



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SÁN
NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRIA EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

USO DE ONDAS ULTRASÓNICAS RAYLEIGH PARA LA EVALUACIÓN
NO DESTRUCTIVA DE UN ACERO INOXIDABLE SÚPER DÚPLEX 2507
FRAGILIZADO A BAJA TEMPERATURA

Tesis que para obtener el Grado de Maestro en Metalurgia y Ciencias de los
Materiales presenta:

PRESENTA:

ING. JAVIER VILLAFUERTE PEREZ

ASESOR:

Ph.D. ALBERTO RUIZ MARINES

CO-ASESORA:

DOCTORA EN CIENCIAS DE LA METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS
MATERIALES NOEMI ORTIZ LARA

Morelia Michoacán, Julio del 2015.

**USO DE ONDAS ULTRASÓNICAS RAYLEIGH PARA LA
EVALUACIÓN NO DESTRUCTIVA DE UN ACERO INOXIDABLE
SÚPER DÚPLEX 2507 FRAGILIZADO A BAJA TEMPERATURA**

ÍNDICE

RESUMEN	12
ABSTRACT	13
INTRODUCCION.....	14
1.1 INTRODUCCIÓN.....	15
1.2 JUSTIFICACIÓN	16
OBJETIVOS	17
1.3 Objetivo general:.....	17
1.4 Objetivos particulares:	17
1.5 HIPÓTESIS.....	17
ESTADO DEL ARTE	19
2.1 Fenómeno de fragilización a baja temperatura.....	21
2.2 Ultrasonido	28
2.2.1 El fenómeno anisotrópico	35
2.2.2 Propagación de las ondas.....	37
2.2.3 Pulso eco.	38
2.3 Potencial termoeléctrico	39
2.3.1 Termoelectricidad	40
2.3.2 Efecto Seebeck	40
CAPITULO III	42
DESARROLLO EXPERIMENTAL	42
3.1 Preparación de muestras.....	43
3.2 Caracterización ultrasónica.....	45
3.2.1 Velocidad de onda de corte	45
3.2.2 Velocidad de onda longitudinal	47
3.2.3 Medición de ondas Rayleigh	48
3.2.4 Medición de potencial termoeléctrico.....	49
3.3 Caracterización mecánica.	51
3.3.1 Dureza Rockwell C.....	51
3.3.2 Ensayo de tensión.	52

3.4 Caracterización microestructural.....	53
CAPITULO IV	54
RESULTADOS Y DISCUSION	54
4.1 Microscopia óptica y electrónica.	55
4.2 Mediciones de velocidad de onda longitudinal ultrasónica	59
4.3 Mediciones de velocidad de onda de corte.....	60
4.4 Potencial termoeléctrico.	61
4.5 Velocidad de Rayleigh.	63
4.6 Dureza Rockwell C.....	64
4.7 Ensayo de tensión.	65
4.8 Análisis microestructural de la fractura.....	70
CONCLUSIONES.....	72
5.1 Conclusiones	73
5.2 Trabajo Futuro	74
Bibliografía.....	75

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Muestra la brecha de miscibilidad entre el sistema Fe-Cr (representado esquemáticamente). Dentro del área 1, ocurre la descomposición espinodal, fuera del área espinodal, en área 2, ocurre descomposición pero de forma de nucleación y crecimiento [11].	22
Figura 2.2 Muestra la banda de miscibilidad en sistemas hierro-cromo [13].	23
Figura 2.3 Muestra los resultados de micro-dureza obtenidos de la ferrita en función de diferentes tiempos de envejecido para diferentes tipos de deformación del material y diferentes tiempos de exposición [11].	24
Figura 2.4 Muestra de energía absorbida y dureza Rockwell C en tratamiento térmico de fragilización a 475°C [19].	26
Figura 2.5 Muestra de energía absorbida y dureza Rockwell C en tratamiento térmico de fragilización a 475°C [19].	26
Figura 2.6 Velocidad ultrasónica y dureza Rockwell C en piezas sometidas a tratamiento térmico de fragilización a 425°C [19].	27
Figura 2.7 Velocidad ultrasónica y dureza Rockwell C en piezas sometidas a tratamiento térmico de fragilización a 425°C [19].	27
Figura 2.8 Muestra el movimiento de la onda Rayleigh sobre el material.	30
Figura 2.9 Superficie libre de la mitad de un espacio elástico.	30
Figura 2.10 Movimiento de la partícula en una onda Rayleigh.	31
Figura 2.11 Comparación de las ecuaciones (2) y (4).	32
Figura 2.12 Ondas longitudinales.	34
Figura 2.13 Ondas de corte.	34
Figura 2.14 Configuración geométrica usada para evaluar la dependencia de la velocidad longitudinal en la orientación.	35
Figura 2.15 Configuración geométrica para mediciones por birrefringencia.	36
Figura 2.16 Separación de la señal en un componente rápido y uno lento.	36
Figura 2.17. Propagación armónica.	37
Figura 2.18 Sección transversal de un transductor ultrasónico usado para caracterización de materiales en la técnica de pulso-eco.	38

Figura 2.19 Variación de la ferrita equivalente en función del potencial termoeléctrico [22].	39
Figura 2. 20 Figura esquemática del arreglo para medir diferencia de voltaje	41
Figura 3.1 Diagrama del desarrollo experimental.	43
Figura 3.2 Forma y dimensiones del espécimen utilizado.....	44
Figura 3.3 Representación esquemática del tratamiento de fragilización.	44
Figura 3.4 Diagrama esquemático para la medición de ondas de corte.	45
Figura 3.5 Cruce en cero de las diferentes ondas.	46
Figura 3.6 Arreglo para medición de ondas longitudinales en inmersión.	47
Figura 3.7 Muestra el arreglo para generación de ondas Rayleigh.	48
Figura 3.8 Muestra esquemática del principio de medición de potencial termoeléctrico en la pieza.	50
Figura 3.9 Ajuste de datos experimentales conocidos para determinar el potencial termoeléctrico	51
Figura 3.10 Esquema de la medición de la dureza en una máquina Rockwell.....	51
Figura 3.11 Dimensiones de la pieza según la norma ASTM E8M-04.....	52
Figura 3.12 Fotomicrografía obtenida mediante MEB del metal base (sin tratamiento).	53
Figura 4.1 Metalografía óptica a 500X de la microestructura de un acero inoxidable súper dúplex 2507. a) metal base, fragilizado por b) 30 minutos, c) 120 h d) 240 h a 450°C respectivamente.	55
Figura 4.2 Metalografía electrónica de barrido a 1000X de la microestructura de un acero inoxidable súper dúplex 2507. a) metal base y fragilizado por b) 30 minutos, c) 120 h d) 240 h a 450°C respectivamente.	56
Figura 4.3 Metalografía electrónica de barrido a 1000X de la microestructura de un acero inoxidable súper dúplex 2507. a) metal base y fragilizado por b) 30 minutos, c) 120 h d) 240 h a 450°C respectivamente.	57
Figura 4.4 Análisis puntual de la segregación del cromo dentro de la ferrita en sus diferentes tiempos de exposición a daño térmico.	58
Figura 4.5 Distribución de elementos químicos de un acero inoxidable 2507 la figura a) muestra el material base y b) muestra un elemento fragilizado a 450°C.	59

Figura 4.6 Velocidad longitudinal ultrasónica en función del tiempo de envejecimiento del acero inoxidable dúplex 2507 envejecido a 450°C.	60
Figura 4.7 Velocidad de corte ultrasónica en función del tiempo de envejecimiento del acero inoxidable dúplex 2507 envejecido a 450°C en su modo rápido y lento.....	61
Figura 4.8 Potencial termoeléctrico.....	62
Figura 4.9 Mediciones de Velocidad de Rayleigh.....	64
Figura 4. 10 Gráfica de dureza Rockwell C.	65
Figura 4. 11 Gráfica esfuerzo-deformación obtenida en ensayo de tensión.....	66
Figura 4. 12 Gráfica reducción de áreas.	66
Figura 4. 13 Efecto del tiempo de fragilización en la energía absorbida de un acero inoxidable dúplex 2205 [19].....	67
Figura 4. 14 Gráfica esfuerzo máximo en función del tiempo de envejecido de un acero 2507.	68
Figura 4. 15 Gráfica esfuerzo de fluencia en función del tiempo de envejecido de un acero 2507.....	68
Figura 4.16 Micrografía de la fractura de la parte de la orilla donde: a) material base, fragilizado por b) 6 horas, c) 12 horas y d) 24 horas.....	70
Figura 4.17 Micrografia de la fractura de la parte del centro donde: a) material base, fragilizado por b) 6 horas, c) 12 horas y d) 24 horas.....	71
Tabla 4.1 Propiedades mecánicas de un acero inoxidable dúplex 2507.....	69

RESUMEN

La principal característica de los aceros inoxidable súper dúplex es el contenido de 2 fases aproximadamente en cantidades iguales, austenita (γ) y ferrita (α), y gracias a esta combinación se logra un material con excelentes propiedades mecánicas y buena resistencia a la corrosión estas características hacen a los aceros inoxidable súper dúplex una opción viable para sustituir a aceros ferríticos y austeníticos dentro de diferentes industrias como la química, petrolera y nuclear. Esta buena relación entre las propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión que presenta este tipo de aceros, pueden ser mermadas por la presencia de fases no deseadas, este tipo de fenómeno puede ser atribuido a diversos factores como, un proceso de manufactura deficiente o que las condiciones de servicio no sean las adecuadas. Antes de formarse una fase no deseada ocurre un fenómeno llamado *fragilización 475°C*, debido a esa temperatura la velocidad de fragilización es más alta, este fenómeno afecta directamente al material en su tenacidad y dureza. La detección de este fenómeno se hace por medio de métodos tradicionales de metalografía, siendo estos una limitante para su caracterización en campo.

En este proyecto de investigación se estudió la viabilidad para caracterizar el fenómeno por medio de mediciones de velocidad ultrasónica, utilizando el método de velocidad de Rayleigh que es una propagación de ondas sobre la superficie del material para relacionarlas con el fenómeno de *fragilización 475°C*, se utilizaron piezas sometidas a tratamiento térmico a 450°C para inducir el fenómeno a diferentes tiempos de permanencia. En los diferentes resultados obtenidos dentro del desarrollo experimental, se encontró sensibilidad tanto del método de potencial termoeléctrico, como en mediciones de velocidad ultrasónica de Rayleigh a diferencia de técnicas tradicionales de mediciones de velocidad como la de inmersión y pulso eco. Esto confirma la posibilidad de caracterizar el fenómeno por medio de este tipo de ensayos.

PALABRAS CLAVE: RAYLEIGH ACERO INOXIDABLE FRAGILIZACIÓN AUSTENITA

ABSTRACT

The main feature of super duplex stainless steels is the content of about 2 phases in equal amounts, austenite (γ) and ferrite (α), and thanks to this combination is obtained a material with excellent mechanical properties and good corrosion resistance properties these features make super duplex stainless steels a viable option to replace ferritic and austenitic steels in various industries such as chemical, oil and nuclear. This good balance between mechanical properties and corrosion resistance of this type of steels, may be reduced by the presence of undesirable phases, such phenomenon can be attributed to various factors such as a manufacturing process or the poor service conditions are not right. Before forming an unwanted phase a phenomenon called 475 ° C embrittlement occurs due to the embrittlement temperature speed is higher, this phenomenon directly affects the material in toughness and hardness. The detection of this phenomenon is made by traditional methods metallography, these being a constraint for field characterization.

In this research project study the feasibility to characterize the phenomenon by measurements of ultrasonic velocity, using the method of speed Rayleigh which is a propagation of waves on the surface of the material to relate to the phenomenon of embrittlement 475 ° C, parts subjected to heat treatment at 450 ° C to induce the phenomenon at different residence times were used. In the different experimental results obtained within the developing sensitivity of the method it was found both thermoelectric potential, and measurements of ultrasonic velocity unlike Rayleigh traditional measurement techniques such as dipping speed and pulse echo. This confirms the possibility of characterizing the phenomenon by such trials.

CAPITULO I

INTRODUCCION

1.1 INTRODUCCIÓN

En los últimos años, los aceros inoxidables dúplex (AID) son utilizados con gran frecuencia como material estructural en componentes críticos en las industrias nuclear, química y petrolera para sustituir aceros inoxidables ferríticos y austeníticos; esto debido a la excelente combinación entre buenas propiedades mecánicas y una gran resistencia a la corrosión en ambientes altamente agresivos. Estas características se deben a su alta concentración de cromo y molibdeno. Las buenas propiedades mecánicas de estos aceros se deben a la microestructura dúplex que contienen, la cual, consta de cantidades casi iguales de austenita (γ) y ferrita (α), la austenita garantiza una buena tenacidad y la ferrita es responsable por la resistencia mecánica [1, 2].

Un problema de gran preocupación en la industria y que limita la aplicación en ambientes extremos estriba en que estos aceros se fragilizan cuando son expuestos a temperaturas que oscilan entre los 280°C y los 500°C. El fenómeno es conocido como *fragilización 475°C*, debido que a esa temperatura el fenómeno de fragilización se presenta con mayor notoriedad [3, 4]. Este fenómeno proscribire la utilización de estos aceros en temperaturas mayores a 280°C. Se ha reportado en diversas investigaciones que el fenómeno cambia la resistencia a la tensión [5], resistencia a la fractura [6] y vida a la fatiga [7].

Durante el tratamiento de envejecimiento, la fragilización ocurre solamente en la fase ferrita, esto es debido a la descomposición espinodal y que se presenta en aleaciones con altos contenidos de cromo. Esto puede observarse en el diagrama hierro-cromo (Fe-Cr) en un rango de temperaturas 280–500°C. En el sistema antes mencionado, se presenta la descomposición espinodal debido a una brecha de miscibilidad, produciendo un cambio en la microestructura lo cual ha sido relacionado a cambios en las propiedades mecánicas. Lo que se refleja en un endurecimiento y a la vez una disminución en la resistencia al impacto. Siendo estas propiedades de gran importancia en el diseño en ingeniería, especialmente en la aplicación de aceros inoxidables en los sistemas de enfriamiento primario de muchos reactores nucleares [8].

Muchas técnicas de caracterización han sido utilizadas para determinar la descomposición espinodal, entre algunas tenemos: difracción de rayos X, dispersión de neutrones en ángulo pequeño y microscopía de fuerza atómica. Todas estas técnicas han demostrado su potencial pero tienen como desventaja la poca portabilidad de los equipos lo cual es muy importante para caracterizar este fenómeno en campo.

Dentro de la rama de los ensayos no destructivos (END), existen innumerables técnicas y métodos diferentes para la caracterización de materiales, la técnica de ultrasonido ha sido propuesta en fechas recientes como una alternativa no destructiva para la caracterización de materiales. El ultrasonido se basa en la medición de la propagación de ondas de sonido con frecuencias superiores a los 20,000Hz; ha sido aplicado en todo tipo de materiales para la determinación de propiedades como el módulo de Young (E), el módulo Bulk (K), el módulo de corte (μ), la relación de Poisson (ν) y la densidad (ρ) mediante la medición de: amplitud, frecuencia, atenuación, velocidad de propagación. Debido al potencial de las ondas ultrasónicas para caracterizar materiales, en este trabajo de investigación se estudió la capacidad que tienen las ondas Rayleigh para detectar los cambios microestructurales producidos por el fenómeno de fragilización a 475°C en un acero inoxidable súper dúplex 2507 en función de variables ultrasónicas como velocidad de la onda con la finalidad de predecir el comportamiento a largo plazo de este tipo de aleaciones usando métodos no destructivos.

1.2 JUSTIFICACIÓN

En la industria existen variaciones en las condiciones de operación las cuales sugieren que el fenómeno de fragilización se presenta, una vez que el acero entra en servicio existe la preocupación y necesidad de evaluar el fenómeno, esto, para garantizar la integridad estructural del componente. El ultrasonido ofrece la posibilidad de monitorear estos cambios en forma periódica y sin dañar el componente, lo cual simplifica los procesos de mantenimiento y evita la utilización de técnicas destructivas.

OBJETIVOS

1.3 Objetivo general:

El objetivo general de este trabajo de investigación es establecer una relación que implique la variación producida por efecto de envejecimiento a baja temperatura sobre las variables de velocidad de ondas ultrasónicas Rayleigh con el propósito de caracterizar en forma no destructiva el fenómeno de fragilización a baja temperatura.

1.4 Objetivos particulares:

- Producir diferentes grados de fragilización en probetas mediante diferentes tiempos de permanencia a una temperatura de 450°C.
- Desarrollar un sistema experimental de generación de ondas Rayleigh para la inspección de las probetas.
- Realizar una caracterización mediante microscopía electrónica de barrido para relacionar los cambios microestructurales con los cambios en las propiedades mecánicas del acero.

1.5 HIPÓTESIS

Cuando una pieza es sometida a cualquier proceso de envejecimiento térmico, su microestructura se ve afectada y por lo tanto sus propiedades mecánicas. El fenómeno de fragilización el cual es causado por la descomposición espinodal y es favorecido por las bajas temperaturas, propicia un mecanismo que endurece al material y por lo tanto lo fragiliza. Las ondas de Rayleigh tienen como característica que:

- i) Tienen una penetración aproximada de una longitud de onda por debajo de la superficie del material en que se propaga.
- ii) Que su velocidad es no dispersiva, es decir que no depende de la frecuencia por lo que cualquier cambio en la velocidad será causado por cambios microestructurales que ocurren en la superficie del material en el que se propaga.

Bajo esta premisa sería posible detectar los cambios microestructurales que se hayan producido por la descomposición espinodal en los aceros inoxidables dúplex mediante mediciones de velocidad.

CAPITULO II

ESTADO DEL ARTE

Desde los años treinta los aceros inoxidable dúplex (AID) son conocidos, y han tenido un incremento en su producción desde los años ochenta, siendo hoy en día una de las aleaciones más empleadas en diferentes sectores de la industria.

La empresa Holtzer fue la primera en obtener una patente en el año de 1935 debido al descubrimiento de la aleación dúplex de manera accidental. Al comienzo, la primera generación de aceros dúplex fue empleada únicamente para la fabricación de piezas fundidas, posteriormente las primeras aleaciones forjadas las cuales presentaban una excelente resistencia a la corrosión, sin embargo debido a su alto contenido de C estas eran propicias a la precipitación de segundas fases.

En la segunda generación de los aceros inoxidable dúplex, el uso de nitrógeno como elemento de aleación otorga una enorme mejora, tanto en propiedades mecánicas como en resistencia a la corrosión, esto da una pauta para su producción a partir de los años 70.

Posteriormente en la década de los años ochenta encontramos la tercera generación de aceros inoxidable conocidos como aceros inoxidable súper dúplex, estos últimos diseñados para aplicaciones extremadamente corrosivas [9]. Este tipo de aleaciones tienen como característica altos contenidos de elementos como el Cr, Mo y N en comparación a sus predecesores para con esto lograr incremento en resistencia a la corrosión.

En la fragilización existen dos elementos de vital importancia los cuales afectan el comportamiento del material ante este fenómeno el primero es el cromo, el cual se agrega principalmente para incrementar la resistencia a la corrosión al ser muy efectivo en ambientes oxidantes como el ácido nítrico; la presencia del cromo dentro de la aleación incrementa la estabilidad del óxido puesto que tiene más afinidad por el oxígeno que el hierro. El cromo es un promotor de la ferrita, el incremento en su contenido promueve la formación y retención de la ferrita en los inoxidable martensíticos, austeníticos y dúplex. En los inoxidable ferríticos, el cromo es el principal elemento de aleación y estabilizador de la estructura ferrítica. Por otra parte el cromo es un elemento clave en la formación de compuestos intermetálicos, muchos de los cuales tienden a fragilizar los aceros inoxidable. Esto porque es proclive a segregar a bajas temperaturas propiciando el fenómeno llamado *fragilización a 475 °C*, éste fenómeno puede presentarse en diferentes aceros inoxidable, pero es más común en los aceros con alto contenido de cromo ya sea austenítico, ferrítico o dúplex.

Desde el punto de vista de las propiedades mecánicas, el cromo proporciona un cierto grado de endurecimiento en la solución sólida dado que es un átomo sustitucional en las estructuras cúbica centrada en el cuerpo y cúbica centrada en las caras. Altos contenidos de cromo en los aceros ferríticos pueden producir poca tenacidad y ductilidad cuando el material es sometido a temperaturas que propician la fragilización.

Por otro lado, el molibdeno es adicionado para obtener diferentes funciones dependiendo del grado de acero. Para los ferríticos, austeníticos y dúplex el molibdeno es añadido en cantidades arriba del 6% para mejorar la resistencia a la corrosión, en particular la corrosión por picadura y hendidura, pero sobre todo para mejorar la resistencia a la deformación en caliente. El molibdeno es un promotor de la ferrita, y su presencia promoverá la formación de ésta y su retención en la microestructura. Debido a que los aceros inoxidables dúplex forman precipitados a temperaturas relativamente bajas, estos no son recomendados para aplicaciones de servicio en donde se alcanzan temperaturas por arriba de los 280°C.

2.1 Fenómeno de fragilización a baja temperatura

La temperatura de servicio que se usa en muchas aplicaciones industriales de los aceros inoxidables dúplex (AID) es relativamente alta especialmente en aquellas aplicaciones que tienen que ver con la conversión de energía, como es el caso de los intercambiadores de calor, reactores y turbinas. La descomposición espinodal se presenta en un sistema binario con una brecha de miscibilidad. Por ejemplo, en el sistema binario de Fe-Cr (mostrado esquemáticamente en la Figura 2.1) se señala las dos transformaciones que ocurren en la descomposición espinodal debido a su brecha de miscibilidad en un rango de temperaturas que oscilan entre los 280°C a 500°C favoreciendo a un mecanismo efectivo de endurecimiento [10]. Debido a lo anterior se deben tomar precauciones dado que este endurecimiento da inicio a un fenómeno llamado fragilización, el cual merma diferentes propiedades mecánicas de los aceros inoxidables principalmente la resistencia al impacto.

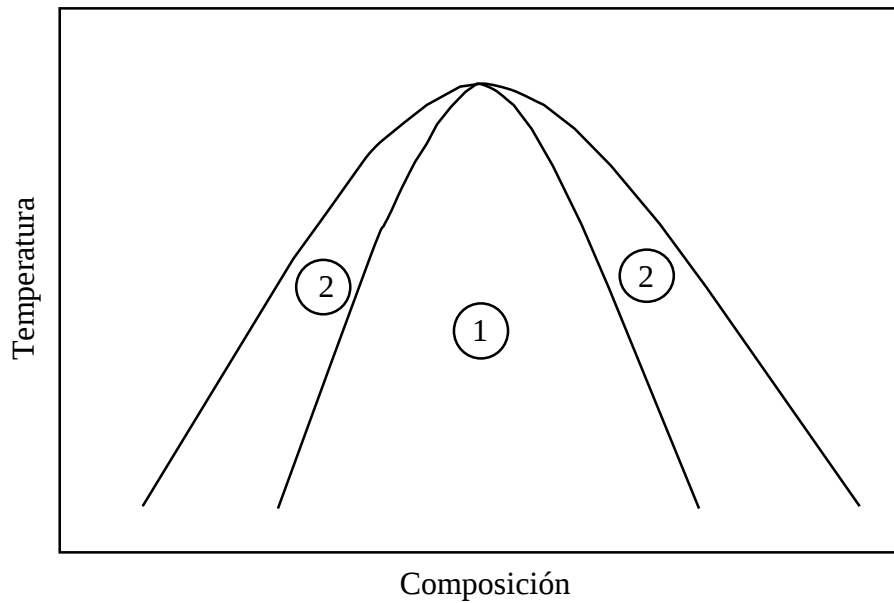


Figura 2.1 Muestra la brecha de miscibilidad entre el sistema Fe-Cr (representado esquemáticamente). Dentro del área 1, ocurre la descomposición espinodal, fuera del área espinodal, en área 2, ocurre descomposición pero de forma de nucleación y crecimiento [11].

Una aleación espinodal no presenta una barrera termodinámica para la separación de fases por lo que durante la descomposición, los átomos se separan para producir una microestructura de dos fases y el sistema Fe-Cr presenta procesos de descomposición espinodal del tipo $\alpha \rightarrow \alpha + \alpha'$ como consecuencia de la banda de baja miscibilidad en el rango de temperaturas de 280°C a 500°C. Este proceso es lo suficientemente lento que ha permitido su estudio en las etapas iniciales de separación de fase. Conforme ocurre la descomposición, se produce una microestructura altamente interconectada compuesta de regiones de ferrita rica en hierro (α) y ferrita rica en cromo (α').

El fenómeno de fragilización en un sistema hierro-cromo fue primero reportado por Reidrich y Loib [12] en su investigación con especímenes de acero que poseían contenidos de cromo de 19–23% en peso y que fueron sometidos a dobléz, mostraron una ductilidad muy baja después de ser expuestos a 500°C por más de 1000 horas. Sin embargo, la ductilidad no se afectó si las muestras eran envejecidas a 550°C. Las observaciones de Reidrich y Loib mostraron que la fragilización era sensible a la temperatura en un rango muy pequeño de composición química.

Williams [13] fue el primero en proponer explícitamente la existencia de la banda de miscibilidad del sistema binario hierro-cromo en el rango de temperaturas de 280 –500°C como la causa de precipitación de α' (se muestra en la Figura 2.2). De acuerdo a este diagrama, la fragilización

475°C puede presentarse a temperaturas por debajo de 516°C en el rango de composiciones del elemento cromo de 12–92% de peso atómico en un sistema binario hierro–cromo.

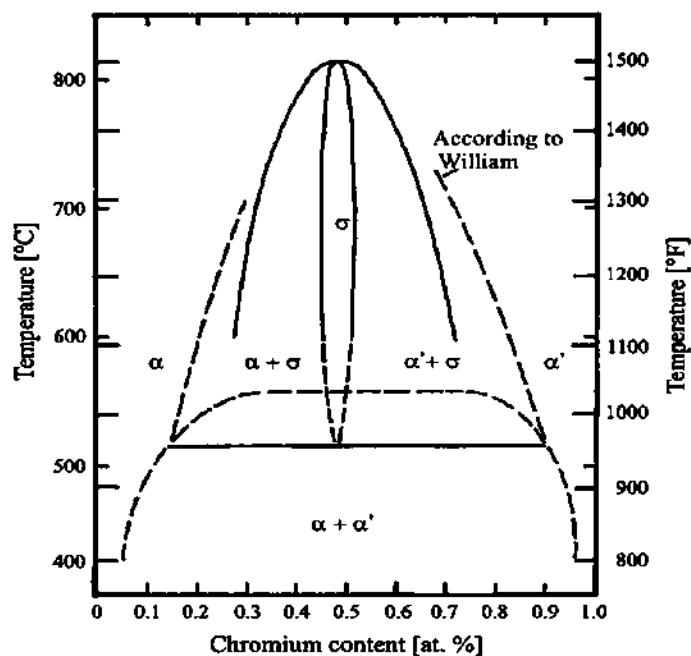


Figura 2.2 Muestra la banda de miscibilidad en sistemas hierro-cromo [13].

Algunas investigaciones sobre la teoría de la descomposición en aleaciones ferríticas metaestables fueron realizadas por Cahn [14] y Hilliard [15]. Dichas revisiones discutieron la distinción termodinámica dentro de la brecha de miscibilidad para la descomposición espínodal y la nucleación y crecimiento de α' . La descomposición espínodal se refiere a una reacción donde dos fases de la misma estructura cristalina, con diferentes composiciones y propiedades, se forman debido a la existencia de una brecha de miscibilidad en el sistema y se da por medio de aleación de difusión ascendente sin nucleación. Este proceso de separación de fases se produce en una escala muy pequeña [5].

Mats Hättstrand y colaboradores [11], han investigado acerca del efecto de la deformación en frío en la descomposición de la ferrita que presentan los aceros súper dúplex 2507 con daño térmico a temperaturas que oscilan entre 450-500°C.

El efecto de la deformación en frío sobre la descomposición se refleja en el endurecimiento del acero en función de los tiempos de envejecimiento esto se puede apreciar en la Figura 2.3

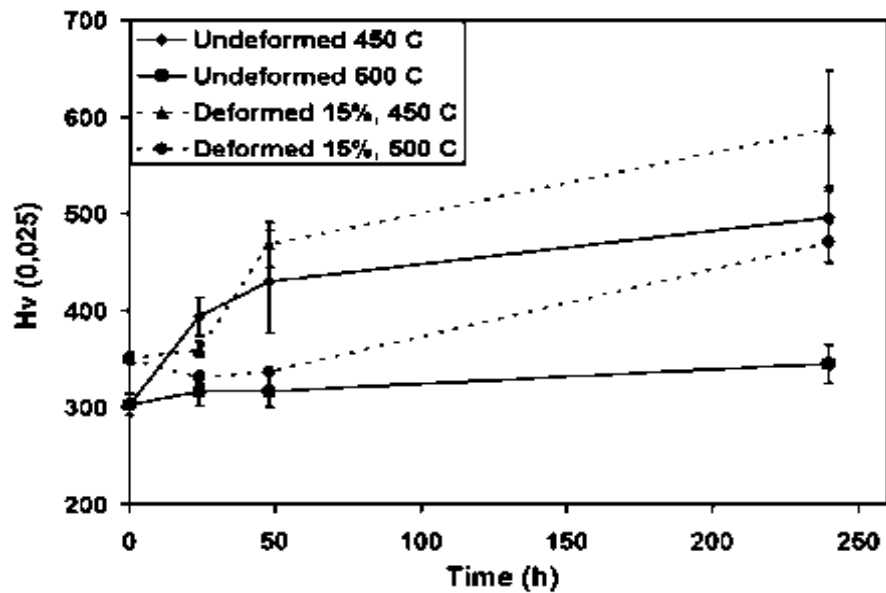


Figura 2.3 Muestra los resultados de micro-dureza obtenidos de la ferrita en función de diferentes tiempos de envejecido para diferentes tipos de deformación del material y diferentes tiempos de exposición [11].

Como se puede observar, un material sin deformación y envejecido a 500°C por diferentes periodos de tiempo, presenta una menor variación de la microdureza conforme el tiempo aumenta. Por otra parte, el comportamiento de la dureza es drásticamente afectado si el material es deformado plásticamente y envejecido a la misma temperatura de 500 °C. Inicialmente la dureza disminuye en tiempos cortos y aumenta rápidamente en tiempos largos de permanencia. Los resultados demostraron que una estructura fina y por lo tanto más resistente, se da en un material que sufre cambios por descomposición espinodal más que en materiales que sufren cambios por crecimiento y nucleación de la fase α' . La deformación en frío por tanto favorece a la descomposición espinodal haciendo que varíe el mecanismo de separación de la fase ferrita, esto es atribuido a un incremento de la densidad de dislocaciones y por lo tanto esto hace que sean más susceptibles a la fragilización. La observación tiene su fundamento en el ligero incremento de la dureza durante el proceso de envejecimiento a 500°C en un material no deformado (véase la Figura 2.3).

Maysa Terada y colaboradores [16] analizaron que durante largos tiempos de envejecimiento no solo existe el incremento en la dureza y la resistencia mecánica, sino que se presentan también, incrementos de la resistencia a la corrosión. Estos incrementos van a depender de la cantidad de α' presente en la aleación.

Chandra y colaboradores [17] investigaron el fenómeno de fragilización a 475°C y mencionan que Fisher y colaboradores [18] encontraron precipitados esféricos de aproximadamente 200Å de diámetro en especímenes con contenido de 28.5% de cromo y envejecidos a 475°C. Los precipitados no son magnéticos, con un contenido de 80% de cromo, poseen estructura bcc y tienen un parámetro de red entre el hierro y cromo. Para comprobar esto se realizaron mediciones mediante electroscopía de Mössbauer en especímenes con diferente contenido de Fe-Cr que fueron sometidas a envejecimiento térmico a 475°C en diferentes tiempos de permanencia y con diferentes presiones, llegando a la conclusión que a baja temperatura existe una brecha de miscibilidad y una correcta descomposición espinodal en aceros con cromo pero, a pesar de los largos tiempos de permanencia (en este caso la máxima 2500 horas), no fue suficiente para que llegara al equilibrio. Se llegó también a la conclusión de que el estimado de la solubilidad del cromo en el hierro es de 12% solo en materiales que exceden el 13% de cromo en su porcentaje y presentan el llamado fragilizado a 475°C.

Chandra y colaboradores [17] mencionan que entre en 12 y el 30% de cromo en hierro tiende a descomponerse por nucleación y crecimiento así como que la fragilización no es exclusiva de la descomposición espinodal. Para tratar de determinar más rápidamente el fenómeno de fragilización, Albuquerque y colaboradores [19], estudiaron la posibilidad de hacerlo mediante mediciones de ultrasonido. Para esto utilizaron AID 2205 para evaluar la transformación de fase a temperaturas de 425°C y 475°C en periodos de 12, 24, 50, 100 y 200 horas respectivamente, sugiriendo que existe una transformación de fase $\alpha \rightarrow \alpha + \alpha'$ donde a 425°C α' tiende a tener bajo contenido de cromo y al aumentar la temperatura hasta llegar a los 475°C el cromo irá aumentando dentro de α' . La transformación que dio lugar durante estas temperaturas fue analizada mediante ensayo de impacto y de dureza, más claramente mostradas en la Figura 2.4 y 2.5.

En la figuras mostradas se observa que existen dos tipos de comportamiento, de los cuales, en la etapa uno se presenta a un crecimiento espinodal por su rápido incremento en la dureza y en el etapa dos, existe un ordenamiento de la fase. Una vez determinado que cambio en la dureza es por envejecimiento térmico, observaron que estos se relación con la velocidad ultrasónica como se puede observar en la Figura 2.6 y Figura 2.7 Se puede observar que tanto la dureza como la velocidad ultrasónica se comportan de manera muy similar.

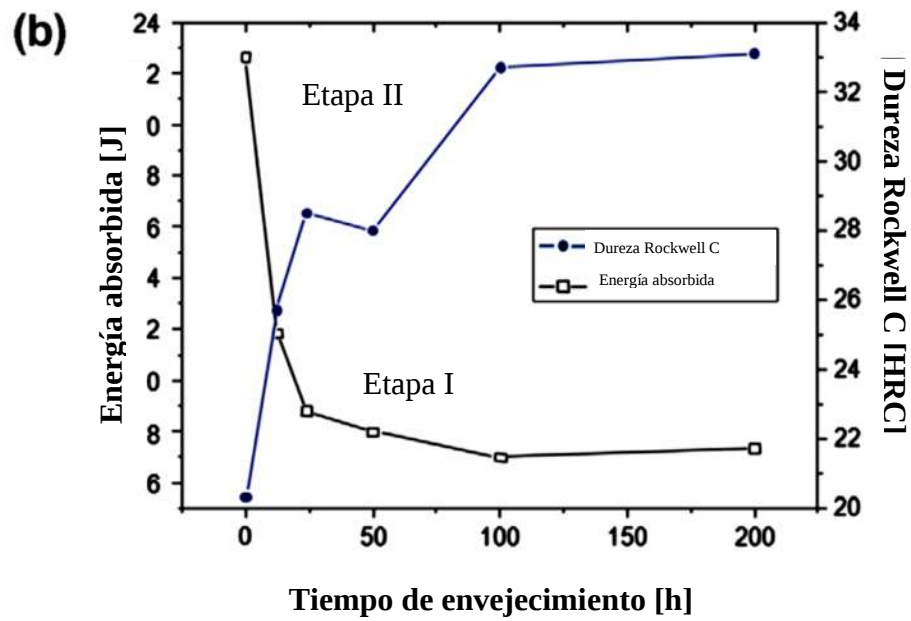


Figura 2.4 Muestra de energía absorbida y dureza Rockwell C en tratamiento térmico de fragilización a 475°C [19].

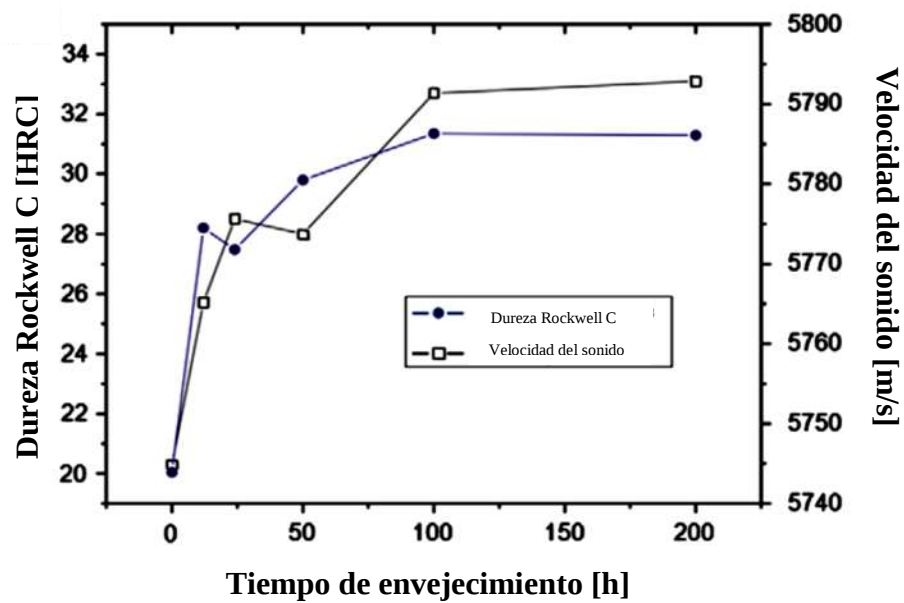


Figura 2.5 Muestra de energía absorbida y dureza Rockwell C en tratamiento térmico de fragilización a 475°C [19].

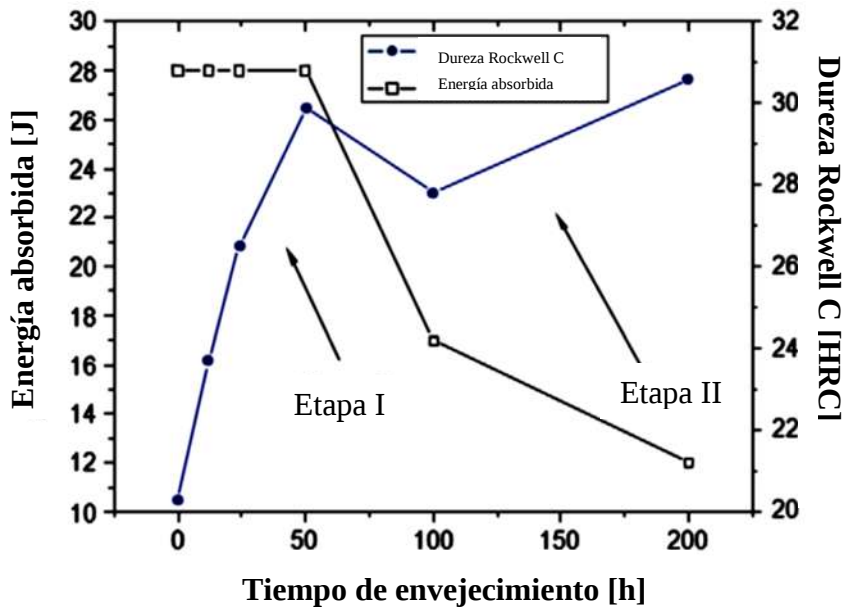


Figura 2.6 Velocidad ultrasónica y dureza Rockwell C en piezas sometidas a tratamiento térmico de fragilización a 425°C [19].

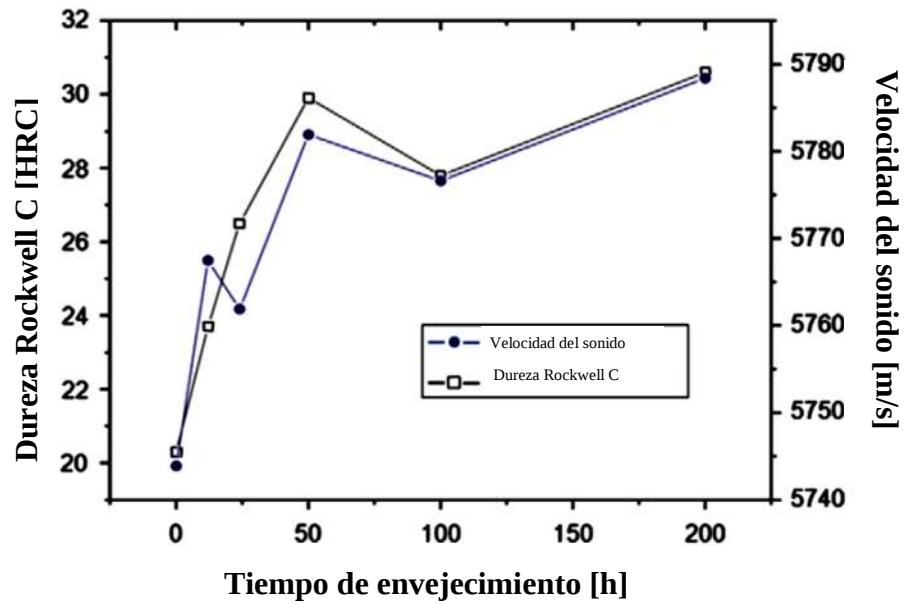


Figura 2.7 Velocidad ultrasónica y dureza Rockwell C en piezas sometidas a tratamiento térmico de fragilización a 425°C [19].

Albuquerque y colaboradores [19] señalan que existe una relación directa entre ellas y sugieren que la velocidad ultrasónica puede ser un buen parámetro para seguir las diferentes fases de transformación.

2.2 Ultrasonido

El ultrasonido es el nombre que se le ha otorgado al estudio y aplicación de las ondas de sonido que son inaudibles para el oído humano. Estas frecuencias oscilan en el rango de 20,000 Hertz hasta el orden de giga-Hertz (GHz).

Históricamente, las pruebas no destructivas (PND) han sido usadas para la detección macroscópica de discontinuidades o defectos en estructuras. Se ha hecho evidente que debido a su relación costo-efectividad que la aplicación de las PND se puede expandir a todos los aspectos de producción del material y aplicaciones. En tiempos recientes, se han incrementado los esfuerzos para desarrollar y perfeccionar técnicas no destructivas que tengan la capacidad de monitorear (1) procesos de producción de materiales, (2) integridad de materiales ya sea después de la fabricación y el transporte (3) de la velocidad de degradación en el servicio. Las técnicas ultrasónicas juegan un rol muy importante en estos desarrollos ya que ellas aportan métodos útiles y versátiles para evaluar la microestructura, las propiedades mecánicas y la detección de defectos a escala macroscópica y microscópica [7].

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

Las ondas ultrasónicas son una propagación de vibraciones en un medio material que posee las adecuadas condiciones de elasticidad. Dependiendo de la frecuencia de inspección, el valor de la longitud de onda de las ondas ultrasónicas puede ser del orden de los milímetros hasta las décimas de milímetro, lo cual incide en los diferentes fenómenos asociados a la propagación de las ondas. Un efectivo uso del ultrasonido en distintas áreas requiere del conocimiento de los principios básicos de la propagación de la onda y de los fenómenos que suceden debido a esta propagación. Las ondas ultrasónicas se propagan a través de un desplazamiento sucesivo de las partículas que componen dicho material en casi la mayoría de los materiales que poseen elasticidad. Al existir esta elasticidad, aparecerá una fuerza restauradora que tenderá a regresar a cada partícula de vuelta a la posición a la cual estaba antes de la presencia de la onda ultrasónica. Debido a que la mayoría de los medios también poseen inercia, la partícula continuará en movimiento, pasando por su posición de equilibrio hasta alcanzar otra posición diferente, más allá de la original. Desde este último punto, la partícula retornará a su posición de equilibrio para continuar oscilando y disminuyendo constantemente su amplitud.

Los elementos del material ejecutan diferentes movimientos mientras la onda pasa a través de ellos. La diferencia en estos movimientos es lo que caracteriza a los tipos de ondas ultrasónicas. Existe un tipo de ondas elásticas ultrasónicas que se propagan por la superficie libre de un material y cuya penetración en éste es de aproximadamente una longitud de onda, estas ondas son conocidas como *ondas superficiales u ondas Rayleigh*, mostrada esquemáticamente en la Figura 2.8.

Las ondas de Rayleigh combinan una componente de onda longitudinal con una componente de onda de corte la cual es normal a la superficie. Por otra parte, las ondas de Rayleigh se producen por fuerzas que no están en equilibrio en la superficie del material, 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. La velocidad de estas ondas depende del material y es aproximadamente igual a 0.9 de la velocidad de las ondas de corte. La longitud de onda de estas ondas es extremadamente corta en comparación con el espesor del material en el que se propaga.

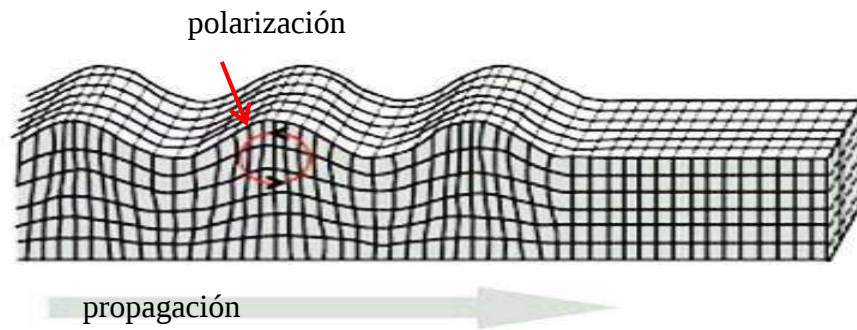


Figura 2.8 Muestra el movimiento de la onda Rayleigh sobre el material.

En 1885, Lord Rayleigh demostró en forma teórica que algunas ondas se pueden propagar a través de la superficie libre de un semi-espacio elástico (ver Figura 2.9).

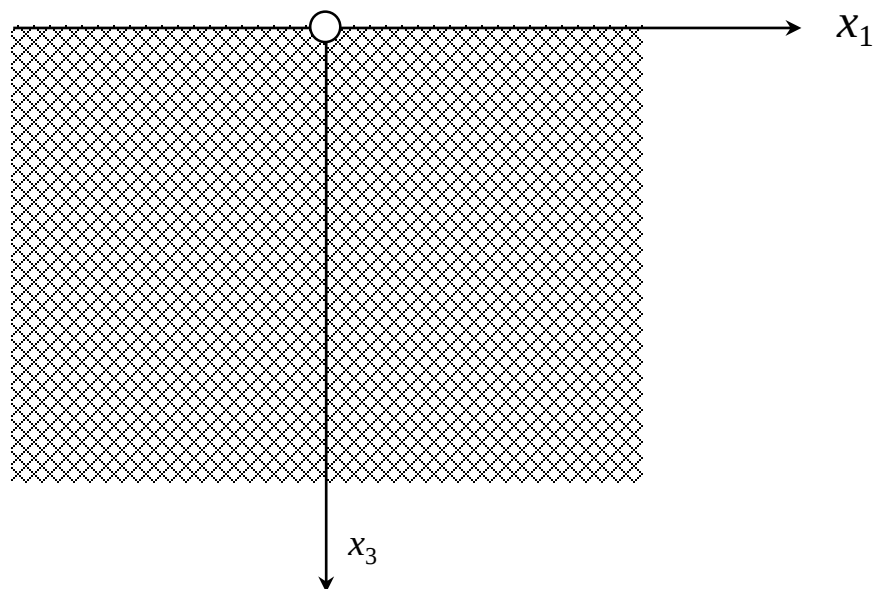


Figura 2.9 Superficie libre de la mitad de un espacio elástico.

La amplitud del desplazamiento de partículas decae esencialmente de manera exponencial con la profundidad y desaparece a alrededor de una longitud de onda por debajo de la superficie como se muestra en la Figura 2.10. Las ondas Rayleigh también conocidas como *Ondas Acústicas Superficiales* (OAS) se propagan con un movimiento ondulatorio, haciendo que las partículas del sólido tengan una trayectoria elíptica en sentido contrario a las manecillas del reloj.

La ecuación de Rayleigh es de la forma:

$$\left(\kappa_s^2 + k_R^2\right)^2 - 4\kappa_s \kappa_l k_R^2 = 0 \quad (1)$$

Donde: $\kappa_s = \sqrt{k_R^2 - k_s^2}$, y $\kappa_l = \sqrt{k_R^2 - k_l^2}$

Y de lo anterior: $k_R = \frac{\omega}{c_L}$, $k_l = \frac{\omega}{c_l}$, $k_s = \frac{\omega}{c_s}$

k_R , k_l y k_s son los números de onda de la onda Rayleigh, onda longitudinal y onda de corte respectivamente.

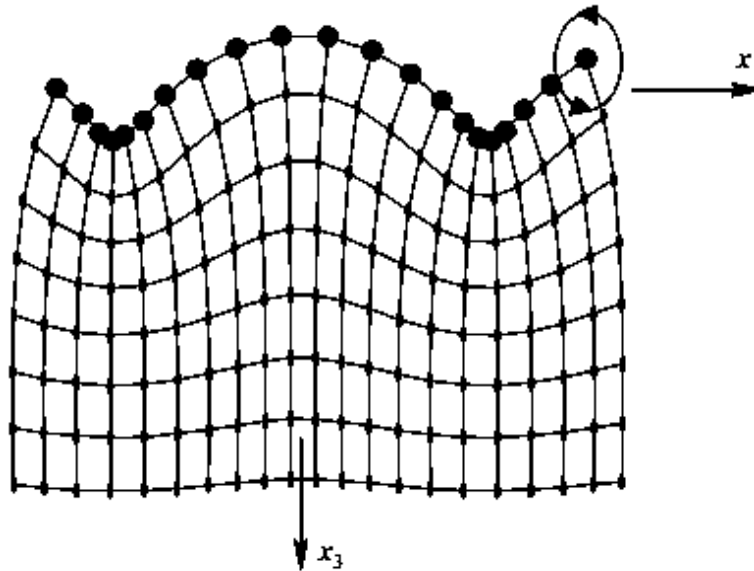


Figura 2.10 Movimiento de la partícula en una onda Rayleigh

La ecuación (1) puede ser simplificada siguiendo el procedimiento de Ruiz [20], para tener una ecuación de la forma.

$$\eta^6 - 8\eta^4 + 8(3 - 2\xi^2)\eta^2 - 16(1 - \xi^2) = 0 \quad (2)$$

De donde:

$$\eta = \frac{c_R}{c_s} \quad y \quad \xi = \frac{c_s}{c_l} = \sqrt{\frac{1-2\nu}{2(1-\nu)}} \quad (3)$$

c_d y c_s son las velocidades de la onda longitudinal y transversal respectivamente. Esta ecuación contiene 6 posibles soluciones para la velocidad de Rayleigh c_R y sus valores van a depender únicamente de la relación de Poisson del material. Existe una aproximación a la ecuación de Rayleigh dada por la ecuación:

$$\eta = \frac{0.87 + 1.12\nu}{1 + \nu} \quad (4)$$

La Figura 2.11 muestra las gráficas de las dos soluciones de las ecuaciones (2) y (4) donde se observa que estas se ajustan perfectamente para los valores de c_s/c_d mayores a 0.45 y valores de c_R/c_s menores a 0.93. En metales la ecuación (4) puede aplicarse con certeza ya que la relación de Poisson en metales varía de entre $0.2 < \nu < 0.35$, es decir η variará entre los valores de $0.91 < \eta < 0.935$. En este rango ambas ecuaciones ajustan perfectamente.

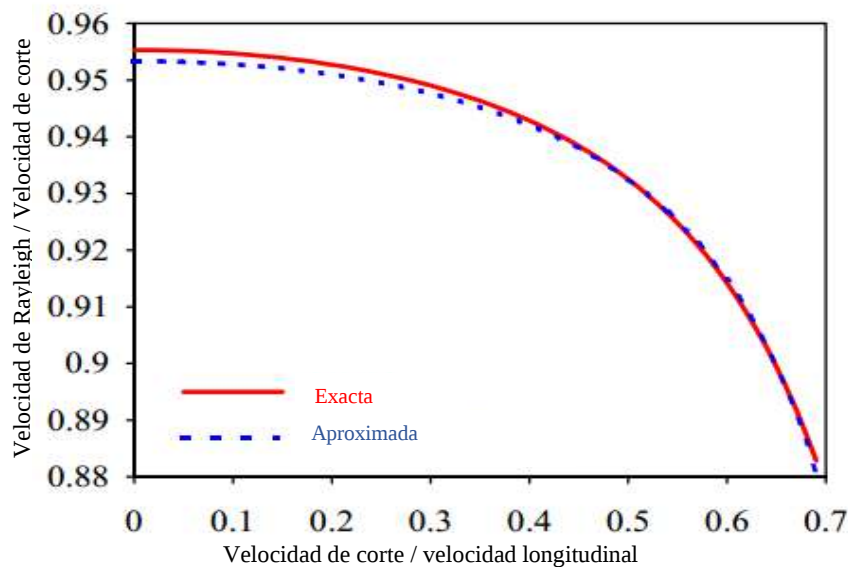


Figura 2.11 Comparación de las ecuaciones (2) y (4).

De lo anterior podemos concluir que la velocidad de propagación de la onda Rayleigh es independiente de la frecuencia y depende únicamente de las constantes elásticas del material. Por lo tanto, no hay dispersión en las ondas (velocidad de onda constante) y viajan sin cambio en su forma de onda. Siendo lo anterior una característica importante dentro de las ondas Rayleigh

debido a que si las ondas no tienen dispersión podemos entonces atribuir los cambios en la velocidad a, la presencia de esfuerzos residuales, a la presencia de trabajado en frío, a la rugosidad de la superficie o a los cambios en la microestructura del mismo.

Este tipo de ondas explicadas anteriormente entran en las llamadas ondas superficiales, pero son generadas por otros dos tipos de onda llamadas longitudinales y de corte; cuando estos tres tipos de ondas se pueden propagar por un material anisótropico.

Otro tipo de ondas son:

- i) las ondas longitudinales, en este tipo de ondas, el movimiento de las partículas es paralelo a la dirección de propagación de la onda. y las cuales pueden ser calculadas por la siguiente ecuación:

$$C_l = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{1-\mu}{(1+\mu)(1-2\mu)}} \quad (5)$$

- ii) las ondas de corte en las cuales las partículas se mueven en forma perpendicular a la dirección de propagación de la onda. y la cual puede ser calculada por la siguiente ecuación:

$$C_s = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{1}{2(1+\mu)}} = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (6)$$

de donde:

- E = Módulo de elasticidad.
- ρ = Densidad del material.
- μ = Relación de Poisson.
- G = Módulo de corte.

En la Figura 2.12 podemos observar el movimiento de las partículas en las ondas longitudinales y en la Figura 2.13 el de las ondas de corte.

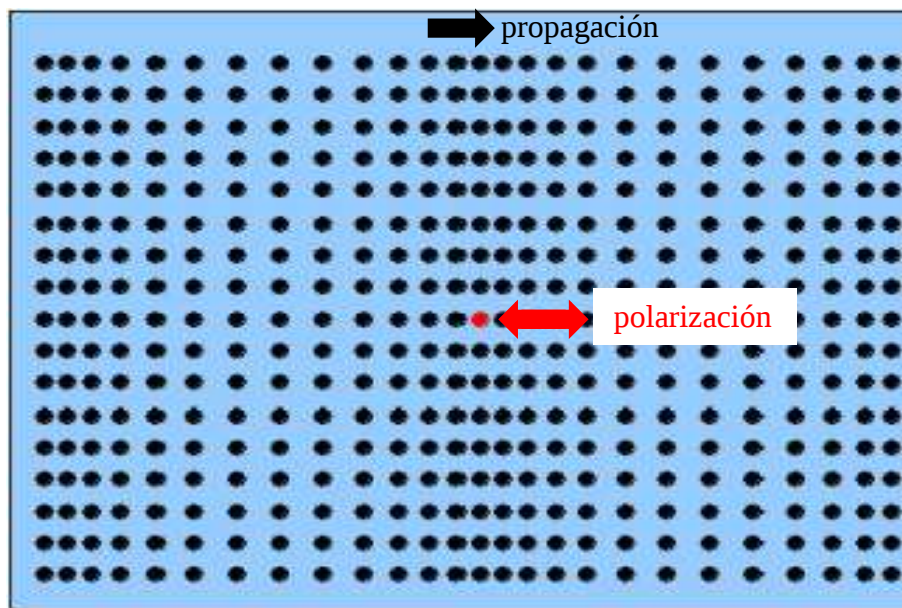


Figura 2.12 Ondas longitudinales.

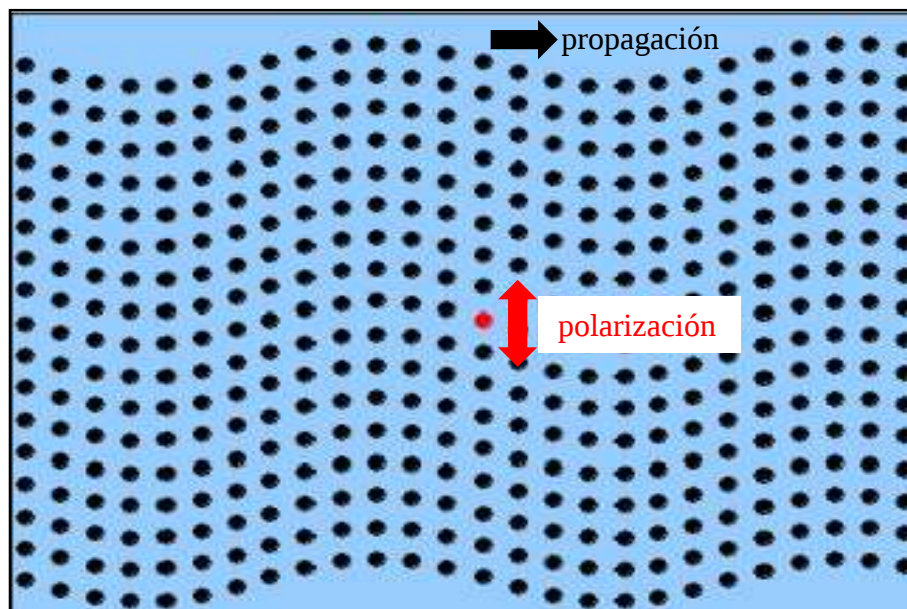


Figura 2.13 Ondas de corte.

2.2.1 El fenómeno anisotrópico

La anisotropía se manifiesta así misma a través de un número de fenómenos tales como la dependencia de la velocidad acústica en la orientación, birrefringencia, desviación entre las direcciones de fase y de energía, cuasimodos, etc.

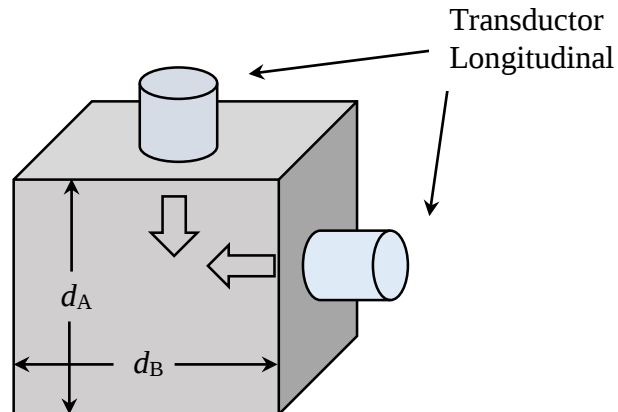


Figura 2.14 Configuración geométrica usada para evaluar la dependencia de la velocidad longitudinal en la orientación.

El elemento más común es la dependencia de la velocidad acústica en la orientación. La Figura 2.14, muestra la configuración geométrica (un cubo) usada para investigar la dependencia de la velocidad longitudinal en la orientación (naturalmente cualquier bloque rectangular puede ser usado en forma similar, pero entonces las diferencias en el tiempo de arribo de la señal por si mismas no pueden ser atribuidas a velocidades diferentes ya que también se tienen que tomar en consideración las diferentes dimensiones).

Los transductores de ondas de corte pueden ser usados y con ellos ocurre el fenómeno de birrefringencia cuando el material ha sido deformado plásticamente y por lo tanto presenta textura cristalográfica. La textura del material afecta la velocidad de ondas de corte por medio del fenómeno de birrefringencia, lo cual significa que una onda ultrasónica que se propaga en una dirección dada se refracta en dos ondas que tienen velocidades ligeramente diferentes y polarizaciones mutuamente ortogonales. La orientación preferencial en un material espécimen laminado puede ser determinada midiendo la diferencia en el tiempo de viaje de las dos ondas de corte refractadas en la misma longitud del camino.

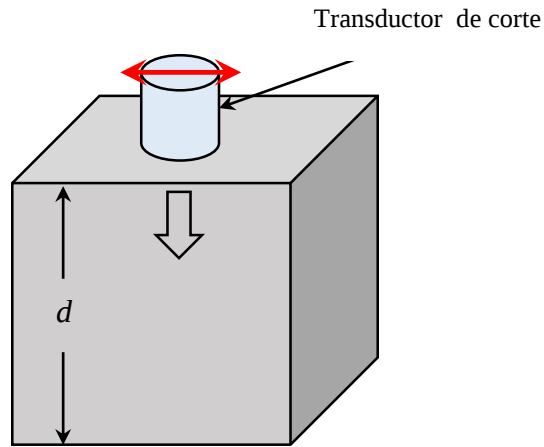


Figura 2.15 Configuración geométrica para mediciones por birrefringencia.

La Figura 2.15 muestra la configuración geométrica para mediciones por birrefringencia. Ya que las sendas de propagación son esencialmente las mismas para cualquier polarización, las diferencias en los tiempos de arribo indican indirectamente la anisotropía.

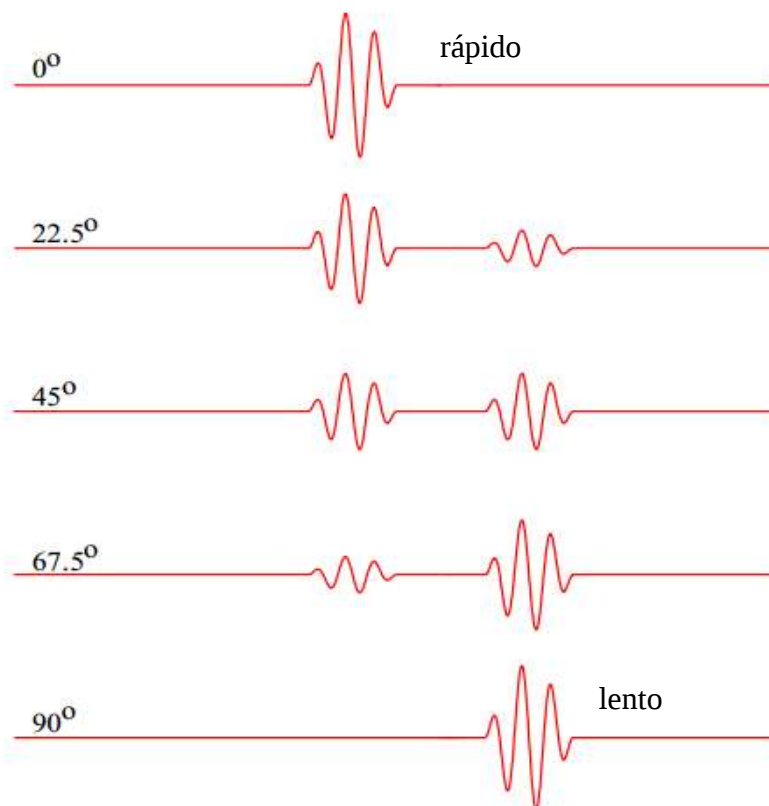


Figura 2.16 Separación de la señal en un componente rápido y uno lento.

La Figura 2.16, muestra la separación de la señal en un componente rápido y un componente lento. Cuando la partícula polariza a 0° solamente existe un modo de onda de corte, llamado modo rápido. Conforme el transductor es girado sobre su eje, a 22.5 grados y producto de la birrefringencia comienza a aparecer el modo lento de la onda. A 45° ambas ondas tienen la misma amplitud. Si se continúa girando el transductor, el modo lento se vuelve predominante mientras el modo rápido tiende a desaparecer a 90° . De acuerdo a esto, es posible encontrar la dirección de laminación de un material.

2.2.2 Propagación de las ondas.

El ultrasonido involucra la propagación de una onda acústica, por lo tanto, es necesario entender las características básicas de ondas que se propagan y algunas ecuaciones matemáticas que gobiernan casos simples de propagación de ondas.

La propagación armónica es un buen sitio para comenzar:

$$u(x,t) = A \cos \left[\omega \left(t - \frac{x}{c} \right) \right] = A \cos(\omega t - kx) \quad (7)$$

Donde:

$u(x,t)$ es desplazamiento, A es la amplitud de la perturbación [volts], ω es la frecuencia angular [rad/s], k es el número de onda ($2\pi/\lambda$), λ es la longitud de onda, t es el tiempo y c es la velocidad de fase.

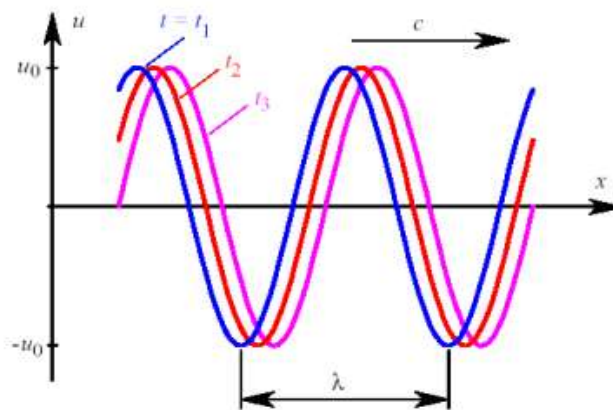


Figura 2.17. Propagación armónica.

La ecuación de arriba es referida a una onda, que no es más que una perturbación que transmite energía a través del espacio en una forma que depende de la posición y del tiempo.

2.2.3 Pulso eco.

Dentro de la rama de los END existen diferentes métodos para la caracterización como emisiones acústicas, vibraciones sónicas etc. [21]. Este trabajo se enfoca en el método pulso eco en su forma de inmersión y de contacto explicados a continuación.

El pulso eco consiste en transmitir la energía ultrasónica en impulsos cortos que se transmitirán al cuerpo de tal forma que el tiempo que tarde en recibirse la energía reflejada en la discontinuidad o en la pared posterior, permitirá determinar la distancia a la cual se encuentra ésta, tomando para ello como referencia la superficie en la que se encuentra el haz ultrasónico [22] el arreglo lo podemos apreciar en la Figura 2.18.

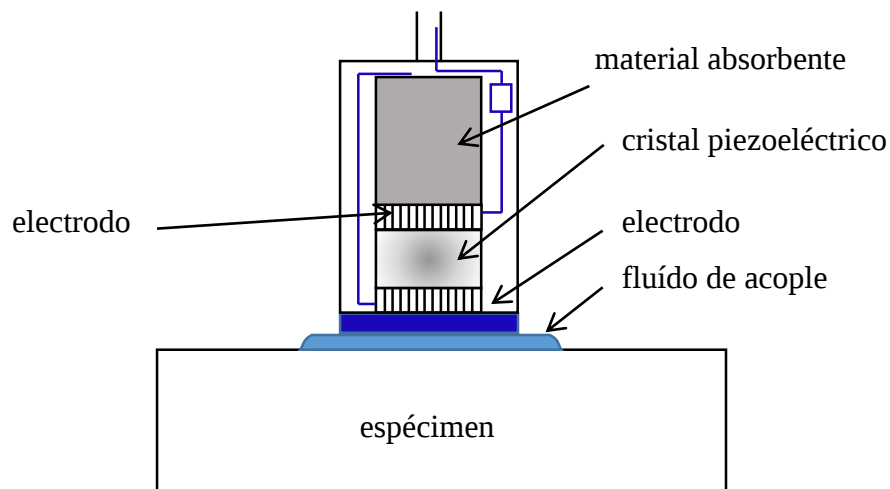


Figura 2.18 Sección transversal de un transductor ultrasónico usado para caracterización de materiales en la técnica de pulso-eco.

Por otro lado la técnica de inmersión se conoce de esta forma debido a que el transductor y la pieza a analizar están sumergidos en el medio acoplante que por lo regular es el agua.

En el fenómeno de transformar pulsos eléctricos a movimiento mecánico y viceversa para la evaluación no destructiva de las piezas, interviene el fenómeno de piezoelectricidad que puede

ser explicada fácilmente si se analiza la estructura atómica de un cristal de cuarzo. Esa estructura contiene iones cargados positivamente (átomos de silicio) además iones cargados negativamente (átomos de oxígeno). En su estado relajado el cristal es neutro y no lleva ninguna carga eléctrica sobre sus caras, sin embargo al aplicarle una fuerza mecánica al cristal ésta lo deforma y provoca que los iones positivos se aproximen entre sí; en tanto que si los iones negativos se separan quedan cargados eléctricamente y viceversa si al cristal se le hace pasar energía eléctrica [23].

2.3 Potencial termoeléctrico

Kawaguchi y colaboradores [24] demostraron que la medición de potencial termoeléctrico es un excelente método para evaluar el envejecimiento térmico o en nuestro caso, el daño térmico que sufrió la pieza por las diferentes temperaturas y los diferentes tiempos de permanencia.

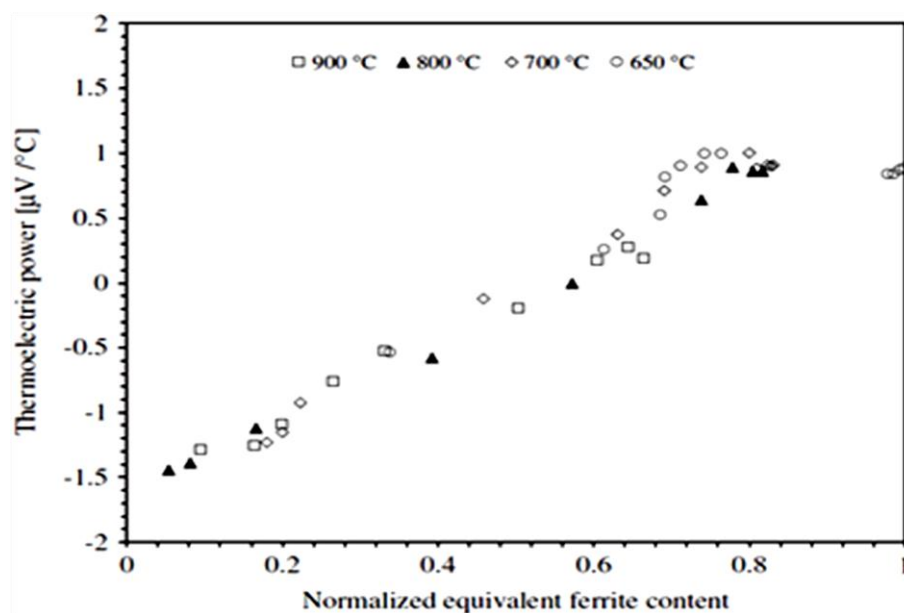


Figura 2.19 Variación de la ferrita equivalente en función del potencial termoeléctrico [22].

Ortiz y colaboradores [22] siguiendo lo descrito por Kawaguchi determinaron que el uso de potencial termoeléctrico está relacionado de manera casi lineal con la transformación gradual de la ferrita. De esta manera es posible que los cambios en la ferrita puedan ser determinados de

manera indirecta por mediciones de potencial termoeléctrico (esto puede observarse en la Figura 2.19)

Para entender mejor el potencial termoeléctrico primero debemos entender su fundamento.

2.3.1 Termoelectricidad

Para un termopar común, se induce un voltaje entre las uniones fría y caliente de materiales diferentes, el cual al cambio de temperatura aumenta o disminuye progresivamente. En este cambio de temperatura produce cambios dentro de la distribución de electrones en los estados de energía en los extremos caliente y frío, con esto se produce un flujo de electricidad. El cual podemos medir gracias a un principio de funcionamiento el cual se basa en el efecto Seebeck y este a su vez es influenciado por la conductividad eléctrica y térmica y a su vez por las temperaturas de operación.

2.3.2 Efecto Seebeck

Para entender mejor el efecto Seebeck considere una barra conductora ilustrada en la Figura 2.20 la cual posee un extremo caliente y el otro frío. En el extremo con mayor temperatura, los electrones que poseen una mayor energía por efecto de difusión pasan al extremo frío, causando con esto que el extremo frío se cargue negativamente y por el contrario el extremo caliente quedara cargado positivamente, quedando un voltaje inducido a lo largo de la barra. El voltaje inducido hace que fluya una corriente, la que es igual al voltaje dividido por la resistencia eléctrica de la barra. Se produce el equilibrio cuando la corriente es igual al flujo de electrones debido a la diferencia de temperatura y el voltaje inducido es constante. Debe notarse que el voltaje inducido entre los extremos de la barra depende solamente de las temperaturas de los extremos. Se producirá el mismo voltaje entre los extremos cualquiera que sea la distribución de temperaturas. Para la medición del voltaje inducido en la barra se utiliza el arreglo mostrado en la Figura 2.20 donde se conecta un voltímetro en los dos extremos de la pieza, los alambres de conexión deberán ser de diferente material ya que al no serlo, la diferencia de temperaturas induciría el mismo voltaje en los alambres de conexión y en la barra y no existiría voltaje entre las terminales del instrumento

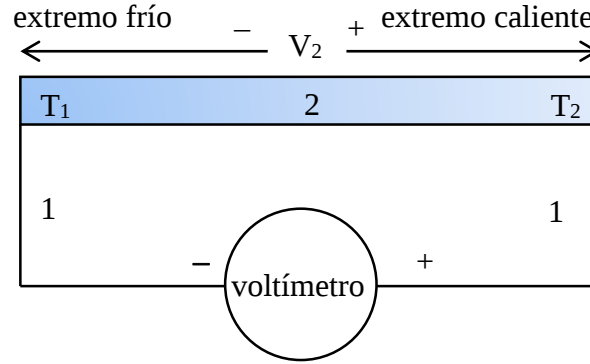


Figura 2. 20 Figura esquemática del arreglo para medir diferencia de voltaje

Por otra parte, si los conectores son de otro material, se inducirá un voltaje diferente en 1 y se observará el voltaje neto $V_f - V_o$ en el medidor. Si aumentamos la diferencia de temperatura $T_f - T_o$ en una pequeña cantidad ΔT , los voltajes inducidos aumentarán en una cantidad pequeña. El voltaje neto, designado por V_{f_0} , cambiará. El régimen de cambio del voltaje con la temperatura se define como la potencia termoeléctrica S_{f_0} de la unión 1-2:

$$S_{f_0} = \frac{dV_{f_0}}{dT} = \frac{dV_f}{dT} - \frac{dV_o}{dT} = S_f - S_{f_0} \quad (8)$$

Aunque S_{f_0} recibe el nombre de potencia termoeléctrica de la unión, no es una propiedad de la unión. Depende solamente de las propiedades S_f y S_o de los dos materiales en bruto. La expresión potencia, aunque inapropiada, se usa corrientemente de todas maneras. El voltaje inducido térmicamente V_{f_0} , denominado potencial de Seebeck, se usa a menudo para medir temperatura. Una unión del termopar se mantiene a una temperatura conocida. El voltaje V_{f_0} es entonces una función de la temperatura de la otra unión.

CAPITULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

El desarrollo experimental que se seguirá a lo largo de la investigación será de la siguiente manera como lo muestra la Figura 3.1

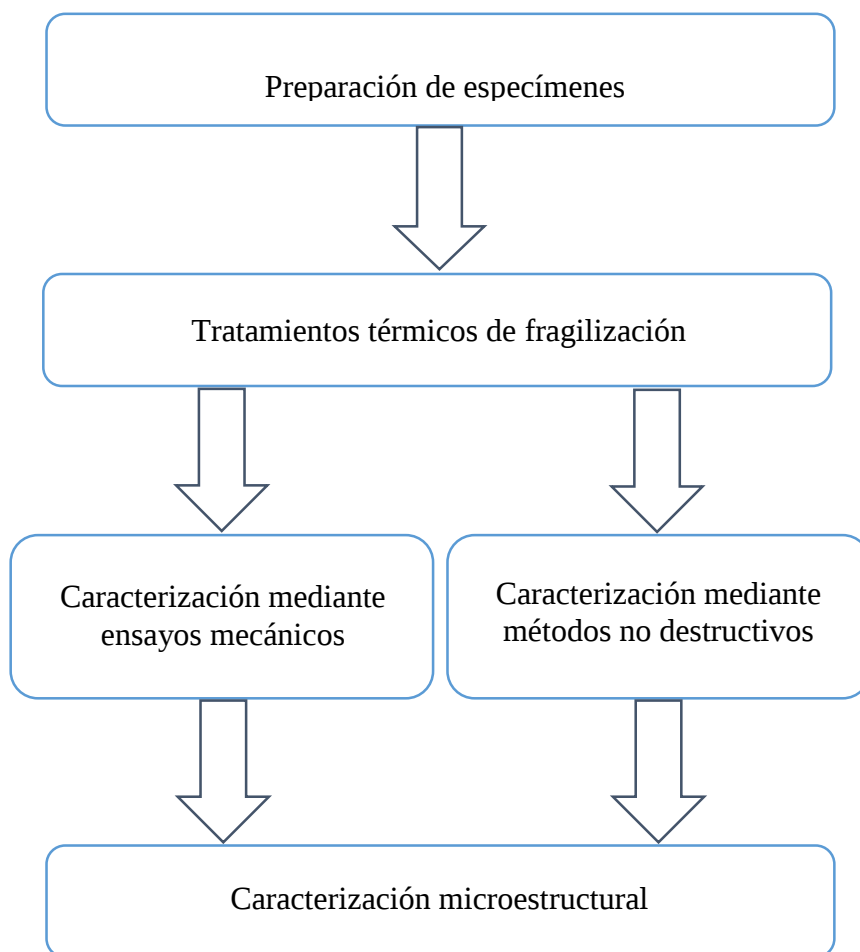


Figura 3.1 Diagrama del desarrollo experimental.

3.1 Preparación de muestras

Para las mediciones de velocidad de la onda Rayleigh se cortaron siete muestras con dimensiones de $25.4 \times 90 \times 6\text{mm}^3$ de una placa de 6mm de espesor como se muestra en la Figura 3.2

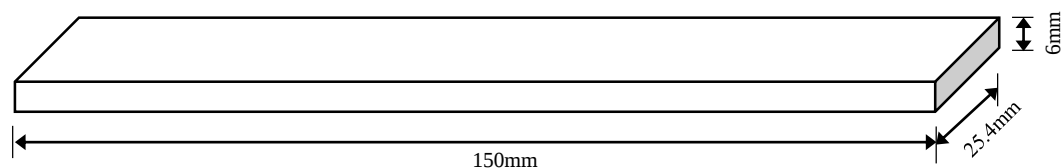


Figura 3.2 Forma y dimensiones del espécimen utilizado.

Una vez obtenida las piezas se procedió a desbastar con lijas que fueron variando en su tamaño de granulado siguiendo la siguiente secuencia: 80, 100, 120, 180, 220, 240, 320, 400 y 600. Esto con la finalidad de obtener una superficie uniforme la cual evita perdidas por la rugosidad de la superficie.

Para inducir el fenómeno de fragilización, las muestras fueron tratadas térmicamente a una temperatura de 450°C variando el tiempo de permanencia de 0.5h, 6h, 12h, 24h, 120h, 240h respectivamente. En la Figura 3.3 se muestra de forma esquemática los tratamientos térmicos a los que fueron sometidos los diferentes especímenes de acero súper dúplex 2507; cada muestra fue enfriada en agua al terminar cada tratamiento térmico.

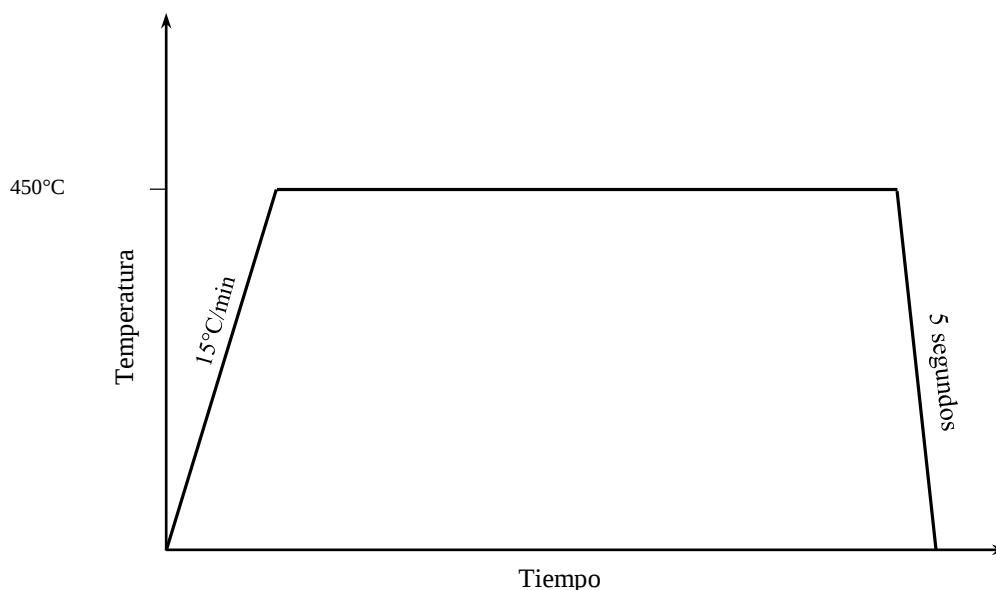


Figura 3.3 Representación esquemática del tratamiento de fragilización.

3.2 Caracterización ultrasónica

3.2.1 Velocidad de onda de corte

La Figura 3.4 muestra en forma esquemática el arreglo experimental utilizado en las mediciones de birrefringencia de ondas ultrasónicas.

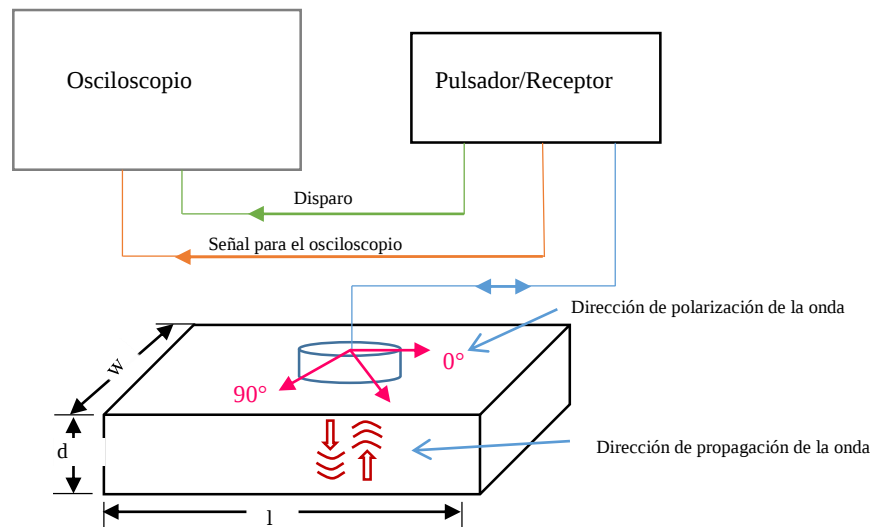


Figura 3.4 Diagrama esquemático para la medición de ondas de corte.

Un transductor de ondas de corte de 5 MHz de incidencia normal fue montado en el espécimen y excitado por un pulsador/receptor de banda ancha marca Panametrics modelo 5073PR. La señal ultrasónica obtenida fue digitalizada y promediada en un osciloscopio LeCroy Wavejet 332. El tiempo de vuelo o viaje fue medido en cinco diferentes posiciones en cada muestra para determinarlo así de manera más precisa. Con el tiempo de vuelo se decidió medir el cruce positivo en cero correspondiente en el primero y segundo eco de la pared posterior que es el tiempo que la onda de corte tarda en recorrer el espesor del espécimen.

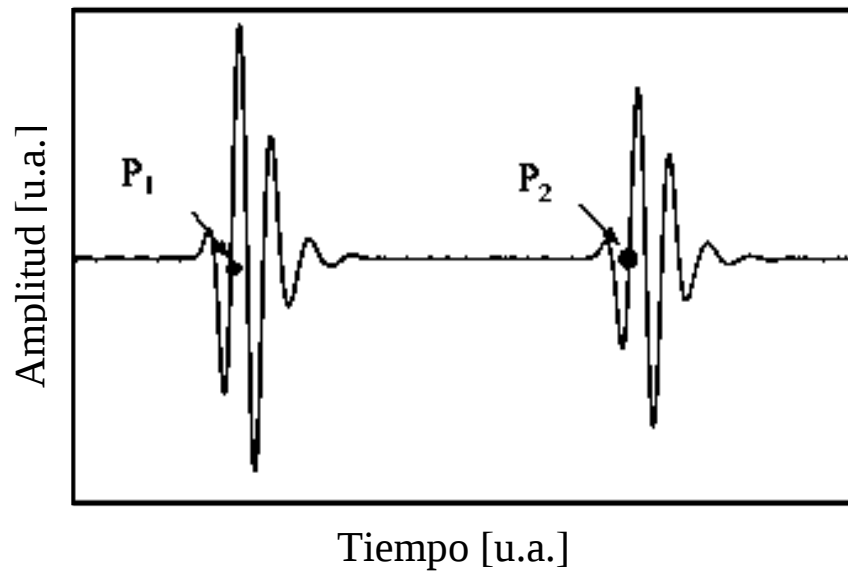


Figura 3.5 Cruce en cero de las diferentes ondas.

Para las mediciones del dominio del tiempo se optó por tomar como referencia lo que en la Figura 3.5 se señala como punto P_1 y P_2 , los cuales son los primeros cruces en 0 positivos, las ondas utilizadas fueron la segunda y tercera respectivamente para los diferentes modos de propagación de la onda.

Para medir el efecto de la birrefringencia del material se obtuvieron 2 velocidades diferentes: la velocidad para el modo rápido (la cual es medida mediante la propagación de la onda en la dirección del espesor (d) y con la polarización en dirección del largo, es decir en el sentido de laminación del espécimen) y la velocidad en su modo lento, (que se analizó mediante la propagación de la onda en el espesor (d) con la polarización a lo ancho del espécimen).

La velocidad de corte se determina bajo la siguiente formula:

$$c = \frac{2d}{t} \quad (9)$$

De donde:

c = Velocidad [$\mu\text{s}/\text{mm}$];

d = Espesor del material [mm];

t = Tiempo [μs];

Se mide dos veces el espesor del material debido a que viaja y regresa ya que se está utilizando la técnica de pulso eco para esta medición.

3.2.2 Velocidad de onda longitudinal

Para las mediciones de velocidad longitudinales se utilizó la técnica de inmersión debido a su sensibilidad, la cual implica que el medio de acople donde las ondas longitudinales se propaga sea agua, este arreglo se puede ver explicado en la Figura 3.6. Las mediciones de velocidad ultrasónica longitudinal se realizaron con un transductor de inmersión de onda longitudinal de 5MHz. Se realizaron diversas mediciones sobre la pieza en distintos puntos determinando la velocidad longitudinal, se realizaron las mediciones de cruce en cero como se indica en la Figura 3.5 Una vez obtenidos estos valores, la velocidad se puede calcular mediante el uso de la fórmula (6) explicada anteriormente.

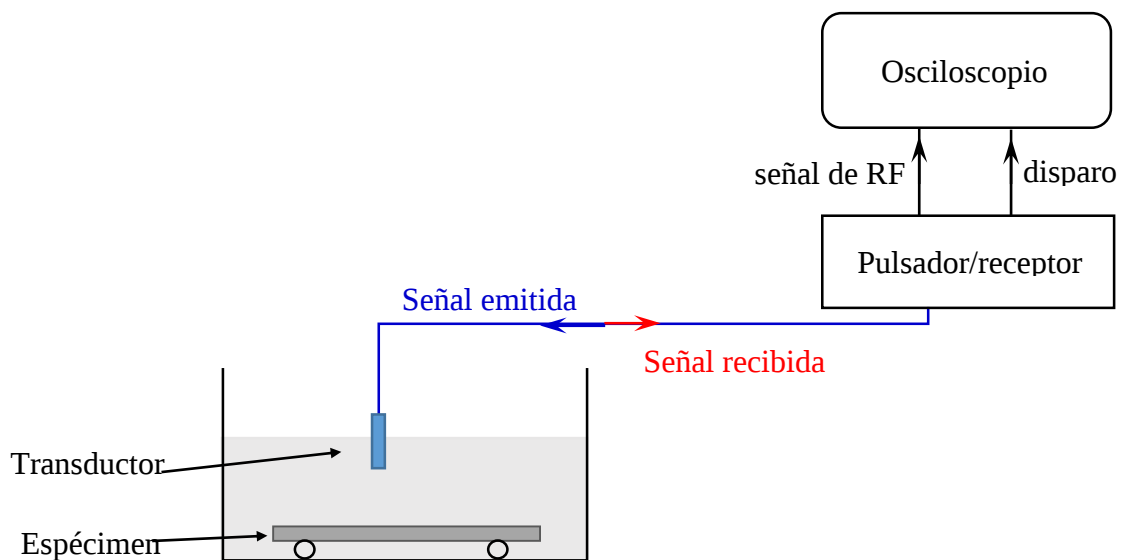


Figura 3.6 Arreglo para medición de ondas longitudinales en inmersión.

3.2.3 Medición de ondas Rayleigh

Para la medición de estas ondas se utilizarán transductores piezoeléctricos de un 1Mhz a 5Mhz, además de zapatas de plexiglas ya prefabricadas con ángulo para generar ondas Rayleigh en aceros inoxidables con la configuración señalada en la Figura 3.7.

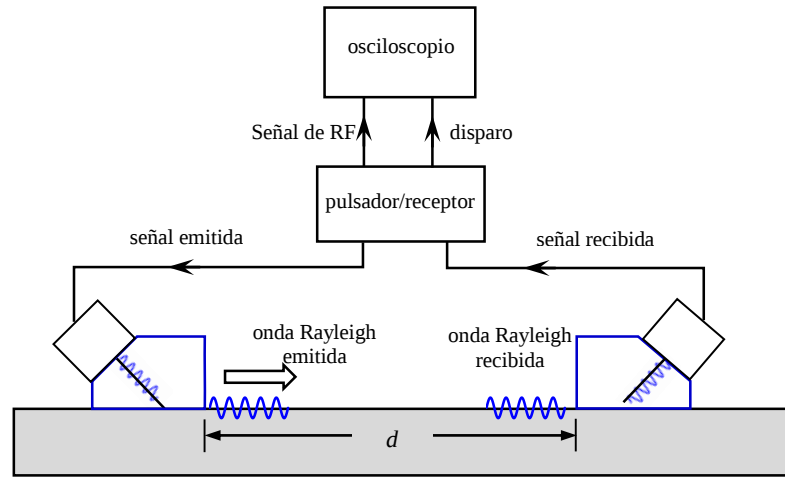


Figura 3.7 Muestra el arreglo para generación de ondas Rayleigh.

En la Figura anterior se puede ver cómo se colocará el equipo para la generación y medición de variables de las ondas Rayleigh. El arreglo experimental cuenta de dos zapatas angulares cuyos ángulos de incidencia están diseñados para generar una onda Rayleigh en el material y puede ser calculado de la ley de Snell como:

$$\theta_i = \sin^{-1} \left(\frac{c_i}{c_R} \right) \quad (10)$$

Donde, c_i es la velocidad longitudinal del plexiglás y c_R es la velocidad de Rayleigh.

Las zapatas tienen montados dos transductores idénticos en frecuencia nominal y diámetro de 12.7mm que están conectados a un pulsador/receptor que emitirá pulsos eléctricos al transductor/emisor y que, por efecto piezoeléctrico, generará una onda que se propagará por la zapata que posteriormente se convertirá en una onda superficial como se muestra en la Figura 2.8.

La onda generada se propagará en la superficie del espécimen y será recibida por el transductor/receptor, el cual, por el mismo efecto piezoeléctrico, convertirá la vibración mecánica en un pulso eléctrico que se enviará al receptor. El pulsador/receptor está conectado a un osciloscopio digital en el cual se desplegará una señal en el dominio del tiempo.

Para determinar la velocidad y la atenuación de la onda Rayleigh, el receptor se ubicará en forma precisa con la distancia d mostrada en la Figura 6.8 será cambiada de una distancia inicial d_i a una distancia final d_f y la diferencia en tiempo de propagación será calculada mediante:

$$\Delta t = t_f - t_i \quad (11)$$

Finalmente, la velocidad de la onda Rayleigh será calculada mediante:

$$c_R = \frac{\Delta d}{\Delta t} \quad (12)$$

Donde Δd es el cambio de la distancia.

Las diferentes velocidades y coeficientes de atenuación serán comparados para los diferentes tiempos de envejecimiento y así determinar cómo afecta el daño térmico estas dos variables ultrasónicas. De existir cambios en las variables ultrasónicas, estarán relacionados con los cambios microestructurales que ocurran en el material por efecto de los diferentes rangos de permanencia. Se utilizaron diferentes frecuencias ultrasónicas con el objetivo de lograr diferentes ondas y a su vez, con diferentes profundidades de penetración en el material para tener resultados más confiables.

3.2.4 Medición de potencial termoeléctrico.

Al no contar con un ferriscopio para medir los cambios de ferrita en el material, se hará uso de la medición de potencial termoeléctrico. El equipo para realizar la medición es marca Walker y su diagrama de funcionamiento lo podemos observar en la Figura 3.8.

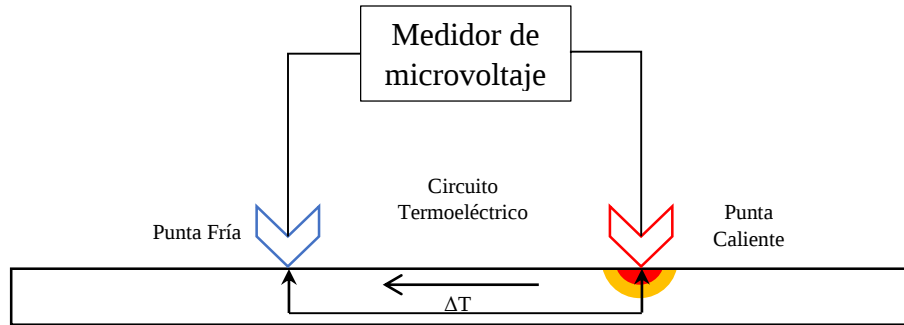


Figura 3.8 Muestra esquemática del principio de medición de potencial termoeléctrico en la pieza.

Este equipo utiliza dos puntas hechas de diferentes materiales, en nuestro caso se usó una punta de cobre y otra de oro. La punta de oro se calienta alrededor de 245°C y 248°C mientras que la otra punta se mantiene a temperatura ambiente; las puntas son colocadas en contacto sobre la pieza lo que produce un gradiente de temperatura la cual genera el voltaje termoeléctrico. El voltaje termoeléctrico medido se convierte a valores de potencial termoeléctrico, para hacer esto, se realizó una curva de calibración con diversos materiales los cuales cuentan con un potencial termoeléctrico definido como lo son: el alumel, el estaño, el cromel, el titanio grado 2 y el Ti-6Al-4V. Una vez determinada la curva de calibración, se realizó un ajuste lineal a los datos medidos para los materiales arriba descritos obteniendo la ecuación del ajuste lineal, con la cual calculamos el potencial termoeléctrico.

Los resultados de microvoltaje contra potencial termoeléctrico de estas mediciones son mostrados en la Figura 3.9. Posteriormente se procedió a realizar un ajuste por medio de una regresión lineal de los datos experimentales, obteniéndose la ecuación de ajuste dada por:

$$PTE = -0.0671V + 1.8518 \quad (13)$$

Donde, *PTE* es el potencial termoeléctrico buscado [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$], *V* es el voltaje medido en [μV].

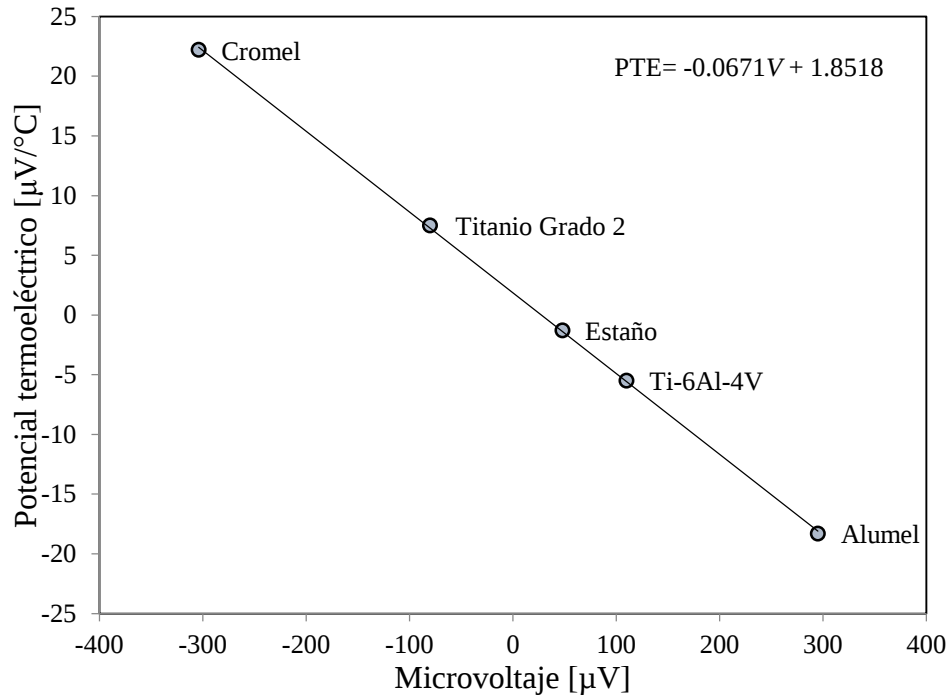


Figura 3.9 Ajuste de datos experimentales conocidos para determinar el potencial termoeléctrico

3.3 Caracterización mecánica.

3.3.1 Dureza Rockwell C

Se entiende por *dureza* a la propiedad de la capa superficial de un material de resistir la deformación elástica, plástica y destructiva en presencia de esfuerzos de contacto locales aplicados por otro cuerpo más duro, el cual no sufre deformaciones al momento de penetrar al material (indentador o penetrador) de determinada forma y dimensiones.

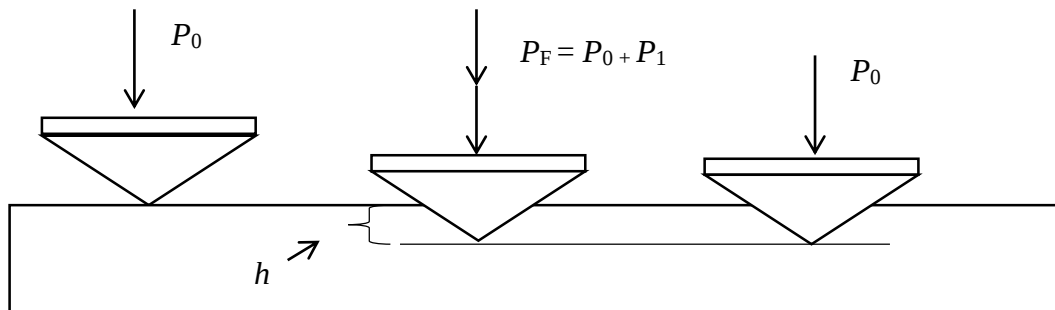


Figura 3.10 Esquema de la medición de la dureza en una máquina Rockwell

El estándar ASTM E 18-03 define la dureza Rockwell como un método de ensayo por indentación el cual, con el uso de una máquina calibrada, se fuerza un indentador cónico 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. La siguiente Figura 3.10; muestra un esquema de cómo se mide la dureza.

Como se puede observar, primero se hace incidir una carga P_0 que es aplicada durante todo el desarrollo de la medición. Acto seguido, es aplicada una fuerza P_1 que hace que nuestro indentador penetre para obtener lo siguiente $P_f = P_0 + P_1$. Como último paso, se retira la carga de P_1 para obtener una altura h la cual sucede por la recuperación elástica que sufre el material obteniendo así la dureza del material.

Se utilizó una escala C con un cono de diamante el cual aplica una carga total de 150 kgf, que es utilizada para aceros templados. La notación será de la siguiente manera: **XHRC**, donde la X será el valor medido por el instrumento.

3.3.2 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 hará bajo la norma ASTM E8M-04 con la forma que se describe en la Figura 3.

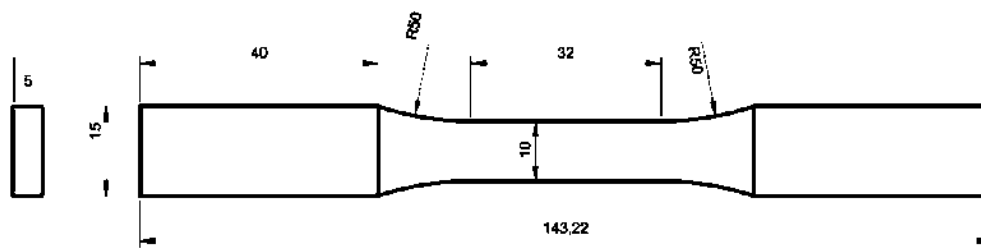


Figura 3.11 Dimensiones de la pieza según la norma ASTM E8M-04.

3.4 Caracterización microestructural

La caracterización microestructural será por medio de microscopia electrónica de barrido (MEB) y microscopia óptica a cada uno de los especímenes que sufrieron tratamiento térmico. Las muestras fueron sometidas a tratamiento de electropulido en una solución de ácido perclórico a 9 volts variando los tiempos de permanencia que fueron desde 30 segundos en el material base hasta llegar a 12 segundos de la probeta que estuvo sometida a 240 horas a daño térmico.

Para revelar la estructura, se utilizó ataque electroquímico con una solución de hidróxido de potasio con etanol, el tiempo de permanencia en la solución fue de los 10 segundos hasta los 5 segundos para material base y 240 horas respectivamente; al momento de sumergir la pieza a la solución hubo una agitación magnética a 30 revoluciones por minuto. La Figura 3.12 muestra la microestructura del material base.

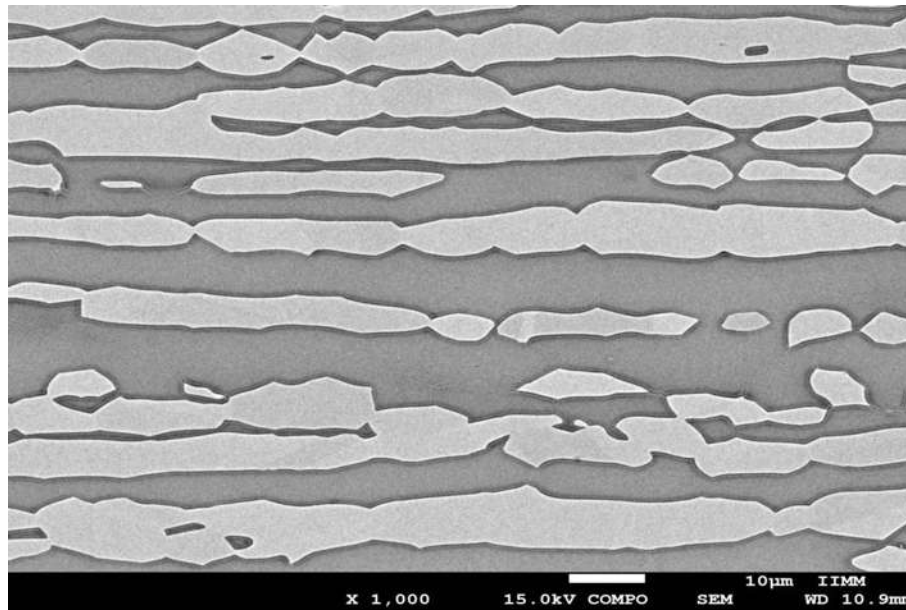


Figura 3.12 Fotomicrografía obtenida mediante MEB del metal base (sin tratamiento).

CAPITULO IV

RESULTADOS Y DISCUSION

En este apartado se discutirán y analizarán los resultados obtenidos experimentalmente mediante las diferentes técnicas que se realizaron (mediciones ultrasónicas de velocidades longitudinales, de corte y de Rayleigh), caracterización microestructural del acero bajo los diferentes tiempos de permanencia en horno y ensayos mecánicos mediante la medición de dureza y ensayo de tensión. Todo esto con la finalidad de poder analizar la fiabilidad de los ensayos no destructivos para la caracterización del fenómeno conocido como *fragilización a 475°C*.

4.1 Microscopia óptica y electrónica.

Una de las características de la *fragilización a 475 °C* es que no se manifiesta en técnicas metalográficas convencionales como puede apreciarse en la serie de micrografías de la Figura 4.1

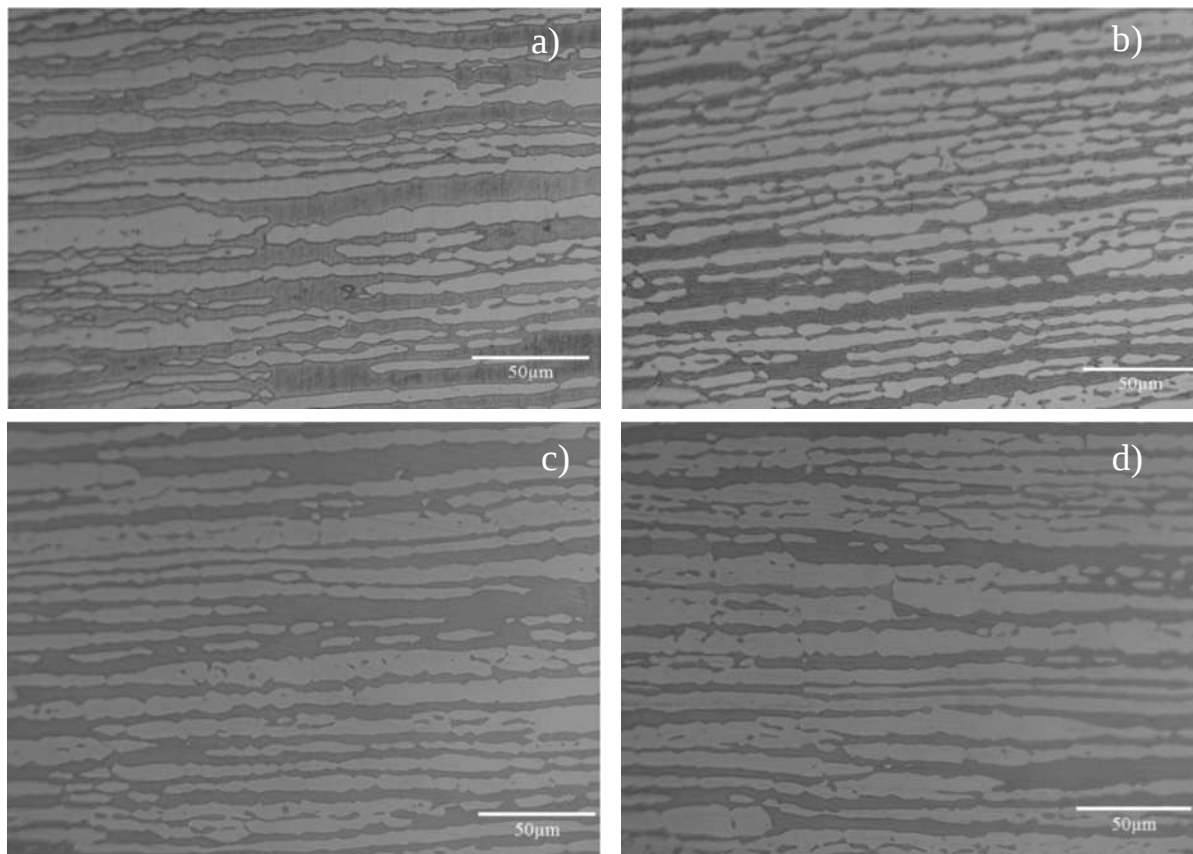


Figura 4.1 Metalografía óptica a 500X de la microestructura de un acero inoxidable súper dúplex 2507. a) metal base, fragilizado por b) 30 minutos, c) 120 h d) 240 h a 450°C respectivamente.

Como se muestra en la Figura 4.1, la microestructura dúplex cuenta con cantidades similares de granos elongados de γ (fase clara) y δ (fase oscura), corroborando lo que señalan diversos

autores [1, 2], donde se observan cantidades casi iguales de ferrita y austenita, la microestructura presentada es de granos alargados y en forma de capas intercaladas de una fase y otra. Se observa que la microestructura no cambia a lo largo del tratamiento de fragilización a baja temperatura. Aquí estriba la necesidad de un método rápido para la determinación del daño térmico.

Por otro lado tenemos imágenes de microscopio electrónico de barrido (MEB) en diferentes tipos de combinaciones. En la Figura 4.2 se puede observar la microestructura en diferentes tiempos de fragilización en nuestro material.

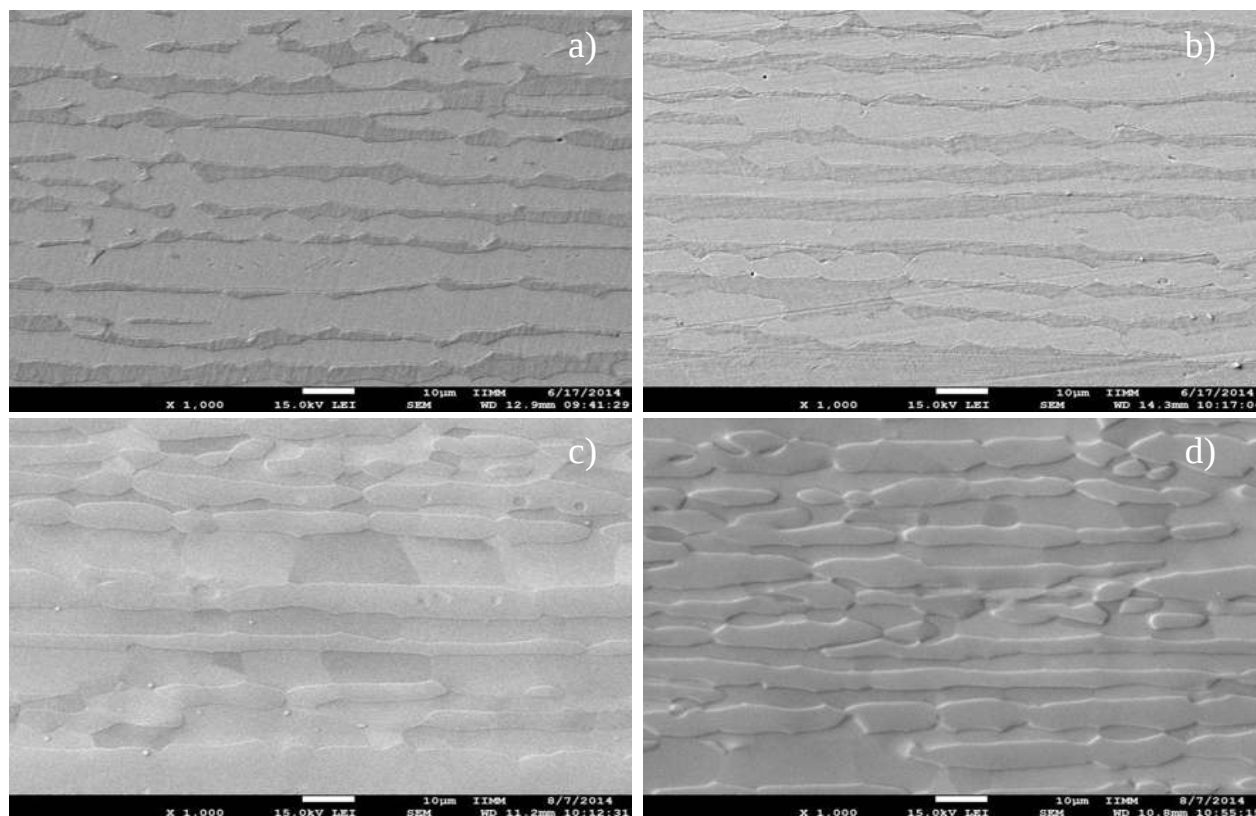


Figura 4.2 Metalografía electrónica de barrido a 1000X de la microestructura de un acero inoxidable súper dúplex 2507. a) metal base y fragilizado por b) 30 minutos, c) 120 h d) 240 h a 450°C respectivamente.

Se puede apreciar en las imágenes la evolución de la microestructura, morfológicamente se nota un ensanchamiento dentro de la austenita (γ) en los tiempos donde se indujo por mayor tiempo el fenómeno de fragilización (imagen c y d) esto es atribuible al hecho de que a mayor rango de temperatura existen formaciones de segundas fases, como lo son la fase sigma las cuales son favorecidas y formadas principalmente en los límites de grado de la austenita.

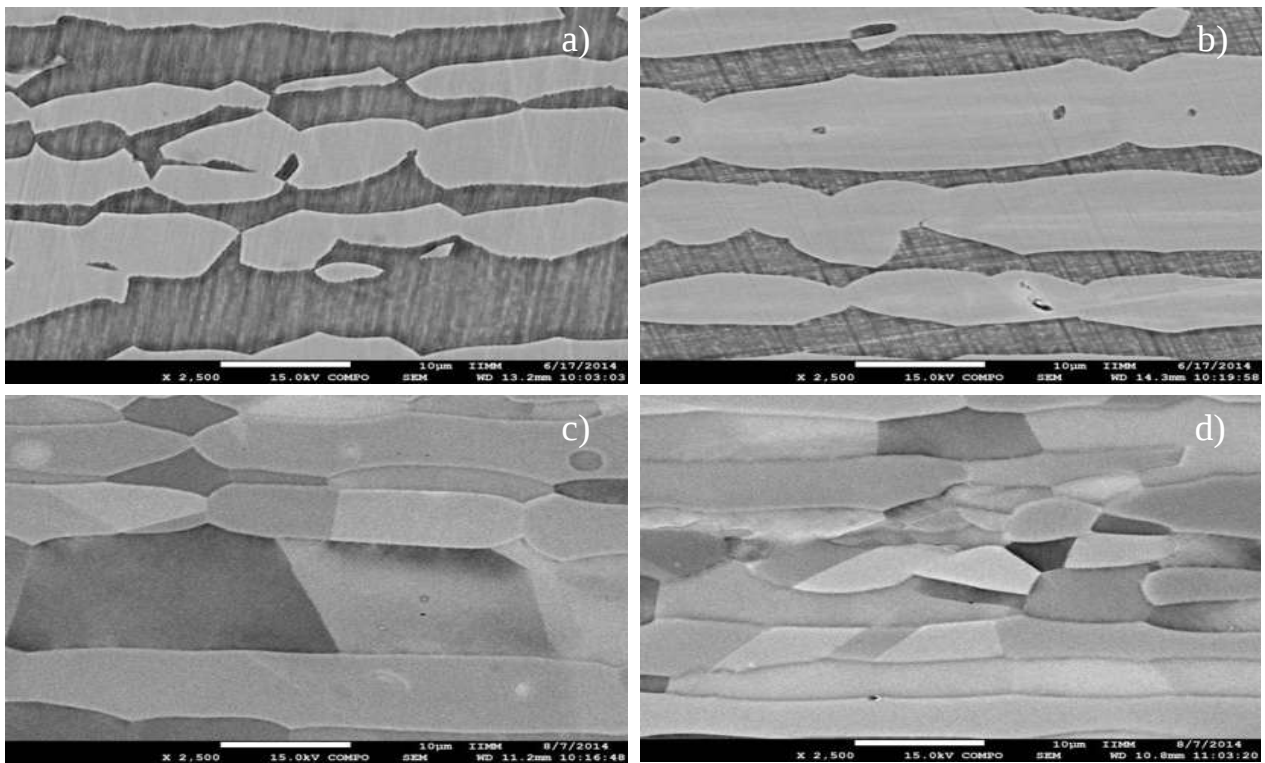


Figura 4.3 Metalografía electrónica de barrido a 1000X de la microestructura de un acero inoxidable súper dúplex 2507. a) metal base y fragilizado por b) 30 minutos, c) 120 h d) 240 h a 450°C respectivamente.

Por otro lado en imágenes obtenidas en el MEB pero analizando contraste por número atómico se denota en la Figura 4.3 a) y b) un cambio imperceptible dentro de sus fases, esto debido a los cortos tiempos de permanencia en el horno (30 minutos), sin embargo en las imágenes c) y d) existe una diferencia de contrastes muy notoria dentro de los granos del material en su microestructura, esto causado por la descomposición espínodal dentro de la ferrita para formar $\alpha \rightarrow \alpha + \alpha'$ [10], la cual propicia una segregación y aglutinamiento de diferentes componentes dentro de la aleación.

En la imagen 4.4 se observa una segregación del elemento cromo dentro de la ferrita, como es apreciable, en la imagen señalada como a), se ve que no existe un cambio dentro de la misma, esto debido a que la pieza no ha sufrido el tratamiento de fragilización, por otro lado en la imagen b) se hace evidente el cambio de contrastes dentro de la imagen, existe un incremento de las tonalidades del color rojo (elemento Cr), esto es gracias a la segregación que tiene el elemento favorecido por el tratamiento de fragilización.

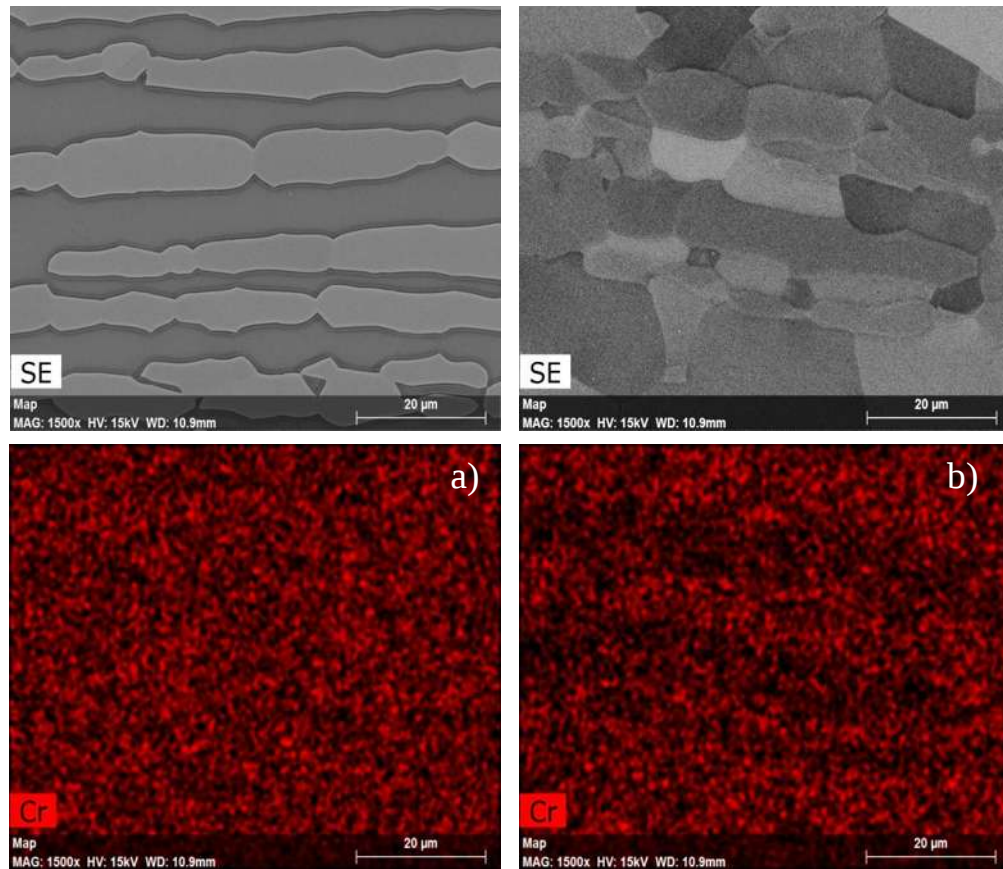


Figura 4.4 Análisis puntual de la segregación del cromo dentro de la ferrita en sus diferentes tiempos de exposición a daño térmico.

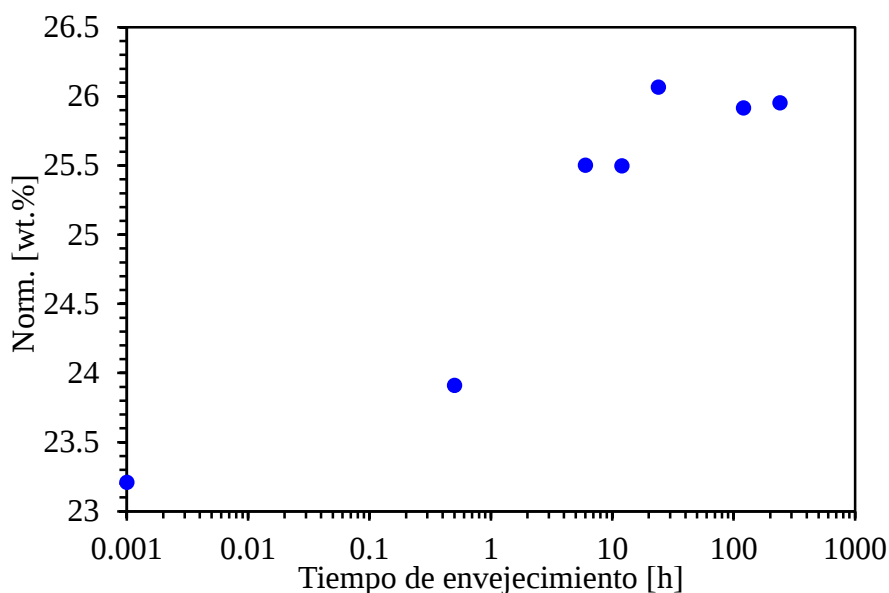


Figura 4.5 Distribución de elementos químicos de un acero inoxidable 2507 la figura a) muestra el material base y b) muestra un elemento fragilizado a 450°C.

Como se muestra en la Figura 4.5 la distribución de elementos químicos muestra un crecimiento del elemento cromo dentro de la ferrita, concordando con lo señalado por diferentes autores [10, 11, 19], esto se puede atribuir a que en los aceros inoxidables dúplex 2507 existe una gran cantidad de elemento cromo dentro de la ferrita y austenita [25]. Y una vez que se induce el tratamiento de fragilización el cual propicia la segregación del elemento cromo, se puede denotar el aumento dentro de la ferrita, el cual es la fase que cuenta con la brecha de miscibilidad, y con esto dando lugar al incremento del elemento.

4.2 Mediciones de velocidad de onda longitudinal ultrasónica

En la Figura 4.6 se observa cómo se comporta la velocidad longitudinal en relación a los diferentes tiempos de envejecido a 450°C a los que fueron sometidas las muestras, donde es evidente que en tiempos cortos de exposición existe un pequeño descenso con respecto a la velocidad del metal base. Conforme el tiempo de envejecimiento se incrementa a 6 horas, la velocidad incrementa para después en 12 y 24 horas disminuir paulatinamente y finalmente en 120 y 240 horas incrementar he ir en aumento. El cambio total en la velocidad ultrasónica longitudinal es de 1.1%.

Debido a la sensibilidad de la velocidad ultrasónica longitudinal es posible medir cambios microestructurales provocados por la precipitación de fases, lo cual afecta notablemente en las propiedades mecánicas [26]. Sin embargo a pesar de los largos tiempos de exposición para lograr el fenómeno de fragilización, la forma de granos alargados en la microestructura dúplex siguen siendo similares, por lo tanto, los cambios en la velocidad no sufren una mayor variación contrario a lo que señalan Ortiz y colaboradores [27] donde la precipitación de fase sigma por una mayor temperatura propicia que la velocidad longitudinal se modifique de manera considerable debido a los cambios microestructurales.

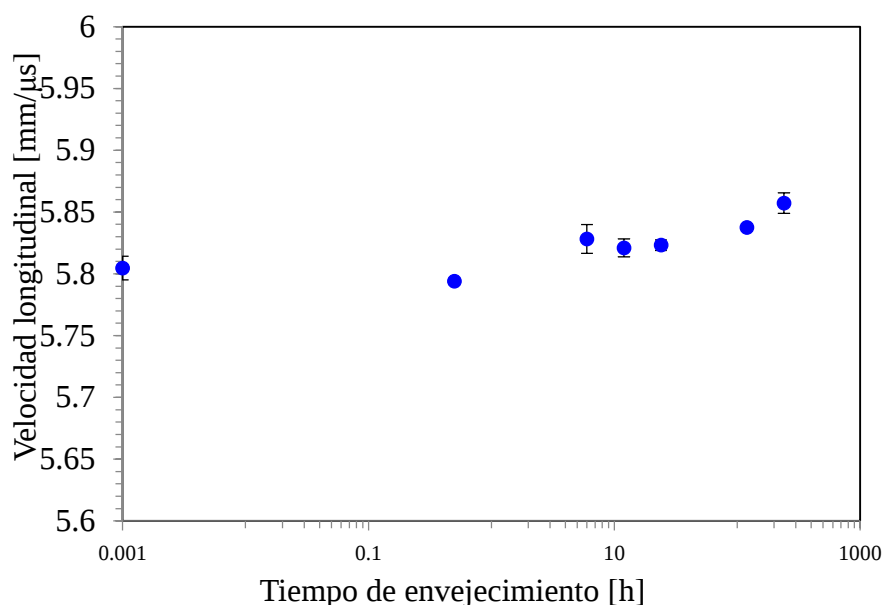


Figura 4.6 Velocidad longitudinal ultrasónica en función del tiempo de envejecimiento del acero inoxidable dúplex 2507 envejecido a 450°C.

4.3 Mediciones de velocidad de onda de corte

Durante los procesos de fabricación, el acero inoxidable dúplex se deforma plásticamente produciendo una reorientación cristalográfica con relación a la dirección del esfuerzo aplicado. Este alineamiento cristalográfico causa anisotropía en el material por consiguiente, las propiedades del material varían dependiendo en la dirección que son medidas.

Las mediciones de onda de corte son sensibles a la textura cristalográfica a través del fenómeno de birrefringencia, produciendo en el modo lento propagación de la onda en la dirección del espesor y la polarización en la dirección transversal, y el modo rápido con propagación de la onda en la dirección del espesor y polarización en dirección de laminación [28].

La Figura 4.7 muestra los resultados obtenidos en sus dos modos de propagación, se observa la que velocidad de propagación del modo rápido muestra una menor sensibilidad los cambios microestructurales su cambio total es del 0.71%, mientras que el modo de propagación lento muestra una mayor sensibilidad con un cambio total de 1.68%. En tiempos cortos menores a 30 minutos no muestra un cambio significativo. Esto se le puede atribuir a la forma de polarización de las ondas de corte y su dirección de propagación.

Ortiz y colaboradores [27] encontraron que en la precipitación de fase sigma, el modo lento no cambia significativamente con el tiempo de permanencia y que el modo rápido disminuye en velocidad con el tiempo de permanencia. Los resultados del modo lento de esta investigación muestran que la precipitación de fase sigma y la fragilización a baja temperatura producen efectos diferentes en la propagación de los modos de ondas de corte.

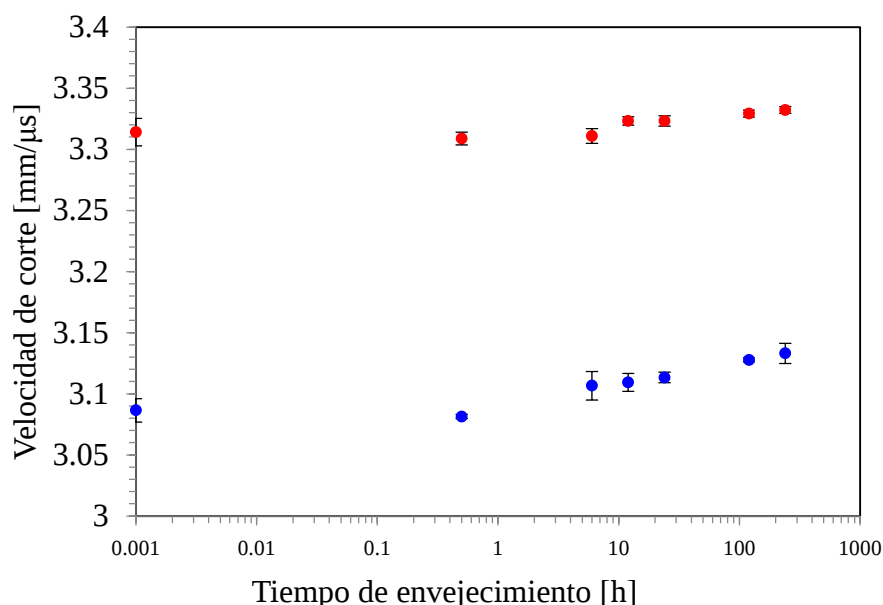


Figura 4.7 Velocidad de corte ultrasónica en función del tiempo de envejecimiento del acero inoxidable dúplex 2507 envejecido a 450°C en su modo rápido y lento.

4.4 Potencial termoeléctrico.

La Figura 4.8 muestra el cambio en el potencial termoeléctrico en función de los diferentes tiempos de exposición. Como se puede apreciar, existe un incremento del orden del 60% en los valores de potencial termoeléctrico conforme transcurre el tiempo. Estos resultados concuerdan con lo reportado por Kawaguchi y colaboradores [24] quienes en su estudio

demuestran que la medición de potencial termoeléctrico es sensible a la evolución de la ferrita dentro de la microestructura del material por lo que indican que es un método confiable para evaluar el envejecimiento térmico de fragilización a baja temperatura en fundición de acero inoxidable dúplex.

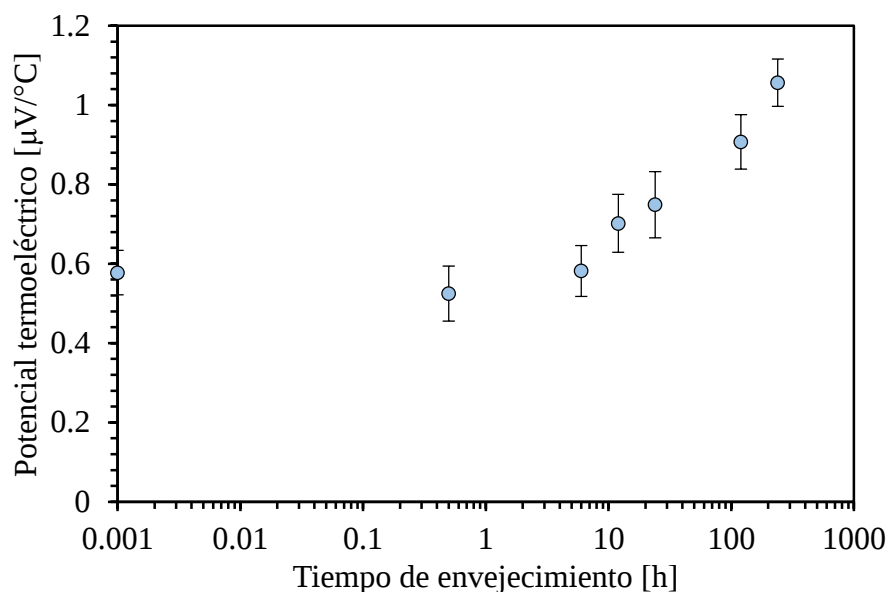


Figura 4.8 Potencial termoeléctrico.

Existen otros factores a considerar para determinar cuáles son los causantes de la variación de PTE con respecto al tratamiento de fragilización el cual sufrieron las muestras y estas son:

- Morfología microestructural.
- Tamaño de grano.
- Porcentaje de elementos en solución.
- Precipitación de segundas fases

Podemos descartar la morfología microestructural y el tamaño de los granos, debido a que como se hace notar en páginas anteriores dentro de las imágenes del microscopio óptico y de barrido se nota claramente como no existe un cambio en su microestructura ni dentro del tamaño de los granos, es decir su microestructura no se ve afectada.

Por otra parte, sabemos que no existe ninguna precipitación de segundas fases dentro de nuestro material, esto debido a la baja temperatura a la cual fueron expuestos, sin embargo sabemos la descomposición que ocurre dentro de la ferrita debido a la banda de miscibilidad que existe entre

el Fe-Cr lo cual propicia que exista un agrupamiento de elementos cromo de la ferrita a lo cual se le atribuye la variación del PTE.

La comparación de las Figuras 7.6 a 7.8 indica que después de 30 minutos todas tienden a incrementar conforme el tiempo transcurre. De interés son las técnicas no destructivas ya que estas técnicas muestran ser capaces de detectar cambios causados por la fragilización a baja temperatura. Estos cambios son pequeños pero considerablemente mayores al error de medición por lo que se puede decir que son confiables.

4.5 Velocidad de Rayleigh.

La Figura 4.9 muestra las mediciones de velocidad de ondas Rayleigh. Se puede observar que en tiempos cortos de permanencia, la velocidad comienza a incrementar para después disminuir a las 6 horas para volver a incrementar a partir de las 12 horas. El cambio total es de 0.9% Esto cambios se pueden vincular a un ordenamiento de la fase ferrita señalado por Albuquerque y colaboradores [19]. Ellos describen que en tiempos cortos de exposición a daño térmico, la ferrita muestra un crecimiento espinodal para después dar lugar a un reacomodo de la fase en tiempos largos de permanencia. Por otra parte Matsubara y colaboradores [29] llevaron a cabo estudios en aceros inoxidable a temperatura de 450°C y concluyen que las mediciones de velocidad podrían ser efectivas para dar seguimiento a la cinética del envejecimiento a esta temperatura en material.

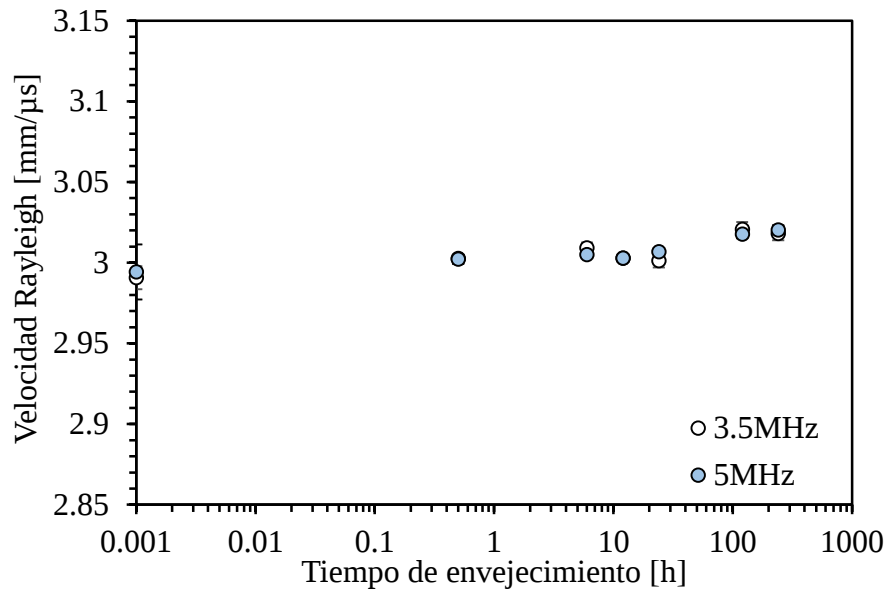


Figura 4.9 Mediciones de Velocidad de Rayleigh

En materiales en los cuales existe una transformación microestructural, causada por el mecanismo de descomposición espinodal, durante la formación de α' , la cual es una región rica en cromo y es la encargada de cambiar la rigidez de la matriz en la ferrita, y por lo tanto el aumento de la velocidad ultrasónica, se observa lo siguiente, en la primera etapa de la descomposición espinodal la fase α' formada es coherente con la matriz esto ocurre en tiempos cortos de tratamiento de fragilización y en la etapa dos esa cohesión con la matriz se pierde y la fase α' empieza a crecer, con esto la rigidez se vuelve constante y existen variaciones de velocidad, estas fluctuaciones generadas por la fase α' dan como resultado variaciones dentro del módulo elástico el cual es un parámetro importante dentro de las mediciones de velocidad ultrasónica.

4.6 Dureza Rockwell C

La Figura 4.10 muestra los perfiles de dureza en donde se puede observar el aumento en ésta a partir de los 30 min, el tiempo de exposición más corto; la dureza aumenta gradualmente a lo largo de todo el tiempo; corroborando los resultados reportado por Albuquerque y colaboradores [19]. Ellos especifican dependiendo de la temperatura existe una transformación de fase $\alpha \rightarrow \alpha + \alpha'$ que muestra comportamientos diferentes en las propiedades que miden, por ejemplo a 425°C

α' tiende a tener bajo contenido de cromo y al aumentar la temperatura hasta llegar a los 475°C el cromo irá aumentando dentro de α' . La transformación que dio lugar durante estas temperaturas fue analizada y nos da como resultado el incremento de aproximadamente 50% en la dureza. Si observamos la gráfica podemos notar que en tiempos cortos de tratamiento de fragilización (de metal base a 12 horas) existe un incremento muy notorio de la dureza de 23 a 31 Rockwell C, seguido por una etapa donde la dureza sigue aumentando pero ya no en incrementos tan marcados (34-35 Rockwell C) esto a pesar de los largos tiempos de tratamiento de fragilización (120 y 240 horas), investigaciones como las de Choo y colaboradores [30] han sugerido la existencia de dos métodos de endurecimiento, esto mismo ha sido discutido por Kratochvíl [31] donde señalan que al existir una brecha de miscibilidad, existe en tiempos cortos una descomposición espinodal la cual se manifiesta en un alto incremento de la dureza, para después pasar a una etapa de crecimiento de partículas y reorganización de fase.

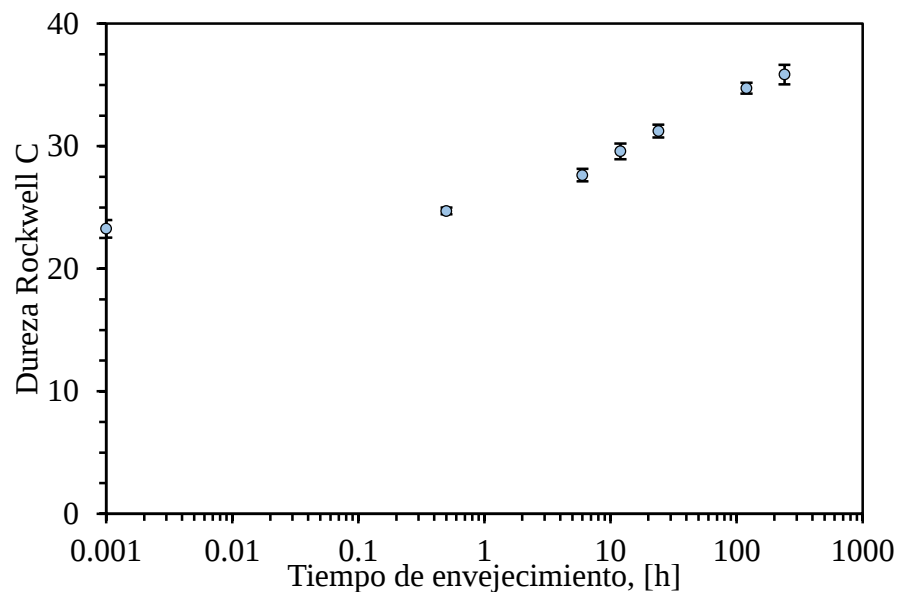


Figura 4. 10 Gráfica de dureza Rockwell C.

4.7 Ensayo de tensión.

Se realizaron ensayos de tensión en las probetas que fueron sometidas a diferentes tiempos de fragilización, esto con la finalidad de determinar las propiedades mecánicas. Se determinaron parámetros como el módulo de Young, esfuerzo de fluencia, y esfuerzo máximo. La Figura 4.11 muestra las curvas esfuerzo deformación de las probetas sin y con tratamiento de fragilización.

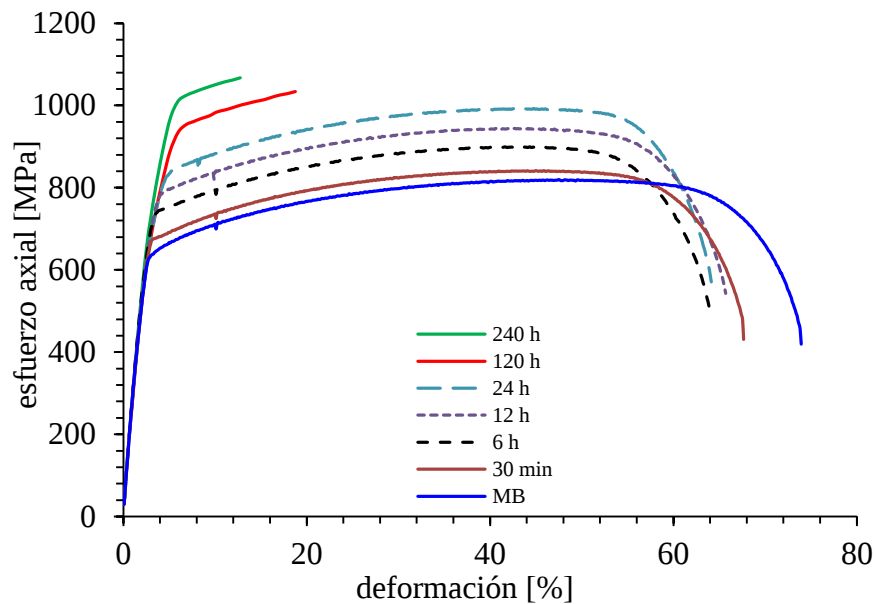


Figura 4. 11 Gráfica esfuerzo-deformación obtenida en ensayo de tensión.

Cabe mencionar que las probetas de 120 h y 240 h no fracturaron y los resultados se muestran pero no son conclusivos en lo referente al % de elongación por lo tanto no se puede inferir si el material es ha sido fragilizado.

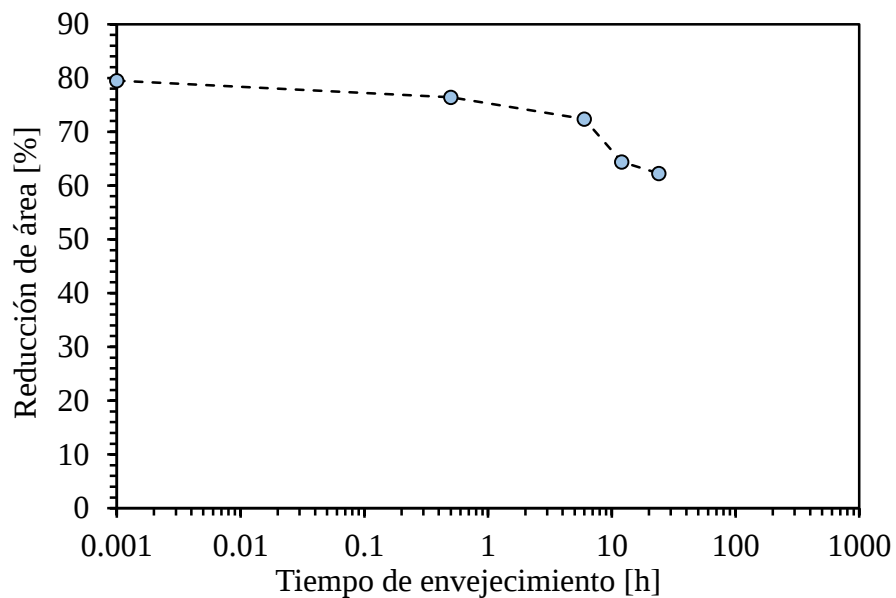


Figura 4. 12 Gráfica reducción de áreas.

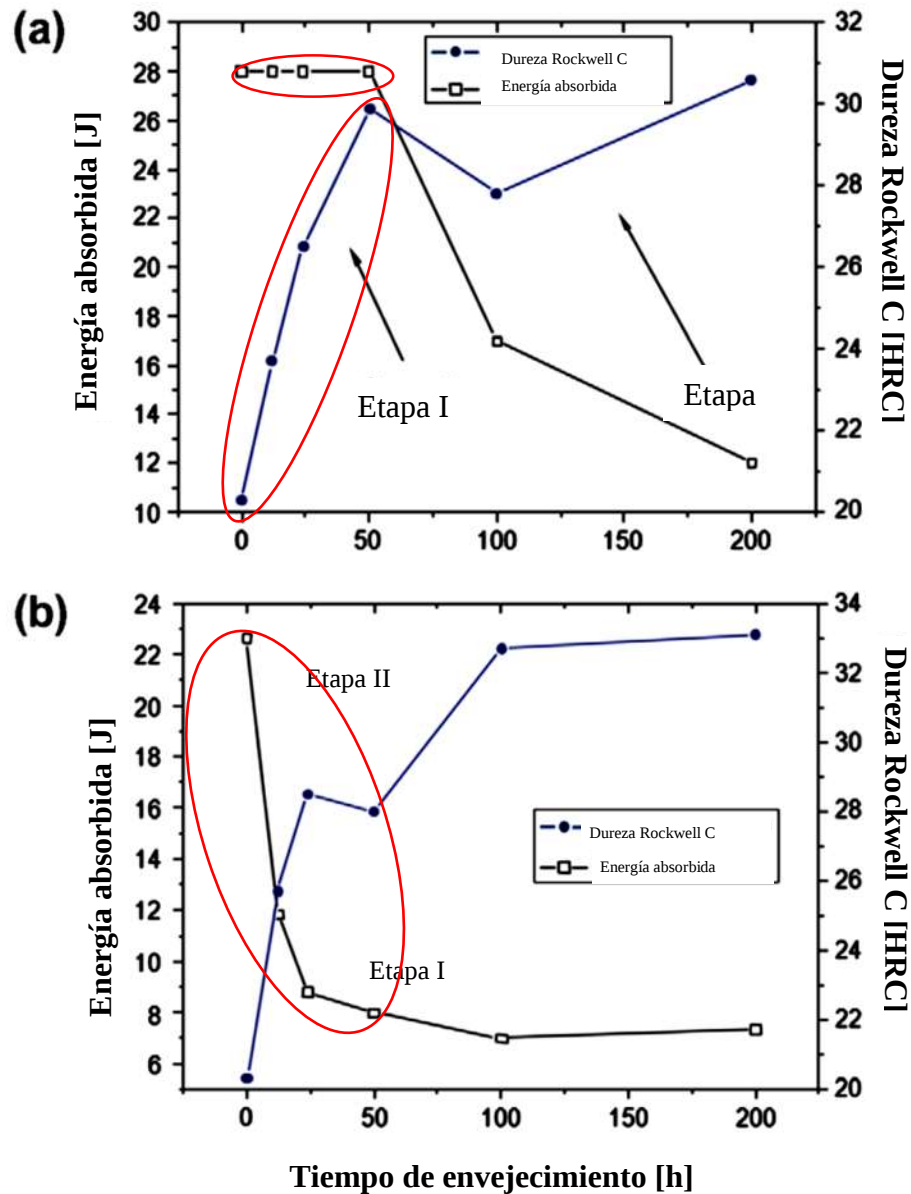


Figura 4. 13 Efecto del tiempo de fragilización en la energía absorbida de un acero inoxidable dúplex 2205 [19].

El material presenta una gran elasticidad y la reducción de área es mostrada en la Figura 4.12 no es muy grande para tiempos cortos menores a 6h. Aún en 24 h la reducción de área es de aproximadamente 67% y el material mantiene una buena elasticidad.

Esta buena ductilidad fue reportada por Albuquerque y colaboradores [19]. Como se mencionó en el capítulo II, este fenómeno de fragilización ocurre más rápidamente a una temperatura de 475° y es observado en la Figura 4.13 (a) y Figura 4.13(b) en donde la energía absorbida comienza a

disminuir después de 50 h de permanencia cuando el material es fragilizado a 425° sin embargo la dureza aumenta en tiempos cortos menores a 50h. En una temperatura de 475°C la fragilización del acero ocurre en tiempos menores de permanencia y decae rápidamente.

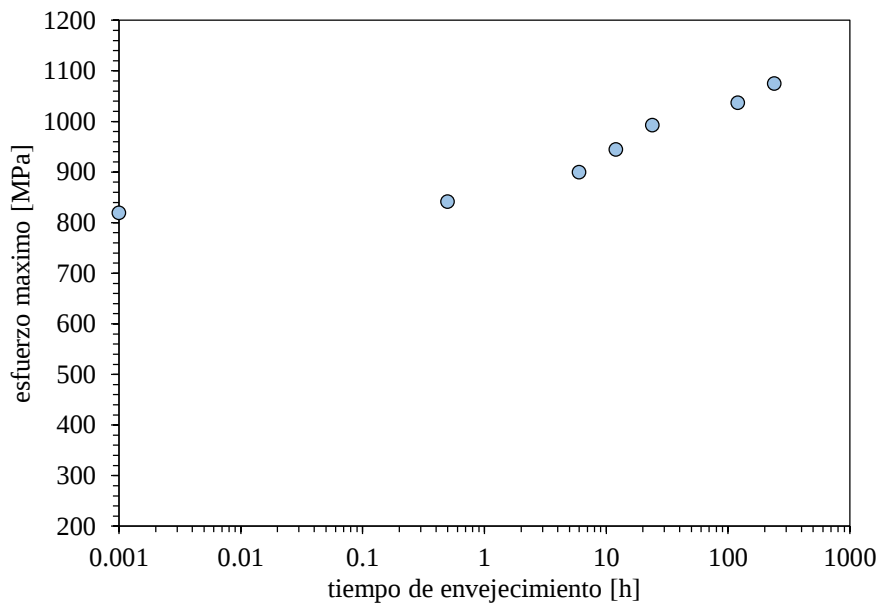


Figura 4. 14 Gráfica esfuerzo máximo en función del tiempo de envejecido de un acero 2507.

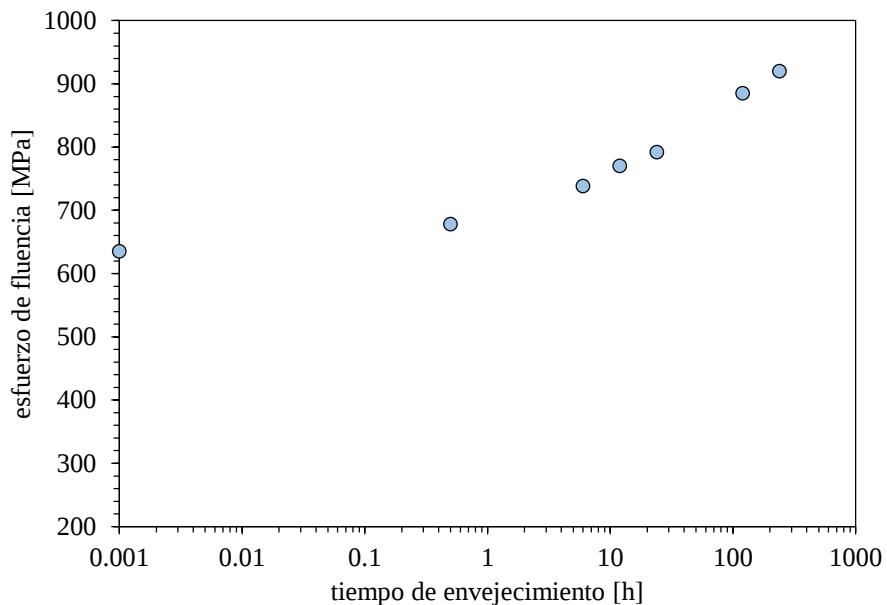


Figura 4. 15 Gráfica esfuerzo de fluencia en función del tiempo de envejecido de un acero 2507.

En nuestro caso tenemos una temperatura de 450°C y un acero con mayor de cromo y molibdeno, todo esto le da un comportamiento diferente tanto en dureza y resistencia mecánica. De acuerdo a los resultados de De Albuquerque y colaboradores y en base a los resultados de tensión; es posible que a la temperatura de 450 °C el material no haya fragilizado aún en tiempos menores a 50h

En las Figuras 4.14 y 4.15 las cuales hacen referencia a esfuerzo máximo y esfuerzo de fluencia respectivamente, ponemos observar el comportamiento en aumento desde tiempos cortos de exposición a permanencia en horno, también se puede notar que los mayores aumentos dentro de las figuras ocurren en tiempos cortos de exposición, y en tiempos largos a pesar de mostrar aumento estos se mantienen en un rango pequeño, esto es comparable con los resultados de dureza Rockwell C y potencial termoeléctrico en el mismo comportamiento donde se le atribuye a la forma en el cual el material es afectado por el fenómeno de fragilización.

Así mismo se puede hacer mención al comportamiento en aumento que está presente dentro de las figuras, mismo comportamiento que presentan los ensayos no destructivos como velocidad longitudinal, de corte, y velocidad de Rayleigh, al ir incrementando de la misma manera podemos decir que los cambios detectados por las diferentes velocidades medidas, son comparables con los resultados obtenidos dentro de la prueba de tensión.

La Tabla 4.1, se muestran las propiedades mecánicas para diferentes probetas. Como es apreciable, las muestras que fueron sometidas a daño térmico muestran un incremento gradual de aproximadamente 25% dentro de sus propiedades mecánicas, esto debido al fenómeno descrito en capítulos anteriores denominado *fragilización a 475°C*.

La Tabla 741 muestra un concentrado de los resultados de esfuerzo de fluencia y esfuerzo máximo.

Tabla 4.1 Propiedades mecánicas de un acero inoxidable dúplex 2507.

Probeta	Módulo de Young [GPa]	σ_f [MPa]	σ_{max} [MPa]
MB	170	635	820
0.5 h	188	678	841
6 h	184	738	900
12 h	192	745	944
24 h	182	790	992
120 h	175	885	1037
240 h	183	920	1075

4.8 Análisis microestructural de la fractura.

La Figura 4.16 y 4.17 muestra una secuencia de las micrografías realizadas sobre la región de las fracturas con y sin daño térmico la primera muestra un análisis realizado sobre la orilla de la fractura y posteriormente se muestra el centro de la fractura.

Como se puede ver dentro de la serie de imágenes mostradas, en todos los casos se ve la presencia de micro-huecos, es decir el mecanismo de fractura que sufren las piezas es dúctil, esto debido a que en el fenómeno de fragilización no existe la precipitación de segundas fases, las cuales promoverían la existencia de otro mecanismo de fractura, con esto podemos concluir que al hacer fractografías a piezas que presentan el fenómeno de fragilización inducido, difícilmente podríamos señalar que este está presente dentro del material.

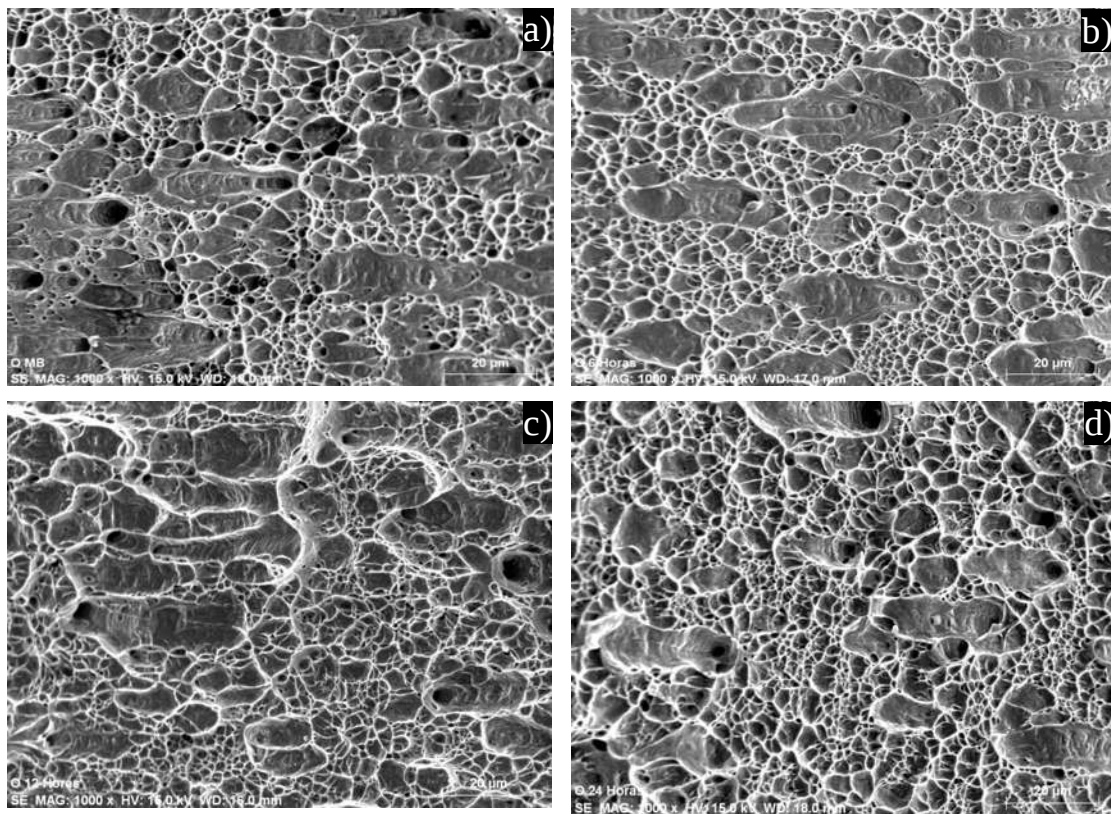


Figura 4.16 Micrografía de la fractura de la parte de la orilla donde: a) material base, fragilizado por b) 6 horas, c) 12 horas y d) 24 horas.

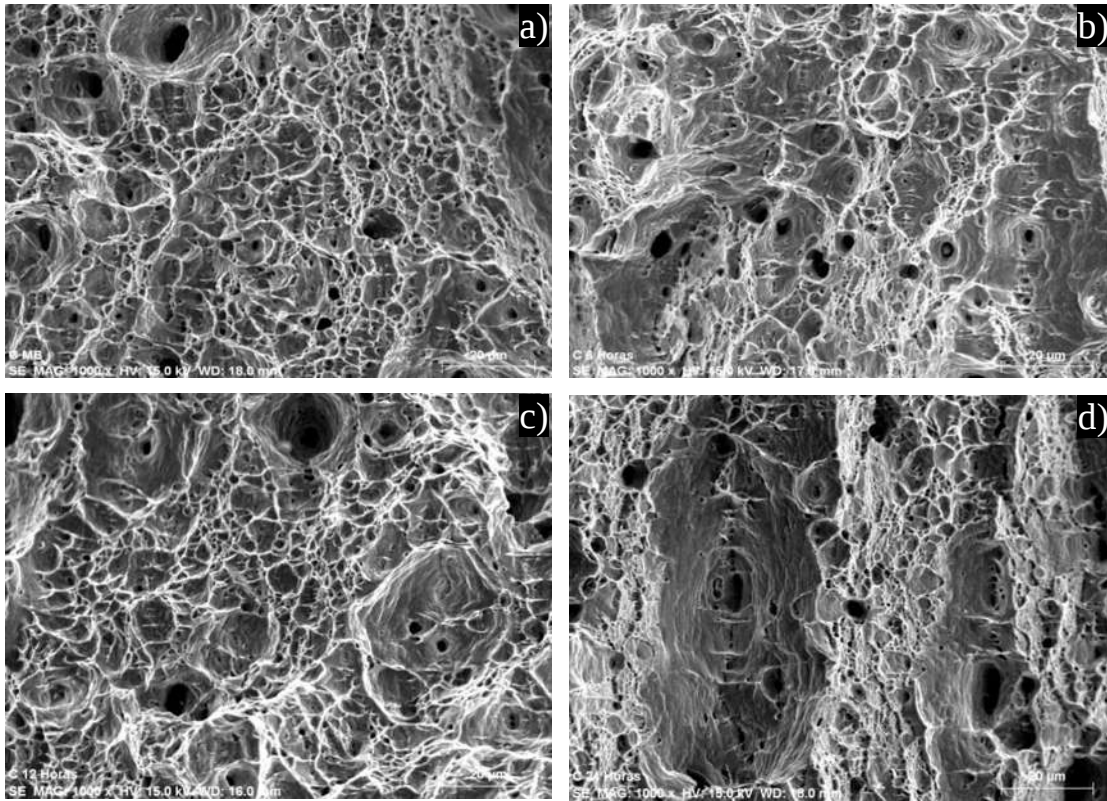


Figura 4.17 Micrografia de la fractura de la parte del centro donde: a) material base, fragilizado por b) 6 horas, c) 12 horas y d) 24 horas.

CAPITULO V

CONCLUSIONES

5.1 Conclusiones

Se lograron cambios de las propiedades al someter las muestras a una temperatura de 450°C y diferentes tiempos de exposición.

Se diseñó y utilizó un dispositivo de sujeción y posicionamiento preciso de los transductores ultrasónicos con el cual se pudo medir la velocidad ultrasónica Rayleigh en forma precisa.

Al obtener micrografías de microscopía óptica observó que no existe cambio en la morfología de los granos de la estructura dúplex del material en los diferentes tiempos del proceso de fragilización, sin embargo con el uso de microscopía de barrido se observaron cambios microestructurales en ambas fases.

Se observó que la velocidad ultrasónica longitudinal cambia, en función del tiempo de exposición mostrando un aumento total en la velocidad de 1.1% con respecto al material base.

Mediciones de velocidad de corte, indican que el material presenta una birrefringencia producto del proceso de fabricación. La velocidad de ambos modos de propagación aumenta conforme el tiempo de permanencia aumenta siendo más sensible la velocidad de corte lenta con un cambio total de 1.7%.

La velocidad de Rayleigh, muestra su potencial para analizar cambios microestructurales de manera eficaz ya que también muestra un cambio total de 0.9%.

El potencial termoeléctrico cambia de manera proporcional con los diferentes tiempos de exposición y es sensible a cambios dentro de las fases del material lo cual lo hace un excelente método para realizar mediciones de *fragilización a 475°C*.

Los incrementos dentro de la dureza también son sensibles a los tiempos de exposición y esta se comporta de manera muy similar a los obtenidos en las mediciones de PTE, y las diferentes velocidades ultrasónicas.

5.2 Trabajo Futuro

Desarrollar dispositivos ultrasónicos de no contacto para medir la velocidad de ondas ultrasónicas.

Analizar mediante ultrasonido no-lineal el comportamiento del fenómeno de fragilización, esto con la finalidad de saber si esta técnica es más sensible a los efectos de la fragilización.

Bibliografia

1. NOMANI J, PRAMANIK A, HILDITCH T, LITTLEFAIR G. *Machinability study of first generation duplex (2205), second generation duplex (2507) and austenite stainless steel during drilling process.* **Wear.** 304(1-2), 20-28, 2013.
2. DOBRANSZKY J, SZABO P J, BERECZ T, HROTKO V, PORTKO M. *Energy-dispersive spectroscopy and electron backscatter diffraction analysis of isothermally aged SAF 2507 type superduplex stainless steel.* **Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy.** 59(10–11), 1781-1788, 2004.
3. SAHU J K, KRUPP U, GHOSH R N, CHRIST H J. *Effect of 475°C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel.* **Materials Science and Engineering: A.** 508(1–2), 1-14, 2009.
4. SOLOMON H D, LEVINSON L M. *Mössbauer effect study of '475°C embrittlement' of duplex and ferritic stainless steels.* **Acta Metallurgica.** 26(3), 429-442, 1978.
5. JOHANSSON J, ODÉN M. *Load sharing between austenite and ferrite in a duplex stainless steel during cyclic loading.* **Metallurgical and Materials Transactions A.** 31(6), 1557-1570, 2000.
6. DEVILLERS-GUERVILLE L, BESSON J, PINEAU A. *Notch fracture toughness of a cast duplex stainless steel: modelling of experimental scatter and size effect.* **Nuclear Engineering and Design.** 168(1–3), 211-225, 1997.
7. WENG K L, 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.
8. MILLER M K, HYDE J M, HETHERINGTON M G, CEREZO A, SMITH G D W, ELLIOTT C M. *Spinodal decomposition in Fe-Cr alloys: Experimental study at the atomic level and comparison with computer models—I. Introduction and methodology.* **Acta Metallurgica et Materialia.** 43(9), 3385-3401, 1995.
9. BADJI R, 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.
10. ARMAS A F, HEREÑÚ S, ALVAREZ-ARMAS I, DEGALLAIX S, CONDÓ A, LOVEY F. *The influence of temperature on the cyclic behavior of aged and unaged super duplex stainless steels.* **Materials Science and Engineering: A.** 491(1-2), 434-439, 2008.
11. HÄTTESTRAND M, LARSSON P, CHAI G, NILSSON J-O, ODQVIST J. *Study of decomposition of ferrite in a duplex stainless steel cold worked and aged at 450–500°C.* **Materials Science and Engineering: A.** 499(1-2), 489-492, 2009.
12. G. REIDRICH F L. **Archiv für das Eisenhüttenwesen = Steel research.** 15, 1941.
13. WILLIAMS R O. *Further studies of the iron-chromium system.* **TMS-AIME.** 212, 6, 1958.
14. CAHN J W. *On spinodal decomposition.* **Acta Metallurgica.** 9(9), 795-801, 1961.
15. HILLIARD J E. *Phase Transformations.* **American Society for Metals.** 1970.
16. TERADA M, HUPALO M F, COSTA I, PADILHA A F. *Effect of alpha prime due to 475 °C aging on fracture behavior and corrosion resistance of DIN 1.4575 and MA 956 high performance ferritic stainless steels.* **Journal of Materials Science.** 43(2), 425-433, 2007.
17. D. CHANDRA, SCHWARTZ. L H. *Mossbauer Effect Study of the 475C decomposition of Fe-Cr.*
18. R. M. FISHER E J D, AND K, G. CARROLL. **AIME.** 197, 690, 1953.
19. DE ALBUQUERQUE V H C, 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.
20. RUIZ A. *Surface Acoustic Wave Velocity Measurements on Surface-Treated Metals by Laser-Ultrasonic Spectroscopy.* 2004.
21. KRAUTKRÄMER J, KRAUTKRÄMER H. *Ultrasonic testing of materials.* ed. New york, NY. 1977.

22. PAPADAKIS E P. 5 - *Ultrasonic Velocity and Attenuation: Measurement Methods with Scientific and Industrial Applications*. En; Physical Acoustics. Academic Press. ed. WARREN P M, R.N T. 277-374. 1976.
23. GARCIA CUETO A R. *Ultrasonido industrial* ed.
24. KAWAGUCHI Y, YAMANAKA S. *Mechanism of the change in thermoelectric power of cast duplex stainless steel due to thermal aging*. **Journal of Alloys and Compounds**. 336(1-2), 301-314, 2002.
25. NILSSON J O. *Super duplex stainless steels*. **Materials Science and Technology**. 8(8), 685-700, 1992.
26. HE Y-L, ZHU N-Q, LU X-G, LI L. *Experimental and computational study on microstructural evolution in 2205 duplex stainless steel during high temperature aging*. **Materials Science and Engineering: A**. 528(2), 721-729, 2010.
27. RUIZ A, 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.
28. RUIZ A, 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.
29. MATSUBARA S. *EVALUATION OF THERMAL AGING OF DUPLEX STAINLESS STEEL BY MEANS OF SOUND VELOCITY MEASUREMENT IN THE FINE REGION USING PHASE INTERFERENCE TECHNIQUE*. **Nondestructive Inspection Co., Ltd.**, 1999.
30. CHOO W K, 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.
31. KRATOCHVÍL P, MENCL J, PEŠIČKA J, KOMNIK S N. *The structure and low temperature strength of the age hardened Cu-Ni-Sn alloys*. **Acta Metallurgica**. 32(9), 1493-1497, 1984.