ANEXOS	136

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1	a) Fracciones medidas de ferrita (BCC), austenita (FCC) y la fase sigma en función del tiempo. El perfil de temperatura es indicada por la línea discontinua. b) Fotomicrografía óptica mostrando la microestructura de una muestra después del ciclo térmico. Las fases ferrita α , austenita γ y sigma σ son señaladas [15]. 26	26
Figura 2.2	Resultados de mediciones de microdureza. La grafica muestra la dureza de la ferrita en función del tiempo de envejecimiento de materiales expuestos a diferentes tratamientos y deformación [16]. 27	27
Figura 3.1	Ondas longitudinales. 34	34
Figura 3.2	Ondas de corte. 35	35
Figura 3.3	Diagrama de una onda armónica plana que muestra las definiciones de longitud de onda y velocidad de fase. 38	38
Figura 3.4	Sección de una varilla delgada (a) con coordenada x y desplazamiento u y (b) el esfuerzo actuando en un elemento diferencial de la varilla. 40	40
Figura 3.5	Anisotropía introducida por el proceso rolado en frío. 41	41
Figura 3.6	Esquema del circuito usado para medir la fuerza electromotriz térmica [47]. 49	49
Figura 4.1	Diagrama esquemático del funcionamiento de un ferriscopio. 55	55
Figura 4.2	Especímen con dimensiones especificadas en la norma ASTM E370. 56	56
Figura 4.3	Diagrama esquemático de las mediciones de velocidad ultrasónica de corte. 58	58
Figura 4.4	Descripción del cruce de ceros positivos usados para la medición de tiempo. 59	59
Figura 4.5	Modos de propagación, rápido y lento. 59	59

Figura 4.6	Diagrama esquemático de la técnica de inmersión pulso-eco para las mediciones de atenuación y velocidad ultrasónica.	61
Figura 4.7	Diagrama esquemático del arreglo experimental para las mediciones de ultrasonido no lineal.	62
Figura 4.8	Señal en el dominio del tiempo.	63
Figura 4.9	Transformada rápida de Fourier (TRF) que muestra las amplitudes del fundamental y segundo armónico.	64
Figura 4.10	Diagrama esquemático de las mediciones de potencial termoeléctrico.	65
Figura 4.11	Ecuación para determinar el potencial termoeléctrico.	65
Figura 4.12	Curva potenciodinámica de doble ciclo para detectar sensibilización en un acero inoxidable dúplex 2205.	66
Figura 4.13	Diseño de unión para soldar el acero inoxidable dúplex 2205.	67
Figura 4.14	Geometría de los especímenes para ensayos de tensión y fatiga, cotas en mm.	68
Figura 4.15	Diagrama de ensayos de fatiga.	68
Figura 5.1	(a) Microestructura de material base de acero inoxidable dúplex 2205 y (b-f) microestructura del acero envejecido a 700 °C a diferentes tiempos de permanencia.	71
Figura 5.2	(a) Microestructura de material base de acero inoxidable dúplex 2205 y (b-f) microestructura del acero envejecido a 900 °C a diferentes tiempos de permanencia.	72
Figura 5.3	Microestructura de acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a) 30 minutos a 650°C, b) 1 minuto a 700°C y c) 1 minuto a 900°C.	73
Figura 5.4	Microestructura de acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 700°C, a) 10 minutos b) 30 minutos, c) 60 minutos, d) 48 horas, e) 120 horas y f) 240 horas.	75
Figura 5.5	Microestructura de acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 800°C, a) 1 minuto b) 5 minutos, c) 30 minutos, d) 60 minutos, e) 120 minutos y f) 48 horas.	76

Figura 5.6	Microestructura de acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 900°C, a) 1 minuto b) 5 minutos, c) 60 minutos, d) 120 minutos, e) 12 horas y f) 24 horas.....	77
Figura 5.7	Patrones de difracción de rayos X de especímenes envejecidos a 700°C con diferentes tiempos de permanencia.	78
Figura 5.8	Patrones de difracción de muestras envejecidas a 700°C por 5 y 2880 minutos.....	79
Figura 5.9	Imagen obtenida por MET de las fases presentes en el espécimen envejecido a 700°C por 48 horas.....	80
Figura 5.10	Zona de alta resolución de la fase σ a) Alta resolución, b) patrón de difracción y c) parámetro de red medido.	81
Figura 5.11	Contenido de ferrita en función del tiempo de envejecimiento.	82
Figura 5.12	Efecto del tiempo de envejecido en la capacidad de absorción de energía al impacto del acero dúplex 2205.....	83
Figura 5.13	Fractografías de especímenes envejecidos durante 30 minutos, 1 hora, y 48 horas a 700°C.	84
Figura 5.14	Variación en la dureza en función del tiempo de envejecimiento a 700°C, 800°C y 900°C.....	86
Figura 5.15	Velocidad de ondas de corte en función del tiempo de envejecimiento.	87
Figura 5.16	Coefficiente de atenuación de los especímenes envejecidos a 900°C en función de la frecuencia para diferentes tiempos de permanencia.	88
Figura 5.17	Coefficiente de atenuación de los especímenes envejecidos a 700°C en función de la frecuencia para diferentes tiempos de permanencia.	89
Figura 5.18	Amplitud del segundo armónico normalizado en función de la distancia de propagación en especímenes envejecidos a 700°C con varios tiempos de permanencia y espécimen metal base o sin daño, A_2/A_1^2	91

Figura 5.19	Pendiente normalizada en función del tiempo de envejecimiento a 700°C.	92
Figura 5.20	Variación en la dureza en función del tiempo de envejecimiento a 700°C.	93
Figura 5.21	Dureza y pendiente normalizada de especímenes envejecidos a 700°C a diferentes tiempos de permanencia.	94
Figura 5.22	Pendiente normalizada en función del tiempo de envejecimiento a 700°C de MB, 10 min, 30 min, 1 h, 2 h y 24 h.	95
Figura 5.23	Mediciones de velocidad longitudinal en función del tiempo de envejecimiento a 700°C.	96
Figura 5.24	Coefficiente de atenuación en función del tiempo de envejecimiento a 700°C.	96
Figura 5.25	Mediciones de PTE en acero inoxidable dúplex 2205 envejecido térmicamente.	98
Figura 5.26	Potencial termoeléctrico en función del contenido de ferrita en el acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a diferentes temperaturas.	100
Figura 5.27	Grafica Johnson-Mehl-Avrami para $\ln[\ln(1/(1-X))]$ en función de $\ln(t)$ de 700°C y 800°C de envejecimiento.	101
Figura 5.28	Cambios en fracción de fase sigma de 700°C y 800°C de envejecimiento.	102
Figura 5.29	Curvas de polarización potenciodinámica de especímenes no sensibilizados.	104
Figura 5.30	Curvas de polarización potenciodinámica de especímenes sensibilizados.	104
Figura 5.31	Imágenes de MEB de especímenes no sensibilizados, a) BM y b)1 min., c)30 min. y d)60 min envejecidos a 700°C.	106
Figura 5.32	Imágenes de MEB de especímenes sensibilizados, a) 6 h, b)12 h, c)24 h, d)48 h, e)120h y f)240h de envejecimiento a 700°C.	108

Figura 5.33	Distribución de elementos de la microestructura de acero inoxidable dúplex envejecido a 700°C 120 horas después de los ensayos de RPDDC.....	109
Figura 5.34	Distribución de elementos de la microestructura de acero inoxidable dúplex envejecido a 700°C 240 horas después de los ensayos de RPDDC, en el que se observa la concentración de Cr.....	110
Figura 5.35	GDS y PTE en función del tiempo de envejecimiento de acero inoxidable dúplex 2205 a 700°C.	111
Figura 5.36	Correlación entre PTE y GDS.....	112
Figura 5.37	Micrografía óptica de la zona de fusión del espécimen soldado.	114
Figura 5.38	Micrografía de unión soldada a 50X donde se observan las tres zonas.....	115
Figura 5.39	Micrografía de zona afectada térmicamente entre las líneas punteadas.....	116
Figura 5.40	Micrografía de metal base.....	116
Figura 5.41	Curva cuasi estática <i>esfuerzo-deformación</i> de uniones soldadas y material base de acero inoxidable dúplex 2205.....	117
Figura 5.42	Curvas cuasi estática <i>esfuerzo-deformación</i> de probetas con sin daño S/D, 25%, 50% y 75 % de daño.....	119
Figura 5.43	Variación de módulo de Young con el porcentaje de daño inducido en uniones soldadas.....	120
Figura 5.44	Variación de porcentaje de elongación con el porcentaje de daño inducido en uniones.....	121
Figura 5.45	Modo de falla de a) ensayo de tensión de unión soldada, b) unión soldada con 25% de daño, c) unión soldada con 50% de daño y d) unión soldada con 75% de daño.....	122
Figura 5.46	Fractografías de a) ensayo de tensión de unión soldada R1, b) unión soldada R2, c) unión soldada con 25% de daño R1, d) unión soldada con 25% de daño R2, e) unión soldada con 50% de daño R1, f) unión soldada con 50% de	

daño R2, g) unión soldada con 75% de daño R1 y h) unión
soldada con 75% de daño R2. 123

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 3.1	Coefficientes teóricos de atenuación ultrasónica para sólidos elásticos policristalinos.	44
Tabla 4.1	Composición química del acero inoxidable dúplex 2205 (% peso).	54
Tabla 4.2	VARIABLES OPERATIVAS DEL PROCESO DE SOLDADURA.	67
Tabla 5.1	Resultados de las curvas potenciodinámicas de doble ciclo y PTE.....	103
Tabla 5.2	Microanálisis de material base, ZAT, MA o zona de fusión, ferrita y austenita.....	113
Tabla 5.3	Propiedades mecánicas de uniones soldadas y material base de acero inoxidable dúplex 2205.	117
Tabla 5.4	Predicción del número de ciclos de acuerdo al porcentaje de daño.	118
Tabla 5.5	Propiedades mecánicas de uniones soldadas de acero inoxidable dúplex 2205 con diferentes porcentajes de daño.....	120

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

1.1 Introducción

Los aceros inoxidable dúplex tienen una excelente combinación de propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión, producto de su microestructura que consiste en cantidades aproximadamente iguales de ferrita (α) y austenita (γ). Sin embargo, un problema típico que se presenta en la industria es el deterioro de la tenacidad a la fractura y la resistencia a la corrosión. Este problema es causado por la exposición a temperaturas altas, durante la fabricación, el conformado, el servicio y la soldadura de componentes críticos. También cuando estos aceros son sometidos a ambientes agresivos durante el servicio. Ciertamente, las fases indeseables como intermetálicos, carburos y nitruros pueden existir en los aceros y afectar seriamente sus propiedades mecánicas cuando estos procesos de manufactura no son controlados apropiadamente. Entre estas fases la más importante es la fase sigma (σ), la cual se forma rápidamente y ha sido objeto de estudios profundos por sus efectos dañinos en la tenacidad y resistencia a la corrosión. Típicamente, la fase sigma precipita entre 600°C y 1000°C [1, 2], por lo cual, en este estudio se decidió utilizar cuatro valores de temperatura que caen dentro de este rango, los cuales fueron, 650, 700, 800 y 900°C. La determinación de la energía de impacto, cantidad de ferrita equivalente y la dureza se midieron para cada una de las temperaturas. Cabe destacar que para las mediciones de ultrasonido no lineal solo se realizaron tratamientos térmicos a una temperatura de 700 °C, esto debido a la cantidad de material disponible para realizar la investigación.

Aunque la evolución microestructural y propiedades mecánicas en tratamientos de envejecimiento han sido estudiadas ampliamente, no existe evidencia de un método no destructivo que tenga la capacidad de indicar el grado de deterioro, la integridad mecánica de este tipo de aceros y con ello certificar que cumple con los requerimientos mínimos necesarios para la operación de los equipos o componentes manufacturados.

Predecir y estudiar el comportamiento, degradación y caracterizar el daño de las estructuras o componentes reduce los costos de mantenimiento y proporciona seguridad en la operación de estos, de ahí, la importancia de estudiar y evaluar el efecto del daño térmico con las diferentes técnicas no destructivas. El uso de las técnicas no destructivas tiene como finalidad predecir la integridad estructural del acero inoxidable dúplex. Con ello se podría

establecer un sistema de monitoreo in situ, establecer programas de inspección y mantenimiento preventivo y correctivo en plantas donde el acero es utilizado.

Los aceros inoxidable dúplex tienen una buena soldabilidad y pueden ser soldados mediante procesos convencionales de soldadura, bajo un cuidadoso control del calor de aporte suministrado para mantener una relación correcta de ferrita/austenita en la soldadura. Los tratamientos de precalentado y tratamientos térmicos post soldadura no son generalmente recomendados. Los procesos de energía baja que son acompañados con velocidades rápidas de enfriamiento producen soldaduras con contenido de ferrita alto, la cual es responsable de una tenacidad a la fractura baja. Por otra parte procesos de soldadura con aporte térmico alto fomentan la precipitación de fases indeseables como la fase sigma afectando las propiedades mecánicas del acero.

Otra línea de investigación de esta tesis se enfoca en el estudio del comportamiento de uniones de acero inoxidable dúplex soldadas cuando se encuentran dañadas por fatiga.

1.2 Justificación

Como se mencionó en la introducción los aceros inoxidable dúplex son usados por muchas industrias debido a sus propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión; sin embargo, debido a algunos procesos de fabricación u operación en ambientes extremos se puede inducir la precipitación de fases secundarias no deseadas.

El rango de temperaturas en el cual se pueden precipitar estas fases secundarias es entre 600 y 1000°C. Las fases secundarias que se pueden formar en estos aceros son la fase σ , fase χ , fase R , nitruros, austenita secundaria y carburos $M_{23}C_6$, los cuales perjudican significativamente las propiedades anteriormente mencionadas. Para tener un largo periodo de uso en completa satisfacción, es necesario implementar técnicas para evaluar la integridad microestructural de los componentes. Las técnicas no destructivas como ultrasonido y potencial termoeléctrico son fáciles de aplicar, por lo que pueden ser usadas aun cuando los componentes fabricados con este tipo de acero estén en servicio por lo que no es necesario seccionar o destruir los componentes con el consabido ahorro en costos y tiempos de reparación.

1.3 Objetivo general

El objetivo general de este trabajo de investigación, es evaluar el grado de deterioro producido por la exposición a temperaturas altas de un acero inoxidable dúplex 2205, por medio de técnicas no destructivas y así poder establecer y determinar la técnica no destructiva más sensible para monitorear su integridad estructural y su posible uso en el control de calidad de componentes fabricados con este tipo de acero, ya sea durante el servicio o a través del proceso de fabricación. Otra línea de investigación tiene como objetivo evaluar el deterioro en las propiedades mecánicas de uniones soldadas de acero inoxidable dúplex 2205 que han sido sometidas a fatiga.

1.4 Objetivos particulares

- Realizar un estudio mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) de los cambios microestructurales del acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 650, 700, 800 y 900°C con diferentes tiempos de permanencia, midiendo contenido de fase sigma y el efecto de la precipitación de estas fases en las propiedades de impacto.
- Caracterizar de manera no destructiva mediante técnicas de ultrasonido como velocidad con ondas de corte aprovechando el fenómeno de birrefringencia que se presenta en este acero, estudiando la posibilidad de la aplicación de esta técnica en la evaluación cualitativa de daño en materiales.
- Evaluar la aplicación y el alcance de atenuación ultrasónica para caracterizar en forma no destructiva los efectos térmicos causados por la exposición a las temperaturas que se sometieron las muestras.
- Investigar la capacidad de la técnica ultrasónica de no linealidad para la detección y evaluación de daño por envejecimiento térmico en acero inoxidable dúplex 2205, a 700°C con diferentes tiempos de permanencia.

- Establecer la viabilidad de utilizar la técnica de potencial termoeléctrico (PTE) como un método no destructivo en la evaluación cualitativa de daño en materiales, el cual puede ser causado por efectos térmicos.
- Correlacionar las mediciones de potencial termoeléctrico (PTE) con la respuesta a la corrosión intergranular evaluada mediante curvas de reactivación potenciodinámica de doble ciclo (RPDDC).
- Evaluar el efecto de la fatiga sobre el comportamiento mecánico de uniones soldadas de acero inoxidable dúplex 2205.

CAPÍTULO II

ESTADO DEL ARTE

2.1 Definición de acero inoxidable.

Los aceros inoxidables están conformados por un grupo de aceros de alta aleación basada en los sistemas Fe-Cr, Fe-Cr-C y Fe-Cr-Ni. Para ser considerados como inoxidables, estos aceros deben contener un mínimo de 10.5 % Cr en peso. Este porcentaje de cromo permite la formación de una capa pasiva que evita la oxidación y corrosión del metal adyacente en condiciones ambientales corrosivas.

Un medio corrosivo que ataca y remueve la capa pasiva causa corrosión en los aceros inoxidables. La corrosión puede tomar varias formas, incluyendo corrosión por hendidura, picadura y ataque intergranular. El tipo de corrosión se ve influenciado por el medio ambiente, las condiciones metalúrgicas del material y los esfuerzos residuales presentes. Los ingenieros y diseñadores deben considerar el medio ambiente donde estarán en servicio los componentes y el impacto del proceso de fabricación, sobre la metalurgia cuando se seleccionan los aceros inoxidables para su uso en condiciones corrosivas.

Los aceros inoxidables son usados en una amplia variedad de aplicaciones como, generación de energía, industria química, nuclear, petroquímica, alimenticia y papelera así como en muchos otros productos comerciales como: equipo de cocina y partes automotrices. Los aceros inoxidables también son utilizados por sus características higiénicas y sanitarias en industrias como la farmacéutica y el procesamiento de alimentos. La mayoría de los aceros inoxidables tienen buena soldabilidad, pero muchos requieren procedimientos especiales. Casi en todos los casos, la soldadura provoca una alteración importante en la microestructura en el material de aporte y la zona afectada térmicamente, en comparación al metal base. Esto conduce a un cambio en el balance de fases deseadas, la formación de constituyentes intermetálicos, crecimiento de grano, segregación de elementos aleantes o impurezas y otras reacciones. En general, esto provoca en cierto grado, la degradación en las propiedades y funcionamiento, por lo que debe considerarse en el diseño y la manufactura [3].

2.2 Resistencia a la corrosión.

En muchos de los casos, los aceros son seleccionados por su resistencia al calor y a la corrosión. Por su naturaleza a la formación de la capa pasiva (óxidos ricos en cromo) estos aceros son virtualmente inmunes a la corrosión en general que afecta a los aceros C-Mn y

aceros de baja aleación. Sin embargo, los aceros inoxidable son susceptibles a otras formas de corrosión, por lo que, la selección y aplicación debe ser considerada cuidadosamente en base al medio ambiente en que estará en servicio. Dos formas de corrosión localizada pueden ocurrir en los aceros inoxidable, las cuales son corrosión por hendidura y por picadura. El mecanismo es muy similar y resultan en un ataque agresivo localizado. Como su nombre lo indica, la corrosión por picadura resulta del rompimiento de la capa pasiva y es asociado normalmente con algunas características metalúrgicas, como tamaño de grano o constituyentes intermetálicos. Una vez que se rompe la capa pasiva, ocurre el ataque corrosivo en el material adyacente y se forma una pequeña picadura sobre la superficie. Con el tiempo, el PH (grado de acidez) de la solución dentro de la picadura cambia y el proceso se hace más agresivo. Todo esto conduce a un ataque subsuperficial rápido y al final se unen las picaduras lo que provoca la fractura. Una picadura puede parecer no dañina puesto que solo es un pequeño agujero en la superficie, pero los resultados son graves.

El mecanismo de la corrosión por hendidura es muy similar, pero no requiere de alguna característica metalúrgica para su inicio. Como el término lo indica, una hendidura consiste de un espacio cerrado donde puede ocurrir un cambio similar en el PH de la solución. La corrosión por hendidura es común en estructuras atornilladas, en las que entre la cabeza del tornillo y las cuerdas de la superficie atornillada pueden generar hendiduras. Ambos tipos de corrosión, por picadura y por hendidura, ocurren fácilmente en soluciones que contienen iones de cloruro tal como el agua de mar. Los casos más graves de mecanismos de corrosión son ataque intergranular (IGA por sus siglas en inglés) y el fenómeno conocido como corrosión intergranular por esfuerzos (IGSCC por sus siglas en inglés). Estas formas de ataque son comunes en los aceros inoxidable y resultan de una condición metalúrgica llamada sensibilización. La sensibilización ocurre cuando existe una precipitación en las fronteras de grano de carburos ricos en cromo y que provoca una pérdida de cromo en regiones adyacentes a la frontera de grano por debajo del 12% en peso de cromo [3].

2.3 Aceros inoxidable dúplex y su evolución microestructural.

El nombre de los aceros inoxidable dúplex ferrítico-austenítico proviene de su microestructura que es aproximadamente 50% de ferrita (δ) y 50% de austenita (γ). Los

aceros inoxidables dúplex aprovechan sus excelentes propiedades mecánicas, así como su resistencia a la corrosión. En los últimos años el uso de los aceros inoxidables dúplex se ha incrementado en una gran cantidad de aplicaciones en las industrias petroquímica, química, naval, nuclear, alimenticia, entre muchas otras [3, 4].

Los aceros inoxidables dúplex expuestos a tratamientos térmicos sufren una serie de transformaciones metalúrgicas, las cuales ocurren en la ferrita o frontera de grano, debido a la tasa de difusión de los elementos de aleación en la ferrita, la cual es 100 veces más rápida que la de la austenita.

La evolución microestructural de los aceros inoxidables dúplex durante el envejecimiento ha sido estudiada por varios investigadores [4-9] y sus estudios muestran que la fase sigma se precipita en las fronteras de grano y ferrita a través de un proceso de nucleación heterogénea. La fase sigma es un intermetálico, es dura, frágil, no magnética, tiene una estructura tetragonal y es termodinámicamente estable.

La formación rápida de la fase sigma reduce dramáticamente las propiedades de impacto y resistencia a la corrosión [10, 11]. Otros investigadores han estudiado la descomposición de la ferrita y precipitación de fase sigma [11-14]. Elmer y colaboradores [15] realizaron un seguimiento de la fase sigma en tiempo real con difracción de rayos X con un sincrotrón. La difracción de rayos X *in situs*, la realizaron durante el calentamiento de la probeta, el ciclo de calentamiento consistió de una rampa de 20°C/s hasta una temperatura de 850°C en la que permaneció durante 30 minutos para formar una cantidad considerable de fase sigma. La temperatura se eleva a 1000°C y regresada a 850°C a una velocidad lenta de 0.25°C/s para determinar la temperatura a la que se disuelve la fase sigma. A 850°C se deja en permanencia otros 30 minutos, para observar la reformación de la fase sigma, después se enfría la muestra hasta temperatura ambiente. Durante la permanencia inicial a 850°C, se formó en los primeros 30 minutos 13.4% de fase sigma. La disolución de la fase sigma se presenta a $985 \pm 2.8^\circ\text{C}$. La cinética de formación de la fase sigma fue significativamente más lenta después de la disolución a 1000°C que antes. Este cambio es relacionado a la homogenización que tuvo lugar en el pico de temperatura, además a la reducción de sitios

preferenciales para la nucleación de fase sigma, estos resultados son mostrados en la figura 2.1.

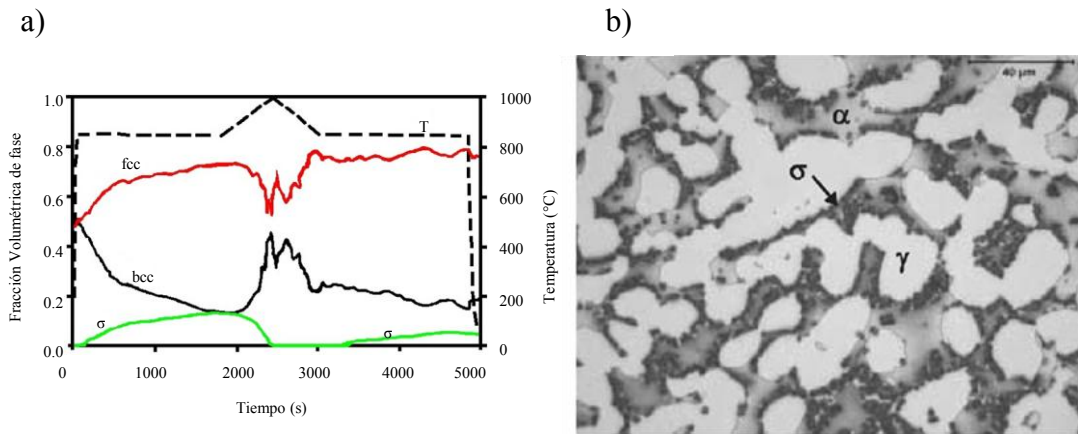


Figura 2.1 a) Fracciones medidas de ferrita (BCC), austenita (FCC) y la fase sigma en función del tiempo. El perfil de temperatura es indicada por la línea discontinua. b) Fotomicrografía óptica mostrando la microestructura de una muestra después del ciclo térmico. Las fases ferrita α , austenita γ y sigma σ son señaladas [15].

Hättestrand y colaboradores [16] investigaron la influencia de la deformación en frío del acero inoxidable dúplex sobre la descomposición espinodal de la ferrita en ferrita rica en hierro y cromo. La dureza de la ferrita en función del tiempo de envejecimiento para material deformado y sin deformar a 450 y 500°C, se muestra en la figura 2.2. El incremento en la dureza causado por el envejecimiento refleja las transformaciones de fase que sufre el material. El efecto encontrado es que la deformación en frío puede hacer que el acero sea más susceptible a la fragilidad y descomposición de la ferrita. Este efecto que debe ser considerado para esta investigación dado que este material tiene deformación. Estos fenómenos se han estudiado mucho, pero pocos investigadores han hecho caracterización no destructiva del envejecimiento térmico, Kawaguchi [17] y colaboradores investigaron el efecto del tratamiento térmico a 400°C en un acero inoxidable dúplex y encontraron que el potencial termoeléctrico se incrementa con respecto a la distribución del cromo. Por otro lado, Viswanath y colaboradores [18] caracterizaron la microestructura en un acero M250 envejecido a 755 K con diferentes tiempos de permanencia de 0.25 a 100 h.

Se midió el segundo armónico para determinar el parámetro de no linealidad acústica β , el cual está relacionado con la precipitación cuando los aceros son sometidos a un tratamiento térmico de envejecimiento.

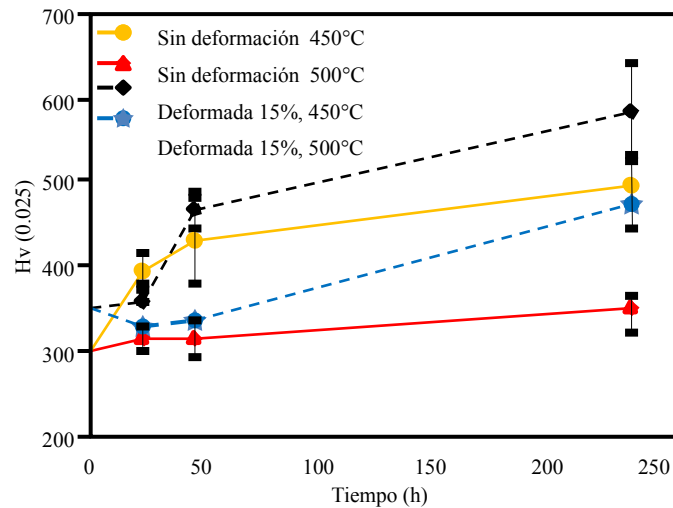


Figura 2.2 Resultados de mediciones de microdureza. La grafica muestra la dureza de la ferrita en función del tiempo de envejecimiento de materiales expuestos a diferentes tratamientos y deformación [16].

Los cambios microestructurales son determinados en la práctica mediante metalografía y pruebas de impacto con el consabido aumento en los costos de producción. En los últimos años se están haciendo esfuerzos de investigación encaminados a estudiar la posibilidad de la aplicación de técnicas no destructivas, para la evaluación cualitativa de daño en materiales.

2.4 Influencia de la precipitación sobre las propiedades mecánicas.

La formación de fases intermetálicas entre 750 y 900°C induce una pérdida catastrófica de la tenacidad. Por lo tanto, la precipitación de fases intermetálicas provoca valores bajos en ensayos de impacto. Esto se debe a la mala deformabilidad de las fases. Pohl y colaboradores [19], realizaron tratamientos térmicos a 750, 850 y 950°C, posteriormente les hicieron pruebas de impacto. Con tan sólo uno por ciento de fases intermetálicas, la pérdida

en los valores de la capacidad de absorción de energía al impacto, disminuyen a una tercera parte del valor inicial. Por otro lado, Calliari y colaboradores [20] relacionan la fracción volumétrica de fases intermetálicas, dado que la tenacidad al impacto depende de la cantidad y el tipo de fases intermetálicas. El acero inoxidable dúplex tiene una capacidad de absorción de energía de impacto promedio de 250 J en el material solubilizado. Con tan sólo 0.5% de fases intermetálicas el valor se reduce a 100 J. Además, una caída drástica en la energía de impacto ocurre cuando existe 1% de fases, hasta valores de 50 J y un deterioro grave en la tenacidad es causado con fracciones volumétricas de 1.5-2%.

2.5 Efecto de la sensibilización en los aceros inoxidables dúplex.

El fenómeno de sensibilización también llamado pérdida de cromo en las fronteras de grano, se desarrolla durante el proceso termomecánico, fabricación o tratamiento térmico; esto conduce a hacer propensos los aceros a la corrosión intergranular y corrosión bajo esfuerzos [21]. La precipitación de la fase intermetálica sigma es acompañada por la formación de una nueva austenita. Cuando se forma la fase sigma, el cromo y el molibdeno se enriquecen en ésta y simultáneamente el níquel difunde dentro de la ferrita. El enriquecimiento de elementos estabilizadores austeníticos en la ferrita y la pérdida de elementos estabilizadores de la ferrita conducen a una ferrita muy inestable provocando su transformación a austenita secundaria. Esta austenita tiene un bajo contenido de cromo y molibdeno. Algunos estudios demuestran que el contenido en la austenita secundaria de cromo es menor al 11% y el molibdeno casi se pierde en su totalidad, convirtiéndose en una zona propensa a la corrosión. Este problema aumenta cuando estos aceros se encuentran en medios corrosivos [19]. De manera que, los aceros inoxidables dúplex son propensos a sufrir corrosión intergranular (CIG) cuando se exponen a temperaturas entre 400 y 900°C [8, 22]. Debido a la precipitación de la fase sigma, fase χ y carburos $Cr_{23}C_6$, los aceros inoxidables dúplex se hacen susceptibles al ataque localizado y algunas veces a la corrosión transgranular e intergranular [2, 23]. Como ya se mencionó, la precipitación de estas fases afecta la microestructura y como consecuencia las propiedades mecánicas.

Técnicas como polarización potenciodinámica de reactivación de doble ciclo (RPDDC), han sido usadas para detectar la sensibilización debido a su precisión para determinar la

susceptibilidad a la corrosión intergranular [24-27]. Esta técnica permite evaluar el grado de sensibilización (GDS) en muchos aceros inoxidable.

La técnica RPDDC provee un criterio para la identificación del GDS. Puesto que las prácticas recomendadas como ataque oxálico y pruebas electroquímicas requieren tiempo y preparación de muestras para su evaluación, recientemente y de manera alternativa se han propuesto técnicas no destructivas para detectar el daño inducido por exposición térmica en aceros inoxidable.

Las corrientes de Eddy se usaron para la determinación de sensibilización y CIG en un acero inoxidable por Shaikh y colaboradores [28]. La microscopía de fuerza atómica ha demostrado ser una técnica sensible a la identificación de la sensibilización y corrosión bajo esfuerzo de un acero inoxidable 304 [29, 30].

2.5.1 Técnicas para determinar la sensibilización en los aceros inoxidable.

Existen diferentes técnicas para determinar de forma cualitativa y/o cuantitativa el grado de susceptibilidad a la corrosión de los aceros inoxidable cuando han sido afectados por algún proceso de fabricación, como, ciclos térmicos de soldadura, procesos de conformado (deformación), etc. Se han estandarizado varias técnicas para determinar el grado de susceptibilidad de los aceros inoxidable a la corrosión intergranular. Entre éstas se encuentran: estándar para detectar susceptibilidad a la corrosión intergranular en aceros inoxidable austeníticos ASTM-A262, polarización potenciodinámica de reactivación de un solo ciclo y polarización potenciodinámica de reactivación de doble ciclo.

2.5.2 Polarización potenciodinámica de reactivación de doble ciclo.

La técnica de polarización potenciodinámica de reactivación de doble ciclo (RPDDC) es una alternativa para determinar el grado de sensibilización que pueden presentar los aceros inoxidable. Esta técnica ha sido hasta ahora de las más empleadas con éxito en estudios cuantitativos de corrosión intergranular. La técnica RPDDC, puede ser empleada para determinar el grado de sensibilización. Moura y colaboradores [31] utilizan la técnica para evaluar un acero inoxidable dúplex UNS S31803 con una solución de 2 M H_2SO_4 + 0.01 M KSCN + 0.5 M NaCl. Sus resultados afirman que estas pruebas pueden detectar áreas

pobres en cromo debido a la sensibilización en muestras con contenidos de fase sigma con 28%, pero no con contenido de 4.7%. En las pruebas, la interfase acero inoxidable-electrolito se polariza potenciodinámicamente en sentido anódico hasta potenciales de +300mV dando la posibilidad de que se forme la capa pasiva. Después, el material es polarizado hacia el potencial de corrosión (reactivación) a una velocidad constante. Si el contenido de cromo en la superficie expuesta excede entre 12-13%, se formará una capa de óxido de cromo en la superficie, la cual la protege del proceso de corrosión. Cuando el contenido de cromo es menor a los valores mencionados, la capa de óxido es menos eficiente. Por lo tanto durante la reactivación, las áreas que se encuentren pobres de cromo serán disueltas rápidamente. Como resultado el acero inoxidable que se encuentre sensibilizado generará valores de corriente mayores durante la reactivación. De la prueba se obtiene una gráfica corriente-potencial, los valores de corriente de activación (I_a) y reactivación (I_r), el valor de la relación de éstos dos valores (I_r / I_a) es usado para determinar el grado de sensibilización en el que se encuentra el acero inoxidable.

Cuando la relación I_r / I_a es mayor a 0.05 se puede presentar corrosión intergranular en forma moderada [32]. Para llevar a cabo esta prueba se necesita un potenciostato y una celda electroquímica convencional de tres electrodos formada por un electrodo auxiliar (usualmente una barra de material conductor inerte como grafito o platino), un electrodo de referencia y el electrodo de trabajo que es la muestra de acero inoxidable.

Esta técnica ha sido empleada por muchos investigadores para determinar el grado de sensibilización en aceros inoxidables dúplex y austeníticos obteniendo resultados reproducibles, permitiendo que se adopte como una técnica universal [1, 31, 33].

2.6 Efecto de la fatiga en uniones soldadas de acero inoxidable dúplex 2205.

Los aceros inoxidables dúplex tienen una gran cantidad de aplicaciones en las industrias petroquímica, química, naval, entre muchas otras. Las principales aplicaciones de estos aceros están relacionadas con su alta resistencia así como su excelente resistencia a la corrosión. El uso de uniones soldadas de estos aceros se ha incrementado en los últimos años para la fabricación de componentes estructurales, como tubos intercambiadores de calor o en la extracción de petróleo. Una descripción completa del material involucra no sólo la respuesta esfuerzo-deformación como función de deformaciones grandes,

velocidades de deformación altas, temperaturas altas, cambios de estados de esfuerzos e historial de carga, sino también es necesario el conocimiento de la acumulación del daño y del modo de falla [34, 35]. Cuando se diseñan y fabrican componentes se trata de evitar la falla del mismo, pero generalmente contempla el daño que sufrirán una vez que estén en servicio y sujetos a cargas dinámicas. Daño, es el deterioro que ocurre en el material antes de la falla y depende de diferentes factores, entre ellos, el daño por fatiga es de gran importancia en el monitoreo de la integridad estructural del componentes. Este daño es el resultado de esfuerzos fluctuantes causados por cargas cíclicas y se manifiesta por la formación de microgrietas en el material. Después de un número suficiente de ciclos las grietas crecen hasta tener un tamaño crítico produciendo la fractura del componente aun cuando el esfuerzo aplicado esté por debajo del esfuerzo de diseño.

Bartali y colaboradores [36] presentan observaciones de daño superficial que son realizadas en tiempo real, con la ayuda de un microscopio durante un ensayo de fatiga de un número de ciclos bajos. Encontrando que la deformación plástica de la austenita procede principalmente de uno o dos sistemas de deslizamiento y en la ferrita se desarrolla en varios sistemas de deslizamiento. Las mediciones realizadas en el perfilómetro sobre la superficie muestran un relieve más complejo y rugoso en la fase ferrítica que en la austenítica.

Serre y colaboradores [37], utilizan microscopía de fuerza atómica para evaluar la superficie de un acero inoxidable dúplex sometido a deformación plástica, encontrando que la austenita desarrolla bandas de deslizamiento rectas y simples mientras que en la ferrita se desarrollan dos tipos de bandas, uno de los tipos de bandas de deslizamiento se origina a partir de la deformación de la austenita y el otro tipo se forma en el centro de ferrita.

Por otro lado, Mateo y colaboradores [38], evalúan el efecto de la anisotropía en el comportamiento a la fatiga de acero inoxidable dúplex, obtienen una mayor resistencia a la tensión en el sentido perpendicular a la laminación. En cuanto a la resistencia a la fatiga, los resultados son muy parecidos entre el sentido de laminación y perpendicular a la laminación. Cabe señalar que su gráfica esfuerzo-número de ciclos va desde 1 millón a 10 millones. Otros investigadores como Capello y colaboradores [39], buscan los mejores parámetros en soldadura laser para lograr un balance de fases adecuado en la soldadura complementando con un tratamiento térmico superficial.

El objetivo de investigación es estudiar el efecto de diferentes niveles de daño por fatiga en la resistencia mecánica de probetas de uniones soldadas de acero inoxidable dúplex 2205.

CAPÍTULO III
ASPECTOS TEÓRICOS DE ENSAYOS
NO DESTRUCTIVOS

3.1. Fundamentos teóricos de ultrasonido.

Ultrasonido es el nombre 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, los ensayos no destructivos (END) han sido usados para la detección macroscópica de discontinuidades o defectos en estructuras. Se ha hecho evidente que debido a su relación costo-efectividad la aplicación de los END 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 procesos de producción de materiales y evaluar la integridad de materiales ya sea después de la fabricación, en el transporte y/o durante el servicio.

La principal diferencia entre las técnicas ultrasónicas tradicionales y las más especializadas, como la evaluación no destructiva 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 materiales reales. Esta consideración, es porque los procesos de fabricación y conformado que se usan para fabricar la mayoría de los materiales con aplicaciones de ingeniería, 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, no homogeneidad, no-linealidad, atenuación, dispersión, etc. Todas estas, afectan la propagación de ondas ultrasónicas.

El propósito principal de los END con ultrasonido es comprender la interacción onda-material y establecer las propiedades mecánicas buscadas a partir de la desviación observada en el cambio de las variables ultrasónicas de aquella respuesta en comparación con el material intacto. Para ello, se requiere que se tenga un conocimiento profundo de las características de la propagación de ondas ultrasónicas.

En general, tres ondas elásticas lineales y diferentes (llamadas ondas longitudinales, de corte y superficiales), pueden propagarse en una dirección dada de un material. En medios anisotrópicos, estas tres ondas, generalmente no son modos puros ya que cada onda normalmente tiene componentes de desplazamiento de las partículas en paralelo y perpendicular a la dirección de propagación de la onda y uno de estos componentes es usualmente mucho mayor al otro. La onda que presente un componente de polarización mayor en la dirección paralela a la propagación se llama onda cuasi longitudinal, figura 3.1. Por otra parte, las ondas con un componente de polarización mayor en la dirección perpendicular a la propagación se conocen como cuasi-corte, figura 3.2. En el caso de que por algún proceso se produzca un material isotrópico todos estos modos se convierten en modos puros.

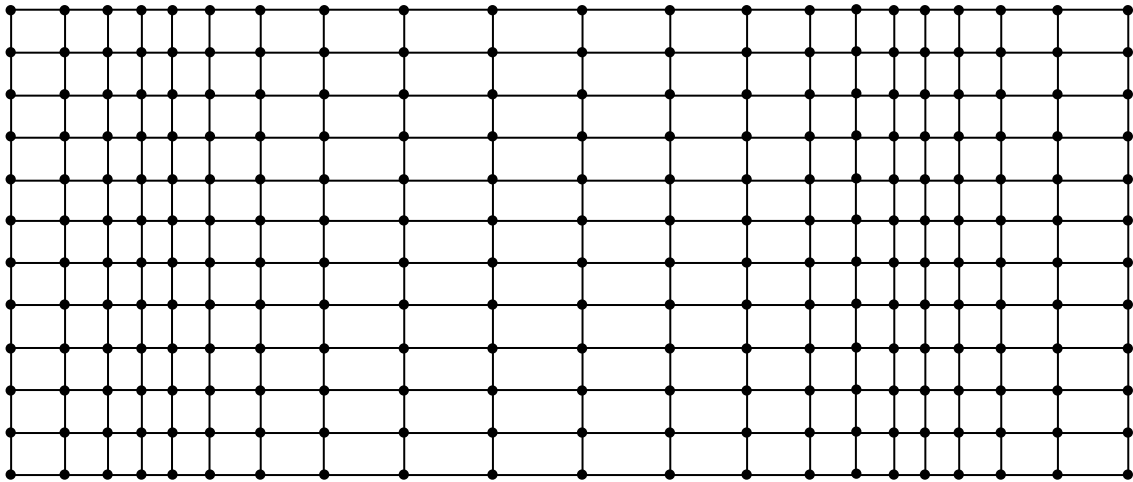


Figura 3.1 Ondas longitudinales.

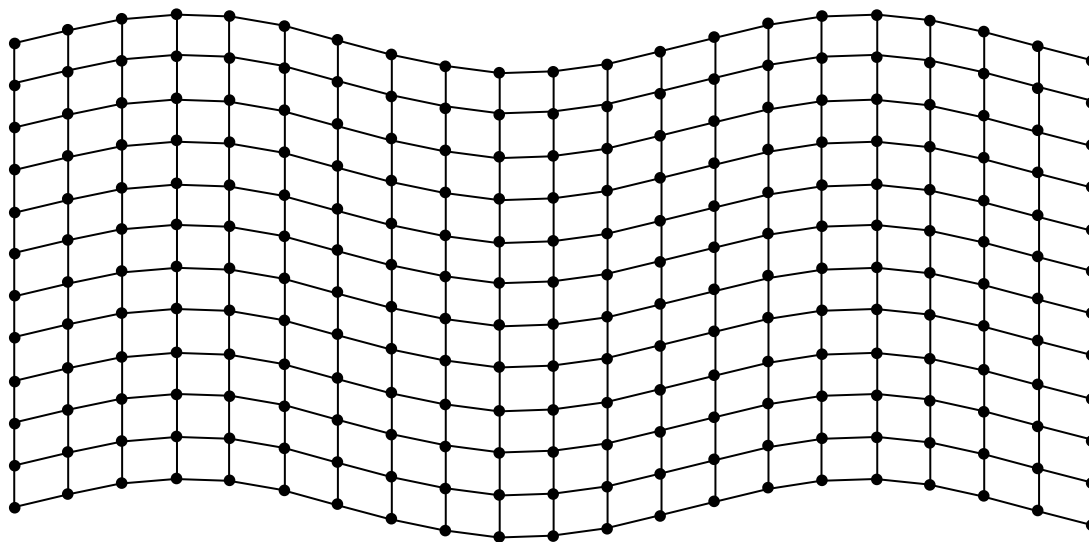


Figura 3.2 Ondas de corte.

Conforme una onda se propaga en un material, ésta sufre una atenuación como resultado de una pérdida de energía causada por diversos mecanismos, entre los cuales el más importante es el tamaño de grano. Las mediciones de atenuación ultrasónica sirven como un indicador muy sensible de las pérdidas internas de energía causadas por la 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 y 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 treinta, fue hasta la década de los cuarenta cuando la tecnología necesaria llegó a estar disponible y fue Floyd Firestone quien desarrolló en los Estados Unidos, 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 de la técnica ultrasónica son: a) la interacción onda-material que brinda información importante de las propiedades mecánicas del material, b) un grado alto 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 examinará, c) el costo elevado del equipo.

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

Enseguida se presentan 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.

3.1.1 Definición y propiedades de una onda.

El ultrasonido involucra la propagación de ondas elásticas en un medio elástico como un efecto de fuerzas asociadas con deformaciones compresión y extensión en el caso de ondas longitudinales y de distorsión del contorno en el caso de ondas de corte. Por lo que es necesario entender las características básicas, así como las ecuaciones matemáticas que gobiernan los casos más simples de la propagación de este tipo de ondas

El caso más simple es el de la propagación de una perturbación armónica. Cuando una onda viaja en un medio, las partículas de éste, son desplazadas de su posición de equilibrio, lo cual origina fuerzas de restauración internas entre las partículas. Las cuales combinadas con la inercia de las partículas dan como resultado movimientos oscilatorios en el medio.

La representación matemática más simple es la de una onda que se propaga en una dimensión y está dada por la expresión:

$$u(x, t) = A_0 \cos(\omega t - kx) \tag{1}$$

Donde $u(x,t)$ es el desplazamiento de las partículas, ω es la frecuencia angular, k es el número de onda, el cual es una cantidad que representa la frecuencia espacial de las perturbaciones. Ésta a su vez, se relaciona con el periodo espacial de perturbaciones conocido como la longitud de onda λ mediante $\lambda = 2\pi/k$.

La velocidad de fase c es otro concepto usado en la propagación de onda y ésta fue creada para definir a la velocidad de la onda como la rapidez con la cual dos puntos sucesivos con fase constante pasan por un punto determinado. La longitud de onda está relacionada a la velocidad de fase mediante la ecuación $c = \lambda f$. Donde f es la frecuencia cíclica en ciclos/segundo o Hz. Finalmente, la frecuencia angular ω está relacionada a la frecuencia cíclica f mediante $\omega = 2\pi f$. Manipulando las igualdades para λ , ω y c se tiene $c = \omega/k$. Por lo que la ecuación (1) puede ser escrita como:

$$u(x,t) = A_0 \cos \left[\omega \left(t - \frac{x}{c} \right) \right] \quad (2)$$

La figura 3.3, 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:

$$\phi = kx - \omega t = k(x - c_0 t) \quad (3)$$

Haciendo un análisis de la ecuación 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.

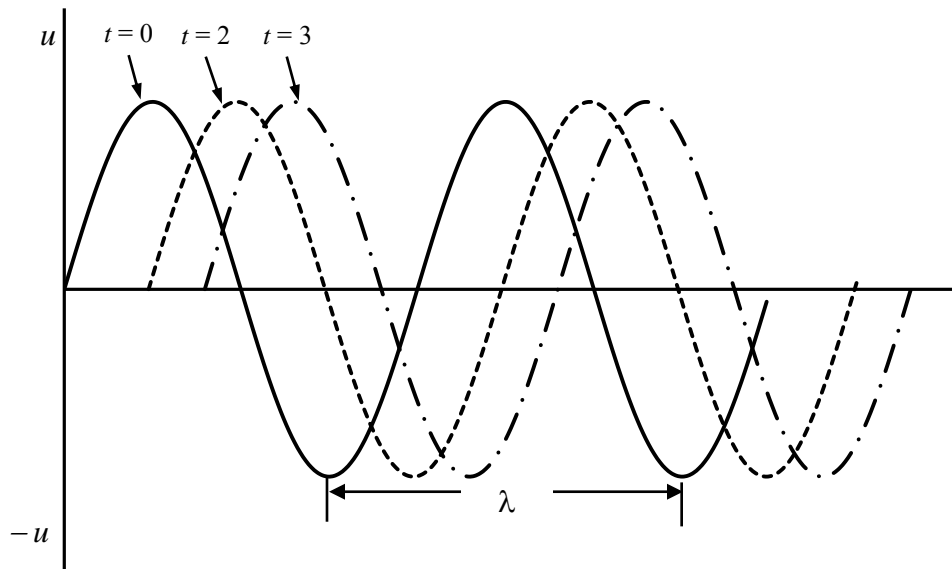


Figura 3.3 Diagrama de una onda armónica plana que muestra las definiciones de longitud de onda y velocidad de fase.

3.1.2 Ondas longitudinales propagándose en una varilla delgada.

Para entender las ecuaciones que gobiernan la propagación de ondas en muchos sistemas mecánicos, utilizaremos el caso más simple, para determinar la ecuación de onda y se trata de la propagación de ondas en una varilla elástica delgada. Como se muestra en la figura 3.4.

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

$$\sigma A + \frac{\partial \sigma}{\partial x} dx A - \sigma A = \rho A dx \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (4)$$

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

$$\frac{\partial \sigma}{\partial x} = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (5)$$

Aplicando la ley de Hook para un material elástico tenemos:

$$\sigma = E \varepsilon \quad (6)$$

Donde ε es la deformación del material y está definida como:

$$\varepsilon = \frac{\partial u}{\partial x} \quad (7)$$

En mecánica de materiales ε se define como $\varepsilon = \Delta L / L$. En este análisis hacemos, $\Delta u = \Delta L$, $\Delta x \approx L$ lo que nos lleva a $\varepsilon = \Delta u / \Delta x$. Tomando esto en forma diferencial sería $\varepsilon = du / dx$. Ya que $u = u(x, t)$, esto se convierte en derivadas parciales, $\varepsilon = \partial u / \partial x$. Sustituyendo (7) en (6) y el resultado en (5), da lo siguiente:

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(E \frac{\partial u}{\partial x} \right) = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (8)$$

Simplificando tenemos la siguiente ecuación para una varilla delgada:

$$E \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (9)$$

Donde E es el módulo de Young, la ecuación (9) puede escribirse como:

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{1}{c_l^2} \left(\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \right), c_l = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (10)$$

La ecuación 10 es conocida como la *ecuación de onda*. Esta ecuación es la forma en una dimensión de una onda longitudinal plana. La constante c_l es la velocidad de viaje de la perturbación y queda claramente demostrada la dependencia de la magnitud de ésta 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:

$$c_s = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \quad (11)$$

En esta ecuación μ es el módulo de corte del material. Las ondas longitudinales y de corte difieren básicamente en dos aspectos. Primero, el análisis de las ecuaciones (10) y (11) 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.

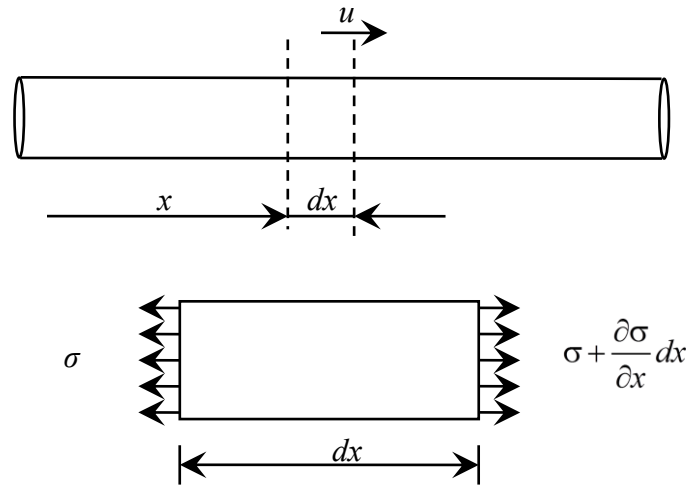


Figura 3.4 Sección de una varilla delgada (a) con coordenada x y desplazamiento u y (b) el esfuerzo actuando en un elemento diferencial de la varilla.

3.1.3 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 ésta 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 3.5.

Este proceso puede afectar la velocidad de onda en muchas formas entre las que tenemos: a) dependencia de la velocidad en la dirección de propagación y b) birrefringencia. Durante la deformación, los granos se alargan, haciendo que ciertas direcciones y planos cristalográficos se alineen con la dirección en la que se aplica el esfuerzo. En consecuencia,

se desarrollan orientaciones o texturas preferidas y causan comportamientos anisotrópicos. Las propiedades de una lámina o placa laminada dependen de la dirección en que se mide la propiedad. El desarrollo de la textura no solo tiene efecto sobre las propiedades mecánicas de los materiales, sino también sobre las propiedades magnéticas eléctricas y otras más. Como se mencionó anteriormente la textura cristalográfica afecta la velocidad ultrasónica por el llamado fenómeno birrefringente. Birrefringencia significa que la refracción de una onda ultrasónica que se propaga en una dirección dada consta de dos ondas con velocidad ligeramente diferente y polarizaciones 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 refractadas para una misma distancia de propagación.

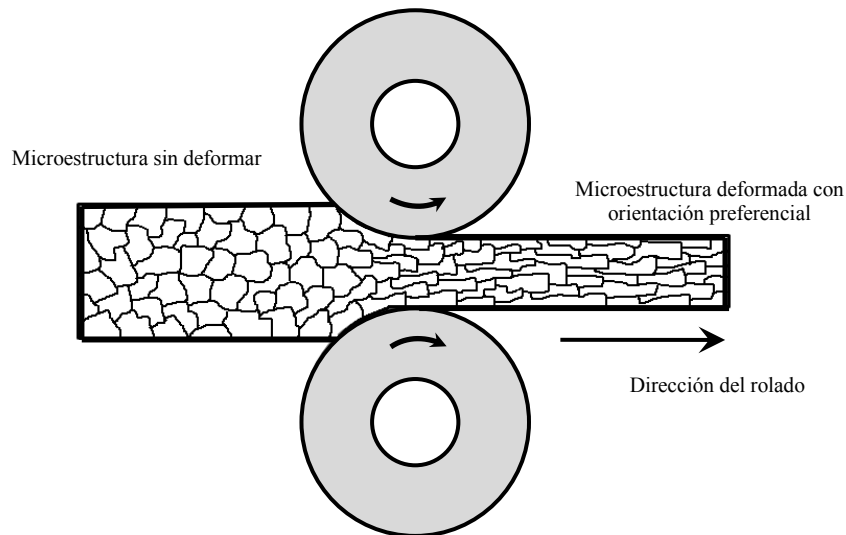


Figura 3. 5 Anisotropía introducida por el proceso rolado en frío.

3.1.4 Efecto de la microestructura en la atenuación ultrasónica.

Las mediciones de atenuación son fundamentales para establecer correlaciones entre esta variable ultrasónica y la microestructura del material, la cual controla las propiedades mecánicas del material. La dispersión en la frontera de grano es el mecanismo de pérdida de energía que gobierna la atenuación en el rango de frecuencias de interés para caracterizar la mayoría de los materiales con aplicaciones en ingeniería.

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

$$\begin{aligned} L[\text{Neper}] &= \ln \frac{A_1}{A_2} \\ L[\text{dB}] &= 20 \log \frac{A_1}{A_2} \end{aligned} \tag{12}$$

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 estas pérdidas están las pérdidas por reflexión y transmisión de la onda ultrasónica en las interfaces del material, pérdidas por dispersión en superficies rugosas, etc. También existen otras pérdidas, estas ocurren por las características geométricas del haz ultrasónico, las cuales cambian 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:

$$L = \alpha d \tag{13}$$

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 considerar en la caracterización ultrasónica de los 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 inhomogeneidades 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:

$$\alpha = \alpha_{\text{absorción}} + \alpha_{\text{dispersión}} \quad (14)$$

Aunque en frecuencias comúnmente utilizadas en caracterización no destructiva el mecanismo de dispersión en la frontera de grano produce 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 atenuación es:

$$\alpha_{\text{agua}} = 0.2 f^2 \quad (15)$$

donde, f es la frecuencia ultrasónica en MHz y α_{agua} es el coeficiente de atenuación en [dB/m]. La atenuación severa ocurre a altas frecuencias, mientras que a bajas frecuencias la expansión del haz ultrasónico es la causa predominante de pérdida de la intensidad sonora, ésta pérdida no es causada por la interacción entre onda material, más bien es causada por la geometría del haz ultrasónico. 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.

Investigaciones demuestran que algunas características de las microestructuras que dominan la atenuación de ondas ultrasónicas, también determinan las propiedades mecánicas de materiales de aplicación industrial. Por ejemplo, en los metales el tamaño de grano tiene mucha influencia sobre la atenuación y la resistencia mecánica del material, rigidez, ductilidad y tenacidad. La inspección ultrasónica es menos cara que otros ensayos destructivos pero requiere evaluar las propiedades mecánicas, muchos estudios analíticos y experimentales para relacionar cuantitativamente las características microestructurales a partir de los datos de una inspección ultrasónica [40].

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

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 la más importante en el rango de frecuencia, debido a que las técnicas ultrasónicas ordinarias se llevan a cabo en esta región, en esta investigación se ha optado por realizar las mediciones en este rango de frecuencia donde el coeficiente de atenuación es función de la frecuencia elevada a un exponente, además en este rango de frecuencia la atenuación es aceptablemente baja. La tabla 3.1 muestra los coeficientes de atenuación en estas tres regiones.

Tabla 3.1 Coeficientes teóricos de atenuación ultrasónica para sólidos elásticos policristalinos.

Relación de longitud de onda	Mecanismo de Atenuación	Coeficiente de atenuación
$\lambda \gg \pi D$	Dispersión de Rayleigh	$\alpha \propto \Delta^2 D^3 f^4$
$\lambda \approx \pi D$	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:

$$D = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} - 1 \quad (16)$$

Donde C_{nm} son constantes elásticas del material.

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

$$\alpha_{Rayleigh} = a_R D^3 f^4 \quad (17)$$

Donde, 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 ha sido tabulado para la mayoría de materiales policristalinos. 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 mas directo para medir la atenuación es el de medir directamente las amplitudes de voltaje de cada señal en el osciloscopio y aplicar la ecuación (12).

3.1.5 Técnica ultrasónica de no linealidad

El parámetro de no linealidad acústica describe las propiedades termoelásticas de sólidos cristalinos, ya que estas cuantifican directamente el orden en la red cristalina. El parámetro, aparece por ejemplo, en las funciones del estado termodinámicas, en ecuaciones que describen la expansión térmica en sólidos y en expresiones de la dependencia de la temperatura en el módulo elástico. También se ha encontrado que está relacionado fuertemente con la dureza en aleaciones metálicas y de manera cuantitativa con cambios microestructurales asociados con la fatiga. Los valores en el parámetro de no linealidad dependen en gran medida de la estructura cristalina del sólido y también son afectados por la dirección de propagación para todos los cristales de una estructura dada. Una gran variedad de propiedades de lossólidos son determinadas o afectadas fuertemente por el comportamiento inarmónico de la red cristalina. Entre estas propiedades se encuentran la expansión térmica, dependencia de la presión y la temperatura sobre las constantes elásticas y la refracción óptica, conductividad térmica y la atenuación de ondas a frecuencias altas.

El parámetro no lineal es una medida de la inarmonicidad de la red cristalina [41]. Algunas investigaciones realizadas con esta técnica se describen brevemente a continuación.

La no linealidad acústica (parámetro de no linealidad acústica β) puede ser usada para varias aplicaciones, una de las cuales es: la deformación elástico-plástica del material. La investigación de Kim y colaboradores [42] desarrolla un modelo para cuantificar el parámetro de no linealidad acústica causado por la deformación elástico-plástica. Este modelo podría ser aplicable en general a materiales elástico plásticos anisotrópicos, para determinar si tienen deformaciones microplásticas causadas por cargas monotónicas o cíclicas. El modelo desarrollado se aplica para calcular el parámetro acústico no lineal de un espécimen de un cristal puro de cobre sujeto a cargas cíclicas de fatiga. Se encontró que el parámetro de no linealidad acústica de este espécimen se incrementa monotónicamente con el aumento de ciclos a la fatiga. Cabe señalar que la no linealidad acústica puede ser causada por diferentes fuentes, este modelo solo consideró la contribución de la microplasticidad.

El shot- peening es usado frecuentemente por la industria aeroespacial para incrementar la resistencia de componentes estructurales al daño a la fatiga y la corrosión por esfuerzos, creando una capa en el componente con esfuerzos residuales de compresión. La capacidad de medir estos esfuerzos residuales superficiales es de gran utilidad en el control de calidad y certificación, además puede ayudar a predecir la vida a la fatiga en componentes con shot-peening. La investigación de Liu y colaboradores [43], presenta resultados experimentales para evaluar la factibilidad de medir esfuerzos residuales usando ondas superficiales Rayleigh no lineales. Los experimentos son llevados a cabo en una aleación de aluminio AA7075 que son sometidos a shot-peening con diferentes intensidades. Los resultados de no linealidad acústica muestran un gran incremento en el parámetro de no linealidad acústica en relación a la intensidad, lo cual indica el potencial que tiene el ultrasonido no lineal para mediciones de esfuerzos residuales. Los efectos del acabado superficial son ampliamente discutidos así como la frecuencia a utilizar. Cabe mencionar que nuevamente son varios factores los que afectan a la no linealidad, por lo que se deben estudiar por separado el trabajado en frío, esfuerzos residuales y acabado superficial.

Viswanath [18] en su investigación utiliza la técnica no lineal ultrasónica para la caracterización de la microestructura en un acero M250 envejecido a 755 K con diferentes

tiempos de permanencia desde 0.25 a 100 horas. Se mide el segundo armónico para determinar el parámetro de no linealidad acústica β , el cual está relacionado con la precipitación cuando son sometidos a un tratamiento térmico de envejecimiento. Estos resultados son relacionados con microscopía electrónica de transmisión, dureza y medición de fracción volumétrica. La dureza se incrementa en las primeras etapas de envejecimiento debido a la precipitación de intermetálicos y disminuye en tiempos largos debido a la nueva formación de austenita y al crecimiento de los precipitados. Este trabajo establece que la técnica ultrasónica de no linealidad puede ser usada para caracterizar de manera no destructiva el comportamiento de este acero cuando es envejecido.

Cantrell [44] en este trabajo realiza un modelo matemático que proporciona el parámetro de no linealidad acústico efectivo en función de la fracción volumétrica total de precipitación de segundas fases. Aunque la relación es en general no lineal, la ecuación es aproximada dentro del error experimental, por medio de una expresión lineal para las fracciones volumétricas arriba del 10%. Los resultados concuerdan con las mediciones experimentales de la aleación de aluminio 7075 usando la técnica de generación de armónico.

La investigación de Kim y colaboradores [45], desarrolla un procedimiento experimental confiable para monitorear el daño por fatiga de la súper aleación base níquel por medio del parámetro de no linealidad acústica, β , y demostrar su efectividad haciendo repetir varias mediciones de β en diversos especímenes, sujetos a ciclos de fatiga altos y bajos. Para este procedimiento experimental se necesita acceso por ambos lados del metal. Los resultados experimentales muestran que hay un incremento significativo en β , relacionado al movimiento de dislocaciones de la fatiga en ciclos bajos, y se hace notar cómo éstas mediciones ultrasónicas no lineales pueden caracterizar cualitativamente el estado de daño de un espécimen en las primeras etapas de fatiga. En cuanto a la fatiga en ciclos altos, los resultados son poco perceptibles (β incrementa pero muy poco) esto puede ser causado por las incertidumbres que involucra la fatiga en altos ciclos, pero aun así afirman que hay una clara relación entre β y la vida a la fatiga. Una de las aplicaciones de mediciones de β con la vida a la fatiga afirman sería poder predecir la vida a la fatiga por medio de mediciones ultrasónicas. En esta misma aleación, se hace un estudio para desarrollar una técnica ultrasónica con láser para medir el segundo armónico de ondas superficiales Rayleigh en especímenes metálicos. Utilizan la técnica para evaluar el daño en aleaciones base níquel y

la evolución de la no linealidad del material bajo diferentes condiciones de carga. Los resultados presentados muestran un incremento en la amplitud del segundo armónico cuando los especímenes se someten a carga monotónica en tensión con un esfuerzo mayor al de fluencia, y durante los ensayos de fatiga de bajos ciclos el incremento en la amplitud del segundo armónico es considerable, aunque con cambios menos marcados que en el caso de carga monotónica en tensión. Estos resultados muestran que la principal causa del cambio en el parámetro de no linealidad es la plasticidad y además muestra la efectividad de la técnica experimental para evaluar daño en aleaciones base níquel [46].

3.2 Termoelectricidad.

En un termopar común, se induce un voltaje entre las uniones caliente y fría de dos metales diferentes, el cual 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. El principio de funcionamiento básico se fundamenta en el efecto Seebeck y es influenciado por la conductividad térmica y eléctrica, y por las temperaturas de operación.

3.2.1 El efecto Seebeck.

Considere la barra conductora ilustrada en la figura 3.6 con un extremo caliente y el otro frío. En el extremo caliente, los electrones serán excitados en promedio a energías más elevadas; la distribución de Fermi tendrá más electrones sobre E_F (nivel de Fermi) 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. Para medir el voltaje inducido, se

conecta un voltímetro a los extremos de la barra como se indica en la figura 2.8. 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 las terminales del instrumento.

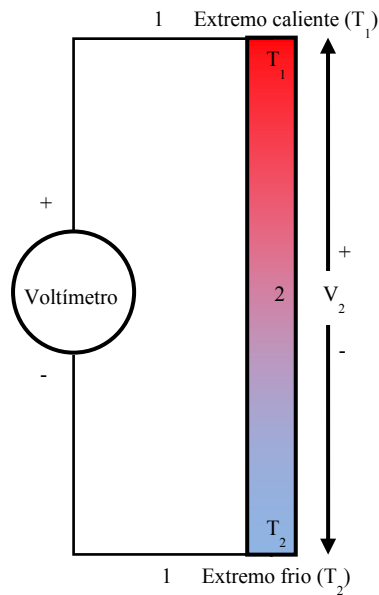


Figura 3.6 Esquema del circuito usado para medir la fuerza electromotriz térmica [47].

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:

$$S_{12} = \frac{dV_{12}}{dT} = \frac{dV_1}{dT} - \frac{dV_2}{dT} \text{ ó } S_1 - S_2 \quad (18)$$

Aunque S_{12} recibe el nombre de potencial termoeléctrico de la unión, no es una propiedad de la unión. Depende solamente de las propiedades S_1 y S_2 de los dos materiales.

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 los potenciales termoeléctricos para una gran cantidad de materiales y alambre calibrado para termopares que comercialmente se consiguen. 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-rodio, y sobre 1500°C aleaciones de tungsteno-renio.

El potencial termoeléctrico es muy sensible a los defectos microestructurales, de modo que los materiales para termopares deben ser cuidadosamente procesados. En general, cualquier cosa que aumente la resistividad, como el trabajo en frío, aumentará la potencia termoeléctrica. Además, se sabe que los electrones pueden moverse sin resistencia a través de un cristal ideal, pero en los cristales reales chocan con dislocaciones, vacancias, átomos de impureza, y con otras imperfecciones en la red cristalina. Otra característica importante para este trabajo es la resistividad eléctrica de sólidos multifásicos (dado que el acero dúplex tiene 2 fases), tomemos de ejemplo una mezcla bifásica ($\alpha + \beta$). Sean V_α y V_β las fracciones volumétricas de α y β , respectivamente. La resistividad eléctrica de un material bifásico es una función lineal de las fracciones volumétricas de ambas fases dada por la ecuación (19) [47].

$$\rho_e = \rho_\alpha + \rho_\beta \quad (19)$$

3.2.2 Aplicaciones de potencial termoeléctrico.

El potencial termoeléctrico es muy sensible a varias características del material que pueden afectar su medición. La composición química es una de éstas características que tienen un efecto importante sobre el potencial termoeléctrico por lo que la aplicación básica de esta técnica dentro del campo de la caracterización es la selección de materiales [48]. Sin embargo, se sabe que materiales con composiciones químicas iguales pueden causar

cambios en el potencial termoeléctrico, los cuales son provocados por el proceso de conformado, tratamiento térmico, endurecimiento, etc., lo cual puede ser explotado dentro del campo de los ensayos no destructivos [49-53]. El potencial termoeléctrico, S , es una propiedad electrónica dependiente de la temperatura del material que puede ser descrita como la entropía de electrones libres en la aleación [54]. Varios factores controlan el potencial termoeléctrico, entre ellos: la concentración electrónica, la masa efectiva de electrones y la distribución electrónica en una aleación [55]. Todos estos factores son influenciados por el contenido de soluto, deformación de red, cambios microestructurales, conformado del material y cambios de fase dependientes del tiempo. En las aleaciones metálicas el valor y el signo del potencial termoeléctrico dependen de las características electrónicas en la vecindad del nivel de energía de Fermi, el tensor de masa efectiva, la densidad de estados electrónicos y los mecanismos de dispersión dominantes [53]. El potencial termoeléctrico involucra fenómenos interesantes, algunos de los cuales pueden ser explotados en ensayos no destructivos y caracterización de materiales. El equipo para medir potencial termoeléctrico consta de dos electrodos de referencia, uno de ellos es calentado por medios eléctricos hasta cierta temperatura T_h , mientras que el otro permanece a temperatura ambiente T_c . Las mediciones de potencial termoeléctrico son dadas por la ecuación 20.

$$V = \int_{T_c}^{T_h} [S_S(T) - S_R(T)] dT = \int_{T_c}^{T_h} S_{SR}(T) dT \quad (20)$$

Donde T es la temperatura, S_S y S_R denotan el potencial termoeléctrico del espécimen y del electrodo de referencia, respectivamente. Cualquier cambio en las características del material puede afectar el potencial termoeléctrico $S_{SR} = S_S - S_R$, el cual es la diferencia del potencial termoeléctrico del espécimen con respecto al del electrodo de referencia. En muchos casos, la dependencia de la temperatura en el potencial puede ser despreciada en el rango de operación y entonces puede ser aproximado a $V \approx (T_h - T_c) S_{SR}$. Existen varios factores que pueden afectar las mediciones del potencial termoeléctrico de un espécimen, los más importantes son asociadas con el contacto y volumen [56]. El volumen afecta las mediciones termoeléctricas debido a la cinética de difusión de los electrones a través del

material. El contacto se refiere a como se colocan los electrodos o puntas en el espécimen, la presión ejercida y la temperatura de los electrodos. Los trabajos realizados con la técnica son de gran impacto entre ellos se encuentran los siguientes: Lasseigne y colaboradores [54] utilizan mediciones de potencial termoeléctrico que podrían ser usadas como una evaluación microestructural y relacionarla con el funcionamiento de las aleaciones estructurales. En el proceso de soldadura de acero inoxidable reforzado con nitrógeno, la formación de nitruros durante el ciclo térmico tiene como resultado una degradación en las propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión. Las mediciones de potencial termoeléctrico ofrecen un mecanismo o medio de evaluación del contenido de nitrógeno intersticial en la soldadura, el cual permite una mejor correlación entre el contenido de nitrógeno y la microestructura del metal de soldadura y sus propiedades. Con un modelo termodinámico que desarrollan, describen una relación entre el potencial termoeléctrico como función del contenido de nitrógeno intersticial y los nitruros formados. Estas correlaciones entre potencial termoeléctrico y el contenido de nitrógeno intersticial será una predicción mejorada, no destructiva y rápida en aceros inoxidables reforzados con nitrógeno.

Brachet [57] estudió los aceros de baja activación martensítica (9Cr-W-V,Ta) que son investigados para aplicaciones en reactores de fusión. Su investigación contiene resultados experimentales obtenidos mediante potencial termoeléctrico y mediciones de temperatura del inicio de la martensita (M_s) por medio de dilatometría desarrollados después de una transformación parcial austenita→ferrita en diferentes aceros de baja activación martensítica, variando los porcentajes de contenido de C y N de 0.1 a 0.2. Los valores de potencial termoeléctrico y M_s son relacionados con la concentración intersticial de C y N en solución sólida de la austenita no transformada, la cual genera martensita durante el enfriamiento a la temperatura ambiente. Los experimentos muestran que hay una disminución en la concentración de N y C dentro de la austenita no transformada durante las transformaciones de austenita a ferrita. Algunos análisis microestructurales complementarios muestran que la disminución es asociada con la precipitación considerable de carburos ricos en cromo y/o nitruros durante las primeras etapas del crecimiento de la ferrita.

CAPÍTULO IV

DESARROLLO EXPERIMENTAL

4.1 Análisis químico.

En esta investigación se utilizó un acero inoxidable dúplex 2205. El acero fue analizado para determinar su composición química mediante la técnica de espectroscopia de emisión óptica. La tabla 4.1 muestra los porcentajes de los elementos encontrados en la muestra, en el anexo I se muestra el reporte del laboratorio del análisis químico. Los resultados de los análisis indican que el material utilizado está dentro de la especificación [3].

Tabla 4.1 Composición química del acero inoxidable dúplex 2205 (% peso).

C	Cr	Ni	Mo	Cu	Mn	Si	Fe
0.055	23.4	5.75	3.238	0.272	0.882	0.407	bal

4.2 Preparación de las muestras.

Los especímenes fueron cortados en forma rectangular y se les realizó el tratamiento de solución a una temperatura de 1100°C por un tiempo de 30 minutos seguidos de un enfriamiento en agua. Posteriormente, se llevó a cabo el tratamiento de envejecimiento a 900°C, 800°C, 700°C y 650°C, en diferentes tiempos de envejecimiento. Después del tratamiento de envejecimiento las piezas fueron enfriadas al aire. Las muestras utilizadas fueron cortadas en pequeños bloques de 40 × 30 × 12 mm³, rectificadas y desbastadas con papel lija de SiC grado 600, estas mismas se utilizaron para las mediciones de ultrasonido, potencial termoeléctrico, contenido de ferrita y fase sigma. También se maquinaron una serie de probetas para ensayo de impacto Charpy.

4.3 Microestructura.

De cada uno de los tratamientos térmicos se obtuvo una probeta que se desbastó con lijas del grado 80 hasta 2000; posteriormente se realizó un electropulido con ácido perclórico y etanol durante 2 minutos a 14 V. Finalmente, las muestras fueron atacadas electrolíticamente con KOH, durante 35 segundos a 8 V. La microestructura se analizó mediante microscopía óptica (modelo Nikon Epithot 300) y microscopía electrónica de barrido (modelo JEOL JS-6400).

4.4 Medición de ferrita por medios no destructivos.

La medición del porcentaje de ferrita equivalente se llevó a cabo en un ferriscopio modelo MP30E, el cual es un método no destructivo, fácil y rápido. Su principio de funcionamiento se basa en la creación de 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. La figura 4.1 muestra esquemáticamente el principio de funcionamiento de este equipo.

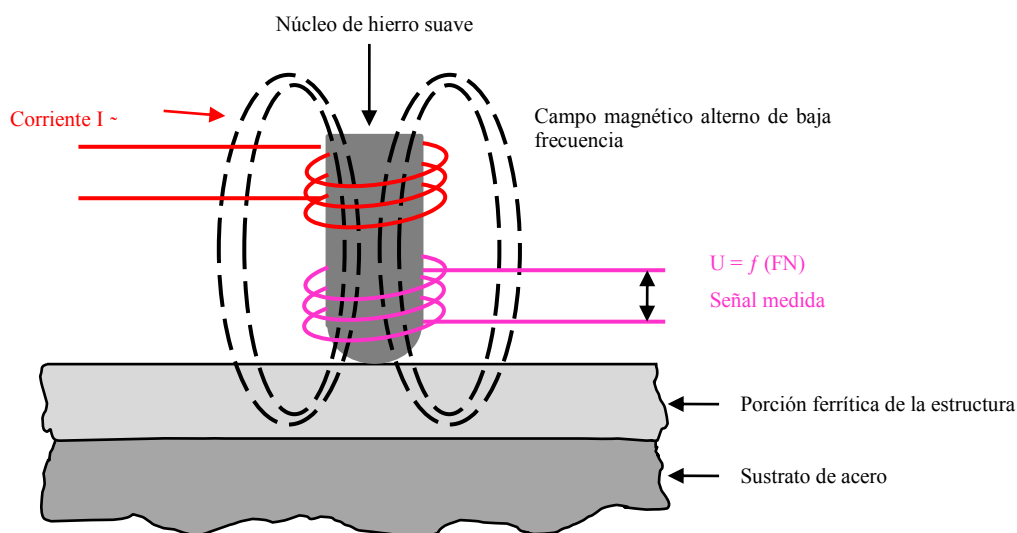


Figura 4.1 Diagrama esquemático del funcionamiento de un ferriscopio.

4.5 Determinación de la tenacidad al impacto.

La figura 4.2 muestra 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. Las 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 temperatura de envejecimiento se ensayaron 3 muestras a temperatura ambiente.

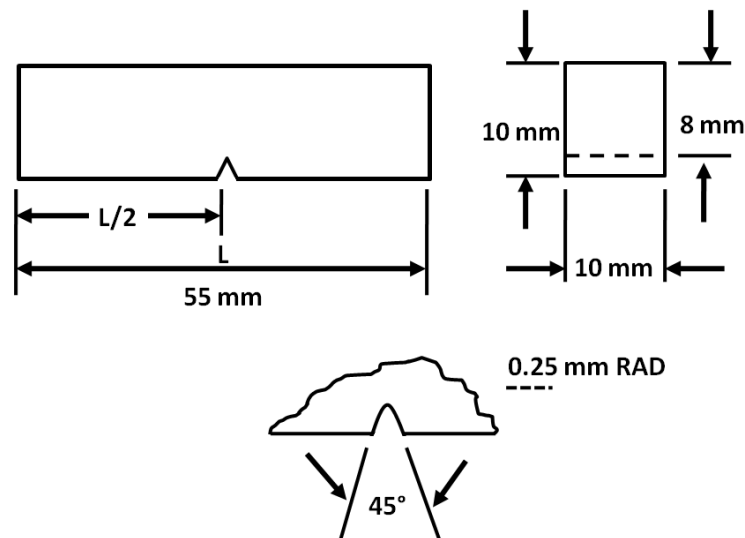


Figura 4.2 Especimen con dimensiones especificadas en la norma ASTM E370.

4.6 Dureza.

Para las mediciones de dureza Rockwell C [HRC], las muestras se desbastaron y lijaron, hasta lija grado 600. Para cada pieza se realizaron diez indentaciones y se reportó el valor promedio.

4.7 Análisis por difracción de rayos X.

Después de realizados los tratamientos térmicos se seleccionó una serie de muestras envejecidas a 700°C a diferentes tiempos de permanencia para analizarlas por medio de difracción de rayos X. El análisis se realizó en un difractómetro marca SIEMENS modelo D5000, con barridos para 2θ de 30 a 100°, con pasos de 0.02° y tiempo entre pasos de 2 segundos.

4.8 Análisis de microscopía electrónica de transmisión.

Una de las muestras se caracterizó por medio de microscopía electrónica de transmisión. Se cortaron laminas de 3mm de diámetro las cuales fueron desbastadas hasta lograr un espesor de 100µm, posteriormente se hizo una perforación empleando un dimper y fueron pulidas

delicadamente por ambos lados hasta un espesor de $50\mu\text{m}$. Finalmente, se realizó un electropulido en un equipo Struers-Tenupol-5 con doble jet con una solución de 10% de ácido perclórico (HClO_4) y 90% de etanol a una temperatura de -10°C y un voltaje de 20V. Las muestras fueron observadas en un microscopio electrónico de transmisión TECNAI F20.

4.9 Técnicas de ultrasonido.

4.9.1 Velocidad ultrasónica con ondas de corte.

El proceso de laminación que se usa para fabricar las placas de acero inoxidable dúplex imparte una textura cristalográfica en el material. Esto significa que las propiedades mecánicas dependerán de la dirección en la que se midan. La textura afecta la propagación de una onda de corte mediante el fenómeno de birrefringencia reportado por Bergman and Shahbender [58]. Birrefringencia significa que una onda de corte que se propaga en una dirección dada en un material con textura se refractará para producir dos ondas de corte con polarización ortogonal y velocidades ligeramente diferentes.

Debido al envejecimiento la ferrita se descompone y disminuye en cantidad, por lo que es posible que las ondas de corte sean sensibles al cambio en la textura causado por la transformación de la ferrita, lo cual deberá disminuir la diferencia de velocidades de las ondas de corte.

Para las mediciones de velocidad ultrasónica se utilizó un transductor de ondas de corte de 5 MHz de incidencia normal, el cual fue montado en el espécimen y excitado por un pulsador marca Panametrics 5073PR. La señal ultrasónica fue digitalizada y promediada en un osciloscopio LeCroyWavejet 332. Para determinar el tiempo que la onda de corte tarda en recorrer el espesor del material se mide el tiempo de viaje de la onda de corte a través de los dos ecos consecutivos de las superficies inferiores del espécimen, se realizaron cinco mediciones para cada condición de tratamiento térmico y para los dos modos de polarización. El arreglo experimental se muestra en la figura 4.3, la velocidad de onda de corte se midió en el modo de propagación rápido en la dirección del espesor d con polarización a través de la longitud l , la cual es la dirección de laminación. El modo de propagación lento, en la dirección del espesor d con polarización en la dirección del ancho

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

$$c_{m,n} = \frac{2d}{t} \quad (21)$$

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

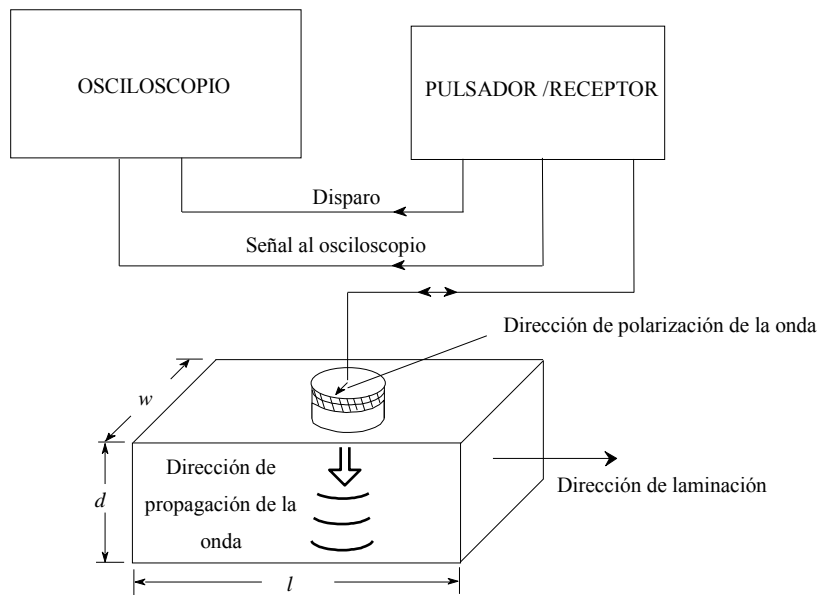


Figura 4.3 Diagrama esquemático de las mediciones de velocidad ultrasónica de corte.

Para que las mediciones en el tiempo sean precisas se eligió el cruce de los ceros positivos en el primer (P1) y segundo (P2) eco de la pared posterior, como se muestra en la figura 4.4. Se encontró la dirección de laminación, figura 4.5, midiendo la velocidad con ondas de corte. Tomando como referencia la dirección de laminación 0° , que es el modo rápido de propagación en la dirección del espesor (d) del espécimen y con polarización en dirección de la longitud (l) del espécimen. A 90° , corresponde el modo lento que se propaga en la dirección del espesor del espécimen con polarización en la dirección del ancho (w) que es

normal a la dirección de laminación. Con el objetivo de disminuir el error las mediciones se realizaron 5 veces y con las mismas condiciones en el equipo.

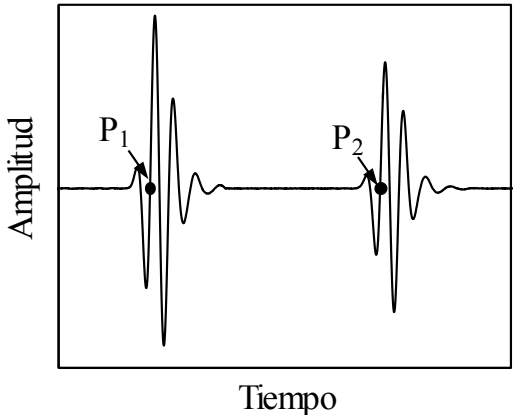


Figura 4.4 Descripción del cruce de ceros positivos usados para la medición de tiempo.

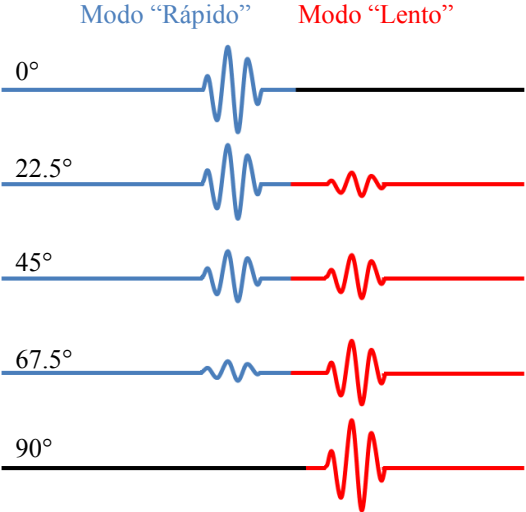


Figura 4.5 Modos de propagación, rápido y lento.

4.9.2 Mediciones de atenuación ultrasónica.

En este experimento se detectaron los cambios microestructurales producidos por la transformación de ferrita causada por el envejecimiento térmico. La figura 4.6 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* 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. La señal fue digitalizada y promediada en un osciloscopio marca LeCroyWavejet 332 donde es desplegada en la pantalla en forma de voltaje contra tiempo. Las señales del primer y segundo eco son promediadas, posteriormente se utiliza la herramienta del software del osciloscopio y se ejecuta la transformada rápida de Fourier (TRF) en cada uno de los ecos de la señal de voltaje contra tiempo para su análisis en el dominio de la frecuencia. Los espectros de frecuencia resultantes son enviados a la computadora para continuar con los cálculos posteriores. La curva atenuación-frecuencia se obtiene de los dos espectros de frecuencia obtenidos mediante la TRF. Los especímenes fueron pulidos para evitar atenuación inducida por la rugosidad. El coeficiente de atenuación se calculó después de considerar los factores experimentales que afectan la medición, tales como pérdidas por difracción e impedancia. Las pérdidas por impedancia fueron calculadas mediante la ecuación:

$$L_{\text{impedancia}} = 20 \log \frac{1}{R^2} \quad (22)$$

Donde R es el coeficiente de reflexión. En una incidencia normal, el coeficiente de reflexión es calculado de las propiedades acústicas de los dos medios por la relación: $R = (Z_2 - Z_1) / (Z_2 + Z_1)$. Donde, Z_1 es la impedancia acústica del agua y Z_2 es la impedancia acústica del acero inoxidable dúplex. Las pérdidas por difracción asociadas a la dispersión del haz fueron calculadas usando la corrección de difracción de Lommel de Rogers y Van Buren [59].

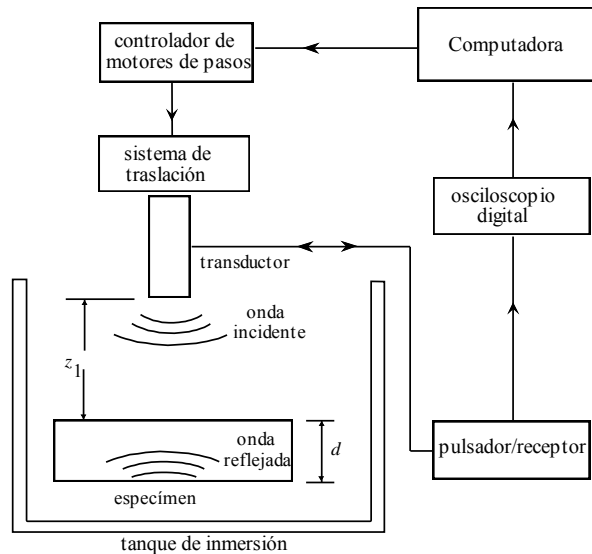


Figura 4.6 Diagrama esquemático de la técnica de inmersión pulso-eco para las mediciones de atenuación y velocidad ultrasónica.

4.9.3 Mediciones de ultrasonido no lineal.

En la figura 4.7 se muestra un diagrama esquemático del arreglo experimental utilizado para las mediciones de ultrasonido no lineal. Se usa un amplificador de alto poder RAM-5000 Mark IV (RITEC Inc, Warwick, RI), para la generación de ondas superficiales Rayleigh no lineales. El nivel de voltaje de entrada necesita ser lo suficientemente alto para obtener confiabilidad en las mediciones de ultrasonido no lineal; para esta investigación se utilizó un voltaje al 90% del nivel máximo del amplificador. Una señal de salida a 30 ciclos con el objetivo de obtener una señal con la parte de estado estacionario lo suficientemente largo con respecto al tiempo. Se utilizaron transductores comerciales de banda estrecha con frecuencias centrales de 2.25 y 5 MHz como transmisor y receptor, respectivamente.

Un juego de mediciones fueron realizadas con 4.6 y 10 MHz. Las zapatas son diseñadas y fabricadas especialmente de Plexiglas para crear y detectar ondas Rayleigh en las muestras. Los transductores se introducen en las zapatas y se lubrican ligeramente con glicerina, una vez acoplado el transductor a la zapata, estos se colocan en la superficie de las muestras con el mismo acoplante (glicerina). Las mediciones son llevadas a cabo en diferentes distancias de propagación, X_1 , que van desde 2 hasta 13 cm. Este arreglo experimental proporciona un sistema de detección que mide una señal de voltaje proporcional al desplazamiento de la

superficie del plano normal. La señal recibida es enviada a un osciloscopio (Tektronix TDS 420) que registra la señal a una frecuencia de muestreo de 25 MHz y 15000 puntos de muestreo. La señal es promediada y digitalizada en el dominio del tiempo y posteriormente transferida a una computadora para el procesamiento de los datos. La señal de disparo interna del amplificador RITEC es usada como referencia de disparo.

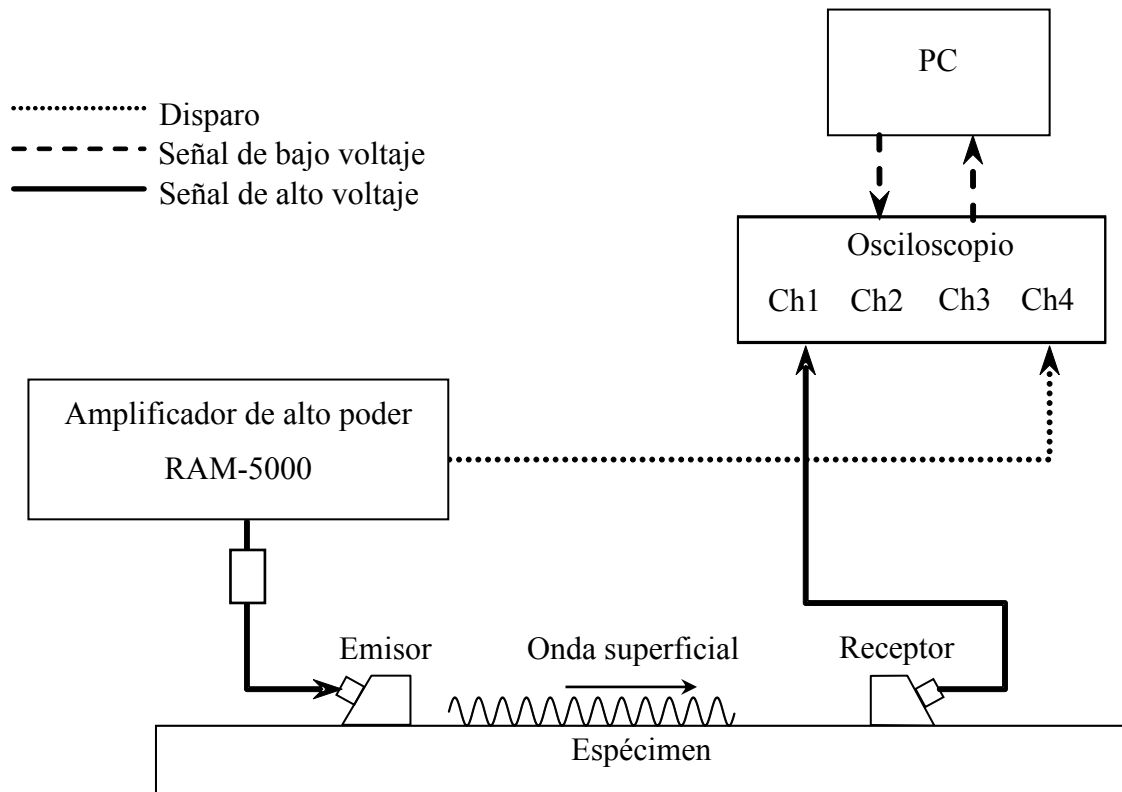


Figura 4.7 Diagrama esquemático del arreglo experimental para las mediciones de ultrasonido no lineal.

La figura 4.8 muestra una señal típica de ondas superficiales Rayleigh, generada y detectada con el transductor montado en la zapata a una distancia de 13 centímetros. La longitud completa de esta señal en el dominio del tiempo está formada por dos partes: una parte transitoria al inicio (aproximadamente 3 ciclos), una parte llamada porción de estado-estacionario (34 ciclos) y otra parte transitoria al final de la señal. Se usa una parte del estado-estacionario y se obtiene la transformada rápida de Fourier de esta porción de señal.

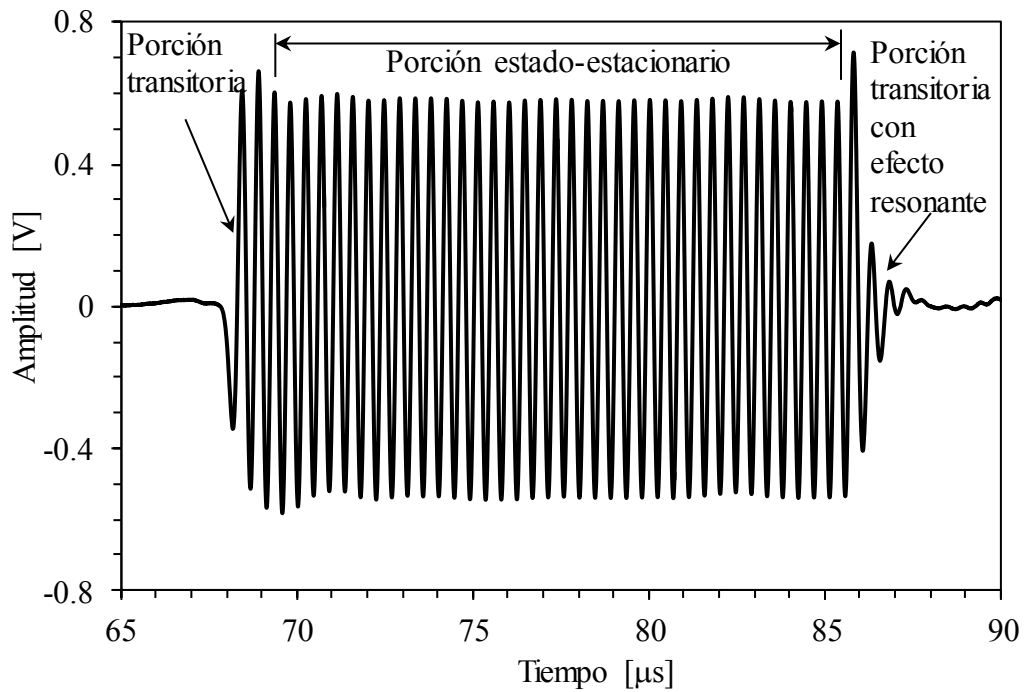


Figura 4.8 Señal en el dominio del tiempo.

La figura 4.9 muestra las amplitudes del armónico fundamental (A_1) y segundo armónico (A_2) en el dominio de la frecuencia. Nótese que las amplitudes de estas señales eléctricas A_1 y A_2 son proporcionales a los desplazamientos normales a la superficie, u_{ω} y $u_{\omega 2}$ por lo que,

$$u_{2\omega} / u_{\omega}^2 f^2 \approx A_2 / A_1^2 f^2 \approx \beta \quad (23)$$

En la figura 4.9, la amplitud del segundo armónico está de manera significativa arriba del nivel del ruido, aunque su magnitud es aproximadamente 20 veces menor que la amplitud del armónico fundamental.

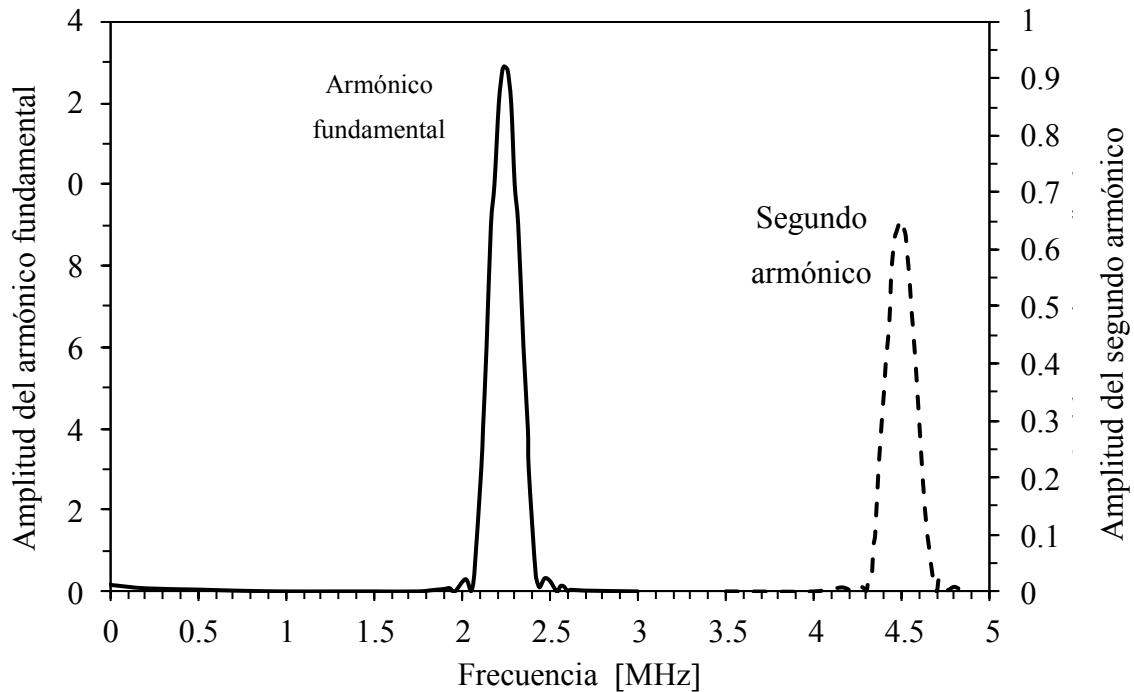


Figura 4.9 Transformada rápida de Fourier (TRF) que muestra las amplitudes del fundamental y segundo armónico.

4.10 Técnica de potencial termoelectrico.

Las mediciones de potencial termoelectrico se realizaron en el equipo marca ATS-6044T. La figura 4.10 muestra el diagrama esquemático de las mediciones termoelectricas, uno de los electrodos de referencia es calentado por medios electricos hasta una temperatura de 240°C mientras el otro electrodo está a temperatura ambiente; en ese caso se utilizó un electrodo de oro para las mediciones. Los electrodos son colocados en el espécimen que se lijó para tener un mejor contacto para cerrar el circuito y así obtener la señal. Se realizaron 40 lecturas, se promediaron y después se hace un ajuste por medio de una regresión lineal con dos o más materiales de potenciales termoelectricos conocidos que son el alumel y cromel entre los cuales se encuentran los potenciales del acero utilizado. En la figura 4.11 se grafican los valores de potencial termoelectrico de los materiales conocidos. La regresión lineal generó la ecuación $y = 0.0672x + 2.0052$ donde x es el promedio de las lecturas en micro voltios y y es el potencial termoelectrico.

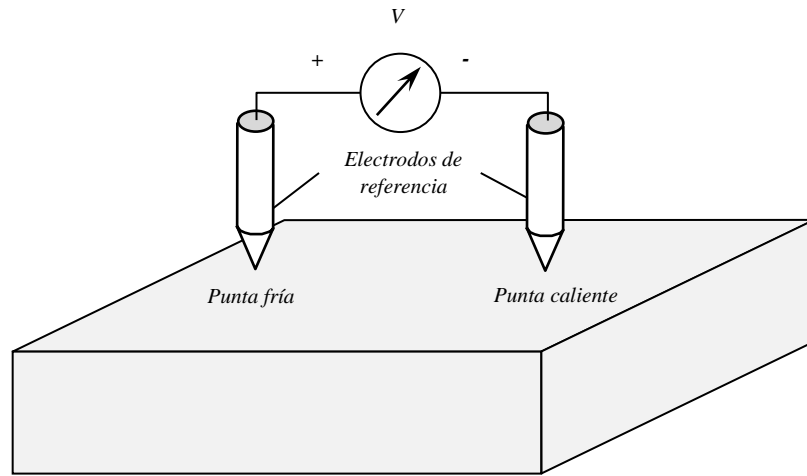


Figura 4.10 Diagrama esquemático de las mediciones de potencial termoelectrico.

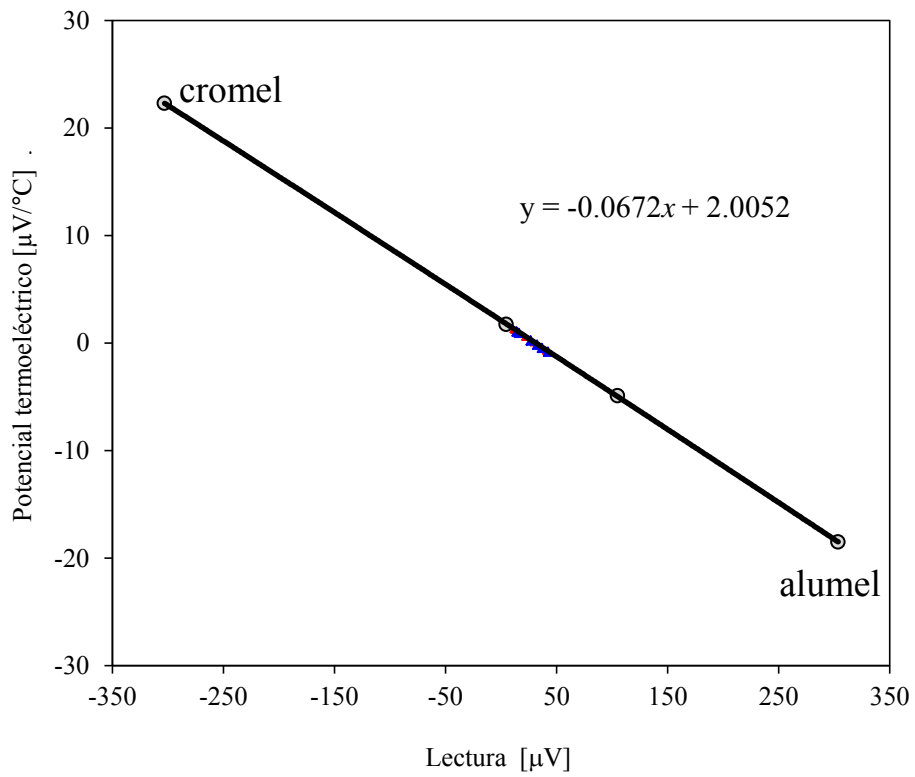


Figura 4.11 Ecuación para determinar el potencial termoelectrico.

4.11 Caracterización electroquímica.

Las curvas de reactivación potenciodinámica de doble ciclo (RPDDC) se llevaron a cabo con una mezcla de 2 M H_2SO_4 + 0.01 M KSCN + 0.5 M NaCl como electrolito a temperatura ambiente, usando como electrodo auxiliar grafito y de referencia un electrodo de calomel saturado. El electrodo de trabajo corresponde a las pequeñas muestras de los especímenes envejecidos montadas en resina epóxica y fueron lijadas con papel de carburo de silicio hasta grado 600 antes de cada prueba.

El experimento se inicia desde el potencial de corrosión E_{corr} polarizando anódicamente (activación), a una velocidad de 1 mV/s hasta llegar a un potencial de +300mV, después revierte hacia el potencial inicial o de corrosión mediante la reactivación. De la gráfica de la figura 4.12 se mide el valor de la corriente en el pico de activación y reactivación (I_a , I_r) y la relación I_r/I_a indica el grado de sensibilización del acero para cada condición. Las pruebas se realizaron por duplicado para verificar repetitividad en los resultados. Las condiciones para el experimento fueron seguidas de las referencias [26, 31].

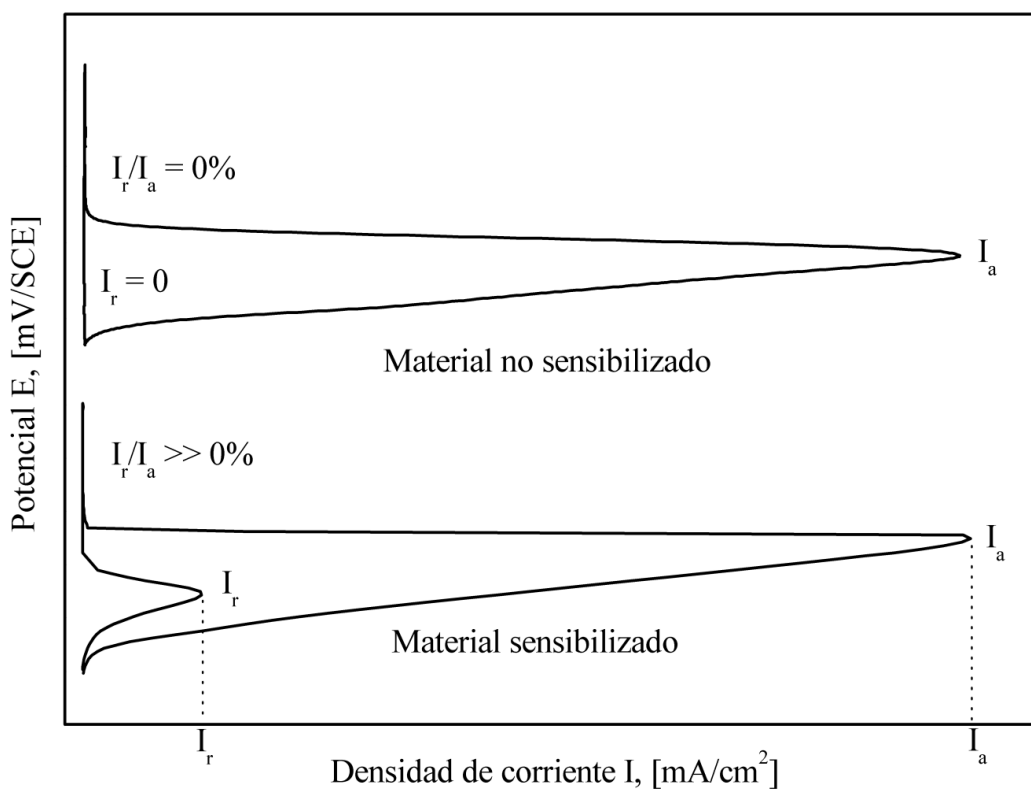


Figura 4.12 Curva potenciodinámica de doble ciclo para detectar sensibilización en un acero inoxidable dúplex 2205

4.12 Daño por fatiga en uniones soldadas.

En esta parte, se detalla el desarrollo experimental para producir y evaluar el daño por fatiga en uniones soldadas de acero inoxidable dúplex 2205. Para ello se prepararon y soldaron por parte del personal técnico del laboratorio de soldadura del IIM placas de media pulgada de espesor utilizando las variables operativas especificadas en la tabla 4.2.

Tabla 4.2 Variables operativas del proceso de soldadura.

Pasada	Proceso	Corriente [A]	Voltaje [V]
1	TIG	115	10
2	TIG	110	10
3	MIG	275	26.5
4	MIG	276	26.5

La figura 4.13 muestra las dimensiones y el tipo de junta en doble V así como la secuencia de colocación de los cordones.

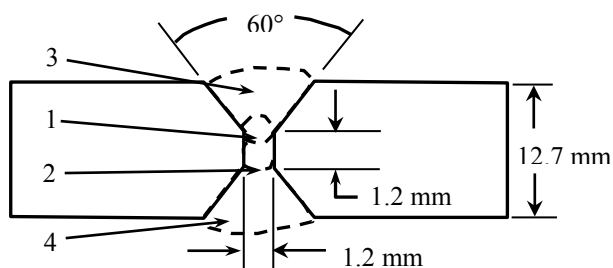


Figura 4.13 Diseño de unión para soldar el acero inoxidable dúplex 2205.

El electrodo usado fue un ER-2209 de 1.6 mm de diámetro, el gas de protección fue Ar-0₂ en una relación de 98-2%, la velocidad de soldadura fue de 6.25 cm/min para el cordón la primera y segunda pasada usando el proceso TIG y de 25 cm/min para el proceso MIG.

Los especímenes para fueron maquinados con las dimensiones de la figura 4.14. Con el objetivo de no modificar el comportamiento a la fatiga, las probetas se lijaron hasta lija 600 para mejorar el acabado superficial ya que la rugosidad producida por el maquinado puede influenciar la iniciación de la grieta por fatiga.

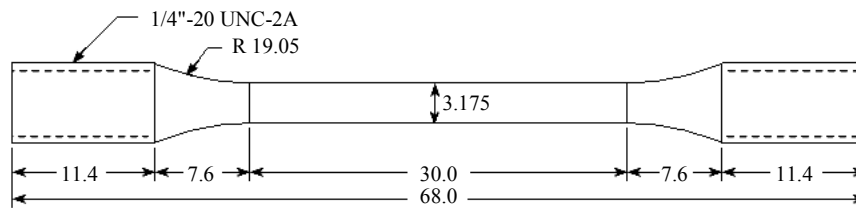


Figura 4.14 Geometría de los especímenes para ensayos de tensión y fatiga, cotas en mm.

Antes de inducir la fatiga se realizaron los ensayos *esfuerzo-deformación* de tensión en dos probetas de la unión soldada y del material base con el objetivo de determinar las propiedades mecánicas que presentan. El esfuerzo de fluencia es un parámetro importante en el ensayo de fatiga, ya que la carga de fatiga será definida a partir de este valor. Para los ensayos de tensión y fatiga se utilizó una máquina de ensayos universal MTS modelo 810 del laboratorio de fatiga del Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial (CIDESI) en Querétaro. En el ensayo de tensión cuasi-estático se utilizó un extensómetro de 25.4 mm, modelo MTS-634.11F-25 para medir con precisión la deformación en los especímenes.

La carga cíclica fue aplicada en los especímenes maquinados y pulidos, con una relación de esfuerzos de 0.2 como se muestra en la figura 4.15. Una vez obtenida la vida a la fatiga del material, se indujo daño previo por fatiga a diferentes probetas soldadas utilizando el modelo de daño lineal utilizando la regla de *Palmgren-Miner* en 25, 50 y 75% de daño para cada serie de muestras soldadas y en el metal base.

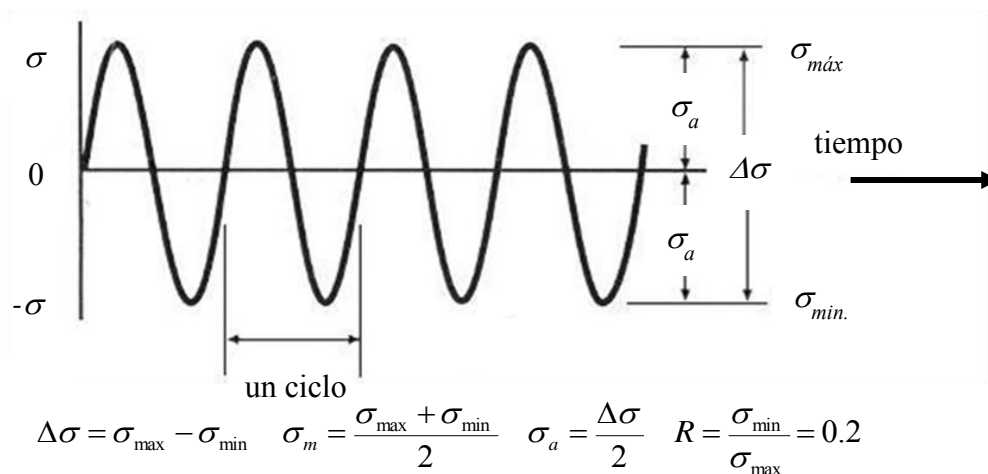


Figura 4.15 Diagrama de ensayos de fatiga

CAPÍTULO V

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 Caracterización microestructural.

5.1.1 Microscopía óptica.

En el caso de las muestras envejecidas a 700°C, las figuras 5.1 a) hasta la 5.1 d) muestran que en tiempos cortos de permanencia no se observan cambios apreciables en la morfología y contenido de austenita y ferrita. Esto se atribuye a la temperatura del tratamiento, ya que a mayor temperatura el proceso de transformación es más rápido. Solo un cambio aparente es que la ferrita comienza a formar una nueva frontera de grano y una precipitación de partículas finas de fase sigma en las fronteras de grano. En las figuras 5.1 e) - 5.1 f) se presentan cambios en la frontera de grano, debido a la transformación eutectoide que forma a la fase sigma y durante su precipitación el cromo es absorbido y el níquel rechazado a regiones adyacentes a la ferrita. Al mismo tiempo, es posible la formación de austenita secundaria. El crecimiento de esta nueva austenita es inducido por la pérdida de cromo durante la formación de la fase sigma [11]. La disminución de la ferrita está en función del tiempo de permanencia. En los especímenes de 700°C, algunos granos de austenita tienen cambios en la morfología y tamaño, pero otros permanecen sin cambios, esto nos indica que la transformación causada por el tratamiento térmico es gradual. Según las investigaciones de Palmer en cuanto a observaciones in-situ de fase sigma en aceros inoxidables dúplex 2205 a temperaturas de 985°C se disuelve la fase sigma y se da paso a la regeneración de la ferrita [15].

En las probetas envejecidas térmicamente a 900°C, el proceso de recuperación, recristalización y crecimiento de grano es más rápido que en los especímenes tratados a 700°C. Como se muestra en la figura 5.2a), el material presenta cantidades aproximadamente iguales de austenita (fase clara) y ferrita (fase gris) caracterizadas por granos grandes y elongados producidos por el proceso de conformación. Con los tratamientos térmicos, el balance de las fases cambia considerablemente como se muestra en la figura 5.2 b) hasta la figura 5.2 f), la ferrita rápidamente se transforma en austenita secundaria y fase sigma. También se observa que algunos de los granos elongados iniciales de la austenita recristalizan en nuevos granos redondeados aunque algunos permanecen con la forma inicial.

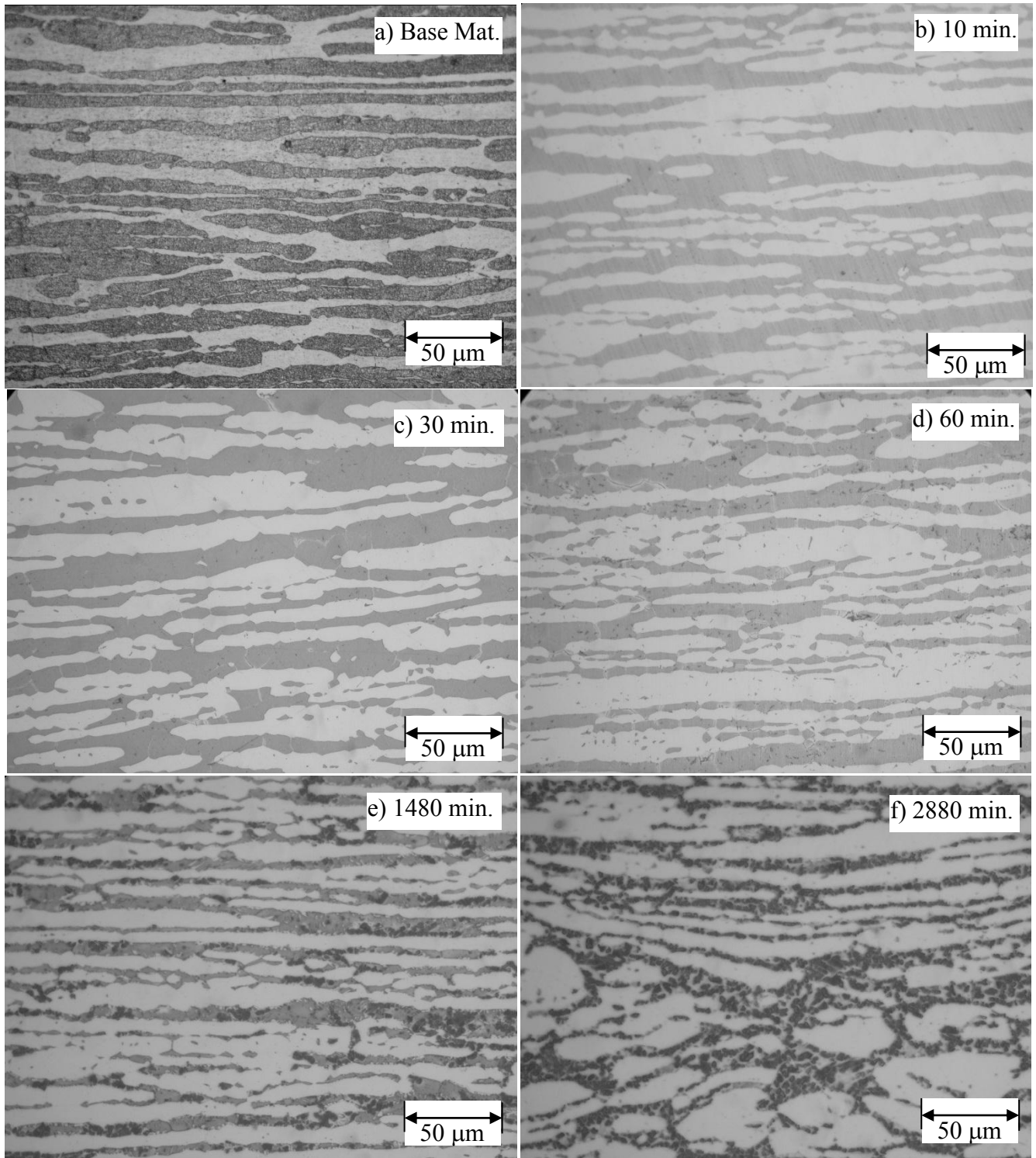


Figura 5.1 (a) Microestructura de material base de acero inoxidable dúplex 2205 y (b-f) microestructura del acero envejecido a 700 °C a diferentes tiempos de permanencia.

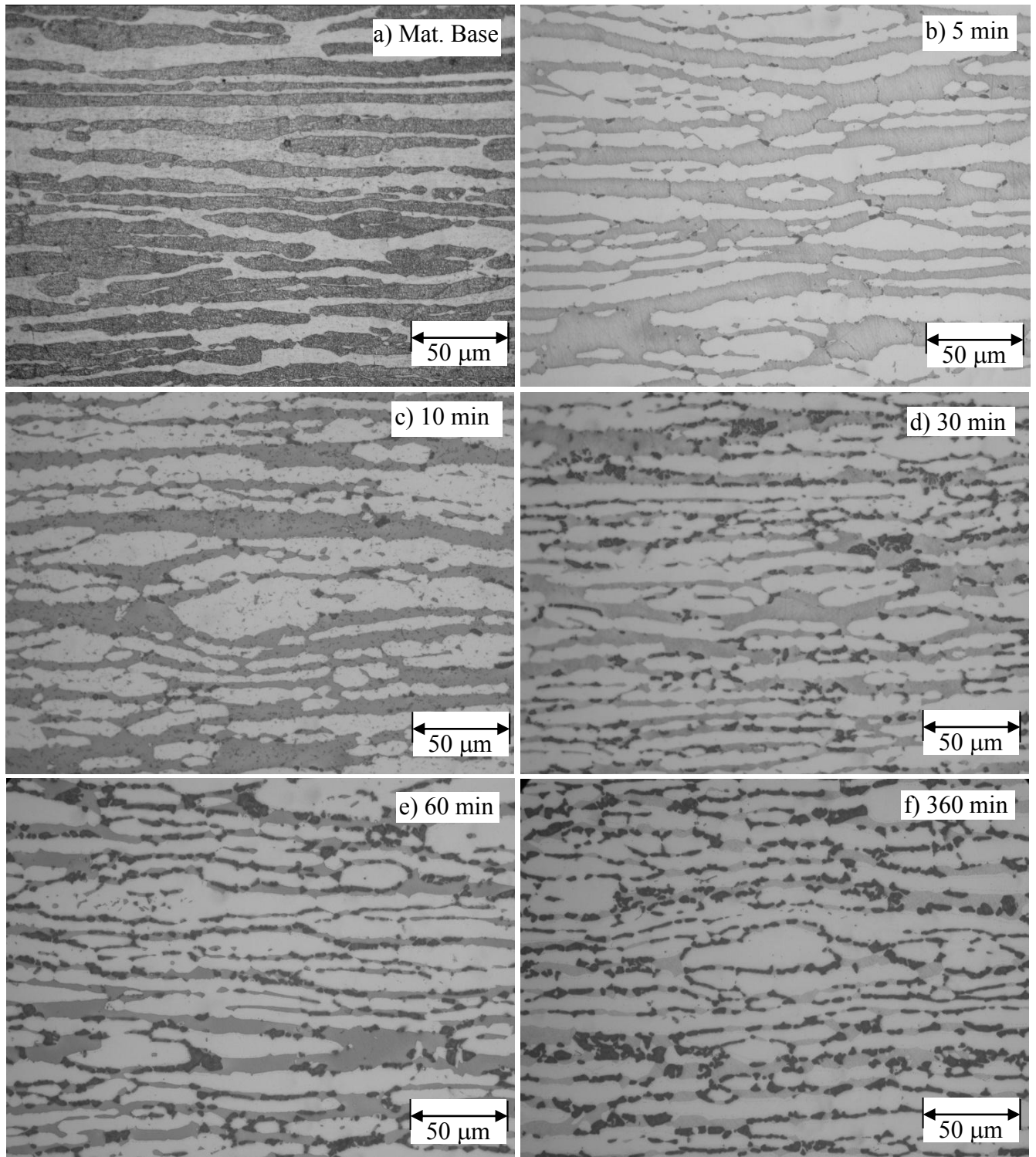


Figura 5.2 (a) Microestructura de material base de acero inoxidable dúplex 2205 y (b-f) microestructura del acero envejecido a 900 °C a diferentes tiempos de permanencia.

5.1.2 Microscopía electrónica de barrido.

Las siguientes micrografías fueron obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido. En la figura 5.3 se muestra la microestructura del acero inoxidable dúplex 2205 de los especímenes tratados térmicamente a 650°C 30 minutos, 700°C 1 minuto y 900°C 1 minuto.

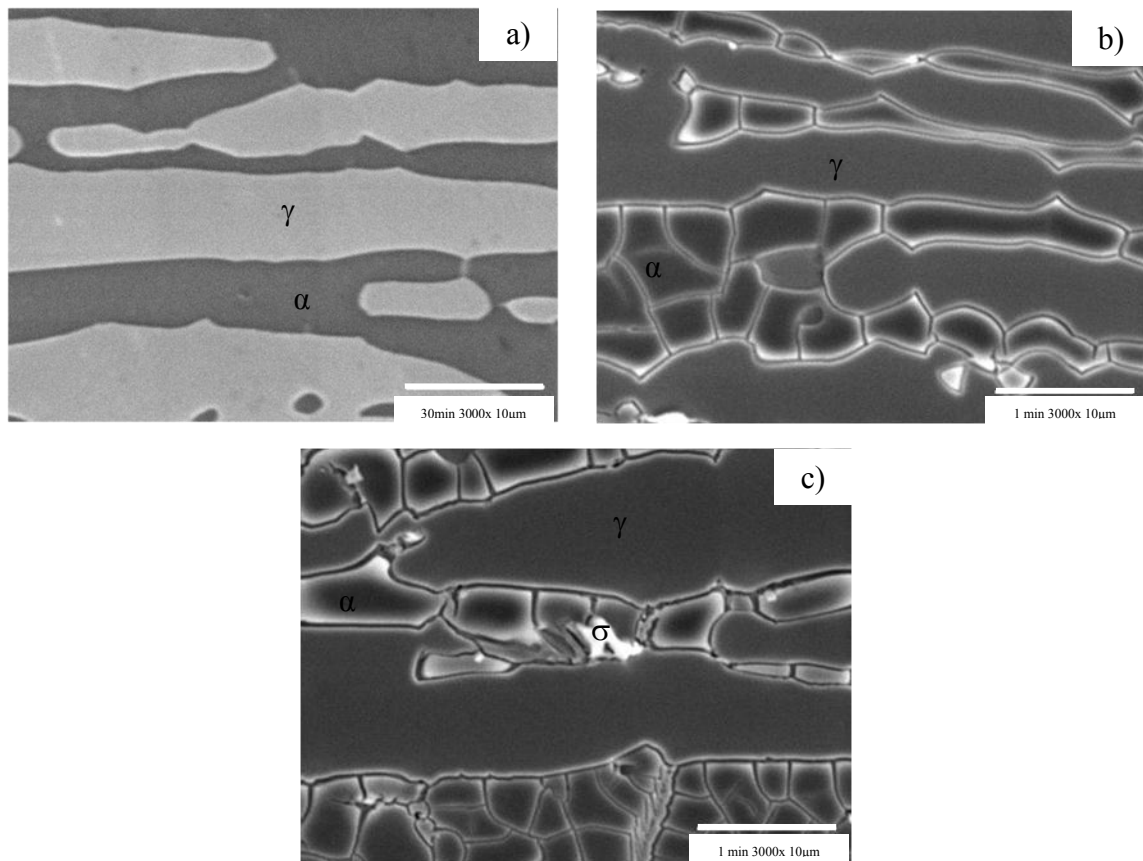


Figura 5.3 Microestructura de acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a) 30 minutos a 650°C, b) 1 minuto a 700°C y c) 1 minuto a 900°C.

La figura 5.3 a) corresponde al espécimen envejecido a 30 minutos a 650°C, en el cual no se aprecian cambios microestructurales en tiempos menores, por lo que la microestructura característica de los aceros inoxidables dúplex se encuentra representada en esta figura con granos de austenita (fase clara) y granos de ferrita (fase oscura) ambos granos son largos y elongados producto del proceso de conformado. En cambio para la muestra envejecida a

700°C por un minuto, figura 5.3 b), los granos ferríticos comienzan a fraccionarse formando una morfología celular y de menor tamaño, así mismo a la temperatura de 900°C se presenta más fraccionada la fase ferrítica y por lo tanto menor tamaño (figura 5.3 c).

Con los tratamientos térmicos a 700°C, el balance de las fases cambia considerablemente como se muestra en la secuencia de micrografías a-f) de la figura 5.4, la ferrita rápidamente se transforma en austenita secundaria y fase sigma (fase blanca). En la figura 5.4a-c) con tiempos de 10 a 60 minutos de permanencia, se inicia la formación de nuevas fronteras de grano en la zona ferrítica, como si se estuvieran fracturando y una precipitación de fase sigma como partículas finas en las fronteras de grano. Esto se atribuye a la temperatura del tratamiento, ya que a mayor temperatura el proceso de transformación es más rápido. La figura 5.4 d-f) corresponde a tiempos largos de envejecimiento desde 48 a 240 horas en las cuales es evidente la descomposición o transformación eutectoide de la ferrita en austenita secundaria y fase sigma $\alpha \rightarrow \gamma_2 + \sigma$, y durante su precipitación el cromo es absorbido y el níquel rechazado a regiones adyacentes a la ferrita. La austenita secundaria formada es diferente solo en composición química [7]. El crecimiento de esta nueva austenita es inducido por la pérdida de cromo durante la formación de la fase sigma [11]. De hecho, en la figura 5.4f) ya no se observa de manera evidente ferrita y la fase sigma aumentó considerablemente su contenido hasta en un 22%. También, se observa que algunos de los granos elongados iniciales de la austenita recrystalizan en nuevos granos redondeados aunque algunos permanecen con la forma inicial. Es probable la precipitación de fase χ , sin embargo ésta es consumida por la fase σ cuando se completa la transformación en σ y γ_2 [60].

La microestructura de los especímenes envejecidos a 800°C se muestra en la figura 5.5a) y 5.5b) únicamente presentan la formación de nuevas fronteras de grano, pero en la 5.5c) se observa la precipitación de una nueva fase (sigma) en los límites de la frontera de grano, en 5.5d) este fenómeno es más evidente. En la figura 5.5 e-f), se inicia el crecimiento de grano de la fase sigma así como de la austenita, y por lo tanto la pérdida de ferrita. En los especímenes envejecidos a 900°C, figura 5.6, algunos granos de austenita tienen cambios en la morfología pero otros permanecen sin cambios, esto nos indica que la transformación causada por el tratamiento térmico es gradual. Según las investigaciones de Palmer [61] en

cuanto a observaciones in-situ de fase sigma en acero inoxidable dúplex 2205 a la temperatura de 985°C se disuelve la fase sigma y se da paso a la ferrita nuevamente y como la temperatura es muy cercana a ésta, no existe seguridad que la precipitación se presente.

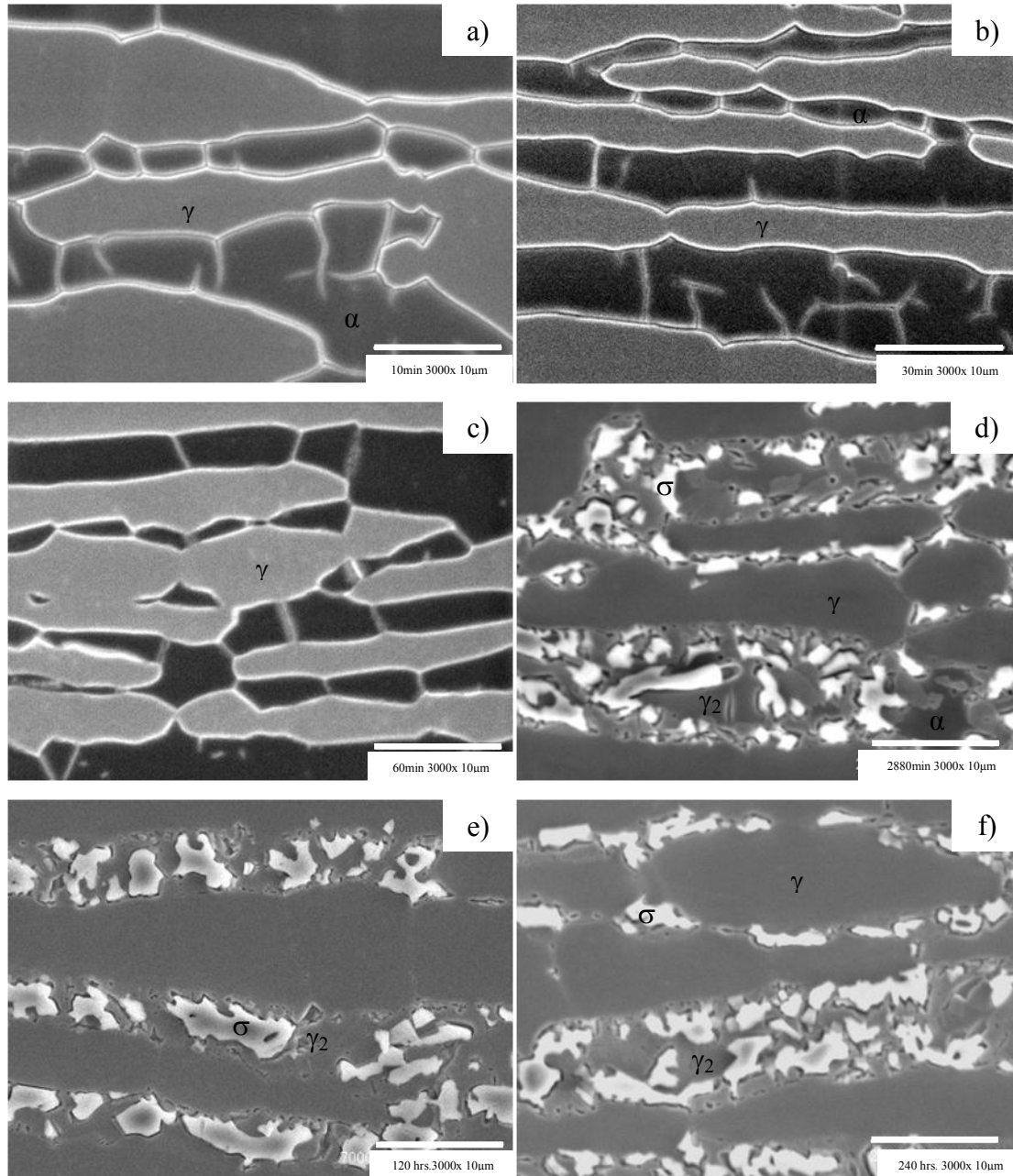


Figura 5.4 Microestructura de acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 700°C, a) 10 minutos b) 30 minutos, c) 60 minutos, d) 48 horas, e) 120 horas y f) 240 horas.

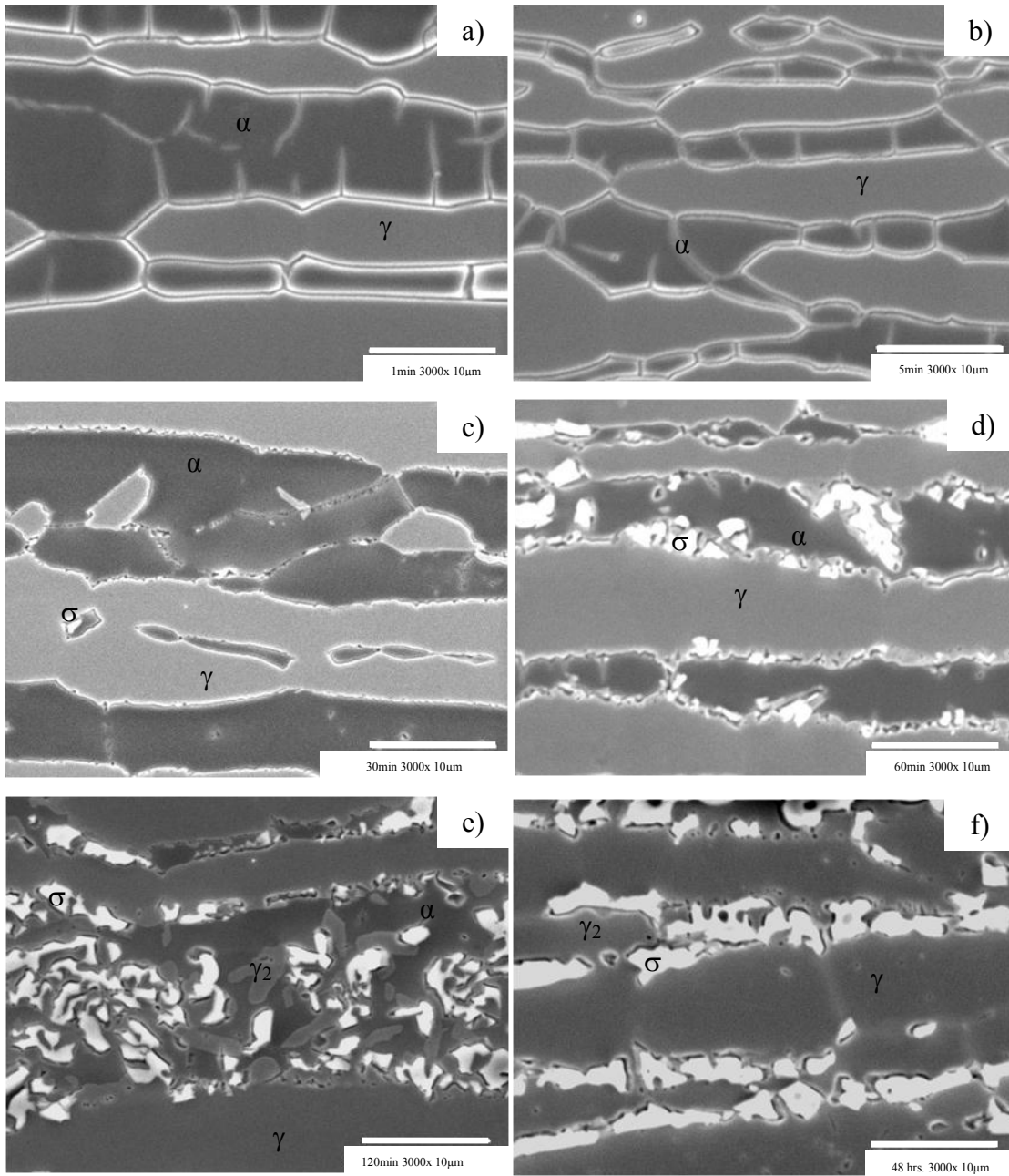


Figura 5.5 Microestructura de acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 800°C, a) 1 minuto b) 5 minutos, c) 30 minutos, d) 60 minutos, e) 120 minutos y f) 48 horas.

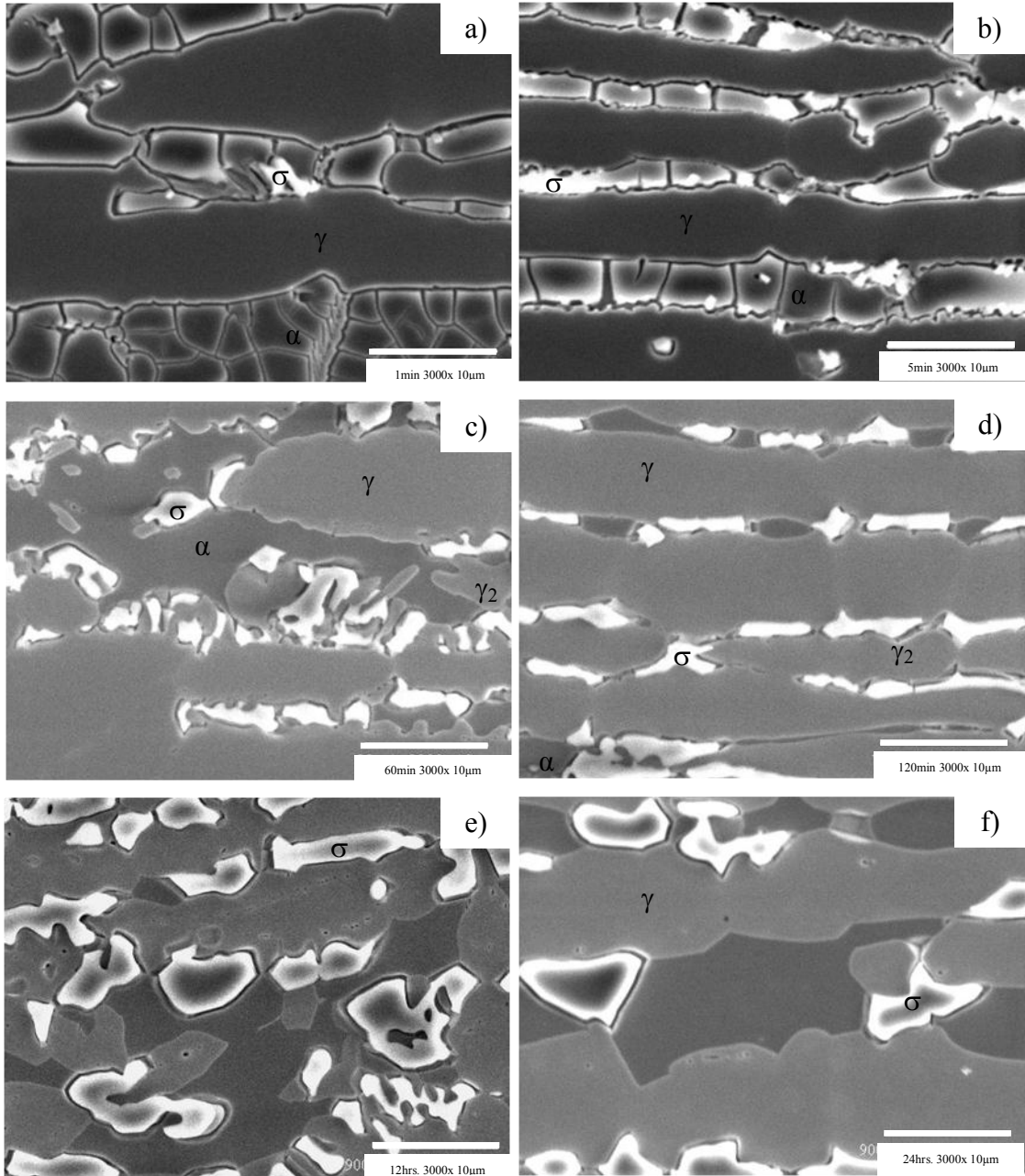


Figura 5.6 Microestructura de acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 900°C, a) 1 minuto b) 5 minutos, c) 60 minutos, d) 120 minutos, e) 12 horas y f) 24 horas.

5.1.3 Difracción de rayos X.

La figura 5.7 muestra el patrón de difracción encontrado en las muestras envejecidas a 700°C por diferentes tiempos de permanencia desde 5 minutos hasta 48 horas. Se observa en el espécimen tratado a 5 minutos que tiene las dos fases presentes, austenita con una estructura cúbica centrada en las caras (fcc) y ferrita la cual tiene una estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc), en los planos (111) y (110), respectivamente [62].

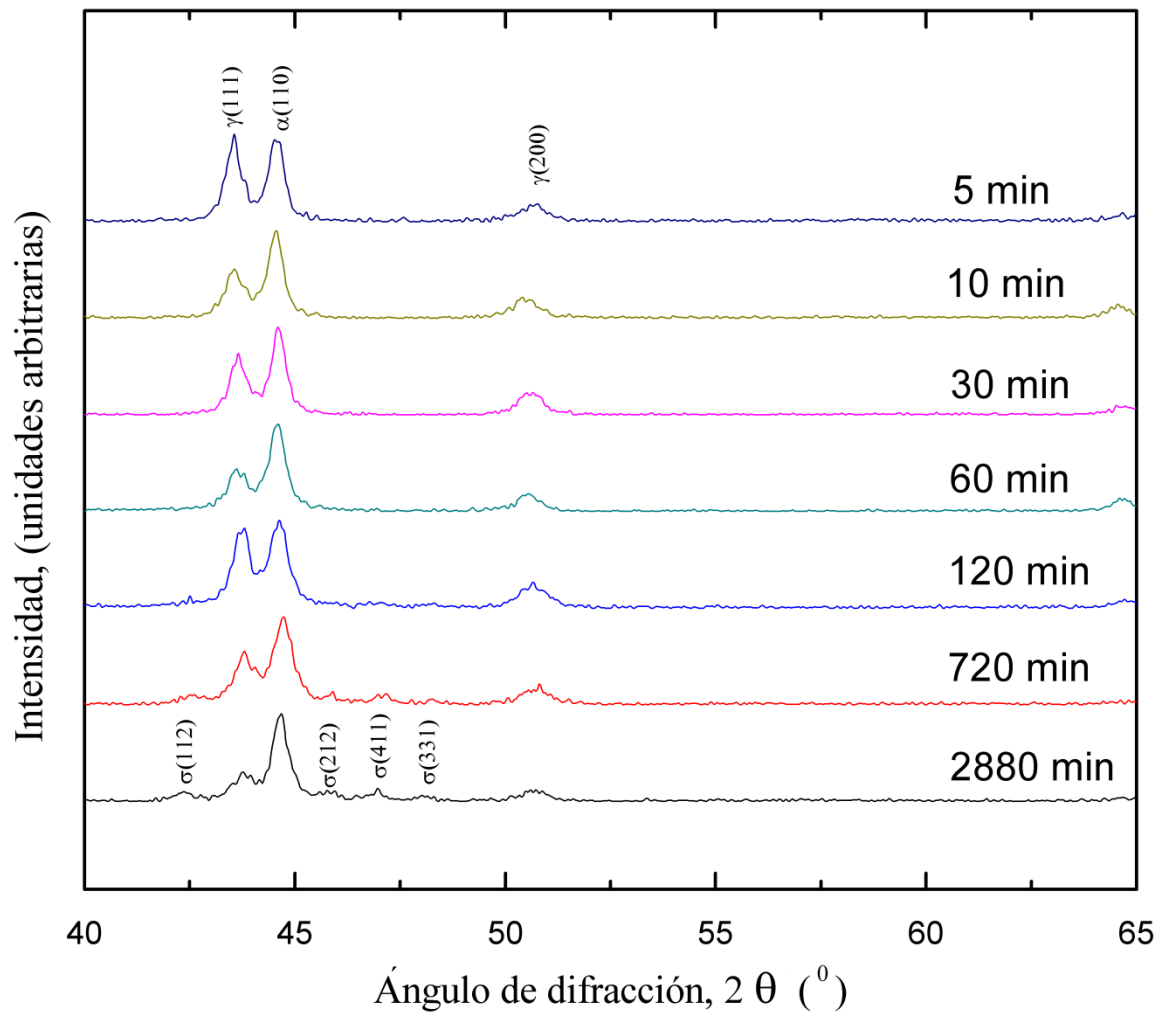


Figura 5.7 Patrones de difracción de rayos X de especímenes envejecidos a 700°C con diferentes tiempos de permanencia.

La figura 5.8 muestra los patrones de difracción de los especímenes de 5 minutos y 48 horas en los cuales de manera más evidente se observan los picos de la fase sigma indicando su precipitación [63]. En tiempos cortos como 10, 30, 60 y 120 minutos no se

observa presencia de fase sigma esto se explica por su bajo contenido. Además, no se detecta la presencia de carburos, probablemente por el bajo contenido de carbono en el acero o también porque se encuentran en porcentajes muy bajos.

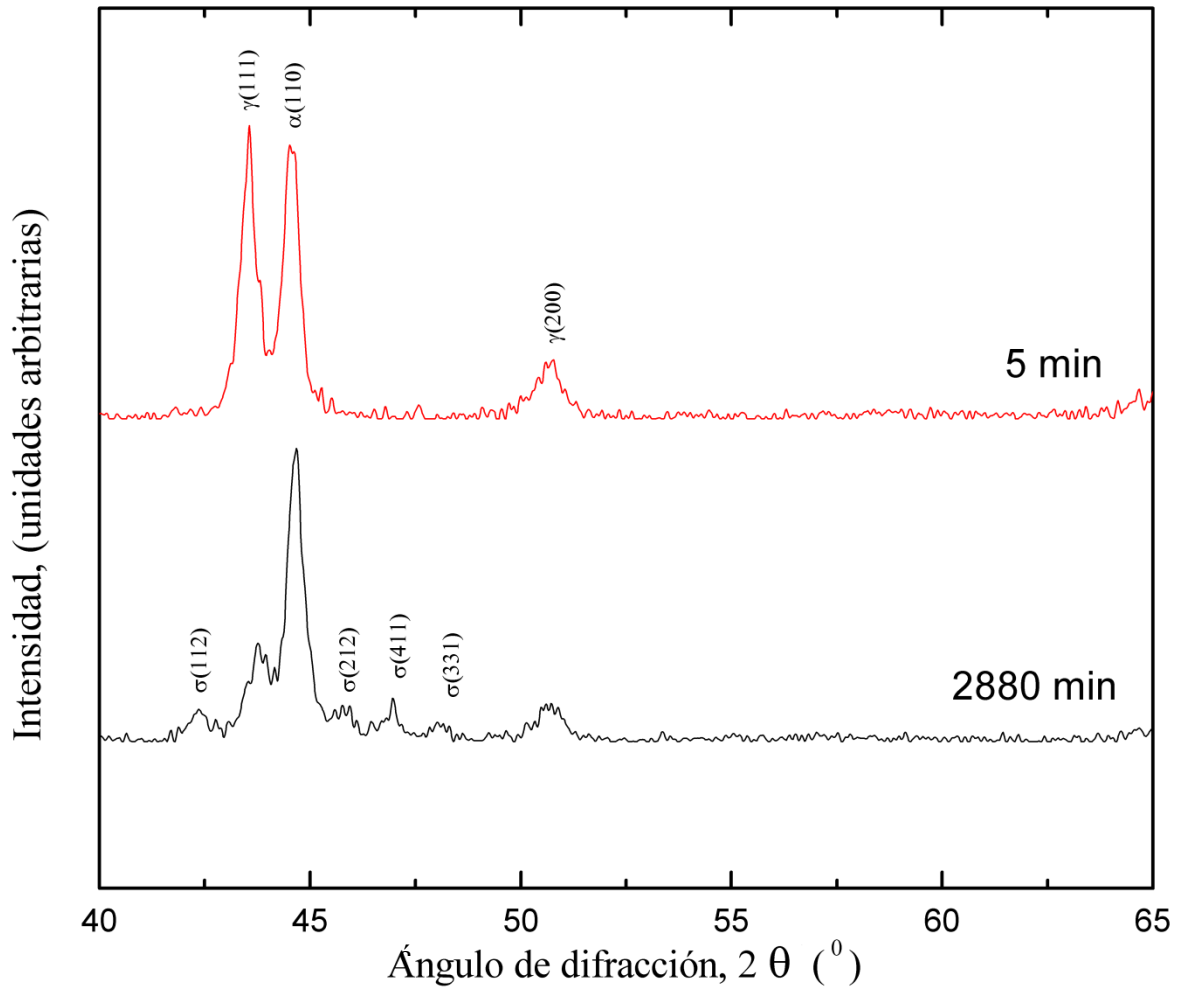


Figura 5.8 Patrones de difracción de muestras envejecidas a 700°C por 5 y 2880 minutos.

5.1.4 Microscopía electrónica de transmisión.

La caracterización del acero inoxidable dúplex 2205 por medio de microscopía electrónica de transmisión es de vital importancia. Para tal efecto se tomó la muestra envejecida a 700°C con un tiempo de permanencia de 48 horas con el objetivo de encontrar la fase sigma. Efectivamente, en la figura 5.9 se observa fase sigma, su nucleación y crecimiento se encuentra en las fronteras de grano α / γ . Un acercamiento en una zona oscura

encontrada en un extremo de la perforación de la muestra, permitió capturar una imagen de alta resolución que es mostrada en la figura 5.10a), la cual posteriormente fue tratada en el software DigitalMicrograph, para determinar su patrón de difracción y medir el parámetro de red, así como cotejar que efectivamente corresponde a la fase sigma. El patrón de difracción logrado de la imagen de alta resolución figura 5.10a), exhibe que la zona analizada fue observada desde el eje de zona $[1 \bar{2} 1]$, en la cual se indexaron los planos (204), (214) y (202), figura 5.10b). Al filtrar un área seleccionada de la imagen de alta resolución y aplicar la transformada rápida de Fourier, se notan los planos de átomos, figura 5.10c), en los cuales se midió una distancia entre planos de 0.267 nm. De acuerdo al patrón tiene una estructura tetragonal con un parámetro de red $a = 0.649$ nm y $c = 0.948$ nm.

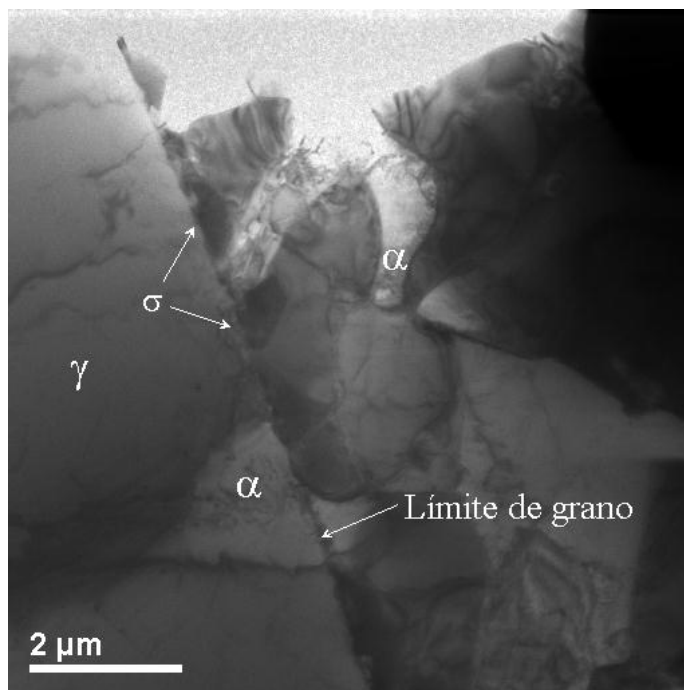


Figura 5.9 Imagen obtenida por MET de las fases presentes en el espécimen envejecido a 700°C por 48 horas.

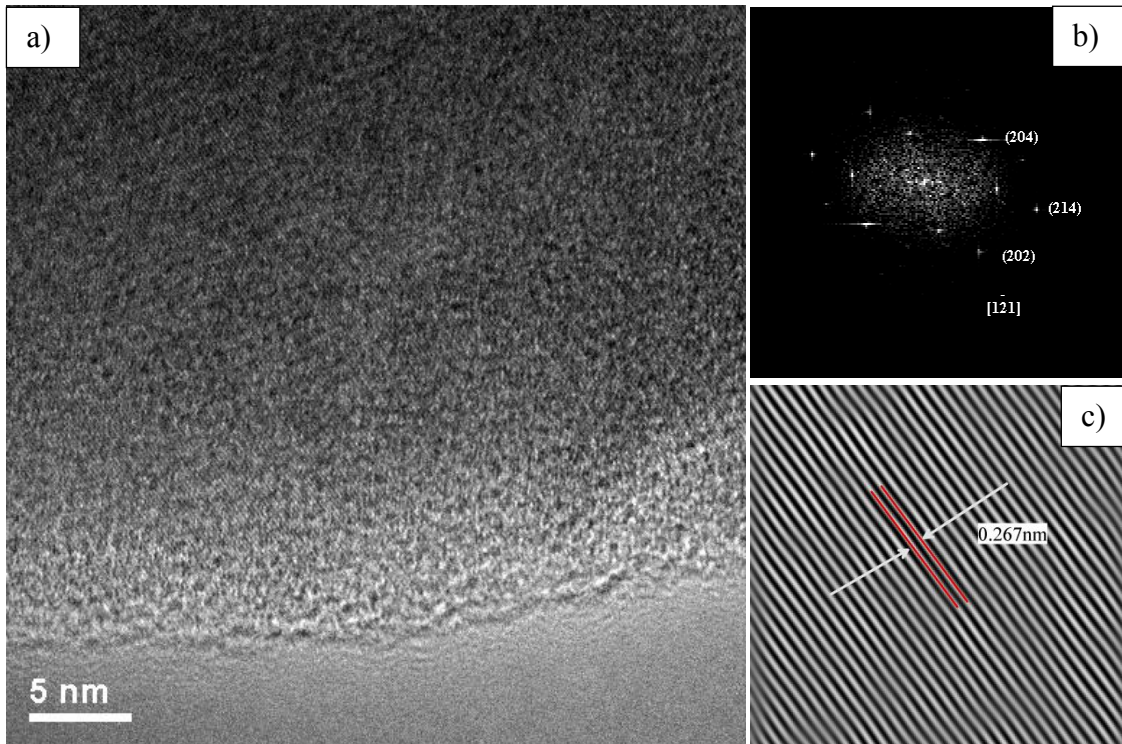


Figura 5.10 Zona de alta resolución de la fase σ a) Alta resolución, b) patrón de difracción y c) parámetro de red medido.

5.1.5 Mediciones de ferrita.

La figura 5.11 muestra la ferrita equivalente medida con respecto al tiempo de envejecimiento en tres series de temperaturas. Las mediciones en el ferriscopio dieron como balance inicial en la microestructura del metal base 41% ferrita y 59% austenita. La figura 5.11 muestra el contenido de ferrita equivalente en función del tiempo de envejecimiento para las 4 temperaturas de tratamiento térmico. El contenido de ferrita disminuye rápidamente conforme se incrementa el tiempo de envejecimiento en los especímenes tratados a 900°C. El contenido de ferrita equivalente inicial de los especímenes envejecidos a 900°C es 25% menos que las otras temperaturas. Esto muestra que la temperatura es un factor importante en la cinética de transformación. A esta temperatura la ferrita se transforma y disminuye rápidamente sobre todo después de 30 minutos. En la temperatura de 800°C, el contenido de ferrita permanece constante en

tiempos cortos de envejecimiento, comienza a disminuir después de 10 minutos y finalmente tiene un contenido de 6.5% aproximadamente en 6 horas de permanencia.

Los especímenes envejecidos a 700°C no muestran cambios en el contenido de ferrita en tiempos cortos de envejecimiento (entre 31 y 33%) y comienza a disminuir hasta 360 minutos. Después de este tiempo, el contenido de ferrita se reduce drásticamente a 8.47% en el espécimen envejecido a 48 horas. Como se observa en el caso de 650°C no se presentan cambios en el contenido de ferrita hasta un tiempo de permanencia de 6 horas, a partir de este tiempo los cambios son lentos y graduales terminando con un porcentaje de 13%.

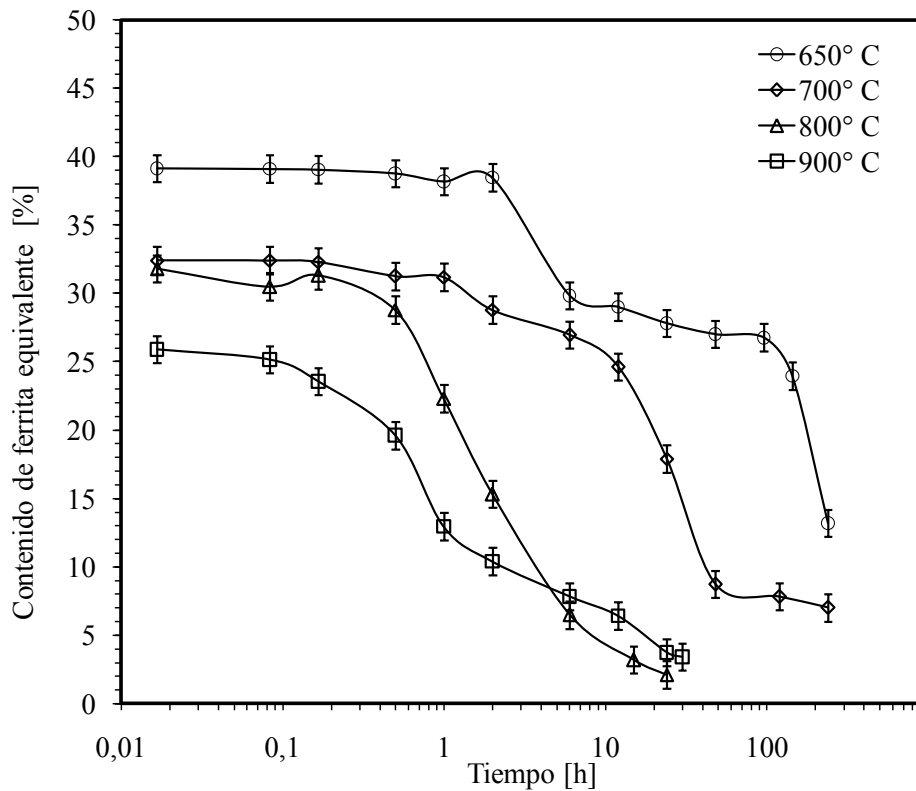


Figura 5.11 Contenido de ferrita en función del tiempo de envejecimiento.

5.1.6 Determinación de la tenacidad al impacto.

La figura 5.12 exhibe que las propiedades de impacto se deterioran rápidamente. Por ejemplo a 900°C y 5 minutos de permanencia, el material ha perdido aproximadamente el 77% de la energía absorbida comparado con el espécimen de 5 minutos a 700°C y después de 5 minutos la energía disminuye drásticamente.

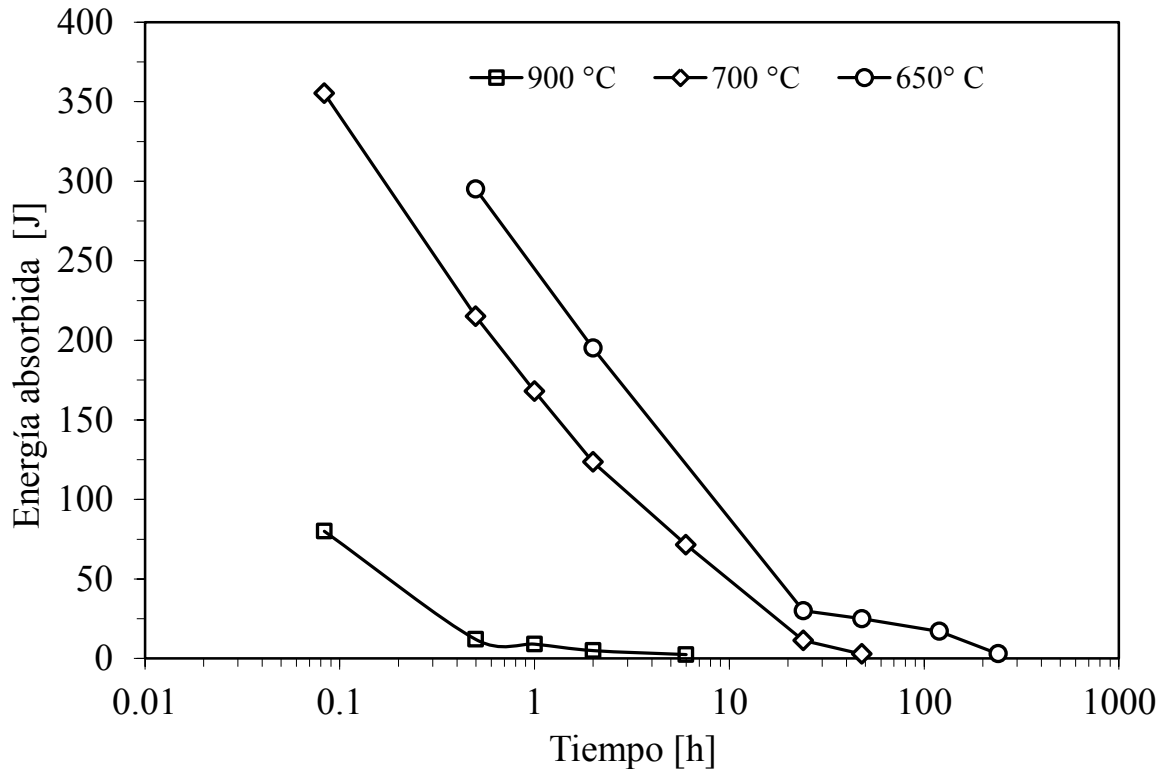


Figura 5.12 Efecto del tiempo de envejecido en la capacidad de absorción de energía al impacto del acero dúplex 2205.

El comportamiento de los especímenes envejecidos a 650°C es muy parecido a las muestras de 700°C. Otro aspecto importante es que a 700°C, la energía de impacto disminuye rápidamente aun en tiempos cortos, esto, ha sido intensamente estudiado por varios autores, entre ellos Calliari [20] y colaboradores señalan:

Generalmente el deterioro en la tenacidad de los aceros inoxidable dúplex se deben a la fase sigma, pero esta afirmación no es muy precisa. Es cierto que, si la fase sigma está presente, la tenacidad disminuye, pero los resultados indican que la tenacidad del acero 2205 disminuye antes de que se forme un contenido importante. La caída mayor en la

tenacidad ocurre en tiempos cortos de precipitación, cuando solo la fase χ es detectada como partículas pequeñas y aisladas. Ciertamente, la fase sigma es una fase dañina para la tenacidad, pero al parecer no es la fase que determina la fragilidad de los aceros inoxidable dúplex, especialmente a muy bajos contenidos de fases cuando la fase sigma aun está virtualmente ausente. Esta afirmación concuerda con el resultado del ensayo Charpy presentado en la figura 5.12 y con las micrografías de los especímenes tratados a 700°C de la figura 5.4 en las que aparentemente no hay mucho cambio. La figura 5.13 muestra la superficie de fractura de los especímenes envejecidos a 700°C. Se observan un grupo de copillas o huecos en el espécimen envejecido a 30 minutos. Cada una de estas copillas o huecos corresponde a un poro que aparece en la capa de microhuecos y estas copillas parecen estar orientadas hacia una misma dirección. Nótese que conforme aumenta el tiempo de envejecimiento las copillas disminuyen en tamaño y número. Por lo que, el espécimen de 48 horas de envejecimiento muestra un tipo de fractura de clivaje, mostrando facetas planas.

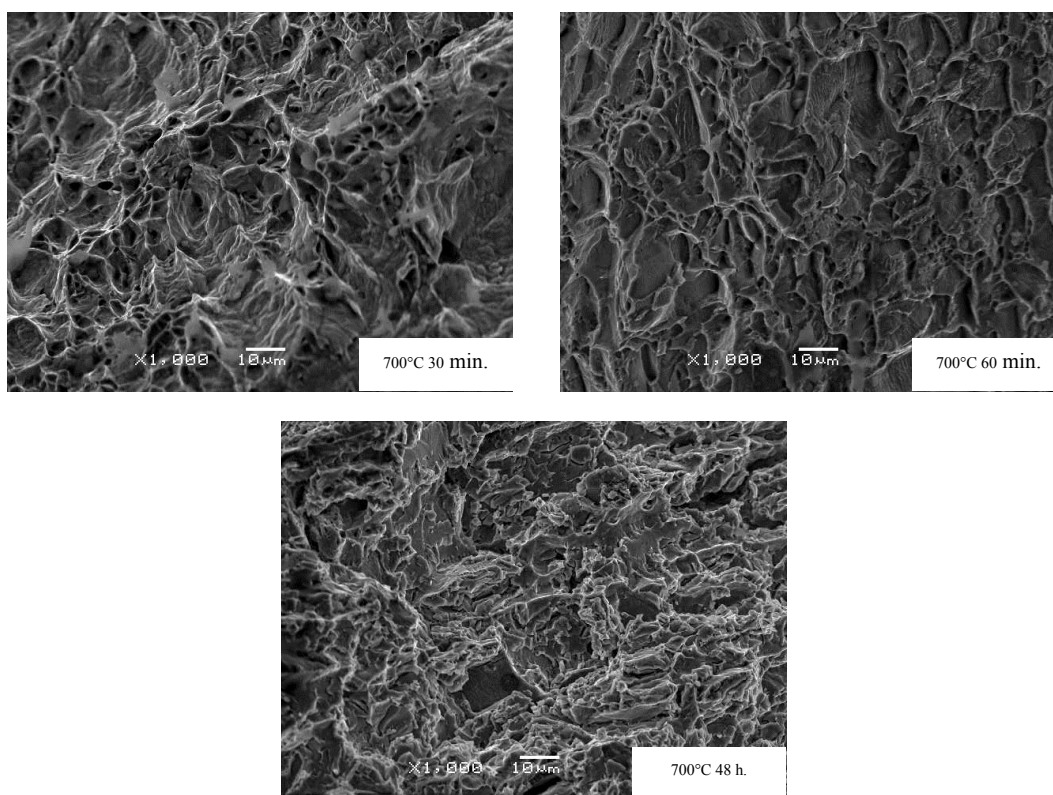


Figura 5.13 Fractografías de especímenes envejecidos durante 30 minutos, 1 hora, y 48 horas a 700°C.

5.1.7 Dureza.

La figura 5.14 muestra mediciones de dureza Rockwell C con respecto al tiempo de envejecimiento para 700°C, 800°C y 900°C. En esta grafica es posible ver el efecto que tienen los tratamientos térmicos sobre la dureza. En la serie de datos de las muestras envejecidas a 900°C se muestra el aumento en los valores de dureza en función del tiempo de envejecimiento, causada por la precipitación de la fase sigma y a la cinética de precipitación tan rápida a esta temperatura. A 6 horas alcanza un valor máximo e inicia una disminución causada por el sobre envejecimiento. En el caso de los especímenes a 800°C, el comportamiento es muy similar pero, a 10 y 30 minutos no se presentan cambios considerables y después de estos tiempos incrementa la dureza. A 700°C se presenta un incremento inicial en la dureza pero una caída considerable es encontrada entre 1 y 6 horas, después de 12 horas hay otra vez un incremento hasta llegar a un valor de 34.8 HRC y el valor mínimo es encontrado en el espécimen de 2 horas obteniendo una dureza de 21.2 HRC. En esta figura, nos concentraremos en los especímenes envejecidos a 700°C que son los que se evaluaron en ultrasonido no lineal. Esta serie de datos puede ser dividida en dos etapas, la presencia de estas dos etapas ha sido reportada en los sistemas de descomposición espinodal, un rápido incremento es presentado al inicio llamada etapa I, seguido por una etapa de transición o disminución en dureza y finalmente se tiene otro incremento en la dureza, etapa II. De acuerdo con Albuquerque [64] y Choo [65], estos cambios se deben al inicio de la descomposición espinodal y al crecimiento de las fases secundarias. Resultados similares son reportados por Nilsson y Pardal [66] en aceros inoxidable súper dúplex; en etapas iniciales o intermedias de la precipitación de fase sigma u otras fases secundarias la dureza no incrementa e incluso disminuye un poco. Por otro lado, Ghosh [67] presenta un estudio de envejecimiento a altas temperaturas en aceros inoxidable dúplex, encontrando que la dureza a 900°C se incrementa monótonicamente y afirma que tal incremento es causado por cantidades significativas de fases secundarias tales como: γ_2 , χ y σ .

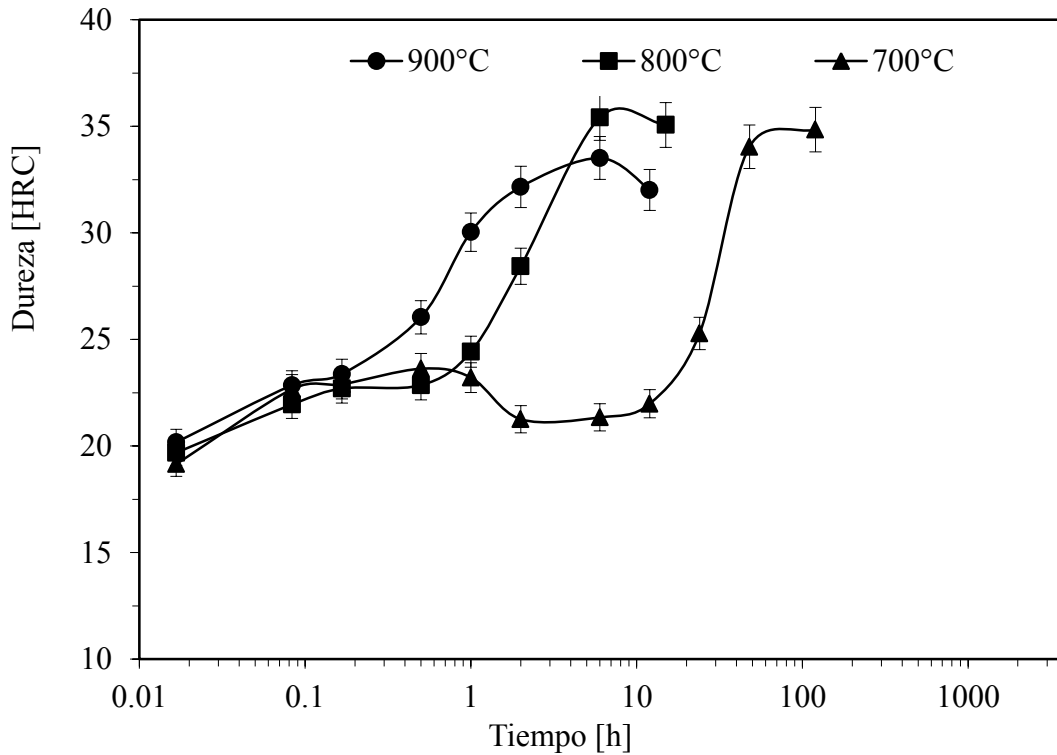


Figura 5.14 Variación en la dureza en función del tiempo de envejecimiento a 700°C, 800°C y 900°C.

5.2 Técnicas de ultrasonido.

5.2.1 Velocidad con ondas de corte.

Los resultados en las mediciones con ondas de corte en el acero inoxidable dúplex 2205 muestran una diferencia de $\approx 4.5\%$ más en el modo rápido que en el modo lento. Esto indica que se tiene textura cristalográfica adquirida durante el proceso de conformado. La figura 5.15 muestra las mediciones de velocidad de corte con tiempo de envejecimiento para ambas temperaturas 700°C y 900°C. La velocidad en el modo rápido de ondas de corte disminuye con el tiempo de envejecimiento en los dos casos, mientras que el modo lento permanece sin cambios durante el proceso de envejecimiento.

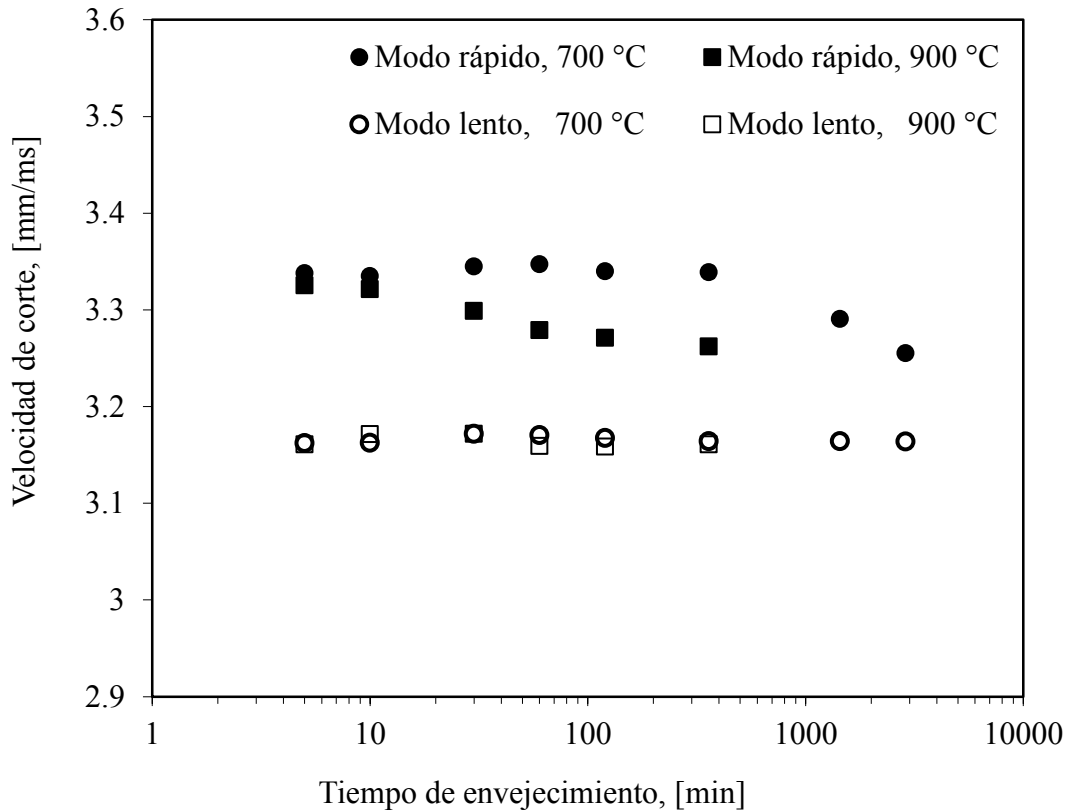


Figura 5.15 Velocidad de ondas de corte en función del tiempo de envejecimiento.

Los cambios en la velocidad de corte del modo rápido en las muestras envejecidas a 900°C es apreciable aun en tiempos cortos de envejecimiento mientras que los cambios en la velocidad en el modo rápido de los especímenes de 700°C no muestran cambios apreciables en tiempos cortos de envejecimiento hasta 360 minutos comienza a disminuir. Los cambios del modo rápido de ondas de corte se relacionan con los cambios microestructurales inducidos por la recristalización y por lo tanto el cambio en la textura cristalográfica.

5.2.2 Mediciones de atenuación ultrasónica.

Las figuras 5.16 y 5.17 muestran las curvas coeficiente de atenuación con frecuencia de ondas longitudinales para los especímenes envejecidos a 900°C y 700°C, respectivamente. En ambos casos el coeficiente disminuye conforme aumenta el tiempo de envejecimiento indicando los cambios microestructurales que están sucediendo. El coeficiente de

atenuación en las muestras envejecidas a 900°C se afecta de una manera más marcada debido a los cambios microestructurales tan rápidos, en cuanto inicia el tratamiento térmico, la fracción volumétrica de la austenita se incrementa rápidamente mientras que la fracción volumétrica de la ferrita disminuye drásticamente, al mismo tiempo, aparecen pequeñas partículas brillantes y crecen rápidamente en pocos minutos del tratamiento. Como se observa en las micrografías de la figura 5.6 la transformación de la ferrita produce granos de austenita nuevos y redondeados así como la presencia de fase sigma en las fronteras de grano ferrita-austenita.

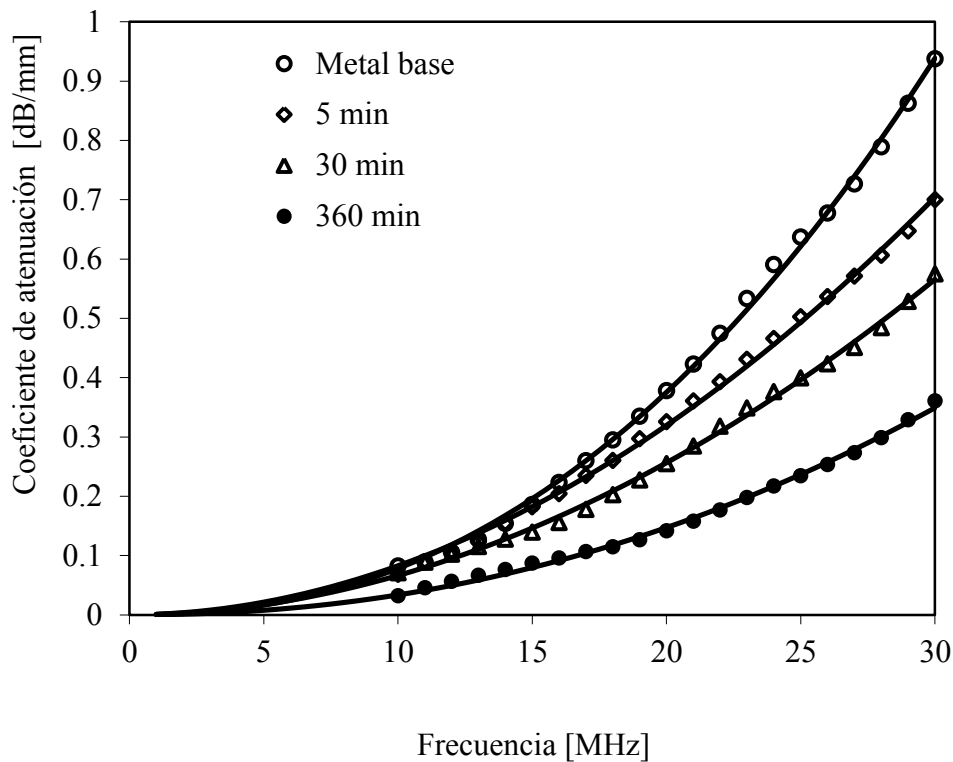


Figura 5.16 Coeficiente de atenuación de los especímenes envejecidos a 900°C en función de la frecuencia para diferentes tiempos de permanencia.

Para las muestras tratadas a 700°C, las mediciones de atenuación detectan cambios hasta 30 minutos de permanencia, es importante mencionar que no existe diferencia en el coeficiente de atenuación en el metal base, la muestra solubilizada, uno, cinco y 10 minutos de permanencia, dado que no tiene cambios y presentan el mismo comportamiento, no se muestran en la figura 5.17. El hecho de que no existan cambios en el coeficiente de

atenuación en los primeros tiempos indica que los cambios microestructurales no son suficientes para ser detectados por la técnica. Sin embargo, las mediciones de atenuación muestran ser más sensibles que las mediciones con ondas de corte, dado que los cambios son graduales conforme a los tiempos de permanencia del tratamiento térmico. Incluso detecta cambios antes que las mediciones de ferrita, ver figura 5.11, para las muestras de 700°C el ferriscopio muestra cambios hasta después de 2 horas y el coeficiente de atenuación los muestra a partir de 30 minutos.

A pesar de lo complejo de las transformaciones experimentadas por el acero inoxidable dúplex 2205, hay dos mecanismos a los que se atribuyen a la disminución del coeficiente de atenuación. El primer mecanismo puede estar relacionado a la formación de fronteras de grano nuevas durante la descomposición de la ferrita. El segundo mecanismo es la formación de fases nuevas con morfología redondeada, la pérdida de ferrita y el crecimiento de la austenita a tiempos largos de envejecimiento.

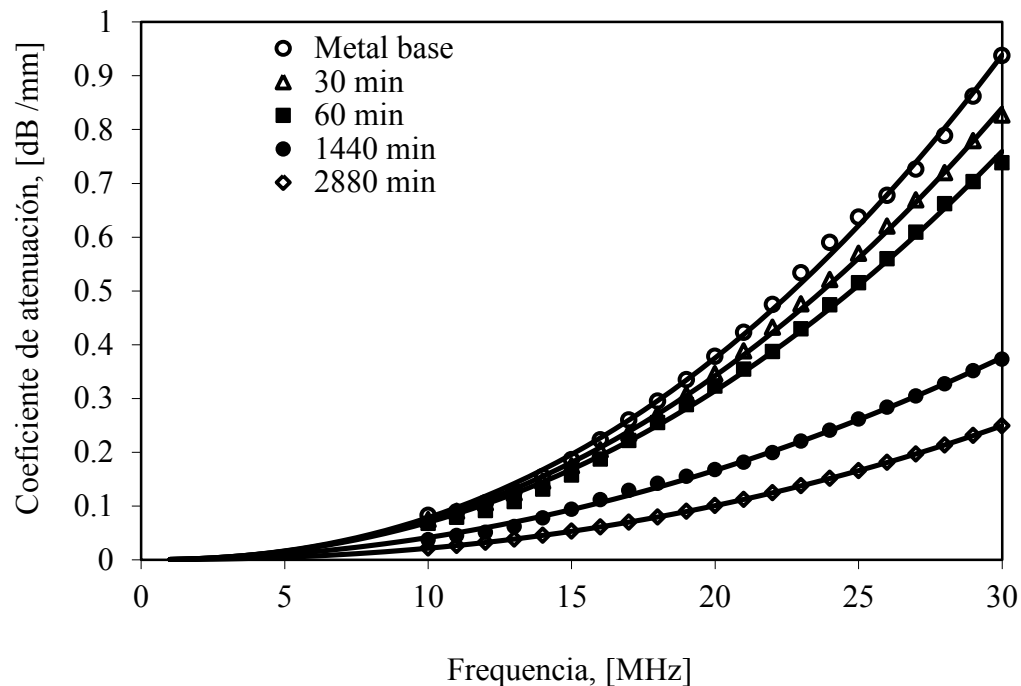


Figura 5.17 Coeficiente de atenuación de los especímenes envejecidos a 700°C en función de la frecuencia para diferentes tiempos de permanencia.

Comparando las mediciones de ondas de corte y de contenido de ferrita, el coeficiente de atenuación es más sensible para detectar cambios en la transformación de ferrita. Los resultados muestran que, a pesar de otros factores que complican su medición, por ejemplo: la rugosidad superficial o la geometría de estructuras o componentes reales, es posible medir la atenuación para caracterizar cambios microestructurales producidos por el envejecimiento térmico y la técnica se convierte en una herramienta útil y confiable para monitorear las transformaciones que sufre la ferrita y que afectan las propiedades mecánicas de los aceros inoxidables dúplex 2205. Las características microestructurales que dominan la atenuación ultrasónica también determinan las propiedades mecánicas de los materiales. Por ejemplo, en los metales policristalinos el tamaño de grano ejerce una gran influencia en ambas, la atenuación ultrasónica y propiedades mecánicas como resistencia, ductilidad y tenacidad [40].

5.2.3 Mediciones de ultrasonido no lineal.

Las mediciones del parámetro no lineal acústico, A_2/A_1^2 (también llamado amplitud del segundo armónico normalizado), con respecto a la distancia de propagación en especímenes envejecidos térmicamente a 700°C con diferentes tiempos de envejecimiento y un espécimen sin daño o metal base (MB), a una frecuencia de 2.25 MHz, ver figura 5.18. Los resultados son producto de 5 mediciones independientes y muestran un incremento en la amplitud del segundo armónico normalizado conforme se incrementa la distancia de propagación.

Nótese que el espécimen sin daño o metal base tiene una amplitud del segundo armónico normalizado 20% menor que los especímenes dañados por envejecimiento térmico (a 12 o 13cm de distancia de propagación); en base a estos números se puede decir que es factible diferenciar por medio de estas mediciones cuando un material se encuentra dañado térmicamente o no, incluso a tiempos muy cortos en comparación con las técnicas anteriores utilizadas.

La pendiente de A_2/A_1^2 con respecto a la distancia de propagación es proporcional al parámetro no lineal acústico absoluto, β , para una frecuencia fija [43]. La figura 5.19 muestra la pendiente normalizada a 2.25 y 4.6 MHz en función del tiempo de envejecimiento a una temperatura de 700°C. En los datos a una frecuencia de 2.25 MHz la

pendiente inicia con un incremento considerable a partir del metal base o sin daño al espécimen de 10 minutos; se observa que los especímenes de 10 y 30 minutos permanecen en valores aproximadamente iguales, en el espécimen de 1 hora la pendiente disminuye hasta llegar a un mínimo en el espécimen de 2 horas, un incremento se presenta nuevamente en el espécimen de 24 horas y finalmente el espécimen de 120 horas tiene un descenso a valores cercanos al espécimen sin daño.

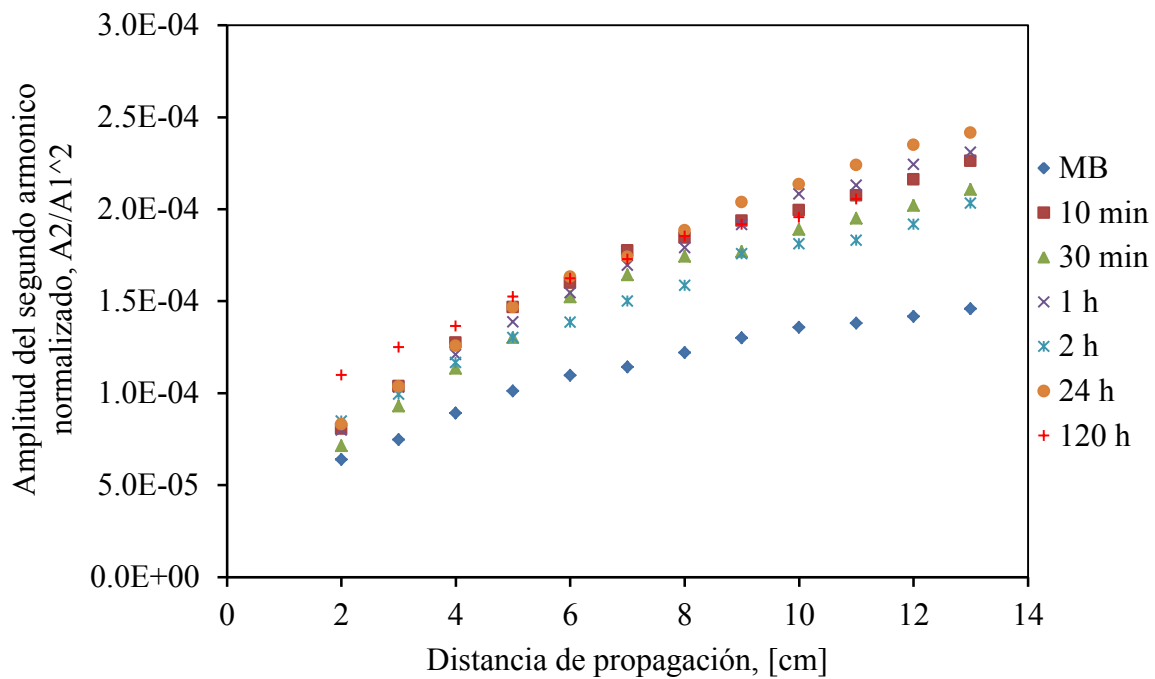


Figura 5.18 Amplitud del segundo armónico normalizado en función de la distancia de propagación en especímenes envejecidos a 700°C con varios tiempos de permanencia y espécimen metal base o sin daño, A_2/A_1^2 .

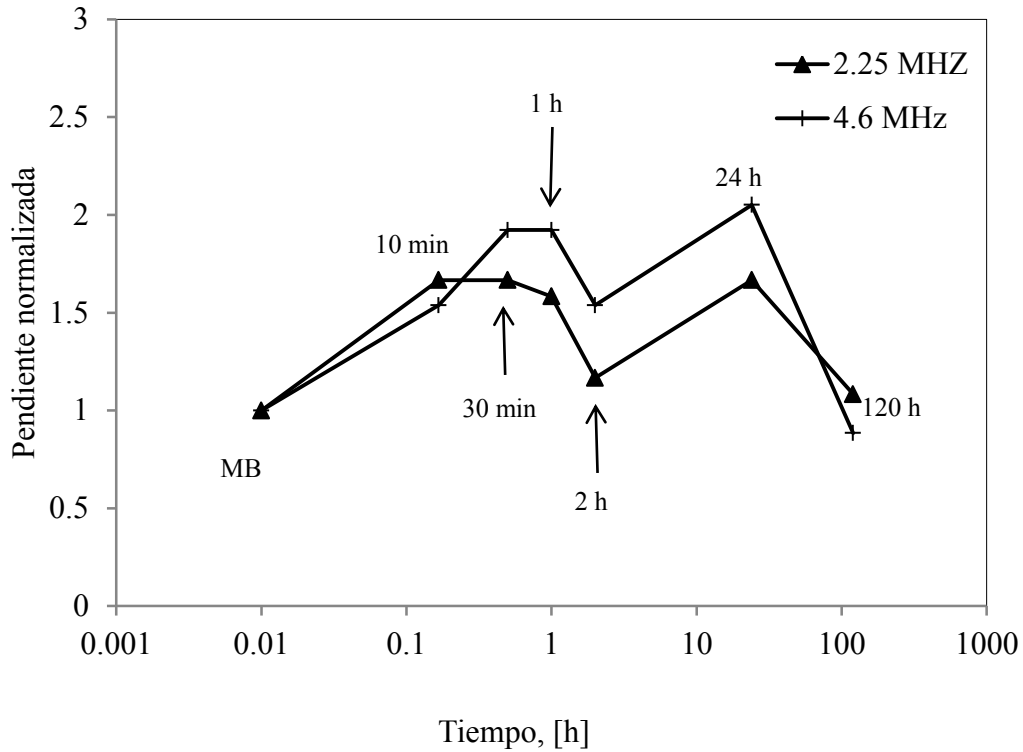


Figura 5.19 Pendiente normalizada en función del tiempo de envejecimiento a 700°C.

La figura 5.20 muestra mediciones de dureza Rockwell C con respecto al tiempo de envejecimiento para 700°C. Si se observan detalladamente las figuras 5.19 y 5.20 hasta los resultados de 24 horas se puede ver que tienen el mismo comportamiento la dureza y la pendiente normalizada a 700°C, solo que la pendiente parece mas sensible, la figura 5.21 muestra estos datos. Viswanath [18] ha reportado un comportamiento similar entre la dureza y el parámetro no lineal, esto es que, cuando la dureza se incrementa el parámetro de no linealidad β aumenta de la misma manera. Cantrell [41] afirma que el parámetro de no linealidad acústica está fuertemente relacionado con la dureza en algunas aleaciones metálicas. Jhang [68] y Barnard [69] presentan cambios consistentes entre el parámetro de no linealidad β y propiedades mecánicas como ensayos de impacto y ductilidad, respectivamente.

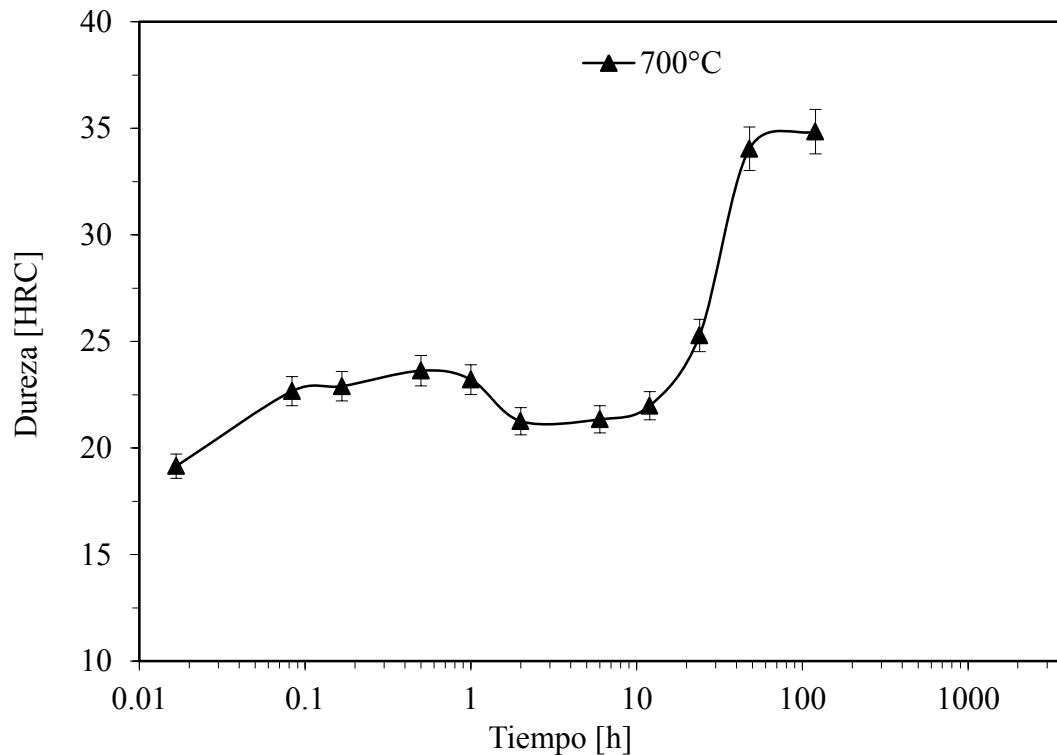


Figura 5.20 Variación en la dureza en función del tiempo de envejecimiento a 700°C.

De acuerdo a la figura 5.21 el primer incremento en la dureza y la pendiente normalizada, β , está caracterizada por una microestructura con una fase ferrita parcialmente fracturada y nuevas fronteras de grano en esta misma fase. Cuando se tiene el descenso en la pendiente normalizada, la microestructura muestra una ferrita completamente fracturada y el inicio de la precipitación. En el segundo incremento tanto de la pendiente normalizada como de la dureza, la microestructura muestra una disminución progresiva de la ferrita y el crecimiento de la fase sigma. Las interrupciones en el orden de la red cristalina como dislocaciones, huecos, y defectos puntuales conducen en algunos casos a cambios considerables en el parámetro de no linealidad. En este caso, se sabe que los aceros inoxidable dúplex son sensibles a la nucleación y crecimiento de precipitados o fases secundarias causadas por exposición a temperaturas altas. Generalmente, los precipitados tienen una estructura cristalina o parámetro de red diferente a la de la fase matriz, y el parámetro de red es sensible al parámetro de ajuste (δ) entre el precipitado y la matriz; es decir a la deformación que se debe producir para que entre el precipitado en la red, a esto se le llama interface coherente.

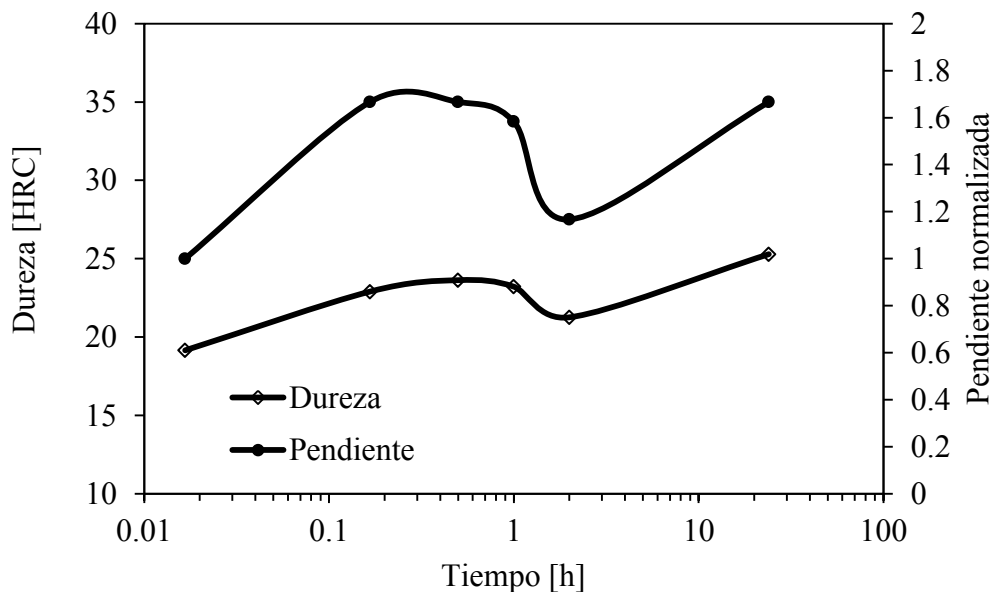


Figura 5.21 Dureza y pendiente normalizada de especímenes envejecidos a 700°C a diferentes tiempos de permanencia.

Pero cuando este parámetro (δ), es mayor a 25% se llama interface incoherente y aquí ya no es sensible el parámetro de no linealidad, β , y esto sucede cuando los precipitados crecen demasiado [70]. Por lo que, esa es la razón por la que disminuye el parámetro de no linealidad encontrado en los especímenes tratados térmicamente a 120 horas. La figura 5.22 muestra la pendiente normalizada en función del tiempo de envejecimiento, la gráfica muestra cuatro etapas características. Al inicio, la pendiente se incrementa con el tiempo de envejecimiento (etapa I), se observa que la pendiente del espécimen tratado a 10 minutos es mayor a la del metal base (MB) demostrando que la técnica de no linealidad es sensible a cambios microestructurales pequeños, de acuerdo a varios estudios [64, 71] la precipitación de la fase sigma inicia en las fronteras de grano a tiempos muy cortos. El cambio en el parámetro de no linealidad es considerable por lo que se puede relacionar a cambios microestructurales pequeños. La etapa II se caracteriza por ligeros cambios en la pendiente hasta 30 minutos, después de este tiempo (etapa III) la pendiente comienza a disminuir hasta un mínimo en el espécimen de 2 horas y por último, la etapa IV se incrementa nuevamente hasta 24 horas. Xiang y colaboradores [72] encontraron un comportamiento

similar en el parámetro de no linealidad en una aleación ferrítica Cr-Ni envejecida térmicamente en tiempos largos. La sensibilidad de las mediciones del parámetro de no linealidad es alta, para detectar daño en etapas iniciales en comparación con las mediciones de atenuación y velocidad de ondas longitudinales en las muestras envejecidas a 700°C. La figura 5.23 muestra la velocidad longitudinal en la que se observa que permanece sin cambios en el metal base hasta 30 minutos mostrando una caída ligera de aproximadamente 0.37% comparado con el 60% de cambio en el parámetro de no linealidad. La figura 5.24 exhibe el coeficiente de atenuación en función del tiempo de envejecimiento, los especímenes de metal base, 5 y 10 minutos de permanencia no muestran cambios considerables entre ellos por lo que solo se graficó el metal base. Tal como sucede en las mediciones de velocidad, la atenuación disminuye después de 30 minutos de permanencia. El hecho de que la velocidad logitudinal y mediciones de atenuación permanecen sin cambio hasta el espécimen de 30 minutos indica que las técnicas no son sensibles a cambios microestructurales que se presentan en tiempos cortos. Tales cambios se muestran en las figuras 5.4 a) y b), en las que se presenta la formación de nuevas fronteras de grano.

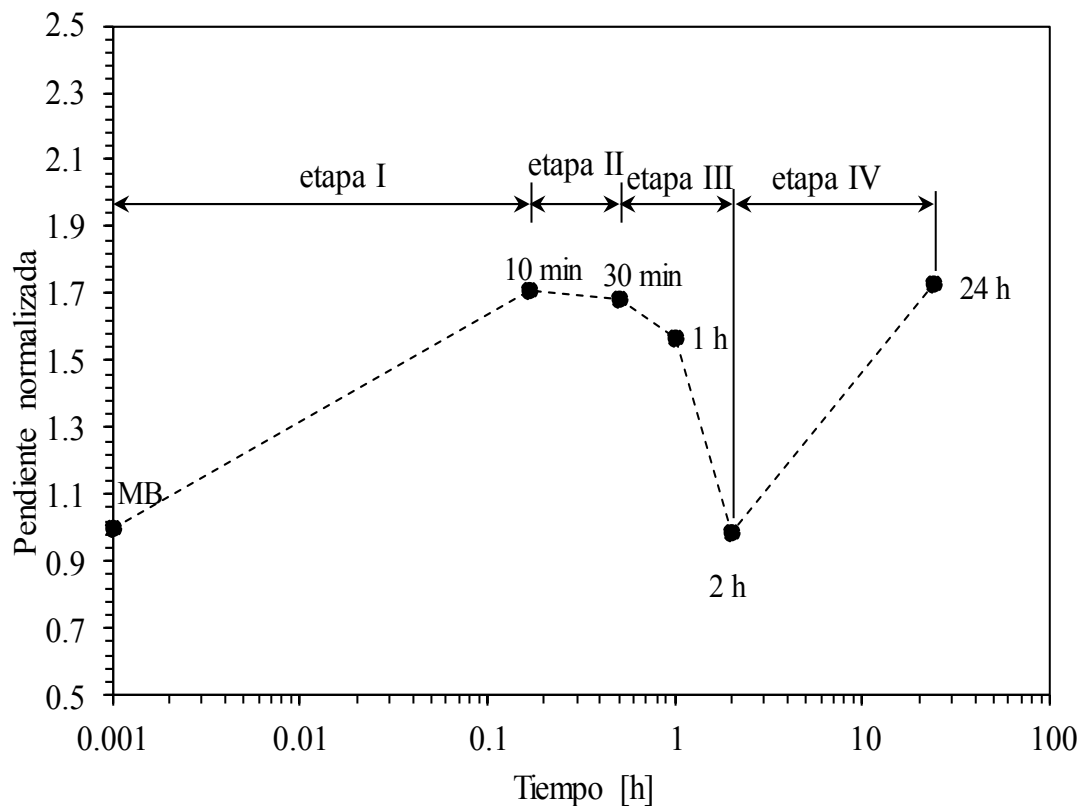


Figura 5.22 Pendiente normalizada en función del tiempo de envejecimiento a 700°C de MB, 10 min, 30 min, 1 h, 2 h y 24 h.

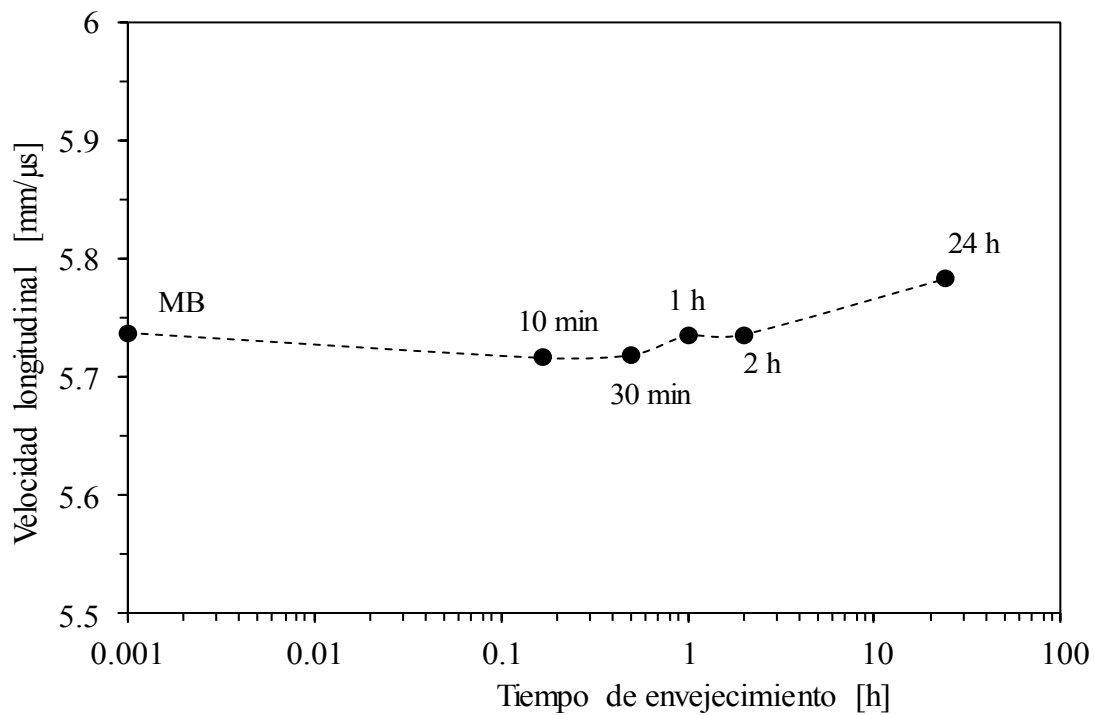


Figura 5.23 Mediciones de velocidad longitudinal en función del tiempo de envejecimiento a 700°C.

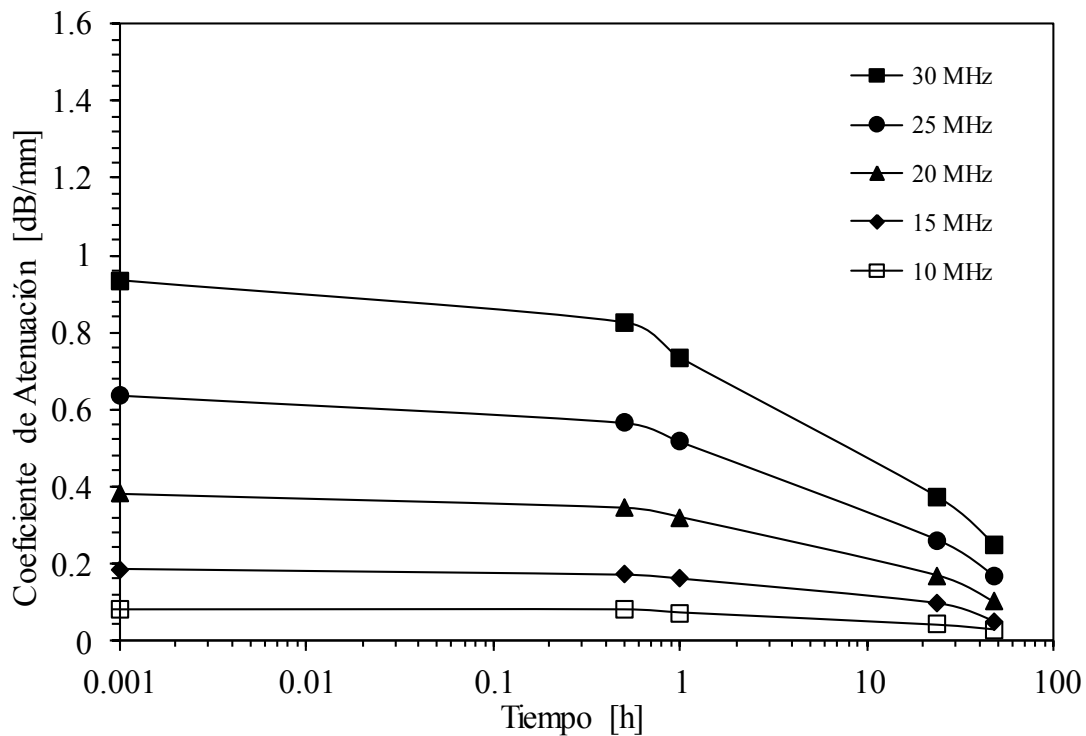


Figura 5.24 Coeficiente de atenuación en función del tiempo de envejecimiento a 700°C.

5.3 Mediciones de potencial termoeléctrico.

La figura 5.25 muestra las mediciones de potencial termoeléctrico de los especímenes envejecidos a 900 °C, 800 °C, 700 °C y 650 °C. En todas las series de temperaturas el potencial termoeléctrico disminuye conforme aumenta el tiempo de envejecimiento y se estabiliza a tiempos largos. En el caso de las muestras envejecidas a 900°C inicia con un potencial termoeléctrico bajo en comparación con las otras temperaturas, existe un máximo a 5 minutos y después disminuye el potencial conforme aumenta el tiempo de envejecimiento. Para la serie de 800°C, también tiene un valor máximo a 5 minutos, pero con ligeros cambios entre 5 y 30 minutos y comienza a disminuir rápidamente después de 30 minutos. Los especímenes envejecidos a 700°C y 650°C tienen un comportamiento completamente diferente, en ambos casos las mediciones de potencial muestran una pequeña pero continua disminución entre 1 y 30 minutos para 700°C y entre 1 y 2 horas para la serie de 650°C. Después de estos tiempos, el potencial se incrementa y alcanza un valor máximo de $\sim 1.16 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ en 1 hora para 700°C y 6 horas para 650°C de permanencia. Después de este valor máximo comienza a disminuir rápidamente y presentan una caída drástica. Finalmente, para tiempos largos de permanencia el potencial termoeléctrico se estabiliza y tiende a alcanzar un valor de $-1.5 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$. Benkirat [14] en sus investigaciones encontró que siempre hay un incremento en el potencial termoeléctrico durante la precipitación de carburos; estos resultados están en total acuerdo con el comportamiento de la gráfica en este rango de tiempo. 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 $\alpha \leftrightarrow M_{23}C_6 + \gamma_2$, Lee [11] afirma que como una regla, la precipitación de la fase σ en aceros inoxidables dúplex es más lenta que la del carburo $M_{23}C_6$ debido a la nucleación retardada. Entonces, la segunda reacción eutectoide ocurre frecuentemente después de una precipitación laminar completa. La misma tendencia tienen los especímenes de 650°C (mediciones realizadas solo en potencial termoeléctrico), sólo este incremento en el potencial se presenta a tiempos más largos dado que es una temperatura menor. 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.

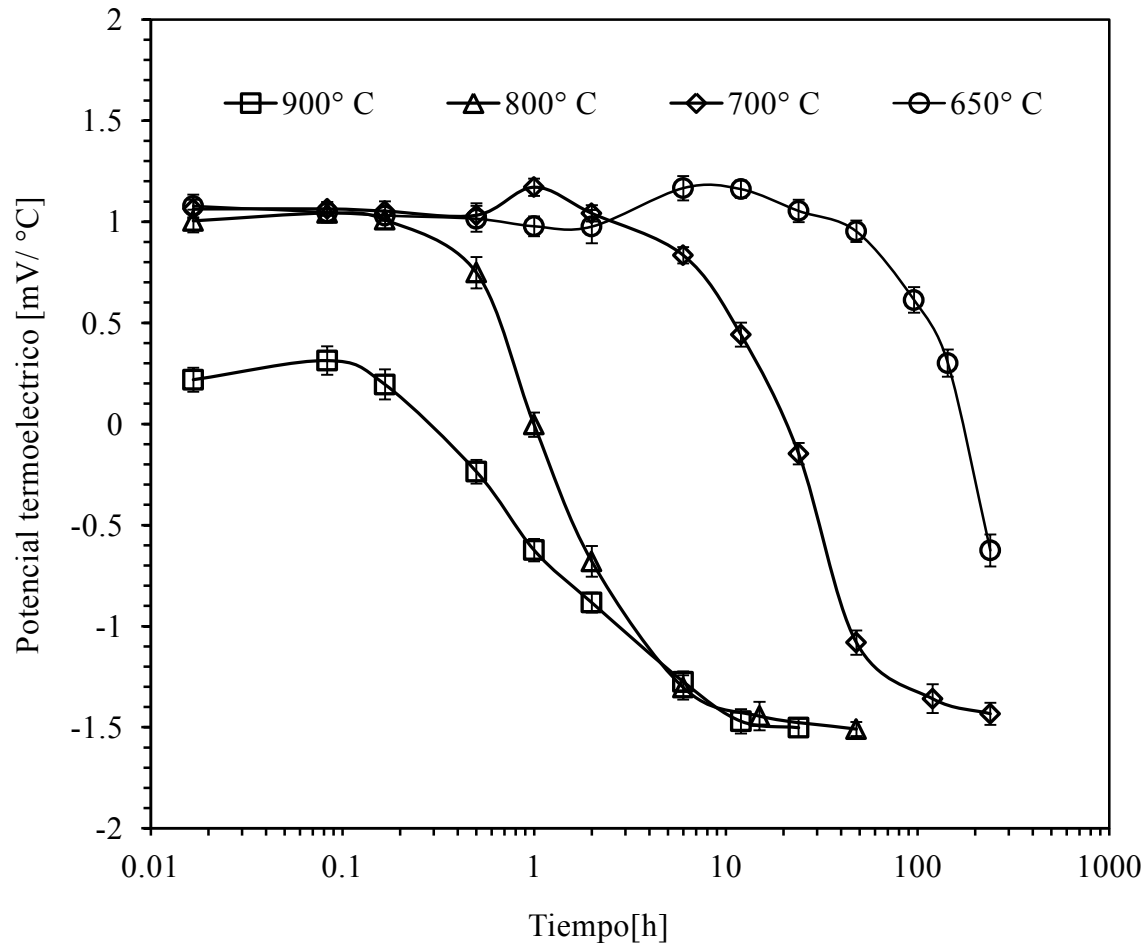


Figura 5.25 Mediciones de PTE en acero inoxidable dúplex 2205 envejecido térmicamente.

Carreón y colaboradores [73] han estudiado la caracterización de la textura cristalográfica por la técnica de potencial termoelectrónico y encuentran que existe una relación en cuanto a la textura: en el caso presente también existe textura pero este factor no afecta las mediciones ya que todas se hicieron en la dirección de laminación [74]. Varios autores [75-77] han reportado que esta técnica es muy sensible a dos fenómenos; la cantidad de átomos en una solución sólida por ejemplo la precipitación y procesos de disolución y al estado de dislocaciones del material por ejemplo la cantidad de deformación y la recuperación. En

otra investigación Ferrer y colaboradores [78] encontraron que las mediciones de PTE puede ser una técnica cualitativa y cuantitativa del tamaño de grano recristalizado, en los casos donde no existe otro fenómeno distorsionando la señal global del PTE como pueden ser orientación cristalográfica, distribución de tamaño de grano y la estructura o forma de la frontera de grano no pueden ser diferenciados por esta técnica.

5.3.1 Relación entre mediciones de PTE y mediciones de ferrita.

El comportamiento de las mediciones de ferrita es muy similar a los resultados de potencial termoeléctrico. Con el objetivo de establecer una correlación entre el contenido de ferrita y el potencial termoeléctrico se graficó el potencial termoeléctrico en función del contenido de ferrita, figura 5.26. En la gráfica se muestra que existe una relación lineal del potencial termoeléctrico con el contenido de ferrita, por lo tanto el potencial termoeléctrico aumenta con el incremento en el contenido de ferrita. Otra observación importante es que independientemente de la temperatura el potencial termoeléctrico disminuye casi linealmente cuando el contenido de ferrita es aproximadamente de 28% y también se muestra que el potencial termoeléctrico no cambia para porcentajes superiores al 28-30% aproximadamente.

Otro fundamento por el que la técnica funciona es que la resistividad eléctrica de sólidos multifásicos cambia en función a la fracción volumétrica de las fases; como al inicio solo se tienen dos fases α y γ y a tiempos largos ya se tiene fase σ , entonces la resistividad eléctrica de un material bifásico es una función lineal de las fracciones volumétricas de las tres fases dada por la ecuación $\rho_e = \rho_\alpha + \rho_\beta$ [47]. En este caso tenemos la pérdida de la ferrita, una nueva fase (sigma) y el incremento del contenido de la austenita.

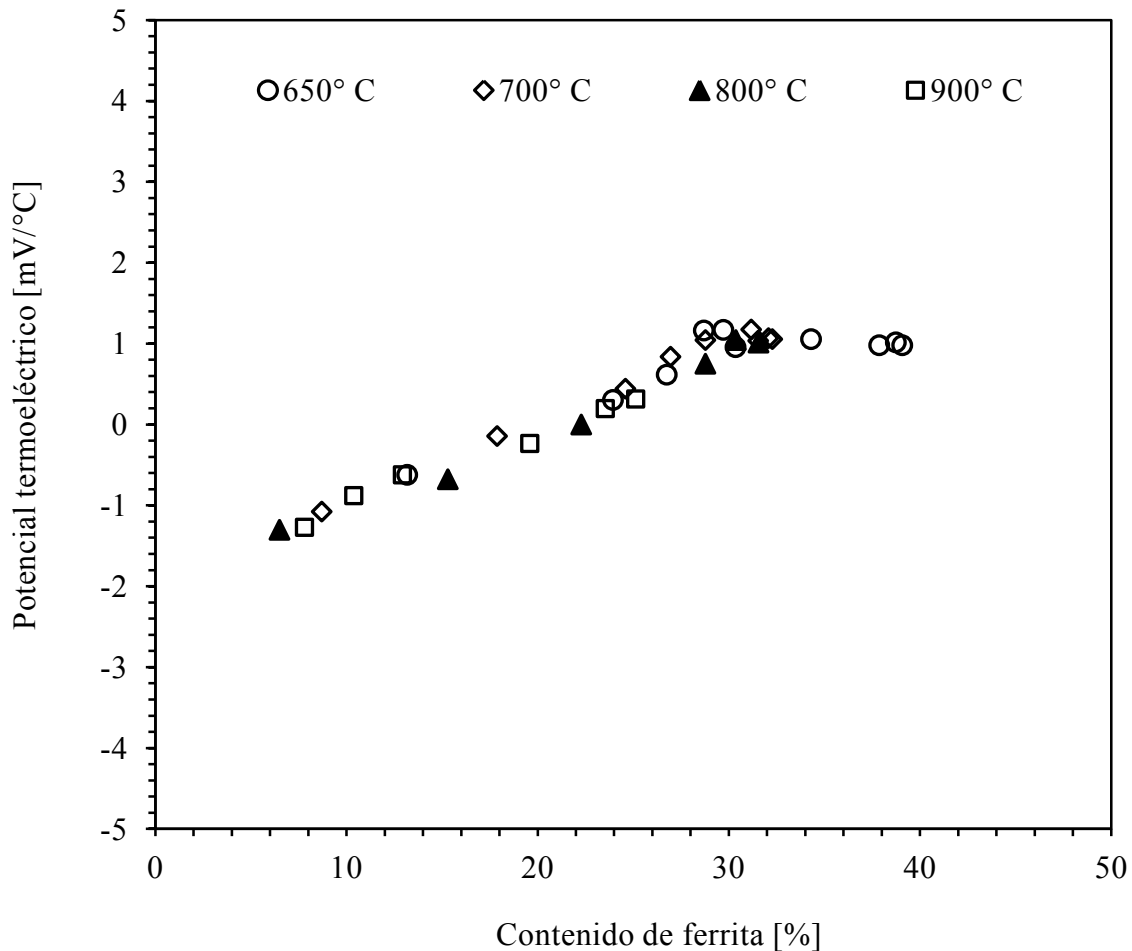


Figura 5.26 Potencial termoeléctrico en función del contenido de ferrita en el acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a diferentes temperaturas.

5.4 Mediciones de fase sigma y modelo Johnson-Mehl-Avrami.

Se realizó la cuantificación de fase sigma con micrografías de MEB usando un software comercial (Sigma Scan Pro5) y se compararon con la teoría JMA (Johnson-Mehl-Avrami) que relaciona la fracción transformada en un tiempo dado [71, 79]:

$$X = 1 - \exp(-bt^n) \quad (23)$$

Donde X es la fracción inicial de fase transformada a un tiempo t , n es el exponente de Avrami que varía de 0.2 a 0.8, la constante b puede ser expresada por la ecuación de Arrhenius: $b = b_0 \exp(-Q/RT)$ que depende de la temperatura T y de la energía de activación Q , R es la constante universal de los gases. Para poder aplicar este modelo en las

predicciones de cinética de transformación de fase se asume que: la transformación ocurre en condiciones isotérmicas, la frecuencia de nucleación es constante o que hay un máximo al inicio y disminuye al final de la transformación y que la nucleación es aleatoria. Entonces la ecuación del modelo JMA puede ser transformada en:

$$\ln\left[\ln\left(\frac{1}{1-X}\right)\right] = n \ln(t) + \ln(b) \quad (24)$$

Bajo ciertas condiciones, la cinética de transformación de fase obedece al modelo JMA, por ejemplo cuando la evolución de $\ln[\ln(1/(1-X))]$ en función de $\ln(t)$ es una línea recta. Los parámetros n y b están relacionados al mecanismo de transformación y a la tasa o velocidad de transformación respectivamente y se pueden calcular con una regresión lineal de los datos experimentales. La figura 5.27 presenta la gráfica de los resultados de $\ln[\ln(1/(1-X))]$ en función de $\ln(t)$ de fase sigma de dos temperaturas de envejecimiento.

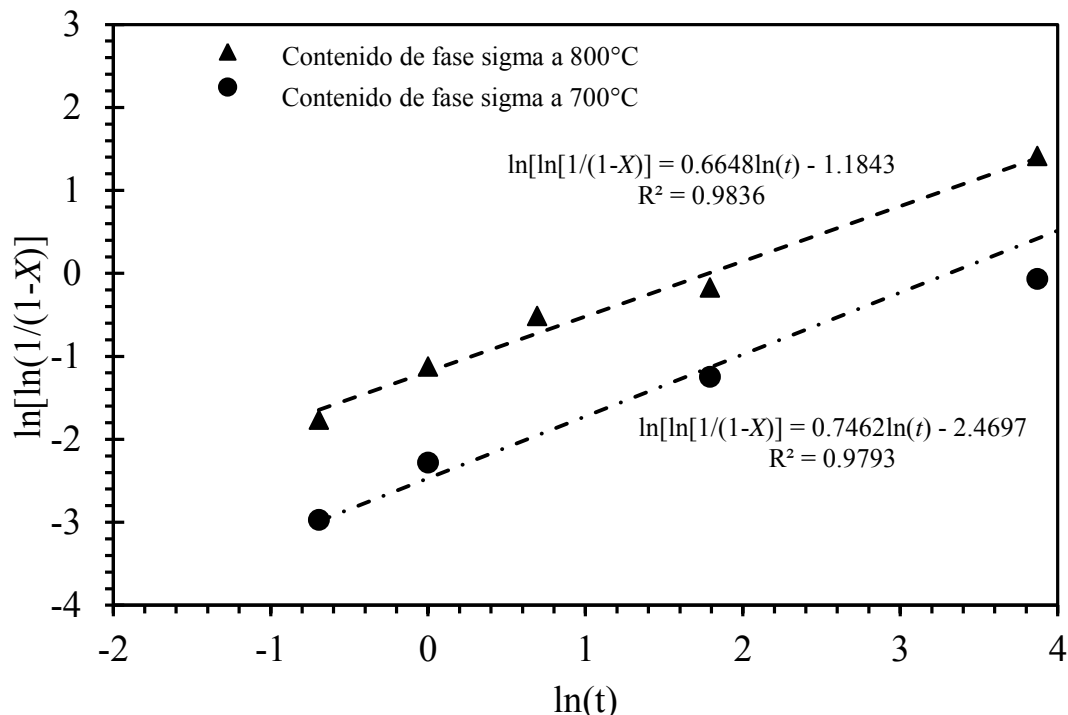


Figura 5.27 Gráfica Johnson-Mehl-Avrami para $\ln[\ln(1/(1-X))]$ en función de $\ln(t)$ de 700°C y 800°C de envejecimiento.

Los valores de los exponentes $n_{800^{\circ}\text{C}}$, $b_{800^{\circ}\text{C}}$, y $n_{700^{\circ}\text{C}}$, $b_{700^{\circ}\text{C}}$, usados en la ecuación JMA para comparar los resultados de fase sigma de las micrografías y como se observa en la figura 5.28 las mediciones experimentales y los valores de la predicciones del modelo concuerdan.

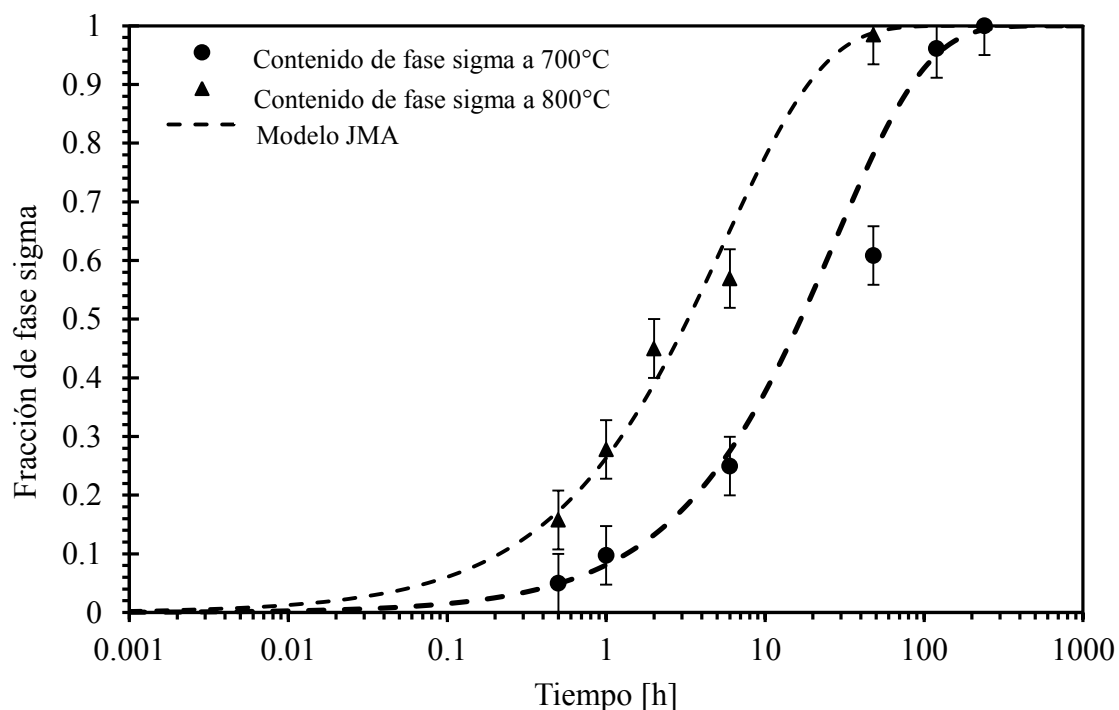


Figura 5.28 Cambios en fracción de fase sigma de 700°C y 800°C de envejecimiento.

5.5 Caracterización electroquímica.

Después de haber analizado los resultados de las técnicas no destructivas tanto en el metal base como en las muestras envejecidas térmicamente, así como realizar la caracterización, se llevaron a cabo pruebas electroquímicas a la serie de muestras envejecidas a 700°C y metal base.

5.5.1 Polarización potenciodinámica de doble ciclo.

La Tabla 5.1 presenta los resultados de densidad de corriente y PTE obtenidos en cada condición. La figura 5.29 muestra las curvas de polarización potenciodinámicas de las muestras envejecidas a 700°C y el material base. Los especímenes que muestran un comportamiento no sensibilizado son presentados en la figura 5.29 los cuales corresponden

a tiempos de envejecimiento relativamente cortos, por lo que a relación I_r/I_a es cero. En el proceso de reactivación de 1, 30 y 60 minutos, se aprecian los ciclos anódicos y catódicos, los cuales son relacionados a la cinética de disolución anódica que es muy lenta debido al engrosamiento de la capa pasiva [80], sin embargo ninguna de estas muestras tiene densidades de corriente altas.

Tabla 5.1 Resultados de las curvas potenciodinámicas de doble ciclo y PTE

Muestra	Densidad de corriente de activación, I_a (A/cm ²)	Densidad de corriente de reactivación, I_r (A/cm ²)	Grado de sensibilización (I_r/I_a)	PTE ($\mu\text{V}/^\circ\text{C}$)
Metal base	0.0163	1.59E-6	9.74E-5	1.0778
1 min.	0.0126	2.63E-6	2.09E-4	1.0629
30 min.	0.0177	4.16E-6	2.34E-4	1.0322
1 hr.	0.0066	5.06E-6	7.66E-4	1.1705
6 hrs.	0.0240	0.0041	0.1740	0.8341
12 hrs.	0.0251	0.0083	0.3315	0.4413
24 hrs.	0.0472	0.0228	0.4837	-0.1469
48 hrs.	0.0579	0.0376	0.6491	-1.0808
120 hrs.	0.0830	0.0579	0.6969	-1.3489
240 hrs.	0.0753	0.0669	0.8883	-1.441

En tiempos de exposición a partir de 6 horas se presentan densidades de corriente altas como se muestra en la figura 5.30, evidentemente las muestras exhiben sensibilización. La densidad de corriente de reactivación máxima $I_r = 4.1\text{E-}3\text{A}/\text{cm}^2$ es alcanzada a un potencial $=-0.220\text{mV}$ (E_{R1}), pero una joroba o segundo pico denotada como E_{R2} también se presenta. El potencial marcado como E_{R1} durante la reactivación está relacionado a la corrosión intergranular [26] la cual se presenta en las zonas pobres en elementos como el cromo en las frontera de grano austenita-ferrita y se convierten en sitios potenciales para la corrosión intergranular después de un tratamiento de envejecimiento térmico.

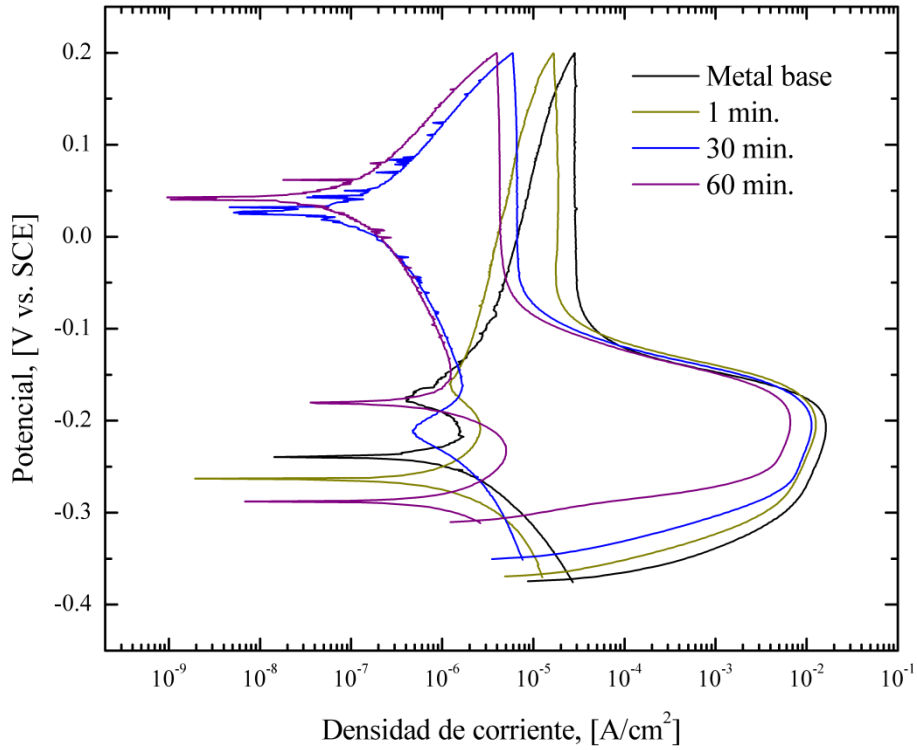


Figura 5.29 Curvas de polarización potenciodinámica de especímenes no sensibilizados.

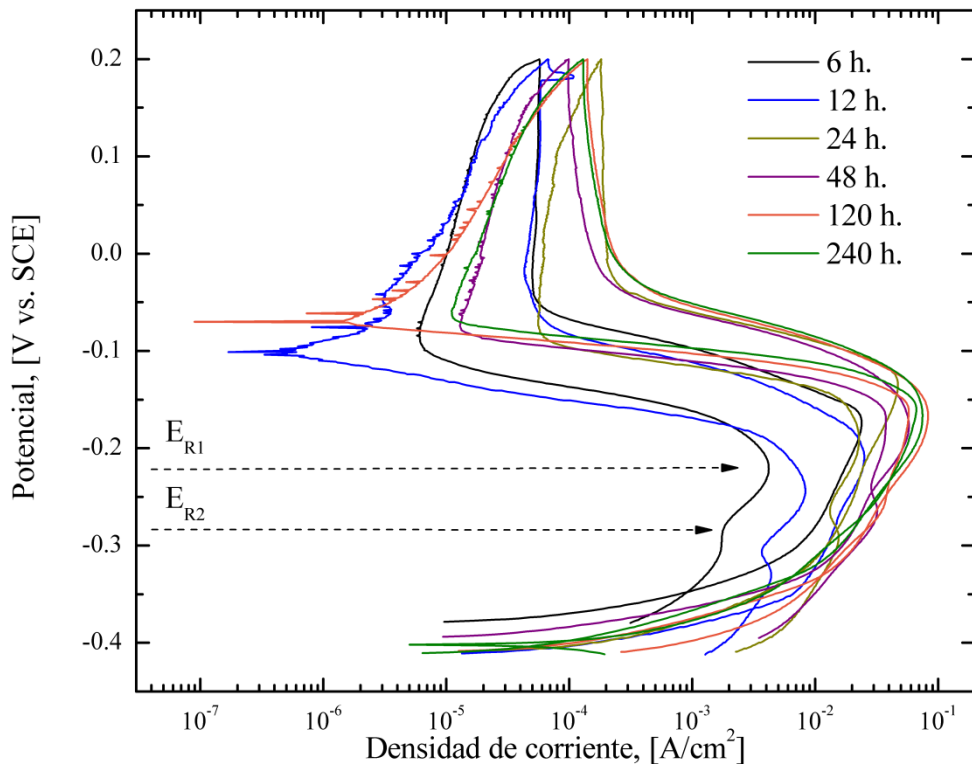


Figura 5.30 Curvas de polarización potenciodinámica de especímenes sensibilizados.

La joroba o segundo pico durante la reactivación es asociado a la corrosión uniforme [26]. En E_{R2} la corrosión uniforme ocurre dentro de la austenita y en los alrededores de la fase sigma, y de esta manera se da la corrosión por picadura también. Parámetros como la velocidad durante la prueba, temperatura y concentración de la solución son variables que contribuyen a la formación de la joroba o segundo pico, sin embargo para este estudio se consideraron constantes. Cabe mencionar que se modificaron las variables anteriores tratando de evitar la formación de la joroba pero al parecer es un fenómeno que no se puede evitar en este tipo de aceros.

5.5.2 Microestructura.

Los especímenes tratados térmicamente fueron examinados por medio de microscopia electrónica de barrido después de las pruebas potenciodinámicas de doble ciclo con la solución de 2 M H_2SO_4 + 0.01 M KSCN + 0.5 M NaCl a temperatura ambiente. La figura 5.31 muestra la superficie de los especímenes ensayados; como se observa la figura 5.31a) correspondiente al metal base muestra una estructura escalonada. A esta condición la relación I_p/I_a es prácticamente nula. Las superficies de los especímenes de los tiempos cortos de exposición térmica (figura 5.31b-d) no muestran corrosión (corrosión intergranular) CIG en las fronteras de grano γ/α . Sin embargo, a medida que los tiempos son mayores a 6 horas, la superficie sufre daño, CIG comienza y se aprecian unas estructuras duales ($I_p/I_a=0.174$). Las micrografías de la figura 5.31 no muestran un efecto de ataque significativo, mientras que en el espécimen de 6 horas ya se observa un ataque intergranular más agresivo mostrando un estructura tipo canal. Esta estructura característica, está relacionada con la susceptibilidad de los aceros inoxidable al ataque intergranular, ver figura 5.32a). En los trabajos de Adhe y colaboradores [81] encuentran que la susceptibilidad de los acero inoxidable austeníticos a la corrosión intergranular (CIG) es atribuido a la precipitación de $Cr_{23}C_6$ en las fronteras de grano cuando son expuestos a una temperatura de 450 a 850°C provocando la pérdida de cromo a niveles menores del 12 % en regiones adyacentes a los límites de grano. El mismo mecanismo aplica para aceros inoxidable dúplex alto carbono. Sin embargo algunos tipos de aceros inoxidable dúplex tienen muy poco contenido de carbón (<0.02%), así como bajos

contenido de níquel (4 al 7%), lo cual no es favorable a la precipitación de carburos Cr_{23}C_6 . Las micrografías de tiempos largos, figuras 5.32d-e), presentan un ataque mas agresivo mostrando una estructura tipo canal.

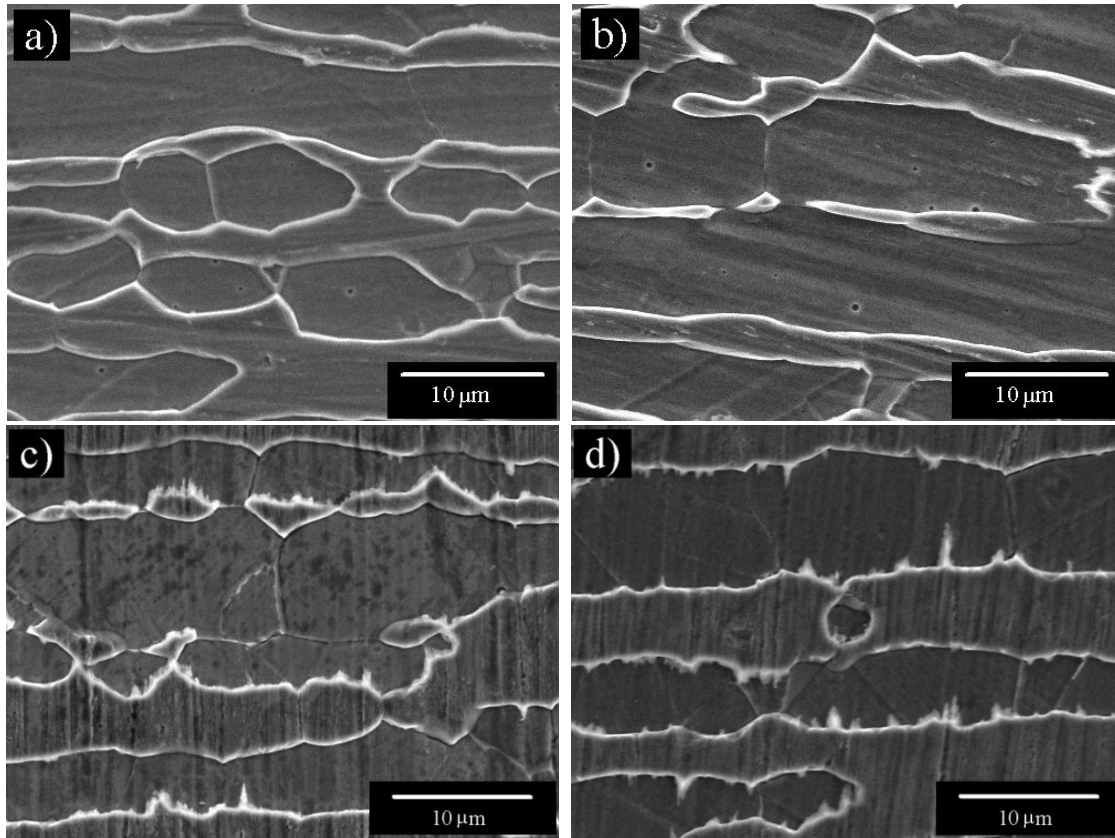


Figura 5.31 Imágenes de MEB de especímenes no sensibilizados, a) BM y b)1 min., c)30 min. y d)60 min envejecidos a 700°C.

La presencia de molibdeno también ayuda a retrasar o impedir la precipitación de Cr_{23}C_6 . Pero incluso así, los aceros inoxidable dúplex son susceptibles a la CIG. Adhe y colaboradores [81], afirman que existen tres mecanismos diferentes por los cuales se forma la austenita secundaria a partir de la ferrita. El primero, la reacción eutectoide $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$ se facilita por la rápida difusión a lo largo de las fronteras de grano α / γ y como resultado una estructura típica de fase σ y austenita secundaria. Estas transformaciones ocurren en el rango de temperatura de 700 a 900°C. La fase sigma tiene una estructura tetragonal, la cual es rica en cromo, molibdeno y silicio, y la austenita secundaria (rodeando la fase σ) pierde

todo estos elementos. De acuerdo al segundo mecanismo reportado, debajo de los 650°C la ferrita de los aceros inoxidable dúplex se transforma a austenita mediante un mecanismo muy similar a la transformación martensítica. Esta austenita se forma isotérmicamente y no muestra diferencia en composición con la matriz ferrítica, indicando que se trata de una transformación sin difusión. A temperaturas superiores a 650°C se presenta el tercer mecanismo, en este la difusión es el mecanismo y la austenita se forma con una morfología Widmanstätten. Existe diferencia en la composición debido a la difusión entre la austenita y la ferrita. Sus estudios muestran que la formación de austenita del primer y tercer mecanismo, proveen regiones empobrecidas de cromo y molibdeno. Estas regiones son susceptibles a ser atacadas en soluciones corrosivas [81]. Ananya y colaboradores [2] por su parte también estudian el acero inoxidable 2205 envejecido y coinciden encontrando que los precipitados brillantes (σ y χ) son ricos en cromo y molibdeno comparado con la ferrita, este fenómeno se observa en las figuras 5.31 y 5.32. Durante la formación de la fase sigma, las regiones cercanas contienen poco cromo y molibdeno y se forma austenita secundaria, por lo que a tiempos largos de permanencia en los tratamientos térmicos se tienen bajos contenidos de ferrita. Esto se comprueba también en la gráfica de contenido de ferrita, en la cual los especímenes de los tiempos más largos tienen un contenido de tan solo 2.1% en la serie tratada a 800°C, ver figura 5.11. A partir de los resultados de Bo Deng [62] sobre el efecto de la fase sigma en el comportamiento a la corrosión por picaduras infieren que: la precipitación de la fase sigma juega un papel importante en el inicio de picaduras deteriorando la capa pasiva de los alrededores de estas fases, y consecuentemente la resistencia a la corrosión por picaduras depende en gran magnitud del porcentaje de fase sigma.

Todos estos resultados concuerdan con los presentados en esta investigación, como se muestra en la figura 5.32 donde a tiempos de exposición largos se observa que la fase austenita también está siendo atacada por la solución. La austenita secundaria no puede ser detectada microscópicamente dado que precipita adyacente a la austenita inicial como películas o pequeñas capas y su composición no se puede determinar. La composición química de la nueva austenita es calculada teóricamente mediante balance de masa; esto es posible porque los porcentajes de las otras fases si se conocen.

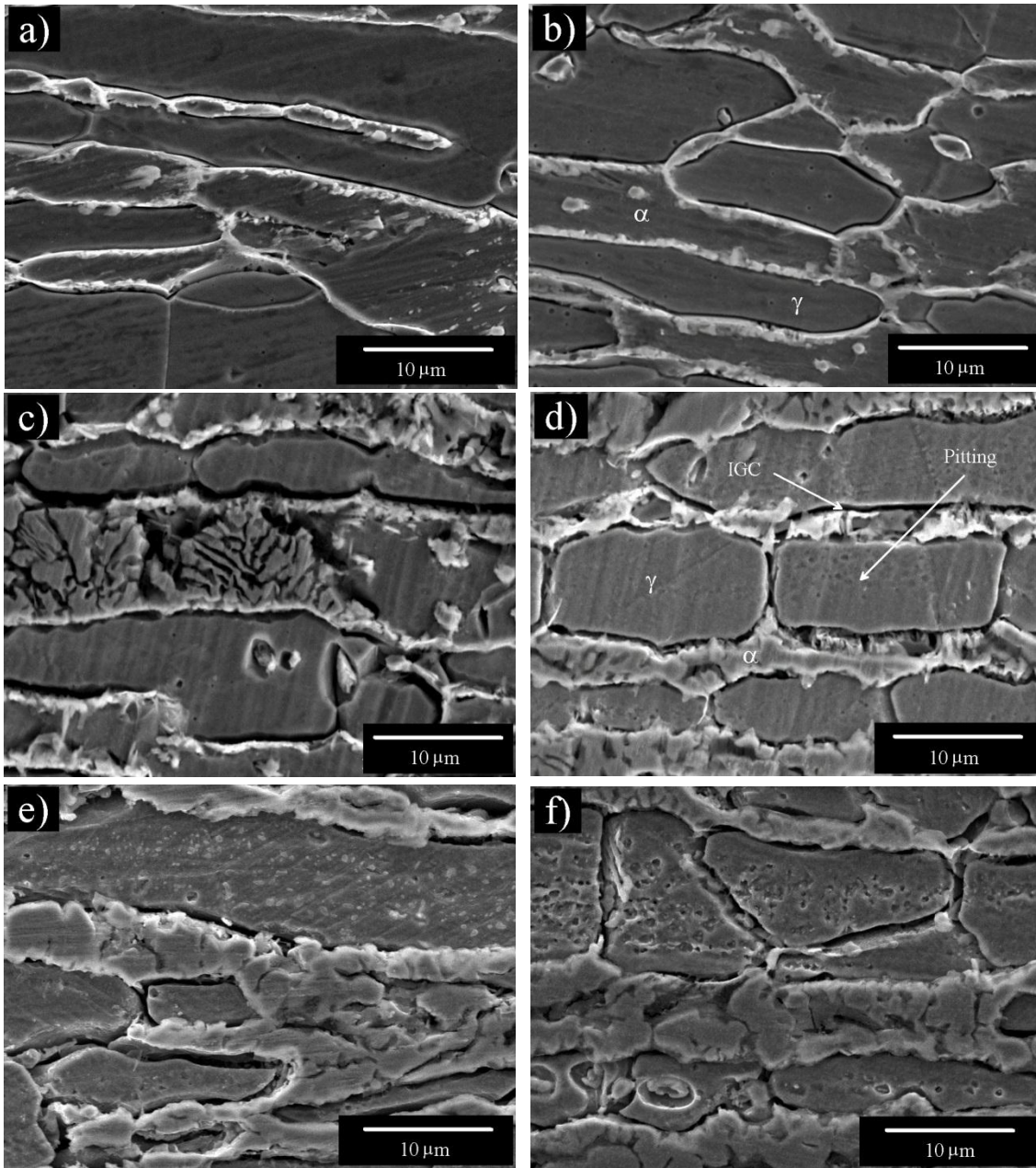


Figura 5.32 Imágenes de MEB de especímenes sensibilizados, a) 6 h, b)12 h, c)24 h, d)48 h, e)120h y f)240h de envejecimiento a 700°C.

De los resultados obtenidos por Kobayashi [1] se sabe que la austenita secundaria formada en un acero 2205 es muy baja (3% aproximadamente) de un espécimen tratado a 850°C durante una hora y a 5 horas no se encuentra cromo. Considerando la temperatura de 700°C

pero los tiempos largos a los que se sometieron las muestras se puede aseverar que sucedería el mismo fenómeno: pérdida de cromo en la austenita secundaria. Esta, es la explicación por la que en tiempos largos se observa que el ataque no solo se presenta en los alrededores de la fase sigma sino también en la austenita. Por lo que, estos especímenes son atacados con corrosión general y localizada; esta característica se debe a la austenita secundaria. Las figuras 5.33 y 5.34 muestran la distribución de elementos en la microestructura de los especímenes envejecidos a 700°C durante 120 y 240 horas, respectivamente.

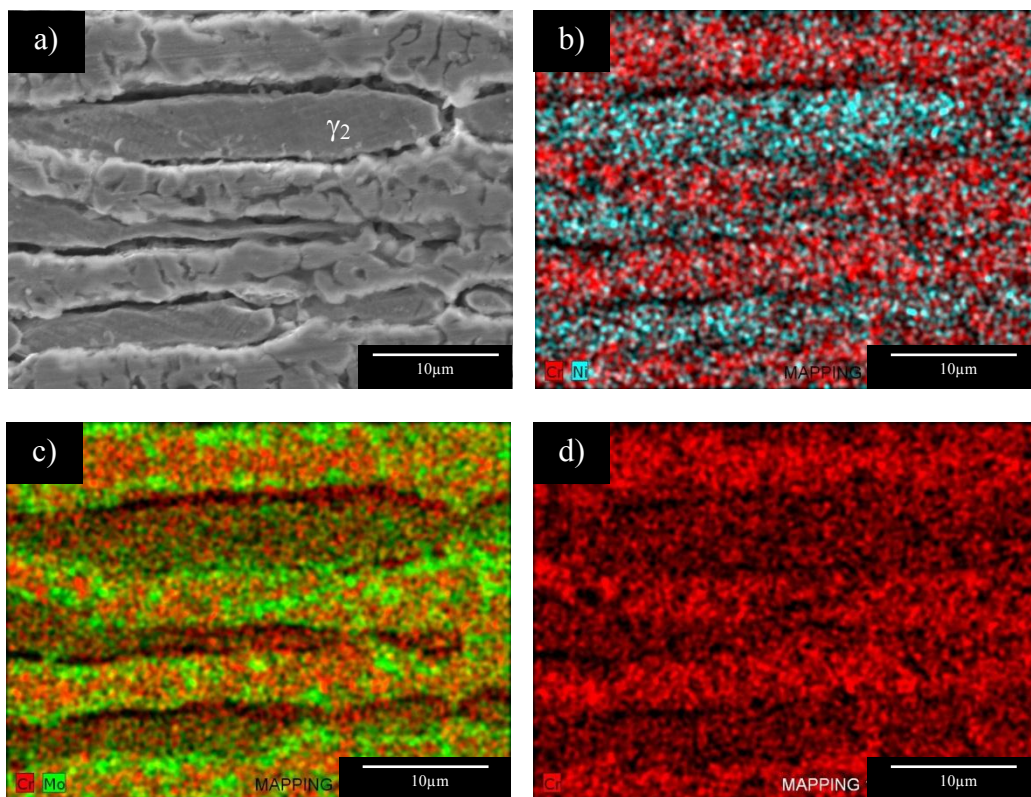


Figura 5.33 Distribución de elementos de la microestructura de acero inoxidable dúplex envejecido a 700°C 120 horas después de los ensayos de RPDDC.

Como ya se ha mencionado anteriormente, la precipitación de carburos M_{23}C_6 y fase sigma se produce mediante una reacción eutectoide, en la interface α/γ y que como producto de esta reacción se tiene una austenita secundaria que es diferente en composición a la original. Estas precipitaciones conducen a una pérdida en el contenido de cromo en las

fronteras de grano de la ferrita, esto a su vez provoca el crecimiento de la austenita dentro de la ferrita y por lo tanto las regiones pobres en cromo de la ferrita se transforman en austenita secundaria y ésta expulsa el exceso de cromo y molibdeno [19], como se observa en las figuras 5.33 y 5.34c) y d). Durante la precipitación de la fase sigma, el cromo es absorbido y el níquel rechazado [11] tal como se muestra en las figuras 5.33 y 5.34b).

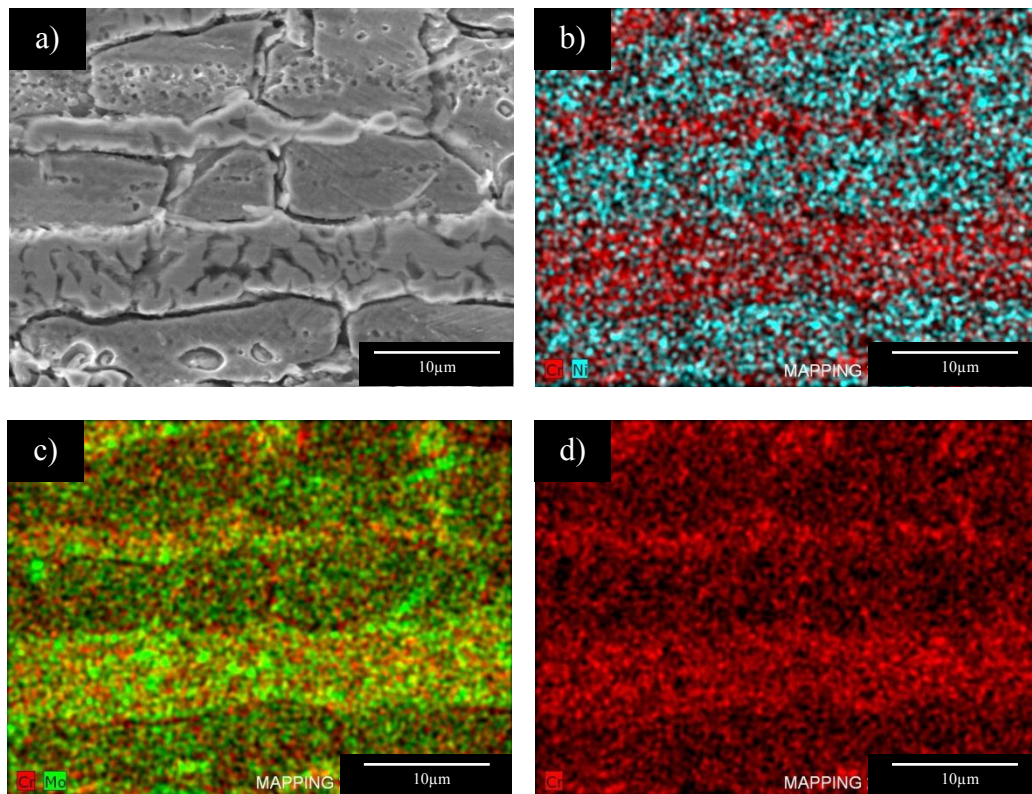


Figura 5.34 Distribución de elementos de la microestructura de acero inoxidable dúplex envejecido a 700°C 240 horas después de los ensayos de RPDDC, en el que se observa la concentración de Cr.

5.5.3 Relación entre el PTE y el comportamiento a la corrosión.

La gráfica de la figura 5.35 muestra dos etapas características encontradas entre el potencial termoeléctrico PTE y el grado de sensibilización GDS. Durante la etapa I los valores de PTE y GDS permanecen constantes en el metal base hasta los tiempos de permanencia de a 60 minutos, esta condición cambia de manera drástica en la etapa II en la que se observa

que conforme aumenta el tiempo de permanencia, el GDS comienza a incrementarse rápidamente y por el contrario el PTE a disminuir hasta alcanzar un mínimo de $-1.44 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$.

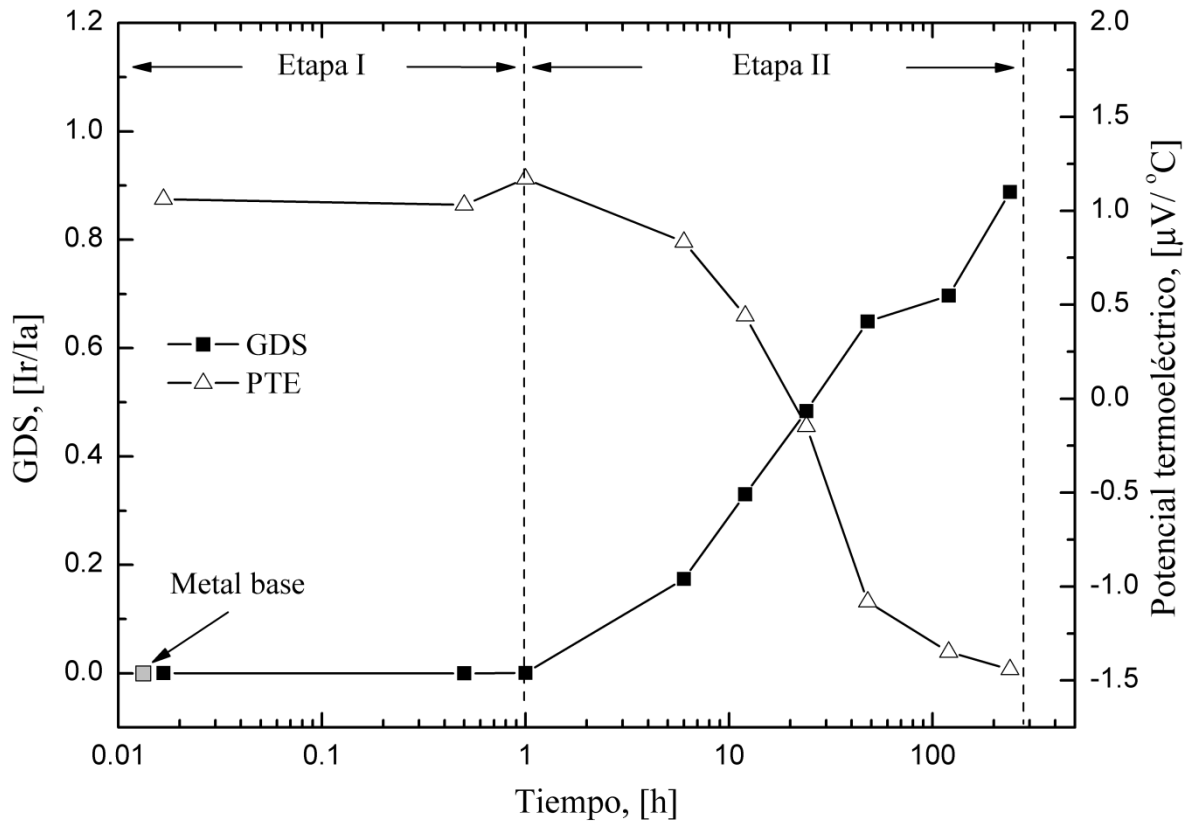


Figura 5.35 GDS y PTE en función del tiempo de envejecimiento de acero inoxidable dúplex 2205 a 700°C .

De manera interesante a 1 hora de permanencia existe un ligero incremento en el PTE el cual atribuye a la formación del carburo $M_{23}C_6$, esta transformación conocida como precipitación laminar que ocurre por la siguiente reacción eutécticoide $a \ll M_{23}C_6 + g_2$. Lee y colaboradores [11], afirman que como regla general, la precipitación de la fase σ en aceros inoxidables dúplex es más lenta que la del carburo $M_{23}C_6$ debido a la nucleación retardada. Posterior a una completa precipitación laminar de $M_{23}C_6$ inicia la formación de fase sigma [82]. Benkirat [14] afirma que siempre hay un incremento en el potencial termoeléctrico durante la precipitación de carburos; esta característica concuerda con el comportamiento de la gráfica en este rango de tiempo. El descenso en el PTE posterior a

este ligero incremento es atribuido a los demás fenómenos que lo afectan, entre los cuales podrían ser la deformación en la red cristalina al precipitar otras fases, el cambio en la fracción volumétrica de cada una de las fases y por tanto en su PTE particular [54]. Además, la formación de nuevas fronteras de grano durante el proceso de envejecimiento afecta las propiedades electrónicas [47]. Con el objetivo de establecer una relación entre GDS y PTE, se relacionaron ambos resultados mostrados en la figura 5.36. Después de una hora de tratamiento ($GDS = 7.66 \times 10^{-4}$), evidentemente existe una relación polinomial en el rango de -1.44 a $1.17 \mu V/^{\circ}C$.

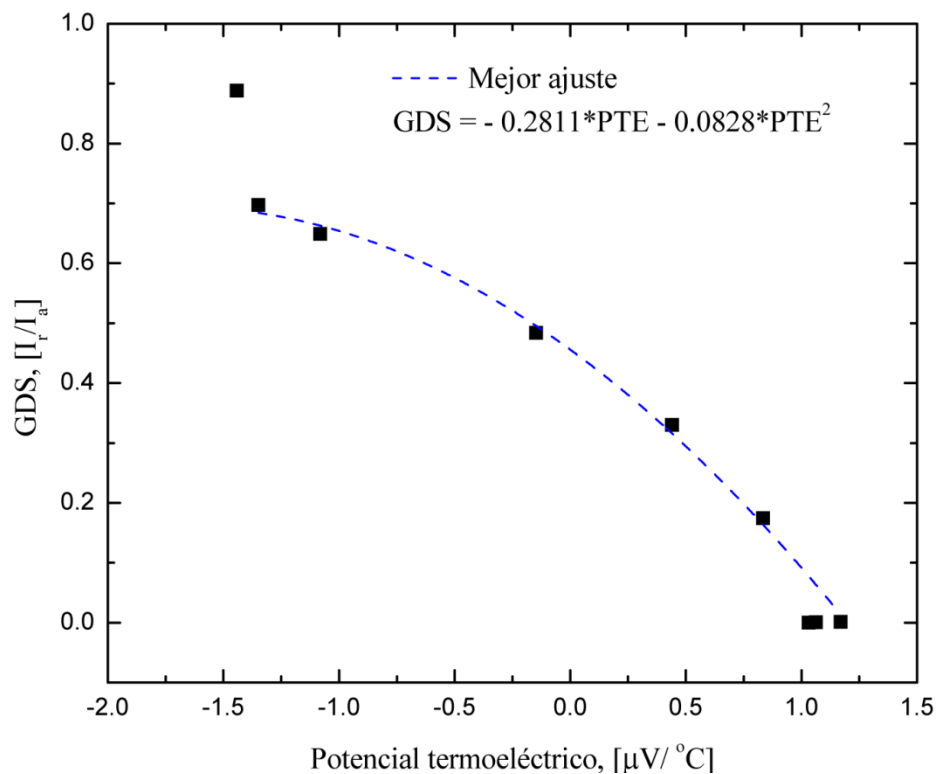


Figura 5.36 Correlación entre PTE y GDS.

A pesar de que el PTE comienza a detectar cambios hasta después de una hora, a estos tiempos la fase sigma se encuentra presente y se ha estudiado que la fase sigma contribuye de manera importante en la reducción de las propiedades de impacto en este tipo de aceros [82, 83]. Los resultados experimentales indican que las mediciones de potencial termoeléctrico podrían usarse como una técnica no destructiva confiable para la

determinación rápida y sin preparación de muestra de la determinación del grado de sensibilización de los aceros inoxidable dúplex.

5.6 Daño por fatiga en uniones soldadas.

5.6.1 Caracterización microestructural.

La figura 5.37 muestra una micrografía de la zona de fusión del espécimen soldado. En ella, se observa que la microestructura de la zona de fusión consiste en granos de austenita en forma de placas Widmanstätten, la cual primeramente se forma en las fronteras de grano. Estos resultados están en acuerdo con lo descrito por Lippold y Kotecky para uniones soldadas de aceros inoxidable dúplex [3].

La figura 5.38 muestra la microestructura de la unión soldada, en ésta se observan las tres zonas más importantes de ella: *la zona afectada térmicamente (ZAT)*, *la zona de fusión (ZF)* y el *material base (MB)*. No se observa presencia de ninguna otra fase por lo que podemos decir que el proceso de soldadura no fomentó la precipitación de fases indeseadas (fase sigma,) que afectarían el desempeño de la soldadura. Además, como se exhibe en la tabla 5.2 se mantiene la distribución de elementos en cada una de las zonas, el microanálisis fue realizado en el microscopio electrónico de barrido.

Tabla 5.2 Microanálisis de material base, ZAT, MA o zona de fusión, ferrita y austenita.

Elemento [%]	MB	γ	δ
Cromo	22.09	20.79	23
Níquel	7.56	6.44	4.47
Molibdeno	3.08	2.34	3.73

Durante el proceso de soldadura, el metal base del acero inoxidable dúplex 2205 está sujeto a una serie de ciclos térmicos. Como resultado, se obtienen transformaciones microestructurales complejas, afectando la relación o balance de ferrita-austenita en el acero. En la zona afectada térmicamente (ZAT), la microestructura está sometida a ciclos de enfriamiento y calentamiento los cuales tienen influencia en la transformación δ/γ

variando así la relación final. Además, la diferencia en la velocidad de enfriamiento en las regiones afecta el equilibrio δ/γ en el metal soldado [84]. Consecuentemente, la microestructura solidificada de la zona de fusión no es igual en cantidades de ferrita y austenita al metal base. Por tanto, las propiedades mecánicas del material soldado pueden ser afectadas por el nuevo balance de fases, por ejemplo, la dureza de un acero inoxidable soldado es frecuentemente mayor que la del metal base debido a la deformación generada por los ciclos de calentamiento y enfriamiento [83].

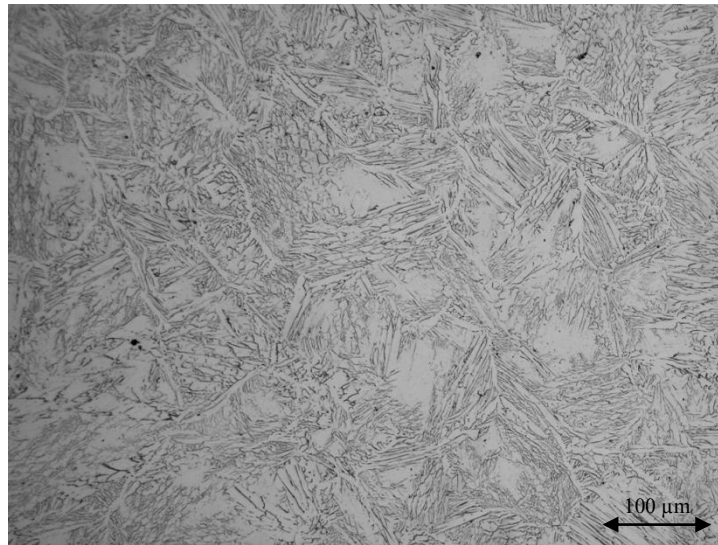


Figura 5.37 Micrografía óptica de la zona de fusión del espécimen soldado.

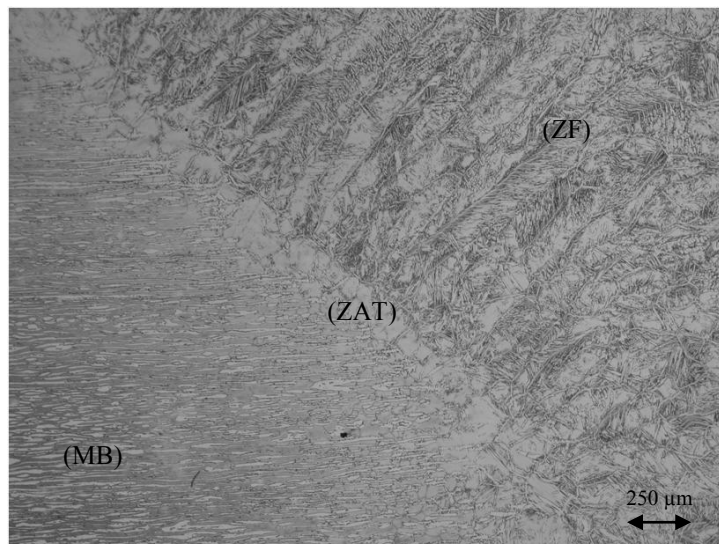


Figura 5.38 Micrografía de unión soldada a 50X donde se observan las tres zonas.

Badji y colaboradores [84] estudiaron transformaciones de fase en uniones soldadas de acero inoxidable 2205 con tratamiento térmico post soldadura a diferentes temperaturas. Obtienen una variación significativa en el balance ferrita-austenita en la ZAT y zona de fusión comparado con el metal base. En la ZAT fueron encontradas cantidades altas de ferrita, mientras que la región central de la soldadura fue caracterizada por altos niveles de austenita. Estos autores observaron transformaciones de fase complejas, e indican que la fase sigma y carburos $M_{23}C_6$ se formaron por la descomposición eutectoide de la ferrita. Los mismos autores reportan que las interfases δ/γ actúan como sitios de nucleación preferencial para este fenómeno de precipitación. También observaron que la cantidad de fase sigma disminuye con el incremento en la temperatura del tratamiento térmico. Un incremento en la temperatura causa una significativa modificación en el balance ferrita-austenita en la ZAT, zona de fusión y metal base. La fracción volumétrica de la ferrita aumenta con el incremento en la temperatura. La cantidad de ferrita en la ZAT es mayor que en el metal base y zona de fusión. Estas transformaciones se dieron a temperaturas menores de 1000°C , por lo que es muy importante encontrar la temperatura adecuada para evitar estas fases indeseables. Por estas razones se recomienda no hacer tratamiento térmico después de la soldadura y también que las estructuras de este dúplex no se encuentren en servicio a más de 375°C .

Otros estudios evalúan la cantidad de austenita reformada basados en modelos sobre cálculos de velocidad de nucleación, crecimiento y difusión. Sieurin y colaboradores [85] encuentran satisfactorios los métodos utilizados y concuerdan bien sus resultados con los reportados en la literatura. Estos mismos investigadores, en estudios previos muestran que el enfriamiento de la soldadura en aire y usando los parámetros adecuados provee un balance satisfactorio de fases ferrita-austenita en la zona afectada térmicamente. En las figuras 5.39 y 5.40 se muestran las micrografías de zona afectada térmicamente (región diagonal central) y metal base respectivamente.

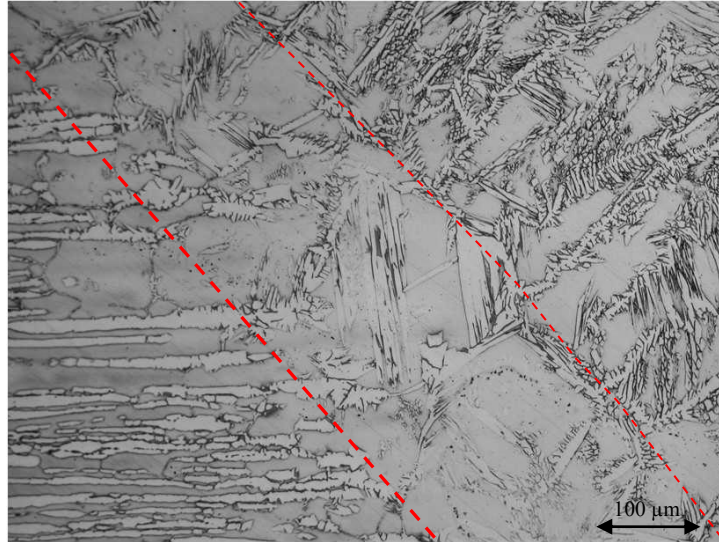


Figura 5.39 Micrografía de zona afectada térmicamente entre las líneas punteadas.

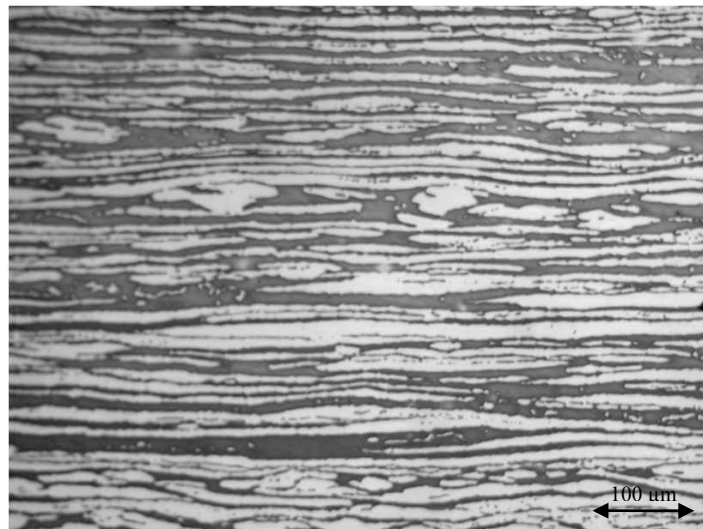


Figura 5.40 Micrografía de metal base.

5.6.2 Ensayo de tensión.

Se realizó el ensayo de tensión en las probetas de uniones soldadas de acero inoxidable dúplex 2205, éste ensayo se realiza para determinar las propiedades mecánicas. El esfuerzo

de fluencia es el parámetro que establece el nivel de esfuerzos al que son sometidas las probetas soldadas en el ensayo de fatiga. Se realizó la prueba en un juego de dos especímenes con el objetivo de observar la repetitividad de los resultados, los resultados experimentales se observan en la figura 5.41. Las muestras de uniones soldadas presentan un comportamiento mecánico muy similar en las zonas elástica y plástica. Los resultados presentan una discrepancia ligera al final del ensayo donde la probeta US2 se fractura con aproximadamente 700 MPa. Sin embargo, en general tienen un comportamiento mecánico similar, incluso con el metal base. Las fracturas ocurren en el metal base muy lejos de la ZAT, es se debe probablemente al cambio geométrico que ocurre en la sección reducida de la probeta. La tabla 5.3 muestra los valores de las propiedades mecánicas de interés en este proyecto.

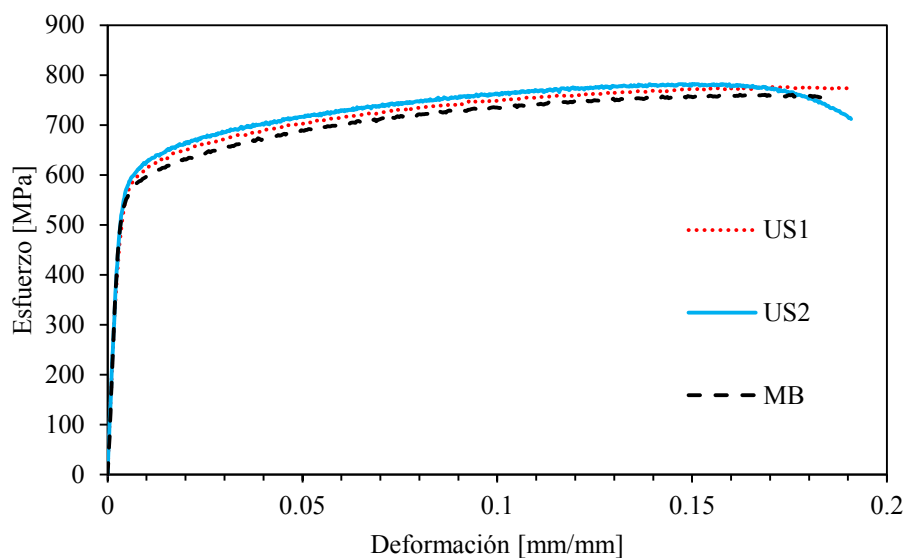


Figura 5.41 Curva cuasi estática *esfuerzo-deformación* de uniones soldadas y material base de acero inoxidable dúplex 2205.

Tabla 5.3 Propiedades mecánicas de uniones soldadas y material base de acero inoxidable dúplex 2205.

Probeta	Módulo de Young [GPa]	σ_f [MPa]	$\sigma_{\text{máx}}$ [MPa]
US1	182.067	560	777.45
US2	182.954	559	782.69

MB	196.868	550	761.02
----	---------	-----	--------

5.6.3 Ensayo de fatiga.

En el ensayo de fatiga, se aplicó una carga cíclica para determinar la resistencia a la fatiga de esta soldadura. En el caso presente, para determinar el número de ciclos a la fatiga se utilizó un porcentaje del esfuerzo de fluencia como valor del nivel de esfuerzos, con una frecuencia de 50 Hz y una relación de esfuerzos de $R = 0.20$. En un primer experimento se procedió a utilizar un valor de nivel de esfuerzos de 100% del esfuerzo de fluencia obtenido en forma cuasi estática, las probetas ensayadas rebasaron el millón de ciclos, lo que se considera como vida infinita.

El daño por fatiga fue inducido en niveles de 25%, 50% y 75% en las probetas de acuerdo al modelo lineal, en este caso la regla de *Palmgren-Miner*. La regla establece que, el daño causado por un ciclo es definido como:

$$D = \frac{1}{N_f} \quad (23)$$

Donde, N_f es el número de repeticiones de este mismo ciclo. La falla se presenta cuando $D = 1$ relación se hace 1.

Por otra parte, la ecuación:

$$D = \frac{n}{N_f} \quad (24)$$

Expresa la regla del daño lineal propuesta por Palmgren y después por Miner para la predicción de vida a la fatiga. Utilizando esta ecuación para estimar el número de ciclos necesarios para inducir daño en las muestras, se obtuvieron los resultados mostrados en la Tabla 5.4 para un $N_f = 1,000,000$ ciclos.

Tabla 5.4 Predicción del número de ciclos de acuerdo al porcentaje de daño.

Probeta	Daño [%]	Numero de ciclos n
1	25	250,000
2	50	500,000

Las curvas del ensayo de tensión cuasi estáticas se presentan en la figura 5.42, en ellas se observa que las uniones soldadas con daño acumulado presentan un aumento en las propiedades mecánicas con respecto a la soldadura sin daño. Este aumento se refleja en el módulo de Young, el esfuerzo de fluencia y es de aproximadamente 10%. Este aumento es debido al endurecimiento por deformación que sufre el acero ya que el ensayo de fatiga se realizó al 100 % del esfuerzo de fluencia el cual es el límite elástico-plástico. Cabe mencionar que como en el caso del material base y unión soldada sin daño la fracturas ocurren en el metal base muy lejos de la ZAT.

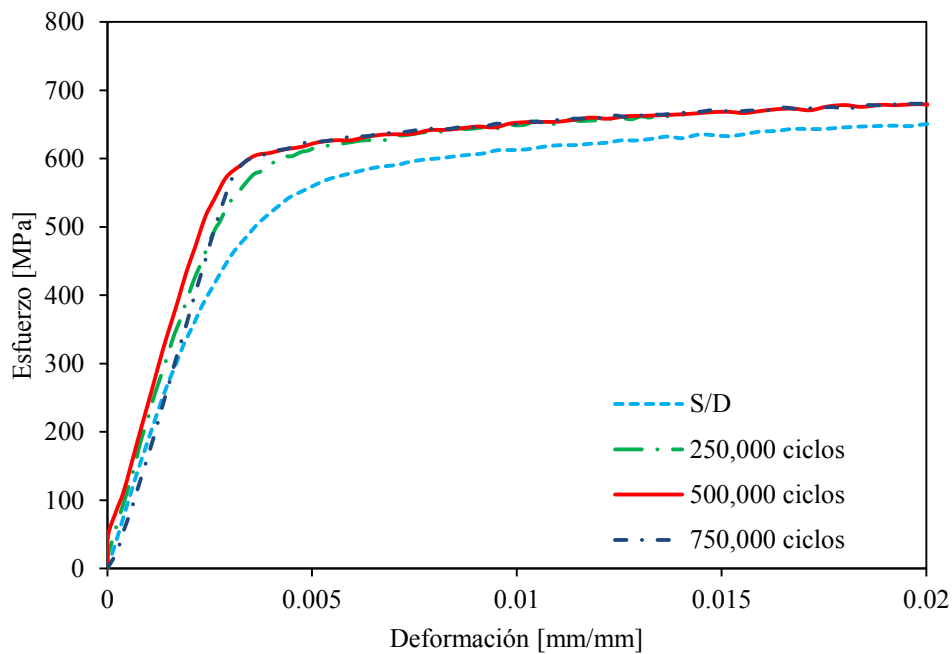


Figura 5.42 Curvas cuasi estática *esfuerzo-deformación* de probetas con sin daño S/D, 25%, 50% y 75 % de daño.

Las figuras 5.43 y 5.44 muestran las variaciones en el módulo de Young y el porcentaje de elongación, en función del porcentaje de daño inducido, respectivamente. En el caso del porcentaje de elongación las variaciones son menores del 5%.

La tabla 5.5 muestra los valores obtenidos de las propiedades mecánicas de las probetas soldadas y con daño previo por fatiga. No hay trabajos donde se reporte la influencia que

tiene el daño por fatiga en tensión cuasi estática, solo Hsiao y colaboradores [83] evaluaron uniones soldadas de acero inoxidable dúplex 2205 bajo impacto variando la velocidad de deformación, encontraron que a mayor velocidad de deformación se tiene un incremento en la densidad de dislocaciones.

Los resultados de la presente investigación indican que los procesos de fatiga tienden a endurecer el material y por lo tanto cambian las propiedades mecánicas del acero inoxidable dúplex 2205.

Tabla 5.5 Propiedades mecánicas de uniones soldadas de acero inoxidable dúplex 2205 con diferentes porcentajes de daño.

Daño [%]	E [GPa]	σ_f [MPa]
0	182.067	560
25	198.034	617
50	205.855	620
75	200.216	623

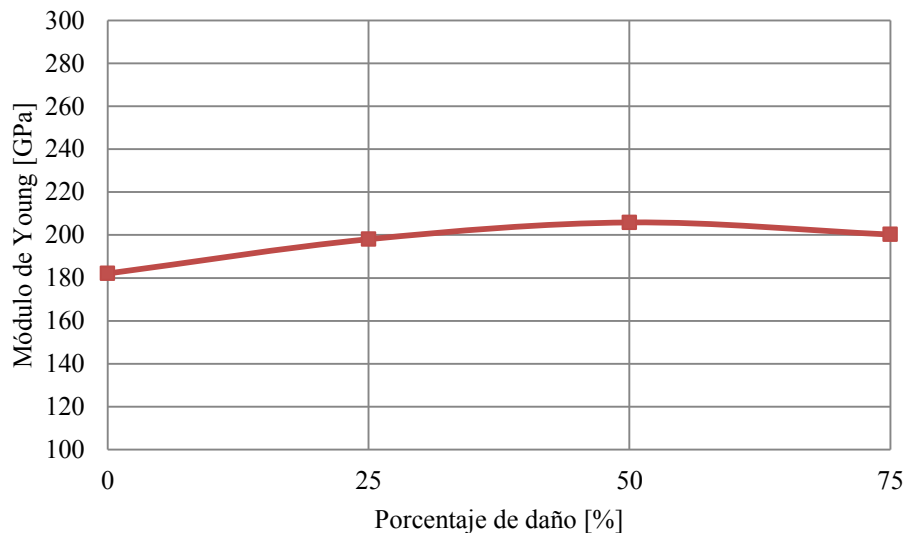


Figura 5.43 Variación de módulo de Young con el porcentaje de daño inducido en uniones soldadas.

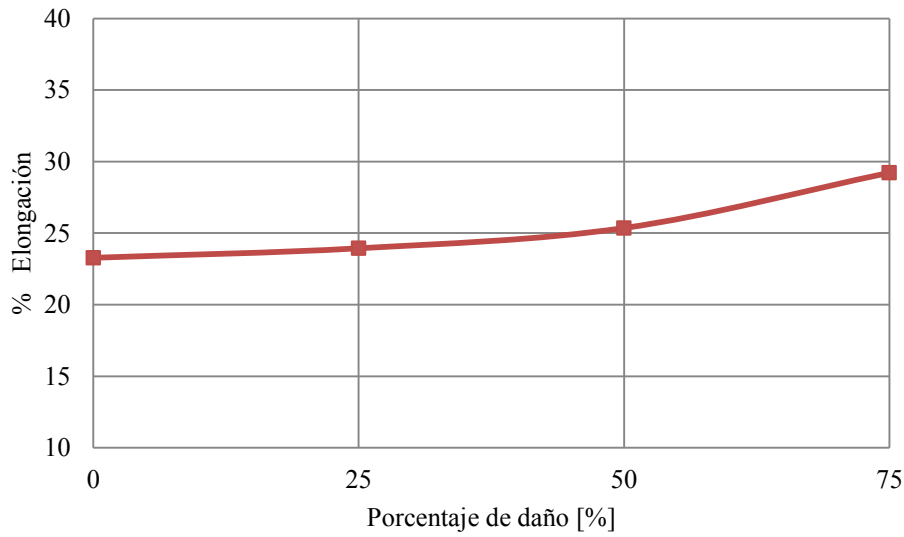


Figura 5.44 Variación de porcentaje de elongación con el porcentaje de daño inducido en uniones.

5.6.4 Análisis microestructural del modo de falla.

La figura 5.45 muestra una secuencia de micrografías de la región de fractura de las probetas sin y con daño previo por fatiga. La figura 5.45a) muestra la fractura de la probeta soldada y sin daño, la fractura muestra un comportamiento dúctil, en el que el modo de falla presenta la formación de un cuello con forma elíptica, además se observan estriaciones las cuales son un indicativo del flujo de material causado por el proceso de deformación. La figura 5.45b), muestra la fractura de la probeta con 25% de daño, la cual presenta la formación de un cuello más circular, la figura 5.45c) con 50% de daño, presenta la formación un cuello similar al de la unión soldada sin daño pero a diferencia el cuello tiene un área mayor. En la figura 5.45d) se observa el modo de falla del espécimen fatigado a 75% de daño, también presenta la formación de un cuello con forma elíptica además se observan estriaciones, solo que el cuello en este espécimen es el menor en área. Además, se pueden observar dos regiones, una región (R1) con forma semielíptica y localizada en el centro, donde se da el inicio de la fractura, al mismo tiempo, se observa una región de deformación plástica, donde el material continuó deformándose antes de fracturarse por completo.

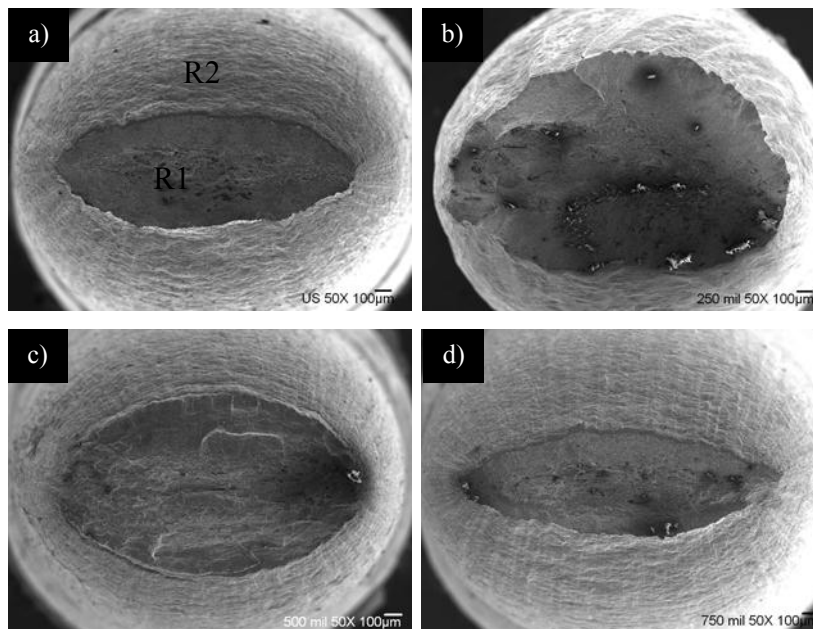


Figura 5.45 Modo de falla de a) ensayo de tensión de unión soldada, b) unión soldada con 25% de daño, c) unión soldada con 50% de daño y d) unión soldada con 75% de daño.

Con la finalidad de observar las dos regiones en la superficie de fractura, la figura 5.46 se muestran micrografías de las dos regiones. La parte central de las probetas muestran un tipo de fractura dúctil, figura 5.46a, c, g y e) (marcada como R1) se observa la presencia de microhuecos que en materiales que tienen partículas microscópicas de segunda fases que al ser muy duras se separan de la matriz cuando se aplica un esfuerzo suficiente para romper las uniones interfaciales entre partícula y matriz. Esto promueve la formación de microhuecos y la fractura ocurre cuando estos se conectan y forman grietas de tamaño crítico. La densidad y el tamaño de huecos es menor en la unión soldada sin daño y con 25% de daño en comparación con las probetas dañadas a 50 y 75%. Las fractografías de la figura 5.46 del lado derecho son los de la R2, presentan deformación plástica debido a que en esta región se el mecanismo de fractura es dominado por esfuerzos cortantes.

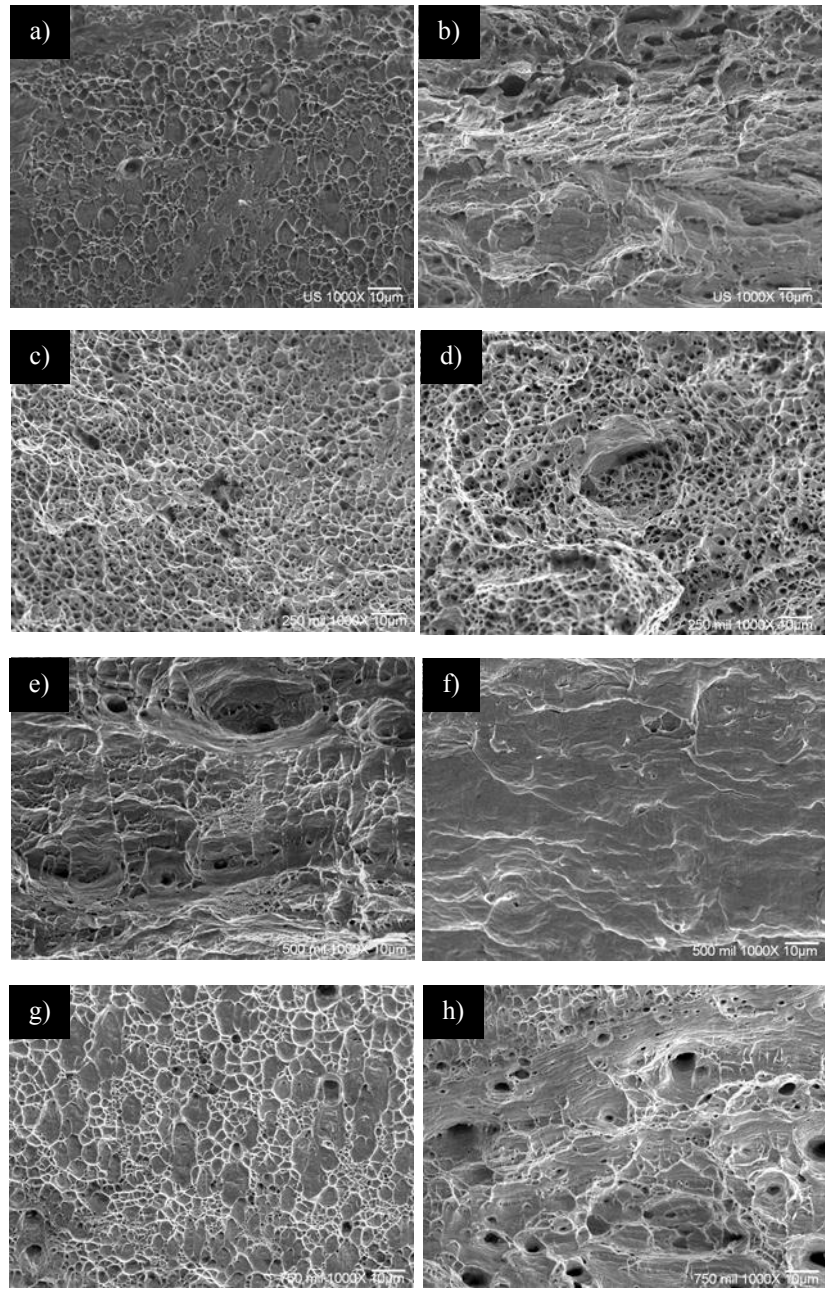


Figura 5.46 Fractografías de a) ensayo de tensión de unión soldada R1, b) unión soldada R2, c) unión soldada con 25% de daño R1, d) unión soldada con 25% de daño R2, e) unión soldada con 50% de daño R1, f) unión soldada con 50% de daño R2, g) unión soldada con 75% de daño R1 y h) unión soldada con 75% de daño R2.

CAPÍTULO VI

CONCLUSIONES

6.1 Conclusiones

- Los cambios microestructurales del acero inoxidable dúplex 2205 en cuanto morfología, contenido de austenita-ferrita, precipitación de fases secundarias y cambios en tamaño de grano son fuertemente dependientes de la temperatura y el tiempo de permanencia. Los cambios en el contenido de ferrita muestran que la temperatura es un factor importante así como el tiempo de envejecimiento.
- Las propiedades de impacto se reducen dramáticamente aún en tiempos cortos de envejecimiento. Por ejemplo a 900°C y 5 minutos de permanencia, el material ha perdido aproximadamente el 77% de la energía absorbida comparado con el espécimen de 5 minutos a 700°C y después de 5 minutos la energía disminuye drásticamente.
- En las mediciones de ondas de corte se encontró que la velocidad en el modo rápido disminuye conforme se incrementa el tiempo de envejecimiento y en el modo lento permanece sin cambios para los diferentes tiempos de envejecimiento. La tendencia en las mediciones de ondas de corte en el modo rápido es la misma que la del contenido de ferrita para ambas temperaturas y no es sensible los cambios en las propiedades de impacto en tiempos cortos de envejecimiento.
- Las mediciones de atenuación indican que el coeficiente de atenuación disminuye debido a dos causas, la primera se debe a la formación de fronteras de grano en tiempos cortos de envejecimiento y la segunda causado por la disminución de la cantidad de ferrita en tiempos largos de envejecimiento. Los resultados de ensayos no destructivos indican que la atenuación ultrasónica se puede relacionar a la transformación de ferrita causada por el envejecimiento por lo que el coeficiente de atenuación puede ser usado como evaluación no destructiva para monitorear las propiedades de impacto de componentes en servicio.

- Los resultados en ultrasonido no lineal muestran un incremento en la amplitud del segundo armónico normalizado conforme se incrementa la distancia de propagación. El espécimen sin daño o metal base tiene una amplitud del segundo armónico normalizado 20% menor que los especímenes dañados por envejecimiento térmico (a 12 o 13cm de distancia de propagación); en base a estos números podemos decir que es factible diferenciar por medio de estas mediciones cuando un material se encuentra dañado térmicamente o no. La dureza y la pendiente normalizada hasta los resultados de 24 horas se puede ver que tienen el mismo comportamiento la dureza y la pendiente normalizada a 700°C, solo que la pendiente parece mas sensible. Sin embargo, a tiempos mayores ya no es posible que funcione el parámetro de no linealidad porque el crecimiento de la fase sigma causa que la interface pase de coherente a incoherente y según los modelos el parámetro de no linealidad no funciona en interfaces incoherentes.

- El potencial termoeléctrico en los aceros inoxidable dúplex es sensible a las transformaciones de la ferrita en austenita secundaria y fase sigma. Los cambios en el potencial termoeléctrico se relacionan con la reducción en el contenido de ferrita. De hecho, existe una relación lineal entre el potencial termoeléctrico y el contenido de ferrita, que puede ser usada para predecir indirectamente la cinética de transformación. El incremento del PTE presentado en las series de 650°C y 700°C se atribuyen a la precipitación de carburos y la formación de nuevas fronteras de grano.

- La fracción volumétrica de la fase sigma se incrementa con el tiempo de envejecimiento y se convierten en partículas gruesas. La fase sigma es la de mayor importancia debido a su velocidad de crecimiento rápida y porcentajes en volumen altos. Estos resultados afectan las mediciones en ultrasonido no lineal.

- La microestructura del acero inoxidable 2205 envejecido afecta la resistencia a la corrosión en función del tiempo de permanencia esto es causado por la precipitación de fase sigma que empobrece a sus alrededores de los elementos Cr y Mo. El PTE

puede ser utilizado para determinar el grados de sensibilización en acero inoxidable dúplex 2205. Existe una relación directa entre el PTE y el grado de sensibilización DOS, mientras que el primero disminuye la I_p/I_a aumenta. De manera que se puede establecer un monitoreo en componentes incluso que si estos se encuentran en servicio.

- La unión soldada con material de aporte ER-2209, resultó satisfactoria sin encontrarse de manera evidente en la metalografías la precipitaciones de segundas fases. La unión presentó comportamiento a la tensión similar en las dos probetas ensayadas y buena ductilidad. Las probetas ensayadas en fatiga rebasaban el millón de ciclos sin llegar a la fractura, por lo que se tomó como referencia el millón de ciclos para inducir el daño por fatiga y evaluar el efecto en las propiedades mecánicas. Las uniones soldadas presentan comportamiento global similar entre las que tienen 25, 50 y 75% de daño y un ligero incremento en comparación a la soldadura sin daño. La soldadura sin daño en propiedades mecánicas como el módulo de Young y esfuerzo de fluencia la cual es aproximadamente 10% menor que las probetas que tienen daño. El análisis en las superficies de fractura indican que el mecanismo de fractura presentado es coalescencia de micro-huecos formados en el centro de la probeta.

6.2 Trabajo futuro.

Evaluar el comportamiento dinámico mediante la barra Hopkinson para determinar las propiedades del acero inoxidable dúplex 2205 a velocidades de deformación altas. Esta evaluación es importante y novedosa por relacionar fatiga con ensayos dinámicos. Los niveles de esfuerzos grandes, tales como los que se encuentran en aplicaciones de impacto o explosión, han sido usados para mostrar que los fenómenos de endurecimiento y transición de fases pueden afectar la resistencia de la mayoría de los materiales.

BIBLIOGRAFÍA

1. Kobayashi, D.Y. and S. Wolyneć, *Evaluation of the low corrosion resistant phase formed during the sigma phase precipitation in duplex stainless steels*. Materials Research, 1999. **2**: p. 239-247.
2. Bhattacharya, A. and P. Singh, *Effect of heat treatment on corrosion and stress corrosion cracking of S32205 duplex stainless steel in caustic solution*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2009. **40**(6): p. 1388-1399.
3. Lippold, J.C. and D.J. Kotećki, *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steel*, ed. J.W.a. Sons2005, Hoboken, New Jersey.
4. Chen, T.H., K.L. Weng, and 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 A, 2002. **338**(1-2): p. 259-270.
5. L., W.K., C.H. R., and Y.J. R., *The low-temperature aging embrittlement in a 2205 duplex stainless steel*. Materials Science and Engineering: A, 2004. **379**(1-2): p. 119-132.
6. Henrik, S. and S. Rolf, *Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205*. Materials Science and Engineering: A, 2007. **444**(1-2): p. 271-276.
7. Sathirachinda, N., R. Pettersson, and J. Pan, *Depletion effects at phase boundaries in 2205 duplex stainless steel characterized with SKPFM and TEM/EDS*. Corrosion Science, 2009. **51**(8): p. 1850-1860.
8. Sathirachinda, N., et al., *Study of nobility of chromium nitrides in isothermally aged duplex stainless steels by using SKPFM and SEM/EDS*. Corrosion Science, 2010. **52**(1): p. 179-186.
9. Kordatos, J.D., G. Fourlaris, and G. Papadimitriou, *The effect of cooling rate on the mechanical and corrosion properties of SAF 2205 (UNS 31803) duplex stainless steel welds*. Scripta Materialia, 2001. **44**(3): p. 401-408.
10. Kim, S.-B., K.-W. Paik, and Y.-G. Kim, *Effect of Mo substitution by W on high temperature embrittlement characteristics in duplex stainless steels*. Materials Science and Engineering A, 1998. **247**(1-2): p. 67-74.
11. Lee, K.M., H.S. Cho, and D.C. Choi, *Effect of isothermal treatment of SAF 2205 duplex stainless steel on migration of $[\delta]/[\gamma]$ interface boundary and growth of austenite*. Journal of Alloys and Compounds, 1999. **285**(1-2): p. 156-161.

12. Chen, T.H. and J.R. Yang, *Effects of solution treatment and continuous cooling on σ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel*. Materials Science and Engineering: A, 2001. **311**(1-2): p. 28-41.
13. Lai, J.K.L., K.W. Wong, and D.J. Li, *Effect of solution treatment on the transformation behaviour of cold-rolled duplex stainless steels*. Materials Science and Engineering A, 1995. **203**(1-2): p. 356-364.
14. Benkirat, D., P. Merle, and R. Borrelly, *Effects of precipitation on the thermoelectric power of iron-carbon alloys*. Acta Metallurgica, 1988. **36**(3): p. 613-620.
15. Elmer, J.W., T.A. Palmer, and E.D. Specht, *In situ observations of sigma phase dissolution in 2205 duplex stainless steel using synchrotron X-ray diffraction*. Materials Science and Engineering: A, 2007. **459**(1-2): p. 151-155.
16. Hättestrand, M., et al., *Study of decomposition of ferrite in a duplex stainless steel cold worked and aged at 450-500 °C*. Materials Science and Engineering: A, 2009. **499**(1-2): p. 489-492.
17. Kawaguchi, Y. and S. Yamanaka, *Mechanism of the change in thermoelectric power of cast duplex stainless steel due to thermal aging*. Journal of Alloys and Compounds, 2002. **336**(1-2): p. 301-314.
18. Viswanath, A., et al., *Microstructural characterization of M250 grade maraging steel using nonlinear ultrasonic technique*. Journal of Materials Science, 2010. **45**(24): p. 6719-6726.
19. Pohl, M., O. Storz, and T. Glogowski, *Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel*. Materials Characterization, 2007. **58**(1): p. 65-71.
20. Calliari, I., M. Zanesco, and E. Ramous, *Influence of isothermal aging on secondary phases precipitation and toughness of a duplex stainless steel SAF 2205*. Journal of Materials Science, 2006. **41**(22): p. 7643-7649.
21. Advani, A.H., et al., *Quantitative mapping of time-temperature-strain effects on sensitization of type 316 stainless steels*. Scripta Metallurgica et Materialia, 1991. **25**(2): p. 343-348.
22. Yuko, D. and S. Wolyneć, *Evaluation of the low corrosion resistant phase formed during the sigma phase precipitation un duplex stainless steels*. Materials Research, 1999. **2**(4): p. 239-247.

23. Liou, H.-Y., R.-I. Hsieh, and W.-T. Tsai, *Microstructure and stress corrosion cracking in simulated heat-affected zones of duplex stainless steels*. Corrosion Science, 2002. **44**(12): p. 2841-2856.
24. Cíhal, V. and R. Stefec, *On the development of the electrochemical potentiokinetic method*. Electrochimica Acta, 2001. **46**: p. 3867-3877.
25. Majidi, A.P. and M.A. Streicher, *The double loop reactivation method for detecting sensitization in AISI 304 stainless steels*. Corrosion, 1984. **40**: p. 584-593.
26. Amadou, T., H. Sidhom, and C. Braham, *Double loop electrochemical potentiokinetic reactivation test optimization in checking of duplex stainless steel intergranular corrosion susceptibility*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2004. **35**(11): p. 3499-3513.
27. Park, C.-J. and H.-S. Kwon, *Effects of aging at 475 °C on corrosion properties of tungsten-containing duplex stainless steels*. Corrosion Science, 2002. **44**(12): p. 2817-2830.
28. Shaikh, H., et al., *Use of eddy current testing method in detection and evaluation of sensitisation and intergranular corrosion in austenitic stainless steels*. Corrosion Science, 2006. **48**(6): p. 1462-1482.
29. Yanliang, H., B. Kinsella, and T. Becker, *Sensitisation identification of stainless steel to intergranular stress corrosion cracking by atomic force microscopy*. Materials Letters, 2008. **62**: p. 1863-1866.
30. Takaya, S., et al., *Estimation of stress corrosion cracking of type 304 stainless steel by magnetic force microscope*. Journal of Nuclear Materials, 2004. **327**: p. 19-26.
31. Moura, V.S., et al., *Influence of microstructure on the corrosion resistance of the duplex stainless steel UNS S31803*. Materials Characterization, 2008. **59**(8): p. 1127-1132.
32. Dayal, R.K., N. Parvathavarthini, and B. Raj, *Influence of metallurgical variables on sensitization kinetics in austenitic stainless steels*. International Metallurgical Reviews, 2005. **50**(3): p. 129-155.
33. Moura, V., et al., *Investigation of cracks and sensitization in an AISI 304L stainless steel exposed to 500-600 °C*. Engineering Failure Analysis, 2008. **16**(1): p. 545-551.

34. Sánchez-Santana, U., et al., *Effect of fatigue damage induced by cyclic plasticity on the dynamic tensile behavior of materials*. International Journal of Fatigue, 2008. **30**(10–11): p. 1708-1719.
35. Rubio-González, C., et al., *Dynamic fracture toughness of pre-fatigued materials*. International Journal of Fatigue, 2008. **30**(6): p. 1056-1064.
36. Bartali, A.E., V. Aubin, and S. Degallaix, *Surface observation and measurement techniques to study the fatigue damage micromechanisms in a duplex stainless steel*. International Journal of Fatigue, 2009. **31**(11–12): p. 2049-2055.
37. Serre, I., D. Salazar, and J.B. Vogt, *Atomic force microscopy investigation of surface relief in individual phases of deformed duplex stainless steel*. Materials Science and Engineering: A, 2008. **492**(1–2): p. 428-433.
38. Cabrera, J.M., et al., *Hot deformation of duplex stainless steels*. Journal of Materials Processing Technology, 2003. **143-144**: p. 321-325.
39. Capello, E., et al., *Laser welding and surface treatment of a 22Cr–5Ni–3Mo duplex stainless steel*. Materials Science and Engineering: A, 2003. **351**(1–2): p. 334-343.
40. Botvina, L.R., L.J. Fradkin, and B. Bridge, *A new method for assessing the mean grain size of polycrystalline materials using ultrasonic NDE*. Journal of Materials Science, 2000. **35**(18): p. 4673-4683.
41. Cantrell, J.H., *Crystalline structure and symmetry dependence of acoustic nonlinearity parameters*. J. Appl. Phys., 1994. **76**(6): p. 3372-3380.
42. Kim, J.Y., et al., *Acoustic Nonlinearity Parameter Due to Microplasticity*. Journal of Nondestructive Evaluation, 2006. **25**(1): p. 28-36.
43. Liu, M., et al., *Experimental study of nonlinear Rayleigh wave propagation in shot-peened aluminum plates--Feasibility of measuring residual stress*. NDT & E International, 2011. **44**(1): p. 67-74.
44. Cantrell, J.H., W.T. Yost, and S. Razvi, *Effective nonlinearity parameters of aluminum alloys as function of volumen fraction of second phase precipitates*. Ultrasonics symposium 1986: p. 1075-1078.
45. Kim, J.-Y., L.J. Jacobs, and J. Qu, *Experimental characterization of fatigue damage in a nickel-base superalloy using nonlinear ultrasonic waves*. J. Acoust. Soc. Am., 2006: p. 1266-1273.

46. Herrmann, J., et al., *Assessment of material damage in a nickel-base superalloy using nonlinear Rayleigh surface waves*. Journal of applied physics, 2006. **99**(124913): p. 1-8.
47. Rose, R.M., L.A. Shepard, and J. Wulff, *Propiedades Electronicas*, 1968: p. 94-97.
48. E.B., H., S. C.M., and T. W., *Nondestructive testing handbook*. ASNT, 1995. **9**: p. 363-376.
49. CM, S., *Symposium on Methods for the Identification and Sorting of Metals and Metal Alloys*. J Test Eval 1987. **15**: p. 224-230.
50. W, M., *Introduction to Thermoelectric Nondestructive Testing*. Materials Evaluation, 1991. **9**: p. 1081-1088.
51. P.B., N. and H. J., Review of progress in quantitative NDE, 1998. **17**: p. 1573-1580.
52. Hu, J. and P.B. Nagy, *On the role of interface imperfections in thermoelectric nondestructive materials characterization*. Applied Physics Letters, 1998. **73**(4): p. 467-469.
53. Kleber, X., *Detection of surface and subsurface heterogeneities by the hot tip thermoelectric power method*. NDT & E International, 2008. **41**(5): p. 364-370.
54. Lasseigne, A., et al., *Microstructural assessment of nitrogen-strengthened austenitic stainless-steel welds using thermoelectric power*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2005. **36**(11): p. 3031-3039.
55. A.N., L., O. D.L., and B. T., Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, 2005. **24**: p. 1189-1196.
56. J.F., N., *Phys. Properties of Crystals*, 1985.
57. Brachet, J.C., *Correlation Between Thermoelectric Power (TEP) and Martensite Start Temperature (Ms) Measurements of 9Cr-W-V-(Ta) Martensitic Steels*. JOURNAL DE PHYSIQUE IV, 1995. **5**: p. 339-344.
58. Bergman, R.H. and R.A. Shahbender, *Effect of Statically Applied Stresses on the Velocity of Propagation of Ultrasonic Waves*. Vol. 29. 1958: AIP. 1736-1738.

59. Rogers, P.H. and A.L. Van Buren, *An exact expression for the Lommel-diffraction correction integral*. The Journal of the Acoustical Society of America, 1974. **55**(4): p. 724-728.
60. Escriba, D.M., et al., *Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel*. Materials Characterization, 2009. **60**(11): p. 1214-1219.
61. Palmer, T.A., J.W. Elmer, and S.S. Babu, *Observations of ferrite/austenite transformations in the heat affected zone of 2205 duplex stainless steel spot welds using time resolved X-ray diffraction*. Materials Science and Engineering A, 2004. **374**(1-2): p. 307-321.
62. Deng, B., et al., *Evaluation of localized corrosion in duplex stainless steel aged at 850°C with critical pitting temperature measurement*. Electrochimica Acta, 2009. **54**(10): p. 2790-2794.
63. Wang, X.-f., W.-q. Chen, and H.-g. Zheng, *Influence of isothermal aging on σ precipitation in super duplex stainless steel*. International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 2010. **17**(4): p. 435-440.
64. de Albuquerque, V.H.C., et al., *Spinodal decomposition mechanism study on the duplex stainless steel UNS S31803 using ultrasonic speed measurements*. Materials & Design, 2010. **31**(4): p. 2147-2150.
65. Choo, W.K., J.H. Kim, and J.C. Yoon, *Microstructural change in austenitic Fe-30.0wt%Mn-7.8wt%Al-1.3wt%C initiated by spinodal decomposition and its influence on mechanical properties*. Acta Materialia, 1997. **45**(12): p. 4877-4885.
66. Pardal, J.M., et al., *Influence of the grain size on deleterious phase precipitation in superduplex stainless steel UNS S32750*. Materials Characterization, 2009. **60**(3): p. 165-172.
67. Ghosh, S.K. and S. Mondal, *High temperature ageing behaviour of a duplex stainless steel*. Materials Characterization, 2008. **59**(12): p. 1776-1783.
68. Jhang, K.-Y., *Applications of nonlinear ultrasonics to the NDE of material degradation*. Transactions on ultrasonics, ferroelectrics and frequency control 2000 **47**(3): p. 540-548.
69. Barnard, D., G. Dace, and O. Buck, *Acoustic harmonic generation due to thermal embrittlement of inconel 718*. Journal of Nondestructive Evaluation, 1997. **16**(2): p. 67-75.

70. Cantrell, J.H. and W.T. Yost, *Effect of precipitate coherency strains on acoustic harmonic generation*. J. Appl. Phys., 1996. **81**(7): p. 2957-2962.
71. Sasikala, G., S.K. Ray, and S.L. Mannan, *Kinetics of transformation of delta ferrite during creep in a type 316(N) stainless steel weld metal*. Materials Science and Engineering: A, 2003. **359**(1-2): p. 86-90.
72. Xiang, Y., et al., *Experimental study of thermal degradation in ferritic Cr-Ni alloy steel plates using nonlinear Lamb waves*. NDT & E International, 2011. **44**(8): p. 768-774.
73. Carreon, H., *Effects of Texture on Thermoelectric Power in Ti-6Al-4V*. ASME Conference Proceedings, 2006. **2006**(4773X): p. 591-596.
74. H, C., et al., *Caracterización no destructiva de la textura en una aleación de titanio*. . Foro de Ingeniería e investigación en materiales, 2005. **2**: p. 168-173.
75. Capdevila, C., et al., *Application of thermoelectric power measurements to the study of cold rolled austenitic stainless steels*. Journal of Materials Science, 2009. **44**(16): p. 4499-4502.
76. Massardier, V., et al., *Comparison of the evaluation of the carbon content in solid solution in extra-mild steels by thermoelectric power and by internal friction*. Scripta Materialia, 2004. **50**(12): p. 1435-1439.
77. Brahmi, A. and R. Borrelly, *Study of aluminium nitride precipitation in pure Fe-Al-N alloy by thermoelectric power measurements*. Acta Materialia, 1997. **45**(5): p. 1889-1897.
78. Ferrer, J.P., et al., *Comparison of the annealing behaviour between cold and warm rolled ELC steels by thermoelectric power measurements*. Acta Materialia, 2007. **55**(6): p. 2075-2083.
79. Badji, R., et al., *Effect of solution treatment temperature on the precipitation kinetic of [sigma]-phase in 2205 duplex stainless steel welds*. Materials Science and Engineering: A, 2008. **496**(1-2): p. 447-454.
80. Arıkan, M. and M. Doruk, *Determination of susceptibility to intergranular corrosion of UNS31803 type duplex stainless steel by electrochemical reactivation method*. Turkish J. Eng. Env. Sci., 2008. **32**: p. 323-335.

81. Adhe, K., et al., *Influence of sigma-phase formation on the localized corrosion behavior of a duplex stainless steel*. Journal of Materials Engineering and Performance, 1996. **5**(4): p. 500-506.
82. Chen, T.H. and J.R. Yang, *Effects of solution treatment and continuous cooling on [sigma]-phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel*. Materials Science and Engineering A, 2001. **311**(1-2): p. 28-41.
83. Hsiao, W.-Y., et al., *Effects of dynamic impact on mechanical properties and microstructure of special stainless steel weldments*. Materials Chemistry and Physics, 2008. **111**(1): p. 172-179.
84. Badji, R., et al., *Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds*. Materials Characterization, 2008. **59**(4): p. 447-453.
85. Sieurin, H. and R. Sandström, *Austenite reformation in the heat-affected zone of duplex stainless steel 2205*. Materials Science and Engineering: A, 2006. **418**(1-2): p. 250-256.

ANEXOS

Anexo I



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALURGICAS
DEPARTAMENTO DE SOLDADURA

Welding Procedure Specification (WPS)

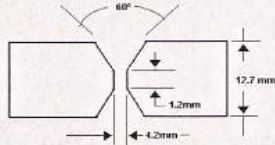
Prequalified Qualified by testing

Procedure Qualification Records (PQR)

Company Name: IIMSOLD-UMSNH
Welding Process (es): TIG/MIG
WPS: WPS-20
Supporting PQR #: PQR-20-02/09

PREHEAT
Preheat Temperature Min.: n/a
Interpass Temperature:
Min.: 60° Max.: 120° C

JOINT DESIGN USED



Type: Single Double Weld

Backing: yes no
Backing Material: n/a
Root Opening: 1,2 mm
Root Face Dimension: 1,2 mm
Groove Angle: 60°
Radius (J-U): n/a
Back Gouging: yes no
Method: GRINDING

WELDING PROCESS TYPE
Type Manual Semiautomatic
Automatic ---

POSITION
Position of Groove: 1G Fillet: n/a
Vertical Progression: -- up down --

ELECTRICAL CHARACTERISTICS
Transfer Mode: Spray --- Globular
--- Short-Circuiting

Current: AC DCEP DCEN Pulsed

Amps Range: 100 - 280
Volts Range: 25 - 30
Electrode Wire
Speed Range: 8-16 m/min

BASE METALS
Material Specification: A.S.T.M. 2205
Type or Grade: Duplex
Thickness: 12,7 MM
Groove Fillet:
Diameter (Pipe): n/a

Tungsten Electrode (GTAW):
Size: 3/32"
Type: 1% THORIATED

FILLER METALS
AWS Specification: A 5.9
AWS Classification: ER 2209

TECHNIQUE
Stringer or Weave Bead: Cordon/Stringer
Multi-Pass Single Pass per Side:
Number of Filler Metal: 1- Ø = 1.6 mm
Contact Tube to Work Distance: 5 - 15 mm
Peening: n/a
Interpass Cleaning: Wire Brush

SHIELDING
Flux: n/a Gas: Ar-O₂
Composition: 98 - 2 %
Electrode-Flux (class): n/a
Flow Rate: 30 - 25 Lts/min
Gas Coup Size: 19 mm

POST WELD HEAT TREATMENT
Temperature Range: n/a
Heating rate: n/a Cooling Rate: n/a
Holding Time: n/a

Revisión: ---	Elaboró:	Autorizó:	VoBo:	Hoja: 1 de 6
Date: 10 02 09	M.C. Salvador Cardenas A.	Dr. Quauhtlan Maldonado	Dr. Gilberto Ruiz M.	



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES
METALÚRGICAS
DEPARTAMENTO DE SOLDADURA

Welding Procedure Specification (WPS)

Prequalified Qualified by testing

Procedure Qualification Records (PQR)

Company Name: IIMSOLD-UMSNH
Procedure Qualification: PQR-20-02/09
Supporting WPS: WPS - 20

PREHEAT
Preheat Temperature Min.: ---
Interpass Temperature:
Min.: 60° Max.: 120° C

JOINT DESIGN USED
Type: Double Weld
 Single

WELDING PROCESS TYPE
Type Manual Semiautomatic
Automatic ---

Backing: yes no
Backing Material: n/a
Root Opening: 1,2 mm
Root Face Dimension: 1,2 mm
Groove Angle: 60°
Radius (J-U): n/a
Back Gouging: yes no
Method: GRINDING

POSITION
Position of Groove: 1G Fillet: n/a
Vertical Progression -- up down --

BASE METALS
Material Specification: ASTM 2205
Type or Grade: Duplex
Thickness: 12,7 mm
Groove Fillet:
Diameter (Pipe): n/a

ELECTRICAL CHARACTERISTICS
Transfer Mode: Spray --- Globular
--- Short-Circuiting
Current: AC DCEP DCEN Pulsed
Other: ---

FILLER METALS
AWS Specification: A 5.9
AWS Classification: ER 2209

Tungsten Electrode (GTAW):
Size: 3/32"
Type: 1% THORIATED

SHIELDING
Flux: --- Gas: Ar-O₂
Composition: 98 - 2 %
Electrode-Flux (class): n/a
Flow Rate: 25 Lts/min
Gas Coup Size: 19 mm

TECHNIQUE
Stringer or Weave Bead: Cordon/Stringer
Multi-Pass Single Pass per Side:
Number of electrodes: 1- Ø = 1.6 mm
Contact Tube to Work Distance: 15 mm
Peening: ---
Interpass Cleaning: WIRE BRUSH

POST WELD HEAT TREATMENT
Temperature Range: n/a
Heating rate: n/a Cooling Rate: n/a
Holding Time: n/a

Pass	Process	Filler Metals	Ø Filler mm	Current type & Polarity	Current Amps	Volts	Travel Speed	Joint Details
1	TIG	ER 2209	1,6	DC (+)	115	10	6.25 Cm/min	
2	TIG	ER 2209	1,6	DC (+)	110	10	6.25 Cm/min	
3	MIG	ER 2209	1,6	DC (+)	275	26,5	25.0 Cm/min	
4	MIG	ER 2209	1,6	DC (+)	276	26,5	25.0 Cm/min	

Revisión: --- Elaboró: M.C. Salvador Cárdenas A. Autorizó: Dr. Cuauhtémoc Maldonado VoBo: Dr. Alberto Ruiz M. Hoja: 2 de 6
Date: 10 02 09

**PROCEDURE QUALIFICATION RECORD (PQR)
TEST RESULTS**

CODIGO APLICABLE: A.S.M.E.	PARTE: SECC. IX	VERSIÓN: 2000	WPS: 20	PQR: 20-02/09
PROYECTO: COMPORTAMIENTO DINAMICO DE UNIONES SOLDADAS MEDIANTE EL PROCESO GMAW EN ACERO INOXIDABLE DUPLEX				Hoja: 3 de 6

TENSILE TEST

SPECIMEN #	Ø mm	THICKNESS	AREA	Ultimate Load Nw	Ultimate Unit Stress, Mpa	CHARACTER OF FAILURE AND LOCALITATION

GUIDE BEND TEST

SPECIMEN #	TYPE OF BEND	RESULT	REMARKS

TOUGHNESS TEST

SPECIMEN #	Notch Location	Notch type	Test Temp	Impact Values	Shear %	Break	
						Si	no

INSPECCION VISUAL

Apariencia: ACCEPTABLE
 Raiz: ACCEPTABLE
 Porosidades: No
 Convexidad: No

ENSAYO EN SOLDADURAS DE FILLETE

Macroataque: ---
 Penetración: ---
 Resultado: ---

OTHER TEST

Hardness (HB) / Dureza		Deposit Analysis:		Remarks / Observaciones
Parent Metal:	---	C:	Mn: --- Ni: ---	
Weld:	---	Si:	Mo: ---	
ZAT:	---	S:	Cr: ---	

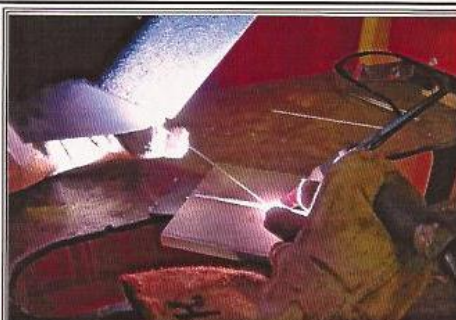
 DR. CUAUHTÉMOC MALDONADO JEFE DEPARTAMENTO SOLDADURA	 DR. ALBERTO RUIZ MARÍN ASESOR PROYECTO TESIS	 M.C. SALVADOR GÁRDENAS ARRIETA RESPONSABLE LABORATORIO SOLDADURA
---	---	---

REGISTRO FOTOGRAFICO

FECHA: 10 FEBRERO 2009 **PQR No. :** 20-02/09 **HOJA:** 4 **DE:** 6
USUARIO: M.C. NOEMI ORTIZ LARA / DEPARTAMENTO DE ENSAYOS NO DESTRUCTIVOS
DESCRIPCION DEL PROYECTO: COMPORTAMIENTO DINAMICO DE UNIONES SOLDADAS DE ACERO INOXIDABLE DUPLEX
LOCALIZACIÓN: LABORATORIO DE SOLDADURA DEL IIM-UMSNH, EDIFICIO U, INTERIOR I, CIUDAD UNIVERSITARIA.
DESCRIPCION DE LA ACTIVIDAD: EJECUCION DE UNA UNION POR SOLDADURA MEDIANTE LOS PROCESOS GTAW/GMAW



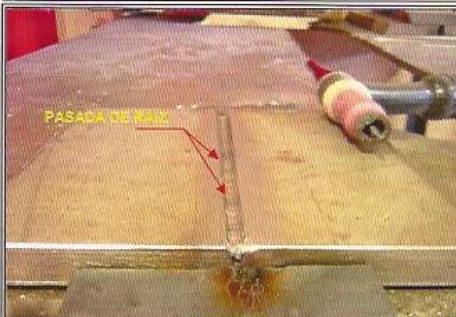
VISTA GENERAL DEL EQUIPO DE SOLDADURA GTAW (TIG)



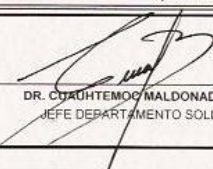
EJECUCION DE LA PASADA DE RAIZ MEDIANTE EL PROCESO TIG




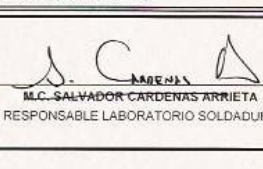
LACTURA Y REGISTRO DE LOS PARAMETROS DE SOLDADURA
(AMPERAJE/VOLTAJE)



VISTA FRONTAL PROBETA, DONDE SE APRECIA LA PASADA DE RAIZ
ELABORADA MEDIANTE TIG


 DR. CUAUHTEMOC MALDONADO ZEPEDA
 JEFE DEPARTAMENTO SOLDADURA


 DR. ALBERTO RUIZ MARINÉS
 ASESOR TESIS


 M.C. SALVADOR CARDENAS ARRIETA
 RESPONSABLE LABORATORIO SOLDADURA

REGISTRO FOTOGRAFICO

FECHA: 26 OCTUBRE 2007 PQR No. : 20-02/09 HOJA: 5 DE: 6

USUARIO: M.C. NOEMI ORTIZ LARA / DEPARTAMENTO DE ENSAYOS NO DESTRUCTIVOS

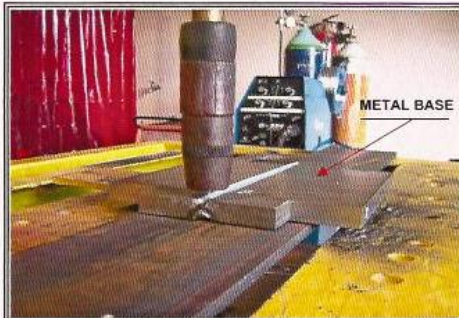
DESCRIPCION DEL PROYECTO: COMPORTAMIENTO DINAMICO DE UNIONES SOLDADAS DE ACERO INOXIDABLE DUPLEX

LOCALIZACIÓN: LABORATORIO DE SOLDADURA DEL IIM-UMSNH, EDIFICIO U, INTERIOR I, CIUDAD UNIVERSITARIA.

DESCRIPCION DE LA ACTIVIDAD: EJECUCION DE UNA UNION POR SOLDADURA MEDIANTE LOS PROCESOS GMAW & TIG



EQUIPO DE SOLDADURA GMAW (MIG/MAG)



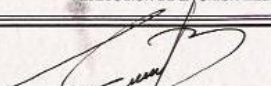
VISTA DE LA PROBETA DE SOLDADURA

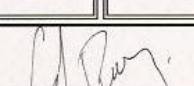


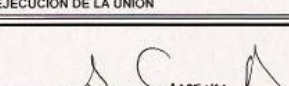
EJECUCION DE LA UNION MEDIANTE GMAW



TOMA DE LECTURAS DEL REGIMEN DE SOLDADURA DURANTE LA EJECUCION DE LA UNION


DR. CUAUHTEMOC MALDONADO ZEPEDA
JEFE DEPARTAMENTO SOLDADURA


DR. ALBERTO RUIZ MARIN
ASESOR TESIS


M.C. SALVADOR CARDENAS ARRIETA
RESPONSABLE LABORATORIO SOLDADURA

REGISTRO FOTOGRAFICO

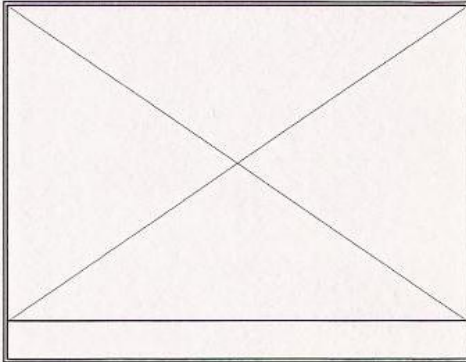
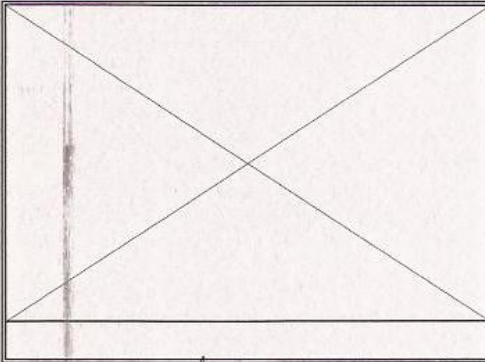
FECHA: 26 OCTUBRE 2007 PQR No. : 20-02/09 HOJA: 6 DE: 6
USUARIO: M.C. NOEMI ORTIZ LARA / DEPARTAMENTO DE ENSAYOS NO DESTRUCTIVOS
DESCRIPCION DEL PROYECTO: COMPORTAMIENTO DINAMICO DE UNIONES SOLDADAS DE ACERO INOXIDABLE DUPLEX
LOCALIZACION: LABORATORIO DE SOLDADURA DEL IIM-UMSNH, EDIFICIO U, INTERIOR I, CIUDAD UNIVERSITARIA.
DESCRIPCION DE LA ACTIVIDAD: EJECUCION DE UNA UNION POR SOLDADURA MEDIANTE LOS PROCESOS GTAW/GMAW



REGISTRO Y CONTROL DE LA TEMPERATURA ENTRE PASOS



PROBETA SOLDADA



[Signature]
DR. QUARTEMOC MALDONADO ZEPEDA
JEFE DEPARTAMENTO SOLDADURA

[Signature]
DR. ALBERTO RUIZ MARINES
ASESOR PROYECTO TESIS

[Signature]
M.C. SALVADOR CARDENAS ARRIETA
RESPONSABLE LABORATORIO SOLDADURA