



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO**



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

**“UTILIZACIÓN DE ONDAS GUIADAS PARA LA
CARACTERIZACIÓN DEL DAÑO TÉRMICO DE UN ACERO
INOXIDABLE DÚPLEX 2205”**

TESIS

Para obtener el grado de:

MAESTRO EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

PRESENTA:

ING. JUAN PABLO CALDERÓN TAPIA

ASESOR:

DR. ALBERTO RUIZ MARINES

MORELIA, MICH, JULIO 2015

AGRADECIMIENTOS

- Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), por la beca otorgada para la realización de estos estudios.
- A mis padres Rubicelia Tapia y Samuel Calderón, y mis hermanos Samuel, Nancy y Jaime por su apoyo incondicional a lo largo de toda mi formación académica.
- Al doctor Alberto Ruiz Marín, asesor del presente trabajo de investigación, por su apoyo, paciencia y sabiduría brindados.
- A los doctores integrantes de mi mesa de sinodales, Dr Victor Hugo López M., Dr. Jorge A. Verduzco M., Dra. Noemí Ortiz L., Dr Guillermo Carreón G. y Dr Carlos Alberto León P. por sus aportaciones a este trabajo.
- Al Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la U.M.S.N.H., por permitirme pertenecer al programa de Maestría en Metalurgia y Ciencia de los Materiales y brindarme sus instalaciones y equipo para la investigación realizada
- A mis compañeros del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales por el tiempo compartido, apoyo y consejos brindados, en especial a Javier Villafuerte, Mario Alberto Cornejo y Antonio Dueñas

DEDICATORIA

A mis padres, por su amor, trabajo y sacrificios en todos estos años, gracias a ustedes he logrado llegar hasta aquí y convertirme en lo que soy. Ha sido un privilegio ser su hijo, son los mejores padres.

ÍNDICE

CAPÍTULO I INTRODUCCIÓN.....	1
1.1.- Introducción.....	2
1.2.- Justificación.....	4
1.3.- Objetivos.....	4
1.3.1.- Objetivos generales.....	4
1.3.2.- Objetivos particulares	4
1.4.- Hipótesis	5
CAPÍTULO II REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	6
2.1- Acero inoxidable.....	7
2.2- Fenómeno de fragilización del acero inoxidable.....	7
2.3.- Precipitación de fase sigma en los aceros inoxidables	8
2.4.- Precipitación en los aceros inoxidables por efecto de trabajado en frío.....	11
2.5- Inspección ultrasónica	12
2.6- Birrefringencia y textura cristalina.....	14
2.7.- Caracterización del acero inoxidable por medio de ensayos no destructivos	15
2.8.- Ondas guiadas.....	20
CAPÍTULO III METODOLOGÍA.....	24
3.1.- Determinación de la composición química del acero inoxidable dúplex 2205	25
3.2.- Preparación y maquinado de probetas	26
3.3.- Daño térmico	26
3.4.- Ensayos mecánicos.....	27
3.4.1.- Ensayo de dureza.....	27
3.4.2.- Ensayo de tensión.....	28
3.5.- Determinación de velocidades de corte y velocidad longitudinal utilizando la técnica pulso-eco	29
3.6.- Propagación y medición de ondas guiadas en el material	32
3.7.- Caracterización microestructural.....	35
CAPÍTULO IV RESULTADOS Y DISCUSIÓN	36
4.1.- Microscopía óptica	37
4.2.- Mediciones de dureza	45

MAESTRÍA EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

4.3.- Técnicas ultrasónicas.....	46
4.3.1.- Mediciones de velocidad de ondas longitudinales	46
4.3.2.- Mediciones de velocidad ondas de corte	48
4.3.3.- Mediciones de ondas guiadas	51
4.4.- Ensayos de tensión	55
4.5.- Fractografías	57
CAPÍTULO V CONCLUSIONES	60
5.1.- Conclusiones	61
5.2.- Trabajo futuro	61
BIBLIOGRAFÍA	62

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.2.1 Micrografías ópticas de la sección longitudinal o dirección de laminación (a) y de la sección transversal (b) La estructura consta de una región blanca (austenita γ) y una región gris que es la matriz (ferrita δ)	8
Figura 2.3.1 (a) Microestructura del metal base de acero inoxidable dúplex 2205 y (b), (c), (d), (e) y (f) microestructura del mismo acero envejecido a 700°C a diferentes tiempos.	10
Figura 2.3.2 Microscopía electrónica de barrido del acero inoxidable dúplex (a) fase ferrita y austenita (b), (c) formación gradual de fronteras de grano y (d) precipitación de fase sigma	15
Figura 2.4.1 Micrografías SEM de SAF 2205 envejecido a 800 °C con 50% de reducción en laminado en frío después recibieron un tratamiento a 1050 °C para (a) 30 min y (b) 5 horas y con un tratamiento a 1,250 °C para (c) 30 min y (d) 5 horas. Las líneas negras dobles indican el límite del grano δ / γ	12
Figura 2.6.1 Formación de anisotropía durante el proceso de manufactura de laminado	15
Figura 2.7.1 Variación de la velocidad del sonido y de dureza Rockwell C con el tiempo de envejecimiento para una temperatura de 425 °C.....	15
Figura 2.7.2 Coeficiente de atenuación contra frecuencia del acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 700 °C a diferentes tiempos de permanencia	16
Figura 2.7.3 Efecto del tiempo de envejecido en la capacidad de absorción de energía al impacto del acero dúplex 2205	16
Figura 2.7.4 Resumen de las fracciones medidas de la ferrita (BCC), la austenita (FCC) y fase sigma como una función de tiempo desde el inicio del experimento. El perfil de temperatura se indica mediante la línea discontinua. El ruido en la ferrita y las fracciones de austenita aparecen a altas temperaturas cuando se produce el crecimiento del	

grano y sólo unos pocos granos satisfacen la condición de Bragg para la difracción.....	17
Figura 2.7.5 Determinación teórica y experimental de la fracción de fase sigma.....	18
Figura 2.7.6 Variación en la atenuación ultrasónica y tamaño de grano con diferentes temperaturas de tratamiento	18
Figura 2.7.7 Medidas del TEP como función del tiempo de envejecimiento en el acero inoxidable dúplex 2205 a diferentes temperaturas	19
Figura 2.7.8 Contenido de ferrita equivalente medido en función del TEP medido en acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a diferentes temperaturas	20
Figura 2.8.1 Sistema coordinado para la configuración de ondas Lamb	20
Figura 2.8.2 Modo de propagación simétrico de la onda Lam (arriba) y modo anti-simétrico (abajo).....	21
Figura 2.8.3 Curvas de dispersión (velocidad de fase en función de la frecuencia de inspección) para una placa de aleación de aluminio 2024	23
Figura 2.8.4 Movimiento de la onda Rayleigh sobre el material	23
Figura 3.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental	25
Figura 3.2.1 Dimensiones de las probetas para mediciones de ondas guiadas, cotas en [mm]	26
Figura 3.3.1 Diagrama esquemático del proceso del daño térmico.....	27
Figura 3.4.1.1 Esquema de la medición de dureza Rockwell.....	28
Figura 3.4.2.1 Probeta de tensión bajo la norma ASTM E8M-04.....	28
Figura 3.5.1 Esquema del arreglo experimental de ultrasonido pulso-eco en inmersión.....	29
Figura 3.5.2 Esquema del arreglo experimental de ultrasonido pulso-eco.....	30
Figura 3.5.3 Descripción del cruce de ceros positivos usados para la medición de tiempo.....	31
Figura 3.5.4 Modos de propagación, rápido y lento	31
Figura 3.6.1 Esquema del arreglo experimental para la generación de ondas guiadas.....	32
Figura 3.6.2 Curvas de dispersión (velocidad de fase en función de la frecuencia de inspección) para una placa de aleación de aluminio 2024	32

Figura 4.1.1 Micrografías de la sección longitudinal (a) y de la sección transversal (b) de un acero inoxidable dúplex 2205 sin daño térmico	37
Figura 4.1.2 Microestructura obtenida del microscopio óptico del acero inoxidable dúplex 2205 (a-e) dañado térmicamente a 750 °C a diferentes tiempos de permanencia.....	39
Figura 4.1.3 Microestructura obtenida del MEB (LEI) del acero inoxidable dúplex 2205 (a-e) dañado térmicamente a 750 °C a diferentes tiempos de permanencia	40
Figura 4.1.4 Variación del contenido en peso normalizado de los elementos Cr, Ni y Mo en la ferrita a lo largo del daño térmico	41
Figura 4.1.5 Variación del contenido en peso normalizado de los elementos Cr, Ni y Mo en la austenita a lo largo del daño térmico	42
Figura 4.1.6 Microestructura obtenida del MEB (COMPO) del acero inoxidable dúplex 2205 (a-d) dañado térmicamente a 750 °C a diferentes tiempos de permanencia	43
Figura 4.1.7 a) Micrografía de MEB y b) “line-scan” del espécimen con un tiempo de permanencia de 1440 minutos a 750 °C	43
Figura 4.1.8 a) Micrografía en MEB a 1500 aumentos y b) distribución de Cr, Ni y Mo en el espécimen de 1440 minutos de permanencia	44
Figura 4.1.9 Distribución de elementos a) Fe, b) Ni, c) Cr y d) Mo del acero inoxidable dúplex dañado térmicamente a 750 °C por 1440 minutos.....	45
Figura 4.2.1 Variación en la dureza en función del tiempo de envejecimiento a 750°C.....	46
Figura 4.3.1.1 Velocidad longitudinal ultrasónica en función del tiempo de daño térmico del acero inoxidable dúplex 2205 a 750°C	47
Figura 4.3.1.2 Velocidad longitudinal ultrasónica y dureza Rockwell C en función del tiempo de daño térmico del acero inoxidable dúplex 2205 a 750°C.....	48
Figura 4.3.2.1 Velocidad ultrasónica de corte en su modo rápido y lento en función del tiempo de daño térmico del acero inoxidable dúplex 2205 a 750°C.....	49

Figura 4.3.2.2 Factor de anisotropía en función del tiempo de daño térmico del acero inoxidable dúplex 2205 a 750°C	50
Figura 4.3.3.1 Valores de amplitud pico a pico en función del tiempo de permanencia al daño térmico (dirección de laminación)	51
Figura 4.3.3.2 Valores de amplitud pico a pico en función del tiempo de permanencia al daño térmico (dirección perpendicular a la laminación).....	52
Figura 4.3.3.3 Valores de amplitud pico a pico en función del tiempo de permanencia al daño térmico.....	53
Figura 4.3.3.4 Micrografías en MEB del AID 2205 a 5 y 1440 minutos de permanencia en la dirección de laminación (DL) y en la dirección transversal de laminación (DT)	54
Figura 4.4.1 Curvas <i>esfuerzo vs deformación</i> obtenida de los ensayos de tensión en los especímenes del material base y 5 minutos de permanencia longitudinales y transversales.....	56
Figura 4.4.2 Curvas <i>esfuerzo vs deformación</i> obtenida de los ensayos de tensión en los especímenes de 60, 360 y 1440 minutos de permanencia en dirección longitudinal y transversal	56
Figura 4.4.3 Porcentaje de reducción de área en función del tiempo de envejecimiento en la dirección longitudinal y transversal	57
Figura 4.5.1 Fractografías a 1000X en la zona del centro de la fractura a los diferentes tiempos de envejecimiento en las probetas longitudinales.....	58
Figura 4.5.2 Fractografías a 1000X en la zona del centro de la fractura a los diferentes tiempos de envejecimiento en las probetas transversales.....	59

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 3.1.1 Composición química del acero inoxidable dúplex 2205.....	26
Tabla 4.4.1 Resultados del módulo de Young, límite de elasticidad y esfuerzo máximo de los especímenes envejecidos a 750° C del acero inoxidable dúplex 2205	55

RESUMEN

Los aceros inoxidable dúplex 2205 tienen un gran uso en diferentes campos de la industria como la marítima, petroquímica, termoeléctrica, etc. La aplicación de este acero se debe a las excelentes propiedades mecánicas así como su resistencia a la corrosión. Sus buenas propiedades mecánicas se deben a su microestructura dúplex la cual contiene cantidades casi iguales de austenita (γ) y ferrita (δ). Cuando el acero inoxidable dúplex 2205 es sometido a altas temperaturas, su microestructura cambia y disminuye la capacidad de absorción de energía que tiene este acero debido a la aparición de la fase sigma. Los cambios microestructurales cambian la amplitud de las ondas guiadas (Lamb y Rayleigh).

En esta investigación, se estudió la atenuación de ondas guiadas en un acero inoxidable dúplex 2205 con un tratamiento térmico de envejecimiento a una temperatura de 750 °C a diferentes tiempos de permanencia 5 min., 30 min., 60 min., 360 min. y 1440 min. Se realizaron mediciones de velocidades ultrasónicas de las ondas longitudinales y de corte, imágenes de microscopía electrónica de barrido (MEB), microscopía óptica (MO), así como mediciones de dureza y ensayos de tensión, estableciendo así una correlación directa con las mediciones de atenuación de ondas Lamb y Rayleigh, velocidad ultrasónica y las propiedades microestructurales obtenidas por el tratamiento térmico.

Los resultados obtenidos de atenuación muestran una tendencia conforme al tiempo de envejecimiento, los cambios en la atenuación ultrasónica son afectados principalmente por el tamaño de grano, precipitación de segundas fases y textura. Los resultados de velocidad ultrasónica también muestran cambios con el tratamiento térmico de envejecimiento, demostrando así que es una técnica no destructiva de mucha confianza.

Palabras clave: Lamb, Rayleigh, atenuación, ultrasonido, fase sigma

ABSTRACT

Duplex stainless steels 2205 have great use in different fields of industry such as maritime, petrochemical, thermoelectric, etc. The application of this steel is due to the excellent mechanical properties and corrosion resistance. Good mechanical properties are due to its duplex microstructure which contains nearly equal amounts of austenite (γ) and ferrite (δ). When the 2205 duplex stainless steel is subjected to high temperatures, the microstructure changes and decreases the energy absorption capacity that has the steel due to the appearance of the sigma phase. Microstructural changes change the amplitude of the guided waves (Lamb and Rayleigh).

In this investigation, the attenuation of guided waves are studied in a duplex stainless steel 2205 with aging heat treatment at a temperature of 750 ° C at different times 5 min., 30 min., 60 min., 360 min. and 1440 min. Measurements of ultrasonic velocities of longitudinal and shear waves, images of scanning electron microscopy (SEM), optical microscopy (OM) and hardness measurements and tensile tests were performed, thus establishing a direct correlation with measurements of attenuation Lamb and Rayleigh waves, ultrasonic velocity and microstructural properties obtained by the heat treatment.

The results obtained show tendency attenuation according to the aging time. Changes in ultrasonic attenuation are mainly affected by the grain size, precipitation of second phases and texture. The results also show ultrasonic velocity changes with aging heat treatment, showing that it is a nondestructive technique confidence.

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

1.1.- Introducción

Los aceros inoxidables dúplex (AID) tienen un gran uso en diferentes campos de la industria tales como la marítima, petroquímica, termoeléctrica, etc. La aplicación de este acero se debe a las excelentes propiedades mecánicas así como su resistencia a la corrosión. Sus buenas propiedades mecánicas se deben a su microestructura dúplex la cual contiene cantidades casi iguales de austenita (γ) y ferrita (δ). La austenita garantiza una buena tenacidad y la ferrita es responsable de la resistencia [1]. Sin embargo, algunos procesos de fabricación como la soldadura, tratamientos térmicos o procesos de conformado de estos aceros los hacen susceptibles a la precipitación de segundas fases entre las cuales la de mayor preocupación es la precipitación de la fase sigma. La fase sigma es un intermetálico, es muy dura y frágil, no es magnética, tiene una estructura tetragonal y es termodinámicamente estable, precipita en el rango de temperaturas de 650 a 900 °C. La rápida formación de fase sigma disminuye drásticamente las propiedades de resistencia al impacto y la resistencia a la corrosión de este acero [2-4]. Estudios de la evolución microestructural en aceros inoxidables dúplex 2205 indican que a temperaturas muy altas la fase sigma puede precipitar en tiempos cortos de exposición [1, 5-8]. Este trabajo de tesis se realiza en conjunto con la planta de Tubacex, en Llodio, España. En esta planta se emplea un proceso de manufactura de tubos, que conlleva varias etapas, con sus tratamientos térmicos asociados, como son: 1). Extrusión en caliente (1250 °C) y posterior enfriamiento al aire, 2). Tratamiento térmico (1100°C) y posterior enfriado con cortina de agua, 3). Laminado en frío final.

Si, durante este proceso de fabricación, algún parámetro de fabricación se escapa de control (por ejemplo, durante el tratamiento térmico una zona del horno queda a temperaturas entre 850 °C – 900 °C), podría ocurrir la formación de fase sigma en el material, fenómeno altamente indeseable ya que merma las propiedades citadas anteriormente. La empresa Tubacex requiere que el porcentaje de fase sigma presente en estos tipos de aceros se encuentre siempre por debajo del 0.5% en peso, para que el material pueda salir con las propiedades mecánicas necesarias y sin riesgos posteriores de fallo en servicio.

Debido a la preocupación de la industria, en tiempos recientes se han encaminado esfuerzos para tener métodos no destructivos que permitan en forma confiable la detección de fases indeseables

en aceros inoxidables dúplex. Investigaciones recientes muestran que las ondas longitudinales y de corte han probado el potencial del ultrasonido para detectar estas fases. Las limitaciones de estas técnicas estriban en que solo permiten evaluar áreas muy pequeñas de material. Por otra parte, las ondas guiadas Lamb o Rayleigh se propagan grandes distancias en una placa o tubería. La onda de Lamb tiene la característica de ser dispersivas por naturaleza, lo que significa que la velocidad de propagación de la onda Lamb es función de la frecuencia de la onda, es decir, en una sola frecuencia existen diferentes modos de onda Lamb que se propagan con diferentes velocidades [9], por lo que es posible seleccionar un tipo de onda que permita la inspección. Mientras que las ondas Rayleigh son de naturaleza no dispersiva, es decir, la velocidad de la onda no depende de la frecuencia además de esto la onda Rayleigh se propaga por la superficie del material. Estas características las hacen muy atractivas en la evaluación de materiales ya que cambios en la velocidad de la onda son solo atribuidos a variaciones microestructurales del material. Otra ventaja es que solo se necesita acceso a un lado del material para su aplicación.

La atenuación de algunos tipos de ondas ultrasónicas; así como algunas propiedades mecánicas tales como el esfuerzo son afectadas por la microestructura del material.

El ultrasonido es usado para determinar el módulo elástico (E), el módulo Bulk (K), el módulo de corte (μ), la relación de Poisson (ν) y la densidad (ρ) sin dañar el material. Es bien sabido que las constantes elásticas dependen del grado de anisotropía del material, es decir, depende de la orientación cristalográfica y la anisotropía de un material tiende a aumentar conforme aumenta la cantidad de deformación plástica [10].

El presente trabajo propone el uso de parámetros de ondas guiadas (Lamb y Rayleigh) como velocidad y atenuación para la caracterización no destructiva de un acero inoxidable 2205 que ha sido envejecido térmicamente para producir diferentes cantidades de fase sigma. Y así determinar el efecto del tratamiento térmico en las propiedades mecánicas del material.

1.2.- Justificación

La constante aplicación de los aceros inoxidable dúplex en las diferentes industrias hace necesario que sean inspeccionados ya sea durante y/o después del proceso de fabricación. Requerimientos de calidad de la empresa para la cual se realiza esta investigación piden que se investigue el potencial de las ondas guiadas en la detección de cantidades pequeñas 1% a 3% en peso de fase sigma, así como el efecto de diferentes cantidades de fase sigma en las propiedades mecánicas de este acero. La temprana detección de pequeñas cantidades de esta fase es de suma importancia para la integridad estructural del componente y los ensayos no destructivos ofrecen una alternativa viable para este propósito, permitiendo establecer metodologías de inspección y predecir la vida remanente los componentes que estén en servicio, ahorrando costos y tiempos en reparación.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo General

Detectar la presencia de fase sigma (σ) producida a diferentes tiempos y una temperatura de 750°C en un acero inoxidable dúplex 2205. Así mismo, correlacionar los resultados de las mediciones con ondas guiadas con los cambios microestructurales y de propiedades mecánicas.

1.3.2 Objetivos particulares

- 1.3.2.1 Medir con gran precisión la velocidad ultrasónica y la atenuación de ondas guiadas.
- 1.3.2.2 Caracterizar mediante microscopía electrónica de barrido los cambios microestructurales del acero a los diferentes tiempos de permanencia una temperatura de 750 °C.
- 1.3.2.3 Obtener las propiedades mecánicas del acero mediante ensayos de dureza y tensión.
- 1.3.2.4 Correlacionar los cambios en las mediciones de velocidad ultrasónica de corte, longitudinal y la atenuación con las mediciones de propiedades mecánicas de los especímenes.

1.4 Hipótesis

Cuando el acero inoxidable dúplex 2205 es sometido a altas temperaturas, su microestructura cambia por la precipitación de fases indeseables afectando sus propiedades mecánicas. Estos cambios en las propiedades afectarán en forma directa algunos parámetros de ondas guiadas como atenuación y velocidad, las cuales pueden ser medidas mediante técnicas de ultrasónicas, confirmando de esta manera los cambios microestructurales.

CAPÍTULO II

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aceros inoxidables

Los aceros inoxidables dúplex (AID) son aceros de alta aleación basada en los sistemas Fe-Cr, Fe-Cr-C y Fe-Cr-Ni. Son conocidos desde principios de los años treinta y se han desarrollado rápidamente con el paso de los años. Los primeros aceros inoxidables fueron desarrollados con un contenido bajo de carbono, esto con la finalidad de utilizarlos en condiciones donde se requiere una alta resistencia a la corrosión. Para que estos aceros sean considerados como inoxidables, deben contener como mínimo un 10.5 % Cr en peso. Ya que con este porcentaje de cromo se permite la formación de una delgada capa pasiva que evita la oxidación y corrosión del metal ante condiciones ambientales corrosivas.

Este tipo de aceros cuentan con una alta resistencia mecánica, lo cual los vuelve muy recomendables para todas aquellas aplicaciones en donde se someta el material a grandes esfuerzos mecánicos y en ambientes corrosivos, como en las industrias petroquímicas, navales, automotrices, nucleares, etc. En comparación con los aceros inoxidables austeníticos o aceros inoxidables ferríticos, el uso de los aceros inoxidables dúplex con mejores propiedades mecánicas y corrosivas aunque de un costo más elevado, se ha incrementado considerablemente. Los aceros inoxidables dúplex son magnéticos, esto debido a su alto contenido de ferrita, además de tener una mayor conductividad térmica y baja expansión térmica. Los (AID) tienen una cantidad considerable de elementos de aleación con el objetivo de mejorar las propiedades mecánicas, la resistencia a la corrosión, mejorar los procesos de fabricación o para controlar la microestructura. Los principales elementos de aleación son: cromo, carbono en los ferríticos y martensíticos, y el níquel en los austeníticos y los dúplex. A todos los aceros inoxidables se les adiciona manganeso y silicio. Otros elementos de aleación que se pueden encontrar en estos aceros son el molibdeno, niobio, titanio, aluminio, cobre, tungsteno y nitrógeno. Algunos elementos indeseables y/o impurezas que son encontrados comúnmente en los inoxidables son el oxígeno, azufre y fósforo, estos elementos e impurezas afectan de alguna manera la microestructura y propiedades de estos aceros.

2.2 Fenómeno de fragilización del acero inoxidable.

En esta sección del presente trabajo se exponen algunas investigaciones que están enfocadas al acero inoxidable dúplex 2205 y principalmente a la formación de fase sigma (σ).

Los aceros inoxidable dúplex se han utilizado ampliamente debido a su alta resistencia química, buena soldabilidad y alta resistencia a la corrosión bajo tensión y picaduras. Las propiedades superiores de los aceros inoxidable dúplex provienen principalmente de las cantidades equivalentes de austenita (γ) y ferrita (δ) [11]. Lo anterior se muestra en la Figura 2.2.1 donde se observa que el material base presenta cantidades muy similares de ferrita ($\delta = 46\%$) y austenita ($\gamma = 54\%$), en (a) los granos alargados son producidos por un proceso de laminación con granos de austenita (color claro) en una matriz de ferrita (color gris), mientras que en (b) se observan unos granos tipo hojuela que corresponde a la sección transversal del sentido de laminación. Sin embargo, debido a que la temperatura de formación de precipitados en los aceros inoxidable dúplex es relativamente baja, su aplicación en situaciones en donde se requiere relevado térmico de esfuerzos (tratamientos térmicos después de ser soldados) es generalmente inapropiada [12]. Weng y colaboradores [11], estudiaron que una forma de fragilización del acero dúplex 2205 que se produce de manera significativa a $475\text{ }^{\circ}\text{C}$, es debido a la descomposición espinoidal con una tendencia creciente con el aumento de tiempos de envejecimiento.

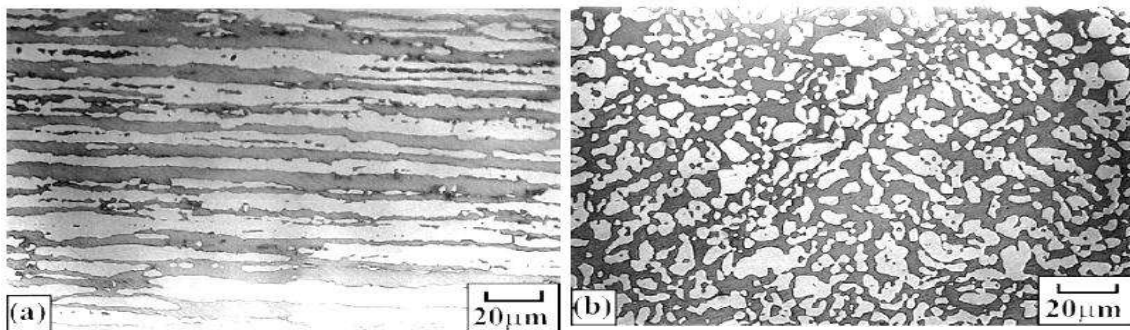


Figura 2.2.1 Micrografías ópticas de la sección longitudinal o dirección de laminación (a) y de la sección transversal (b). La estructura consta de una región blanca (austenita γ) y una región gris que es la matriz (ferrita δ) [11].

2.3.- Precipitación de fase sigma en los aceros inoxidable.

Los fenómenos de precipitación del acero inoxidable dúplex 2205 se producen principalmente en la ferrita (δ), debido a que las tasas de difusión de esta fase son alrededor de 100 veces más rápido que en la austenita (γ). Las aleaciones de cromo, molibdeno y tungsteno tienden a acelerar la formación de las fases intermetálicas particularmente sigma y chi. Entre estos precipitados, la fase sigma (σ) se ha estudiado en particular ya que puede causar un deterioro drástico de las

propiedades mecánicas del material. Por otra parte, a temperaturas altas, la ferrita (δ) de alta temperatura puede estar presente, facilitando la formación de fase sigma durante el tratamiento térmico de envejecimiento [1].

La cinética de precipitación de la fase sigma incluyendo nucleación y el crecimiento están controlados por fuerzas termodinámicas y de difusión. La fase sigma (σ) tiene un alto contenido de Cr y Mo. La movilidad y la riqueza de estos elementos son más altas en la ferrita que en la austenita. En consecuencia, la precipitación de sigma se produce en la ferrita. Durante la precipitación, los estabilizadores de ferrita Cr y Mo se difunden desde la ferrita a la fase sigma, que a la vez hace que la ferrita se transforme en austenita. Mientras que el contenido de Cr sólo disminuye ligeramente en la ferrita, la disminución de Mo es pronunciada y el Mo es forzado a difundir desde las partes interiores de la matriz ferrítica. Esto indica que Mo es el elemento principal que controla la precipitación de fase sigma, aunque la difusión de Cr es de aproximadamente la mitad de rápida que la difusión de Mo a 900 °C. Varios investigadores [4, 13] encontraron que la nucleación de sigma predominantemente se produce en el grano de ferrita-ferrita y en los límites de austenita-ferrita. Lee y colaboradores [14] coinciden que la precipitación de la fase sigma se origina en las fronteras de los granos de ferrita a través de un proceso de nucleación heterogénea. También se ha reportado la precipitación de la fase chi (χ) la cual precipita en los límites de grano ferrita/ferrita antes de la precipitación de la fase σ [15].

Diversos investigadores [1, 5-8, 14, 16, 17], mostraron que cuando el acero inoxidable dúplex 2205 es sometido a altas temperaturas en el rango de 650 °C a 900 °C se reducen drásticamente las propiedades de impacto de este acero. Esto debido a la transformación de fase y precipitación de fases secundarias a través de la reacción $\delta \rightarrow \gamma_2 + \sigma$ (la ferrita se transforma en austenita secundaria y fase sigma) [18]. El efecto del tratamiento térmico isotérmico con diferentes tiempos de permanencia es mostrado en la secuencia de imágenes de la Figura 2.3.1.

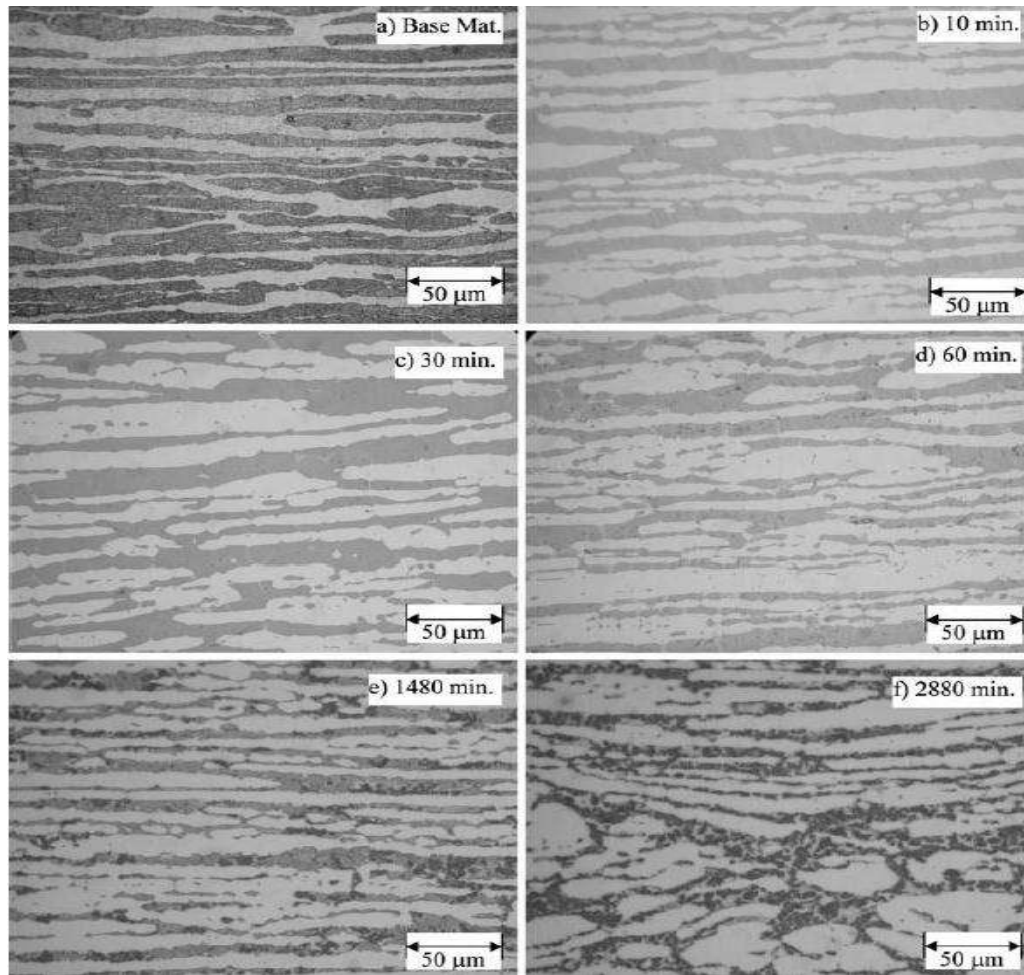


Figura 2.3.1 (a) Microestructura del metal base de acero inoxidable dúplex 2205 y (b), (c), (d), (e) y (f) microestructura del mismo acero envejecido a 700°C a diferentes tiempos [8].

En las imágenes de (b) hasta (c) no se aprecian cambios en la morfología de las fases y de la microestructura del acero, además, el contenido inicial de ferrita y austenita parece mantenerse en igual proporción. Conforme el tiempo de permanencia aumenta (d) a (f), la ferrita comienza a transformarse gradualmente en austenita (color claro) y partículas de fase sigma (color negro).

Un análisis microestructural más detallado se observa en la Figura 2.3.2 (a-d) obtenida mediante microscopía electrónica de barrido se observa la formación de nuevas fronteras de grano en la ferrita a partir de los 60 minutos de permanencia mientras que la precipitación gradual de partículas de fase sigma se puede observar a las 360 minutos de permanencia en los límites de grano de la ferrita (γ) [8].

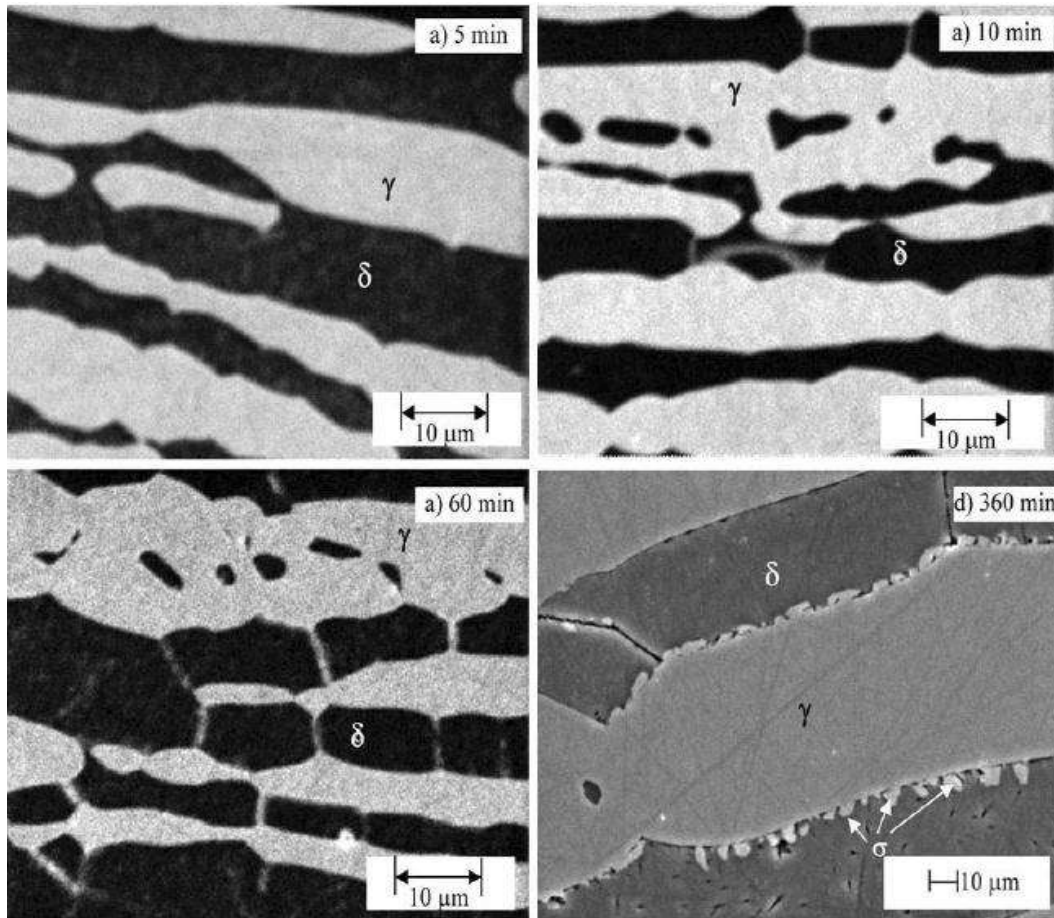


Figura 2.3.2 Microscopía electrónica de barrido del acero inoxidable dúplex (a) fases de ferrita y austenita (b), (c) formación gradual de fronteras de grano y (d) precipitación de fase sigma [8].

2.4.- Precipitación en los aceros inoxidables por efecto de trabajado en frío.

Por otra parte Cho y colaboradores [19], observaron diferencias significativas en las cantidades máximas de precipitación de fase σ en las muestras laminadas en frío en comparación con los que sólo están sujetos a tratamientos de envejecimiento sin estar laminadas en frío. En la Figura 2.4.1(a-d) se muestra que en la condición de no-laminado en frío, la fracción de área de fase sigma (σ) era casi el 20% después del envejecimiento a 800 °C durante 2 horas y aumentó hasta el 30% después de 3 horas, el nivel en que se mantuvo hasta un envejecimiento de 100 horas. Esto indica que el 30% de la fase sigma es la fracción de equilibrio a 800 °C. Sin embargo, en el espécimen laminado en frío con una reducción de 50%, más de 40% de la fase sigma precipitó

después de 2 horas. Esto puede ser causado por la excesiva fracción de fase sigma σ resultante de la precipitación intragranular dentro de la fase austenita primaria [19].

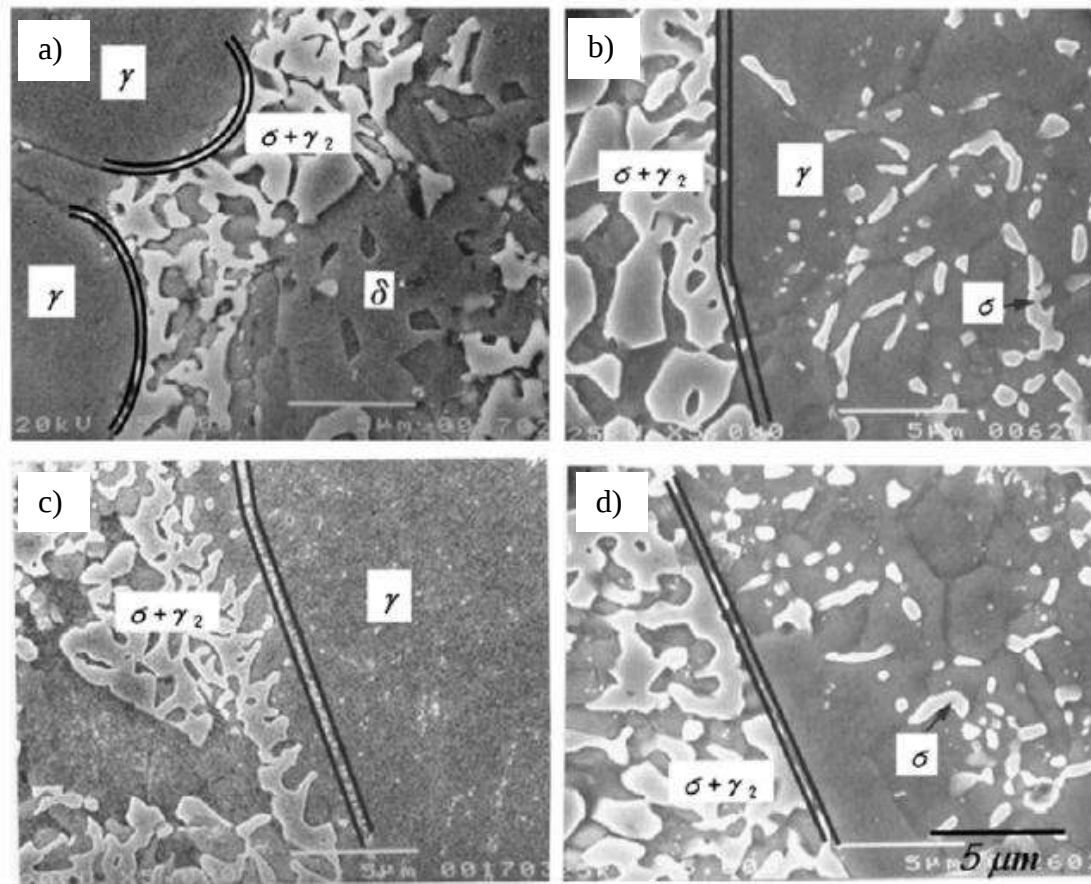


Figura 2.4.1 Micrografías SEM de SAF 2205 envejecido a 800 °C con 50% de reducción en laminado en frío después recibieron un tratamiento a 1050 °C para (a) 30 min y (b) 5 horas y con un tratamiento a 1,250 °C para (c) 30 min y (d) 5 horas. Las líneas negras dobles indican el límite del grano δ / γ [19].

2.5.- Inspección ultrasónica.

El ultrasonido es el nombre que se les da a las ondas de sonido que no pueden ser detectadas por los seres humanos. Estas frecuencias van desde los 20 KHz hasta el orden de los Giga Hertz. La inspección ultrasónica es un tipo de ensayo no destructivo (END) en el cual las ondas ultrasónicas son producidas generalmente por transductores, los cuales cuentan con un material piezoeléctrico que sufre una distorsión mecánica cuando se someten a un campo eléctrico. Esta transformación de energía eléctrica a energía mecánica se conoce como efecto piezoeléctrico, entonces, al variar la frecuencia del campo eléctrico alterno, se puede variar la frecuencia de la vibración mecánica producida por el cristal.

MAESTRÍA EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

El objetivo de los END con ultrasonido es interpretar y comprender la interacción que existe entre la onda y el material inspeccionado para así establecer las propiedades mecánicas buscadas a partir de los cambios observados en las variables ultrasónicas del material dañado en comparación con el material intacto.

Con las variables de las ondas ultrasónicas reflejadas por el material, tales como la velocidad ultrasónica y la atenuación, podemos caracterizar el material, estructura, propiedades elásticas, dirección de laminación y hasta su geometría. 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 la dispersión de la energía en la frontera de grano, típicamente esta dispersión es función del tamaño de grano. Las mediciones de atenuación ultrasónica sirven como un indicador muy sensible de las pérdidas internas de energía causadas por la microestructura.

Por lo consiguiente, el ultrasonido involucra la propagación de una onda, que no es más que una perturbación, la cual transmite energía a través del espacio de tal forma que depende de la posición y del tiempo. La representación matemática más simple es la de una onda que se propaga en una dimensión y viene dada por la expresión:

$$u(x,t) = A \sin(kx - \omega t) = A \sin k(x - c_0 t) \quad (1)$$

Dónde, $u(x,t)$ es el desplazamiento de la perturbación en el espacio en determinada posición y tiempo; A es la amplitud de la perturbación, ω es la frecuencia angular en radianes por segundo y está relacionada a la frecuencia cíclica f por medio de $\omega = 2\pi f$. El número de onda k está relacionado al inverso de la longitud de onda por $k = 2\pi/\lambda$. En otras palabras, k es el número de ondas contenidas en una distancia con escala 2π . El número de onda k y la frecuencia angular ω (longitud de onda y frecuencia) están relacionados a la velocidad con la que la onda se mueve o propaga a través de un material por la siguiente relación:

$$c = \frac{\omega}{k} = f\lambda \quad (2)$$

El método de inspección ultrasónica es actualmente uno de los métodos más ampliamente utilizado debido al ahorro de tiempo y dinero que ofrece en el proceso de producción. Algunas de las principales ventajas de la técnica ultrasónica son: 1) brinda información importante de las

propiedades mecánicas del material, 2) alto grado de la penetración es posible en muchos materiales, 3) exactitud en localización y medición de defectos, 4) capacidad de medir espesores con exactitud, 5) compatibilidad con los dispositivos de exploración automatizada. Algunas desventajas son: 1) Los operadores deben ser entrenados 2) se requiere un alto grado de contacto entre el transductor y la superficie que se examinará, 3) el costo elevado de los equipos.

2.6.- Birrefringencia y textura cristalina.

La velocidad de onda se considera constante en todas las direcciones en un material dado, y dicha suposición es adecuada para la mayoría de las situaciones. Los materiales que tiene la misma velocidad de onda en cualquier dirección se consideran que son isotrópicos con respecto a la propagación de onda. Existe una excepción en particular que rompe la isotropía de un material y de la velocidad de una onda y ocurre cuando el material es trabajado mecánicamente con lo cual una onda produce el fenómeno de birrefringencia. La naturaleza de anisotropía de un material se desarrolla durante la manufactura como en el caso de laminado en frío y tratamiento térmico. La Figura 2.6.1 muestra el desarrollo de la anisotropía, los granos se alargan, produciendo una reorientación relativa a la dirección del esfuerzo aplicado se llama textura cristalográfica (orientación preferencial). Esta reorientación cristalográfica, resulta en un comportamiento anisotrópico del material de tal forma que las propiedades mecánicas varían dependiendo de la orientación en la que son medidas [20-22]. La birrefringencia significa que una onda de corte (que viaja en un material con textura) se refracta para generar dos ondas que tienen velocidades ligeramente diferentes 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 estas dos ondas de corte utilizando una misma distancia de propagación [23]. El desarrollo de la textura no solo tiene efecto sobre las propiedades mecánicas de los materiales, sino también sobre las propiedades magnéticas y eléctricas, entre otras más.

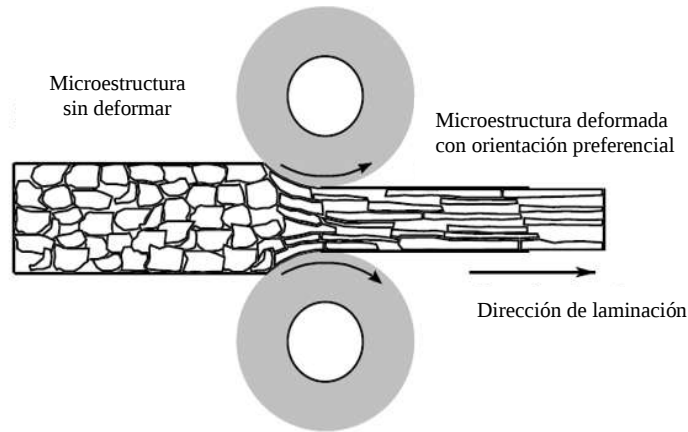


Figura 2.6.1 Formación de anisotropía durante el proceso de manufactura de laminado.

2.7 Caracterización del acero inoxidable por medio de ensayos no destructivos

Investigaciones recientes muestran el potencial de los ensayos no destructivos para la caracterización de diferentes tipos de daños y materiales. Algunas se han enfocado en la caracterización de los aceros inoxidables mediante métodos no destructivos. Albuquerque y colaboradores [24], han estudiado el efecto térmico a una temperatura de 475 °C en un acero inoxidable dúplex (UNSS31803) utilizando mediciones de la velocidad de onda ultrasónica y encontraron que la velocidad longitudinal es sensible y podría detectar las transformaciones de fase que ocurren a esta temperatura.

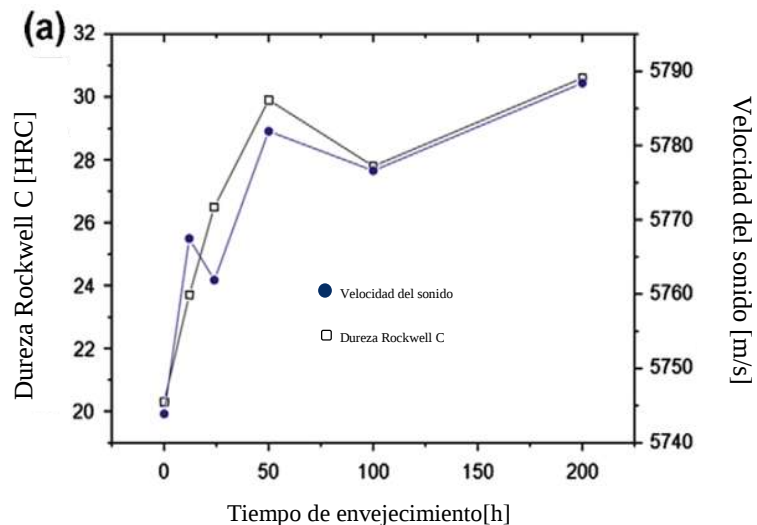


Figura 2.7.1 Variación de la velocidad del sonido y de dureza Rockwell C con el tiempo de envejecimiento para una temperatura de 425 °C [24].

Esto se observa en la Figura 2.7.1 de los resultados encontrados Albuquerque y colaboradores, donde los cambios en la velocidad ultrasónica longitudinal tienen un comportamiento muy similar a los cambios de dureza del material que ocurren por efecto del tratamiento.

Ruiz y colaboradores [8], investigaron el efecto térmico sobre el acero inoxidable dúplex mediante atenuación de ondas ultrasónicas longitudinales como se muestra en la Figura 2.7.2 Sus resultados indican que la medición de la atenuación de alta frecuencia puede predecir la degradación térmica después de 30 minutos de tiempo de mantenimiento a 700 °C.

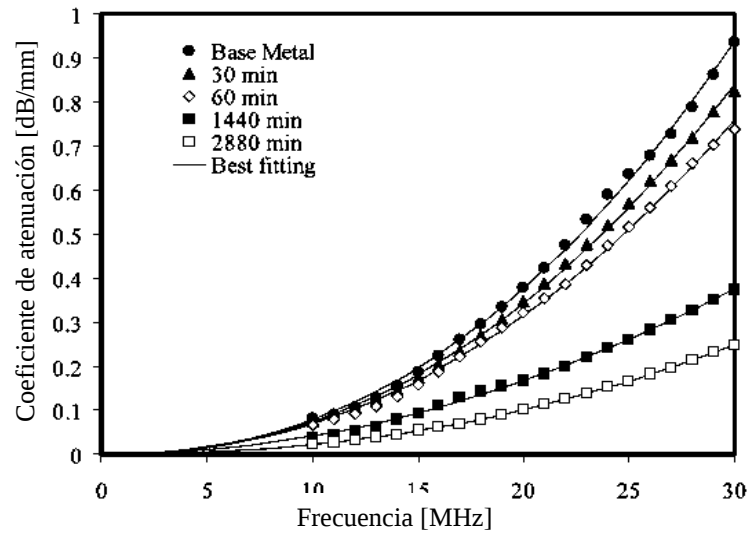


Figura 2.7.2 Coeficiente de atenuación contra frecuencia del acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a 700 °C a diferentes tiempos de permanencia [8].

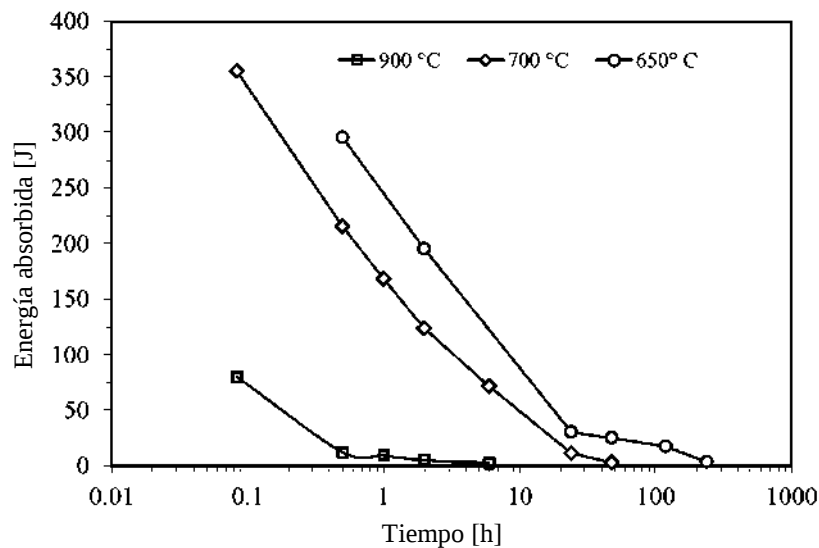


Figura 2.7.3 Efecto del tiempo de envejecido en la capacidad de absorción de energía al impacto del acero dúplex 2205 [8].

Aunque sus resultados son prometedores, la sensibilidad en tiempos cortos de exposición no es suficiente, ya que en estos tiempos el material sufre una gran disminución en la capacidad de absorción de energía del material como se muestra en la Figura 2.7.3.

Elmer y colaboradores [6], estudiaron la transformación microestructural de fases de ferrita, austenita y sigma del acero inoxidable dúplex 2205 utilizando radiación sincrotrón. Sobre la base de las cantidades de sigma, ferrita, y las fases de austenita medidos a 850 °C, concluyeron que la temperatura de disolución se estima bajo los cálculos termodinámicos. En la Figura 2.7.4 se observa la fracción del volumen de las diferentes fases, ferrita, austenita y fase sigma en función del tiempo desde el inicio hasta el fin del experimento. Al principio la ferrita y la austenita se muestran en cantidades casi similares pero la ferrita disminuye considerablemente con el paso del tiempo, esto debido a que la ferrita se transforma en austenita secundaria y fase sigma durante el proceso a 850 °C

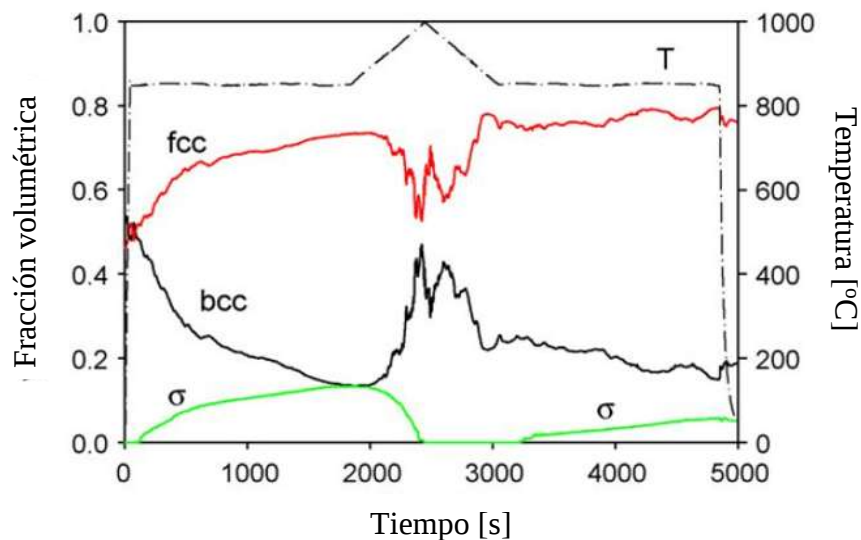


Figura 2.7.4 Resumen de las fracciones medidas de la ferrita (BCC), la austenita (FCC) y fase sigma como una función de tiempo desde el inicio del experimento. El perfil de temperatura se indica mediante la línea discontinua. El ruido en la ferrita y las fracciones de austenita aparecen a altas temperaturas cuando se produce el crecimiento del grano y sólo unos pocos granos satisfacen la condición de Bragg para la difracción [6].

En la investigación de Kim y colaboradores [25], desarrollaron un modelo para cuantificar el parámetro de no linealidad acústica causado por la deformación elástico-plástica, mientras que Ruiz y colaboradores [18] estudiaron la utilización de un modelo no lineal del ultrasonido para relacionarlo cuantitativamente con la precipitación de la fase sigma (σ) como se muestra en la

Figura 2.7.5 este modelo puede ser utilizado para predecir la cantidad de fase sigma existente en el acero inoxidable.

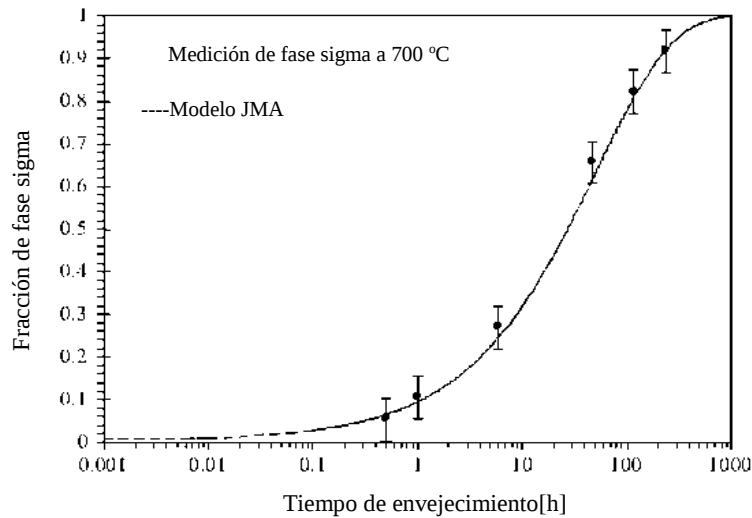


Figura 2.7.5 Determinación teórica y experimental de la fracción de fase sigma [18]

Vijayalakshmi y colaboradores [26], mostraron que la atenuación de una onda ultrasónica es dependiente principalmente por el tamaño del grano; en la Figura 2.7.6. La atenuación aumenta considerablemente con el aumento en el tamaño de grano. Sin embargo, la velocidad longitudinal y de corte es definida tanto por el contenido de fase y el tamaño de grano.

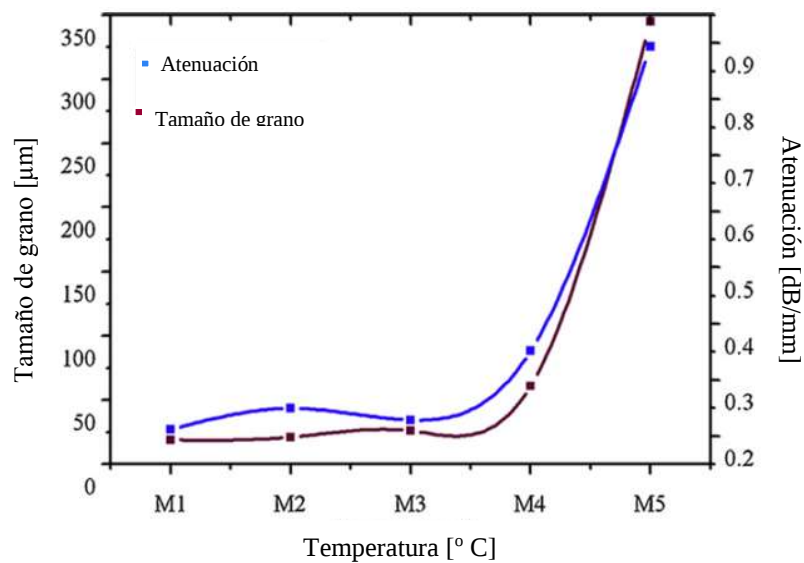


Figura 2.7.6 Variación en la atenuación ultrasónica y tamaño de grano con diferentes temperaturas de tratamiento [26].

En su investigación, Ortiz y colaboradores [27] llegaron a la conclusión de que las mediciones de potencial termoelectrico (TEP) en el acero inoxidable dúplex 2205 son sensibles a la transformación gradual de ferrita (δ) en austenita secundaria (γ_2) y la fase sigma (σ) como se observa en la Figura 2.7.7.

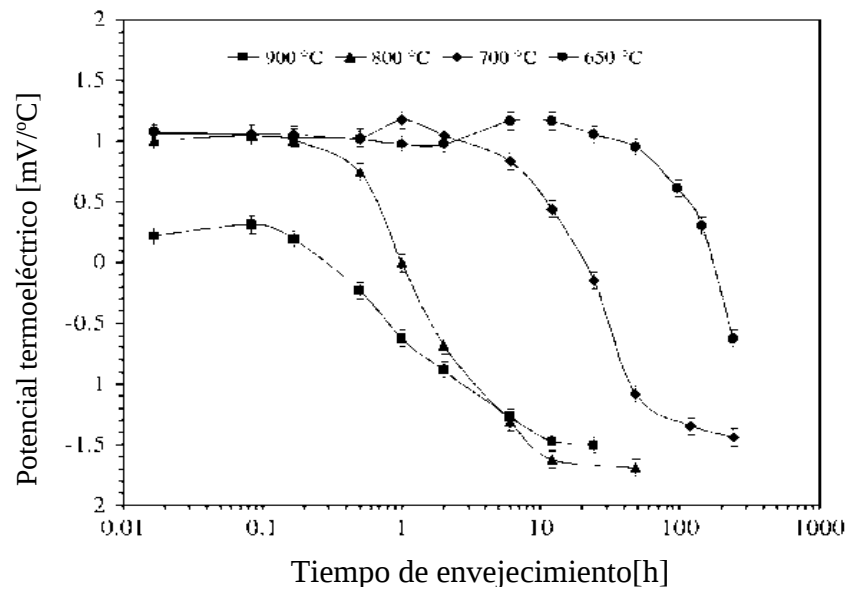


Figura 2.7.7 Medidas del TEP como función del tiempo de envejecimiento en el acero inoxidable dúplex 2205 a diferentes temperaturas [27].

Los cambios en el coeficiente de TEP pueden estar relacionados con la reducción del contenido de ferrita causado por el envejecimiento. También concluyeron que existe una relación lineal entre el TEP y el contenido de ferrita (δ) que se puede utilizar para predecir la cinética de transformación de este acero y para inferir indirectamente la presencia de fase sigma como se muestra en la Figura 2.7.8.

Las mediciones de TEP en 2205 de acero inoxidable dúplex mostraron dos máximos característicos a 700 °C y 650 °C, que podría estar relacionado con el momento de la formación de nuevos límites de grano durante el proceso de envejecimiento [27].

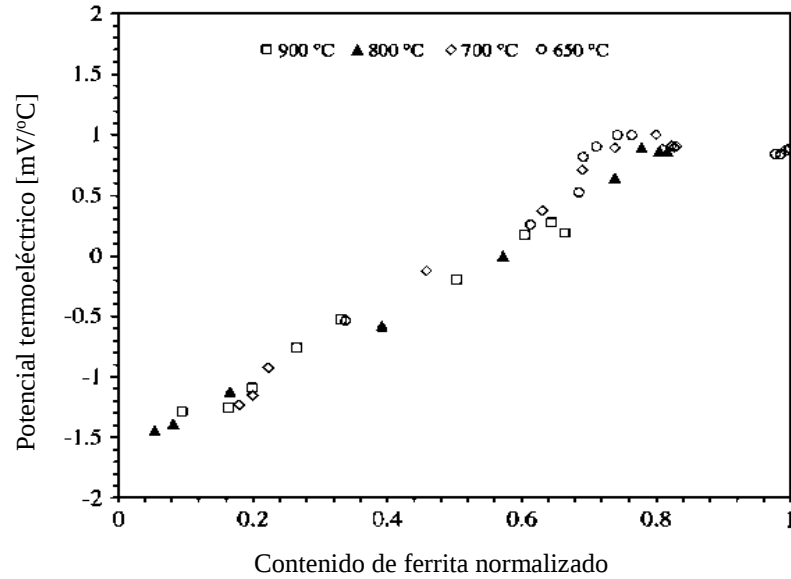


Figura 2.7.8 Contenido de ferrita equivalente medido en función del PTE medido en acero inoxidable dúplex 2205 envejecido a diferentes temperaturas [27]

2.8. Ondas guiadas

Las ondas Lamb y Rayleigh son un tipo de ondas ultrasónicas que son ampliamente explotadas en los ensayos no destructivos y son perturbaciones elásticas que viajan a través de un material. También son conocidas como ondas guiadas debido a que se propagan en una estructura con dos fronteras o límites que le sirven como guía; como se observa en la Fig. 2.8.1, donde un cuerpo de espesor $2d$ con dos fronteras libres de esfuerzo sirve como guía a una onda que se propaga en la dirección x_1 . Algunas ondas guiadas típicas son: placas, tubos, barras y varillas. Por lo que una onda Lamb es una onda guiada ya que se propaga en una placa [9].

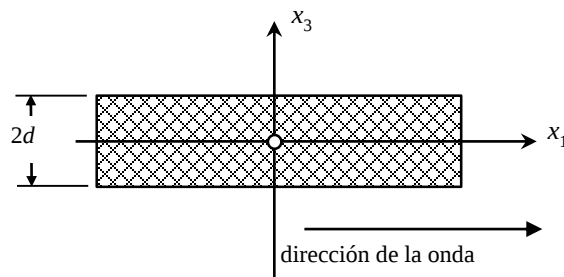


Figura 2.8.1 Sistema coordenado para la configuración de ondas Lamb.

Las ondas Lamb son dispersivas en su naturaleza, lo que significa que la velocidad de propagación de los diferentes modos de una onda Lamb es función de la frecuencia de la onda, mientras que la naturaleza de las ondas Rayleigh es no dispersiva, lo que significa que la onda Rayleigh no es función de la frecuencia. Existen dos modos de propagación de las ondas Lamb los cuales son conocidos como modo simétrico y antisimétrico. La Fig. 2.8.2 muestra la deformación (exageradamente) producida por estos dos modos así como la dirección del movimiento de las partículas.

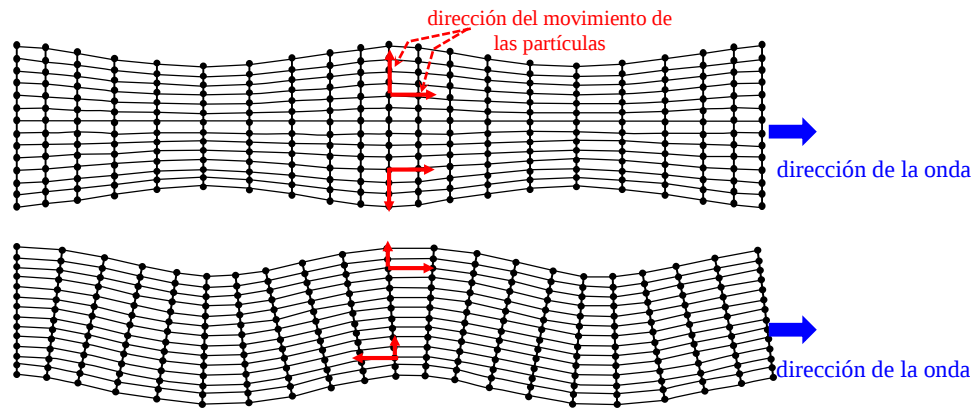


Figura 2.8.2 Modo de propagación simétrico de la onda Lam (arriba) y modo anti-simétrico (abajo).

De la teoría de propagación de ondas Lamb se obtienen dos ecuaciones de las cuales se puede calcular la velocidad de fase de esta onda. La ecuación correspondiente al modo simétrico está dada por:

$$\frac{\tanh(\eta h)}{\tanh(\beta h)} = \frac{(2k^2 - k_s^2)^2}{4k^2 \eta \beta} \quad (3)$$

Y la ecuación correspondiente al modo anti-simétrico de la onda Lamb:

$$\frac{\tanh(\eta h)}{\tanh(\beta h)} = \frac{4k^2 \eta \beta}{(2k^2 - k_s^2)^2} \quad (4)$$

Donde,

$$\begin{aligned} k &= \frac{\omega}{c_L}, \quad k_p = \frac{\omega}{c_p}, \quad k_s = \frac{\omega}{c_s} \\ \eta &= \sqrt{k^2 - k_p^2} \\ \beta &= \sqrt{k^2 - k_s^2} \end{aligned} \tag{5}$$

Aquí, c_L es la velocidad fase de la onda Lamb, c_p es la velocidad de la onda longitudinal y c_s es la velocidad la onda de corte en el material. ω es la frecuencia angular en radianes por segundo y está relacionada a la frecuencia cíclica f por medio de $\omega = 2\pi f$. Finalmente, k_p , k_s y k son los números de onda de: la onda longitudinal, de la onda de corte y de la onda Lamb respectivamente.

Utilizando los valores de velocidad de las ondas longitudinales, de corte y el espesor de la placa, las ecuaciones (3) y (4) son resueltas numéricamente y dan como resultado las curvas de dispersión para los modos simétrico y antisimétrico y existen dos formas en las cuales se pueden resolver; en la primera forma: se deja fija la frecuencia y después se buscan las velocidades de onda que satisfagan las ecuaciones (3) y (4). En la segunda forma se deja fija la velocidad de la onda Lamb y se busca la frecuencia que satisface las ecuaciones (3) y (4). La Figura 2.8.3 muestra el resultado de cálculos de curvas de dispersión en una placa de aluminio con velocidades longitudinal de 6.42 mm/ μ s y transversal de 3.04 mm/ μ s, para cada uno de los modos. Como puede observarse, la solución numérica de cada modo da como resultado diferentes curvas de velocidad de fase que satisfacen cada una de las ecuaciones (3) y (4) de tal forma que A0 y S0 son los modos anti-simétrico y simétrico más bajos

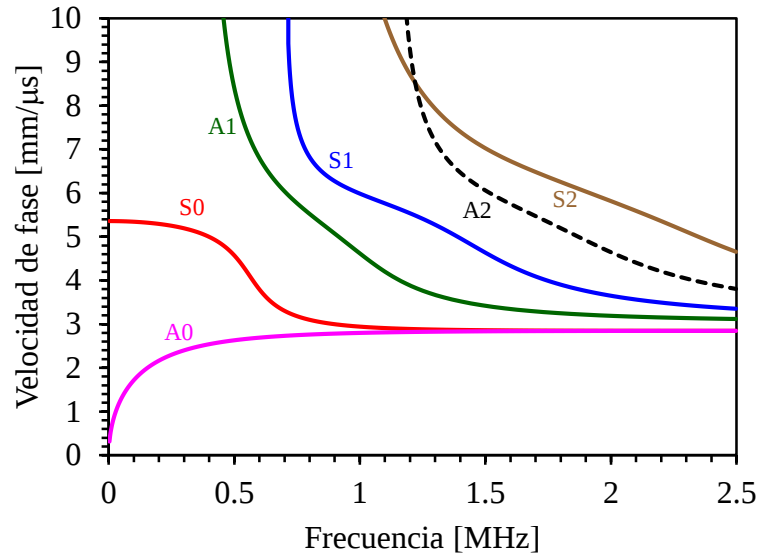


Figura 2.8.3 Curvas de dispersión (velocidad de fase en función de la frecuencia de inspección) para una placa de aleación de aluminio 2024 [9].

Una característica de las ondas de Lamb es que a altas frecuencias la onda Lamb tiende a la velocidad onda de Rayleigh, en la Figura 2.8.3 se observa cómo los diferentes modos de la onda Lamb tienden a una misma velocidad mientras la frecuencia aumenta hacia la derecha del gráfico. Por lo que la onda guiada pasa de ser una onda que viaja por el espesor del material a una onda que solo viaja por la superficie, penetrando únicamente una longitud de onda (λ). Las ondas de Rayleigh combinan una componente de onda longitudinal con una componente de onda de corte la cual es normal a la superficie, generando de esta manera un movimiento elíptico en el medio cuya amplitud disminuye exponencialmente a medida que aumenta la profundidad por debajo de la superficie como se observa en la Figura 2.8.4. La velocidad de estas ondas depende del material y es aproximadamente igual a 9/10 de la velocidad de las ondas de corte.

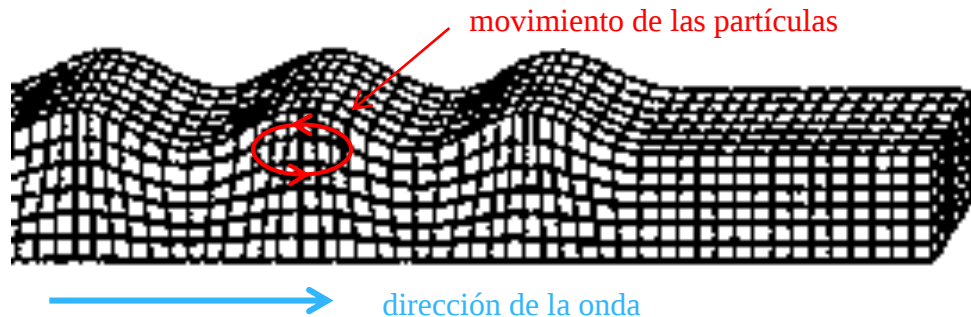


Figura 2.8.4. Movimiento de la onda Rayleigh sobre el material.

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA

El desarrollo experimental que se siguió a lo largo de la investigación se muestra en la Figura 3.1.

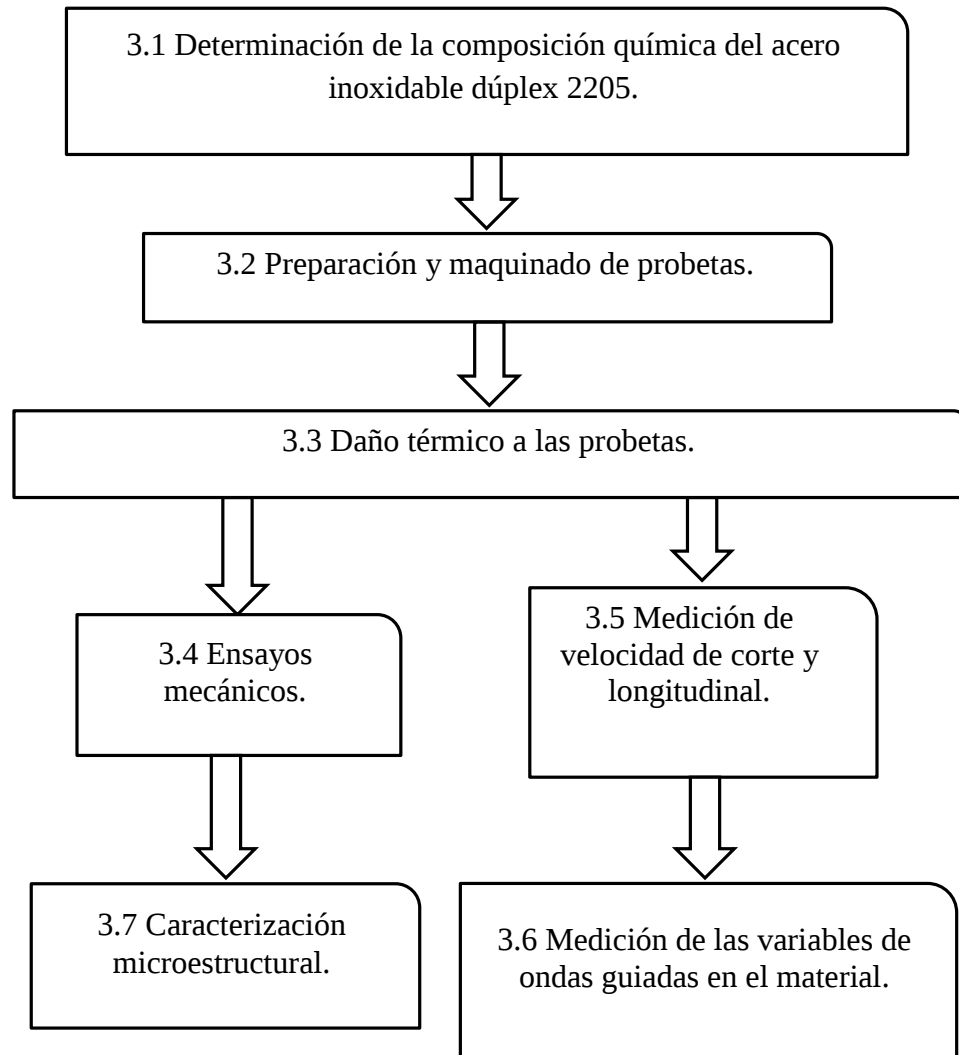


Figura 3.1 Diagrama de flujo del desarrollo experimental.

3.1 Determinación de la composición química del acero inoxidable dúplex 2205.

El análisis químico del acero inoxidable dúplex 2205 fue realizado por la compañía METALTEST, el reporte de los resultados se muestra en la Tabla 3.1.1, en la cual la composición química está dada en porcentaje en peso de los principales elementos de aleación.

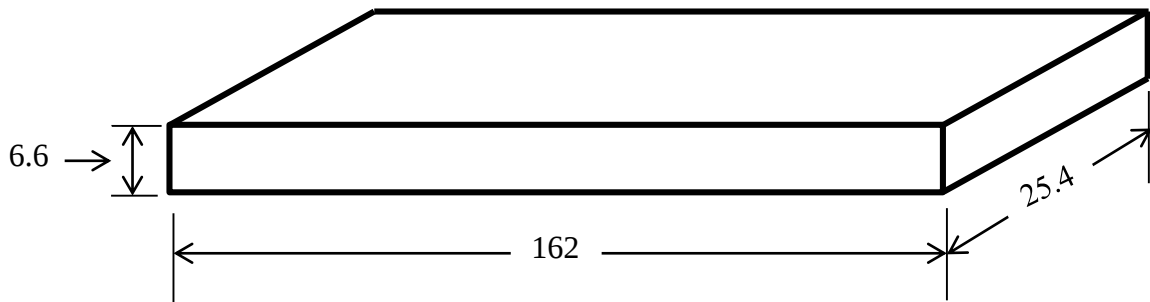
Tabla 3.1.1 Composición química del acero inoxidable dúplex 2205.

Composición química [% en peso]								
C	Cr	Ni	Mo	Fe	V	W	Co	Mn
0.02	22.5	5.8	3.1	66.01	0.159	0.02	0.055	1.5

3.2 Preparación y maquinado de probetas.

El material experimental es una placa de acero inoxidable dúplex 2205 laminada de 6 mm de espesor de la cual se cortaron seis probetas en la dirección de laminación y seis fueron cortadas en dirección transversal al sentido de laminación, posteriormente fueron maquinadas en la fresadora y finalmente en la rectificadora. Las piezas finales quedaron con dimensiones mostradas en la Figura 3.2.1.

Una vez maquinadas las piezas, fueron desbastadas por ambos lados con lijas No. 80, 120, 240, 480 y 600 para eliminar la rugosidad del proceso de fabricación de la placa. Un acabado superficial que evita problemas y errores en la medición.


Figura 3.2.1 Dimensiones de las probetas para mediciones de ondas guiadas, cotas en [mm].

3.3 Daño térmico.

Una vez obtenidas las probetas maquinadas con las dimensiones antes mencionadas se les realizó un daño térmico a la temperatura de 750 °C siguiendo el diagrama que se muestra en la Figura 3.3.1 a los diferentes tiempos de permanencia (5, 30, 60, 360 1440 min).

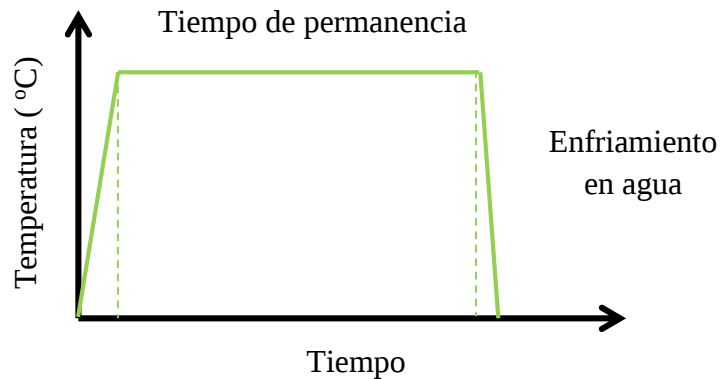


Figura3.3.1. Diagrama esquemático del proceso del daño térmico.

Los tiempos de permanencia fueron de 5, 30, 60, 720 y 1440 minutos, para cada tiempo se introdujeron 2 probetas, una cortada en la dirección de laminación y otra de las que fueron cortadas en sentido transversal a la laminación. Las probetas se dañaron térmicamente conforme al siguiente procedimiento: primero se calentó el horno a la temperatura de 750 °C y se comprobó la temperatura de este con la ayuda de un termopar. Una vez calentado el horno a la temperatura deseada se abrió éste, se depositaron las probetas en el interior y se cerró el horno, el tiempo del daño térmico inició a partir de que el horno volvió a alcanzar la temperatura de 750 °C. Después del tiempo de permanencia necesario las piezas fueron retiradas del horno y enfriadas rápidamente en agua a temperatura ambiente con agitación.

Posteriormente los especímenes fueron desbastados con lija de agua grado 600 con la finalidad de eliminar una pequeña capa superficial formada por el daño térmico.

3.4. Ensayos mecánicos.

3.4.1 Ensayo de dureza.

El ensayo de dureza Rockwell está definido como un número arbitrario, inversamente proporcional a la penetración del indentador. El estándar ASTM E 18-03 define la dureza Rockwell como un método de ensayo por indentación por el cual, con el uso de una máquina calibrada, se fuerza un indentador cónico esferoidal de diamante (penetrador de diamante), o una bola de acero endurecido (acero o carburo de tungsteno), bajo condiciones específicas contra la

superficie del material a ser ensayado, en dos operaciones, y se mide la profundidad permanente de la impresión bajo condiciones específicas de carga.

El estándar ASTM E18-03 define el número de dureza Rockwell como un número derivado del incremento neto en la profundidad del indentador cuando la fuerza de éste es incrementada desde una fuerza previa (preliminar específica) hasta una fuerza total (específica) y luego retornada al valor de fuerza previa como se muestra en la Figura 3.4.1.1. La dureza fue medida con 10 indentaciones por probeta para disminuir el error y se sacó el promedio de las mediciones realizadas.

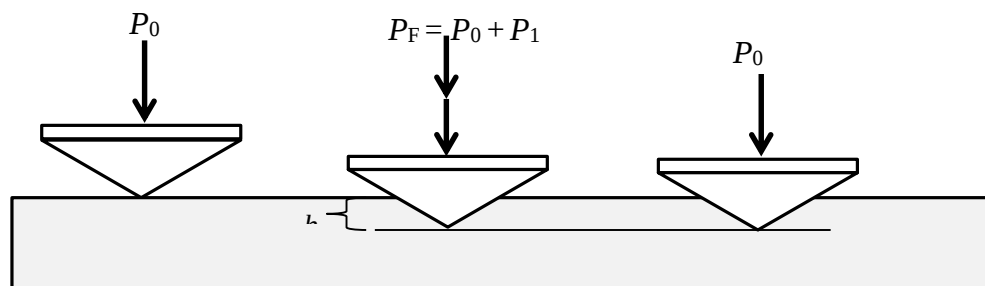


Figura 3.4.1.1 Esquema de la medición de dureza Rockwell.

3.4.2 Ensayo de tensión.

Este ensayo es utilizado para medir la resistencia de un material a una fuerza estática o aplicada lentamente. Esta prueba consiste en alargar una probeta de ensayo por fuerza de tensión, ejercida gradualmente, con el fin de conocer ciertas propiedades mecánicas de materiales en general. Este ensayo se lleva a cabo a temperatura ambiente entre 10 °C y 35 °C y se hizo bajo la norma ASTM E8M-04 con la forma que se describe en la Figura 3.4.2.1 y las dimensiones que se muestran en la Tabla 3.4.2.1.

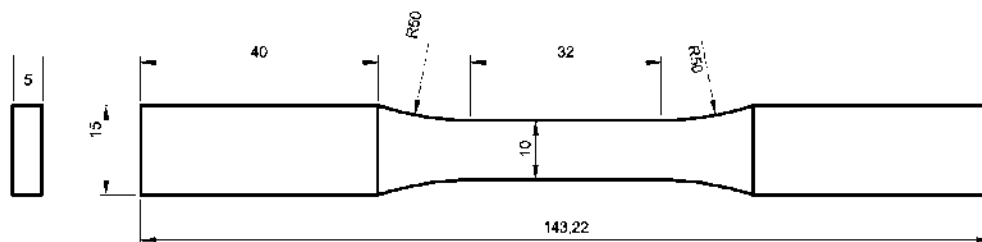


Figura 3.4.2.1 Probeta de tensión bajo la norma ASTM E8M-04.

3.5 Determinación de velocidades de corte y longitudinal utilizando la técnica pulso-eco.

El cálculo de curvas de dispersión necesita de los valores de velocidad de ondas de corte y longitudinal. Para la determinación de la velocidad longitudinal (c_d) utilizamos la técnica no destructiva de ultrasonido en la modalidad *pulso-eco en inmersión*, el arreglo experimental se muestra en la Figura 3.5.1. Para calcular la velocidad longitudinal se utilizó un transductor de onda longitudinal, con frecuencia nominal de 5 MHz. El transductor fue montado en un soporte y se excitó con un pulsador/receptor modelo 5073PR de la marca Panametrics.

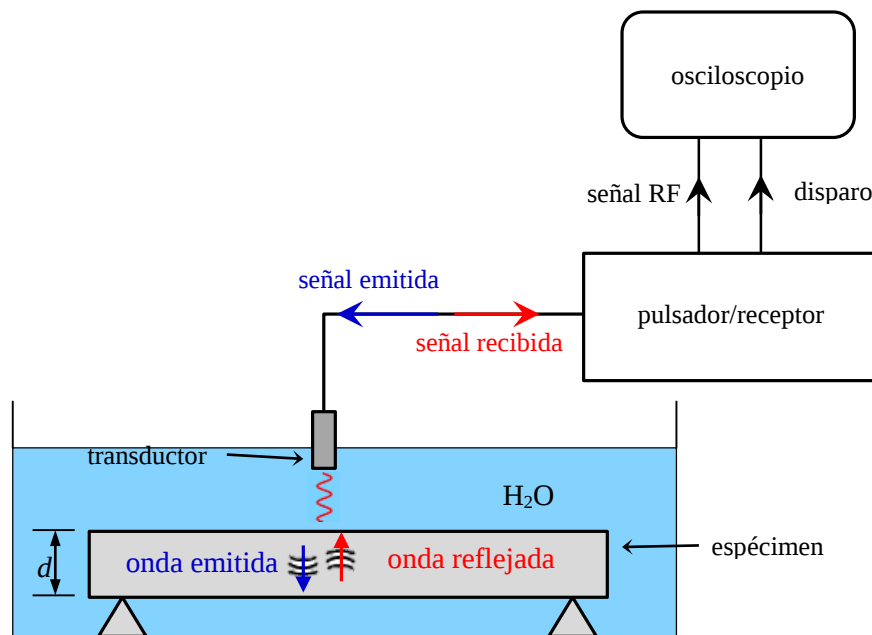


Figura 3.5.1 Esquema del arreglo experimental de ultrasonido pulso-eco en inmersión.

Para la determinación de la velocidad de corte (c_s) utilizamos la técnica no destructiva de ultrasonido en la modalidad *pulso-eco*, el arreglo experimental se muestra en la Figura 3.5.2. Para determinar la velocidad de corte se utilizó transductor de ondas de corte de incidencia normal y frecuencia nominal de 5 MHz y se usó miel comestible como medio de acople. El transductor fue montado en el espécimen y dicho transductor fue excitado con un pulsador/receptor modelo 5073PR de la marca Panametrics

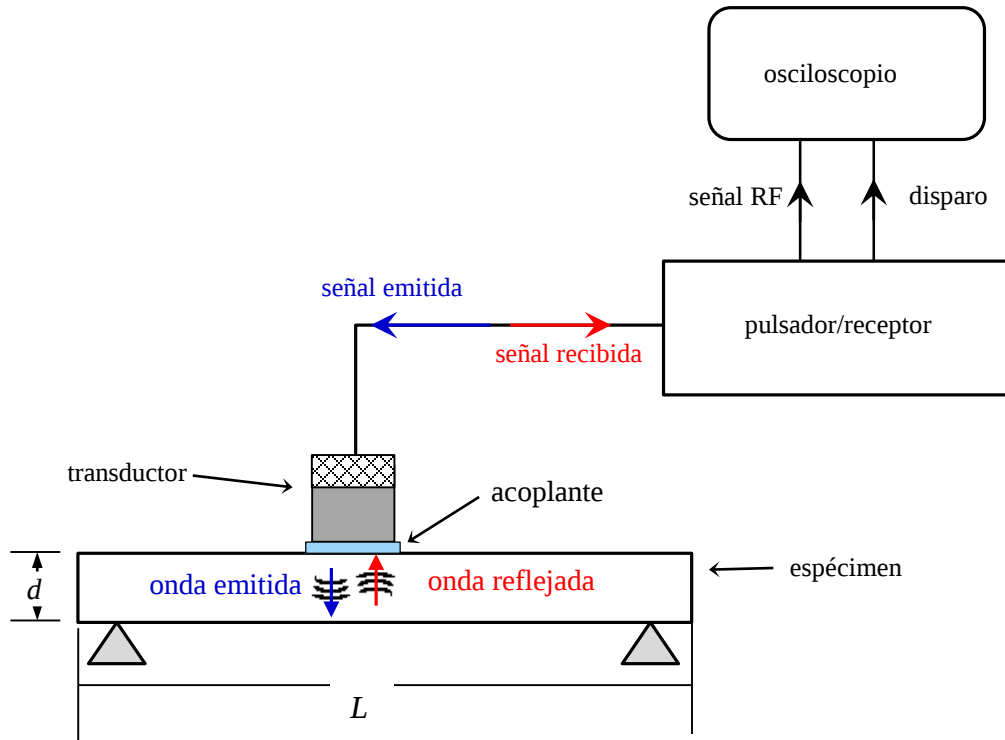


Figura 3.5.2 Esquema del arreglo experimental de ultrasonido pulso-eco.

La señal ultrasónica fue convertida a digital y promediada de un osciloscopio LeCroyWavejet 332. Para determinar el tiempo que la onda tarda en recorrer el espesor del material se midió el tiempo de viaje de la onda a través de los dos ecos consecutivos y en los primeros cruces en cero (P_1) y (P_2) de las superficies inferiores del espécimen como se muestra en la Figura 3.5.3. Tomamos cinco mediciones para cada condición de tratamiento térmico con el objetivo de disminuir el error.

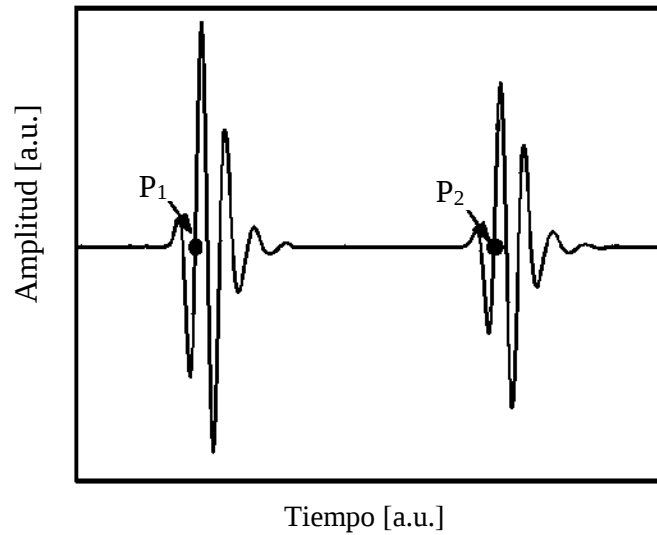


Figura 3.5.3. Descripción del cruce de ceros positivos usados para la medición de tiempo.

Para el arreglo experimental que se muestra en la Figura 3.5.2, la velocidad de ondas de corte se midió en el modo de propagación rápido y en el modo de propagación lento. En el modo rápido la dirección de la onda es en el espesor d con la polarización a través de la longitud L , la cual es la dirección de laminación. Mientras que en el modo de propagación lento, en la dirección es también en el espesor d pero con polarización en la dirección del ancho de espécimen la cual es perpendicular a la dirección de laminación. Esto se observó en la pantalla del osciloscopio ya que la onda rápida aparece primero en el dominio del tiempo cuando la dirección de polarización coincide con la dirección de laminación como se observa en la Figura 3.5.4.

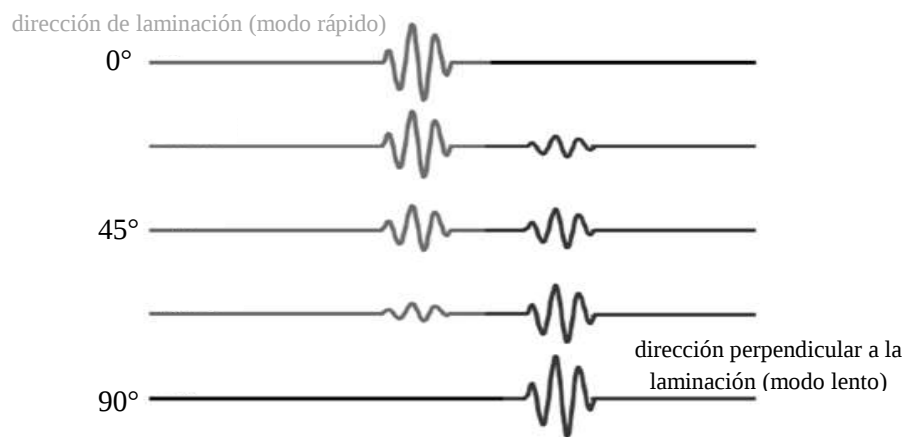


Figura 3.5.4. Modos de propagación, rápido y lento.

Para ambos casos, la velocidad se calcula con la ecuación:

$$c_x = \frac{2d}{\Delta t} \quad (6)$$

Donde, c_x representa ya sea la velocidad de corte o longitudinal según sea el caso, d es el espesor de la placa, Δt es tiempo que tarda la onda en recorrer el espesor de la placa dos veces de (P₁) a (P₂); este tiempo se mide en la pantalla del osciloscopio. Para mayor precisión en la medición del espesor se utilizó un micrómetro digital.

3.6 Propagación y medición de ondas guiadas en el material.

La inspección ultrasónica por medio de ondas guiadas se realizó usando dos transductores piezoeléctricos idénticos con frecuencia central de 5 MHz en el modo de *emisión-recepción de inmersión* de acuerdo a la configuración mostrada en la Figura 3.6.1. Los transductores fueron montados en soportes en un sistema de barrido controlado por computadora. Uno de los transductores funcionó como emisor mientras que el otro actuó como receptor. El transductor emisor se excitó mediante pulsos eléctricos con un pulsador/receptor modelo 5073PR de la marca Panametrics. Los pulsos eléctricos en el transmisor son convertidos por efecto piezoeléctrico en ondas mecánicas que viajan en el agua e inciden en el espécimen para generar una onda guiada.

Una vez generada la onda en el transductor esta viajó por el fluido (agua) en forma de onda *leaky*, es decir, tiene la presencia de fugas de energía, esto debido a la falta de homogeneidad de las ondas radiadas [28]. Una vez que la onda entre en contacto con el espécimen se propaga por este en forma de onda guiada y deja al espécimen para propagarse en el agua en forma *leaky* para ser recibida por el transductor receptor, el cual por el mismo efecto piezoeléctrico convierte una vibración mecánica en un pulso eléctrico que es enviado al pulsador/receptor. El pulsador/receptor está conectado a un osciloscopio digital en el cual despliega una señal en el dominio del tiempo. Como se mencionó anteriormente, las velocidades de fase para diferentes modos de la onda Lamb se pueden obtener a partir de las curvas de dispersión como las de la Figura 3.6.2.

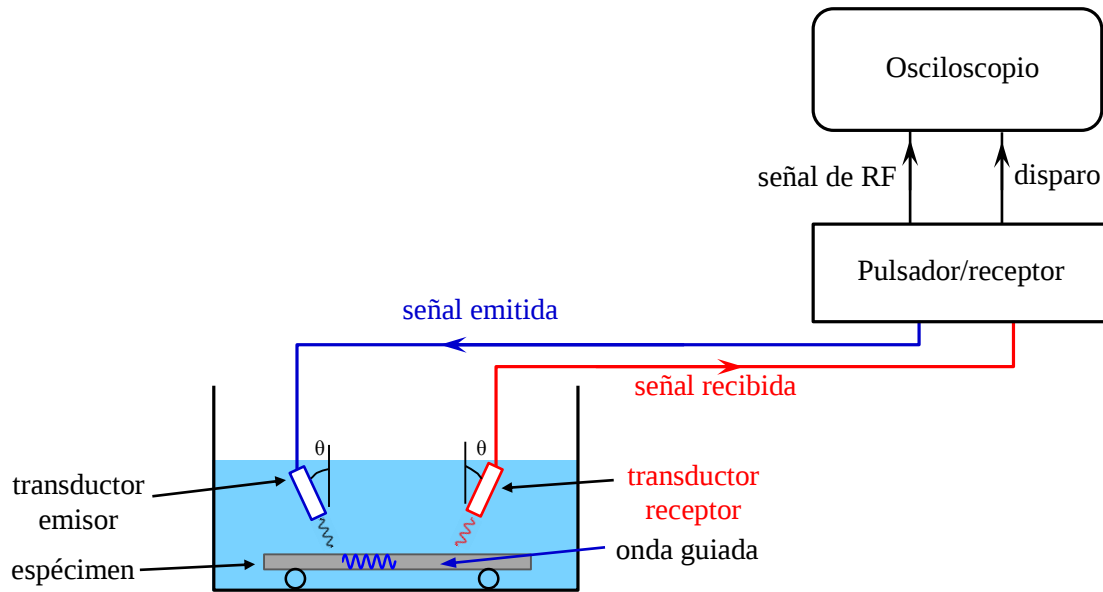


Figura 3.6.1 Esquema del arreglo experimental para la generación de ondas guiadas

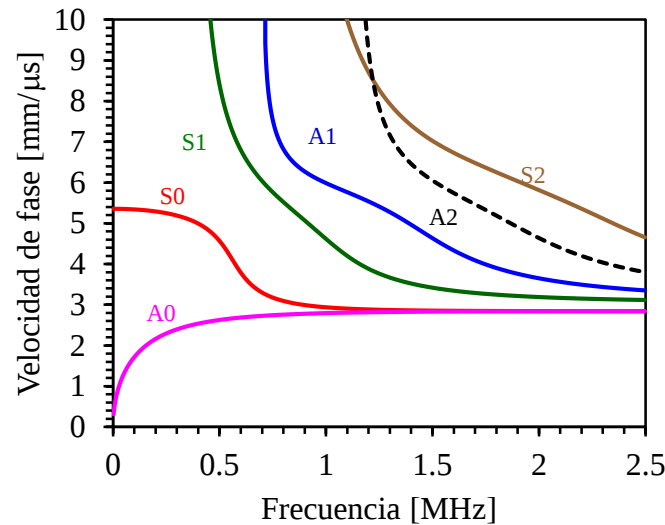


Figura 3.6.2 Curvas de dispersión (velocidad de fase en función de la frecuencia de inspección) para una placa de aleación de aluminio 2024 [9].

Como puede observarse en la Figura 3.6.2 existen diversos modos de onda Lamb (A0, S0, A1, S1, etc) que se pueden propagar en una placa. Cada modo tiene una velocidad de fase (VPH) c_L o velocidad de onda Lamb particular para frecuencias bajas, como se menciona anteriormente, la velocidad de Lamb tiende a la velocidad de Rayleigh en frecuencias altas, por lo que es posible trabajar con cualquiera de las dos ondas guiadas. Para generar una onda Lamb se utilizó un transductor de 1MHz y para las ondas Rayleigh se utilizó 5 MHz.

MAESTRÍA EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

Para una placa de acero inoxidable dúplex 2205 de 6 mm de espesor sumergida en agua, (la velocidad de onda en agua a temperatura ambiente $c_f = 1.48 \text{ mm}/\mu\text{s}$) fue necesario calcular las curvas de dispersión una vez conocidos los valores de velocidad longitudinal y velocidad de corte.

Una vez obtenida la curva de dispersión, se observaron los diferentes modos con los que se podía trabajar a 1MHz y se seleccionó el modo S1 de la onda Lamb y el ángulo de incidencia θ_i que el transductor ultrasónico requiere para la generación de este modo específico de onda Lamb que se propaga con una velocidad de fase c_L se puede obtener de la ley de Snell como se muestra a continuación,

$$\theta_i = \sin^{-1} \left(\frac{c_f}{c_L} \right) \quad (7)$$

Donde θ_i es el ángulo de incidencia, c_f es la velocidad longitudinal en agua y c_L es la velocidad de fase del modo de onda específico. Una vez obtenido el ángulo de incidencia, se colocaron los transductores en el ángulo (23°) que fue el ángulo calculado mediante la ecuación (7) para así producir una onda Lamb que viajó en el espécimen.

Mismo procedimiento para la propagación de la onda Rayleigh solo que ahora se obtiene la velocidad de Rayleigh c_R correspondiente a la frecuencia de 5MHz. Ya obtenida esta velocidad se calcula el ángulo (30°) con la ley de Snell antes mencionada para asegurarnos de estar produciendo una onda Rayleigh.

Una vez hecho esto, se mide la amplitud para una distancia de propagación fija en cada probeta expuestas a los diferentes tiempos de daño térmico. Las probetas fueron medidas una por una y para cada probeta se buscó el pico máximo de la amplitud en el osciloscopio, esto con una mínima variación del ángulo con ayuda del goniómetro.

La información resultante fue usada para relacionar cambios en la amplitud y velocidad de las ondas con la microestructura, en especial con la cantidad de fase sigma en los especímenes.

3.7 Caracterización microestructural.

Las probetas que fueron estudiadas en el microscopio electrónico de barrido (MEB) a cada uno de los diferentes tiempos de daño térmico fueron cortados en forma rectangular y después se desbastaron con lijas de carburo de silicio desde el grado 80 hasta el 600; posteriormente se realizó un electro pulido con una solución de 10 mL de ácido perclórico y 90 mL de etanol durante 45 segundos con un voltaje de 12 V y con agitación constante. Para revelar la microestructura se realizó un ataque electrolítico con una solución de 25 g de hidróxido de potasio en 50 mL de agua destilada durante 10 segundos a voltaje constante de 3 V. Posterior a esto las probetas se llevaron a un baño ultrasónico con acetona, esto con la finalidad de remover el potasio remanente después de revelar la microestructura.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el presente capítulo se presentan y discuten los resultados experimentales que se obtuvieron mediante mediciones de velocidad ultrasónica de ondas longitudinales y de ondas de corte, caracterización microestructural, medición de la amplitud de ondas guiadas, caracterización del comportamiento mecánico mediante: ensayo de tensión y mediciones de dureza del acero inoxidable dúplex 2205 envejecido térmicamente a 750 °C. Se analizan y comparan las relaciones que existen entre los resultados de técnicas no destructivas aplicadas, las pruebas mecánicas y los cambios microestructurales producidos por el daño térmico en los especímenes.

4.1. Microscopía óptica

En la figura 4.1.1 se presentan dos micrografías ópticas del acero inoxidable duplex 2205, (a) se observa la forma de los granos en sentido de la laminación (granos alargados) y (b) la forma de los granos en la dirección transversal de la laminación con granos de forma y tamaños diferentes. Esto concuerda con lo obtenido por Chen y colaboradores [2]

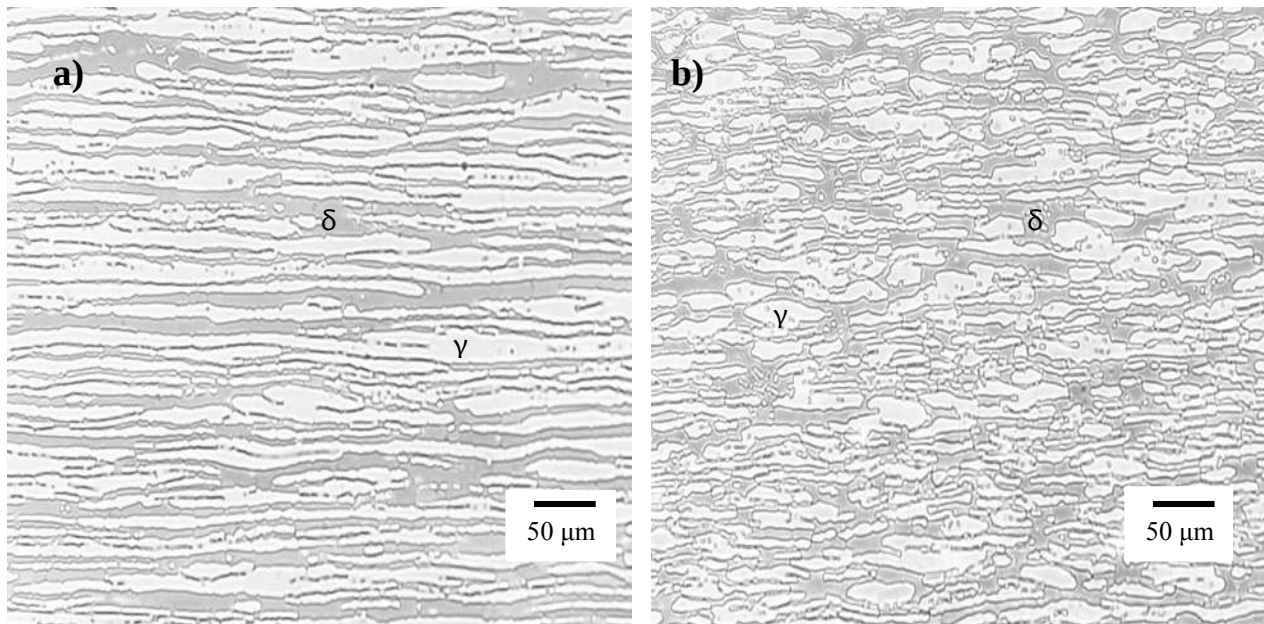


Figura 4.1.1 Micrografías de la sección longitudinal (a) y de la sección transversal (b) de un acero inoxidable dúplex 2205 sin daño termico.

En la Figura 4.1.2 se muestran una serie de imágenes tomadas con el microscopio óptico a 200 magnificaciones a los especímenes dañados térmicamente a 750 °C y diferentes tiempos de exposición. En la Figura 4.1.2 a) se observan cantidades aproximadamente similares de ferrita y

de austenita, granos de austenita alargados (color claro) en una matriz ferrita (color gris) producidos por el proceso de laminación que sufrió el material, esto coincide con lo obtenido por diversos autores [2, 11]. Las imágenes 4.1.2 a) y 4.1.2 b) muestran que en tiempos cortos de permanencia no se observan cambios notables en la morfología y contenido de austenita y ferrita. Caso contrario se observa en las imágenes 4.1.2 c) hasta 4.1.2 e) ya que estas micrografías presentan cambios en la fase ferrita, debido a la transformación de la fase ferrita a fase sigma y austenita secundaria (color gris oscuro) [18]. Se puede observar que la transformación de la ferrita está en función del tiempo de permanencia a alta temperatura.

Unas micrografías más detalladas realizadas en el microscopio electrónico de barrido (MEB) se muestran en la Figura 4.1.3 a) hasta 4.1.3 e) se observa la evolución de la microestructura en el acero inoxidable. Los granos de austenita (color claro) se presentan en forma alargada al igual de los granos de ferrita (color gris) y en una proporción semejante en la Figura 4.1.3 a). Con el tratamiento térmico a 750°C, la proporción de las fases cambia considerablemente como se muestra en la secuencia de micrografías c-e) de la Figura 4.1.2, la ferrita rápidamente se transforma en austenita secundaria. En la Figura 4.1.2 b) con un tiempo de 30 minutos de permanencia, se inicia la formación de manera apenas visible de nuevas fronteras de grano en la zona de la ferrita, y una precipitación de algunas segundas fases con forma de partículas muy pequeñas en las fronteras de grano de la misma ferrita. Para los tiempos largos de exposición de la Figura 4.1.2 c-e) correspondientes a tiempos de 30, 360 y 1440 minutos en las cuales es muy evidente la transformación de la ferrita, en donde el cromo es absorbido y el níquel rechazado a regiones adyacentes a la ferrita. La nueva austenita formada (austenita secundaria) es diferente solo en composición química [13], ya que la formación de esta fase está controlado por la migración del cromo durante la formación de la fase sigma [14]. Esto se puede observar mejor en la Figura 4.1.3

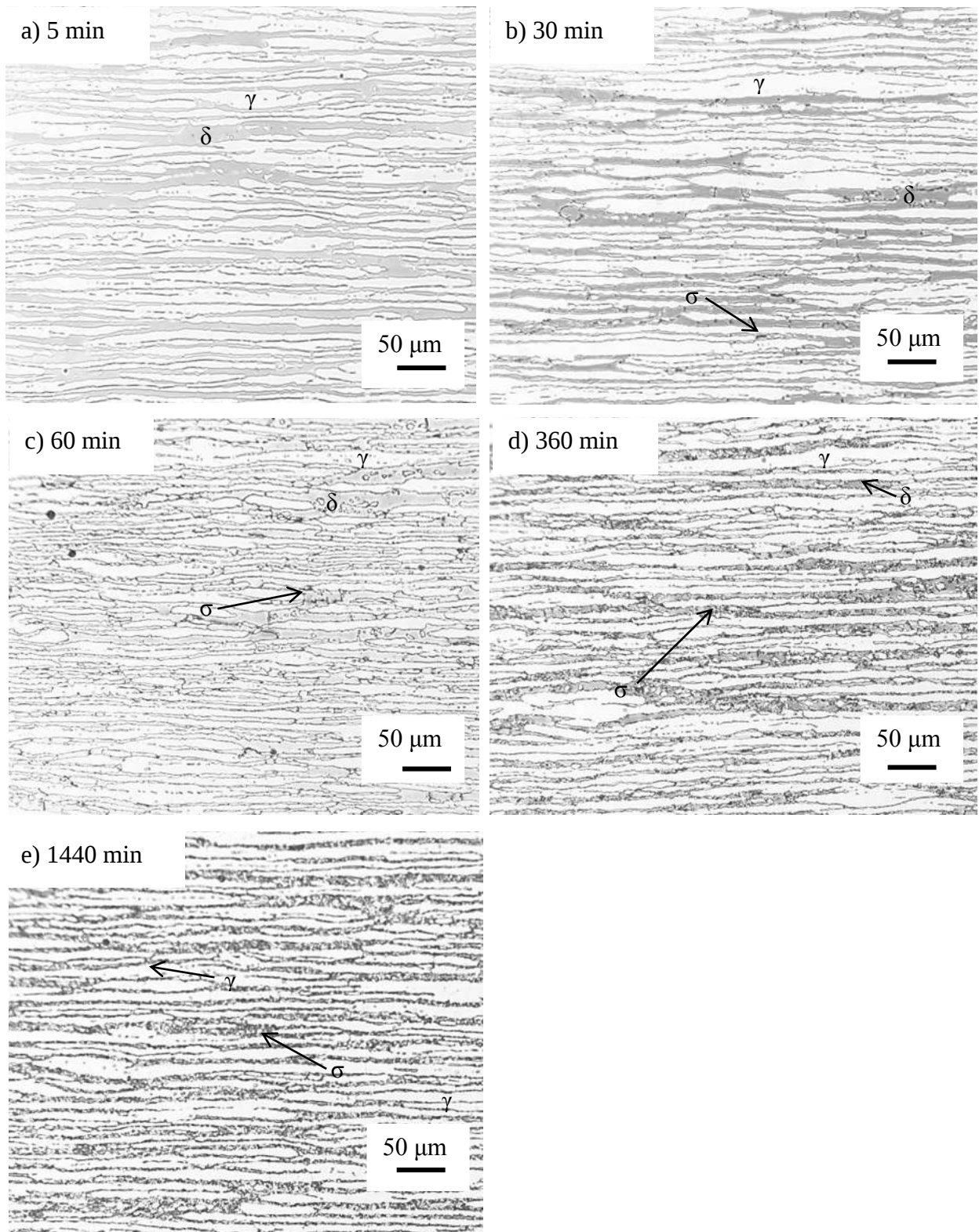


Figura 4.1.2 Microestructura obtenida en el microscopio óptico del acero inoxidable dúplex 2205 (a-e) dañado térmicamente a 750 °C a diferentes tiempos de permanencia.

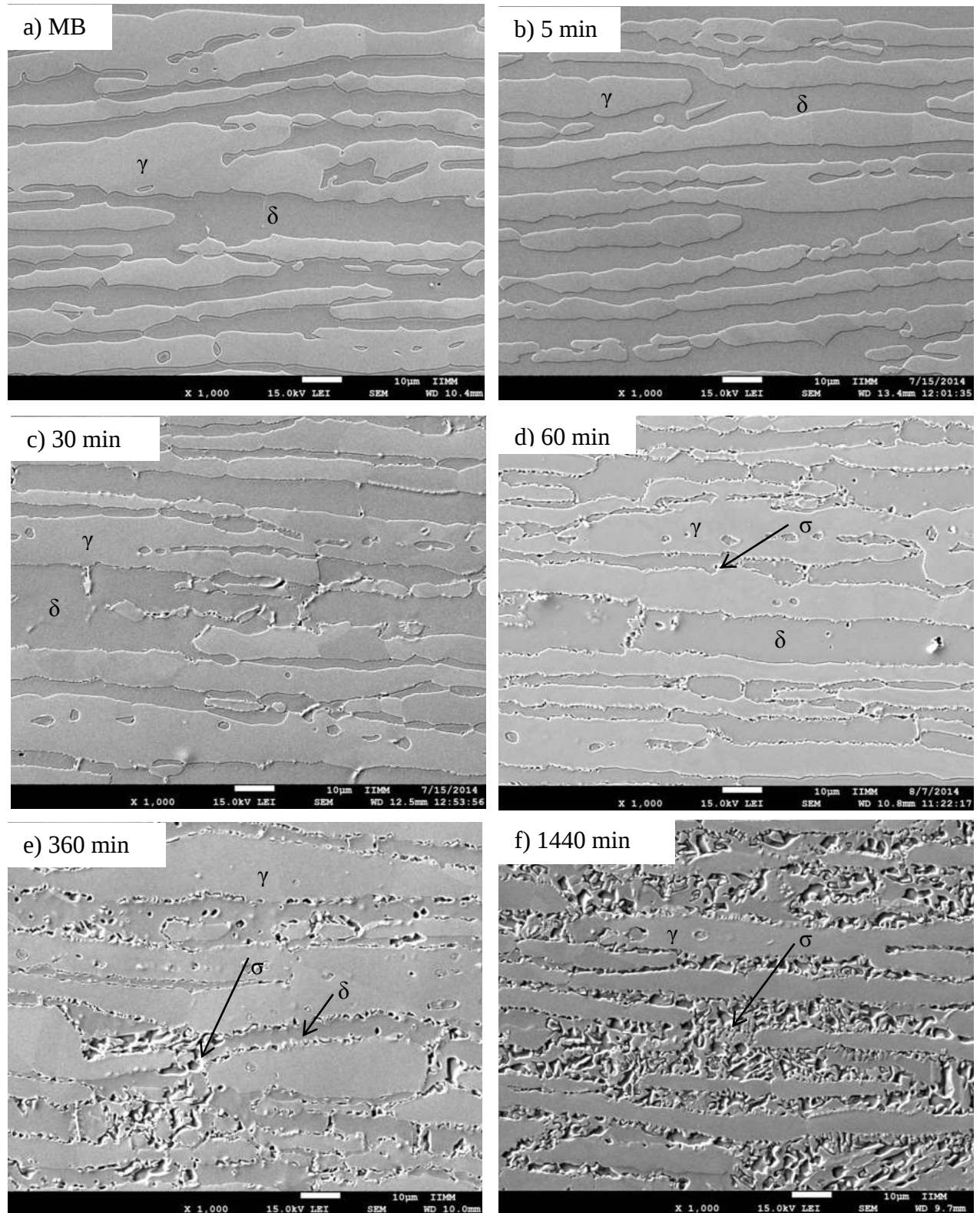


Figura 4.1.3 Microestructura obtenida en el MEB (LEI) del acero inoxidable dúplex 2205 (a-e) dañado térmicamente a 750 °C a diferentes tiempos de permanencia.

Se realizaron análisis puntuales en la ferrita y en la austenita con la finalidad de establecer el comportamiento del contenido de los elementos Cr, Ni y Mo, en la Figura 4.1.4 se muestran el porcentaje de peso normalizado en la ferrita. En esta Figura se puede observar cómo el contenido de Ni y Mo tiene un ligero decaimiento para un tiempo de 360 y 1440 minutos, esto nos indica que estos elementos están migrando de la ferrita para la formación de segundas fases.

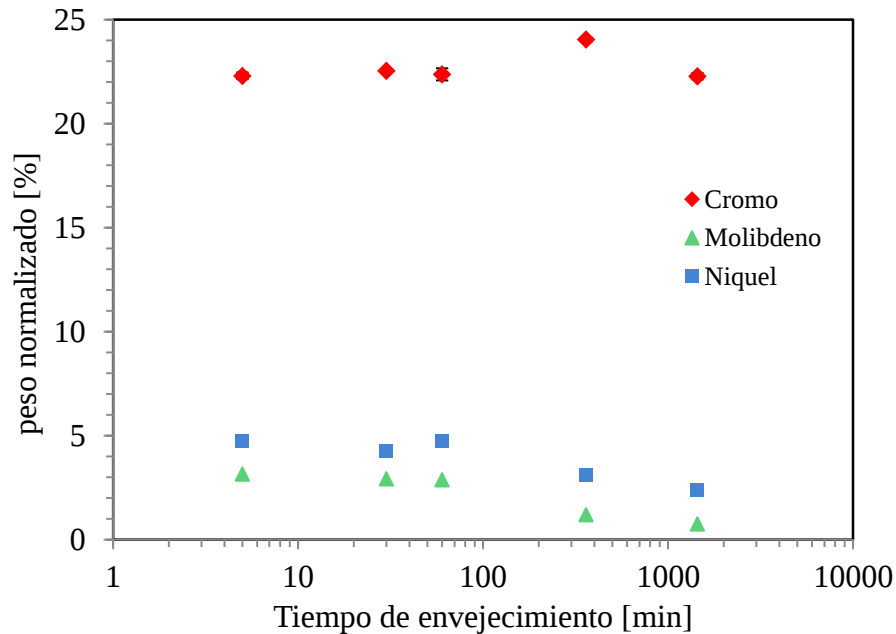


Figura 4.1.4 Variación del contenido en peso normalizado de los elementos Cr, Ni y Mo en la ferrita en función del tiempo de envejecido.

Mientras que en la austenita, las cantidades de estos elementos se mantiene constante en todo momento como se muestra en la Figura 4.1.5. Esto nos indica que en la austenita no sufre variación en la cantidad de estos elementos y se comprueba que las transformaciones de fase se dan en la ferrita [1]. Esto se puede comparar con lo observado en las micrografías obtenidas por MEB en la Figura 4.1.3. Donde los cambios más notables son apreciados en los granos correspondientes a la ferrita.

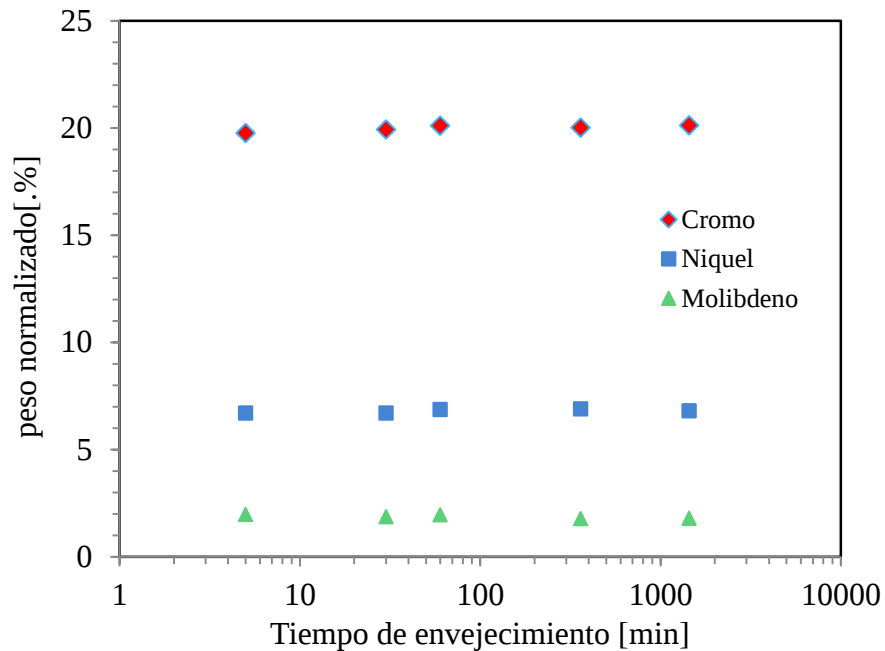


Figura 4.1.5 Variación del contenido en peso normalizado de los elementos Cr, Ni y Mo en la austenita en función del tiempo de envejecido.

Un análisis más detallado de la microestructura se observa en las micrografías de la Figura 4.1.6 obtenidas del MEB a 2500 aumentos en donde se puede apreciar con mucha claridad los cambios que presenta la microestructura. A los 30 min se empieza a notar el crecimiento de partículas muy pequeñas en los límites de grano de la ferrita (color gris), siendo ya muy evidente a los 60 minutos de permanencia, notándose además nuevos límites de grano en algunas partes de la ferrita. Para los tiempos de 360 y 1440 minutos el daño ya es demasiado notable la descomposición de la ferrita en austenita secundaria y fase sigma ($\delta \rightarrow \gamma_2 + \sigma$) [18]. La fase sigma se presenta en la micrografía de color blanco siendo muy abundante a los 1440 minutos de permanencia.

La fase sigma es un intermetálico rico en contenidos de Cr y Mo [1, 4, 5], esto es comprobado en las Figuras 4.1.7 en donde se realizó un barrido lineal de composición a 1500 aumentos del espécimen con 1440 minutos de permanencia. En la Figura 4.1.7 b) se observan las cantidades de los elementos Cr, Ni y Mo a lo largo de la línea de la micrografía de la Figura 4.1.7 a)

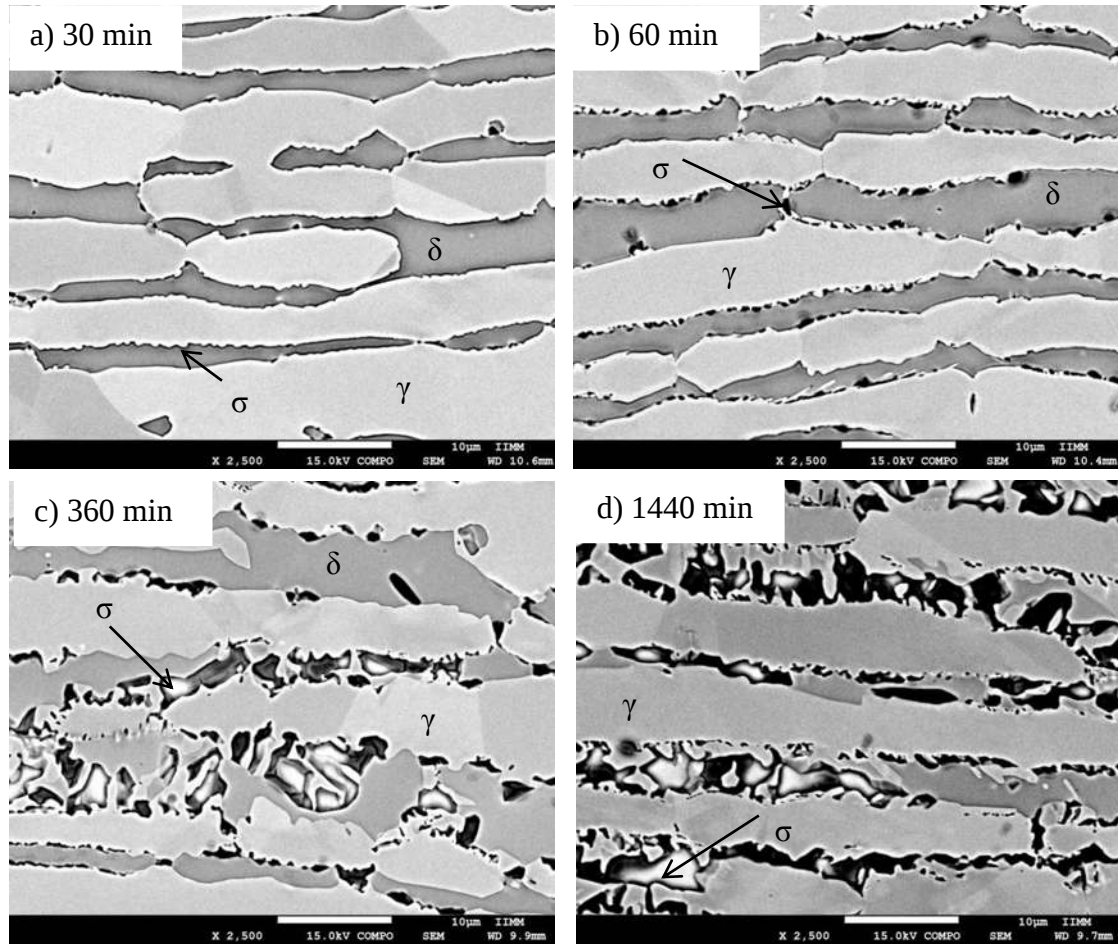


Figura 4.1.6 Microestructura obtenida en el MEB en modo “electrones retrodispersados” del acero inoxidable dúplex 2205 (a-d) dañado térmicamente a 750 °C a diferentes tiempos de permanencia.

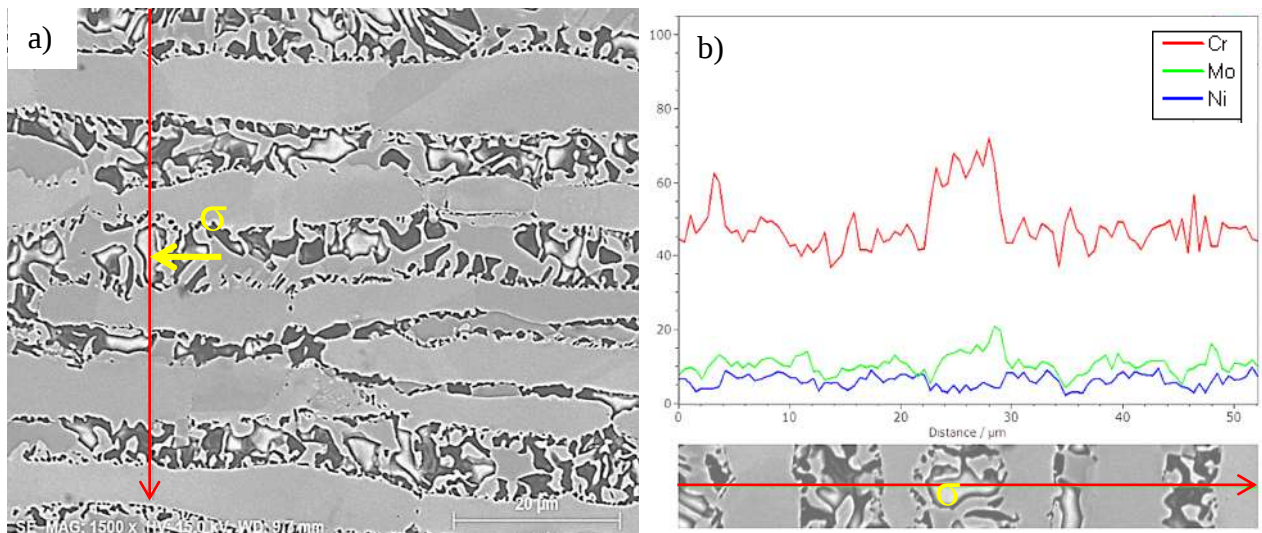


Figura 4.1.7 a) Micrografía de MEB y b) barrido lineal de composición del espécimen con un tiempo de permanencia de 1440 minutos a 750 °C.

La presencia de la fase sigma fue observada con este barrido lineal de composición, ya que cuando el barrido pasa por la fase sigma (color blanco) la cantidad de Cr (rojo) y Mo (verde) aumentan significativamente en forma de picos en el área blanca en la Figura 4.1.8 b).

Dentro de los resultados obtenidos en la microscopía electrónica de barrido, se presenta la distribución de elementos químicos presentes en la microestructura, esto con la finalidad de dar una visión más clara de los elementos que conforman las segundas fases. En la Figura 4.1.8 se observa la distribución de elementos en el espécimen de 1440 minutos de permanencia.

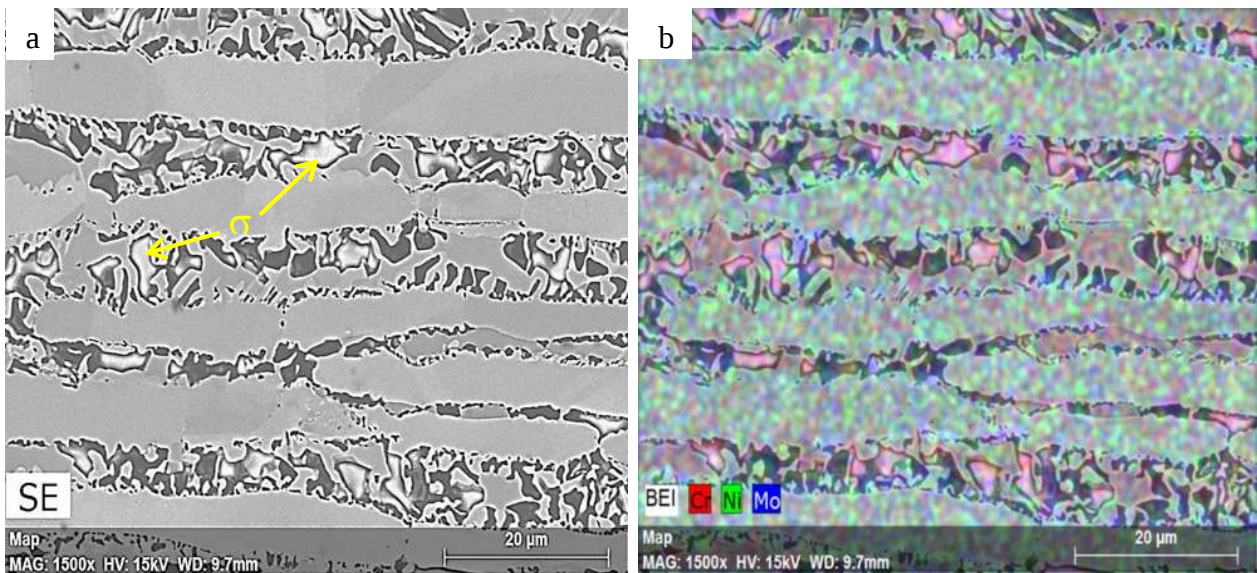


Figura 4.1.8 a) Micrografía en MEB a 1500 aumentos y b) distribución de Cr, Ni y Mo en el espécimen de 1440 minutos de permanencia.

En la Figura 4.1.8 b) se observa que la fase sigma está compuesta principalmente de Cr y Mo corroborando lo obtenido con el barrido lineal de composición. En la Figura 4.1.9 se observa la distribución de elementos por separado de los principales elementos que componen al acero.

Hecho lo anterior, se tienen las pruebas y la certeza de que se propició con éxito la aparición de la fase sigma, la cual es muy dañina para el material y es de suma importancia para el propósito de este trabajo.

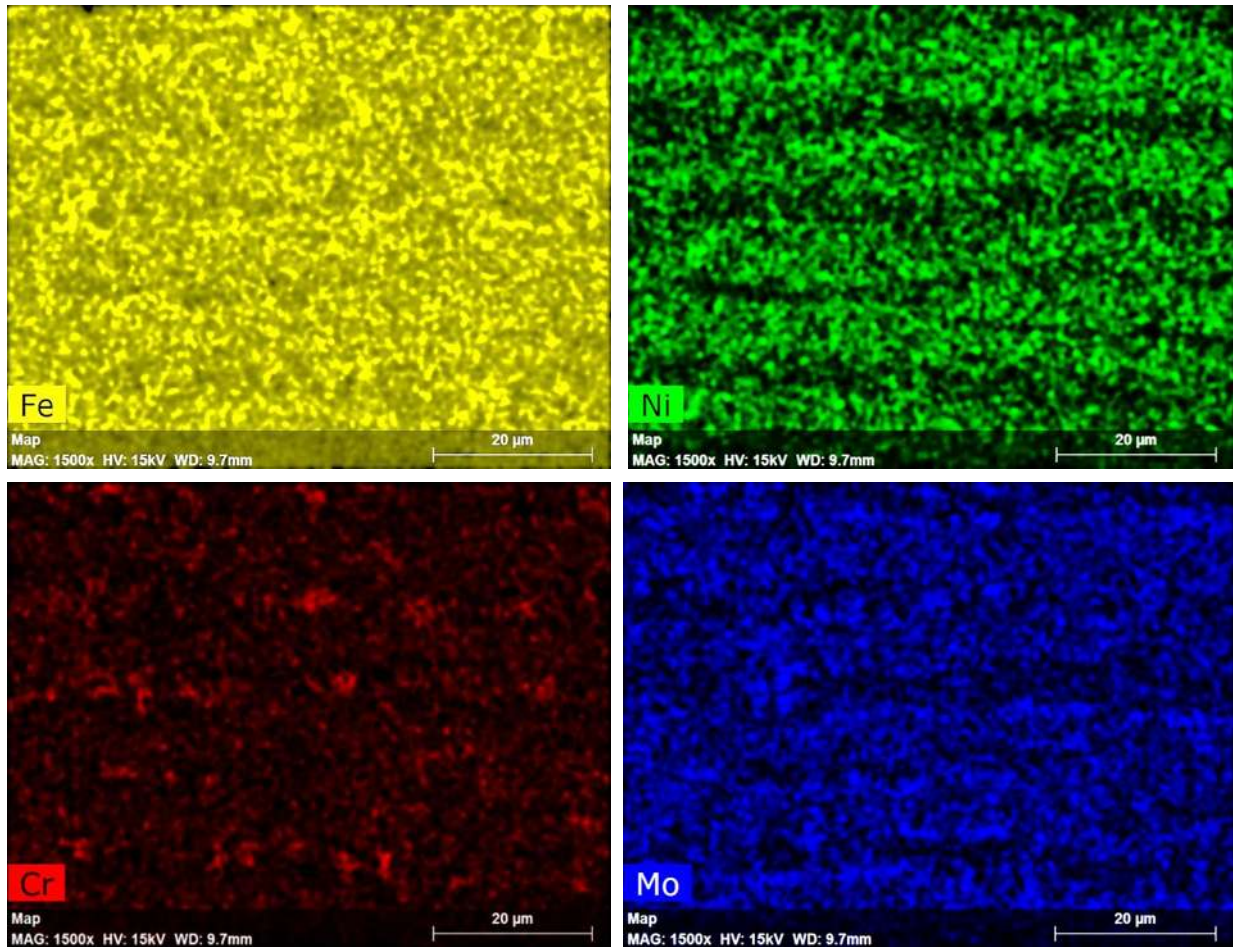


Figura 4.1.9 Distribución de elementos a) Fe, b) Ni, c) Cr y d) Mo del acero inoxidable dúplex dañado térmicamente a 750 °C por 1440 minutos.

4.2- Mediciones de dureza.

En la Figura 4.2.1 se muestran los resultados de las mediciones de dureza Rockwell C en función del tiempo de daño térmico a 750 °C, esto causado principalmente por la precipitación de la fase sigma. A tiempos de permanencia cortos, 30 y 60 minutos presenta una ligera caída en la dureza respecto al material base y a los 5 minutos de permanencia, sin embargo, para los tiempos de 360 y 1440 minutos la dureza incrementa notablemente hasta 28 y 34 HRC. Este comportamiento es atribuido a la descomposición espinoidal y al crecimiento de las segundas fases presentes en este acero [24, 29].

Pardal y colaboradores [30] reportaron que al principio de la formación de fases secundarias la dureza no aumenta, al contrario disminuye un poco antes de empezar a aumentar considerablemente.

Mientras que Ghosh y colaboradores [31] presentaron un estudio de envejecimiento a altas temperaturas en aceros inoxidables dúplex a 900°C y encontraron que el incremento en la dureza es causado por cantidades significativas de austenita secundaria (γ_2), fase chi (χ) y fase sigma (σ).

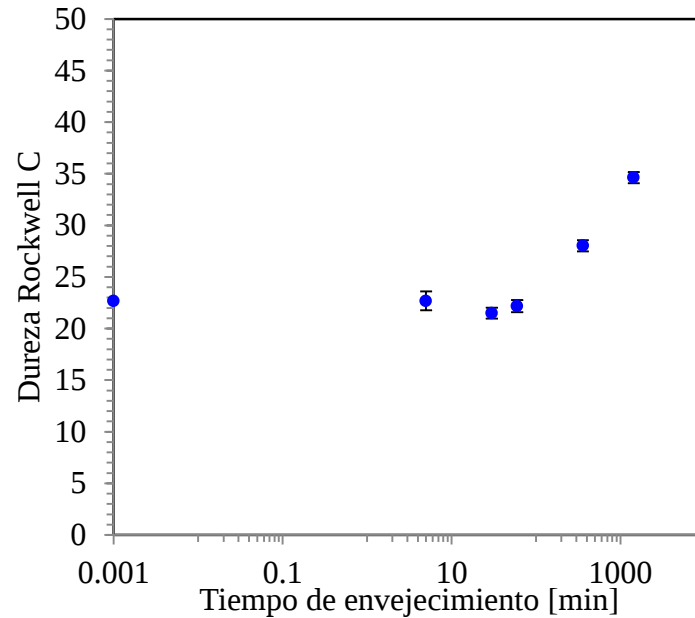


Figura 4.2.1 Variación en la dureza en función del tiempo de envejecimiento a 750°C

4.3 Técnicas ultrasónicas.

4.3.1 Medición de velocidad de ondas longitudinales.

La medición de la velocidad ultrasónica ha sido usada para caracterizar propiedades mecánicas de los materiales en donde dichas propiedades están fuertemente ligadas con la microestructura del material. En la Figura 4.3.1.1 se muestran los resultados obtenidos de la medición con velocidad ultrasónica longitudinal a las probetas con daño térmico a 750 °C a diferentes tiempos de permanencia. Se realizaron diez mediciones por espécimen y en la gráfica se muestran los promedios de dichas mediciones con sus respectivas barras de error. En la Figura 4.3.1.1 se puede observar que la velocidad longitudinal permanece aparentemente sin cambio alguno durante 5, 30 y 60 minutos de permanencia con respecto a la del material base, la velocidad se ve afectada hasta los 360 minutos de permanencia con un incremento de 0.04mm/μs con respecto a la del material base, mientras que el espécimen con 1440 minutos de permanencia presenta un cambio en la velocidad de 0.07 mm/μs que representa un cambio de 1.4 %. Los resultados

obtenidos muestran que la velocidad ultrasónica longitudinal es sensible al cambio producido en los especímenes con daño térmico a tiempos de permanencia de 360 y 1440 minutos. Se atribuye que este cambio significativo en la velocidad longitudinal es controlado por los cambios microestructurales presentes en estos especímenes, como se muestra en la Figura 4.1.6 (c) y (d). Y a que en estos especímenes la aparición de segundas fases (en especial la fase sigma) es la responsables de estas variaciones en la velocidad, debido a la desaparición gradual de ferrita y precipitación gradual de segundas fases.

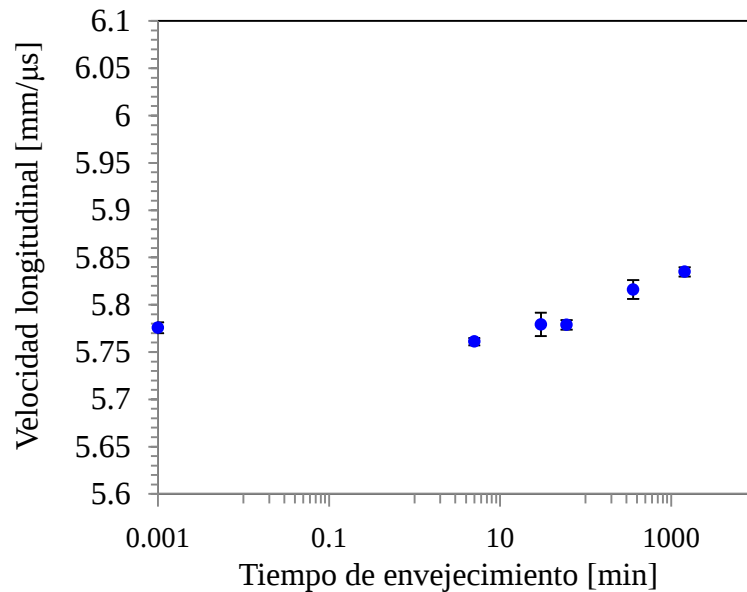


Figura 4.3.1.1 Velocidad longitudinal ultrasónica en función del tiempo de daño térmico del acero inoxidable dúplex 2205 a 750°C.

Albuquerque y colaboradores [24] encontraron que existe una relación directa entre las mediciones de velocidad longitudinal y las mediciones de dureza, esto quiere decir que conforme la velocidad ultrasónica aumenta en los aceros inoxidables, también aumenta la dureza en estos. Esto se puede observar mucho mejor en la Figura 4.3.1.2 en la cual se muestra una gráfica de la dureza Rockwell C y la variación de la velocidad ultrasónica longitudinal contra el tiempo de envejecimiento. Se puede observar que el comportamiento es muy parecido, con lo cual se comprueba lo dicho por Albuquerque.

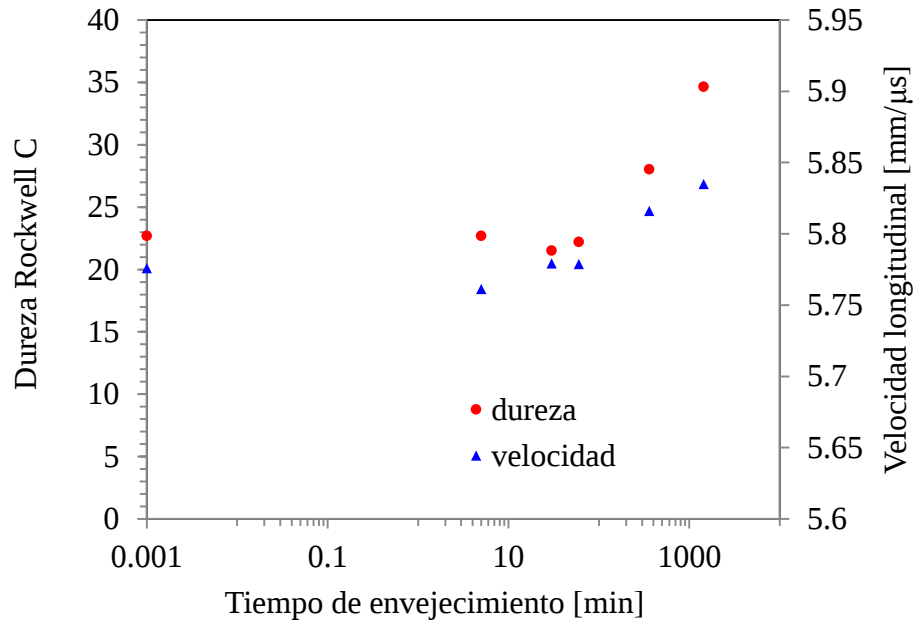


Figura 4.3.1.2 Velocidad longitudinal ultrasónica y dureza Rockwell C en función del tiempo de daño térmico del acero inoxidable dúplex 2205 a 750°C.

Como ya se mencionó anteriormente, el incremento en la dureza de este acero es atribuido principalmente a la precipitación de segundas fases, por lo que es posible monitorear el crecimiento de estas fases mediante la velocidad ultrasónica longitudinal y así establecer una relación.

4.3.2 Medición de velocidad de onda de corte.

La Figura 4.3.2.1, muestra el promedio de 10 mediciones y sus respectivas barras de error, donde se observa que la velocidad de corte en su modo rápido (color rojo) y en su modo lento (color azul) que se propaga con una polarización en la dirección de laminación y en dirección transversal a la laminación respectivamente en las muestras dañadas térmicamente a 750°C. En el modo rápido se puede observar una ligera disminución de la velocidad ultrasónica de corte entre 5 y 30 minutos de permanencia, sin embargo, para los tiempos de 60, 360 y 1440 minutos la velocidad disminuye de manera notable en 0.06 mm/μs, es decir en un 2% hasta su valor mínimo a los 1440 minutos de permanencia.

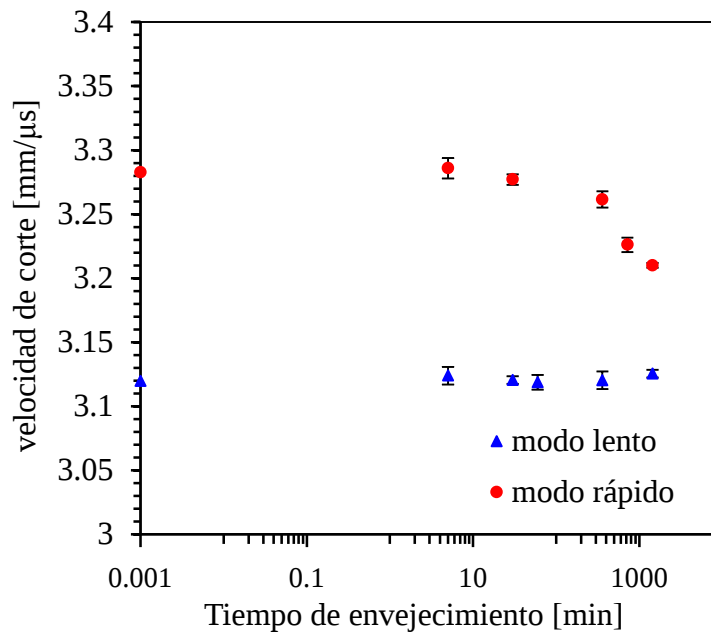


Figura 4.3.2.1 Velocidad ultrasónica de corte en su modo rápido y lento en función del tiempo de daño térmico del acero inoxidable dúplex 2205 a 750°C.

Por otra parte, la velocidad de corte que se propaga con una polarización en la dirección perpendicular a la laminación, es decir, en su modo lento, no muestra ningún cambio de consideración respecto al aumento del tiempo de daño térmico. Esto indica que la onda no es sensible a los cambios microestructurales cuando polariza en la dirección perpendicular a la dirección de laminación.

Sabemos que durante el proceso de fabricación del acero inoxidable dúplex 2205, fue deformado plásticamente mediante laminado produciendo una reorientación cristalográfica de los granos de ferrita y austenita que resulta en la obtención de un material anisotrópico de tal forma que las propiedades mecánicas van a variar dependiendo de la dirección en las que estas son medidas. La textura resultante afecta a la propagación de ondas de corte mediante el fenómeno de birrefringencia ya antes mencionado. Es por esto, que en la comparativa de la Figura 4.3.2.1 de los diferentes modos en la velocidad de corte en donde las mediciones confirman que el fenómeno de birrefringencia se presenta en el material indicando de esta forma la presencia de textura cristalográfica producida por el proceso de fabricación del material. Por lo que la disminución de la velocidad de corte en su modo rápido con respecto al aumento del tiempo del

daño térmico se puede atribuir a la textura cristalográfica, dicha textura disminuye por efecto del tratamiento térmico ya que a tiempos prolongados de permanencia en el tratamiento térmico la morfología de los granos cambia debido a la disminución de ferrita y a la formación de nuevas fases.

Como se puede ver, la velocidad de corte (rápida) tiende a la velocidad de corte (lenta), esta tendencia irá en aumento conforme los tiempos de permanencia sean más largos, es decir, esta tendencia continuaría si la anisotropía del material desapareciera por completo, pero esto no ocurre en el acero inoxidable dúplex 2205 ya que la fase austenita no se ve afectada con el tiempo de permanencia a 750 °C. La anisotropía se puede calcular mediante la siguiente ecuación:

$$FA = \frac{(c_{sf} - c_{ss})}{c_{promedio}} \times 100 \quad (8)$$

Donde c_{sf} es la velocidad de corte en su modo rápido y c_{ss} es la velocidad de corte en su modo lento y $c_{promedio}$ es el promedio de los modos de las velocidades rápida y lenta. La Figura 4.3.2.2 muestra el factor de anisotropía de los especímenes con respecto a los tiempos de permanencia.

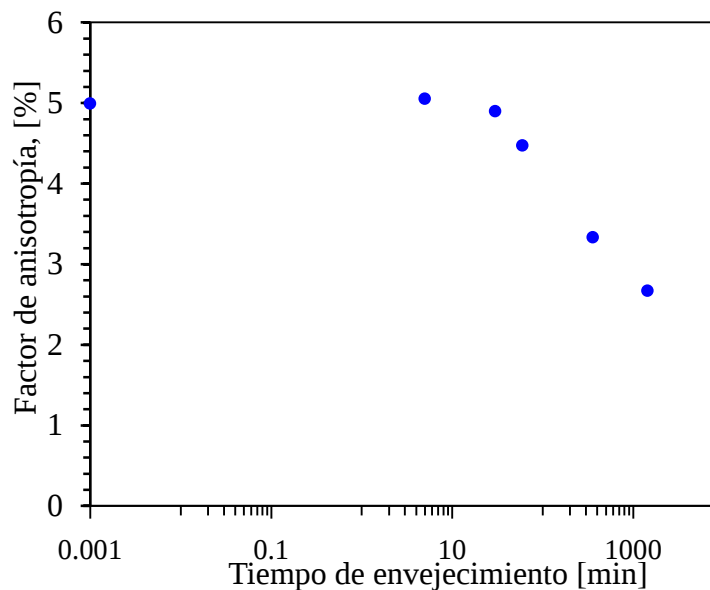


Figura 4.3.2.2 Factor de anisotropía en función del tiempo de daño térmico del acero inoxidable dúplex 2205 a 750°C.

Se puede observar cómo va disminuyendo el factor de anisotropía considerablemente conforme el tiempo aumenta. De los 5 a los 30 minutos el factor disminuye en un 3%, mientras que para los 60 minutos el factor ya disminuyó en un 11.5 %, para finalmente caer casi 50% en su factor de anisotropía lo cual confirma la desaparición gradual de la fase ferrita.

4.3.3 Medición de atenuación de ondas guiadas.

De las ecuaciones de ondas Lamb se establece que la velocidad de ondas Rayleigh es de 3.0 mm/ μ s, la cual es utilizada para determinar el ángulo de incidencia de 30°. Utilizando esta velocidad y la frecuencia de inspección de 5 MHz podemos estimar que la longitud de onda de la onda Rayleigh es de 600 μ m. Esto quiere decir que la onda penetra en 0.6 mm por debajo de la superficie y asumiendo que cada grano mide 10 μ m la onda interactúa con aproximadamente 60 granos de austenita y ferrita.

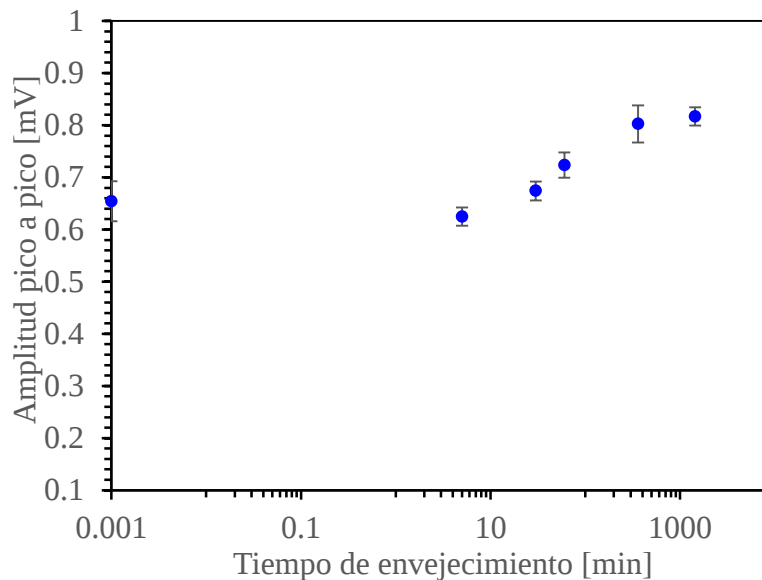


Figura 4.3.3.1 Valores de amplitud pico a pico en función del tiempo de permanencia a la temperatura de envejecido cuando la onda se propaga en la dirección de laminación.

Los resultados de mediciones de ondas Rayleigh en la dirección de laminación se muestran en la Figura 4.3.3.1, en la cual se observan los valores de la amplitud de la onda en función al tiempo de permanencia a 750°C. De manera general se observa que la amplitud de onda aumenta

conforme aumenta el tiempo de envejecimiento lo cual es un indicativo de que el material se vuelve menos atenuante debido a que la microestructura está cambiando.

En esta gráfica se observa que a los 30 minutos de permanencia la amplitud de la onda Rayleigh comienza a incrementarse con respecto a la probeta de 5 minutos de permanencia. El cambio en la amplitud se hace más notorio en el espécimen de 60 minutos de permanencia, para finalmente seguir con el incremento de la amplitud hasta los 1440 minutos de permanencia. Estos resultados nos muestran que esta técnica es muy sensible a cambios pequeños en la microestructura del acero, Ruiz y colaboradores [8] reportan que esta disminución en la atenuación se debe a la desaparición de la fase ferrita, por lo que la onda se dispersa menos. Mientras que en la Figura 4.3.3.2 se observa la gráfica de la propagación de la onda Rayleigh en los especímenes cortados en la dirección transversal en donde no se aprecian cambios significativos en la amplitud de la onda. Una mejor comparativa se puede apreciar en la Figura 4.3.3.3 donde se grafican los valores de los especímenes cortados en dirección perpendicular y en dirección paralela.

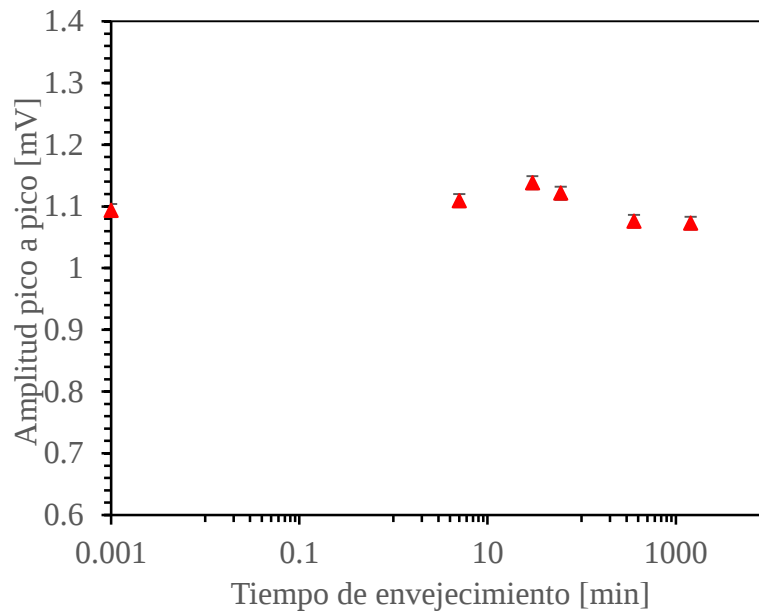


Figura 4.3.3.2 Valores de amplitud pico a pico en función del tiempo de permanencia a 750° C cuando la onda se propaga en la dirección perpendicular a la laminación.

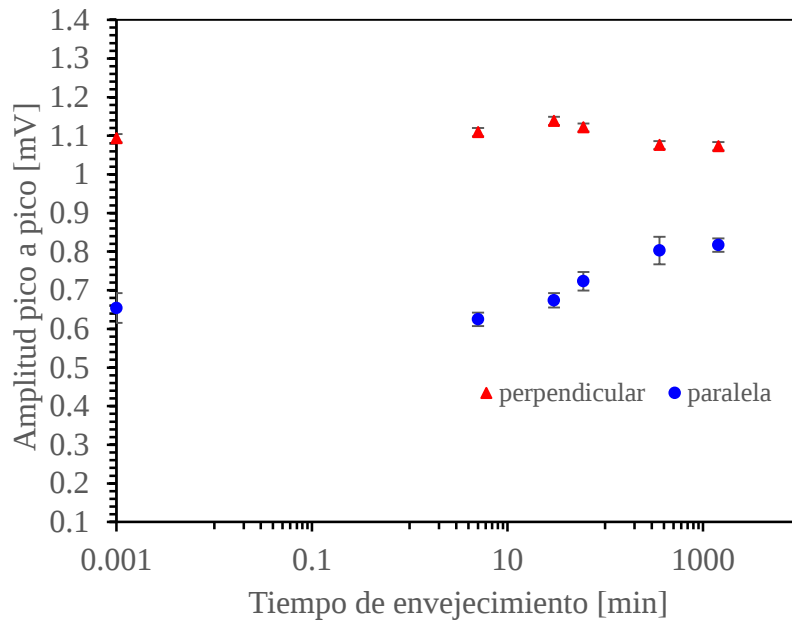


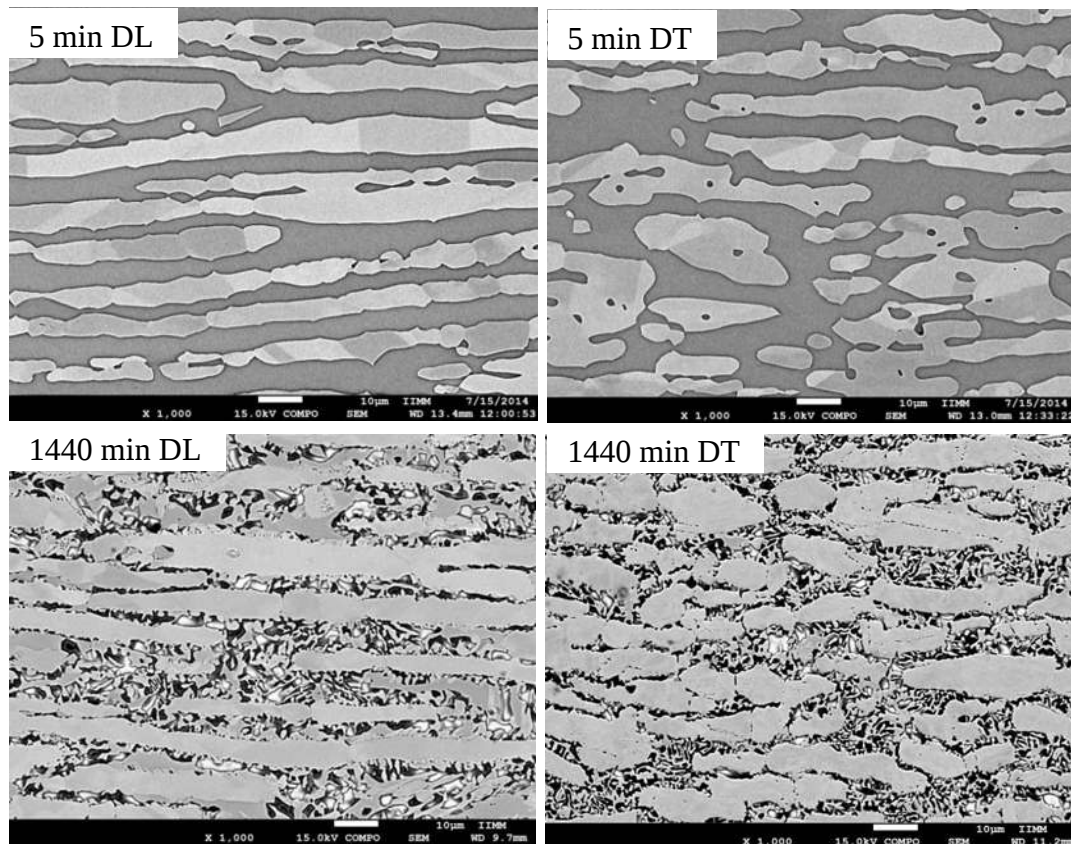
Figura 4.3.3.3 Valores de amplitud pico a pico en función del tiempo de permanencia a 750°C para las dos direcciones de propagación.

En la Figura 4.3.3.3 se puede observar que la amplitud de la onda Rayleigh depende de la orientación. La onda que se propaga en la dirección paralela a la laminación se atenúa más que la onda que se propaga en la dirección perpendicular a la laminación, esto debido a la morfología de los granos, ya que en la dirección perpendicular a la laminación la onda se propaga en granos relativamente pequeños en comparación con la amplitud de la onda, mientras en la dirección de laminación la onda se propaga en granos alargados y de mayor tamaño. El hecho de que la atenuación de la onda Rayleigh disminuya con el tiempo de permanencia indica que los cambios en la microestructura dados por la desaparición gradual de la fase ferrita disminuye la dispersión en la frontera de grano de la onda Rayleigh.

En la Figura 4.3.3.4 se muestran micrografías del acero inoxidable dúplex 2205 en la dirección de laminación y en la dirección perpendicular a 5 y 1440 minutos. En esta figura se puede apreciar cómo la fase ferrita de color oscuro en las imágenes 5 minutos DL y 5 minutos DT desaparece casi completamente en las imágenes de 1440 minutos. Esto explica lo obtenido por las mediciones de la pérdida de amplitud de las ondas Rayleigh, que al parecer se atenúan menos en la dirección de laminación con el tiempo de permanencia por la desaparición de la fase ferrita

ya antes mencionado. Esto nos quiere decir que, a la onda Rayleigh viaja más fácilmente por el material dañado térmicamente ya que la interacción con granos grandes de ferrita cada vez es menor, por lo que la amplitud de la onda aumenta. Mientras que en la dirección transversal tenemos granos de 80-100 μm aproximadamente y al tener una longitud de onda de Rayleigh de 600 μm este tamaño de grano no representa una gran barrera para la propagación de nuestra onda en esa dirección, caso contrario a los granos mayores a 500 μm por los que la onda viaja en el sentido de la laminación y por los cuales la amplitud de la onda se ve más afectada.

Figura 4.3.3.4. Micrografías en MEB del AID 2205 a 5 y 1440 minutos de permanencia en la



dirección de laminación (DL) y en la dirección transversal de laminación (DT).

No fue posible hacer una medición de las ondas guiadas de Lamb, esto debido a que no se logró separar e identificar los diferentes modos de la onda Lamb (A_0 , S_0 , A_1 , S_1 , etc.), estos modos de la onda Lamb viajan con una velocidad muy similar y en el osciloscopio no se alcanza a distinguir los diferentes modos de la onda.

4.4 Ensayos de tensión.

Los resultados obtenidos por los ensayos de tensión se muestran en la Tabla 4.1.1, mientras que las gráficas *esfuerzo-deformación* se muestran en las Figuras 4.4.1 y 4.4.2.

En la Tabla 4.4.1 se presentan los resultados obtenidos por el ensayo de tensión. Diversos autores [31, 32] reportan valores similares del σ_{max} en los especímenes del material base, además de observarse una diferencia notable entre los especímenes longitudinales y transversales.

Tabla 4.4.1 Resultados del módulo de Young, límite de elasticidad y esfuerzo máximo de los especímenes envejecidos a 750° C del acero inoxidable dúplex 2205.

Probetas longitudinales	Módulo de Young [GPa]		σ_f [MPa]		σ_{max} [MPa]	
	L	T	L	T	L	T
MB	170	193	590	640	759	803
5 min	181	192	600	610	774	796
30 min		193		570		796
60 min	187	192	505	520	795	805
360 min	204	202	505	505	821	801
1440 min	209	201	520	520	859	847

En la Figura 4.4.1 se puede observar que en los especímenes del material base hay una diferencia notable entre la transversal y longitudinal, es decir, la probeta transversal (color negro punteado) parece ser más rígida que la probeta longitudinal (color negro), esto debido a la anisotropía del material producida mecánicamente. Sin embargo esta diferencia empieza a disminuir inmediatamente a los 5 minutos de permanencia (líneas verdes), es decir, que a los 5 minutos el material ya sufrió un cambio en sus propiedades mecánicas. Mientras que en la Figura 4.4.2 se puede observar que ya no existe una diferencia tan grande entre las probetas longitudinales y transversales, esto debido a que la anisotropía del material fue disminuyendo conforme el tiempo de permanencia aumentó. También cabe resaltar que el esfuerzo máximo aumenta con el tiempo de permanencia, empezando con 759 MPa en el material base para finalmente tener un valor de 859 MPa a los 1440 minutos de permanencia.

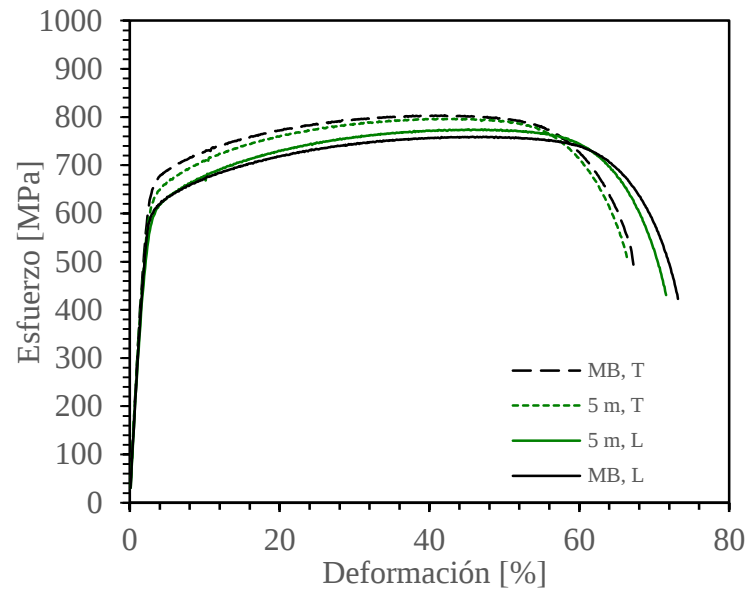


Figura 4.4.1 Curvas *esfuerzo vs deformación* obtenida de los ensayos de tensión en los especímenes del material base y 5 minutos de permanencia longitudinales y transversales.

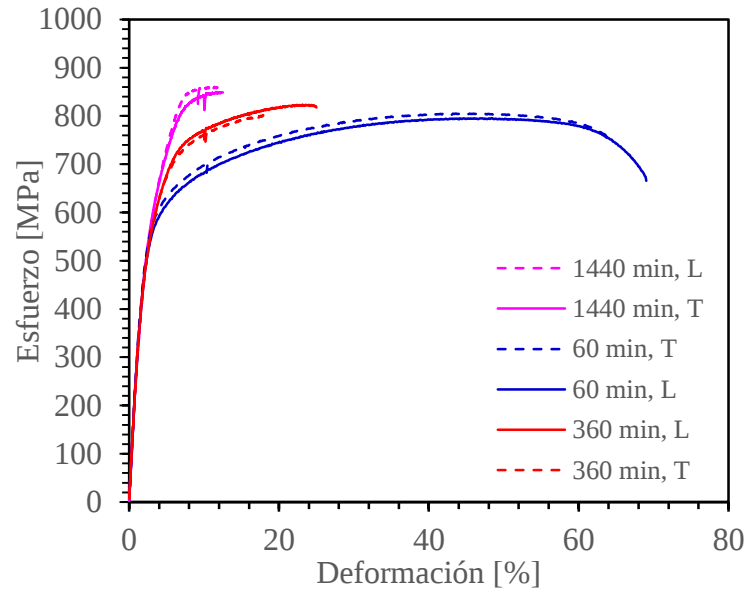


Figura 4.4.2 Curvas *esfuerzo vs deformación* obtenida de los ensayos de tensión en los especímenes de 60, 360 y 1440 minutos de permanencia en dirección longitudinal y transversal.

En la figura 4.4.3 se muestra la reducción de área transversal con respecto al tiempo de envejecimiento de las probetas que fueron sometidas al ensayo de tensión, en donde se aprecia un decremento en la reducción de área conforme aumenta el tiempo de envejecimiento. En color azul se muestran las probetas paralelas a la dirección de laminación (DL) y en un color rojo las transversal a la dirección de laminación (DT). El material base (DL) presenta valores de reducción de área aproximadamente del 70% mientras que el material base (DT) es ligeramente inferior con un 65%, lo cual nos indica que el material es ligeramente más rígido en la dirección transversal a la laminación, sin embargo, la tendencia es la misma para ambos casos, ya que el porcentaje de reducción de área disminuye conforme aumenta el tiempo de envejecimiento hasta valores cercanos al 5% de la reducción de área.

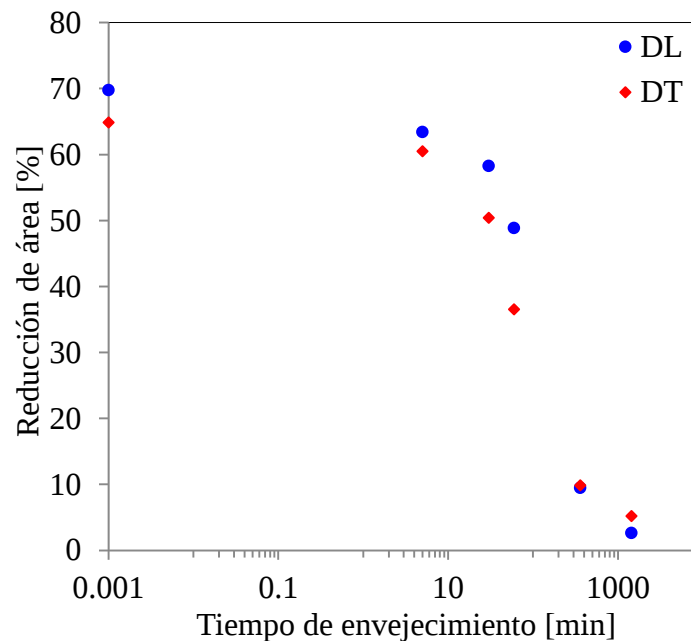


Figura 4.4.3 Porcentaje de reducción de área en función del tiempo de envejecimiento en la dirección longitudinal y transversal.

4.5 Fractografías

Una vez que a las probetas se les realizó el ensayo de tensión, estas fueron llevadas al microscopio de barrido para obtener fotografías en la sección de la fractura a 1000 aumentos como se muestran en las Figuras 4.5.1 y 4.5.2 en la dirección longitudinal y transversal respectivamente. Se puede observar una fractura dúctil en los especímenes del material base y 5 minutos de permanencia ya que hay presencia de micro poros en material. Una fractura dúctil-

frágil se puede observar en los especímenes de 30 y 60 minutos mientras que una fractura frágil se puede observar en los especímenes de 360 1440 minutos de permanencia, en donde ya no hay presencia poros.

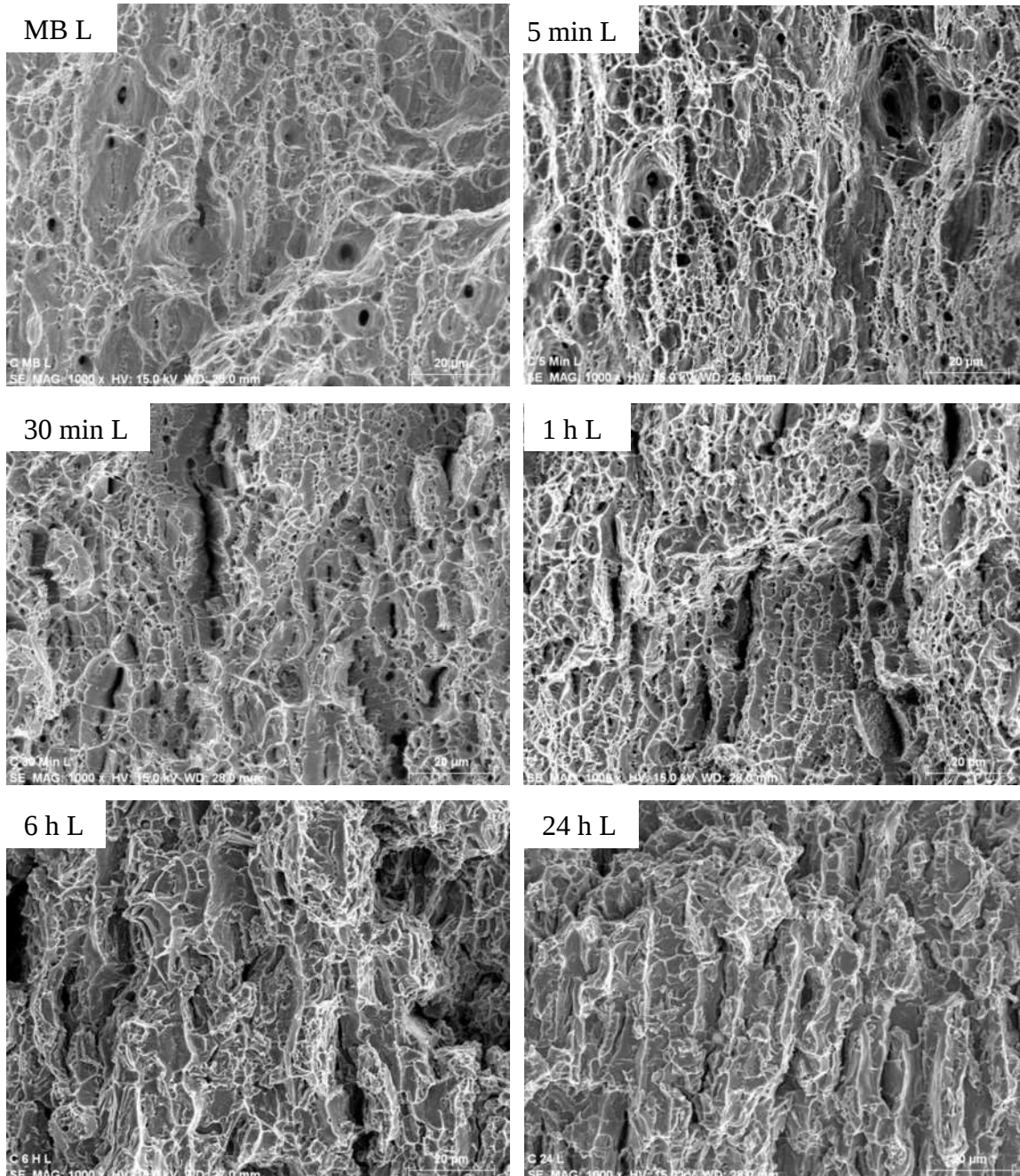


Figura 4.5.1 Fractografías a 1000X en la zona del centro de la fractura a los diferentes tiempos de envejecimiento en las probetas longitudinales.

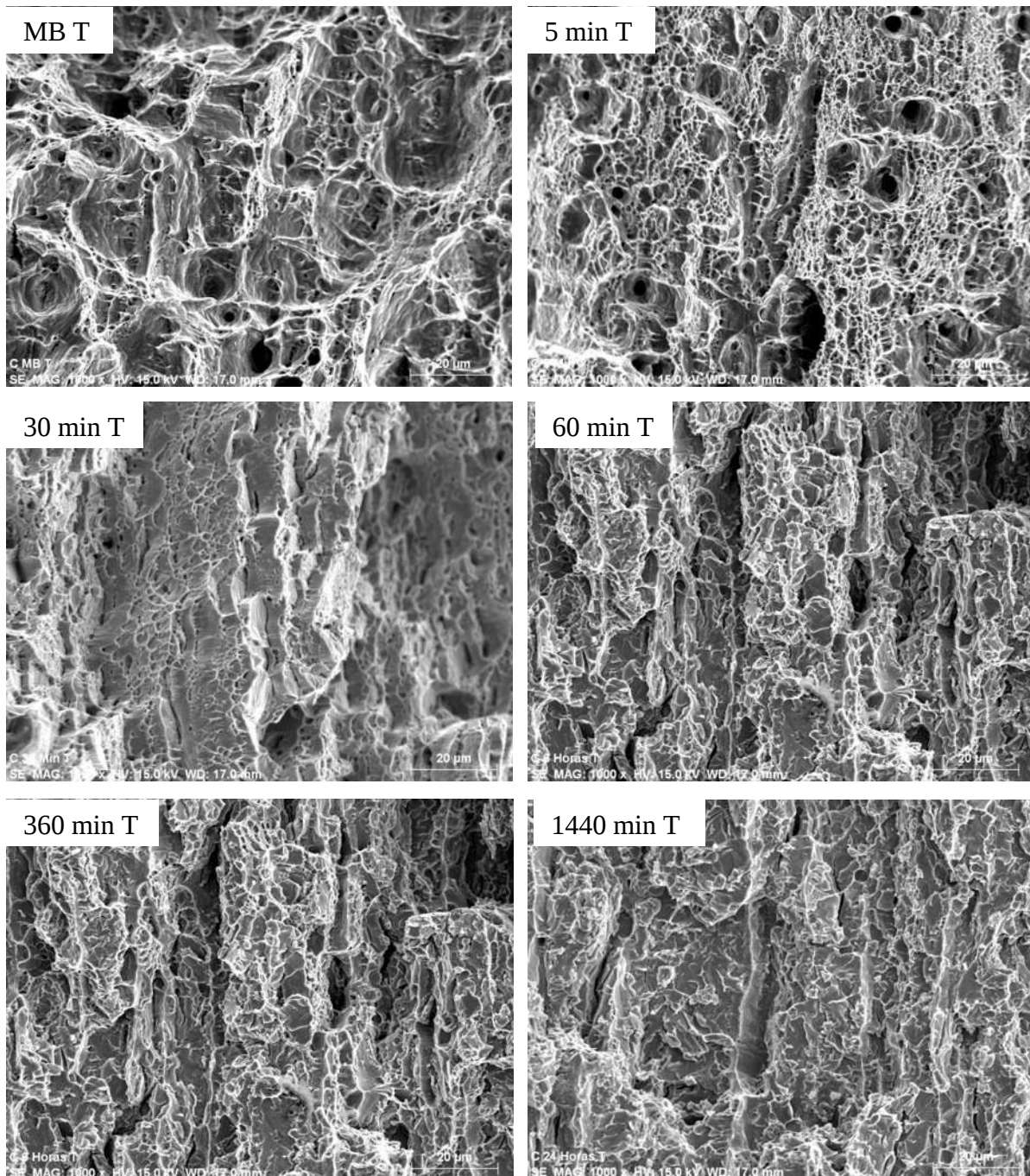


Figura 4.5.2 Fractografías a 1000X en la zona del centro de la fractura a los diferentes tiempos de envejecimiento en las probetas transversales.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

5.1 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 del tiempo de permanencia a la temperatura de envejecido.
- 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, esto debido a que la forma de interacción de la onda en su modo rápido es más sensible.
- El cambio en la amplitud de las ondas ultrasónicas Rayleigh es sensible a los cambios microestructurales que presenta el acero inoxidable dúplex 2205 tratado térmicamente a 750°C a partir de 30 minutos de exposición ya que es en este punto es cuando comienza la desaparición gradual de la fase ferrita la cual deja de interactuar con la onda Rayleigh ocasionando un aumento en su amplitud, por lo que este tipo de ondas pueden ser utilizadas para la detección de daño térmico. Los resultados experimentales indican que la atenuación depende de la dirección en la que es medida y mejores resultados son obtenidos si se mide en la dirección de laminación.
- El incremento en la dureza disminuye la tenacidad, debido a la aparición de segundas fases las cuales son propicias a aparecer con mayor facilidad a tiempos largos de exposición, presentando un comportamiento similar al de la velocidad ultrasónica longitudinal, la cual aumenta con el incremento del tiempo de envejecimiento.
- Los diferentes modos de ondas Lamb (simétricos y antisimétricos) no son distinguibles a frecuencias de 5 MHz.

5.2 Trabajo futuro.

Evaluar la propagación de las ondas Lamb a diferentes frecuencias para determinar la frecuencia óptima a la cual se pueden detectar de los diferentes modos de dicha onda (simétricos y antisimétricos). Estos modos de la onda Lamb pueden examinar gran cantidad de volumen de material lo cual las hace atractivas para la caracterización no destructiva.

Bibliografía

1. R BADJI, BOUABDALLAH M, BACROIX B, KAHLOUN C, BELKESSA B, MAZA H. Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds. *Materials Characterization*. 59(4), 447-453, 2008.
2. T H CHEN, WENG K L, YANG J R. The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 338(1-2), 259-270, 2002.
3. N ORTIZ, CURIEL F F, LÓPEZ V H, RUIZ A. Evaluation of the intergranular corrosion susceptibility of UNS S31803 duplex stainless steel with thermoelectric power measurements. *Corrosion Science*. 69(0), 236-244, 2013.
4. H SIEURIN, SANDSTRÖM R. Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205. *Materials Science and Engineering: A*. 444(1-2), 271-276, 2007.
5. R BADJI, BOUABDALLAH M, BACROIX B, KAHLOUN C, BETTAHAR K, KHERROUBA N. Effect of solution treatment temperature on the precipitation kinetic of σ -phase in 2205 duplex stainless steel welds. *Materials Science and Engineering: A*. 496(1-2), 447-454, 2008.
6. J W ELMER, PALMER T A, SPECHT E D. In situ observations of sigma phase dissolution in 2205 duplex stainless steel using synchrotron X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering: A*. 459(1-2), 151-155, 2007.
7. M POHL, STORZ O, GLOGOWSKI T. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 58(1), 65-71, 2007.
8. A RUIZ, ORTIZ N, CARREÓN H, RUBIO C. Utilization of Ultrasonic Measurements for Determining the Variations in Microstructure of Thermally Degraded 2205 Duplex Stainless Steel. *Journal of Nondestructive Evaluation*. 28(3-4), 131-139, 2009.
9. N KORDE, KUNDU T. Material hardness and ageing measurement using guided ultrasonic waves. *Ultrasonics*. 53(2), 506-510, 2013.
10. J PILHAGEN, SIEURIN H, SANDSTRÖM R. Fracture toughness of a welded super duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 606(0), 40-45, 2014.
11. K L WENG, CHEN H R, YANG J R. The low-temperature aging embrittlement in a 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 379(1-2), 119-132, 2004.
12. G HOPKIN. *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*, J.C. Lippold, D.J. Kotecki. John Wiley and Sons Inc. Publishing, Hoboken, NJ, USA (2005). *Materials Characterization*. 55(4-5), 419, 2005.
13. N SATHIRACHINDA, PETTERSSON R, PAN J. Depletion effects at phase boundaries in 2205 duplex stainless steel characterized with SKPFM and TEM/EDS. *Corrosion Science*. 51(8), 1850-1860, 2009.
14. K M LEE, CHO H S, CHOI D C. Effect of isothermal treatment of SAF 2205 duplex stainless steel on migration of δ/γ interface boundary and growth of austenite. *Journal of Alloys and Compounds*. 285(1-2), 156-161, 1999.
15. D M ESCRIBA, MATERNA-MORRIS E, PLAUT R L, PADILHA A F. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 60(11), 1214-1219, 2009.
16. S-B KIM, PAIK K-W, KIM Y-G. Effect of Mo substitution by W on high temperature embrittlement characteristics in duplex stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*. 247(1-2), 67-74, 1998.

17. D Y KOBAYASHI, WOLYNEC S. Evaluation of the low corrosion resistant phase formed during the sigma phase precipitation in duplex stainless steels. *Materials Research*. 2, 239-247, 1999.
18. A RUIZ, ORTIZ N, MEDINA A, KIM J Y, JACOBS L J. Application of ultrasonic methods for early detection of thermal damage in 2205 duplex stainless steel. *NDT & E International*. 54, 19-26, 2013.
19. H-S CHO, LEE K. Effect of cold working and isothermal aging on the precipitation of sigma phase in 2205 duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 75, 29-34, 2013.
20. W B HUTCHINSON, USHIODA K, RUNNSJÖ G. Anisotropy of tensile behaviour in a duplex stainless steel sheet. *Materials Science and Technology*. 1(9), 728-736, 1985.
21. A MATEO, LLANES L, AKDUT N, STOLARZ J, ANGLADA M. Anisotropy effects on the fatigue behaviour of rolled duplex stainless steels. *International Journal of Fatigue*. 25(6), 481-488, 2003.
22. A UL-HAQ, WEILAND H, BUNGE H J. Textures and microstructures in duplex stainless steel. *Materials Science and Technology*. 10(4), 289-298, 1994.
23. R BADJI, BACROIX B, BOUABDALLAH M. Texture, microstructure and anisotropic properties in annealed 2205 duplex stainless steel welds. *Materials Characterization*. 62(9), 833-843, 2011.
24. V H C DE ALBUQUERQUE, DE MACEDO SILVA E, PEREIRA LEITE J, DE MOURA E P, DE ARAÚJO FREITAS V L, TAVARES J M R S. Spinodal decomposition mechanism study on the duplex stainless steel UNS S31803 using ultrasonic speed measurements. *Materials & Design*. 31(4), 2147-2150, 2010.
25. J Y KIM, QU J, JACOBS L J, LITTLES J W, SAVAGE M F. Acoustic Nonlinearity Parameter Due to Microplasticity. *Journal of Nondestructive Evaluation*. 25(1), 28-36, 2006.
26. K VIJAYALAKSHMI, MUTHUPANDI V, JAYACHITRA R. Influence of heat treatment on the microstructure, ultrasonic attenuation and hardness of SAF 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 529, 447-451, 2011.
27. N O LARA, RUIZ A, RUBIO C, AMBRIZ R R, MEDINA A. Nondestructive assessing of the aging effects in 2205 duplex stainless steel using thermoelectric power. *NDT & E International*. 44(5), 463-468, 2011.
28. V G MOZHAEV, WEIHNACHT M. Subsonic leaky Rayleigh waves at liquid-solid interfaces. *Ultrasonics*. 40(1-8), 927-933, 2002.
29. W K CHOO, KIM J H, YOON J C. 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*. 45(12), 4877-4885, 1997.
30. J M PARDAL, TAVARES S S M, FONSECA M C, DE SOUZA J A, CÔRTE R R A, DE ABREU H F G. Influence of the grain size on deleterious phase precipitation in superduplex stainless steel UNS S32750. *Materials Characterization*. 60(3), 165-172, 2009.
31. S K GHOSH, MONDAL S. High temperature ageing behaviour of a duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 59(12), 1776-1783, 2008.
32. C RUBIO-GONZÁLEZ, FELIX-MARTINEZ C, GOMEZ-ROSAS G, OCAÑA J L, MORALES M, PORRO J A. Effect of laser shock processing on fatigue crack growth of duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 528(3), 914-919, 2011.

