



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRIA EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

Uso de ensayos no destructivos para el estudio del envejecimiento de una unión soldada de una tubería de acero microaleado

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

Presenta

ING. HOMERO ISIDRO GARCÍA

Director de Tesis

PhD. HÉCTOR GUILLERMO CARREÓN GARCIDUEÑAS

Morelia Michoacán; Febrero 2016

Agradecimientos

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), por la beca 557830 otorgada para la realización de estos estudios.

Al Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la UMSNH, por permitirme pertenecer al programa de Maestría en Metalurgia y Ciencia de los Materiales.

Al doctor Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas, Asesor de este trabajo de investigación, por su confianza y apoyo brindados.

A los doctores integrantes de mi mesa de sinodales, Dr. Ignacio Mejía G., Dr. Alberto Ruiz M., Dr. Jorge A. Verduzco M., Dr. Gerardo Barrera Cardiel, Dr. Víctor Hugo López Morelos, y Dr. José Lemus Ruiz por sus valiosos comentarios sobre este trabajo.

Al personal del IIMM de la UMSNH.

A mis compañeros y amigos del IIMM por sus consejos y apoyo, en especial a Braulio Carapia y German Pérez.

A mis padres, Fila y Aida, y mis hermanos Mariela, Iván, Alan, Prisci, y Abi por su apoyo durante toda mi formación académica.

Dedicatorias

A mi familia, gracias por el apoyo y el ejemplo.

Índice General

Índice de tablas	vii
Índice de figuras	vii
Nomenclatura.....	xii
Resumen.	xiii
Abstract.....	xiv
 Capítulo I. Introducción.....	 xv
1.1 Tratamiento térmico de envejecimiento.....	xv
1.2 Ultrasonido de arreglo de fases.	xvi
1.3 Técnica de potencial termoelectrónico.....	xvi
Justificación.	xvii
Objetivo general.	xviii
Objetivos particulares.	xviii
Hipótesis.	xix
 Capítulo II. Revisión y discusión del estado del arte.	 1
2.1 La microestructura de los aceros	1
2.1.1 Elementos microaleantes	1
2.1.2 La precipitación de carbonitruros	4
2.1.3 Análisis de precipitación del acero C-Nb (X-60) y (C-Nb-V) X-65.	5
2.1.3.1 Microscopía electrónica de transmisión del Acero C-Nb.....	6
2.1.3.2 Microscopía electrónica de transmisión del Acero C-Nb-V	6
2.1.4 Efecto de otros elementos de aleación.....	8
2.1.5 El ciclo térmico de la soldadura.....	10
2.1.5.1 Tamaño de grano austenítico	13
2.1.5.2 Adición de elementos microaleantes para el control del tamaño de grano en la soldadura	13
2.2 Tratamiento térmico de envejecimiento	13
2.2.1 Bake hardening	14
2.2.2 Envejecimiento a 200 °C en aleaciones Fe-Mn-C y Fe-C.	15
2.2.3 Envejecimiento de uniones soldadas de una tubería API 5L X-52.....	17

2.2.3.1	Análisis microestructurales de la unión soldada envejecida a 250°C	17
2.2.3.2	Precipitación	19
2.2.3.3	Engrosamiento	20
2.2.3.4	Cementita intergranular	21
2.2.4	Dureza Vickers en las diferentes zonas de la soldadura	22
2.3	Parámetro Hollomon-Jaffe	23
2.3.1	Ecuación Hollomon-Jaffe	24
2.4	Ensayos no destructivos	25
2.4.1	Arreglo de fases	25
2.4.1.1	Principio del arreglo de fases	26
2.4.1.2	Distribución de presión acústica	26
2.4.1.2.1	El principio de Huygens	27
2.4.1.3	Principio de la Eliminación Física de la Onda.	27
2.4.1.4	Enfoque del haz.....	30
2.4.1.5	Representaciones de Arreglo de Fases.....	32
2.4.1.5.1	Representación tipo A (A-Scan).....	34
2.4.1.5.2	Representación tipo sectorial (S-Scan).	34
2.4.1.5.3	Combinación de formato de presentación.	37
2.4.1.6	Interacción del haz ultrasónico con la microestructura del material.....	37
2.4.1.7	Relaciones entre las velocidades de propagación del sonido y las propiedades mecánicas del material.	38
2.4.1.8	Velocidad ultrasónica y la anisotropía del material en el arreglo de fases.....	39
2.4.1.9	Ley de Snell y cálculo de los ángulos críticos de incidencia	40
2.4.1.10	Inspección por medio de arreglo de fases	41
2.4.1.11	Resolución de las imágenes de arreglo de fases	42
2.4.1.12	Arreglos lineales.	43
2.4.1.13	Zapatatas.	45
2.4.1.14	Detección de discontinuidades con haz angular	45
2.4.1.15	Condición de la superficie del material.....	46
2.4.1.16	Inspecciones en probetas con radio.....	46
2.4.1.17	Factores que tomar en cuenta para la inspección.....	48
2.4.2	Principio del efecto termoeléctrico.	48
2.4.2.1	Fenómenos que componen al PTE.....	49

2.4.2.2	Difusión de portadores de carga	50
2.4.2.3	El PTE absoluto de materiales.	50
2.4.2.4	El PTE y la microestructura del material.	51
2.4.2.5	PTE y la evaluación de los cambios microestructurales.	52
2.4.2.6	Efecto de los defectos cristalinos sobre el PTE.	55
2.4.2.7	Relación del PTE y la dureza durante el envejecimiento.	57
2.4.2.8	Técnica de potencial termoelectrico.	61
Capítulo III. Metodología experimental.		64
3.1	Obtención de las probetas	64
3.2	Envejecimiento artificial a 300°C.	64
3.2.1	Cálculo del Parámetro de Hollomon-Jaffe.	65
3.3	Caracterización.....	66
3.4	Dureza Vickers (HV)	66
3.5	Potencial termoelectrico.....	66
3.6	Arreglo de fases.....	67
3.6.1	Cálculo de los ángulos críticos	68
3.6.1.1	Cálculo del primer ángulo crítico.....	68
3.6.1.2	Cálculo del segundo ángulo crítico.....	69
3.6.2	Cálculo de las distancias de la primera y segunda pierna.....	71
3.6.2.1	Cálculo de las distancias de la primera y segunda pierna para el acero X-60	71
3.6.2.2	Cálculo de las distancias de la primera y segunda pierna para el acero X-65	72
3.6.3	Umbral de detección	72
3.6.4	Cálculo del campo cercano	74
3.7	Microscopía óptica (MO).....	77
3.8	Microscopía electrónica de barrido	77
Capítulo IV. Análisis y discusión de resultados.		78
4.1	Dureza	78
4.2	Potencial termoelectrico.....	79
4.2.1	Calibración para la punta de cobre.	80
4.2.2	Calibración para punta de oro.....	80
4.2.3	Potencial termoelectrico del material API 5L X-60	81

4.2.4	Potencial termoeléctrico del material API 5L X-65	82
4.3	Inspecciones sobre las soldaduras	83
4.4	Microscopía óptica	93
4.5	Microscopía electrónica de barrido	95
Capítulo V. Conclusiones		102
Sugerencias para trabajo futuro		103
Contribución de este trabajo de investigación		103
Bibliografía		104

Índice de tablas

Capítulo II Revisión y discusión del estado del arte

Tabla II. 1 Composición de la placa en % peso [11].....	5
--	---

Capítulo III Metodología experimental

Tabla III. 1 Constante de relación de aspecto [43].	75
--	----

Tabla III. 2 Características de los palpadores de acuerdo al fabricante	75
--	----

Índice de figuras

Capítulo II Revisión y discusión del estado del arte

Figura 2.1 Rangos de temperatura estimados en el cual los carburos y nitruros de los microaleantes se forman en el enfriamiento y calentamiento de los aceros HSLA [14].	3
---	---

Figura 2.2 Imágenes del MET del acero C-Nb muestran partículas ricas en Nb: a) en condición de laminado y b) recocidas a 550 °C por 30 min [11].....	6
---	---

Figura 2.3 Imágenes típicas del MET del acero C-Nb-V a la mitad de la placa: a) en condición de laminación, b) recocidas a 400 °C por 30 min [11].....	7
---	---

Figura 2.4 Imágenes típicas del MET del acero C-Nb-V cerca de la superficie: a) en condición de laminación, b) recocido a 550 °C por 30 min [11].	8
--	---

Figura 2.5 Imágenes típicas del MET y el análisis de composición EDS de partículas a) CuS, b) ricas en NbTiVCu, c) ricas en NbV y d) ricas en NbTiV del acero C-Nb-V [11].	9
---	---

Figura 2.6 Representación esquemática de las diferentes etapas del bake hardening [32].	15
--	----

Figura 2.7 Imágenes obtenidas por MET de la soldadura envejecida a 500 h con espectros EDS: Mayor cantidad de nanopartículas de 10 a 20 nm conteniendo Fe-C precipitadas en las dislocaciones [2].	18
---	----

Figura 2.8 Imágenes obtenidas por MET de la ZAT envejecida a 500 h con espectros EDS: Mayor cantidad de nanopartículas conteniendo Nb-C de 10 a 25 nm localizadas en las dislocaciones [2].	18
--	----

Figura 2.9 Imágenes obtenidas por MET del metal base envejecido a 500 h con espectros EDS: Mayor cantidad de nanopartículas conteniendo Nb-C de 5 a 20 nm localizadas en las dislocaciones [2].	18
--	----

Figura 2.10 Variación de la densidad de nanopartículas promedio con el tiempo de la unión soldada envejecida a 250°C [2].	19
--	----

Figura 2.11 Variación del tamaño de partícula promedio con el tiempo de la unión soldada envejecida a 250°C [2].	21
Figura 2.12 Variación de la cementita intergranular promedio con el tiempo de la unión soldada envejecida a 250°C [2].	22
Figura 2.13 Variación de la dureza Vickers promedio con el tiempo de la unión soldada envejecida a 250°C [2].	23
Figura 2.14 Campo de sonido de arreglo de fases lineal dirigido [7].	26
Figura 2.15 Dos Puntos Patrón de Interferencia de Origen [43].	28
Figura 2.16 Arreglo de fases para diagnóstico de uso médico [43].	28
Figura 2.17 Efectos de fase: combinación y cancelación a) ondas en fase, b) condición intermedia, c) ondas fuera de fase [43].	29
Figura 2.18 Diagramas esquemáticos del haz ultrasónico a) direccionado; b) direccionado y enfocado por el sistema de arreglo de fases [44].	31
Figura 2.19 Vistas ultrasónicas (B-scan, C-scan, y D-scan). El eje morado indica el eje ultrasónico, el eje azul indica el eje de desplazamiento del palpador, y el eje verde representa el eje de escaneo electrónico [45].	33
Figura 2.20 Representación A-scan: señal RF (izquierda); rectificada (derecha) [45].	34
Figura 2.21 Ejemplo de S-scan.	35
Figura 2.22 Apertura de barrido de -30° a +30° S-scan [43].	36
Figura 2.23 S-scan en un rango de grados de 30 a 70 [43].	36
Figura 2.24 Formato de Imagen Múltiple [43].	37
Figura 2.25 Ley de Snell.	41
Figura 2.26 Escaneo sectorial (S-scan) de arreglo de fases: (a) imagen de rayos (A-scan) y (b) imagen procesada (S-scan) [54].	42
Figura 2.27 Definición de apertura efectiva.	44
Figura 2.28 Apertura activa y pasiva.	44
Figura 2.29 Definición de rango de barrido para inspección de contacto directo (onda longitudinal) y con zapata (onda longitudinal/transversal) [45].	45
Figura 2.30 Examinación ultrasónica de una soldadura axial en una tubería [45].	47
Figura 2.31 Principio de la medición de PTE: dos juntas se mantienen a dos temperaturas diferentes T y T+ΔT dentro de un circuito B/A/B. El potencial termoeléctrico (PTE), o coeficiente Seebeck, es la relación de la diferencia de potencial generada ΔV sobre el gradiente de temperatura ΔT [56].	49

Figura 2.32 Diferentes contribuciones que afectan al PTE [61].	52
Figura 2.33 Diagrama que muestra las modificaciones del PTE inducidos por un tratamiento térmico o por una deformación plástica en una muestra. También están representadas las escalas absolutas y relativas PTE.	54
Figura 2.34 Evolución del PTE y la dureza Vickers durante un envejecido isotérmico realizado a 500 °C. la evolución sigmoïdal del PTE puede atribuirse a la precipitación del cobre [66].	57
Figura 2.35 Valores de PTE y microdureza de la aleación de aluminio 2024, tratamiento de solución a 480 °C y envejecida, a) envejecimiento a 190 °C, y b) envejecimiento a 170 °C [69].	59
Figura 2.36 Mediciones del coeficiente de PTE a través de las soldaduras para acero HSLA [70].	60
Figura 2.37 Comparación entre el coeficiente de PTE y la dureza a través de la soldadura de un acero HSLA [70].	60
Figura 2.38 Diagrama esquemático del equipo de punta caliente.	62
Figura 2.39 Gradiente térmico en equipo de PTE de punta caliente [9].	62

Capítulo III Metodología experimental

Figura 3.1 Procedimiento experimental	64
Figura 3.2 Microdurómetro para dureza Vickers.	66
Figura 3.3 Equipo para medición de PTE.	67
Figura 3.4 Equipo para inspección ultrasónica con Arreglo de Fases.	68
Figura 3.5 Representación del primer ángulo crítico.	69
Figura 3.6 Representación del segundo ángulo crítico.	71
Figura 3.7 Representación de las distancias de inspección.	71
Figura 3.8 Representación del espesor del material API 5L X60 y el ángulo central de incidencia del haz ultrasónico.	72
Figura 3.9 Representación del espesor del material API 5L X-65 y el ángulo central de incidencia del haz ultrasónico.	72

Capítulo IV. Análisis y discusión de resultados

Figura 4.1 Variación de la dureza Vickers promedio con el tiempo de la unión soldada envejecida a 300°C para, a) API 5L X-60 y b) API 5L X-65.	78
---	----

Figura 4.2 Gráfico de calibración para la punta de cobre.....	80
Figura 4.3 Gráfico de calibración para la punta de oro [9].	80
Figura 4.4 Potencial termoeléctrico del material API 5L X-60. a) Valores absolutos de PTE con la punta de oro. b) Valores absolutos de PTE con la punta de cobre.	81
Figura 4.5 Potencial termoeléctrico del material API 5L X-65. a) Valores absolutos de PTE con la punta de oro. b) Valores absolutos de PTE con la punta de cobre.	82
Figura 4.6 Representación gráfica de la interacción del haz con el material de prueba; a) palpador a una pierna, b) palpador a dos piernas.	83
Figura 4.7 1) Presentación con una frecuencia de 5 MHz, 2) Presentación con una frecuencia de 10 MHz, con las siguientes zonas para las dos presentaciones, a) es la presentación A-scan, b) es el campo cercano, c) Interacción palpador-zapata-material.	84
Figura 4.8 a) Interacción del palpador-zapata a 5 MHz, Ganancia 30 dB, Rango 51.97 mm, Puerta 24.65 mm, Ancho 4.32 mm, PALPADOR A DOS PIERNAS, b) Interacción del palpador-zapata a 10 MHz, Ganancia 36 dB, Rango 37.26 mm, Puerta 13.98 mm, Ancho 2.92 mm, PALPADOR A DOS PIERNAS.	84
Figura 4.9 Material X 60, Frecuencia 5 MHz, Ganancia 30 dB, Velocidad 5900 m/s, Espesor 14.80 mm, Rango 26.28 mm, Puerta 24.65 mm, Ancho 4.32 mm, PALPADOR A UNA PIERNA. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h y g) 30 h.	85
Figura 4.10 Material X 60, Frecuencia 10 MHz, Ganancia 30 DB, Velocidad 5900 m/s, Espesor 14.30 mm, Rango 26.04 mm, Puerta 24.61 mm, Ancho 3.96 mm, PALPADOR A UNA PIERNA. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h y g) 30 h.	86
Figura 4.11 Material X 60, Frecuencia 5 MHz, Ganancia 30 dB, Velocidad 5900 m/s, Espesor 14.80 mm, Rango 51.97 mm, Puerta 24.65 mm, Ancho 4.32 mm, PALPADOR A DOS PIERNAS. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h y g) 30 h.	87
Figura 4.12 Material X 60, Frecuencia 10 MHz, Ganancia 30 dB, Velocidad 5900 m/s, Espesor 14.30 mm, Rango 51.58 mm, Puerta 24.61 mm, Ancho 4.76 mm, PALPADOR A DOS PIERNAS. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h y g) 30 h.	88
Figura 4.13 Material X65, Frecuencia 5 MHz, Ganancia 30 dB, Velocidad 6100 m/s, Espesor 9.80 mm, Rango 16.45 mm, Puerta 13.52 mm, Ancho 4.26 mm, PALPADOR A UNA PIERNA. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.	89
Figura 4.14 Material X65, Frecuencia 10 MHz, Ganancia 36 dB, Velocidad 6100 m/s, Espesor 9.80 mm, Rango 26.92 mm, Puerta 25.45 mm, Ancho 4.93 mm, PALPADOR A UNA PIERNA. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.	90
Figura 4.15 Material X65, Frecuencia 5 MHz, Ganancia 30 dB, Velocidad 6100 m/s, Espesor 9.70 mm, Rango 35.60 mm, Puerta 13.72 mm, Ancho 2.92 mm, PALPADOR A DOS PIERNAS. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.	91

Figura 4.16 Material X65, Frecuencia 10 MHz, Ganancia 36 dB, Velocidad 6100 m/s, Espesor 9.70 mm, Rango 37.26 mm, Puerta 13.98 mm, Ancho 2.92 mm, PALPADOR A DOS PIERNAS. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.	92
Figura 4.17 Diferentes zonas de la soldadura de ambos materiales 1) API 5L X-60, y 2) API 5L X-65. a) Material base (MB), b) zona afectada térmicamente (ZAT), c) Cordón (MA).....	94
Figura 4.18 Microestructuras de la soldadura del acero X-60 a) material base, b) ZAT, y c) Cordón.	94
Figura 4.19 Microestructuras de la soldadura del acero X-65 a) material base, b) ZAT, y c) Cordón.	95
Figura 4.20 Microestructuras del acero X-60 del material base; a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, y g) 30 h.....	96
Figura 4.21 Microestructuras del acero X-60 de la ZAT; a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, y g) 30 h.....	97
Figura 4.22 Microestructuras del acero X-60 del cordón; a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, y g) 30 h.....	98
Figura 4.23 Microestructuras del acero X-65 del material base; a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.	99
Figura 4.24 Microestructuras del acero X-65 de la ZAT; a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.	100
Figura 4.25 Microestructuras del acero X-65 del cordón; a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.	101

Nomenclatura

HSLA: (*High-strength low-alloy*) Acero de alta resistencia baja aleacion

API: (*American Petroleum Institute*) Instituto Americano del petróleo

SAW: (*Submerged arc welding*) Soldadura por arco sumergido

TMCP: (*Thermo Mechanical Control Process*) proceso termomecánico controlado

MO: Microscopía óptica

MEB: Microscopía electrónica de barrido

MET: microscopía electrónica de transmisión

END: Ensayos no destructivos

PTE: Potencial termoeléctrico

dB: decibeles

ΔT : Cambio de temperatura

ΔV : Diferencia de voltaje

γ : Austenita

α : Ferrita

ZAT: Zona afectada térmicamente

A_{c1} : Temperatura a la cual comienza a formarse austenita durante el calentamiento

A_{c3} : Temperatura a la cual se completa la transformación de ferrita en austenita durante el calentamiento

HV: dureza Vickers

C: Carbón

N: Nitrógeno

Nb: Niobio

Ti: Titanio

V: Vanadio

Al: Aluminio

Cu: Cobre

Si: Silicio

Mn: Manganese

P: Fosforo

S: Azufre

Cr: Cromo

Fe: Hierro

Ca: Calcio

Resumen.

El objetivo de este trabajo es estudiar la evolución microestructural de la unión soldada de las tuberías API X-60 y API X-65 por medio de ensayos no destructivos de arreglo de fases y potencial termoeléctrico, como herramienta en el estudio de la microestructura y la medición de dureza del material.

El cambio de las propiedades mecánicas del material es consecuencia del envejecimiento natural de la tubería en servicio. El envejecimiento natural de la tubería se simuló aplicando un envejecimiento artificial a la tubería a una temperatura de 300 °C con muestras a diferentes tiempos de permanecía.

Las muestras de la soldadura de la tubería se inspeccionaron con la técnica de arreglo de fases; primeramente se calibró el equipo para su uso específico, luego, con dos frecuencias de diferentes palpadores (arreglo de transductores ultrasónicos) de 5 MHz y 10 MHz, se inspeccionaron en forma angular con la ayuda de una zapata; y los resultados se presentaron en una combinación de imágenes de escaneo sectorial, S-scan, y A-scan.

Las muestras de la soldadura de la tubería se caracterizaron por medio del microscopio óptico y del microscopio electrónico de barrido con el fin de conocer las fases presentes en el material, y la evolución de la microestructura en función del tiempo de envejecimiento. Se midió el potencial termoeléctrico y la dureza a las muestras de la soldadura de la tubería en las diferentes zonas para conocer cómo cambian con respecto al tiempo de envejecimiento.

Con los resultados de dureza se corroboró el tiempo de envejecimiento de ambos materiales, los resultados del escaneo con arreglo de fases nos muestran que si existe interacción entre el material y el haz, pero no es posible determinar el tiempo de envejecimiento en el material, y de los resultados de potencial termoeléctrico, se determinó que la técnica es sensible a las diferentes zonas de la soldadura, y que también existe una tendencia en función del tiempo de envejecimiento en cada zona de la soldadura.

Palabras clave: *Acero microaleado, tratamiento térmico de envejecimiento, ensayos no destructivos, técnica de arreglo de fases, potencial termoeléctrico.*

Abstract

The main objective of this research work is to study the microstructural evolution of the API X-60 y API X-65 pipeline steel welded joints by nondestructive means such as phased array ultrasonic and thermoelectric power (TEP) measurements supported by hardness and microstructural data.

During the natural aging process of a steel pipeline on service microstructural features and mechanical properties can be modified. In our case, the natural aging process was accelerated by applying an artificial aging heat treatment at 300C at different aging times.

A typical inspection using the EPOCH 1000i utilizes its phased array technology for its primary benefit: increased probability of detection. The instrument used in this investigation also allows detecting inhomogeneities or defects more easily and confidently across multiple angles in a single sectorial scan (S-scan) view. In our experimental research, it was used a 5 MHz and a 10 MHz phased array transducer with 16 elements in a linear type array. An understanding of the weld microstructure is essential to interpret the results of the phased array ultrasonic tests and TEP data.

This research work has demonstrated the interaction feasibility of ultrasonic phased array technique and thermoelectric power measurements for non-destructive evaluation and the microstructural changes in pipeline steel welded joints.

Capítulo I. Introducción.

La tubería API 5L está fabricada de acero microaleado con Nb, Ti y V, para controlar el refinamiento de grano y endurecimiento por precipitación durante el laminado, enfriamiento y enrollado de la placa de acero; obtenido mediante el proceso de laminado controlado termomecánicamente (TMCP) [1]. Esta tubería presenta una unión soldada con dos pasos de soldadura longitudinal formada por el material de aporte (cordón), zona afectada térmicamente (ZAT) y metal base, obtenida mediante el proceso de soldadura por arco sumergido (SAW) [2].

Como la mayoría de las aleaciones, la tubería API 5L está propensa a sufrir el fenómeno del envejecimiento natural, atribuido a las condiciones de servicio con las presiones variables de trabajo, rango de temperatura entre 25 a 70°C y periodos de tiempo prolongado, que inducen cambios en la microestructura y propiedades mecánicas originales tales como la resistencia a la cedencia, ductilidad y tenacidad favoreciendo la probabilidad de falla después de varios años de servicio [2].

En los aceros al carbono se reportó que el envejecimiento natural se puede acelerar con la temperatura, resultando un envejecimiento artificial inducido por el tratamiento térmico en el rango desde 100 a 350°C [2].

En México, la tubería de acero API 5L se utiliza ampliamente en la industria petrolera para el transporte de los hidrocarburos. Aproximadamente una red de 50,000 km de ductos terrestres y 2,000 km de ductos marinos se han instalado para el transporte de los hidrocarburos líquidos y gaseosos tales como: gas natural, gasolina, diésel, varios productos refinados y petróleo crudo el cual es el fluido con el mayor volumen transportado en esta industria [2].

1.1 Tratamiento térmico de envejecimiento.

Los tratamientos térmicos de solubilizado y envejecimiento artificial producen la precipitación de una segunda fase estable en una matriz en estado sólido [3]. La mayoría de las partículas precipitadas usualmente asumen formas características como placas, agujas o cubos, las cuales están influenciadas por varios factores: la energía superficial favorece la forma esférica, la energía de deformación promueve la forma de placa [2].

1.2 Ultrasonido de arreglo de fases.

La mayoría de la población está familiarizada con las aplicaciones médicas de imagen ultrasónica en las que se usan las ondas de sonido de alta frecuencia para crear cuadros de corte-sección de detalle de órganos interiores. Pero no se limitan las aplicaciones de tecnología de arreglo de fases ultrasónica al diagnóstico médico. En los años recientes, el sistema de arreglo de fases ha estado aumentando en el uso industrial, proporcionando nuevos niveles de información y visualización en pruebas ultrasónicas comunes que incluyen la inspección de la soldadura, la comprobación de la unión, espesor y detección de fallas en servicio. Los instrumentos comerciales ultrasónicos contaban enteramente con un simple elemento transductor que usa un cristal piezoeléctrico para generar y recibir las ondas de sonido, los equipos contaban con transductores separados de transmisión y recepción, y los sistemas de emisión-transmisión usan un par de elementos transductores en tándem. Estos métodos todavía son utilizados por la mayoría de los instrumentos de ultrasonido comerciales actuales diseñados para la detección de defectos a nivel industrial y la medición de espesores, sin embargo, los instrumentos que utilizan arreglos de fase son cada vez más importantes en el campo de ensayos no destructivos por ultrasonido [4]. Las aplicaciones industriales, por otro lado, presentan un reto mucho mayor, debido a que las propiedades acústicas de los metales, compuestos, cerámicas, plásticos y fibra de vidrio, son muy variadas, así como la enorme variedad de espesores y geometrías encontradas en todo el ámbito industrial [5-8].

1.3 Técnica de potencial termoeléctrico.

Las técnicas termoeléctricas convencionales son únicamente sensibles a variaciones intrínsecas del material, pero son básicamente insensibles a efectos geométricos externos como lo son, la forma, tamaño, y calidad de la superficie de la probeta a ser inspeccionada, esencialmente todas las técnicas termoeléctricas están basadas en el conocido efecto Seebeck. Solo los termopares hechos con materiales de diferentes potenciales termoeléctricos generarán una señal termoeléctrica, esta característica única hace un simple medidor termoeléctrico, uno de los más sensibles caracterizadores de materiales usados en las técnicas no destructivas [9].

Justificación.

El incremento de la demanda de gas natural como energía limpia ha permitido la producción en masa de aceros de alta resistencia y baja aleación (HSLA) en años recientes. Estos aceros son usados en la construcción de largas distancias de redes de tubería de alta presión para el transporte de gas [10].

Los aceros API combinan resistencia y tenacidad, ya que vienen del proceso de laminado controlado termomecánicamente (TMCR), ya que estas propiedades son vitales para la estructura de la tubería, las cuales son vulnerables al colapso plástico y a la propagación de grietas dúctiles [10].

Dentro de las tecnologías de ensayos no destructivos está el ultrasonido de arreglo de fases y la técnica de PTE, las cuales se pueden aplicar prácticamente en cualquier material para la inspección, además de que estas técnicas se pueden aplicar en campo.

Estas tecnologías se usan para caracterizar la evolución del material en la unión soldada, sin destruirlo, correlacionando la evolución que tiene la dureza como consecuencia del envejecimiento con las propiedades intrínsecas medibles con las técnicas no destructivas, por lo cual el resultado sería un ahorro en el costo de la inspección en la tubería.

Objetivo general.

El objetivo de este trabajo es simular el envejecimiento natural que le sucede a las uniones soldadas de las tuberías API 5L X-60 y API 5L X-65 cuando están en servicio, correlacionando la dureza y los ensayos no destructivos como la técnica de ultrasonido de arreglo de fases y de potencial termoeléctrico para evaluar a la tubería en servicio.

Objetivos particulares.

Simular el envejecimiento natural de las tuberías API 5L X-60 y API 5L X-65 cuando están en servicio con un tratamiento térmico de envejecimiento artificial a una temperatura de 300 °C.

Calibrar el equipo de arreglo de fases, con las condiciones óptimas para la interacción con el material a inspeccionar.

Caracterizar la unión soldada por medio de ultrasonido de arreglo de fases, presentando los resultados en el modo S-scan y A-scan, con el fin de relacionarlos con la evolución de la dureza de ambos materiales durante el envejecimiento.

Comprobar el envejecimiento de los materiales, midiendo la dureza en las diferentes zonas de las soldaduras durante el tratamiento térmico de envejecimiento.

Reportar el cambio del potencial termoeléctrico en las diferentes zonas de las soldaduras durante el tratamiento térmico de envejecimiento.

Relacionar la evolución microestructural por medio del microscopio óptico (MO), y del microscopio electrónico de barrido (MEB) de las diferentes zonas de las soldaduras con la dureza durante el tratamiento térmico envejecimiento.

Hipótesis.

Por medio de técnicas no destructivas como la técnica de ultrasonido de arreglo de fases que permite inspeccionar el volumen de un material, y con la técnica de potencial termoeléctrico que es una técnica sub-superficial se correlacionará la evolución de las propiedades mecánicas que ocurren durante el envejecimiento con las mediciones realizadas con estas técnicas.

Capítulo II. Revisión y discusión del estado del arte.

2.1 La microestructura de los aceros

La microestructura de los aceros a menudo consiste en varias fases. En aceros al carbono la fase predominante es la ferrita (α) con perlita siendo la segunda fase común. Aparte de estas fases en los aceros al carbono con aleantes, nitruros, carburos, carbonitruros y compuestos intermetálicos de los elementos de aleación pueden estar presentes. Estas fases también pueden influenciar en la resistencia [11]. La microestructura del metal base del acero HSLA consiste en granos finos de ferrita equiaxial en el rango de 4-6 μm [12].

2.1.1 Elementos microaleantes

La microadición M disuelta en la austenita (γ) se une a cierta temperatura T con el metaloide X dentro de la fase intersticial MX con una red cubica del tipo NaCl. Las partículas de las fases MX causan el endurecimiento por precipitación del acero aparte de restringir la movilidad de los límites de grano. Las fases MX de varias adiciones metálicas tienen diferente estabilidad térmica y efectos diferentes sobre las propiedades del acero. El rango de la temperatura de precipitación de las fases MX depende de la concentración de C y N en el acero y el tipo de microadiciones introducidas [13].

La adición de elementos fuertes formadores de carburos tales como el V, Nb y Ti a los aceros que contienen cantidades de C y N en solución permiten la formación de la precipitación de carbonitruros en la aleación, Fig. 2.1 [14]. La cantidad de estos elementos agregados es uno o dos órdenes de magnitud más bajo que un elemento de aleación en el sentido convencional. Los aceros microaleados se han convertido en importantes debido a su soldabilidad, y su alta resistencia y su relativo bajo costo [15].

El Ti puede formar óxidos, sulfuros, carburos y nitruros. La estructura cristalina de sus carburos y nitruros es cúbica centrada en las caras, fcc [16]. El Ti tiene gran afinidad con el N permitiendo la formación de precipitados de TiN a temperaturas muy altas y bajo ciertas condiciones en la fase líquida [17].

El V es el elemento de microaleación que presenta mayor solubilidad a las temperaturas de tratamiento termomecánico. Precipita en forma de carburos, nitruros o carbonitruros. Estos carbonitruros son de tamaños relativamente pequeños y coherentes con la matriz, y además juegan un papel endurecedor de la matriz por precipitación a temperaturas más bajas de lo que lo hacen el resto de microaleantes [16].

El V contribuye a fortalecer el material debido a la formación de finas partículas precipitadas (5 a 100 nm de diámetro) de carbonitruros de V en la ferrita durante el enfriamiento después del laminado. Estos precipitados de V, los cuales no son tan estables como los precipitados de Nb, están en solución a todas las temperaturas de laminación normales y por lo tanto son muy dependientes de la velocidad de enfriamiento para su formación. Los precipitados de Nb, sin embargo, son estables a alta temperatura, lo cual es benéfico para mejorar el grano fino de ferrita [18].

El V tiene una mayor solubilidad en austenita que el Nb y es más probable que se mantenga en solución antes de la transformación. El V provoca un aumento en la temperatura de inicio de transformación en ferrita. La temperatura de transformación alta promueve la formación de ferrita poligonal. El V también actúa para retrasar la formación de bainita y perlita. El efecto del V sobre la transformación de austenita en ferrita es probable termodinámicamente en la naturaleza [19].

La adición del Nb al acero se considera que tiene tres efectos principales: a) como un inhibidor del engrosamiento del grano de la austenita, b) supresor de la recrystalización de la austenita antes de la transformación de ferrita a austenita ($\alpha \rightarrow \gamma$) a través del esfuerzo inducido por la precipitación del NbC y c) endurecimiento por precipitación como producto de la transformación del NbC a baja temperatura [20] [21]. Un aumento en el contenido de Nb permite un incremento en la resistencia del acero, y en particular, el aumento de la precipitación aumenta el límite elástico. Cuando el fortalecimiento aumenta se atribuye al mecanismo Ashby-Orowan [21].

El Nb en solución sólida antes de la deformación puede permitir un marcado retardo en la recrystalización de la austenita, especialmente en el rango de bajas temperaturas del área austenítica. Este efecto del Nb se pierde, sin embargo, si el Nb precipita como Nb(C, N) antes de la deformación [22].

El Nb es capaz de formar carbonitruros que endurecen por precipitación al acero. A temperaturas de laminación, el Nb en solución sólida precipita parcialmente en la austenita en forma de carburos, nitruros o carbonitruros [16]. Cuando el Nb actúa como un retardo substancial de la recrystalización de la austenita, se puede observar el esfuerzo de deformación inducido por la precipitación de Nb(C, N). Los datos sugieren que el efecto de retardo del Nb en la recrystalización de la austenita se debe al arrastre de soluto o el mecanismo de anclaje de los precipitados, pero evidencia inequívoca para uno u otro es todavía carente [22].

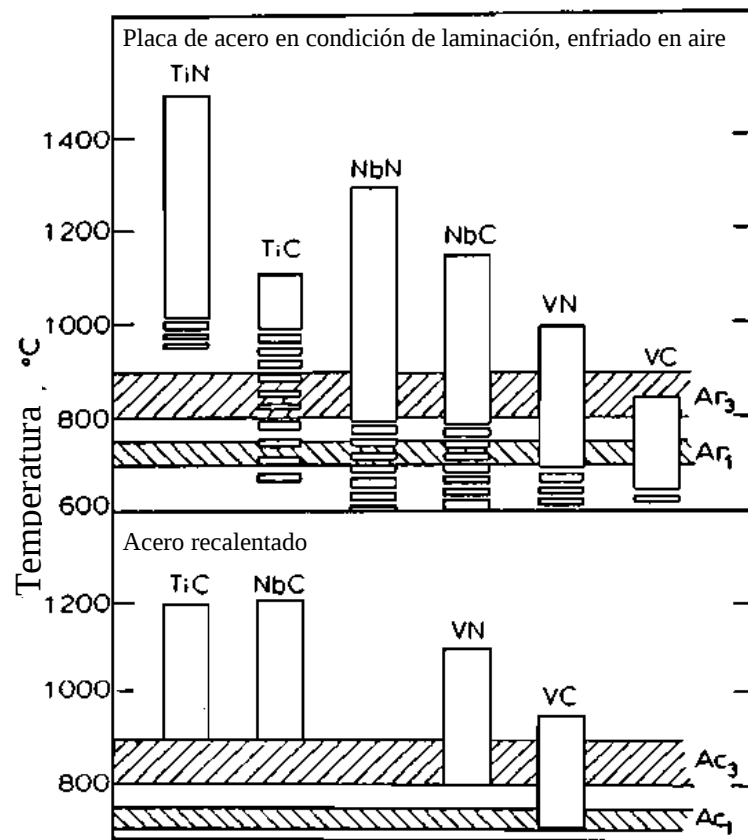


Figura 2.1 Rangos de temperatura estimados en el cual los carburos y nitruros de los microaleantes se forman en el enfriamiento y calentamiento de los aceros HSLA [14].

Dependiendo del tratamiento termomecánico, la precipitación de estos carbonitruros puede ser controlado en algún grado, dentro de los límites, basado sobre las diferentes solubilidades de los carburos o nitruros de especies particulares. Por lo tanto es posible en algunos casos para los carbonitruros precipitar en el líquido homogéneo, en austenita, durante la transformación de austenita a ferrita o en la ferrita sobresaturada [14].

Los carburos y nitruros de los metales de transición poseen una solubilidad mutua con una amplia variación, dependiendo no solo de morfología, sino también de las similitudes químicas y propiedades físicas y el tamaño del radio atómico. Los carburos tipo NaCl de Ti, Nb y V forman soluciones solidas continuas[23].

2.1.2 La precipitación de carbonitruros

El rol del precipitado del microaleante depende de la temperatura a la cual se forma en relación a la temperatura de transformación de este acero. En la práctica, la velocidad a la cual un acero se enfría determinara la temperatura actual a la cual los precipitados y la transformación ocurren. A una alta velocidad de enfriamiento más baja es la temperatura a la cual los precipitados se forman. La velocidad de enfriamiento de hecho, determina si un precipitado se forma en la austenita o en la ferrita. La densidad de dislocaciones de un acero con 0.15 % de carbono disminuye con la disminución de las velocidades de enfriamiento [24].

La precipitación también puede acompañar a la transformación de austenita a ferrita, debido a que la ferrita tiene una solubilidad mucho más baja que la austenita. En este proceso, conocido como precipitación de interfase, los precipitados nuclean a lo largo de los límites semi-coherentes de la ferrita que crecen por el mecanismo *ledge*. Las partículas nuclean y comienzan a crecer en terrazas o escalones (*ledges*) en la cara inmóvil de la frontera de grano que posteriormente migran lateralmente, dejando una banda de precipitados para crecer en la ferrita supersaturada. Repitiendo la nucleación de precipitados en una nueva interfase resulta en la formación de bandas planas de precipitados a menudo menores a 10 nm de diámetro y con un espacio en las bandas de 5 a 50 nm correspondiendo a la altura de la terraza o escalón (*ledge*). Estos precipitados pequeños, coherentes y estrechamente espaciados son capaces de impedir el movimiento de las dislocaciones y contribuir significativamente en la resistencia del acero [19].

La precipitación de los carburos de Nb/Ti puede ocurrir en la austenita o en la ferrita sobre los límites de grano, dislocaciones, límites de subgranos o en la interfase durante la transformación de austenita a ferrita [25]. Durante el enfriamiento, los precipitados de TiN son los primeros que se forman, sirviendo como centro de nucleación para el TiC. En estas condiciones, la difusión entre ambos precipitados da lugar a la aparición de carbonitruros de composición química variada [16].

Los carburos de V y de Nb existen sobre un rango de composiciones. Los carburos y nitruros (fcc) son mutuamente solubles, formando carbonitruros Nb(C, N) y V(C, N). También, el V(C, N), Nb(C, N) y Ti(C, N) son isomorfos, permitiendo la formación de un complejo sistema, (Ti, V, Nb)(C, N). La composición actual de los precipitados varía dependiendo de la temperatura de precipitación y la disponibilidad de cada elemento en el acero. Los parámetros de red para los carbonitruros dependen del nivel de vacancias en el carbonitruro. Los espacios en la red de los nitruros y los carburos son muy similares, haciendo difícil la identificación por difracción de electrones. Se ha reportado que el V(C, N) y el Nb(C, N) pueden formar soluciones sólidas. Además de la presencia de hierro en el precipitado Nb(C, N) de tamaño más pequeño de 120 nm [14].

Sí la precipitación ocurre antes de la recrystalización, los precipitados actúan como una ancla en los límites de grano de la austenita, de este modo inhibiendo la recrystalización y el crecimiento de grano. Por lo tanto, estos precipitados juegan un rol importante en el refinamiento de grano austenítico. Siguiendo la transformación del acero, estas partículas incoherentes relativamente grandes y ampliamente separadas, contribuyan poco a su resistencia total [19].

2.1.3 Análisis de precipitación del acero C-Nb (X-60) y (C-Nb-V) X-65.

Las tres placas diferentes de acero usadas (Tabla II.1). Las propiedades mecánicas cumplen con los requisitos del Instituto Americano del Petróleo para grado B (C-Mn), X-60 (C-Nb), y X-65 (C-Nb-V) [11].

Tabla II. 1 Composición de la placa en % peso [11].

Acero	C	Si	Mn	P	S	Cr	Al	Ni	Cu	Nb	V	N	Ti	Mo
Mn	0.12	0.23	1.09	0.019	0.100	0.023	0.33	---	0.015	0.001	0.002	0.020	0.001	0.002
C-Nb	0.10	0.37	1.36	0.012	0.006	0.017	---	0.016	0.009	0.034	0.001	0.002	0.001	0.002
C-Nb-V	0.07	0.34	1.47	0.012	0.003	0.013	---	0.021	0.015	0.046	0.061	0.004	0.002	0.002

En el acero C-Nb (X-60) los carbonitruros consisten principalmente de NbC, ya que los contenidos de Ti, V y N en este acero son bajos (Tabla II.1). En los aceros C-Nb-V (X-65) los carbonitruros que se forman desde el inicio de la solidificación hasta 1300 K (1026 °C) consisten en TiN, NbN y NbC. Debajo de esta temperatura el VN inicia a precipitar [11].

En el plano paralelo a la dirección de laminación los granos de ferrita y perlita están alargados en el sentido de la dirección de laminación. El tamaño de grano disminuye del acero C-Mn a las aleaciones del acero C-Nb y al acero C-Nb-V, debido a que la precipitación aumenta con el aumento en el contenido de elementos microaleantes. Como el contenido de los elementos aleantes aumenta, desde el acero C-Mn al acero C-Nb y al acero C-Nb-V, hay un aumento correspondiente en el número de la densidad de carburos precipitados. Las partículas se anclan en los límites de grano durante el laminado en caliente, evitando la recrystalización y el crecimiento de grano. Por lo tanto el tamaño de grano se refina [11].

En los aceros aleados la precipitación de carbonitruros ricos en Nb y en Nb-Ti contribuyen en gran medida al refinamiento del tamaño de grano; con un incremento en el número de la densidad de partículas y el tamaño de grano disminuye [11].

2.1.3.1 Microscopía electrónica de transmisión del Acero C-Nb

Las imágenes del MET del acero C-Nb revelan partículas ricas en Nb ampliamente dispersas de entre 6-50 nm (Fig. 2.2). Tienen una forma redondeada o elipsoide (en 2D) y se distribuyeron a través de los granos de ferrita lejos de los límites de grano [11].

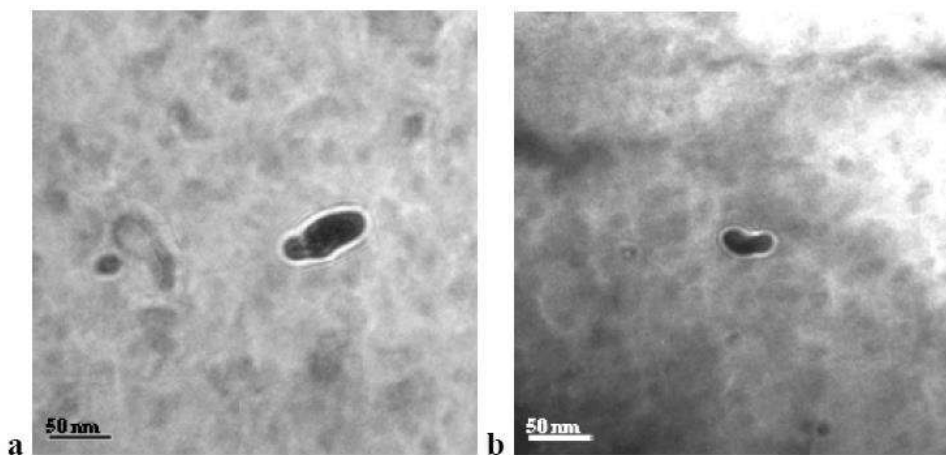


Figura 2.2 Imágenes del MET del acero C-Nb muestran partículas ricas en Nb: a) en condición de laminado y b) recocidas a 550 °C por 30 min [11].

2.1.3.2 Microscopía electrónica de transmisión del Acero C-Nb-V

Imágenes de la partícula, la medición y el análisis químico para el acero C-Nb-V en condición de laminado y recocido. Se observó que hay un incremento en la densidad de partículas en la ferrita

cerca de las colonias de perlita. Los precipitados observados están dentro de un rango de 4-100 nm. Para el análisis de las partículas fueron caracterizadas en dos grupos, < 50 nm y > 50 nm. En las partículas en el rango de menores de 50 nm tienen una forma casi redonda y están distribuidas uniformemente. Con un aumento en la temperatura en el tratamiento de recocido estas partículas muestran un significativo crecimiento a la mitad del espesor de la placa (Fig. 2.3). Cerca de la superficie el cambio de diámetro en las partículas con el recocido no es significativo, aunque existe un aumento en la densidad de las partículas (Fig. 2.4). En el rango > 50 nm las partículas son de forma casi redonda o elipsoide y separadas por una distancia relativamente grande una de otra. El recocido de temperaturas superiores de 550 °C no afectan el diámetro de las partículas en este rango [11].

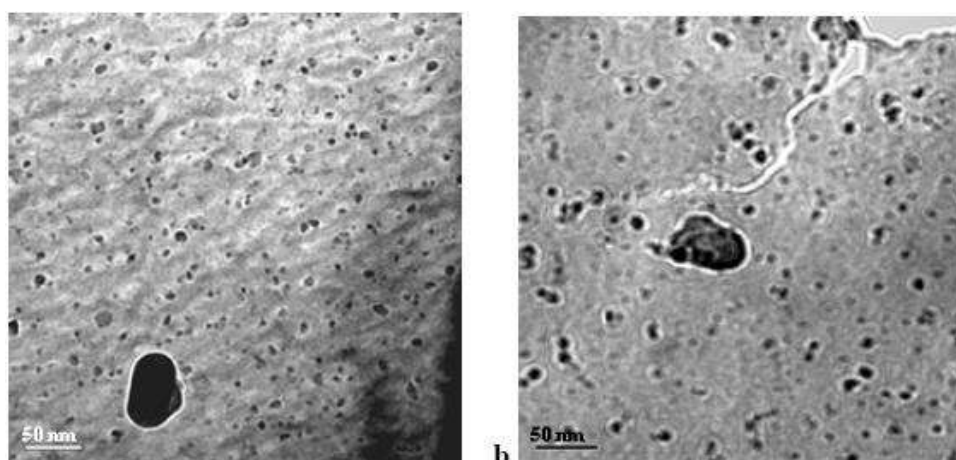


Figura 2.3 Imágenes típicas del MET del acero C-Nb-V a la mitad de la placa: a) en condición de laminación, b) recocidas a 400 °C por 30 min [11].

El análisis de composición EDS en el MET de las partículas reveló la siguiente composición química: CuS, NbCuS, NbTiCuS, y partículas ricas en NbTiVCu, Nb, NbV, y NbTiV, Fig. 2.5, el cual fue dividido en dos grupos: ricas en Cu y ricas en NbTiV.

El acero en condición de laminación las partículas más pequeñas de 50 nm son principalmente ricas en Cu en la mitad de la placa y ricas en NbTiV cerca de la superficie. No se observaron partículas ricas en Cu en el rango de > 50 nm [11].

Con el recocido el porcentaje de partículas ricas en Cu en el rango de < 50 nm a la mitad de la placa se encontró una disminución y un aumento en el rango de > 50 nm. Cerca de la superficie el recocido permite un aumento en el porcentaje de las partículas ricas en Cu en ambos rangos, debido

a la precipitación de partículas CuS nuevas en el rango < 50 nm y la precipitación de Cu sobre las partículas ricas en NbTiV en el rango de > 50 nm, junto con el crecimiento de algunas partículas CuS[11].

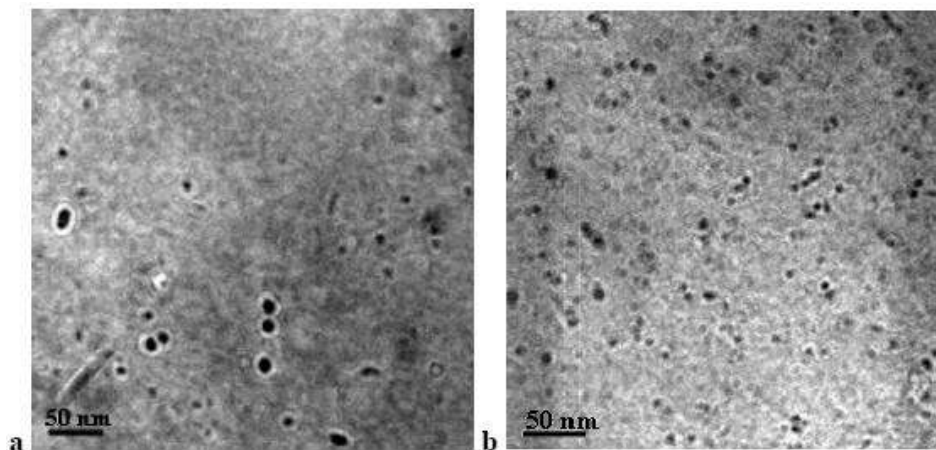


Figura 2.4 Imágenes típicas del MET del acero C-Nb-V cerca de la superficie: a) en condición de laminación, b) recocido a 550 °C por 30 min [11].

2.1.4 Efecto de otros elementos de aleación

El efecto de otros elementos de aleación como en Mn, Ni, Cr y Si comúnmente existen en los aceros microaleados y ya sea que no se disuelvan en carburos y nitruros o formen su propio compuesto con el C y el N en la austenita. A pesar de las interacciones en el soluto entre estos elementos y los elementos intersticiales son relativamente débiles con respecto al Ti, Nb y V, sus efectos sobre la solubilidad pueden todavía ser significantes debido a su alta concentración (generalmente arriba de 1 o 2 %). Se ha determinado experimentalmente los efectos del Mn, Ni, Si y Cr sobre la solubilidad del NbC y el NbN- ϵ en la austenita. Teóricamente, estos elementos pueden modificar la precipitación de carbonitruros solo por el cambio de actividad de C, N, Ti y Nb en la austenita y en la ferrita [23]. Las variaciones de Mn en el rango de 1.3 a 2.0 % no tienen una influencia significativa en la recrystalización de la austenita o la cinética de precipitación de Nb(C, N) en un acero con 0.03 % Nb [22].

El Mn, Ni y el Cu actúan para disminuir la temperatura de transformación de austenita a ferrita y la velocidad de transformación es lenta. Las bajas temperaturas de transformación resultan en un significativo refinamiento del tamaño de grano de la ferrita. Grandes adiciones, particularmente de Mn (1.5-2.0 %) puede disminuir la temperatura de transformación tanto que la transformación

acicular o bainítica se pueden obtener. Ni (0-0.4 %) es algo menos efectivo que el Mn, pero puede mejorar la tenacidad a baja temperatura. El efecto del cobre (0-0.4 %) sobre la cinética de transformación es pequeña y es normalmente incluido en los aceros para propósitos distintos de control microestructural. La reducción de la velocidad de nucleación es el efecto más importante [19].

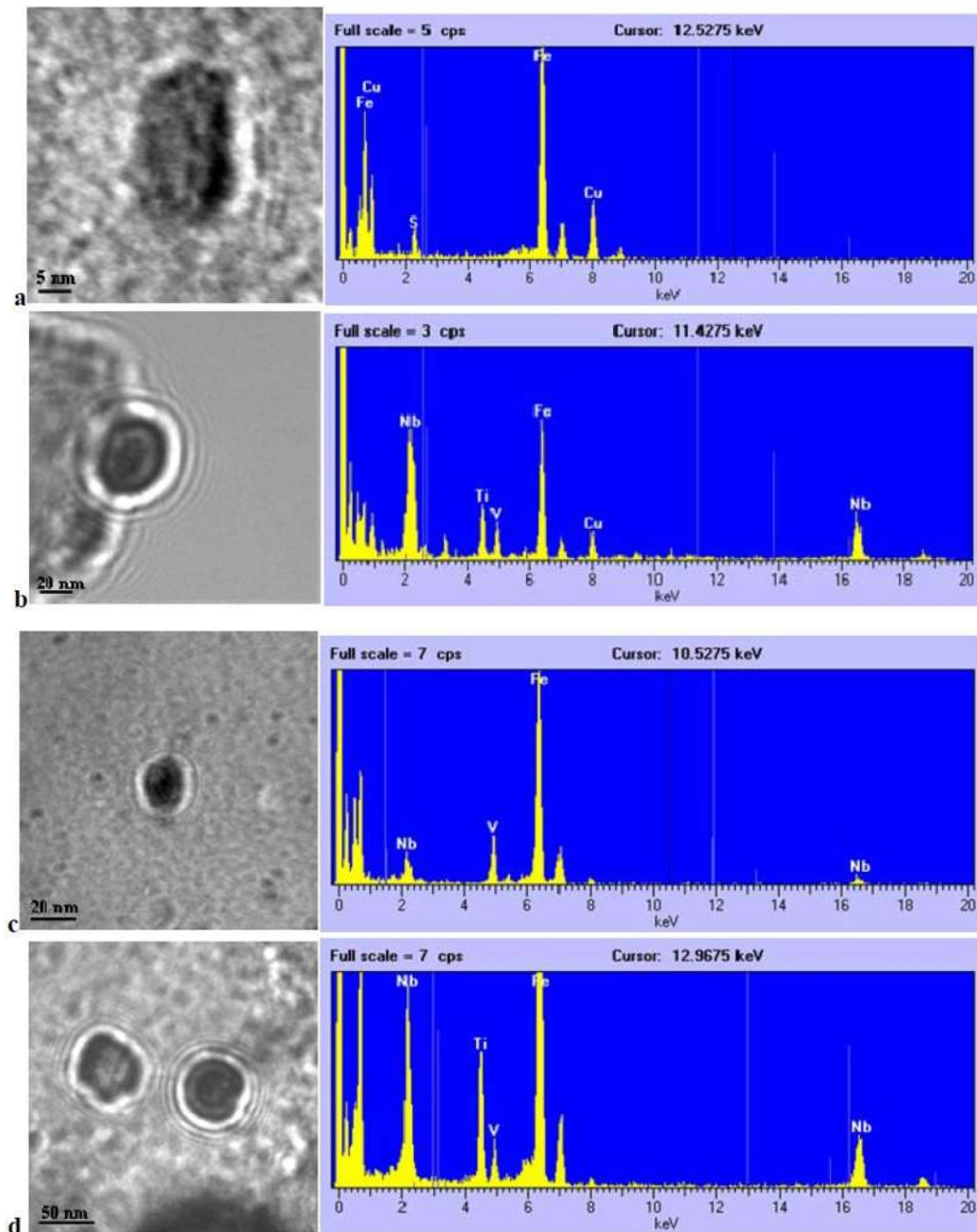


Figura 2.5 Imágenes típicas del MET y el análisis de composición EDS de partículas a) CuS, b) ricas en NbTiVCu, c) ricas en NbV y d) ricas en NbTiV del acero C-Nb-V [11].

Los elementos sustitucionales pueden alterar ligeramente el gradiente de concentración de C, y también influyen el contenido de C en equilibrio de la austenita y la ferrita. La influencia del Ni, Mn y Cu en la velocidad de crecimiento de ferrita es pequeño debido a que estos elementos no interactúan fuertemente con el C [19].

2.1.5 El ciclo térmico de la soldadura

Las reacciones de precipitación se consideran de primordial importancia en el control de las propiedades mecánicas en la soldadura de los metales, y puede resultar en una reducción significativa en la ductilidad y la tenacidad de la soldadura del metal [26].

El ciclo térmico de la soldadura puede producir dramáticos cambios en la microestructura del material base adyacente. La microestructura en la ZAT se controla, como en el laminado controlado del material base, por la condición de la austenita a la transformación, pero diferentes factores dominan la cinética de transformación en la ZAT. Los principales factores que se consideran son el tamaño de grano de la austenita, la composición de la matriz y la velocidad de enfriamiento. El calor que entra del proceso de soldadura controla el pico de temperatura, el tiempo de permanencia en el pico de temperatura, y la velocidad de enfriamiento en cualquier localización dada dentro de la ZAT [19].

El tamaño de grano de la austenita antes de la transformación está gobernado por el pico de temperatura y el tiempo de permanencia a esa temperatura. Los precipitados en el material base, dependiendo de su tamaño y distribución, pueden restringir el crecimiento de grano hasta que crezcan demasiado, o se disuelvan. El crecimiento del grano puede ser dramático cuando los precipitados se vuelven ineficaces. Dependiendo de la composición del acero; los Nb(C, N) pueden restringir el crecimiento de grano a temperaturas de 1200-1250 °C, mientras que los V(C, N) son efectivos solo a 900 °C. Pequeñas adiciones de Ti en aceros para tubería reducen el tamaño de grano y el ancho de grano grueso de la ZAT. El Ti forma precipitados de TiN el cual es estable a temperaturas más altas que Nb(C, N). Sin embargo estos precipitados todavía crecen y se disuelven cuando se exponen a temperaturas arriba de 1250 °C [19].

La composición a través de la ZAT es esencialmente la del material base, los efectos de dilución por el metal de soldadura se limita a una banda muy estrecha de unas pocas micras de ancho

adyacente a la línea de fusión. Sin embargo, la composición efectiva de la austenita varía con el pico de temperatura. En la zona de crecimiento de grano de la ZAT adyacente a la línea de fusión todos los precipitados se disuelven y la región tiene las mismas características de transformación que la composición base. Donde los precipitados no se disuelven a la temperatura máxima pueden ser eficaces en la restricción de crecimiento de grano; pero, al mismo tiempo, la composición efectiva de la matriz es baja en elementos que forman precipitados (particularmente Nb, C y N), y esto baja el endurecimiento efectivo. A temperaturas máximas en la región de las dos fases austenita/ferrita, sólo las regiones ricas en C, que tienen alto endurecimiento efectivo, transforman en austenita [19].

El calor que entra por el proceso de soldadura y el espesor de la placa afecta la velocidad a la que el pico de temperatura cae con la distancia desde la línea de fusión y también la velocidad de enfriamiento. La velocidad de enfriamiento a través de toda la ZAT es esencialmente la misma para una entrada de calor dada. La velocidad de enfriamiento de 800 a 500 °C, son temperaturas en las que se producen la mayoría de las transformaciones, por lo tanto son críticas. La precipitación de Nb(C, N) no puede ocurrir a velocidades de enfriamiento típicas del campo de la soldadura. El crecimiento del precipitado, la aniquilación de dislocaciones y el envejecimiento son los únicos efectos que pueden ocurrir cuando las temperaturas máximas no superen A_{c1} [19].

El comportamiento de los aceros para rodamientos que contienen Ti es complicado por la mutua solubilidad sólida del TiC y TiN. Las partículas de TiC se puede esperar que se disuelvan completamente durante el ciclo de soldadura, mientras que las partículas de TiN, puede ser que no (para los niveles de Ti, C, y N típicamente encontrados en los aceros HSLA). Las partículas cuya composición es Ti(C, N) se espera una disolución parcial o completa dependiendo del tamaño de la partícula, la relación de C-N y la velocidad a la que la composición de la partícula puede cambiar por la difusión de N y C dentro del carbonitruro [27].

La reacción del Ti y Nb en los aceros para rodamientos en un ciclo térmico rápido representa una complicación adicional, como precipitan el Ti, Nb, C y N cuya composición es una función de la temperatura. La composición de estos precipitados puede ser prevista asumiendo que el equilibrio puede ser establecido en la fase austenítica y los cuatro elementos Ti, Nb, C, N forman una solución

solida continua (con Ti, y Nb, mezclados en los sitios de los átomos de metal y el C y N mezclados en los sitios de los átomos intersticiales en la estructura de los carbonitruros) [27].

Se ha realizado un detallado estudio sobre el comportamiento de la disolución, reprecipitación y engrosamiento de los carbonitruros en los aceros HSLA a un alto aporte térmico de entrada en ciclos térmicos. Se pueden encontrar tres tipos de comportamientos [27]:

- a) La disolución seguida por la reprecipitación de algunas especies en el enfriamiento, el fenómeno de reprecipitación se puede observar con alto aporte térmico (velocidades de enfriamiento bajas) en aceros que contienen Nb-V [27].
- b) La disolución parcial seguido de un engrosamiento en el enfriamiento, en aceros que contienen Ti [27].
- c) Disolución de una de las especie seguido por una reprecipitación de diferentes especies en el pico de temperatura del ciclo térmico de la soldadura, en aceros que contienen Ti-Nb [27].

Uno de los efectos benéficos de las adiciones de Ti en aceros HSLA con Nb es una mejora en la tenacidad de la zona afectada térmicamente (ZAT) que resulta de la soldadura, especialmente después de altos aportes térmicos. Esto se debe a las partículas (carbonitruros) estables ricas en Ti que se forman y éstas pueden restringir el crecimiento de grano en la austenita en la ZAT a alta temperatura y por lo tanto mejora la tenacidad de la ZAT. La presencia de Nb(C, N) puede efectivamente retardar la reactivación y la recrystalización durante el laminado en caliente, facilitando el refinamiento de grano de la austenita y la ferrita. Esto también contribuye a el endurecimiento por dispersión de finos precipitados (< 10 nm) durante y después de la transformación ($\gamma \rightarrow \alpha$) [28].

La adición de Ti en aceros HSLA proporciona una significativa resistencia al crecimiento del grano austenítico, especialmente cuando los precipitados de TiN son más pequeños que 50 nm. El Ti también ha sido usado en aceros HSLA para inhibir el engrosamiento de los granos en la ZAT y por lo tanto, mejorar la resistencia al impacto en la ZAT durante la soldadura [29].

2.1.5.1 Tamaño de grano austenítico

El tamaño de grano es un factor importante que determina la resistencia y tenacidad del material. En aceros con tamaño de grano austenítico es un parámetro que se debe tener controlado durante las operaciones de trabajado en caliente, y en un tratamiento térmico, incluyendo los de la zona afectada térmicamente (ZAT) de la soldadura. El tamaño de grano austenítico resultante de estos procesos térmicos o termomecánicos mejora las condiciones iniciales para la subsecuente transformación de fase durante el enfriamiento y por lo tanto afecta a la microestructura final y las propiedades mecánicas resultantes. Los tamaños de grano grandes de la austenita son de particular preocupación durante la soldadura donde la ZAT experimenta ciclos térmicos rápidos a temperaturas altas que dan lugar al crecimiento del grano de la austenita, especialmente en la región adyacente a la zona de fusión [30].

2.1.5.2 Adición de elementos microaleantes para el control del tamaño de grano en la soldadura

La adición de pequeñas cantidades de elementos refinadores de grano como lo son Nb, Ti, V o Al pueden usarse para el control del crecimiento de grano de la austenita durante el laminado en caliente, la soldadura o el tratamiento térmico. La adición de estos elementos puede resultar en partículas finamente dispersas que retardan el crecimiento del grano de la austenita. Durante la fabricación de aceros (por ejemplo, tratamientos térmicos o tratamientos termomecánicos) la formación (nucleación y crecimiento), engrosamiento o disolución pueden ocurrir. La evolución asociada al tamaño de partículas y la fracción de volumen conduce a un cambio en la fuerza de anclaje, que desempeña un papel importante en el control del tamaño de grano de la austenita [30].

En muchos casos, el crecimiento anormal del grano se produce en la región de la temperatura de engrosamiento del grano, lo que indica que la disolución de precipitados promueve el crecimiento del grano. La ZAT es el ejemplo más destacado de esta situación [30].

2.2 Tratamiento térmico de envejecimiento

El término “*bake hardening*” (BH) generalmente denota un envejecimiento artificial y controlado de los aceros, por un tiempo dependiente, a veces indeseable, la mutación en las propiedades de

los materiales. El proceso depende del tiempo y temperatura y resulta en segregación, agrupamientos y precipitación de átomos intersticiales supersaturados como lo son el C y N [31].

2.2.1 Bake hardening

El BH es esencialmente relacionado al proceso de difusión y en 1948, Nabarro señaló que este tipo de difusión puede afectar las propiedades mecánicas del acero en tres maneras posibles [32].

- El esfuerzo inducido por ordenamiento de los átomos de carbono entre el posible conjunto de sitios intersticiales (Efecto Snoek).
- Segregación de los átomos de carbono para formar la atmosfera de Cottrell
- La precipitación de partículas de carburo de hierro [32].

Defectos como vacancias y dislocaciones son los sitios preferidos para la precipitación de carburos durante el envejecimiento a baja temperatura. El carburo de transición ϵ se forma antes de los precipitados de cementita a temperaturas de envejecimiento por debajo de la línea de solvus debido a la mejor relación de la red entre este carburo y la ferrita. La formación del carburo- ϵ se da preferencialmente sobre las dislocaciones y este tipo de carburos se forma elásticamente suave en los planos $\{100\}$ en la ferrita bcc porque ofrece la mínima barrera de activación a la precipitación. Se ha sugerido que la formación del carburo- ϵ durante la segunda etapa del proceso BH, aunque los intentos para observar estas partículas usando MET han fracasado. Las partículas del carburo, si es que existen, son demasiado finas para identificarlas. La Fig. 2.6 muestra esquemáticamente las diferentes etapas del proceso *bake hardening* [32]. Sin embargo, la continua segregación a los núcleos de dislocaciones, el aumento local de concentración de soluto permite la formación de “clusters”, que pueden eventualmente saturar los sitios de dislocación. Cuando el tiempo de envejecimiento es demasiado largo, hay una disminución debido al engrosamiento de los carburos [31].

Los *clusters* homogéneos planos de átomos de C, que no son conectados con la red de defectos, se forman a temperaturas por debajo de 100 °C. Su formación se debe a considerables desplazamientos de átomos de hierro y la aparición de distorsiones elásticas. Como la temperatura de temple aumenta, los *clusters* se hacen más grandes y su composición es cercana a Fe_4C . Este proceso depende de la difusión de C. el carburo metaestable ϵ (Fe_2C) se forma por arriba de 100 °C. Este posee una red hexagonal y aparece directamente de los *clusters* de C cuando la

concentración de C aumenta. El carburo metaestable ϵ también puede precipitar directamente de la solución α [31].

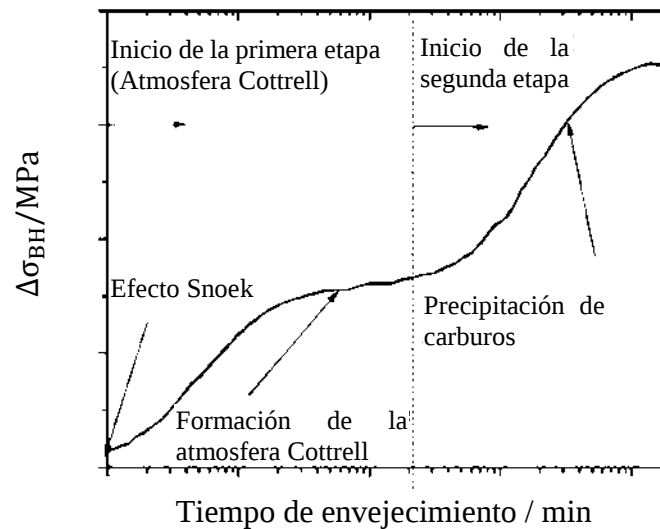


Figura 2.6 Representación esquemática de las diferentes etapas del bake hardening [32].

A bajas temperaturas el carburo ϵ precipita como placas muy finas (10-100 nm) o en barras. Con un aumento en la temperatura de temple o de tiempo, las partículas del carburo ϵ comienzan a engrosar. Este carburo precipita en aceros que contienen un mínimo de 0.2 % C [31].

2.2.2 Envejecimiento a 200 °C en aleaciones Fe-Mn-C y Fe-C.

Se observan precipitados en ambas aleaciones después de 1 min a 200 °C. En la aleación Fe-Mn-C los carburos precipitados nuclean solo en las dislocaciones. Hay un pequeño rango en el tamaño de las partículas localizadas en las regiones después de cualquier periodo de envejecimiento dado, que indica que la probable nucleación ocurre simultáneamente en todas las dislocaciones presentes en la aleación en condición de enfriamiento, y que el número de partículas creciendo cambia ligeramente con el tiempo. En la aleación Fe-C, la nucleación ocurre en las dislocaciones y dentro de la matriz, sin conexión a las dislocaciones. También, el número de partículas va creciendo. Las partículas grandes crecen a expensas de las pequeñas, incluso antes de que la ferrita se haya agotado de C. Después del proceso completo de precipitación, las partículas de carburo son pequeñas y más numerosas en la aleación Fe-C que las de la aleación Fe-Mn-C [33].

Dentro de las regiones de alta densidad de dislocaciones las partículas de carburo permanecen muy pequeñas y con un espaciamiento muy estrecho sobre las dislocaciones. En las regiones con baja densidad de dislocaciones, el rango de espaciamiento entre partículas en una precipitación completa es cerca de 1/3-3 veces el largo de las partículas. La cementita crece durante el envejecimiento sobre los planos {110} en las direcciones $\langle 110 \rangle$ de la ferrita. Lo más común del carburo en ambas aleaciones Fe-Mn-C y Fe-C después del envejecimiento a 200 °C es en los planos {110}; por lo tanto se concluye que es cementita [33].

La cementita se forma durante el envejecimiento de hierro creciendo en forma de dendritas. Las partículas pueden crecer en uno, dos, tres o más planos {110} de un centro común. La precipitación de carburos en la aleación a 150 °C difiere considerablemente de la precipitación a 200 °C. Aunque la nucleación ocurrió de nuevo en las dislocaciones y en la matriz, el plano más común después de periodos cortos de envejecimiento fue {100}, indicando la formación de otro carburo [33].

Las finas partículas de carburos precipitados pueden ser la fuente de dislocaciones durante la deformación plástica de la matriz. Los carburos precipitados a lo largo forman líneas de dislocaciones que también se convierten en fuentes de nuevas dislocaciones durante la subsecuente deformación. Este proceso permite una densidad de dislocaciones alta, a lo largo éstas, forman líneas de dislocación. Los carburos en tales arreglos pueden ser fracturados en fragmentos muy pequeños por la concentración de la deformación [33].

Los elementos sustitucionales pueden afectar el proceso de precipitación determinando los sitios en los que la nucleación ocurre. Por ejemplo, la nucleación de la cementita $(\text{Fe, Mn})_3\text{C}$, puede ser favorecida en las regiones que contengan un numero de átomos de Mn por arriba del promedio. Durante el envejecimiento, los átomos de Mn están inmóviles, pero los átomos de C difundirán en gradientes de actividad baja a las concentraciones de Mn. La energía de activación requerida para formar una nueva red de cementita puede ser menor en estos sitios debido a la concentración de C y Mn por arriba del promedio [33].

La cementita puede ser un agente de reforzamiento más potente que lo que es un carburo metaestable, a pesar de la evidencia de que el último es el más voluminoso precipitado. La aleación Fe-C contiene el carburo metaestable después del envejecimiento a 40 °C; mientras que el carburo en la aleación Fe-Mn-C es casi seguro que es cementita. La resistencia más alta de la aleación Fe-

Mn-C después del envejecimiento puede ser parcialmente debido a la ligera diferencia en el contenido de carbono, pero es más probable que debido a las características de los precipitados. Los carburos metaestables pueden compartir la deformación plástica de la matriz, pero el Fe_3C no lo hace y por lo que es probablemente una barrera más eficaz para movimiento de las dislocaciones [33].

2.2.3 Envejecimiento de uniones soldadas de una tubería API 5L X-52.

Recientemente, se ha estudiado el efecto de envejecimiento sobre las propiedades mecánicas y microestructurales de una soldadura en una tubería API 5L X-52. Se encontró que la soldadura y el material base son sensibles a la aceleración del envejecimiento a 250 °C monitoreada cada 100 horas. Ambos metales mostraron una tendencia al incremento en el endurecimiento hasta un máximo en un tiempo de envejecimiento a 500 horas [34]. Después de eso, el límite elástico mejoró mientras que la elongación disminuyó debido al pico de envejecimiento, resultando una resistencia adicional. También, una disminución de la dureza y de la resistencia debido al sobre-envejecimiento. Las observaciones por medio del microscopio electrónico de transmisión (MET) mostraron que el mejoramiento de la resistencia y la dureza se deben a la fina (casi redonda) precipitación de nanocarburos (medido como la densidad de carburo). La cantidad grande de precipitación en ambas aleaciones ocurre a 500 h. La degradación de la microestructura y de las propiedades mecánicas se debe al engrosamiento de grano a través del proceso selectivo de engrosamiento por sobre-envejecimiento [35, 36].

2.2.3.1 Análisis microestructurales de la unión soldada envejecida a 250°C

Un efecto importante del envejecimiento artificial sobre la microestructura en la soldadura, ZAT y metal base en la unión soldada fue el proceso de precipitación de nanopartículas transgranulares y cementita intergranular. Las nanopartículas finas semiredondas precipitaron entre las dislocaciones en los granos ferríticos de la soldadura y el espectro EDS de estas nanopartículas presentó los picos característicos de Fe y C (Fig. 2.7) [2].

Resultados similares se encontraron en la ZAT (Fig. 2.8) y metal base (Fig. 2.9), observando las nanopartículas transgranulares entre las dislocaciones en los granos ferríticos. Del análisis de imágenes obtenidas mediante MET, las diferencias microestructurales más relevantes observadas

entre la soldadura, ZAT y metal base fueron la morfología de granos ferríticos, densidad, tamaño y composición química de las nanopartículas transgranulares precipitadas [2].

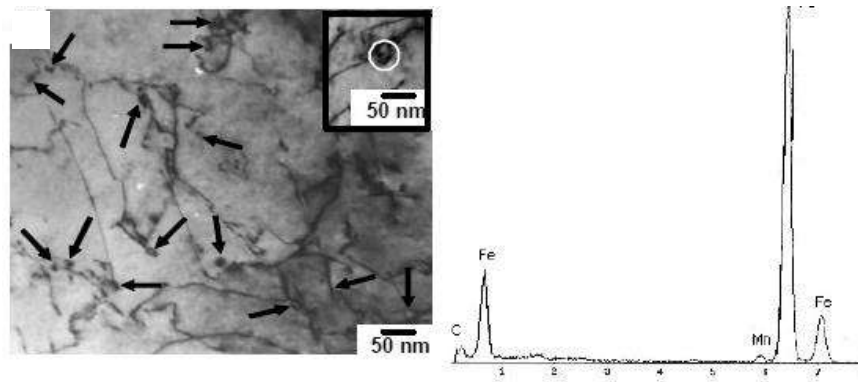


Figura 2.7 Imágenes obtenidas por MET de la soldadura envejecida a 500 h con espectros EDS: Mayor cantidad de nanopartículas de 10 a 20 nm conteniendo Fe-C precipitadas en las dislocaciones [2].

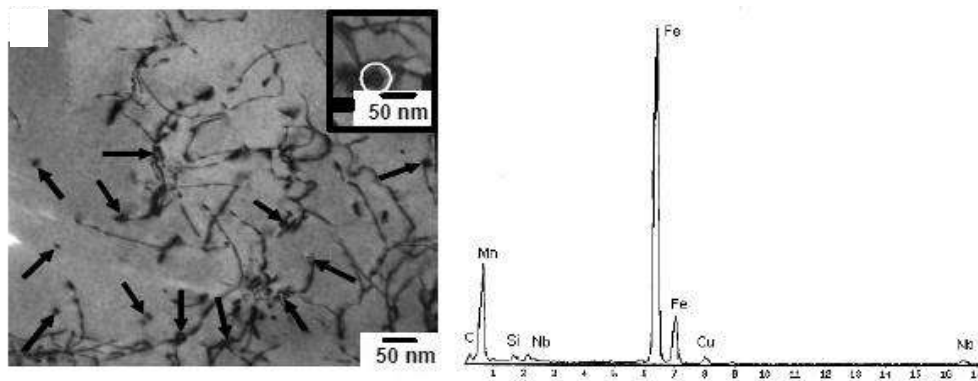


Figura 2.8 Imágenes obtenidas por MET de la ZAT envejecida a 500 h con espectros EDS: Mayor cantidad de nanopartículas conteniendo Nb-C de 10 a 25 nm localizadas en las dislocaciones [2].

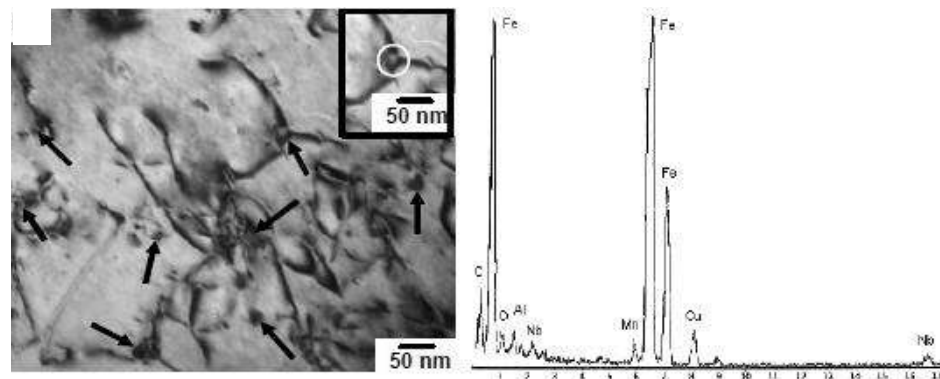


Figura 2.9 Imágenes obtenidas por MET del metal base envejecido a 500 h con espectros EDS: Mayor cantidad de nanopartículas conteniendo Nb-C de 5 a 20 nm localizadas en las dislocaciones [2].

La morfología de los granos ferríticos en la condición como se recibieron, para el caso de la soldadura fue tipo columnar y alargada, mientras que en la ZAT se observaron granos gruesos tipo placa, y en el metal base se encontraron granos equiaxiales con tamaño mixto.

Las nanopartículas transgranulares precipitadas entre las dislocaciones en la soldadura, ZAT y metal base presentaron una composición química diferente y bien definida. Las nanopartículas observadas en la soldadura mostraron una composición química conteniendo Fe-C identificándose como un carburo de hierro tipo cementita (Fe_3C), de acuerdo con el patrón FFT de transformada de Fourier. Mientras que en la ZAT y metal base, las nanopartículas presentaron la misma composición química conteniendo Nb-C (Fig. 2.8 y 2.9), identificándose en el metal base como un compuesto de carburo de Niobio (Nb_2C), de acuerdo al patrón de difracción de electrones [2].

Estas características microestructurales podrían presentar un efecto importante sobre las propiedades mecánicas, como la resistencia a la cedencia de cada microestructura [2].

2.2.3.2 Precipitación

La precipitación de las nanopartículas transgranulares observada en la soldadura, ZAT y metal base envejecidos a 250°C por diferentes tiempos, se evaluó como la densidad de partículas aparente promedio en función del tiempo, como se presenta en la Fig. 2.10 [2].

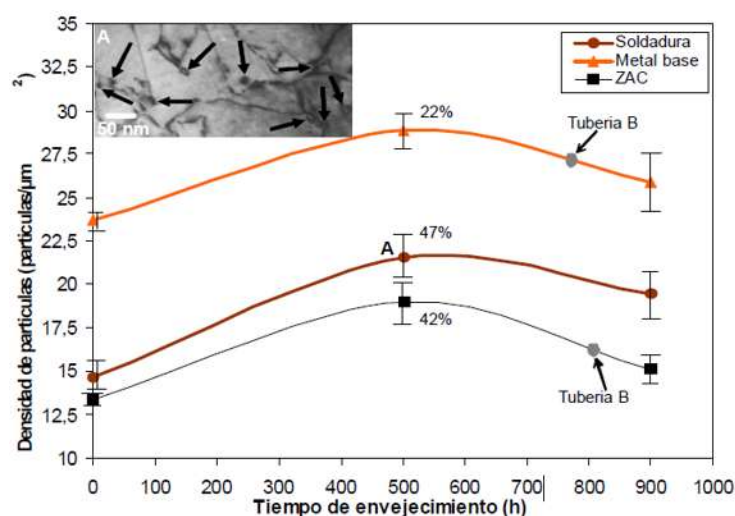


Figura 2.10 Variación de la densidad de nanopartículas promedio con el tiempo de la unión soldada envejecida a 250°C [2].

La precipitación máxima obtenida a 500 h del envejecimiento para la soldadura, ZAT y metal base resultó en un incremento en el número de partículas, es decir, precipitación de una mayor cantidad de partículas finas, semiredondas y diferente tamaño, resultando el endurecimiento por precipitación de dispersión fina de partículas descrito por el mecanismo de Ashby-Orowan. Este mecanismo estableció que las partículas con nucleación heterogénea precipitadas en las dislocaciones de los alrededores originaron más interacciones fuertes, mayor número de obstáculos para el movimiento de las dislocaciones, por lo que éstas bloquearon y retardaron el movimiento de las mismas dando como resultado una disminución en la deformación plástica e impartiendo un incremento adicional en la resistencia [2].

El metal base presentó la mayor densidad de partículas para todos los tiempos, en comparación con la soldadura y ZAT que presentó la menor densidad. Este comportamiento se atribuyó al efecto del envejecimiento a 250°C, adicionalmente, el metal base mostró el efecto del endurecimiento por precipitación del proceso de laminado TMCP resultando una distribución inicial de nanopartículas finas. Mientras que la soldadura mostró solamente las partículas precipitadas durante el enfriamiento continuo de la unión soldada mediante el proceso SAW. Además, la ZAT presentó el efecto térmico del doble ciclo de soldadura, modificando la cantidad y tamaño de las partículas finas del proceso TMCP [2].

2.2.3.3 Engrosamiento

El engrosamiento en tamaño de las nanopartículas transgranulares encontrado en la soldadura, ZAT y metal base envejecidos a 250°C por diferentes tiempos, se evaluó mediante las mediciones del tamaño de partícula promedio con respecto al tiempo, los resultados se muestran en la Fig. 2.11. No se observó un incremento considerable en el tamaño de partícula en la soldadura, ZAT y metal base durante los primeros tiempos porque solamente prevaleció la precipitación. Después de 500 h, el incremento a tamaño mediano de las partículas semiredondas se favoreció bajo la condición de sobreenvejecimiento, como se describió mediante el mecanismo de maduración Ostwald [2].

Este mecanismo se controló por la difusión de soluto, reducción en la energía de la interfase matriz/partícula y estableció un proceso de crecimiento selectivo en tamaño de algunas partículas más largas a expensas de las otras más pequeñas, las cuales disminuyeron en tamaño continuamente hasta que éstas desaparecieron completamente. Las nuevas partículas de tamaño mediano

mostraron interacciones débiles entre las dislocaciones, lo cual representó menor cantidad de obstáculos para el movimiento de las mismas, por lo que se favoreció la deformación plástica, disminución del endurecimiento por precipitación y resistencia de la microestructura [2].

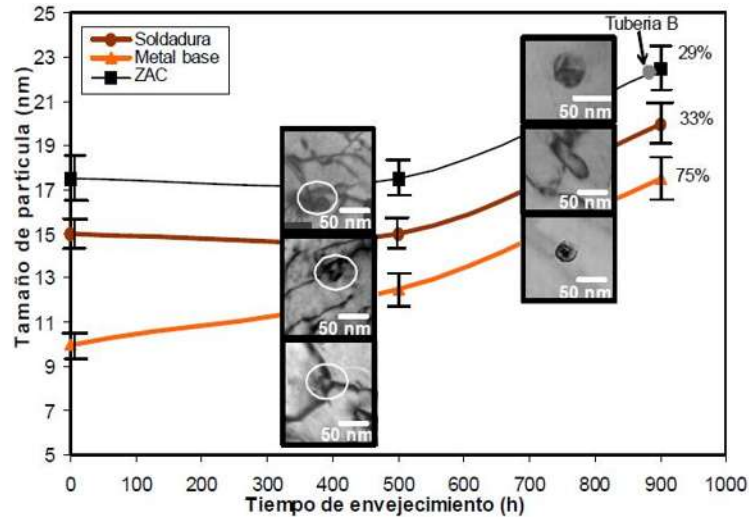


Figura 2.11 Variación del tamaño de partícula promedio con el tiempo de la unión soldada envejecida a 250°C [2].

2.2.3.4 Cementita intergranular

La precipitación de cementita intergranular en la soldadura, ZAT y metal base envejecidos a 250°C por diferentes tiempos, se determinó mediante la cantidad de cementita intergranular promedio (% Vol.) en función del tiempo, como se muestra en la Fig. 2.12.

Por lo tanto, a partir de los resultados microestructurales obtenidos mediante MEB y MET se encontraron cinco efectos significativos sobre la soldadura, ZAT y metal base de la unión soldada envejecida a 250°C por diferentes tiempos [2]:

- Precipitación de nanopartículas transgranulares con tiempos ≤ 500 h
- Precipitación de cementita intergranular con tiempos ≤ 500 h
- Engrosamiento de nanopartículas transgranulares con tiempos > 500 h
- Engrosamiento de cementita intergranular con tiempos > 500 h
- Incremento en el tamaño de grano ferrítico del metal base con tiempos > 500 h [2].

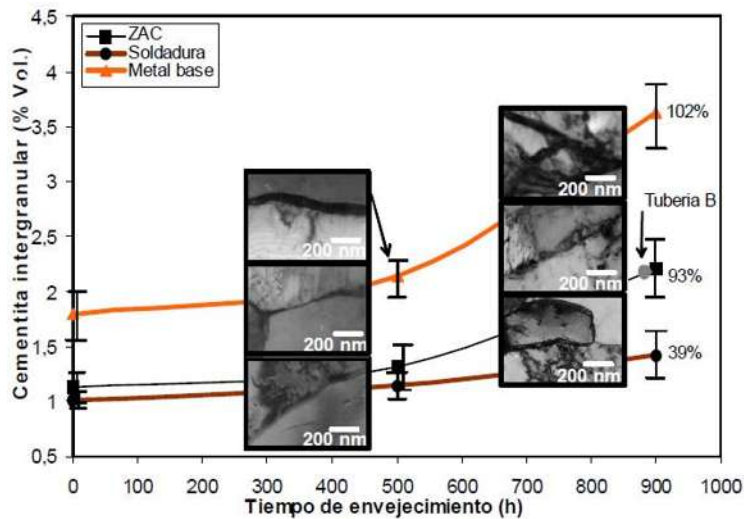


Figura 2.12 Variación de la cementita intergranular promedio con el tiempo de la unión soldada envejecida a 250°C [2].

2.2.4 Dureza Vickers en las diferentes zonas de la soldadura

El efecto del envejecimiento artificial fue un incremento de la dureza Vickers en las tres microestructuras en los primeros tiempos, es decir, endurecimiento gradual. Una dureza máxima se alcanzó a 500 h debido a la condición de pico del envejecimiento atribuida a la mayor precipitación de partículas de segunda fase (Fig. 2.13) [2].

Este endurecimiento se atribuyó al cambio microestructural de precipitación de cementita intergranular y dispersión fina de nanopartículas transgranulares finas semiredondas de cementita (Fe_3C) y carburo de Niobio (Nb_2C). Estas nanopartículas mostraron interacciones fuertes con las dislocaciones, bloqueando y retardando su movimiento, dando como resultado un endurecimiento por precipitación [2].

Posteriormente, con tiempos mayores a 500 h, la dureza disminuyó notablemente como consecuencia de la condición de sobre-envejecimiento. Este comportamiento se atribuyó al engrosamiento en tamaño de la cementita intergranular formando placas de mayor tamaño y nanopartículas transgranulares resultando un tamaño mediano [2].

Se encontró que la soldadura presentó la mayor dureza Vickers para todos los tiempos del envejecimiento, en comparación con la ZAT y metal base que mostró la menor dureza. La ZAT mostró mayor dureza que el metal base atribuido al envejecimiento artificial con mayor

precipitación de partículas y microestructura afectada por la recristalización y transformación de fase resultado del ciclo térmico de soldadura. Por lo tanto, la soldadura presentó un incremento del 8 % en la dureza Vickers mientras que el metal base y ZAT alcanzaron 7 y 6 % a 500 h respectivamente, comparados con la condición como se recibieron [2].

Este comportamiento de la soldadura se atribuyó al mayor incremento en la densidad de nanopartículas de Fe_3C transgranular, precipitación de cementita intergranular y diferencias microestructurales con la ZAT y metal base con precipitación de cementita intergranular y menor precipitación de nanopartículas [2].

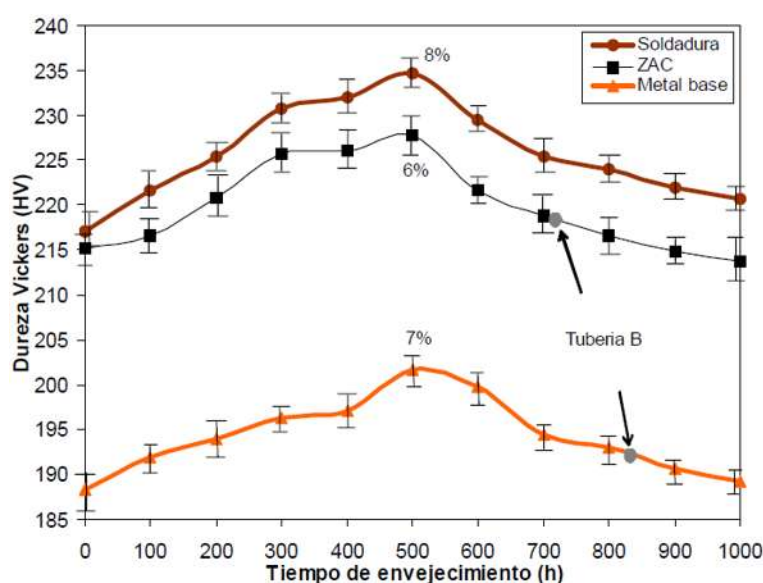


Figura 2.13 Variación de la dureza Vickers promedio con el tiempo de la unión soldada envejecida a 250°C [2].

2.3 Parámetro Hollomon-Jaffe

El tiempo y la temperatura son dos de los parámetros más críticos del revenido. Existen varios métodos para determinar la relación tiempo-temperatura, como la ecuación de Hollomon-Jaffe. Actualmente se acostumbra a representar el revenido de los aceros en función del parámetro Hollomon-Jaffe o parámetro de revenido. Es decir, la dureza H representada como una función del parámetro $T(C + \log t)$, en donde C es una constante [37].

El concepto que está implícito en esta relación es el hecho que la dureza será la misma para igual valor de revenido $T(C + \log t)$. Es decir, dos combinaciones (T, t) de revenido que originen el mismo valor del parámetro tendrán como resultado igual dureza final del acero [37].

2.3.1 Ecuación Hollomon-Jaffe

Para determinar la relación durante el revenido de la temperatura (T) y el tiempo (t) , Hollomon y Jaffe propusieron una ecuación en la cual la dureza (H) se cambia a la manera de otros procesos de difusión, y que esa función se expresa como [38]:

$$H = f_1 \left(t \exp \left(\frac{-Q}{RT} \right) \right) \quad (2.1)$$

Donde Q es la energía de activación para el proceso de revenido, y R es la constante universal del gas [38].

La solución de la ecuación 2.2 puede escribirse como la expresión paramétrica:

$$p = H = f(T(c + \log t)) \quad (2.2)$$

El valor del parámetro c en este caso depende del contenido de carbono en el acero y del tratamiento anterior. En forma matemática y física, el valor del parámetro c también depende de hecho si el tiempo esta expresado en segundos o en horas. Sólo se puede decir que existe un tipo de relación entre la dureza y el parámetro. En otras palabras, cuando el parámetro c tiene un valor constante, entonces se obtiene el mismo valor de la dureza: a) a temperatura más alta pero menor tiempo de revenido o b) a la temperatura más baja pero mayor tiempo de revenido [38].

El parámetro de revenido $p = (T(c + \log t))$, la cual fue propuesta por Hollomon y Jeffe, se calculó para dos valores diferentes de la constante c que son 20 y 15.96, si el tiempo de revenido se expresa en horas o segundos respectivamente. La validación de la ecuación de Hollomon-Jaffe para el acero HSLA se concluyó que la ecuación describe los cambios de la dureza y de las propiedades mecánicas dependientes de un único parámetro P relativamente bien [38].

2.4 Ensayos no destructivos

Su introducción en la tecnología de los materiales se hace a través del control de calidad, aunque también se emplearon en el mantenimiento de equipos y por razones de seguridad. El poder asegurar que las condiciones de funcionalidad y contabilidad de un producto se cumplan dentro de las especificaciones de su diseño, ha sido una preocupación constante en el desarrollo industrial. Dentro de éstos conceptos los ensayos no destructivos (END) constituyen una herramienta de importancia relevante con un campo muy amplio de aplicación a nivel de ingeniería [39].

En la fabricación y/o construcción de componentes, sub-ensambles, equipos e instalaciones, intervienen una serie de actividades cuya finalidad está bien definida o delimitada; éstas son principalmente: el diseño, la fabricación o construcción, el montaje o instalación y finalmente la inspección y las pruebas. Estas actividades siempre se llevan a cabo, se trate de un tornillo, partes automotrices, un intercambiador de calor, un reactor químico, el casco de un barco, una central de energía o un gasoducto [39].

Sin embargo, el desarrollo de nuevas tecnologías y la optimización de los productos o los requisitos de seguridad, como es el caso de la industria aeroespacial, la nucleoelectrónica o la petroquímica, impusieron también nuevas condiciones de inspección, en las cuales se estableció la necesidad de verificar hasta en un 100% los componentes críticos; lo que planteó una severa dificultad a los departamentos de calidad, hasta que iniciaron el empleo de otras técnicas de inspección, diferentes a la visual, con las cuales se medía la integridad de los componentes sin destruirlos. Esto fue posible al medir alguna otra propiedad física del material y que estuviera relacionada con las características críticas del componente sujeto a inspección; es decir, se inició la aplicación de las pruebas no destructivas, las cuales actualmente son de uso común en casi todos los sectores industriales [39].

2.4.1 Arreglo de fases

El uso de arreglo de fases para la evaluación no destructiva ha ido creciendo rápidamente en los años recientes. El arreglo de fases tiene ventajas clave sobre los transductores de un solo elemento en términos de sensibilidad y de eficiencia en la inspección. El comienzo de la tecnología de arreglo de fases ha sido a través de un amplio rango de sectores industriales incluyendo generación de energía, aeroespacial, petróleo y gas y la industria automotriz [40].

2.4.1.1 Principio del arreglo de fases

El arreglo de fases lineal fue modelado como un ensamble discreto de fuentes simples, excitadas por pulsos con retardos subsecuentes. El campo de presión acústica para el arreglo fue obtenido usando en principio de Huygens y la correspondiente función de dirección fue analizada para encontrar el óptimo espacio entre elementos y número de elementos. La eficiencia del palpador fue cuantificada por el ancho del lóbulo principal que aparece en la dirección del ángulo de enfoque o dirección [41].

2.4.1.2 Distribución de presión acústica

El campo de sonido se representa como ondas de Huygens emitidas desde cada elemento. Todos los frentes de onda individuales se suman para producir una intensidad máxima acústica a lo largo de la dirección deseada [7]

Dado que la solución analítica es válida solo para el campo lejano, la distribución de presión acústica fue calculada numéricamente. La Fig. 2.14 muestra una imagen del perfil de presión acústica de un arreglo de 16 elementos con una frecuencia de 50 kHz dirigida a 30° en aluminio ($c = 6320$ m/s). esta simulación constituye un rastro de las ondas propagadas por cada elemento, y demuestra el principio de Huygens de la necesidad de la interacción de las ondas para dirigir los frentes de onda [7].

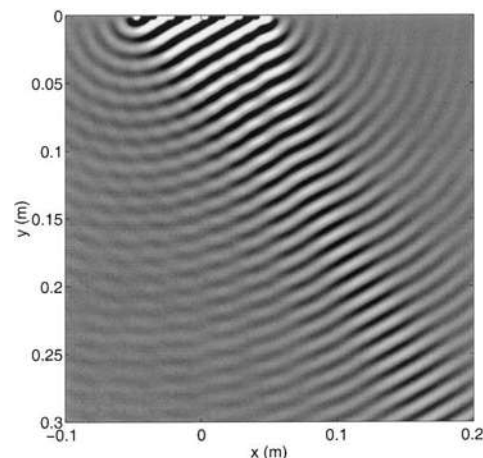


Figura 2.14 Campo de sonido de arreglo de fases lineal dirigido [7].

2.4.1.2.1 El principio de Huygens

El principio de Huygens establece que el fenómeno de onda puede ser analizado por superposición de la presión aportada por múltiples fuentes con fases y amplitudes correctamente seleccionadas para representar una situación física. El arreglo de fases se modeló en primer lugar como un arreglo de fuentes de línea simples separados por la misma distancia. Dado que el arreglo de fases real está hecho de elementos piezoeléctricos que tienen cierto ancho, es deseable para evaluar el campo de presión mediante la incorporación de su efecto. El campo de presión radiado por un solo elemento se evaluó en primer lugar y luego la distribución de presión para los arreglos de fase se calculó teniendo en cuenta una serie de elementos utilizando los principios de superposición. Debe tenerse en cuenta que sólo estamos interesados en el análisis de la dirección del campo lejano en el plano de dirección del arreglo lineal y la influencia de la dimensión de elevación no se tiene en cuenta [42].

2.4.1.3 Principio de la Eliminación Física de la Onda.

En el sentido más básico, un sistema de arreglo de fases utiliza el principio de la eliminación física de la onda. Se varía el tiempo entre una serie de salientes impulsos ultrasónicos de tal manera que los frentes de onda individuales generados por cada elemento del conjunto se combinan entre sí. Esta acción agrega o cancela la energía de forma predecible que efectivamente dirige y da forma al haz de sonido. Esto se logra mediante la pulsación de los elementos individuales del palpador en momentos ligeramente diferentes [43].

El principio de interacción constructiva y destructiva de ondas se demostró por el científico Inglés Thomas Young en 1801 en un memorable experimento en el que utilizó dos fuentes puntuales de luz para crear los modelos de la interferencia. Las ondas en fase se combinan y se refuerzan, mientras que las ondas fuera-de-fase se cancelan. Como se muestra en la Fig. 2.15 [43].

Desplazamiento de fase. Es una forma de controlar estas interacciones que originaron frentes de onda en tiempos desfasados de dos o más fuentes. Se puede utilizar para curvar, dirigir, o enfocar la energía de un frente de onda. En la década de 1960, comenzaron a desarrollar investigaciones para sistemas de arreglo de fases que utilizan transductores de múltiples fuentes puntuales que son pulsados con el fin de dirigir haces de sonido por medio de estos patrones de interferencia controlados. A principios de 1970, aparecieron primeros sistemas los sistemas de arreglo de fases comerciales para uso en

diagnóstico médico, utilizando haces direccionales para crear imágenes transversales del cuerpo humano como se observa en la Fig. 2.16 [43].

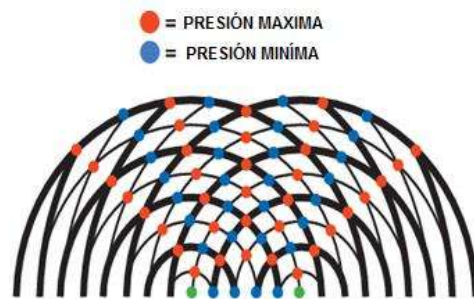


Figura 2.15 Dos Puntos Patrón de Interferencia de Origen [43].



Figura 2.16 Arreglo de fases para diagnóstico de uso médico [43].

Inicialmente, el uso del sistema de ultrasonido con arreglo de fases se concentraba principalmente en el campo médico, ayudado por el hecho de que la composición y estructura del cuerpo humano es predecible para hacer el diseño del instrumento y la interpretación de la imagen es relativamente sencillo. Las aplicaciones industriales, por otro lado, representan un reto mucho mayor debido a que las amplias variaciones de las propiedades acústicas de los metales, compuestos, cerámicas, plásticos, y fibra de vidrio, así como la enorme variedad de espesores y geometrías encontradas en todo el ámbito industrial [43].

Siempre que las ondas procedentes de dos o más fuentes interactúan entre sí, hay efectos de fase que conducen a un aumento o disminución en la energía de la onda en el punto de combinación. Cuando las ondas elásticas de la misma frecuencia se encuentran en frecuencia de tal manera que sus desplazamientos son sincronizados con precisión (en fase, o ángulo de fase en 0), las energías

de ondas se suman para crear una onda de mayor amplitud (ver Fig. 2.17 a). Sí se reúnen de tal manera que sus desplazamientos son exactamente opuestos (180 grados fuera de fase), las energías de las ondas se cancelan con otras (ver Fig. 2.17 c).

En ángulos de fase entre 0 grados y 180 grados, hay una serie de etapas intermedias entre la suma total y la completa cancelación (ver Fig. 2.17 b). Mediante la variación de la sincronización de las ondas de un gran número de fuentes, es posible utilizar estos efectos tanto de dirección y como de enfoque para que el resultados sea un frente de onda combinado. Este es un principio esencial detrás del arreglo de fases [43].

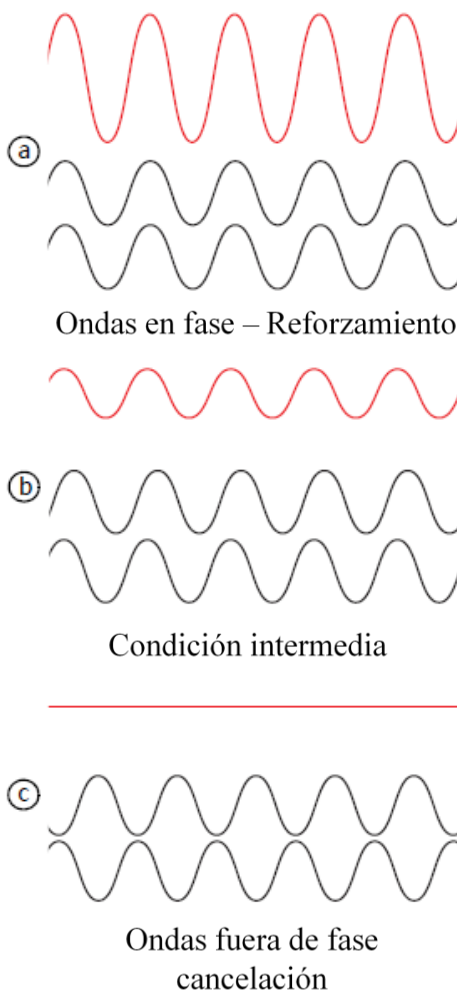


Figura 2.17 Efectos de fase: combinación y cancelación a) ondas en fase, b) condición intermedia, c) ondas fuera de fase [43].

En los transductores convencionales, la interferencia constructiva y destructiva se crea en el campo cercano y los varios gradientes de presión en el campo lejano. Adicionalmente, en un transductor de haz angular convencional se usa un elemento para emitir una onda en una zapata. Los puntos en este frente de onda experimentan diferentes intervalos de retardo debido a la forma de la zapata. Estos son retardos mecánicos, en contraposición a los retardos electrónicos empleados en arreglo de fases. Cuando el frente de onda golpea la superficie posterior se puede visualizar a través principio de Huygens como una serie de fuentes puntuales. Teóricamente las ondas esféricas de cada uno de estos puntos interactúan para formar una sola onda en un ángulo determinado por la ley de Snell [43].

2.4.1.4 Enfoque del haz

La tecnología de arreglo de fases permite enfocar el haz ultrasónico al punto deseado electrónicamente. En la Fig. 2.18 se muestra esquemáticamente los diagramas de un haz ultrasónico a) dirigido; y b) dirigido y enfocado por el sistema de arreglo de fases [44]. El espesor del elemento determina la frecuencia de operación del transductor [7]. Cada elemento del arreglo es excitado por un pulso electrónico con diferentes tiempos de retardo. Mediante el control del tiempo de retardo, el punto focal y el ángulo de dirección puede ser controlado. Este control electrónico es muy benéfico cuando es necesario enfocar en muchos puntos en la probeta. De hecho, el rápido direccionamiento de los puntos focales permite hacer imágenes en dos dimensiones del interior de la probeta en tiempo real [44].

A través de la interferencia constructiva, la amplitud de esta onda combinada puede ser considerablemente mayor que la amplitud de cualquiera de las ondas individuales que la producen. Del mismo modo, se aplican retardos variables a los ecos recibidos por cada elemento del arreglo. Los ecos son sumados para representar un solo haz angular y/o un componente focal del haz total. Además de alterar la dirección del frente de onda primario, esta combinación de componentes individuales del haz permite enfocar en cualquier punto del campo cercano [43].

Frecuentemente, los elementos son pulsadas en grupos de 4 a 32 en orden para mejorar efectivamente la sensibilidad por el incremento de la apertura, lo que reduce la divergencia del haz y permite un enfoque más nítido. El software conocido como *calculadora de leyes focales (focal law calculator)* establece retardos específicos para el pulso de cada grupo de elementos a fin de

generar la forma del haz deseado a través de la interacción de la onda, teniendo en cuenta el palpador y las características de la zapata, así como la geometría y las propiedades acústicas del material de prueba.

La secuencia de pulsos programado seleccionado por el software del instrumento, lanza una serie de frentes de onda individuales en el material de prueba. Estos frentes de onda se combinan de manera constructiva y destructiva en un solo frente de onda primaria que viaja a través del material de prueba y se refleja en las grietas, discontinuidades, paredes posteriores, y otras fronteras del material como con cualquier onda ultrasónica convencional, el haz puede ser dirigido dinámicamente a través de varios ángulos, distancias focales y diferentes tamaños de los puntos focales de tal manera que un palpador es capaz de examinar el material de prueba a través de un rango de diferentes perspectivas [43].

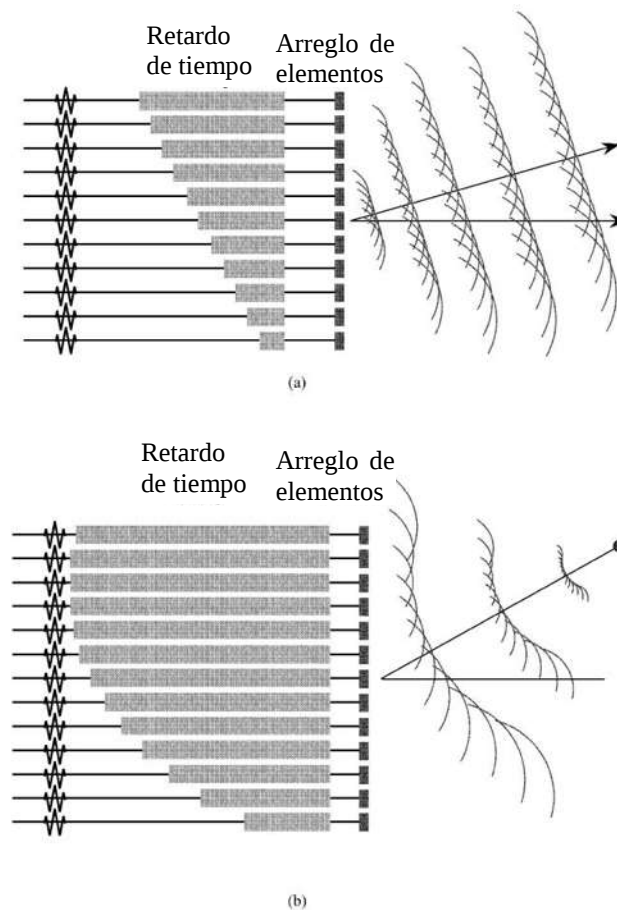


Figura 2.18 Diagramas esquemáticos del haz ultrasónico a) direccionado; b) direccionado y enfocado por el sistema de arreglo de fases [44].

Los ecos de retorno son recibidos por los diversos elementos o grupos de elementos y desfasados en el tiempo como sea necesario para compensar los retardos variables de la zapata, y luego son sumados. A diferencia de un solo transductor convencional, que combina eficazmente los efectos de todos los componentes del haz que golpean su área, un palpador de arreglo de fases puede ordenar el frente de onda de retorno de acuerdo con el tiempo de llegada y la amplitud en cada elemento. Cuando se procesa por el software, cada retorno representa la ley focal de reflexión de un componente angular del haz en particular. Un punto particular a lo largo de la trayectoria lineal, y/o la reflexión de un punto focal en particular. La información de eco puede mostrarse en alguno de varios formatos [43].

2.4.1.5 Representaciones de Arreglo de Fases

Ambos instrumentos ultrasonido convencional y arreglo de fases utilizan ondas de sonido de alta frecuencia para verificar la estructura interna de la pieza de prueba o medir su espesor. Ambos se basan en las mismas leyes básicas de la física que rigen la propagación de ondas de sonido. Conceptos similares se emplean en ambas tecnologías para presentar los datos ultrasónicos [43].

Los instrumentos convencionales ultrasónicos para END comúnmente consisten de un solo elemento activo que genera y recibe ondas sonoras de alta frecuencia, o un par de elementos, uno para transmitir y otro para recibir. Un instrumento típico consta de un solo canal generador y receptor de impulsos que genera y recibe una señal ultrasónica con un sistema de adquisición digital integrada, que está coordinado con una pantalla y el módulo de medición. Por otra parte el arreglo de fases es naturalmente multicanal ya que se necesitan para proporcionar patrones de excitación (leyes focales) a palpadores de 16 hasta 256 elementos. A diferencia de los detectores de defectos convencionales, los sistemas de arreglo de fases pueden barrer un haz de sonido de un palpador a través de una gama de ángulos refractados, a lo largo de una trayectoria lineal, o dinámicamente enfocados a diferentes profundidades, lo que aumenta la flexibilidad y la capacidad en configuraciones de inspección. Esta capacidad adicional de generación de trayectorias múltiples de sonido dentro de un palpador, añade una gran ventaja en la detección y naturalmente añade la posibilidad de "visualizar" la inspección mediante la creación de una imagen de la zona de inspección. Las imágenes de arreglo de fases proporcionan la capacidad de ver cambios relativos punto-a-punto y las respuestas multiangulares de defectos, que puede ayudar en el dimensionamiento y la discriminación de defectos [43].

Las vistas ultrasónicas son imágenes definidas por diferentes vistas de planos entre el recorrido ultrasónico y los parámetros de escaneo. Las vistas más importantes, similares a proyecciones 2-D de un dibujo técnico, son representadas en la Fig. 2.19, estas vistas proyectadas son un plano o planos acumulados provenientes de C-scan, B-scan, y D-scan; las vistas proyectadas también son llamadas vistas *desde arriba (top)*, *de lado (side)* y *final (end)*. Las vistas básicas ultrasónicas (escaneos) son: A-scan, B-scan, C-scan, D-scan, S-scan [45].

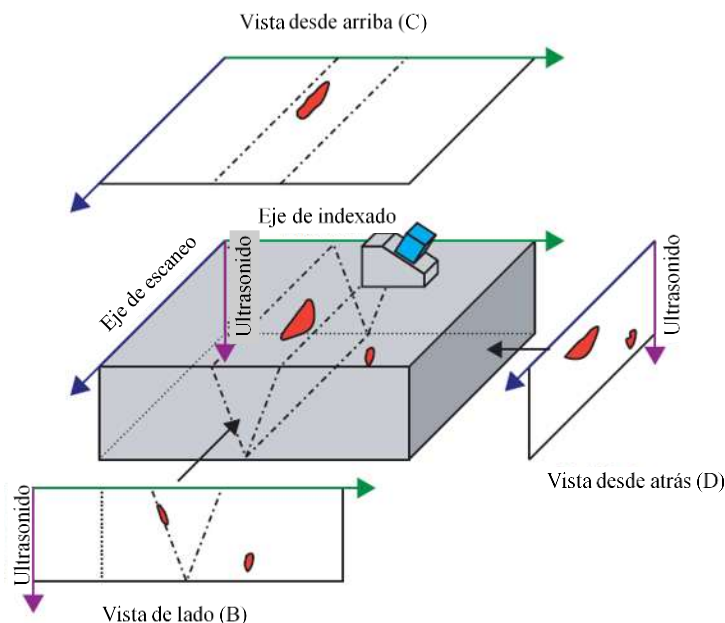


Figura 2.19 Vistas ultrasónicas (B-scan, C-scan, y D-scan). El eje morado indica el eje ultrasónico, el eje azul indica el eje de desplazamiento del palpador, y el eje verde representa el eje de escaneo electrónico [45].

En adición, el sistema de arreglo de fases puede mejorar las imágenes ultrasónicas manipulando las señales recibidas de cada elemento del arreglo. La capacidad de hacer una imagen y el control electrónico del haz ultrasónico mejora notablemente la eficiencia de las inspecciones ultrasónicas en términos de velocidad y confiabilidad, y también se extiende el uso de la técnica ultrasónica a pruebas en especímenes de geometría complicadas tales como la raíz de la pala de la turbina [44].

Los modelos de elemento finito llevados a cabo demostraron que el modo de propagación transversal es más sensible que el modo de propagación longitudinal a las propiedades de la soldadura [46].

Se encontró que el aumento en el número de elementos mejora la eficiencia del palpador. Las características de haz direccionado pueden también mejorarse por la selección del espacio entre los elementos más grande que el límite convencional de media longitud de onda [41].

2.4.1.5.1 Representación tipo A (A-Scan)

Todos los instrumentos ultrasónicos suelen grabar dos parámetros fundamentales de un eco: lo grande que es (amplitud) y donde se produce en el tiempo con respecto a un punto cero (pulso de tiempo de tránsito). El tiempo de tránsito, generalmente está relacionado con la profundidad de la reflexión o de distancia, sobre la base de la velocidad del sonido del material de ensayo y siguiendo la siguiente relación:

$$Distancia = Velocidad \times tiempo \quad (2.3)$$

La presentación más básica de los datos de la forma de la onda ultrasónica es en la forma A-scan, o la visualización de la forma de onda, en la que la amplitud del eco y el tiempo de tránsito son trazados en una cuadrícula sencilla con el eje vertical representa la amplitud y el eje horizontal representa el tiempo. El ejemplo de la Fig. 2.20 muestra un A-scan como una RF (radio frecuencia) o una señal bipolar rectificada [43, 45].

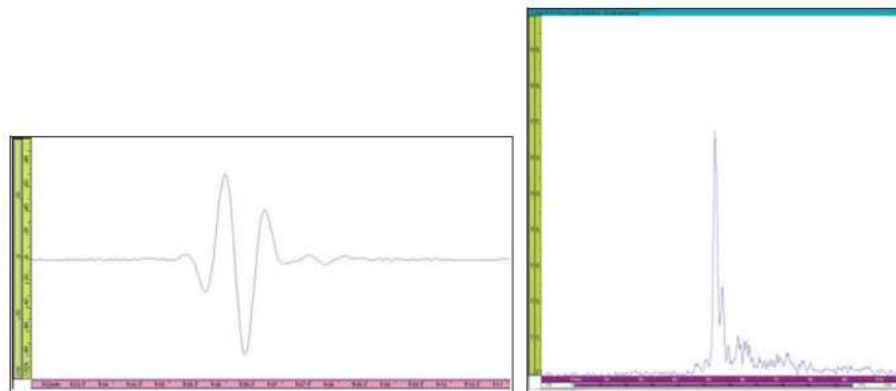


Figura 2.20 Representación A-scan: señal RF (izquierda); rectificada (derecha) [45].

2.4.1.5.2 Representación tipo sectorial (S-Scan).

Un S-scan (escaneo sectorial) representa una vista 2-D de todos los A-scan de un canal específico corregido por un retardo (*delay*) y un ángulo de refracción. Un S-scan típico es un barrido a través de un rango de ángulo usando la misma distancia focal y elementos. El eje horizontal corresponde

a la distancia proyectada (ancho de la probeta) desde el punto de salida para una imagen corregida y el eje vertical corresponde a la profundidad (ver Fig. 2.21) [45].

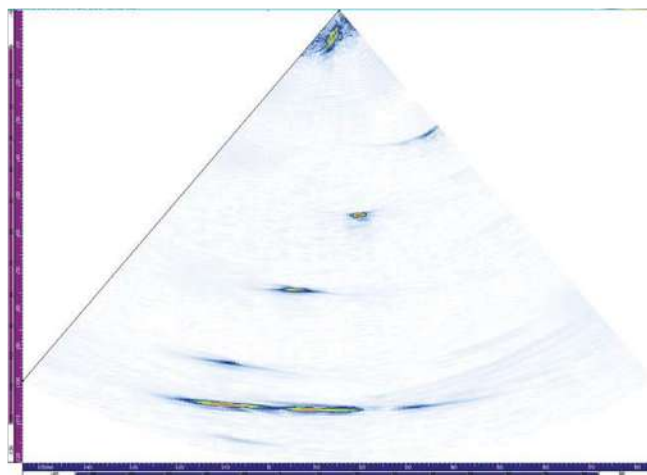


Figura 2.21 Ejemplo de S-scan.

El S-scan es único de equipos de arreglo de fases y puede ser de onda longitudinal o de onda transversal, de contacto, inmersión, o montado sobre una zapata. En un escaneo lineal, todas las leyes focales emplean un ángulo fijo con la secuencia de apertura. El S-scan, por otro lado, utiliza aberturas fijas y se dirige a través de una secuencia de ángulos. Existen dos formas típicamente usadas. La más conocida son las imágenes médicas, utiliza una zapata de interfaz de cero grados para dirigir las ondas longitudinales, creando una imagen en forma de pastel que muestra defectos laminares y ligeramente en ángulo (Fig. 2.22) [43, 45].

La segunda forma emplea una zapata para el incremento del ángulo de incidencia del haz para generar ondas de corte, más comúnmente en ángulos de refracción en un rango de 30 a 70 grados. Esta técnica es similar a la inspección convencional de haz angular (Fig. 2.23), excepto que este haz barre a través de un rango de ángulos determinados por la zapata. Como con el escaneo sectorial lineal, la presentación es una imagen en sección transversal de la zona inspeccionada de la pieza de prueba [43].

La generación de la imagen real funciona sobre el mismo principio de apilado A-scan. Se define el ángulo inicial, final y el paso de resolución para generar la imagen S-Scan. Observe que la apertura se mantiene constante, cada ángulo definido genera un haz que corresponde con las características definidas por la apertura, la frecuencia, y la amortiguación. La respuesta del frente de onda de cada

ángulo (leyes focales) se digitaliza en código de colores, y se representa en el ángulo correspondiente para la construcción de una imagen de corte transversal [43].

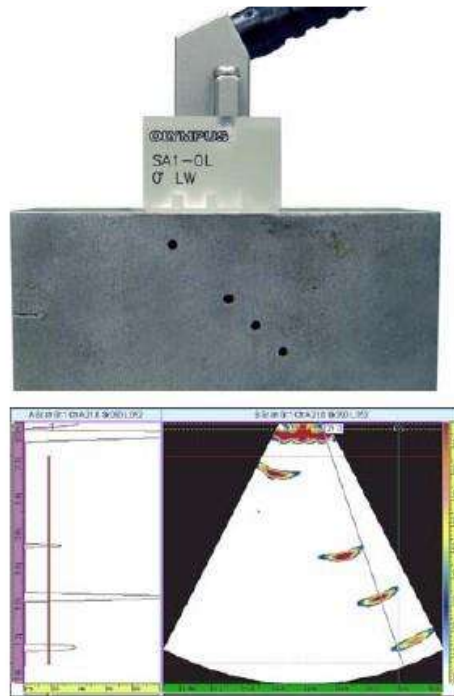


Figura 2.22 Apertura de barrido de -30° a $+30^\circ$ S-scan [43].

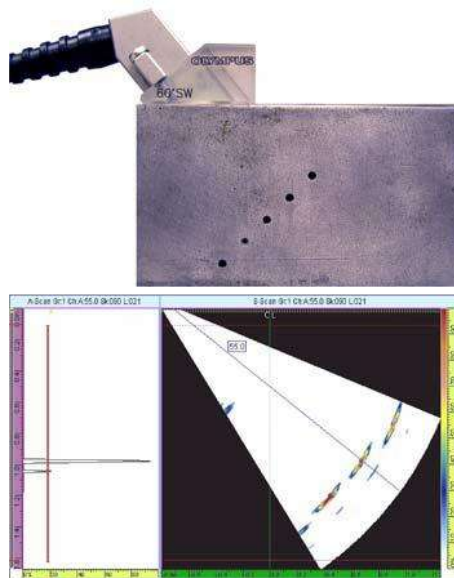


Figura 2.23 S-scan en un rango de grados de 30 a 70 [43].

2.4.1.5.3 Combinación de formato de presentación.

Las imágenes de arreglo de fases son poderosas en su capacidad para proporcionar la visualización de datos volumétricos en tiempo real. Mediante el proceso de barrido electrónico, la formación de imágenes es en tiempo real y se usa en sistemas manuales y automáticos para aumentar la probabilidad de detección. Especialmente en instrumentos de arreglo de fases automatizados, la capacidad de mostrar varios tipos de imagen y almacenar la información de la forma de onda para toda la inspección, que permite el análisis de los resultados de la inspección post-escaneado. Debido a que todos los datos de forma de onda ultrasónica se recogen, este análisis posterior permite la reconstrucción de escaneos S-scan, C-scan, y / o B-scan con A-scan, con la información en cualquier lugar de inspección. Por ejemplo, la pantalla de la Fig. 2.24 muestra simultáneamente la forma A-scan de onda, una S-scan, y el plano C-scan de la imagen del perfil de soldadura [43].

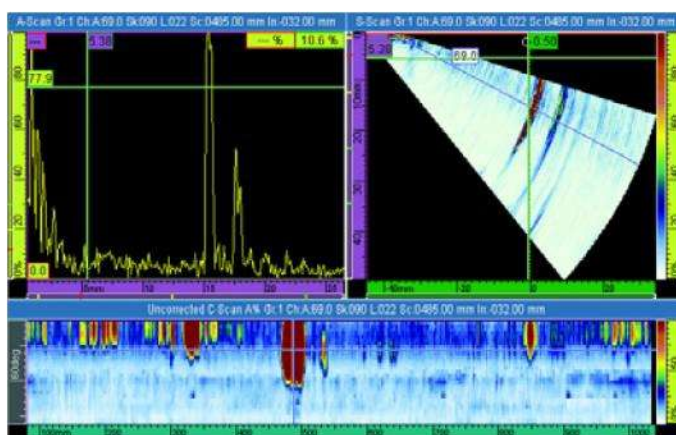


Figura 2.24 Formato de Imagen Múltiple [43].

2.4.1.6 Interacción del haz ultrasónico con la microestructura del material

El ultrasonido es una evaluación no destructiva, que es una herramienta sensible no solo a la detección de defectos y a la evaluación de componentes industriales y de estructuras, sino también a la caracterización de la microestructura, propiedades mecánicas, textura y a la historia termomecánica de los materiales [47, 48]. Esto es posible gracias a la interacción de las ondas ultrasónicas con los precipitados macro, micro y submicroscópicos, debido a la cercana asociación de las ondas ultrasónicas con las propiedades elásticas e inelásticas de los materiales, la disponibilidad de muchos modos de vibración y la selección de la frecuencia de las ondas ultrasónicas de un amplio rango, el entendimiento básico de la propagación de las ondas

ultrasónicas y los mecanismos de dispersión en sólidos, y la libre accesibilidad del mejoramiento de las tecnologías en los transductores y en la instrumentación [47].

2.4.1.7 Relaciones entre las velocidades de propagación del sonido y las propiedades mecánicas del material.

Las velocidades de propagación del sonido y las propiedades mecánicas de un material se pueden relacionar para conocerlas velocidades de propagación de los distintos tipos de onda en un material dado.

Las distintas velocidades de propagación del sonido dependen del tipo de onda y son:

La velocidad longitudinal, la velocidad transversal y la velocidad superficial.

Cálculo de la velocidad longitudinal (c_L).

$$c_L = \left[\left(\frac{E}{\rho} \right) \times \frac{(1-\mu)}{(1+\mu)(1-2\mu)} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2.4)$$

Cálculo de la velocidad transversal (c_T).

$$c_T = \left[\left(\frac{E}{\rho} \right) \times \left(\frac{1}{2(1+\mu)} \right) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2.5)$$

Cálculo de la velocidad superficial (C_S)

$$c_L = \left(\frac{0.87 + 1.12\mu}{1 + \mu} \right) \left[\left(\frac{E}{\rho} \right) \times \frac{1}{2(1+\mu)} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2.6)$$

Donde:

E : es el módulo de elasticidad.

ρ : es la densidad.

μ : es el coeficiente de Poisson [49]

2.4.1.8 Velocidad ultrasónica y la anisotropía del material en el arreglo de fases

El conocimiento de la velocidad ultrasónica a través del material bajo prueba es crucial para la producción de imágenes exactas de arreglo de fases. Sin embargo, la dependencia del material y del proceso de soldadura, las soldaduras a menudo pueden exhibir anisotropía significativa debido a los efectos de “la dirección del haz” por ejemplo las desviaciones desde la dirección de propagación de los rayos. Si no se corrigen, estos efectos pueden llevar a la degradación de las imágenes, la ubicación incorrecta de defectos, y las regiones donde el ultrasonido no puede propagarse. Métodos de corrección de estos defectos pueden ser computacionalmente costosos, tal como, en la práctica industrial tiende a asumir un perfil de velocidad isotrópica inevitablemente conduce a la reducción de rendimiento de la inspección y la capacidad de detección de defectos [50].

Las aberraciones asumidas en los frentes de onda transmitidos y recibidos en los campos ultrasónicos se pueden introducir cuando se acopla con una superficie geométrica desconocida. Las aberraciones también se pueden introducir por inhomogeneidades desconocidas dentro del medio, tales como variaciones espaciales en la velocidad de propagación, por ejemplo, dentro de inhomogeneidades y anisotropía en la soldadura del material. Estas aberraciones pueden resultar en un desenfoque y una reducción en la calidad de la imagen a menos de que se pueda estimar y corregir [51].

La degradación de las imágenes de arreglo de fases debido a la propagación a través de materiales anisotrópicos representa un problema significativo para la ingeniería industrial. Si la distribución de la anisotropía es conocida, se pueden usar algoritmos de trazo de rayos (*ray-tracing*) para predecir la trayectoria del sonido a través del material y por tanto corregir los componentes anisotrópicos de la imagen [50].

La detección ultrasónica y el dimensionamiento de defectos en soldaduras de aceros auténticos es difícil debido a la anisotropía y la inhomogeneidad de las propiedades del material en la soldadura. Esto permite a la desviación de los haces ultrasónicos, y esto resulta en errores en la interpretación de las señales y las imágenes de arreglo de fases [46].

La propagación del ultrasonido en materiales anisótropos no homogéneos es difícil examinar debido a la dependencia direccional de las propiedades elásticas. Las herramientas de simulación juegan un papel importante en el desarrollo de técnicas de ensayo avanzadas de ultrasonido confiables para la inspección de materiales anisótropos particularmente en materiales con revestimiento austenítico, soldaduras austeníticas y soldaduras disímiles [52].

En componentes industriales de procesos químicos, petroquímicos y en la industria nuclear están hechos de acero inoxidable. La detección de defectos en la soldadura de acero inoxidable con textura y estructura dendrítica, utilizando pruebas de ultrasonido plantea una gran dificultad debido a la mala relación señal-ruido de las señales ultrasónicas. El ruido debido a la dispersión de grano domina la señal correspondiente a un defecto [53].

2.4.1.9 Ley de Snell y cálculo de los ángulos críticos de incidencia

Cuando un medio sólido refracta una onda ultrasónica, entonces ésta se descompone en dos ondas refractadas en el medio refractante una producida por la velocidad longitudinal de la onda y la otra producida por la velocidad transversal de la onda ultrasónica en el medio refractante. Cada una de estas ondas tiene diferente velocidad y diferente ángulo de refracción. En la mayoría de las ocasiones, para simplificar la inspección de cuerpos sólidos es conveniente eliminar la onda longitudinal y transmitir exclusivamente la onda transversal [49].

Si los dos tipos de ondas refractadas están presentes al mismo tiempo en el material de inspección, con las técnicas actuales de inspección ultrasónica es casi imposible evaluar acertadamente una discontinuidad, porque no se puede distinguir con qué onda se detectó dicha discontinuidad. Para asegurarse que sólo exista uno de los dos tipos o modos de propagación de la onda. Esto se logra al calcular los ángulos críticos de incidencia. Estos se calculan a partir de las leyes de Snell [49].

La ley de Snell rige el comportamiento de las ondas ultrasónicas cuando al propagarse en medio se reflejan y se refractan, además establece que el ángulo de refracción es proporcional al ángulo de incidencia y a la relación de las velocidades de transmisión en los medios, incidente y refractor y se aplica para calcular los ángulos críticos de incidencia de una onda ultrasónica (ver Fig. 2.25) [49].

El primer ángulo crítico de incidencia es aquel en el que el ángulo de refracción de la velocidad longitudinal es igual a 90° respecto a la normal. Esto provoca que solo se transmitan las ondas producidas por la velocidad transversal y las ondas de la velocidad longitudinal no penetren el material a inspeccionar [49].

El segundo ángulo crítico de incidencia es aquel en el que el ángulo de incidencia provoca que el ángulo de la onda refractada sea de 90° con respecto a la normal. En este caso las ondas producidas por la velocidad transversal son totalmente refractadas y no penetran el material. Esto provoca que solo se transmitan ondas producidas por la velocidad superficial y todas las ondas producidas por la velocidad transversal se convierten en ondas superficiales [49].

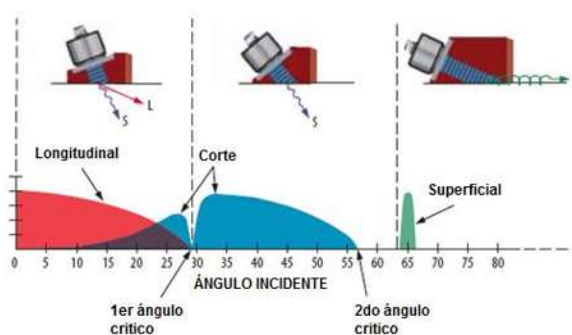


Figura 2.25 Ley de Snell.

2.4.1.10 Inspección por medio de arreglo de fases

Un transductor de arreglo de fases puede reemplazar varios transductores estándar con la ventaja especial de una mejor sensibilidad o detectabilidad del defecto debido al mayor número de ángulos de incidencia. La técnica de arreglo de fases puede ser considerada como el estado actual de la técnica de las inspecciones automatizadas de ultrasonido. La mejor sensibilidad se puede lograr por medio de mediciones de escaneo de sectorial (S-scan). Un escaneo sectorial produce una imagen que muestra una rebanada a través del objeto que está siendo inspeccionado (Fig. 2.26). El ángulo de barrido del pulso de la onda longitudinal se muestra en la Fig.2.26 a y es entre -70° y $+70^\circ$ con un incremento de 2° . Cada rayo que se ve en la Fig.2.26 a representa un A-scan de un transductor con un tamaño de abertura equivalente a la abertura del arreglo y el ángulo correspondiente de incidencia. Por lo tanto, la dimensión de enfoque en el extremo del campo

cercano que determina la sensibilidad de resolución no se mejoró en comparación con transductores de un solo elemento estándar, incluso cuando la imagen procesada de la Fig. 2.26 b [54].

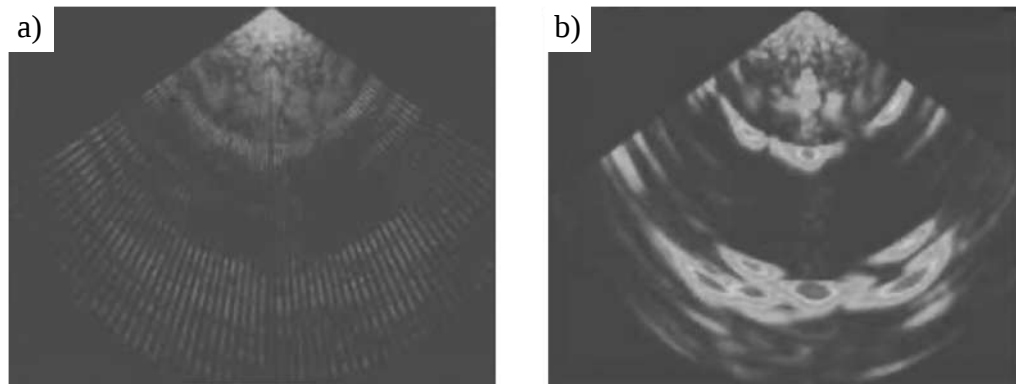


Figura 2.26 Escaneo sectorial (S-scan) de arreglo de fases: (a) imagen de rayos (A-scan) y (b) imagen procesada (S-scan) [54].

El arreglo de fases puede proporcionar imágenes de alta resolución del interior de objetos sólidos para la detección y caracterización de defectos, como lo son grietas e inclusiones. Sin embargo, el acoplamiento de un arreglo rígido convencional con una probeta puede dificultarse cuando la superficie no es plana, por ejemplo, en la sobremonta de la soldadura, componentes moldeados, o tubería. Una solución a este problema es acoplar el arreglo con el espécimen por medio de un intermediario, por ejemplo, inmersión en un fluido [51].

2.4.1.11 Resolución de las imágenes de arreglo de fases

En ultrasonido, la sensibilidad depende en gran medida de la energía de las ondas ultrasónicas reflejadas de los defectos. En la construcción de imágenes ultrasónicas hay algunos factores que determinan la resolución; la resolución axial se determina principalmente por la duración del pulso y la resolución lateral se determina por el tamaño lateral del haz transmitido y el método de recepción. En la recepción de las ondas ultrasónicas con palpadores, la señal recibida puede ser enfocada por un control de retardo de tiempo. Las leyes que forman el haz recibido son inversas a las leyes que forman el haz de transmisión [44].

El haz construye líneas de escaneo para cada ángulo de señales ultrasónicas recibidas por los elementos del arreglo. Luego la imagen de escaneo sectorial (S-scan) se construye representando la variación de la intensidad de las líneas escaneadas con un gradiente de brillo [44].

En la inspección ultrasónica la sensibilidad depende de la energía de las ondas ultrasónicas que se reflejan de los defectos. Un método simple de aumentar la energía ultrasónica reflejada es aumentar la energía transmitida, mientras que las señales del ruido usualmente aumentan juntas. Otro método es enfocar en haz al defecto. En este caso, por el contrario, la intensidad de haz ultrasónico golpea a un defecto se incrementa y la energía reflejada se hace más grande sin cambiar la potencia de transmisión, mientras que las señales del ruido de la zona fuera de foco disminuyen [44].

2.4.1.12 Arreglos lineales.

Los arreglos lineales son los más comúnmente usados para los palpadores de arreglos de fases para aplicaciones industriales. Sus principales ventajas son:

- Fácil diseño
- De fácil manufactura
- Fácil programación y simulación
- De fácil aplicación con zapatas, de contacto directo, y de inmersión
- De relativo bajo costo.
- Versátiles

Las características de los arreglos lineales son los siguientes:

Apertura activa (A): es la longitud activa total del palpador. La longitud de la apertura está dada por la siguiente formula (ver Fig. 2.27) [45].

Apertura activa efectiva (A_{eff}): es la apertura proyectada a lo largo de los rayos refractados (ver Fig. 2.27) [45].

Apertura activa mínima (A_{min}): es la apertura activa mínima que se obtiene enfocando al máximo el ángulo refractado [45].

Apertura pasiva (W): es la longitud del elemento o el ancho del palpador (ver Fig. 2.28). La apertura pasiva recomendada se determina por la frecuencia del palpador y el rango de profundidad focal. La apertura pasiva contribuye a la sensibilidad y dimensionamiento de la longitud del defecto. La máxima eficiencia para palpadores de arreglo lineal se obtiene con $W_{pasiva} = A$

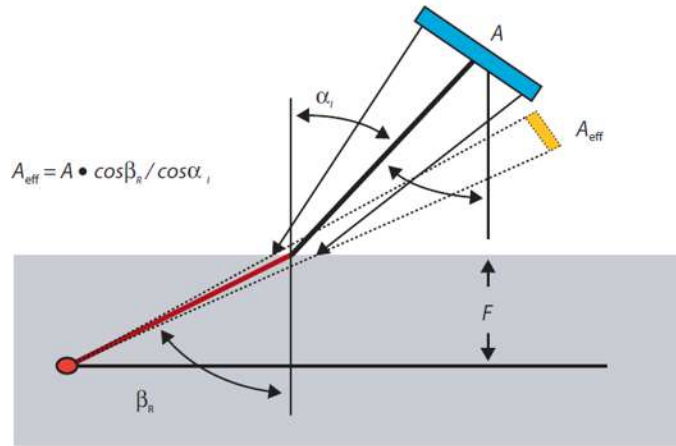


Figura 2.27 Definición de apertura efectiva.

Distancia entre centros de elementos (p): es la distancia entre los centros de dos elementos adyacentes (ver Fig. 2.28). Espacio entre elementos (g): es el espacio entre dos elementos adyacentes. Ancho de elementos (e): es el ancho de un elemento del palpador. Tamaño máximo del elemento (e_{max}): es el ancho de un solo elemento del palpador, y depende del máximo ángulo refractado.

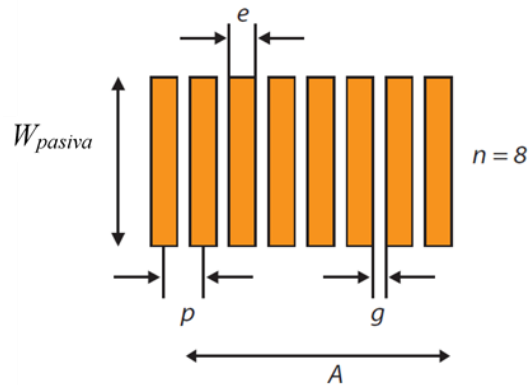


Figura 2.28 Apertura activa y pasiva.

Rango de barrido (α_s) es la diferencia entre el ángulo máximo refractado y el mínimo del haz enfocado en la probeta (ver $\Delta\beta$ en la Fig. 2.29) [45].

La sección transversal del haz, el cual es circular a la incidencia normal, se convertirá en elíptica a ángulos de refracción altos. Las dimensiones del haz dependen de las aperturas activa y pasiva [45].

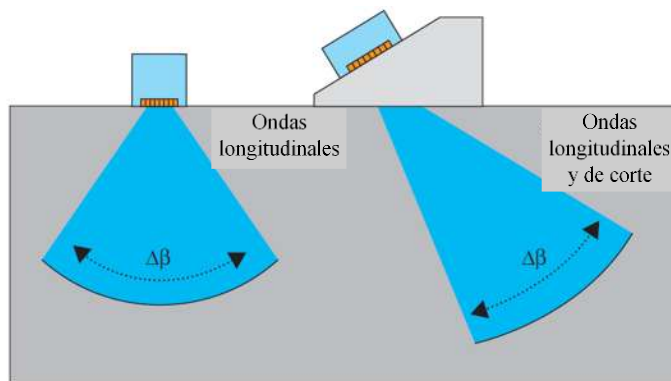


Figura 2.29 Definición de rango de barrido para inspección de contacto directo (onda longitudinal) y con zapata (onda longitudinal/transversal) [45].

2.4.1.13 Zapatas.

Los palpadores de arreglo de fases son ensamblados con una zapata plástica. Las zapatas son usadas para aplicaciones de ondas longitudinal y de corte, incluyendo el escaneo lineal. Las zapatas mejoran el acoplamiento de la energía del sonido desde el palpador a la pieza de prueba de tal manera que hay una conversión modo y/o se refracta en un ángulo deseado de acuerdo con la ley de Snell (zapata angular) y se usa de igual manera en los sistemas de arreglo de fases como en la detección convencional de fallas (ultrasonido convencional). Mientras que en los sistemas de arreglo de fases se utiliza un haz direccionado para crear haces a múltiples ángulos desde la zapata, este efecto de refracción es también parte del proceso de generación del haz. Las zapatas para ondas transversales se ven muy similares a las usadas en los transductores convencionales, y como las zapatas convencionales hay muchos tamaños y estilos. Las zapatas de grado cero (rectas) son básicamente bloques de plástico plano que se usan para acoplar la energía del sonido y para proteger la cara del palpador de rasguños o abrasión en escaneos lineales [43].

2.4.1.14 Detección de discontinuidades con haz angular

El haz angular se usa para inspeccionar materiales que tienen una configuración geométrica tal que hace muy difícil o complicado el uso de palpadores de haz recto. La selección del ángulo de refracción consiste en elegir el ángulo con el que el haz ultrasónico se debe refractar; y que depende del espesor del material a inspeccionar. El espesor del material a inspeccionar es importante porque depende la distancia de la trayectoria en “V” y la distancia de rastreo que el palpador debe recorrer [49].

La determinación del punto índice de emisión del haz consiste en localizar y marcar el punto exacto de la salida del haz ultrasónico en el palpador. La calibración de la distancia de recorrido consiste en ajustar la escala horizontal de la pantalla para poder conocer la distancia recorrida por el haz angular durante la inspección, además de conocer la posición y profundidad a la que se encuentran las indicaciones [49].

2.4.1.15 Condición de la superficie del material

Antes de realizar la inspección sobre una determinada muestra se debe estudiar el acabado superficial, rugosidad de la superficie, curvatura de la superficie, y dependiendo de todo ello, el tipo de acoplante, diámetro y frecuencia del transductor a utilizar [55].

Cuando la superficie de exploración presenta cascarilla por oxidación o cualquier tipo de recubrimiento, puede dar lugar a una disminución de la presión acústica debido a la falta de adherencia entre el material base, y la cascarilla. [49].

Se supone una superficie muy rugosa, con valles (depresiones de la superficie), y crestas (protuberancias de la superficie). Los valles están rellenos de acoplante, donde la velocidad de la onda acústica es menor que en las crestas o protuberancias que son metal. Las ondas después de atravesar la capa rugosa se encuentran en distinta fase, lo que produce: una disminución en la transmisión de la presión acústica; aumenta el ancho de la zona muerta; cambios en la dirección del haz; y aparición de ondas parásitas superficiales. También el estado superficial de la cara opuesta a la de exploración puede influir de una forma determinante en la interpretación de señales en pantalla. Si la rugosidad es muy grande puede hacer que el eco de fondo sea fuertemente amortiguado, y no aparezca en la pantalla, y dando lugar a un error en la determinación del tamaño de una discontinuidad, ya que podemos deducir que la discontinuidad es de tal tamaño, que corta totalmente el haz [55].

2.4.1.16 Inspecciones en probetas con radio.

Los cálculos de las leyes focales se vuelven inexactos debido a la curvatura del componente y las variaciones del acoplante debajo de la zapata. Esto es causado por la velocidad acústica en los medios de acoplamiento líquido que es aproximadamente un cuarto de la velocidad de los aceros, así los tiempos de retardo calculados para un óptimo enfoque se puede ver comprometido.

Perfilando la zapata para acoplarse a la curvatura de la probeta será beneficioso; sin embargo, esto requiere recalcular las leyes focales tomando en cuenta la nueva geometría del perfil de la zapata con el fin de cumplir satisfactoriamente el enfoque deseado [45].

Pruebas en probetas con radio (tubería y cilindros) por contacto o inmersión requiere configuraciones especiales.

Se recomienda, para inspecciones por contacto, que si la superficie de contacto no tiene la longitud de la zapata (L_{zapata}) corresponde a la siguiente relación:

$$R_{probeta} > \frac{L_{zapata}^2}{4} \quad (2.7)$$

La altura práctica entre los extremos de la zapata y la probeta debe ser menor que 0,5 mm. Las zapatas deben proveer suficiente área de contacto para generar un haz refractado consistente en la probeta. Para superficies convexas, típicamente el acoplante se escapará, y el valor de 0.5 mm es un valor practico aproximado [45].

La trayectoria del haz ultrasónico y el ángulo reflejado en la superficie interior cambia al realizar una inspección ultrasónica de soldadura de costura axial (Fig. 2.30) donde D es el diámetro exterior de la tubería [45].

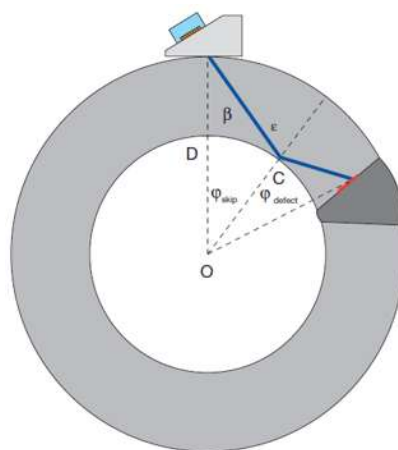


Figura 2.30 Examinación ultrasónica de una soldadura axial en una tubería [45].

$$\beta_{\max} = \text{sen}^{-1}\left(1 - \frac{t}{2D}\right) \quad (2.8)$$

Donde $\beta_{\max}$ es el ángulo máximo refractado.

2.4.1.17 Factores que tomar en cuenta para la inspección

El problema común en la inspección con arreglo de fases, la localización del arreglo, el modo de propagación, el método de acoplamiento, el tamaño del arreglo, el número de elementos, son consideradas variables de decisión. El problema para determinar la inspección, la amplitud de la señal en la imagen, la relación ruido-señal pueden considerarse como funciones objetivas mientras que para un problema estocástico, un parámetro probabilístico como lo son el promedio, la media, el mínimo, o la probabilidad acumulativa sobre un umbral para la señal de amplitud o la relación ruido-señal puede ser considerado como una función objetiva. Estas funciones objetivas serán elegidas dependiendo el propósito de la inspección (detección, caracterización, o ambas), y dependerán de la geometría del componente, las propiedades del material, el tipo de defectos, la localización, y la orientación. Algunos de estos parámetros pueden ser conocidos y bien definidos mientras que algunos otros pueden ser inciertos [40].

2.4.2 Principio del efecto termoeléctrico.

Considere un circuito abierto B/A/B compuesto por dos metales A y B (ver Fig. 2.31). Si la diferencia de temperatura ΔT se crea entre las dos juntas del circuito A/B, una diferencia de voltaje ΔV aparece entre los dos segmentos B. El PTE S_{AB} del circuito, también es conocido como coeficiente Seebeck, se define como:

$$S_{AB} = \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (2.9)$$

S_{AB} , se refiere como el PTE relativo del metal A con respecto al metal B, y es la diferencia entre el PTE absoluto de ambos metales: $S_{AB} = S_A^* - S_B^*$ [56].

Los dos bloques de referencia son mantenidos a una temperatura T y $T + \Delta T$ (generalmente $T = 15$ °C y $\Delta T = 10$ °C). El PTE relativo se da para la temperatura media de la muestra ($T + \Delta T/2 = 20$ °C). Cada medición toma cerca de un minuto (tiempo necesario para obtener un perfil de

temperatura estacionaria dentro de la muestra). Para muestras homogéneas, el PTE es independiente de la forma y tamaño de la muestra, el cual es una ventaja notable de esta técnica comparada con la técnica de medición de resistividad, también usada en metalurgia. Para materiales heterogéneos (heterogeneidades macroscópicas) la situación es más compleja y requiere de un análisis específico para tratar los resultados [56, 57].

Es importante tener en cuenta que la medición de PTE también se puede lograr en los materiales a utilizando el dispositivo de potencial termoeléctrico de punta caliente [56].

Con un circuito de este tipo, se aplica un gradiente de temperatura y se mide la diferencia de voltaje que permite la estimación relativa del PTE. [56].

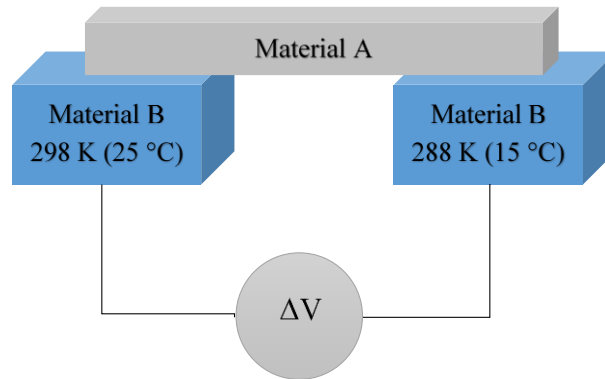


Figura 2.31 Principio de la medición de PTE: dos juntas se mantienen a dos temperaturas diferentes T y $T+\Delta T$ dentro de un circuito B/A/B. El potencial termoeléctrico (PTE), o coeficiente Seebeck, es la relación de la diferencia de potencial generada ΔV sobre el gradiente de temperatura ΔT [56].

2.4.2.1 Fenómenos que componen al PTE.

Desde el punto de vista teórico, el PTE de los materiales metálicos deriva de la contribución de dos componentes. En primero, la contribución del arrastre de fonones, es debido a la interacción entre los electrones con los fonones del cristal. La mayoría del tiempo, esta interacción es dominante a bajas temperaturas con una temperatura máxima cercana a la quinta parte de la temperatura de Debye (θ_D). Para temperatura altas $T > \theta_D$, tal interacción puede ser despreciable. La segunda, la contribución de la difusión al PTE es la más importante a temperatura ambiente. Esta es el resultado de la interacción de los electrones con el cristal y sus defectos [58].

2.4.2.2 Difusión de portadores de carga

Los portadores de carga en los materiales (electrones en metales, electrones y huecos en los semiconductores, iones en los conductores iónicos) se difundirán cuando un extremo de un conductor está a una temperatura diferente del otro. Portadores calientes se difundirán desde el extremo caliente al extremo frío, pues hay menor densidad de portadores calientes en el extremo frío del conductor. Portadores fríos se difundirán desde el extremo frío al extremo caliente por la misma razón.

En un sistema donde ambos extremos se mantienen a diferencia constante de temperatura (una corriente constante de calor de un extremo a otro), existe una difusión constante de portadores. Si la razón de difusión de portadores calientes y fríos en direcciones opuestas es igual, allí no habría un cambio neto en la carga. Pero, la difusión de carga se dispersa con impurezas, imperfecciones, y vibraciones de la red cristalina (fonones). Si la dispersión depende de la energía, los portadores calientes y fríos se difundirán a razones diferentes. Esto crea una densidad mayor de portadores a un extremo del material, y la distancia entre las cargas positivas y negativas produce una diferencia de potencial; un voltaje electrostático [9].

2.4.2.3 El PTE absoluto de materiales.

Los efectos termoeléctricos de un material están asociados con el flujo de electrones que ocurre cuando el material es sujeto a un gradiente de potencial electroquímico o a un gradiente de temperatura [59].

El PTE absoluto de una aleación este considerado como la resultante que asocia al PTE de la interacción de los electrones y los fonones con todos los centros dispersivos. La difusión electrónica se debe a una distribución aleatoria de centros dispersivos producen un PTE difusional que se denota como S_d , que es la contribución dominante en el PTE a altas temperaturas y que varía linealmente con la temperatura. En el caso de la interacción entre la conducción de electrones con la porción de los fonones distribuidos fuera del equilibrio, Se referirá a la contribución denominado por arrastre de fonones al PTE como S_g . Esta contribución es importante a bajas temperaturas y tiene un máximo alrededor de una quinta parte de la temperatura Debye del material. A temperatura ambiente, que es la temperatura a la que las mediciones son hechas, el PTE el principalmente difusional [59].

El PTE absoluto de un metal (S^*) es la suma de dos componentes: $S^* = S_d^* + S_g^*$ donde:

S_d^* Es el componente de difusión el cual está asociado con la dispersión de electrones de conducción y que varía casi linealmente con la temperatura absoluta.

S_g^* Es el componente de red el cual toma en cuenta la interacción entre los fonones y electrones. Por lo tanto, en la mayoría de los casos, el PTE absoluto de un metal puro a temperatura ambiente se debe esencialmente al componente de difusión [56].

2.4.2.4 El PTE y la microestructura del material.

De los modelos electrónicos sólidos, el coeficiente de PTE está influenciado por el contenido de soluto, el contenido de fases, la deformación de la red, los defectos microestructurales y la temperatura. En aleaciones metálicas, el valor y el signo del coeficiente de PTE dependen de las características de las bandas de los electrones cercanas al nivel de energía de Fermi. Durante la aleación, la cantidad de electrones dentro de la banda de conducción cambia la energía de Fermi superficial en el espacio k durante la donación de electrones por las adiciones de átomos de soluto. Los átomos de soluto pueden deformar la red y cambiar el orbital d traslapándolo en los átomos de los metales de transición. El coeficiente de PTE mejora rápida y efectivamente la manera de evaluar las aleaciones envejecidas, el contenido de elementos intersticiales y otros cambios microestructurales que pueden potencialmente conducir a defectos significantes y posibles fallas microestructurales [60].

El PTE absoluto S^* de un material metálico es afectado, a diferentes niveles, por toda la red de defectos (átomos de soluto, dislocaciones, precipitados, etc.) que pueden perturbar las propiedades electrónicas o elásticas del material y posteriormente, inducen una variación en el PTE. Por lo tanto, se puede escribir como sigue:

$$S^* = S_0^* + \Delta S_{ss} + \Delta S_d + \Delta S_{pp} \quad (2.10)$$

Donde S_0^* es el PTE del metal puro (sin defectos) y ΔS_{ss} , ΔS_d y ΔS_{pp} son las variaciones de PTE debido a los elementos en solución sólida (ss), dislocaciones (d) y precipitados (pp) respectivamente [56, 57].

La alta sensibilidad del PTE a defectos cristalinos como lo son dislocaciones y átomos de soluto proporciona una herramienta experimental potente para la caracterización cinética de las transformaciones estructurales que tienen lugar en varias aleaciones. Por lo tanto el PTE ha sido utilizado con éxito para medir el límite de solubilidad del C en el Fe y el contenido de N en aceros muertos con Al, para caracterizar la interacción entre los átomos intersticiales y de sustitución en aceros de baja aleación y el envejecimiento de aleaciones ULC, para el estudio de la secuencia de la precipitación en aleación de Al 6061 [56].

La Fig. 2.32 representa separadamente las diferentes contribuciones que afectan el PTE. Sugiere que las variaciones de PTE en los estudios sobre aceros son principalmente relacionados al incremento en solución sólida del C [61].

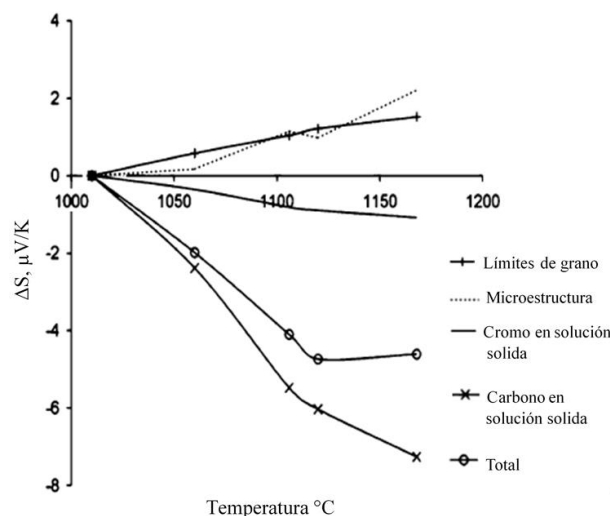


Figura 2.32 Diferentes contribuciones que afectan al PTE [61].

2.4.2.5 PTE y la evaluación de los cambios microestructurales.

Se ha demostrado que las mediciones de PTE tienen el potencial de proveer la información y evaluación de los cambios microestructurales tales como la precipitación y los efectos de los elementos de aleación. Los cambios de PTE causados por el tratamiento térmico de envejecimiento a las aleaciones de Fe-Cu se han medido. El PTE aumenta durante el envejecimiento [62].

Las mediciones del PTE son muy sensibles a la precipitación de pequeñas cantidades de Cu debido al envejecimiento después de un tratamiento térmico de recocido. La precipitación del Cu debido al envejecimiento aumenta el PTE y se puede atribuir al fenómeno en el cual disminuye la cantidad

de Cu en solución sólida. De este comportamiento del PTE y la fracción de volumen precipitado, el Mn suprime la creación de la precipitación de Cu, y el efecto de supresión es relativamente importante a temperaturas de envejecimiento bajas [62].

La medición del potencial termoeléctrico (PTE) de materiales metálicos han sido usados por muchos años para seguir las evoluciones microestructurales. Este parámetro es muy sensible actualmente a las variaciones microestructurales que los materiales pueden someterse. Desde un punto de vista práctico, la medición de PTE es relativamente simple, rápido, y muy preciso, a diferencia de la resistividad (por la medición de la resistencia), es independiente de la geometría de la muestra [63].

Este método de medición es usado para caracterizar la cinética de precipitación del C y N en los aceros, y la cinética de precipitación de Cu en las aleaciones de Al. Si el efecto de los elementos de aleación sobre la medición de PTE ha sido relativamente bien estudiada, no es el caso de la influencia de la presencia de muchas fases en un material metálico sobre el PTE [63].

El PTE se usó para investigar la evolución de la precipitación en acero rolado en caliente con adiciones de Ti, durante diferentes tratamientos de recocido. Microscopía electrónica de transmisión se llevó a cabo en láminas delgadas y réplicas de extracción de C con el fin de probar la sensibilidad de la técnica de energía termoeléctrica [57].

El equipo no da valores absolutos de PTE de la muestra (representado como S^*) pero si un valor relativo (representado como S) en comparación con el PTE del hierro (representado como S_0^* a 293 K (Fig. 2.33) [57].

El valor medido de S se ve afectado, a diferentes niveles, por los diferentes tipos de “defectos” presentes en la red de hierro (átomos de soluto en solución sólida, precipitados y dislocaciones). Para un estado microestructural del acero estudiado a una temperatura dada, se puede considerar, como en el caso de resistividad eléctrica (o de la conductividad térmica), que las diferentes contribuciones a la señal medida se pueden añadir [57].

Los elementos presentes en solución sólida son puntos de dispersión para los electrones y los fonones y generalmente tienen una influencia fuerte sobre el valor del PTE, dependiendo de su

naturaleza. Sin embargo, se debe notar que no se conoce el efecto sobre el PTE de todos los elementos presentes en solución sólida en los aceros estudiados [57].

En lo que se refiere a las dislocaciones, se ha establecido claramente que disminuyen el PTE del hierro puro y con una disminución de la densidad de dislocaciones en el material induce a un aumento en el valor del PTE debido a las dislocaciones [57].

En el diagrama de la Fig. 2.33 se observa el efecto sobre el valor del PTE debido a la evolución de la densidad de dislocaciones y que debido a los elementos de aleación en solución sólida de un acero tratado térmicamente o deformado plásticamente [57].

A partir del diagrama de la Fig. 2.33, parece que las evoluciones del PTE de un tratamiento térmico en un acero o deformado plásticamente son propensos a mostrar y seguir más o menos cuantitativamente las etapas de precipitación o disolución y las etapas de endurecimiento por trabajado o recuperación por recristalización del material [57].

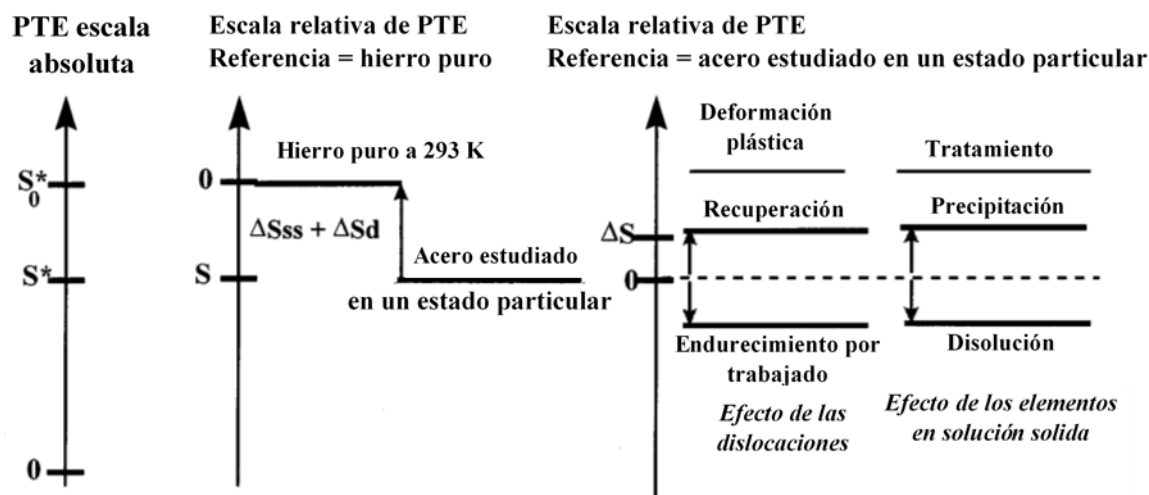


Figura 2.33 Diagrama que muestra las modificaciones del PTE inducidos por un tratamiento térmico o por una deformación plástica en una muestra. También están representadas las escalas absolutas y relativas PTE.

Crussard y Aubertin demostraron que los átomos de soluto y las dislocaciones tienen un fuerte efecto sobre el PTE de los metales, que podría servir como una forma de investigar la cinética de precipitación, la segregación y recuperación [56].

Los precipitados es probable que tengan un efecto intrínseco sobre el PTE. Este efecto fue experimentalmente bien establecido, particularmente en el caso de aleaciones de Al, incluso si no se entiende completamente. En el caso de las aleaciones de Al-Cu, se demostró claramente que los precipitados incoherentes gruesos no tienen ningún efecto sobre el PTE, mientras que los precipitados coherentes y semicoherentes tienen una fuerte influencia. Estos resultados pueden explicarse fácilmente por el hecho de que los precipitados incoherentes no inducen tensiones internas en la matriz que pueda perturbar la red y por lo tanto actuar como huecos en la matriz con poca influencia en el PTE. Durante la formación de estos precipitados, las variaciones del PTE están ligadas esencialmente a la disminución en el contenido de elementos de aleación en la solución sólida. En contraste, los precipitados coherentes y semicoherentes inducen tensiones elásticas en la red y por lo tanto modifican el PTE. Se observó que esta modificación depende del tamaño, la naturaleza, la morfología y el volumen de los precipitados [57].

2.4.2.6 Efecto de los defectos cristalinos sobre el PTE.

En la mayoría de las aleaciones metálicas, las dislocaciones tienen un efecto sobre el PTE. Por ejemplo, en el caso del hierro y sus aleaciones a temperatura ambiente. Las dislocaciones reducen el PTE. Algunos estudios experimentales muestran en general, que los precipitados no coherentes tienen un efecto despreciable sobre el PTE si su fracción de volumen es bajo (menor del 10 %). Los primeros *clusters* de átomos o pequeños precipitados tienen un efecto sobre el PTE de un metal. Este efecto depende de su naturaleza, tamaño, la morfología y la fracción de volumen de los precipitados. Sin embargo, no hay una regla general para la predicción de este efecto [58].

A baja temperatura, la recuperación y la precipitación de los átomos intersticiales tales como el C y el N son generalmente responsables de la evolución del PTE. Ambos fenómenos se asocian al aumento en el PTE [58].

Los efectos de esfuerzo del envejecimiento sobre aceros perlíticos fueron seguidos por la técnica de PTE. Debido a su alta sensibilidad a los átomos en solución sólida, el PTE permite una caracterización fina y precisa de la evolución microestructural. Este estudio pone de manifiesto la ocurrencia de la disolución de la cementita desde una deformación real de 1.5 que permite un aumento en el contenido de los átomos de C en la solución supersaturada. El retorno de la microestructura a un estado termodinámico más estable hizo énfasis en el aumento de los valores

de PTE durante los tratamientos de envejecimiento entre 20 y 200 °C. la equivalencia del tiempo y la temperatura establecida por la ley Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov destaca la existencia de dos mecanismos estáticos de envejecimiento, que pueden definirse de la siguiente forma; un mecanismo a “baja” temperatura debido a la segregación de los átomos de C sobre las dislocaciones y un mecanismo a “alta” temperatura que induce la precipitación de carburos ϵ . Un tercer mecanismo se supone que ocurre a alta temperatura y/o a largos tiempos y podría depender de transformación carburos ϵ en cementita [64].

La variación máxima del PTE refleja la cantidad total de átomos intersticiales que se segregan a las dislocaciones durante el envejecimiento. Si la cantidad de dislocaciones en la es lo suficientemente alta para atrapar todos los átomos intersticiales libres del acero, después la cantidad de átomos segregada corresponde a la cantidad de átomos intersticiales libres [65].

Los precipitados tienen un efecto sobre el PTE si son pequeños y coherentes. Este efecto, ha sido establecido experimentalmente, no es completamente entendido. Diferentes estudios muestran que este efecto depende del tipo, tamaño, morfología y fracción de volumen de los precipitados. La señal y amplitud de este efecto puede ser razonablemente relacionado en términos de la dispersión de Bragg por precipitados coherentes. En el caso donde los precipitados son gruesos e incoherentes, se ha observado que no tienen efecto sobre el PTE. Como consecuencia, durante la formación de tales precipitados, las variaciones medidas del PTE son vinculadas esencialmente a la disminución en el contenido de soluto en la solución sólida [66].

Diferentes tipos de defectos presentes en la red modifican el valor medido de PTE. Los elementos de aleación en solución sólida crean nuevos centros de dispersión para los electrones y los fonones. La mayoría de estos elementos bajan el valor del PTE en el hierro, pero algunos lo incrementan. Los esfuerzos coherentes causados por los precipitados coherentes modifican el PTE del material, aunque los precipitados incoherentes gruesos no lo afectan. Las dislocaciones en la matriz o el trabajado en frío disminuyen el PTE y a la inversa la recristalización lo aumenta [67].

Es bien conocido que la recuperación del acero se da a temperaturas en un rango de 350 a 500 °C, pero hay un incremento en el PTE a temperaturas por debajo de los 300 °C, donde no se espera la recuperación. Por lo tanto, solo la segregación a las dislocaciones de los elementos intersticiales C y N se espera a estas temperaturas [68].

Trabajos previos revelan una fuerte influencia de los elementos en solución sólida sobre el PTE, debido a que crean centros de difusión nuevos para los electrones y fonones, y esto concluye que incrementando la cantidad de elementos en solución sólida, incluso a pequeñas cantidades, puede significativamente disminuir el PTE. Además, la precipitación y/o la disolución de los precipitados conducen a cambios en la cantidad de átomos en solución sólida y por lo tanto a las variaciones del PTE [68].

2.4.2.7 Relación del PTE y la dureza durante el envejecimiento.

De la cinética obtenida a diferentes temperaturas de envejecimiento, dos etapas pueden distinguirse sobre la cinética, la primera se asocia con la segregación de elementos intersticiales en solución sólida (C y/o N) a las dislocaciones y la segunda se debe al fenómeno de recuperación [65].

Análisis del PTE obtenido en una aleación Fe-1.4 % Cu. En la Fig. 2.34, la evolución del PTE durante el envejecimiento a 500 °C se compara con medición de la dureza Vickers. Después de un aumento inicial de la dureza (asociado con la nucleación y crecimiento de los precipitados), la dureza pasa a través de un máximo y luego disminuye debido al crecimiento y engrosamiento de los precipitados. Al mismo tiempo, el PTE crece gradualmente de acuerdo a una evolución sigmoideal antes de estabilizarse. Esta evolución del PTE puede atribuirse a la precipitación del Cu [66].

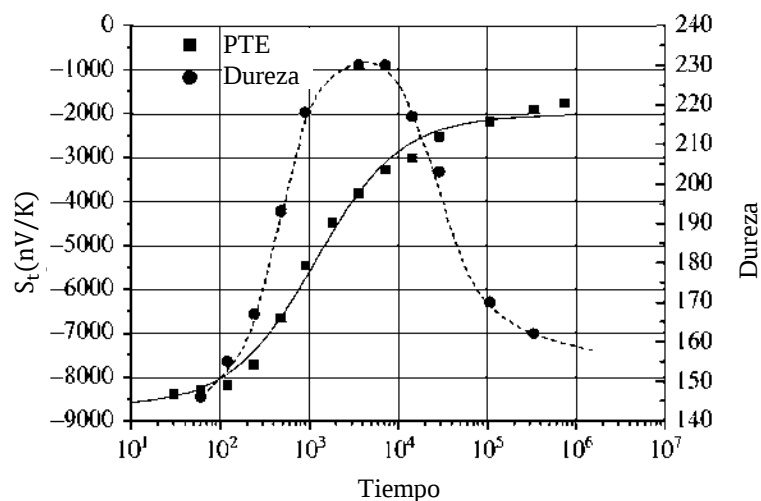


Figura 2.34 Evolución del PTE y la dureza Vickers durante un envejecido isotérmico realizado a 500 °C. la evolución sigmoideal del PTE puede atribuirse a la precipitación del cobre [66].

La microdureza alcanza un valor máximo a cierto tiempo de envejecimiento, pero el valor del PTE decrece continuamente mientras en tiempo de envejecimiento aumenta. Los valores de PTE, aunque disminuyen con el tiempo, muestran diferentes velocidades mientras aumenta el tiempo de envejecimiento. Inicialmente, los valores de PTE disminuyen lento con el tiempo y a bajas temperaturas de envejecimiento, esto muestra una fluctuación natural. En este estado, la microdureza incrementa lentamente. Con tiempos de envejecimiento más largos, la microdureza comienza a aumentar rápidamente y eventualmente alcanza un valor máximo; es interesante observar que el PTE alcanza aproximadamente el mismo valor para la misma temperatura del tratamiento de solución, cuando la microdureza alcanza su valor máximo (ver Fig. 2.35) [69].

Los cambios en los valores de PTE durante el envejecimiento se pueden explicar fácilmente por la teoría de la precipitación. La cantidad de elementos de aleación en solución sólida va disminuyendo y por lo tanto los valores del PTE disminuyen. Sin embargo, lo interesante a destacar es que el valor PTE no solo se limita a disminuir, puede fluctuar en las primeras etapas como se puede ver claramente en las curvas para el envejecimiento a baja temperatura y envejecimiento natural [69].

Los valores de PTE están relacionados a la solubilidad de los elementos de aleación en solución sólida de la matriz de aluminio alfa. La microdureza está relacionada con la dureza por precipitación y el endurecimiento por solución. Sin embargo estas técnicas son “indirectas” y reflejan no solo la precipitación sino también otros cambios microestructurales [69].

La técnica de PTE tiene ventaja sobre la microdureza, ya que la microdureza solo mide en una pequeña área, y si la microestructura no es homogénea, hay una considerable dispersión en los valores de microdureza, mientras que las mediciones de PTE son un volumen “promedio” de valores (tres dimensiones) de propiedades de la muestra [69].

Los valores de PTE y microdureza de la aleación de Al 2024 cambian con el tratamiento de solución. Debajo de la línea de solvus, el PTE y la microdureza aumentan con el aumento de la temperatura del tratamiento de solución. Por encima de la temperatura de fusión, Los valores de PTE y de la microdureza de la matriz de aluminio disminuyen con el aumento de la temperatura del tratamiento de solución [69].

Los valores de PTE cambian con la duración del tratamiento de solución. La técnica de PTE se puede usar para determinar el tiempo óptimo de solución. Los valores de PTE se limitan a disminuir con el tiempo de envejecimiento, pero la microdureza tiene un valor máximo a un determinado tiempo de envejecimiento. Al inicio del envejecimiento, el PTE disminuye lentamente. Cuando la dureza alcanza su valor máximo, el valor de PTE rápidamente disminuye a medida que la microdureza disminuye durante el envejecimiento adicional [69].

Para bajas temperaturas de envejecimiento, a tiempos cortos, los valores de PTE no muestran una disminución regular sino más bien un comportamiento fluctuante esto debido a la formación de precipitados y estos tienen diferentes contribuciones (positivas o negativas) a los valores de PTE [69].

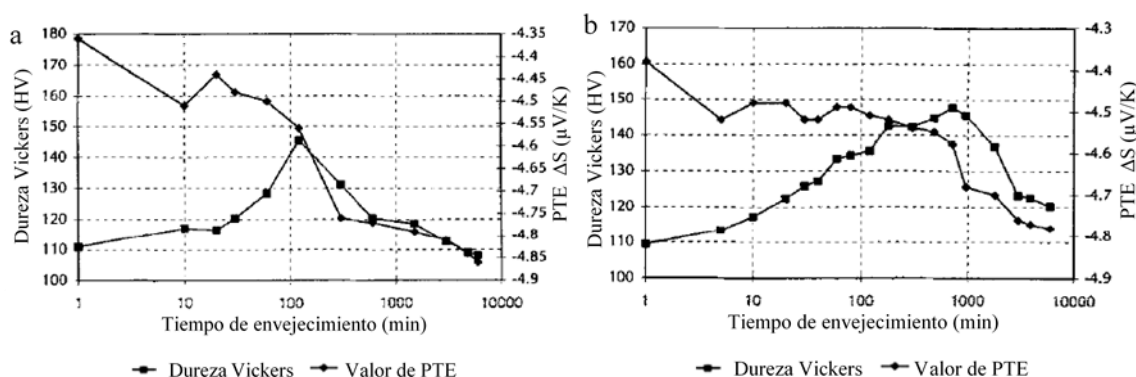


Figura 2.35 Valores de PTE y microdureza de la aleación de aluminio 2024, tratamiento de solución a 480 °C y envejecida, a) envejecimiento a 190 °C, y b) envejecimiento a 170 °C [69].

La microestructura de una aleación se correlaciona directamente a las propiedades, el potencial termoeléctrico proporciona una forma rápida y eficaz para evaluar el envejecimiento de una aleación y los cambios microestructurales que potencialmente pueden conducir a defectos significativos y posibles fallos estructurales. Sabemos que el PTE es una función del comportamiento de la dispersión electrónica, la concentración electrónica, y la masa efectiva de los electrones de la aleación. Los tres factores son influenciados por el contenido de soluto, cambios microestructurales, tratamiento del material, y la transformación de fase dependiente del tiempo (incluyendo el envejecimiento). El análisis de PTE puede ser usado para medir la respuesta potencial de una pequeña perturbación en la temperatura entre dos ubicaciones. Esta pequeña perturbación térmica entre dos ubicaciones sobre la superficie del material hace que el flujo de electrones que resulta de la diferencia de potencial sea medible. La causa y efecto del coeficiente

(coeficiente Seebeck) entre la diferencia de voltaje y la diferencia de temperatura a través de estas dos ubicaciones están dotados de una gran cantidad de información acerca de la aleación. La Fig. 2.36 muestra el perfil del PTE a través de las soldaduras [70].

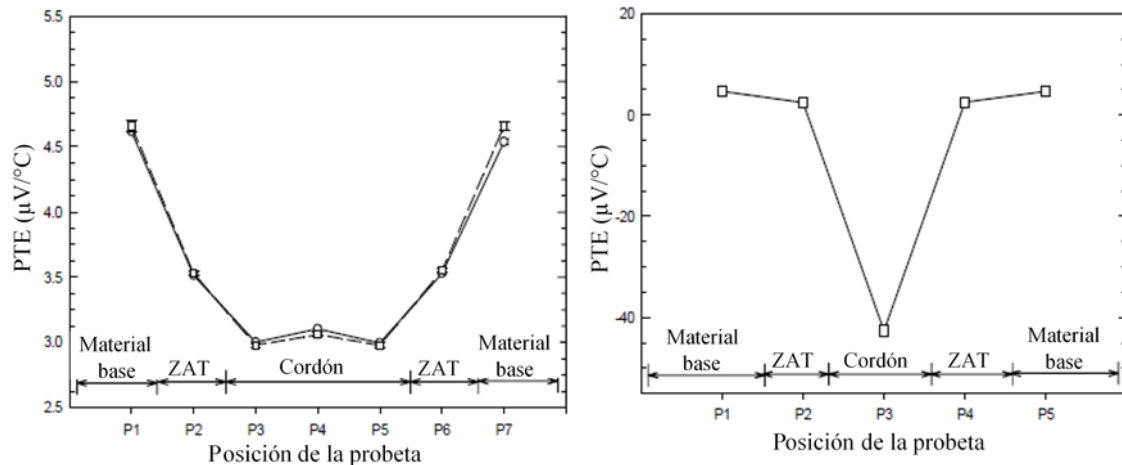


Figura 2.36 Mediciones del coeficiente de PTE a través de las soldaduras para acero HSLA [70].

Los resultados de las mediciones de PTE pueden distinguirse entre la soldadura, la zona afectada térmicamente (ZAT), y el material base [70]. Dado que la dureza es una medida de la resistencia relativa de un material a la penetración y puede ser una indicación cualitativa de la resistencia de un material, la prueba de dureza fue elegida para relacionar las propiedades mecánicas y el coeficiente de PTE. La comparación del coeficiente de PTE y la dureza a través de las soldaduras de acero HSLA se muestran en la Fig. 2.37 [70].

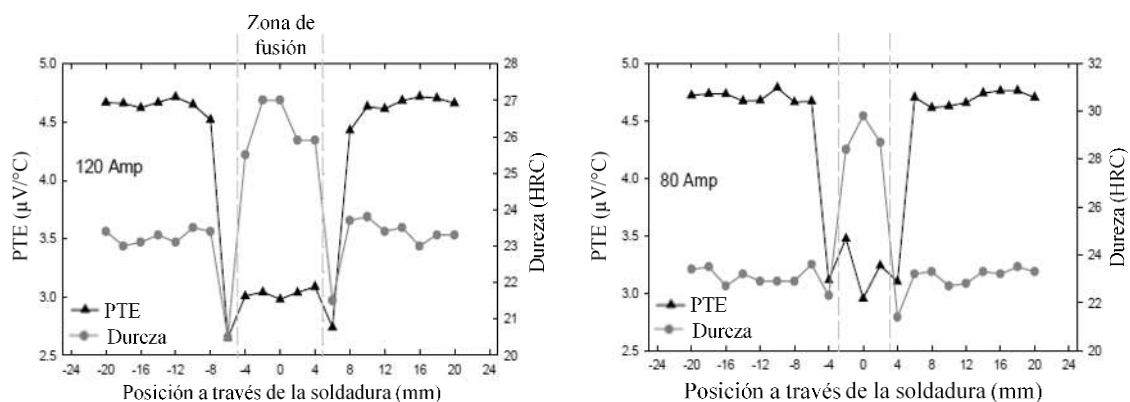


Figura 2.37 Comparación entre el coeficiente de PTE y la dureza a través de la soldadura de un acero HSLA [70].

Los resultados de la dureza y el coeficiente de PTE para el metal base fueron consistentes. La caída repentina de valores tanto para la dureza y coeficiente de PTE se observó en la ZAT. Un cambio más drástico ocurrió en el coeficiente de PTE que en la dureza. Y en el cordón, el valor de la dureza es más alto que en el metal base debido a la velocidad de enfriamiento después de soldar. El coeficiente de PTE del cordón fue más alto que los valores de la ZAT, pero más bajo que el material base [70].

2.4.2.8 Técnica de potencial termoeléctrico.

Las técnicas termoeléctricas convencionales son únicamente sensibles a variaciones intrínsecas del material, pero son básicamente insensibles a efectos geométricos externos como lo son, la forma, tamaño, y calidad de la superficie del espécimen a ser inspeccionado, esencialmente todas las técnicas termoeléctricas (ensayos no destructivos) son basadas en el bien conocido efecto Seebeck que es comúnmente usado en termopares para medir la temperatura en la unión de dos materiales conductores diferentes, idealmente sin tener en cuenta la diferencia entre las temperaturas de las uniones. Solo los termopares hechos con materiales de diferentes poderes termoeléctricos generarán una señal termoeléctrica, esta característica única hace un simple medidor termoeléctrico, uno de los más sensibles caracterizadores de materiales usados en la caracterización por técnicas no destructivas [9].

Los efectos microestructurales del material están relacionados fuertemente por el fenómeno de la termoelectricidad, por las cinéticas de difusión de electrones a través del material. El poder termoeléctrico de los metales es sensible a una variedad de propiedades del material que pueden afectar la medición. Claramente, la composición química ejerce el más fuerte de los efectos en las propiedades termoeléctricas, y en consecuencia, la aplicación básica de la caracterización de materiales termoeléctricos es la clasificación del metal. Sin embargo, es bien conocido que bajo condiciones especiales, los materiales de idéntica composición química pueden incluso producir un termopar eficiente como resultado de un tratamiento térmico diferente, procesos de precipitación, crecimiento de grano, restauración, endurecimiento, textura, esfuerzos residuales, fatiga, etc. Los cuales pueden ser caracterizados mediante evaluaciones no destructivas de materiales [9].

Existen dos métodos principalmente para la determinación del PTE. El primero es el método del gradiente lateral en el cual una probeta es posicionada entre dos bloques de un metal conocido (cobre), uno de los bloques se encuentra a una temperatura T y el otro bloque se encuentra a una temperatura $T+\Delta T$.

El segundo método para la medición de PTE es el método de punta caliente, en el cual únicamente se regula la temperatura de una de las puntas, (punta caliente = 50°C) mientras la otra punta permanece a temperatura ambiente (punta fría) (ver Fig. 2.38).

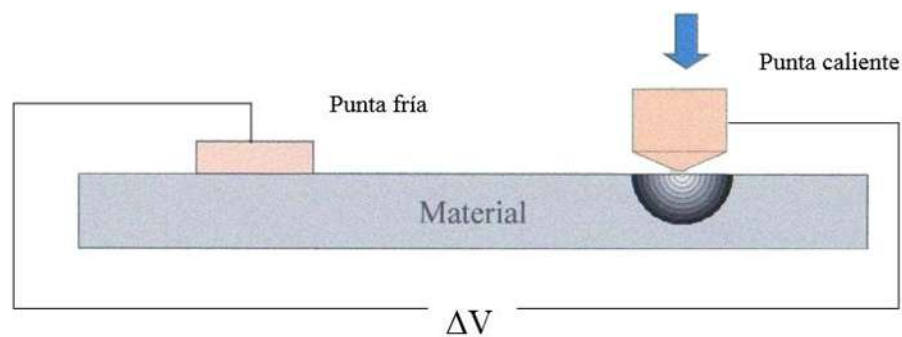


Figura 2.38 Diagrama esquemático del equipo de punta caliente.

En este método el gradiente térmico es localizado en el área de contacto y su tamaño es determinado por el tamaño de la unión, (diámetro de la punta) el volumen de gradiente térmico equivale aproximadamente a 6 veces el radio de la punta (Fig. 2.39) [9].

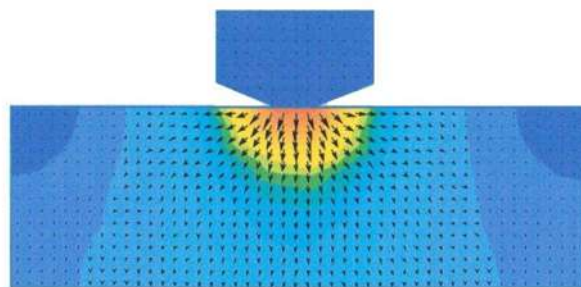


Figura 2.39 Gradiente térmico en equipo de PTE de punta caliente [9].

Una de las ventajas de este método es que las mediciones del PTE son localizadas y éstas pueden hacerse a elementos en sitio. La principal desventaja es que tiene una menor sensibilidad que el método de gradiente lateral, esto es debido a que la determinación precisa de la temperatura en la

unión, por consecuencia del espesor de la punta que puede desarrollar un amplio gradiente térmico en la unión con la probeta. La incertidumbre de la temperatura está fuertemente relacionada con la conductividad térmica del material estudiado, este error se incrementa con el aumento en la conductividad del material [9].

Capítulo III. Metodología experimental.

De acuerdo con revisión bibliográfica y discusión del estado del arte, en esta etapa se diseñó el procedimiento experimental (Fig. 3.1) para llevar a cabo el tratamiento térmico de envejecimiento del acero API 5L X-60 y X-65 y poder evaluar aspectos microestructurales utilizando técnicas no destructivas, así como la dureza en función del tiempo de envejecimiento.

3.1 Obtención de las probetas

Para la realización de este proyecto se trabajó con un acero API 5L X-60 y X-65 proporcionado por el Instituto Mexicano del Petróleo (IMP). De una porción de tubería soldada longitudinalmente se cortaron probetas con dimensiones de 200×25×14.30 y 9.80 mm respectivamente. Las consideraciones para las dimensiones de las probetas fueron de acuerdo a los requerimientos de las técnicas que se usaron para su caracterización. De estas se obtuvieron 15 piezas.

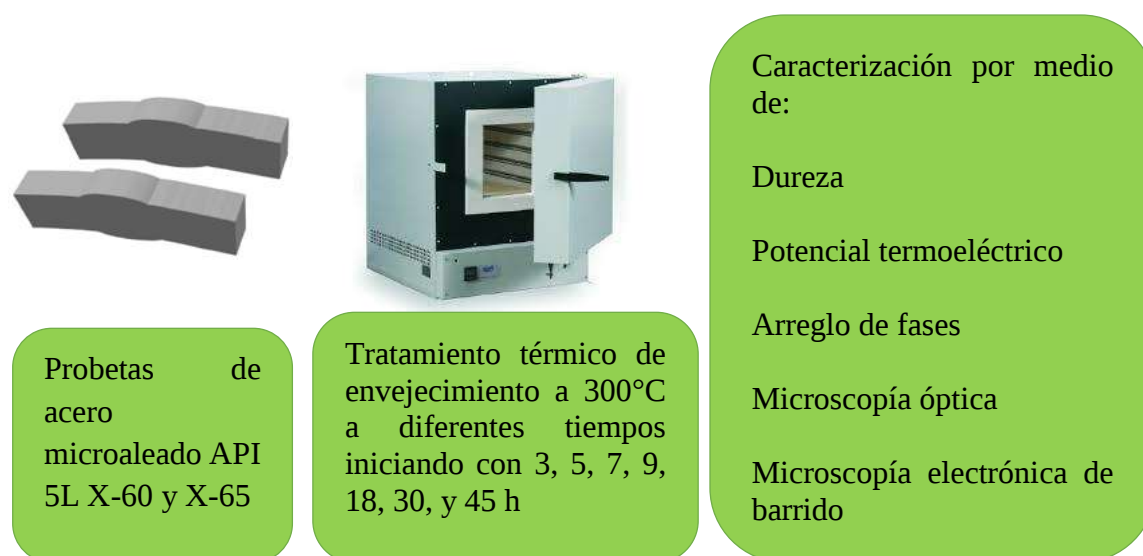


Figura 3.1 Procedimiento experimental

3.2 Envejecimiento artificial a 300°C.

El tratamiento térmico de envejecimiento al que se sometió el material, fue con la finalidad de simular el envejecimiento natural al que está expuesto en sus años de servicio. La temperatura a la que se realizó el tratamiento térmico de envejecimiento se calculó de acuerdo a los valores de la dureza en estudios anteriores y el parámetro de Hollomon-Jaffe.

3.2.1 Cálculo del Parámetro de Hollomon-Jaffe.

De la ecuación del parámetro de Hollomon-Jaffe [38].

$$p=T(c+\log t) \quad (3.1)$$

De la bibliografía [2] se obtienen los datos con los que se calculó el parámetro de Hollomon-Jaffe; el material que se eligió de referencia es un API 5L X-52 de la soldadura longitudinal con tratamiento de envejecimiento a $250\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ (523 K), la dureza máxima fue de 235 HV en la soldadura con un tiempo de 500 h [2].

Sustituyendo estos datos en la ecuación se calculó el parámetro de Hollomon-Jaffe [38].

$$p=523(20+\log 500)$$

Tenemos que el parámetro de Hollomon-Jaffe es

$$p=11871.56$$

Con la misma ecuación pero ahora con los siguientes datos

Una temperatura de $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ (573 K) y el parámetro de Hollomon-Jaffe, despejamos el tiempo (t) [38].

$$p=T(c+\log t)$$

$$\log t = \frac{p}{T} - c$$

$$\log t = \frac{11871.56}{573} - 20$$

$$\log t = 0.7182548$$

$$t = 5.22\text{ h}$$

A partir de este dato se diseñó el tratamiento de envejecimiento para los dos materiales API 5L X-60 y X-65, el cual se llevó a cabo con tiempos de 3 h, 5 h, 7 h, 9 h, 18 h, 30 h y 45 h a 300 °C. Posteriormente la superficie fue liberada del óxido formado como consecuencia del tratamiento térmico de envejecimiento. Después de la remoción de óxido se llevaron a cabo todas las técnicas de caracterización.

3.3 Caracterización

En esta etapa del proyecto se determinaron los resultados experimentales del tratamiento térmico de envejecimiento por las diferentes técnicas no destructivas, microestructuralmente y de dureza.

3.4 Dureza Vickers (HV)

Se realizaron mediciones de microdureza Vickers con un microdurómetro (Fig. 3.2) a las probetas envejecidas de los dos materiales con una carga de 100 gramos, se realizaron dos perfiles en cada probeta cada 500 μm , y los valores se promediaron para cada zona de la soldadura.

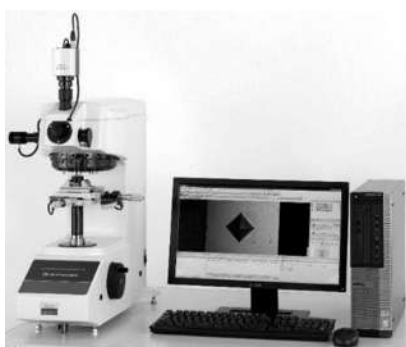


Figura 3.2 Microdurómetro para dureza Vickers.

3.5 Potencial termoeléctrico

Se realizaron mediciones de potencial termoeléctrico (PTE) mediante la técnica de *punta caliente*. Los valores de PTE de ambos materiales se compararon para determinar el cambio microestructural durante el envejecimiento para las diferentes zonas de la soldadura.

El método de la punta caliente consta de dos puntas metálicas de metales diferentes, contando con una punta a temperatura ambiente (punta fría, aproximadamente 25°C) y la otra punta con una temperatura superior (punta caliente aproximadamente 50°C), teniendo así un diferencial de

temperatura entre ambas de $\approx 25^{\circ}\text{C}$. La forma de hacer la medición del PTE relativo se coloca primeramente la punta fría en la probeta y posteriormente la punta caliente con un tiempo de medición aproximado de 2 segundos, tiempo suficiente para mostrar en la pantalla del equipo el voltaje generado (Fig. 3.3). Al hacer mediciones de coeficiente Seebeck con el equipo se obtienen resultados relativos, y para traducir dichos resultados a medidas absolutas es necesario hacer una calibración.

Se tomaron en total 30 mediciones en cada zona de la probeta de soldadura, a los diferentes tiempos de envejecimiento, estas mediciones se realizaron con dos puntas, una es con la punta de cobre (Cu) y la otra es con la punta de oro (Au), en la modalidad de alta sensibilidad y con la ecuación de calibración se calculan los valores de PTE absoluto de las diferentes zonas de la soldadura.



Figura 3.3 Equipo para medición de PTE.

3.6 Arreglo de fases.

Se inspeccionaron las probetas después del tratamiento térmico de envejecimiento usando el equipo de arreglo de fases (ver Fig. 3.4), con esta técnica se usaron dos frecuencias de palpador de 5 y 10 MHz para los dos materiales a los diferentes tiempos de envejecimiento. Mediante el arreglo de fases se hicieron inspecciones en las probetas envejecidas a diferentes tiempos con el que se pretendió caracterizar los cambios microestructurales que están relacionados directamente con las propiedades mecánicas del material. La técnica usada para esta inspección fue la técnica de haz angular.



Figura 3.4 Equipo para inspección ultrasónica con Arreglo de Fases.

3.6.1 Cálculo de los ángulos críticos

El cálculo de ángulos críticos permite saber qué tipo de onda se incide en el material y así poder hacer una inspección adecuada, además de una interpretación correcta ya que al conocer los valores de los ángulos críticos permite hacer una inspección adecuada.

3.6.1.1 Cálculo del primer ángulo crítico.

De la ley de Snell [49].

$$\frac{\text{sen}\alpha}{\text{sen}\beta} = \frac{c_A}{c_B} \quad (3.2)$$

Donde:

α : ángulo con el que el haz incide sobre el material de prueba desde un material A.

β : ángulo de refracción del haz en el material B.

c_A : velocidad longitudinal del material A.

c_B : velocidad longitudinal del material B.

Para eliminar la onda longitudinal en el material B, β debe ser de 90° para que la onda longitudinal salga a la superficie del material de prueba (Fig. 3.5).

Para la interface plexiglás-acero

α es el ángulo que se va a calcular

$$\beta = 90$$

$$c_A = 2730 \text{ m/s}$$

$$c_B = 5900 \text{ m/s}$$

De la ley de Snell (ecuación 3.2).

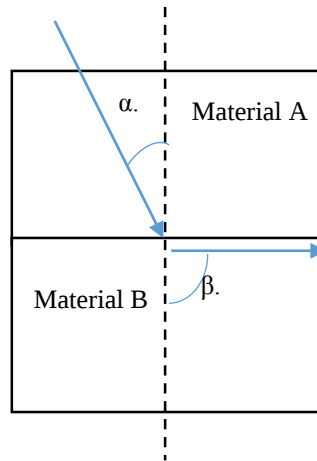


Figura 3.5 Representación del primer ángulo crítico.

$$\frac{\text{sen } \alpha}{\text{sen } 90} = \frac{2730 \text{ m/s}}{5900 \text{ m/s}}$$

$$\frac{\text{sen } \alpha}{1} = 0.4627$$

$$\text{sen } \alpha = 0.4627$$

$$\alpha = \text{sen}^{-1}(0.4627)$$

$$\alpha = 27.56^\circ$$

3.6.1.2 Cálculo del segundo ángulo crítico.

De la ley de Snell.

$$\frac{\text{sen} \alpha}{\text{sen} \varphi} = \frac{c_{LMA}}{c_{TMB}} \quad (3.3)$$

Donde:

α : ángulo con el que el haz incide sobre el material de prueba desde un material A.

φ : ángulo de refracción del haz en el material B.

c_{LMA} : velocidad longitudinal del material A.

c_{TMB} : velocidad transversal del material B.

Para eliminar la onda transversal en el material B, φ debe ser de 90° para que la onda transversal salga a la superficie del material de prueba (Fig. 3.6).

Para la interfase plexiglás-acero

α es el ángulo que se va a calcular

$$\varphi = 90$$

$$c_{LMA} = 2730 \text{ m/s}$$

$$c_{TMB} = 3240 \text{ m/s}$$

De la ley de Snell (ecuación 3.3)

$$\frac{\text{sen} \alpha}{\text{sen} 90} = \frac{2730}{3240}$$

$$\frac{\text{sen} \alpha}{1} = 0.8426$$

$$\text{sen} \alpha = 0.8426$$

$$\alpha = \text{sen}^{-1}(0.8426)$$

$$\alpha = 57.41^\circ$$

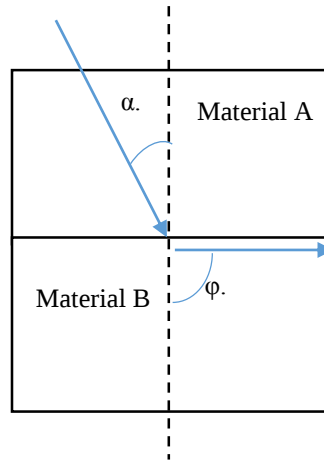


Figura 3.6 Representación del segundo ángulo crítico.

3.6.2 Cálculo de las distancias de la primera y segunda pierna

Estos cálculos se hicieron con la finalidad de conocer las distancias en el cual el haz central del palpador se refleja de la pared posterior (55°), y así tener la seguridad de qué lugares se inspeccionan dentro de las probetas.

El cálculo de la “*primera pierna*” es la distancia desde el punto donde el haz incide en la pared superior hasta el punto donde el haz se refleja de la pared posterior y la “*segunda pierna*” es la distancia desde el punto donde el haz incide desde la pared superior hasta el punto donde el haz reflejado de la pared posterior incide en la pared superior (Fig. 3.7).

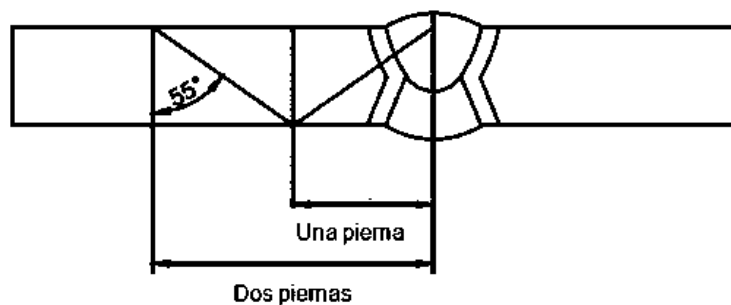


Figura 3.7 Representación de las distancias de inspección.

3.6.2.1 Cálculo de las distancias de la primera y segunda pierna para el acero X-60

El espesor de la placa es de $t=14.30$ mm; El ángulo central del palpador es de $\theta=55^\circ$.

Para calcular el largo de una pierna tenemos el ancho de la placa y el ángulo central del haz ultrasónico (Fig. 3.8).

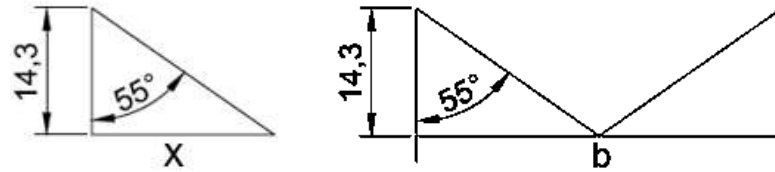


Figura 3.8 Representación del espesor del material API 5L X60 y el ángulo central de incidencia del haz ultrasónico.

El ancho de la pierna es $x=20.42$ mm; El ancho de dos piernas es por lo tanto el doble $b=40.84$ mm.

3.6.2.2 Cálculo de las distancias de la primera y segunda pierna para el acero X-65

El espesor de la placa es de $t=9.80$ mm; El ángulo central del palpador es de $\theta=55^\circ$

Para calcular el largo de una pierna tenemos el espesor de la placa y el ángulo central del haz ultrasónico (Fig. 3.9).

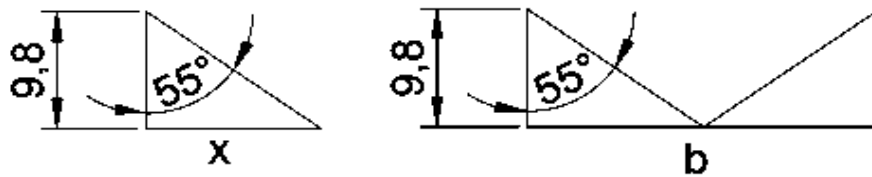


Figura 3.9 Representación del espesor del material API 5L X-65 y el ángulo central de incidencia del haz ultrasónico.

El ancho de la pierna es $x=14$ mm; El ancho de dos piernas es por lo tanto el doble $b=28$ mm.

3.6.3 Umbral de detección

Este cálculo permite saber cuáles son las dimensiones más pequeñas de las discontinuidades que el equipo puede detectar y estas dependen de la frecuencia del palpador y de la velocidad del sonido del material a inspeccionar, y la siguiente fórmula nos permite encontrar esas dimensiones.

$$n = \frac{\lambda}{2} \quad (3.4)$$

Donde:

n : tamaño más pequeño de la partícula con la que la onda interactúa.

λ : longitud de onda del haz en el material y está dada por la siguiente ecuación.

$$\lambda = \frac{c}{f} \quad (3.5)$$

Donde:

c : velocidad del sonido en el material

f : frecuencia del palpador.

Para calcular la longitud de onda con la que el haz de ultrasónico recorre el material de prueba tenemos los siguientes datos.

La velocidad del acero es $c=5900$ m/s; Las frecuencias de los palpadores son 5 MHz y 10 MHz.

Sustituyendo los datos en la ecuación 3.5 tenemos:

Para 5 MHz.

$$\lambda = \frac{5900 \text{ m/s}}{5 \cdot 10^6 \text{ Hz}}$$

$$\lambda = 1.18 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

$$\lambda = 1.18 \text{ mm}$$

Para 10 MHz.

$$\lambda = \frac{5900 \text{ m/s}}{1 \cdot 10^7 \text{ Hz}}$$

$$\lambda = \frac{5900}{1 \cdot 10^7} \text{ m}$$

$$\lambda = 5.9 \cdot 10^{-4} \text{ m}$$

$$\lambda = 0.59 \text{ mm}$$

Sustituyendo en la ecuación 3.4 tenemos:

Para 5 MHz.

$$n = \frac{1.18 \cdot 10^{-3}}{2}$$

$$n = 5.9 \cdot 10^{-4} \text{ m}$$

$$n = 0.59 \text{ mm}$$

Para 10 MHz.

$$n = \frac{1.18 \cdot 10^{-3}}{2}$$

$$n = 2.95 \cdot 10^{-4} \text{ m}$$

$$n = 0.295 \text{ mm}$$

3.6.4 Cálculo del campo cercano

Este cálculo permite saber hasta qué distancia el haz ya ha formado un frente de onda común, y las variables del cual depende son la frecuencia, el espesor del material, la velocidad del sonido en el material y la geometría del palpador, y la ecuación con la que se relacionan estas variables se describe a continuación (ecuación 3.6).

$$N = \frac{kL^2 f}{4c} \quad (3.6)$$

Para calcular el campo cercano se necesitan datos del palpador como la constante k que se obtiene de la Tabla III.1.

Para conocer ésta constante es necesario saber las características de los palpadores que se utilizará en la inspección. Estas características son específicas del palpador que se va a utilizar que son facilitadas por el fabricante del equipo. En la Tabla III.2 se describen las principales características de los palpadores utilizados.

Tabla III. 1 Constante de relación de aspecto [43].

Relación Ancho/largo	k
1.0	1.37 (elemento cuadrado)
0.9	1.25
0.8	1.15
0.7	1.09
0.6	1.04
0.5	1.01
0.4	1.00
0.3 y menores	0.99

Tabla III. 2 Características de los palpadores de acuerdo al fabricante [43].

No. De referencia	Uso/Norma	Frecuencia (MHZ)	Cantidad de elementos	Paso (mm)	Apertura activa (mm)	Elevación (mm)	Dimensiones en mm (largo x ancho x alto)
5L16-A10P	Uso general	5	16	0.6	9.6 x 10	10	22.5 x 15.6 x 20
10L16-A10P		10	16	0.6	9.6 x 10	10	22.5 x 15.6 x 20

De la tabla de las características del palpador vemos la relación entre el ancho-largo (apertura activa). De la tabla de la constante de relación de aspecto, se interpola, arrojando una constante $k=1.298$.

Donde:

N : campo cercano

k : constante a partir de la relación ancho-largo (Tabla II.1)

L : largo del elemento o apertura

f : frecuencia

c : velocidad del sonido dentro del material

λ : longitud de onda dentro del material

Los datos de para las dos frecuencias son:

Para 5 MHz

$$k = 1.298; L = 0.01 \text{ m}; \lambda = 1.18 \cdot 10^{-3} \text{ m}$$

Para 10 MHz

$$k = 1.298; L = 0.01 \text{ m}; \lambda = 5.9 \cdot 10^{-4} \text{ m}$$

Sustituyendo los datos en la ecuación 3.6 se tiene.

Para 5 MHz

$$N = \frac{1.298 \cdot (0.01 \text{ m})^2}{4 \cdot (1.18 \cdot 10^{-3} \text{ m})}$$

$$N = 0.0275 \text{ m}$$

$$N = 2.75 \text{ cm}$$

Para 10 MHz

$$N = \frac{1.298 \cdot (0.01 \text{ m})^2}{4 \cdot (5.9 \cdot 10^{-4} \text{ m})}$$

$$N = 0.055 \text{ m}$$

$$N = 5.5 \text{ cm}$$

Los resultados que se obtienen de las condiciones de los dos palpadores permiten saber las distancias mínimas para formar el frente de onda común, y por lo tanto saber con qué zona del haz se harán las inspecciones.

3.7 Microscopía óptica (MO)

Para éste análisis se tomaron micrografías de las tres zonas principales de una soldadura, que son el material base (MB), la zona afectada térmicamente (ZAT), y el material de aporte (MA), a los diferentes tiempos de envejecimiento. Se realizó un pulido fino con lijas del 400 al 1500 y mediante pasta de diamante de 3 y 1 micra (μm) se le dio el acabado final, posteriormente las microestructuras fueron reveladas con nital (2% ácido nítrico, 98% alcohol) de 10 a 15 segundos, y enjuagadas en alcohol para detener el ataque del revelador, las microestructuras fueron observadas en el microscopio óptico.

La microestructura de estos aceros es una combinación de ferrita y perlita, que tiene una dirección como consecuencia del proceso de laminación de estos aceros. En microscopía óptica la fase ferrita se observa en tonos claros, mientras que la fase perlita se observa en tonos oscuros.

3.8 Microscopía electrónica de barrido

Se utilizó el microscopio electrónico de barrido (MEB) para observar los cambios microestructurales que ocurren durante el envejecimiento de las probetas y para esta tarea se utilizó un microscopio electrónico de barrido marca JEOL con filamento de tungsteno termoiónico, con un voltaje de operación de 15 kV.

Capítulo IV. Análisis y discusión de resultados.

4.1 Dureza

La dureza Vickers en función del tiempo de envejecimiento y de las diferentes zonas de la soldadura (MB, ZAT y cordón) envejecidos a 300 ± 5 °C se presenta en la Fig. 4.1. El efecto del envejecimiento fue un incremento de la dureza Vickers en las tres microestructuras de forma gradual. Este endurecimiento se atribuye a la precipitación de segundas fases, dando como resultado un endurecimiento por precipitación.

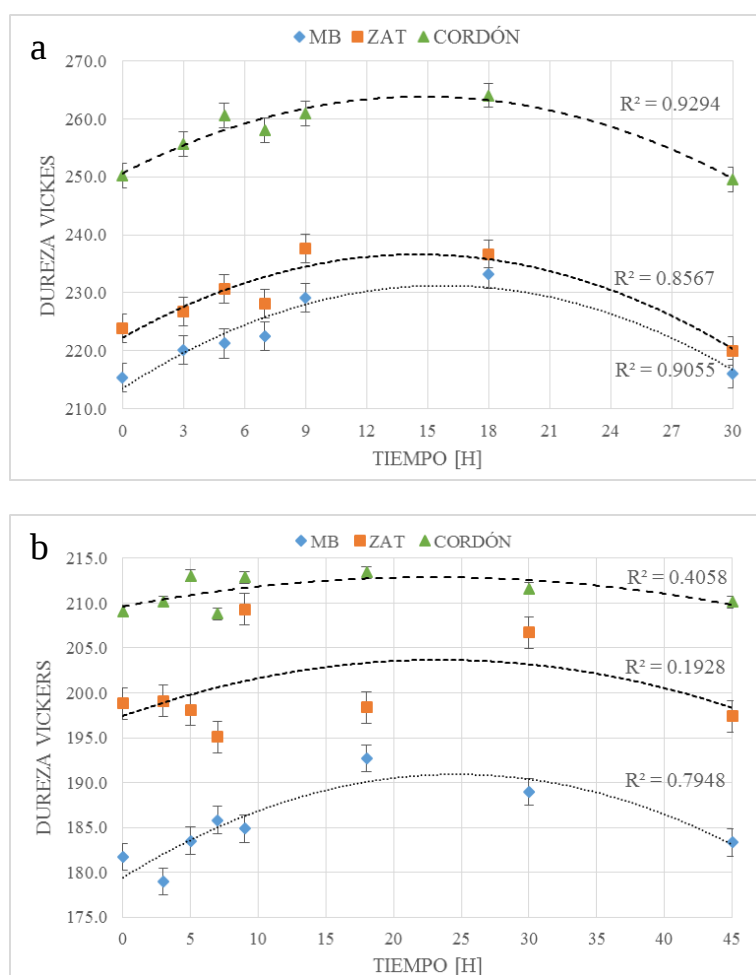


Figura 4.1 Variación de la dureza Vickers promedio con el tiempo de la unión soldada envejecida a 300°C para, a) API 5L X-60 y b) API 5L X-65.

El cordón presentó la mayor dureza Vickers para todos los tiempos del envejecimiento en comparación con la ZAT y metal base que mostró la menor dureza. La ZAT mostró mayor dureza

que el metal base y ésto se puede atribuir al ciclo térmico durante la soldadura en la cual la microestructura se vio afectada por la recrystalización y la transformación de fase. El cordón durante el tratamiento tuvo la mayor dureza y se puede atribuir a que durante el ciclo térmico de la soldadura, no existe el tiempo necesario para que la microestructura llegue a su forma más estable (Fig. 4.1).

Los resultados de la dureza Vickers para los aceros API-5L X-60 y X-65 de la Fig. 4.1 muestran una tendencia a incrementar en los primeros tiempos de envejecimiento, esto se le atribuye a la precipitación de cementita (Fe_3C), y la precipitación del carburo- ϵ (Fe_2C), esta precipitación de carburos ocurre principalmente en las dislocaciones dentro del grano [2, 31, 33], que al precipitar en las dislocaciones estos interactúan entre sí, dando como resultado el aumento de la dureza, otro factor al que se atribuye el aumento en la dureza del material es la precipitación del NbC en los límites de grano, cabe destacar que la mayoría de los precipitados de los elementos microaleantes (Ti, V y Nb) dentro de estos aceros permanecen sin cambios durante todo el envejecimiento [2]. La disminución de la dureza se debe al engrosamiento de la cementita a expensas de los precipitados de cementita de menor tamaño y del carburo- ϵ ya que esta fase es una fase metaestable y con la facilidad que se le da al aumentar la temperatura esta tiende al equilibrio o a una fase más estable [2, 31].

4.2 Potencial termoelectrónico.

Se realizaron mediciones de potencial termoelectrónico por el método de punta caliente con dos distintos materiales, oro (Au) y cobre (Cu). Para obtener los valores absolutos de las mediciones de PTE de cada zona del material se recurrió a la calibración hecha con anterioridad [9]. De este trabajo se obtuvieron las dos curvas de calibración para ambas puntas (Cu y Au) (Fig. 4.2 y 4.3).

El cálculo del PTE absoluto mediante la aplicación de la calibración del equipo por la ecuación de regresión de una recta, elimina el error de la medición del diferencial de temperatura ΔT en las uniones de la probeta con el material de referencia, ya que no es necesaria la aplicación de las ecuaciones del PTE que involucran el ΔT , únicamente se toman en cuenta los valores de voltaje producido por la diferencial de temperatura ΔV y mediante la ecuación de regresión lineal obtenemos el PTE absoluto ($\mu\text{V}/^\circ\text{C}$) [9].

4.2.1 Calibración para la punta de cobre.

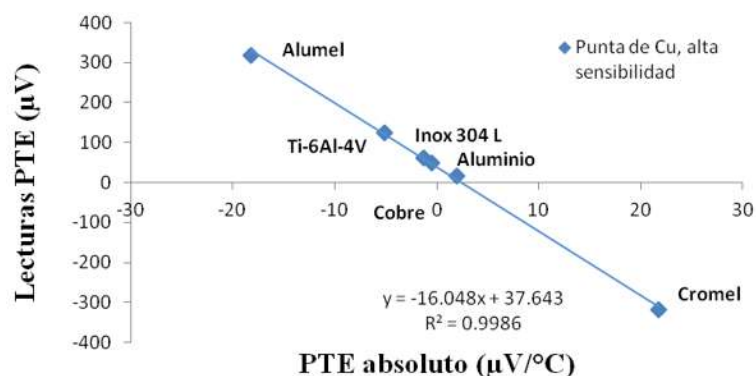


Figura 4.2 Gráfico de calibración para la punta de cobre.

La siguiente ecuación de la recta describe con mayor precisión la distribución de los puntos de la Fig. 4.2, además que presenta un buen factor de correlación de 0.9986.

$$y = -16.048x + 37.643 \quad (4.1)$$

4.2.2 Calibración para punta de oro.

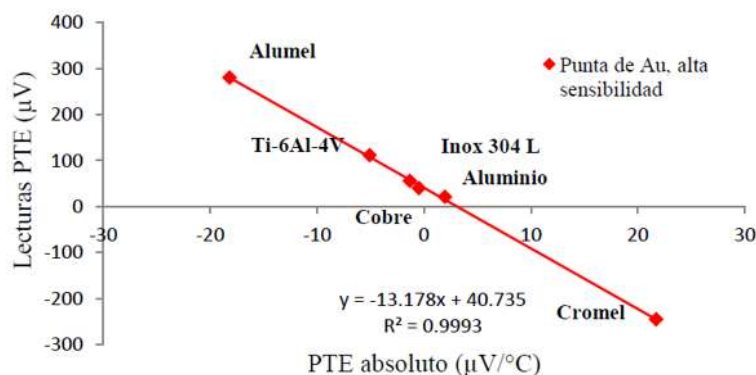


Figura 4.3 Gráfico de calibración para la punta de oro [9].

La siguiente ecuación de la recta describe con mayor precisión la distribución de los puntos de la Fig. 4.3 mostrando un buen factor de correlación de 0.9993 [9].

$$y = -13.178x + 40.735 \quad (4.2)$$

4.2.3 Potencial termoeléctrico del material API 5L X-60

Mediante la ecuación de regresión lineal, correspondiente a cada punta (ecuación 4.1 y 4.2), se sustituyeron los valores obtenidos en las mediciones para así convertirlos en valores absolutos, dimensionalmente en $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ (Fig. 4.4).

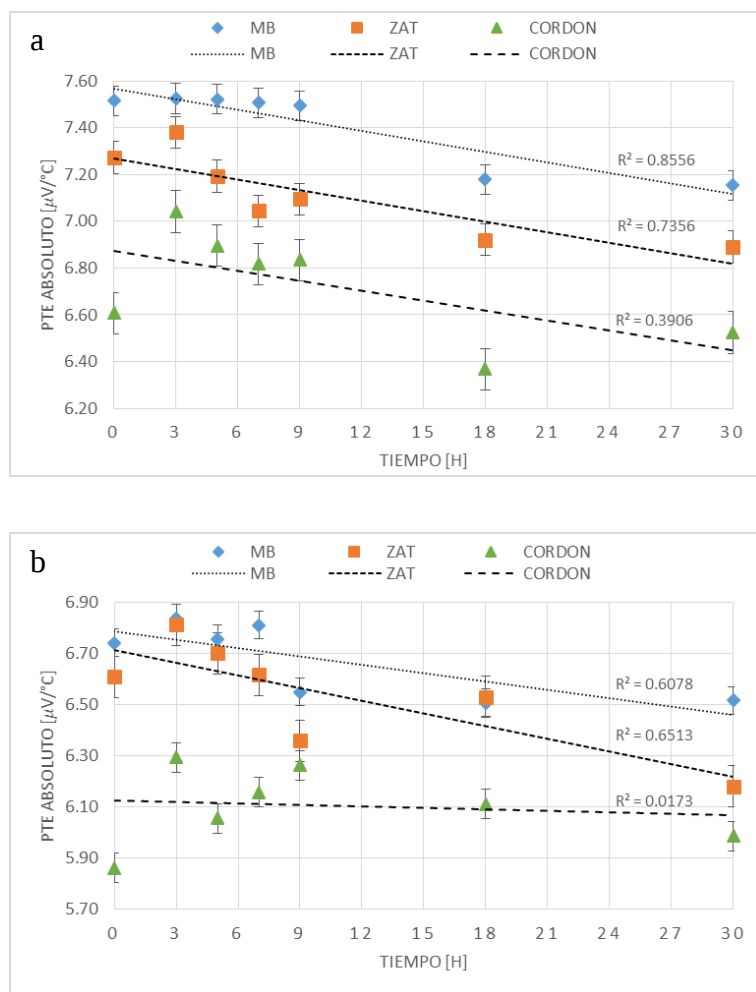


Figura 4.4 Potencial termoeléctrico del material API 5L X-60. a) Valores absolutos de PTE con la punta de oro. b) Valores absolutos de PTE con la punta de cobre.

La técnica de punta caliente del PTE es sensible a las diferentes zonas de la soldadura (Fig. 4.4 a, b). Los valores de potencial termoeléctrico con la punta de oro de las diferentes zonas del material API 5L X-60 (MB, ZAT y Cordon) son más estables que los valores del material API 5L X-65.

Los valores absolutos de PTE del acero API-5L X-60 tienen una tendencia siempre a disminuir, esta tendencia se atribuye a la migración del elemento C hacia las dislocaciones para precipitar en

forma del carburo cementita, ya que después de la migración hay espacios intersticiales vacíos. El PTE se ve influenciado dentro de un material por el soluto de la aleación, las dislocaciones y la precipitación principalmente [56, 57].

4.2.4 Potencial termoelectrico del material API 5L X-65

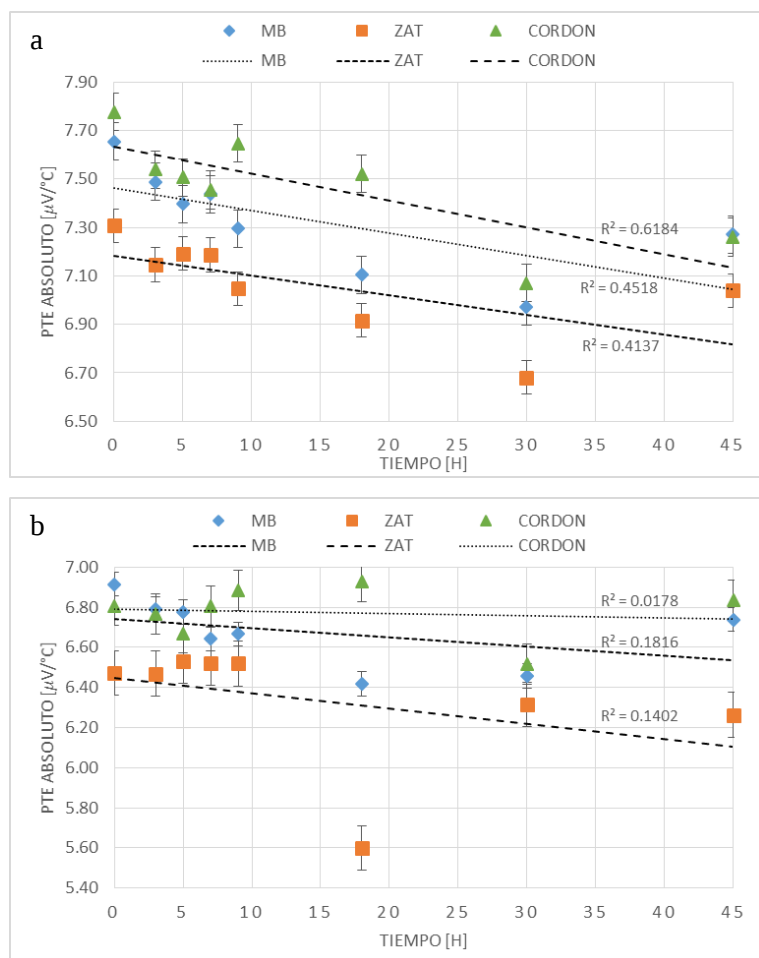


Figura 4.5 Potencial termoelectrico del material API 5L X-65. a) Valores absolutos de PTE con la punta de oro. b) Valores absolutos de PTE con la punta de cobre.

Mediante la ecuación de regresión lineal, correspondiente a cada punta (ecuación 4.1 y 4.2), se sustituyeron los valores obtenidos en las mediciones para así convertirlos en valores absolutos. Las mediciones del potencial termoelectrico se muestran en la Fig. 4.5.

Los valores absolutos de PTE del acero API-5L X-65 tienen una tendencia a disminuir durante el tratamiento térmico de envejecimiento, esta tendencia se atribuye a la migración del elemento C

hacia las dislocaciones para precipitar como cementita, ya que después de la migración hay espacios intersticiales vacíos. Sin embargo los valores de potencial termoeléctrico presentan una baja correlación durante el envejecimiento, tal como se muestra en la Fig. 4.5

4.3 Inspecciones sobre las soldaduras

Las inspecciones se hicieron como se muestra en la Fig. 4.6, para ambos materiales (API 5L X-60 y X-65); el palpador se colocó en la posición como se muestra en la Fig. 4.6 a, para las dos frecuencias (5 y 10 MHz) para obtener las imágenes *palpador a una pierna* y para las imágenes de *palpador a dos piernas* el palpador se colocó en la posición como se muestra en la Fig. 4.6 b.

Las imágenes de *palpador a una pierna* (Fig. 4.6 a) son las imágenes en donde el haz del palpador interactúa principalmente con el material base, aunque también lo hace con la ZAT y el cordón; es decir, el haz del palpador solo recorre el espesor del material de la pared superior a la pared posterior de ida y vuelta, el recorrido que hace el haz es de 1-2-1.

Por otro lado las imágenes de *palpador a dos piernas* (Fig. 4.6 b) son imágenes donde el haz del palpador interactúa con las tres zonas de la soldadura, y en este caso el palpador hace el siguiente recorrido; el haz del palpador inicia su recorrido en la pared superior del material y se refleja con la superficie posterior, el reflejo de nuevo pasa a través del espesor del material para llegar nuevamente a la pared superior, por lo tanto el recorrido que hace el haz es de 1-2-3-2-1.

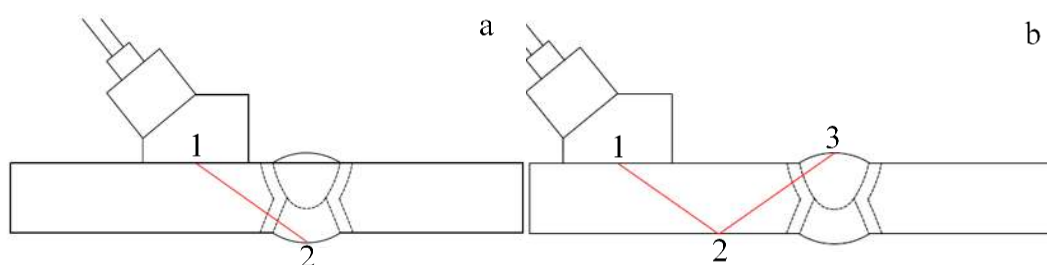


Figura 4.6 Representación gráfica de la interacción del haz con el material de prueba; a) palpador a una pierna, b) palpador a dos piernas.

En las imágenes siguientes se describen las principales zonas de la presentación estándar que ofrece el equipo de arreglo de fases, ésta es una combinación de las presentaciones A-scan y S-scan. (Fig. 4.7).

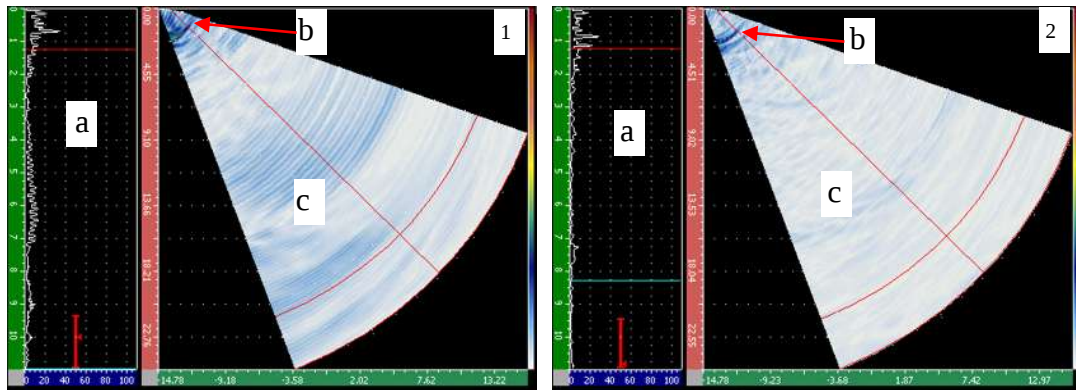


Figura 4.7 1) Presentación con una frecuencia de 5 MHz, 2) Presentación con una frecuencia de 10 MHz, con las siguientes zonas para las dos presentaciones, a) es la presentación A-scan, b) es el campo cercano, c) Interacción palpador-zapata-material.

Para la inspección a las dos diferentes frecuencias se hace uso del sistema palpador-zapata, el cual provoca *ruido* en la señal como se muestra en la siguiente Fig. 4.8, este *ruido* es consecuencia de la interacción del haz con la zapata. Las imágenes corresponden a la posición *palpador a dos piernas*, la imagen de la Fig. 4.8 a corresponde a la interacción palpador-zapata a la frecuencia de 5 MHz, y la Fig. 4.8 b corresponde a la frecuencia de 10 MHz.

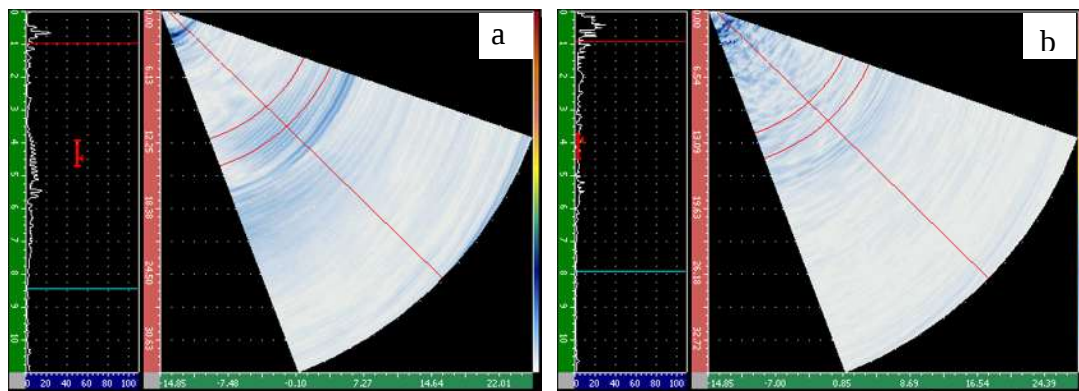


Figura 4.8 a) Interacción del palpador-zapata a 5 MHz, Ganancia 30 dB, Rango 51.97 mm, Puerta 24.65 mm, Ancho 4.32 mm, PALPADOR A DOS PIERNAS, b) Interacción del palpador-zapata a 10 MHz, Ganancia 36 dB, Rango 37.26 mm, Puerta 13.98 mm, Ancho 2.92 mm, PALPADOR A DOS PIERNAS.

Esta interacción entre el palpador y la zapata afecta ya que cuando se inspecciona el material la calidad de la imagen se ve disminuida por el *ruido* que provoca el sistema palpador-zapata y por lo tanto se hace más difícil la interpretación.

Las imágenes que se muestran a continuación tienen las mismas condiciones que se pueden controlar en la inspección, para que sean lo más representativas posibles; cada imagen es de una

probeta envejecida a diferente tiempo. Las imágenes obtenidas del material API 5L X-60 se muestran en las siguientes figuras, para ambas frecuencias (5 y 10 MHz) y para los dos formatos (*palpador a una pierna* y *palpador a dos piernas*) (Fig. 4.9-4.12).

Las imágenes de las Fig. 4.9 y Fig. 4.12 permiten observar la interacción entre el haz ultrasónico y el material API-5L X-60. Donde se utilizan las dos frecuencias (5 y 10 MHz) para realizar la inspección. Esta inspección se lleva a cabo a la distancia de *palpador a una pierna*, es decir, la interacción del haz se lleva a cabo en las tres zonas de la soldadura, pero solo de la pared superior hasta la pared posterior sin ningún rebote en la pared posterior como se indica en el diagrama representativo de la Fig. 4.6 a.

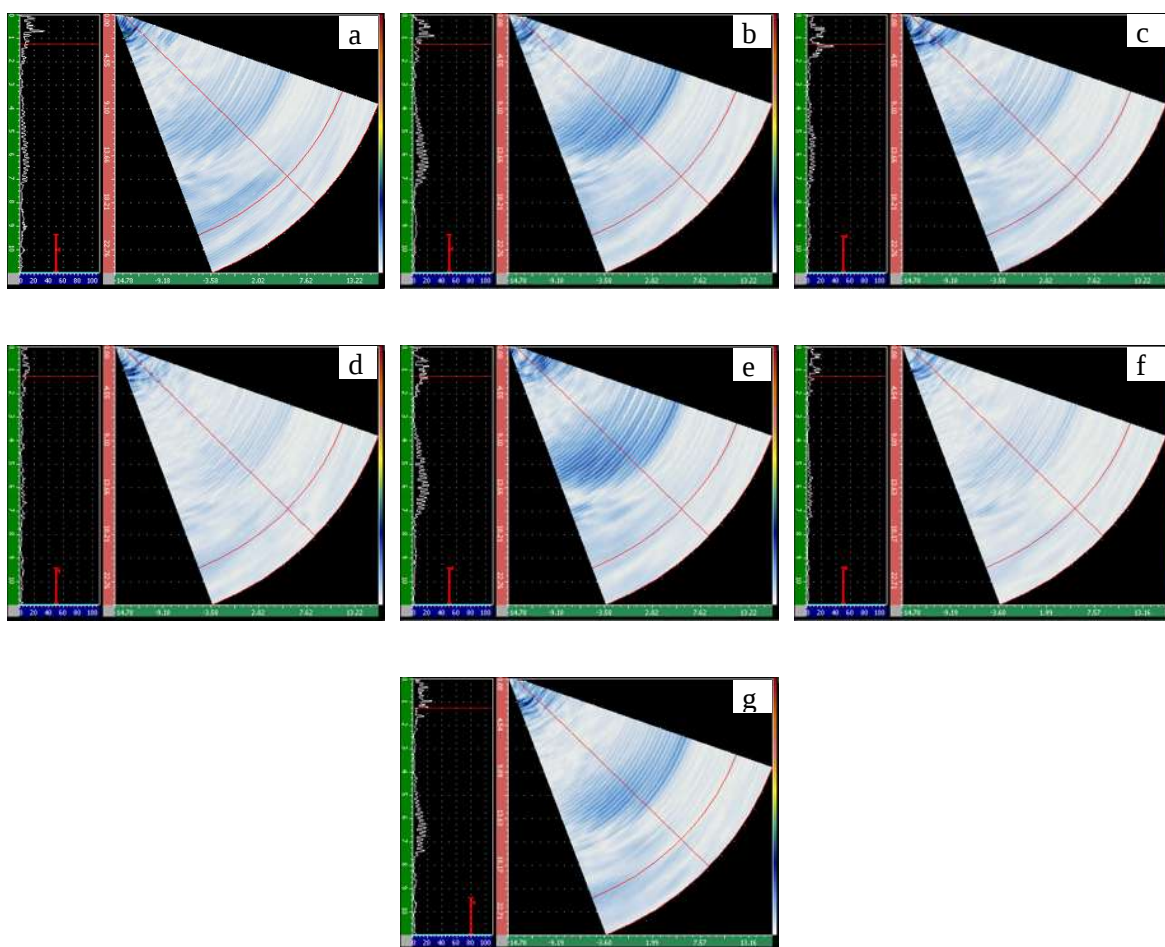


Figura 4.9 Material X 60, Frecuencia 5 MHz, Ganancia 30 dB, Velocidad 5900 m/s, Espesor 14.80 mm, Rango 26.28 mm, Puerta 24.65 mm, Ancho 4.32 mm, PALPADOR A UNA PIERNA. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h y g) 30 h.

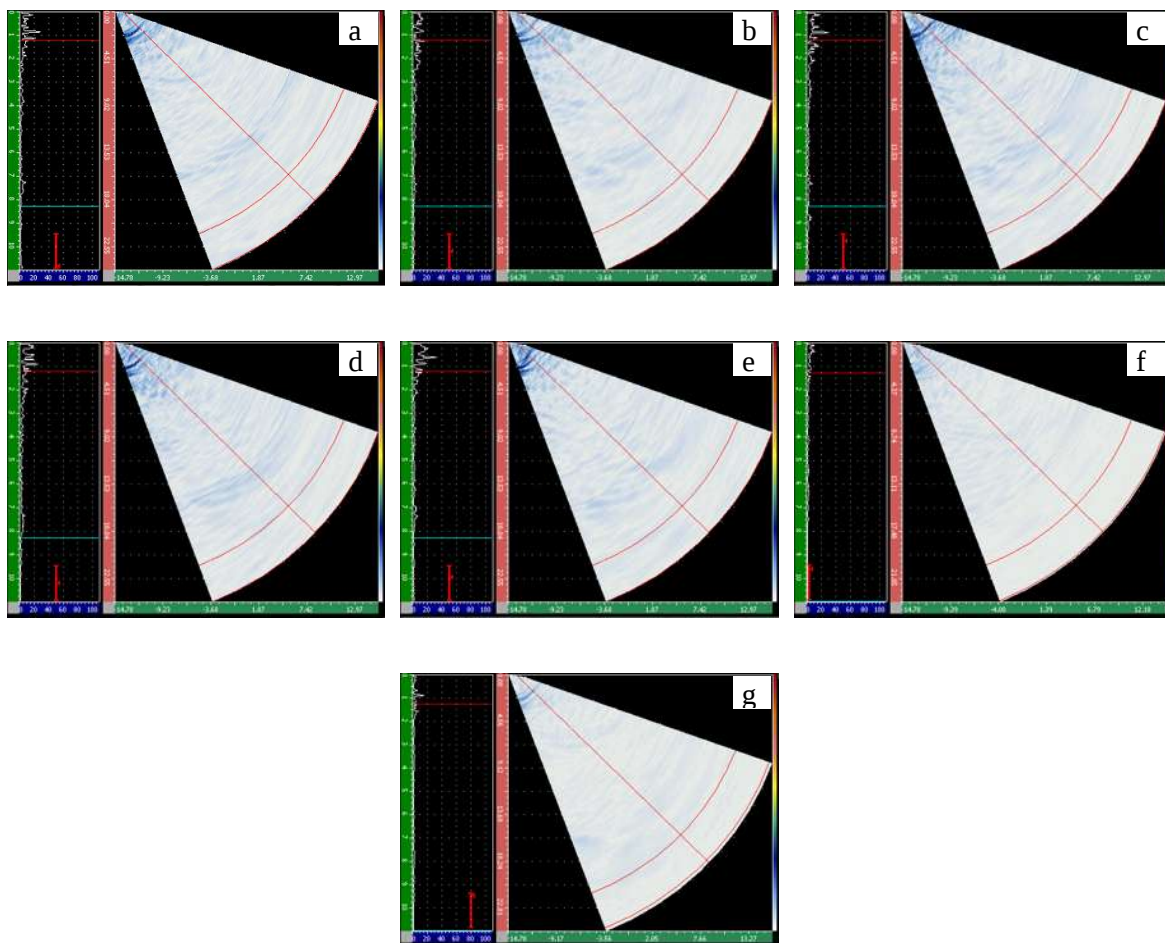


Figura 4.10 Material X 60, Frecuencia 10 MHz, Ganancia 30 DB, Velocidad 5900 m/s, Espesor 14.30 mm, Rango 26.04 mm, Puerta 24.61 mm, Ancho 3.96 mm, PALPADOR A UNA PIERNA. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h y g) 30 h.

Las imágenes que se obtuvieron del material API 5L X-60 con ambas frecuencias en la posición de *palpador a una pierna* se puede concluir que el *ruido* que hay entre el palpador y la zapata es muy fuerte con la frecuencia de 5 MHz lo cual hace muy difícil tener una representación fiable de la interacción del material con el haz. Con la frecuencia de 10 MHz el *ruido* que hay entre el palpador y la zapata es más bajo que con la frecuencia de 5 MHz, pero no es suficiente para tener una representación fiable de la interacción del haz ultrasónico con el material.

Las imágenes de las Fig. 4.11 y Fig. 4.12 permiten observar la interacción entre el haz ultrasónico y el material API-5L X-60. Donde se utilizan las dos frecuencias (5 y 10 MHz) para realizar la inspección. Esta inspección se lleva a cabo a la distancia de *palpador a dos piernas*, es decir, la interacción del haz se lleva a cabo en las tres zonas de la soldadura, desde la pared superior hasta

la pared posterior con un rebote en la pared posterior como se indica en el diagrama representativo de la Fig. 4.6 b.

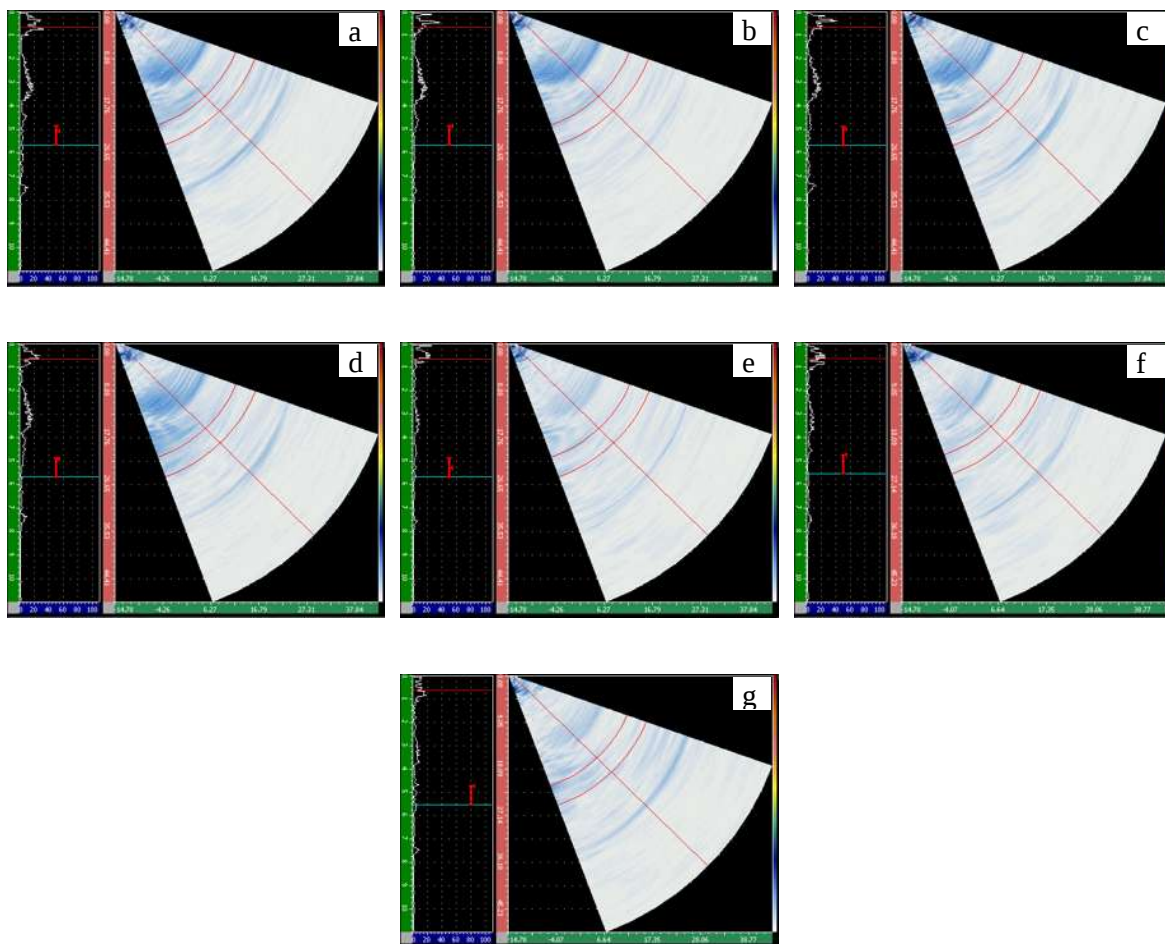


Figura 4.11 Material X 60, Frecuencia 5 MHz, Ganancia 30 dB, Velocidad 5900 m/s, Espesor 14.80 mm, Rango 51.97 mm, Puerta 24.65 mm, Ancho 4.32 mm, PALPADOR A DOS PIERNAS. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h y g) 30 h.

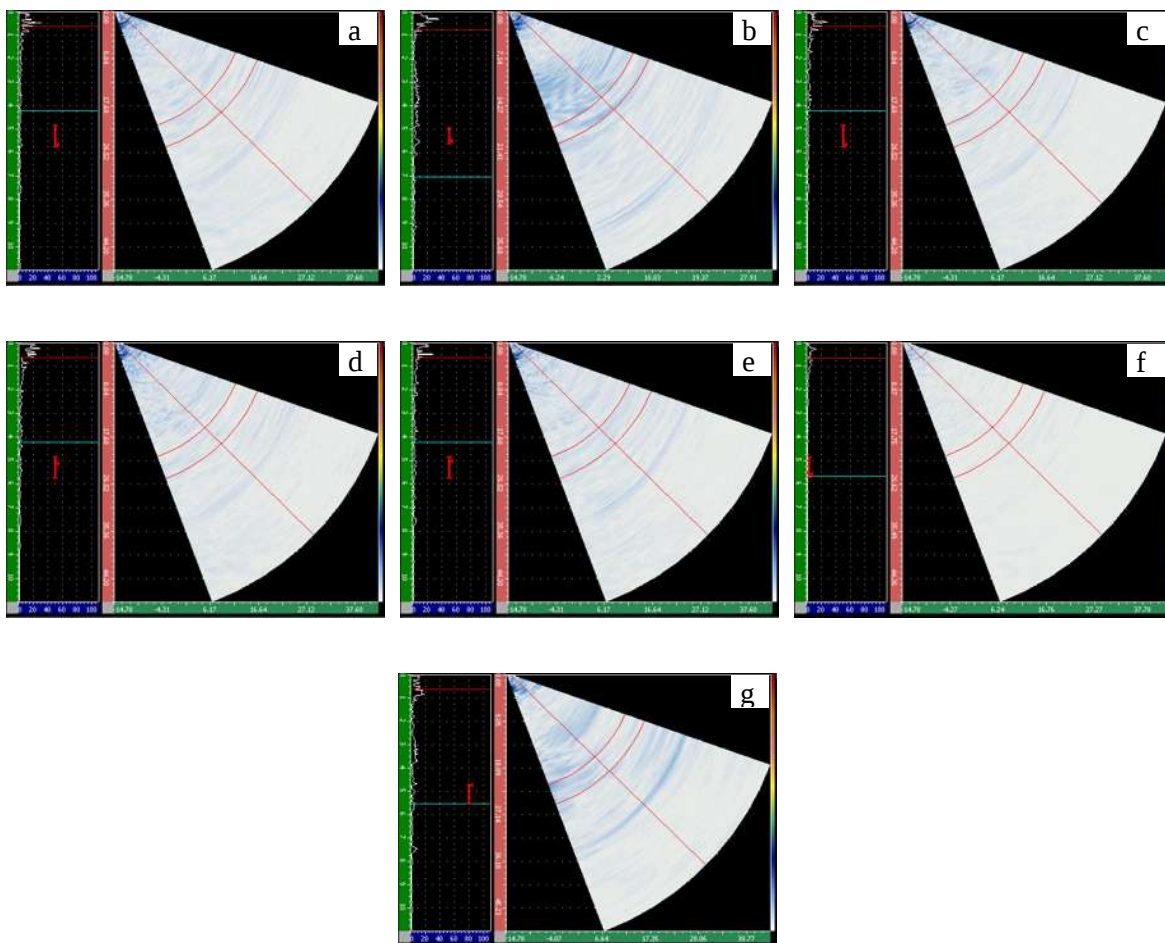


Figura 4.12 Material X 60, Frecuencia 10 MHz, Ganancia 30 dB, Velocidad 5900 m/s, Espesor 14.30 mm, Rango 51.58 mm, Puerta 24.61 mm, Ancho 4.76 mm, PALPADOR A DOS PIERNAS. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h y g) 30 h.

Las imágenes que se obtuvieron del material API 5L X-60 con ambas frecuencias en la posición de *palpador a dos piernas* se puede concluir que el *ruido* que hay entre el palpador y la zapata es más fuerte con la frecuencia de 5 MHz que con la frecuencia de 10 MHz, pero es difícil tener una representación fiable de la interacción del material con el haz con ambas frecuencias. La disminución aparente del ruido entre la posición de *palpador a una pierna* y *palpador a dos piernas* se debe al rango en el que se obtuvieron las imágenes. Las imágenes de *palpador a una pierna* se obtuvieron en un rango de 26 mm, que es la penetración del haz ultrasónico en el material, y las imágenes de *palpador a dos piernas* se obtuvieron en un rango de 52 mm. Este rango se eligió con el fin de tener la certeza de que el haz hacia el recorrido teórico completo como se describe en la Fig. 4.6 b. Por lo tanto la interacción entre el haz ultrasónico y el material es la misma en ambas posiciones, pero con la diferencia del rango de inspección.

Las imágenes que se muestran a continuación tienen las mismas condiciones que se pueden controlar en la inspección, para que sean lo más representativas posibles; cada imagen es de una probeta envejecida a diferente tiempo. Las imágenes obtenidas del material API 5L X-65 se muestran en las siguientes figuras, para ambas frecuencias (5 y 10 MHz) y para los dos formatos (*palpador a una pierna* y *palpador a dos piernas*) (Fig. 4.13-4.16).

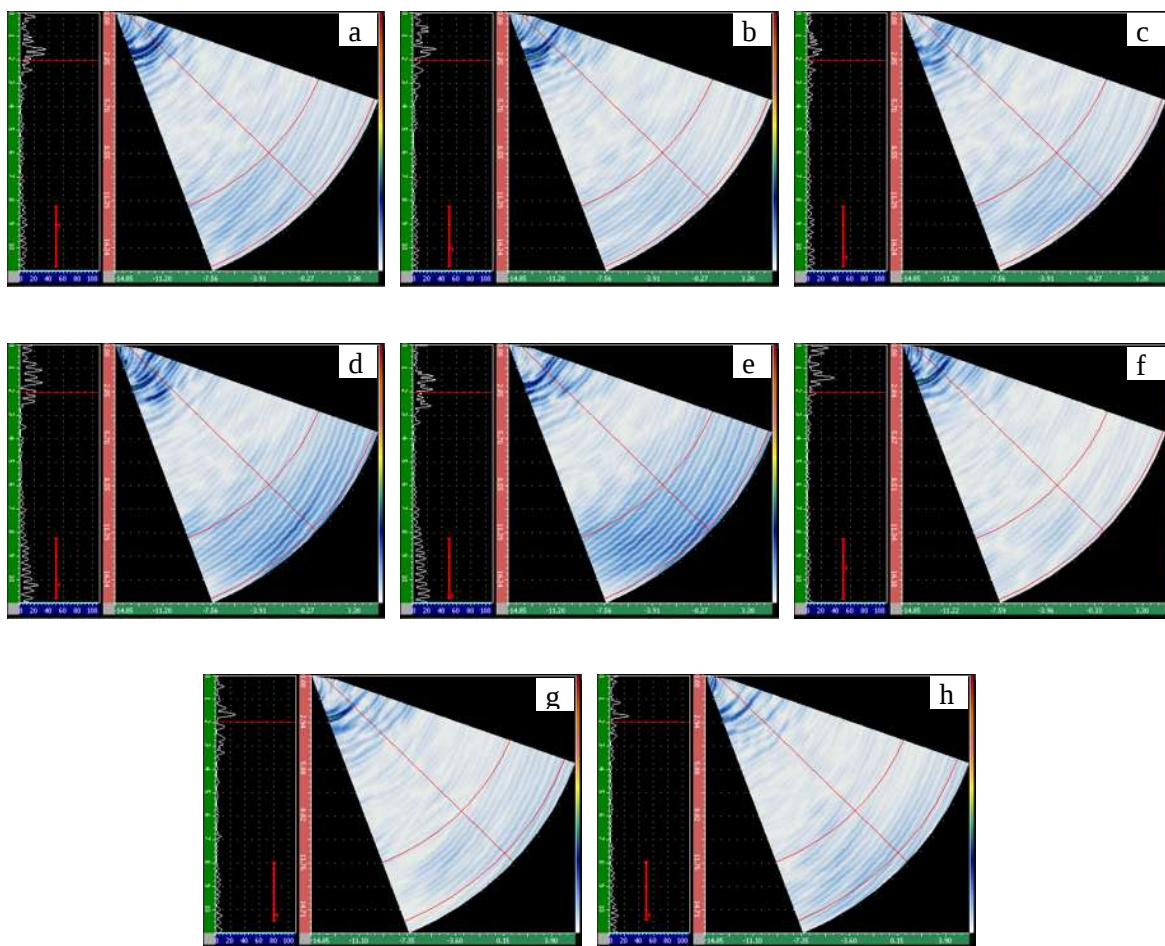


Figura 4.13 Material X65, Frecuencia 5 MHz, Ganancia 30 dB, Velocidad 6100 m/s, Espesor 9.80 mm, Rango 16.45 mm, Puerta 13.52 mm, Ancho 4.26 mm, PALPADOR A UNA PIERNA. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.

Las imágenes de las Fig. 4.13 y Fig. 4.14 permiten observar la interacción entre el haz ultrasónico y el material API-5L X-65. Se utilizan las dos frecuencias (5 y 10 MHz) para realizar la inspección. Esta inspección se lleva a cabo a la distancia de *palpador a una pierna*, es decir, la interacción del haz se lleva a cabo en las tres zonas de la soldadura, pero solo de la pared superior hasta la pared posterior sin ningún rebote en la pared posterior como se indica en el diagrama representativo de la Fig. 4.6 a.

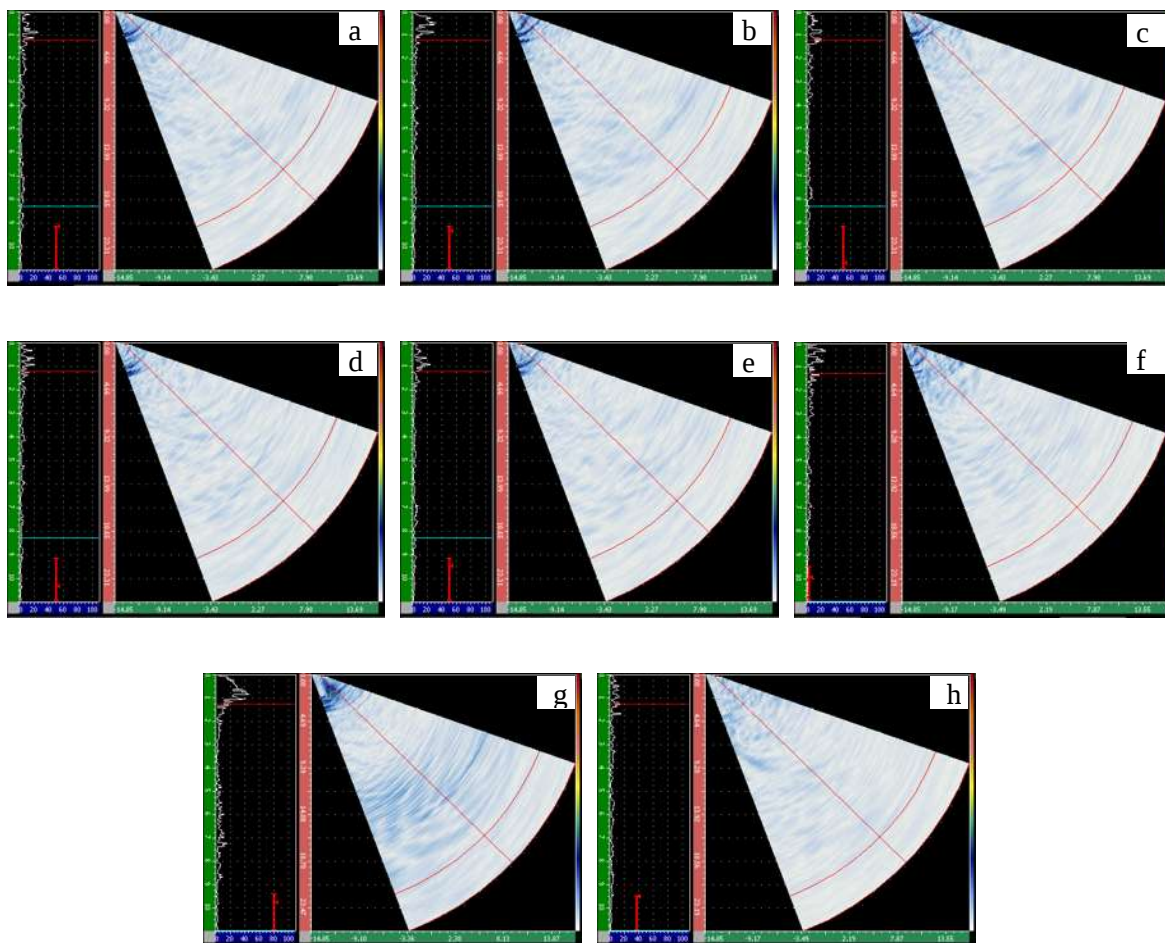


Figura 4.14 Material X65, Frecuencia 10 MHz, Ganancia 36 dB, Velocidad 6100 m/s, Espesor 9.80 mm, Rango 26.92 mm, Puerta 25.45 mm, Ancho 4.93 mm, PALPADOR A UNA PIERNA. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.

Las imágenes que se obtuvieron del material API 5L X-65 con ambas frecuencias en la posición de *palpador a una pierna* se puede concluir que el *ruido* que hay entre el palpador y la zapata es todavía más fuerte con la frecuencia de 5 MHz para este material que para el material API 5L X-60, y se debe a que el espesor de este material (API 5L X-65) es más delgado, y por lo tanto el rango es más corto (16 mm). Con la frecuencia de 10 MHz el *ruido* que hay entre el palpador y la zapata es más bajo que con la frecuencia de 5 MHz, pero no es suficiente para tener una representación fiable de la interacción del haz ultrasónico con el material.

Las imágenes de las Fig. 4.15 y Fig. 4.16 permiten observar la interacción entre el haz ultrasónico y el material API-5L X-65. Se utilizan las dos frecuencias (5 y 10 MHz) para realizar la inspección. Esta inspección se lleva a cabo a la distancia de *palpador a dos piernas*, es decir, la interacción del

haz se lleva a cabo en las tres zonas de la soldadura, desde la pared superior hasta la pared posterior con un rebote en la pared posterior como se indica en el diagrama representativo de la Fig. 4.6 b.

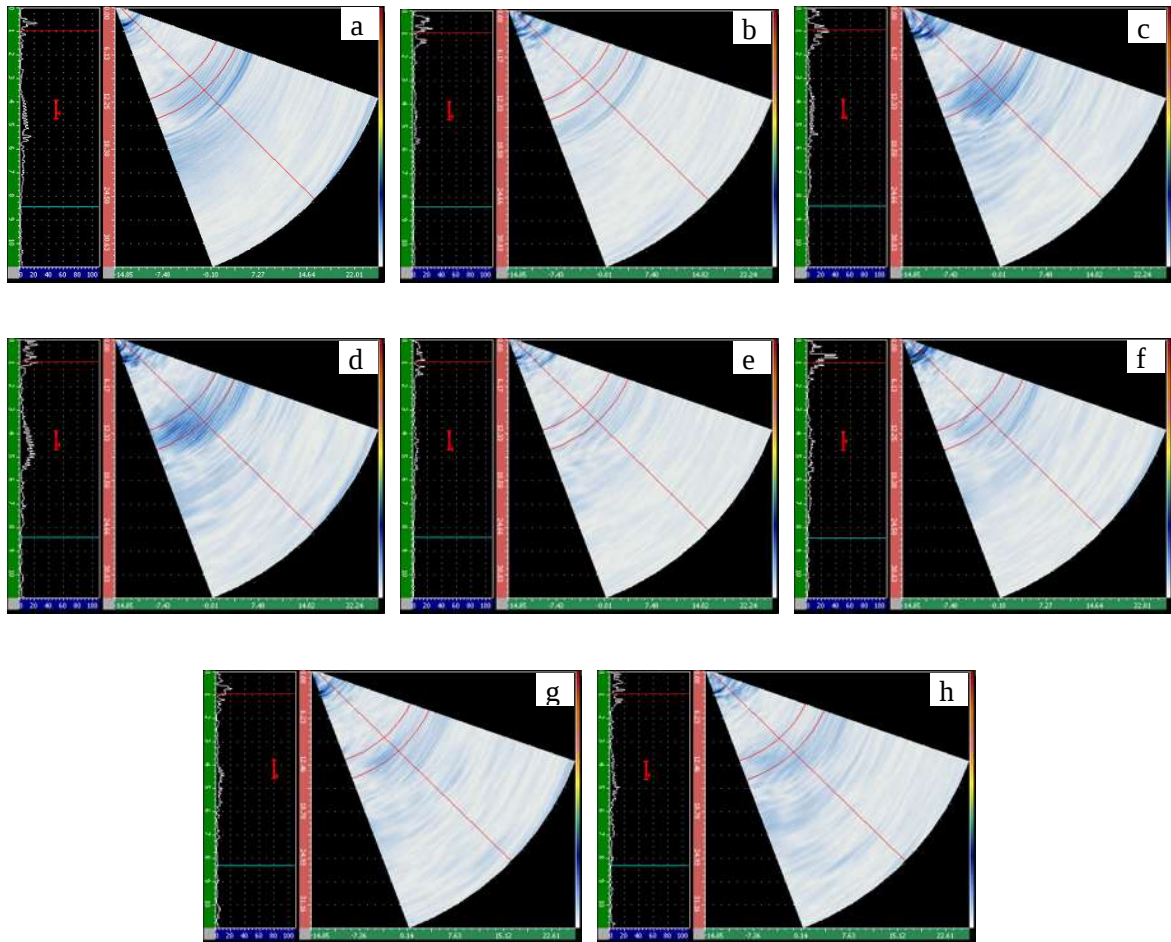


Figura 4.15 Material X65, Frecuencia 5 MHz, Ganancia 30 dB, Velocidad 6100 m/s, Espesor 9.70 mm, Rango 35.60 mm, Puerta 13.72 mm, Ancho 2.92 mm, PALPADOR A DOS PIERNAS. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.

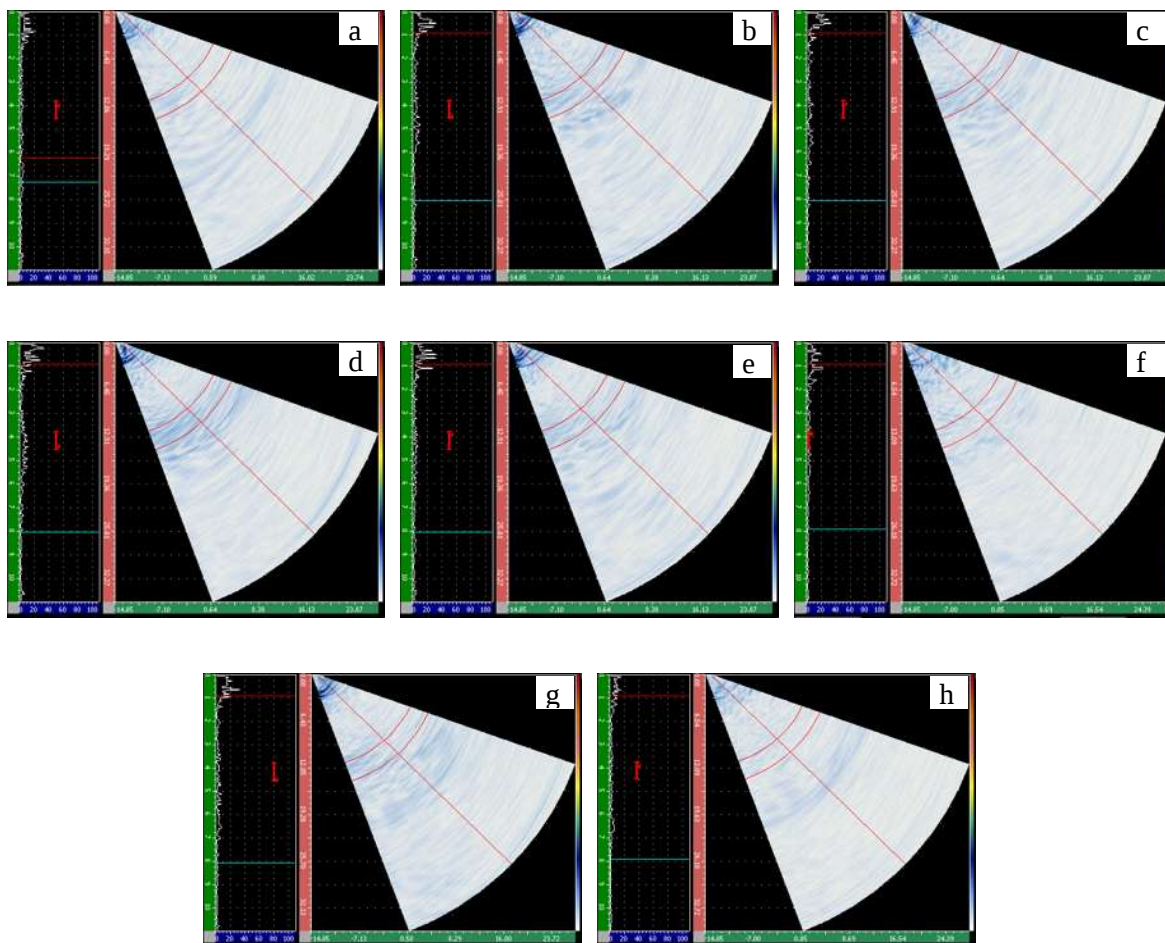


Figura 4.16 Material X65, Frecuencia 10 MHz, Ganancia 36 dB, Velocidad 6100 m/s, Espesor 9.70 mm, Rango 37.26 mm, Puerta 13.98 mm, Ancho 2.92 mm, PALPADOR A DOS PIERNAS. a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.

Las imágenes que se obtuvieron del material API 5L X-65 con ambas frecuencias en la posición de *palpador a dos piernas* se puede concluir que el *ruido* que hay entre el palpador y la zapata es más fuerte con la frecuencia de 5 MHz que con la frecuencia de 10 MHz, pero es difícil tener una representación fiable de la interacción del material con el haz con ambas frecuencias. La disminución aparente del ruido entre la posición de *palpador a una pierna* y *palpador a dos piernas* se debe al rango en el que se obtuvieron las imágenes. Las imágenes de *palpador a una pierna* se obtuvieron en un rango de 16 mm, que es la penetración del haz ultrasónico en el material, y las imágenes de *palpador a dos piernas* se obtuvieron en un rango de 35-37 mm. Este rango se eligió con el fin de tener la certeza de que el haz hacia el recorrido teórico completo como se describe en la Fig. 4.6 b. Por lo tanto la interacción entre el haz ultrasónico y el material es la misma en ambas posiciones, pero con la diferencia del rango de inspección.

Las imágenes obtenidas por medio del equipo de arreglo de fases permiten observar una interacción entre el haz y el material, pero no se observa alguna tendencia que sugiera que el envejecimiento de un material, en este caso de aceros API-5L X-60 y API 5L X-65, se pueda caracterizar por esta técnica.

Para el mismo material y la misma posición, pero con diferente frecuencia, podemos observar que la interacción del haz con el material es mucho mayor con la frecuencia de 5 MHZ (Fig. 4.15) que con la frecuencia de 10 MHZ (Fig. 4.16), y esto se puede atribuir a la pérdida de energía del haz, debido a que la interacción que tienen las diferentes frecuencias con el material, ya que la frecuencia de 10 MHZ interactúa con más intensidad con el material que la frecuencia de 5 MHZ, debido a su longitud de onda, por lo tanto la energía que regresa al palpador de mayor frecuencia es menor que la energía que regresa al palpador de menor frecuencia, y esto se ve reflejado en la representación S-scan.

El arreglo de fases es un método ultrasonido lineal y su funcionamiento está basado el principio de Huygens y lo que permite observar en la pantalla del equipo es la diferencia de presión acústica que hay en el recorrido del haz dentro del material, esto en una gama de colores que representa la presión acústica en dB.

Otro factor importante que influencia en la interacción del haz ultrasónico con la soldadura es la anisotropía de la soldadura, que al tener constantes elásticas diferentes en cada zona hacen que el viaje del haz sea muy difícil.

4.4 Microscopía óptica

La caracterización microestructural se llevó a cabo en las tres zonas de la soldadura de ambos materiales (API 5L X-60 y X-65). Como se puede observar en la siguiente Fig. 4.17.

El metal base (MB) tiene una microestructura alineada en la dirección de laminado, y la conforman granos de ferrita y perlita (Fig. 4.18 a); La zona afectada térmicamente (ZAT) es la zona que se ve afectada por el ciclo térmico de la soldadura, en esta zona se observan granos gruesos de ferrita y pequeñas colonias de perlita (Fig. 4.18 b); y por último en el cordón (MA, material de aporte) se observan granos de ferrita columnar de morfología gruesa, alargada y paralelos a la dirección del

flujo de calor aportado durante la soldadura junto con una mezcla de fases de perlita y ferrita acicular fina que están desorientadas respecto a los granos columnares (Fig. 4.18 c).

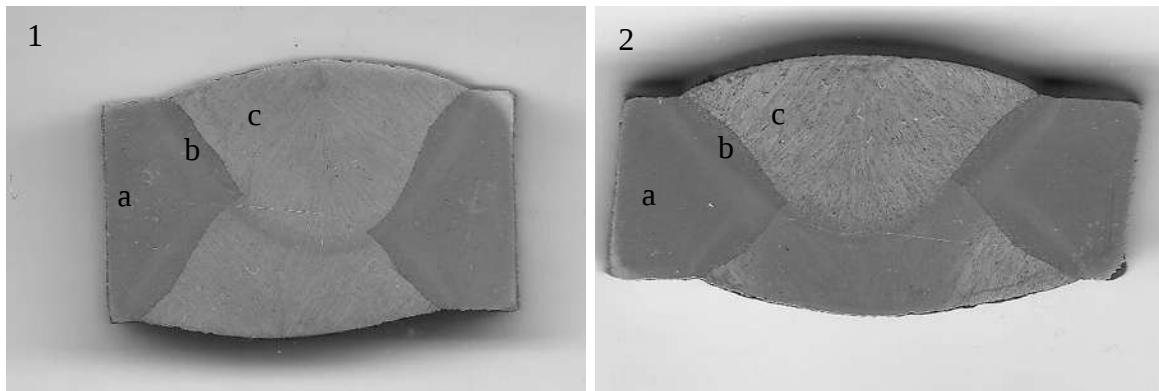


Figura 4.17 Diferentes zonas de la soldadura de ambos materiales 1) API 5L X-60, y 2) API 5L X-65. a) Material base (MB), b) zona afectada térmicamente (ZAT), c) Cordón (MA).

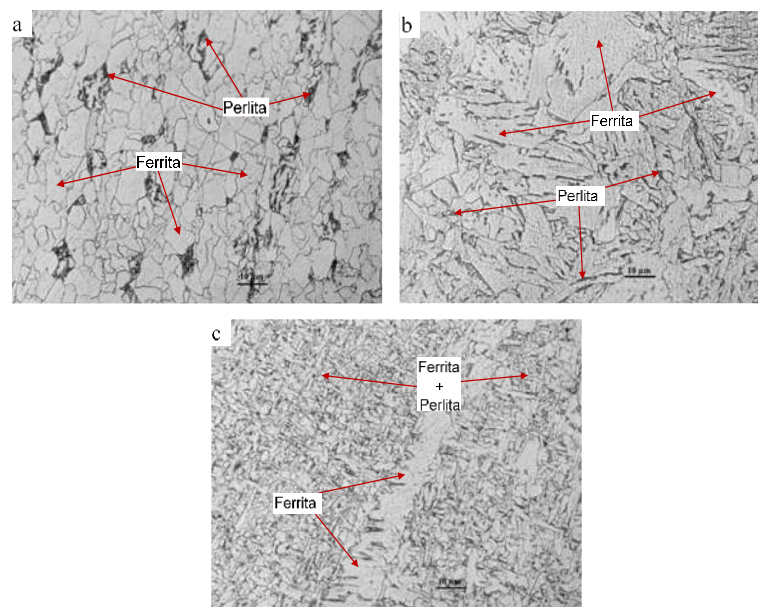


Figura 4.18 Microestructuras de la soldadura del acero X-60 a) material base, b) ZAT, y c) Cordón.

La caracterización microestructural se llevó a cabo en las tres zonas de la soldadura del material X-65. En el metal base (MB) tiene una microestructura alineada en la dirección de laminado, y la conforman granos de ferrita y perlita, con la diferencia de que los granos del material base son más gruesos que las granos del MB del material X-60 (Fig. 4.19 a); La zona afectada térmicamente (ZAT) es la zona que se ve afectada por el ciclo térmico de la soldadura, en esta zona se observan granos gruesos de ferrita y pequeñas colonias de perlita y al igual que con los granos del MB, los

granos de la ZAT son más burdos que los de la ZAT del material X-60 (Fig. 4.19 b); y por último en el cordón (MA, material de aporte) se observan granos de ferrita columnar de morfología gruesa, alargada y paralelos a la dirección del flujo de calor aportado durante la soldadura junto con una mezcla de fases de perlita y ferrita acicular fina que están desorientadas respecto a los granos columnares al igual que con los granos del MB del material X-60 (Fig. 4.19 c).

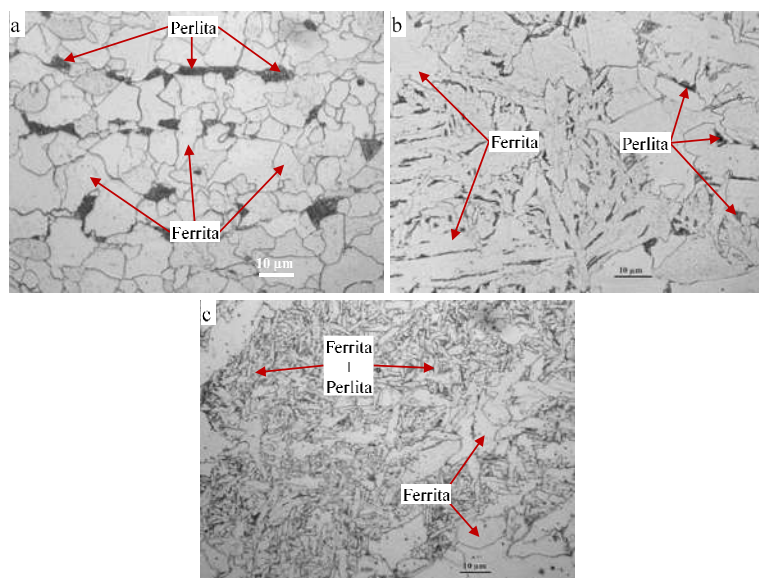


Figura 4.19 Microestructuras de la soldadura del acero X-65 a) material base, b) ZAT, y c) Cordón.

4.5 Microscopía electrónica de barrido

La caracterización microestructural se llevó a cabo en las tres zonas de la soldadura de ambos materiales (API 5L X-60 y X-65). Como se puede observar en las Fig. 4.20-4.25; se recurrió al microscopio electrónico de barrido (MEB) con la finalidad de tener una mejor resolución de las diferentes zonas de la soldadura.

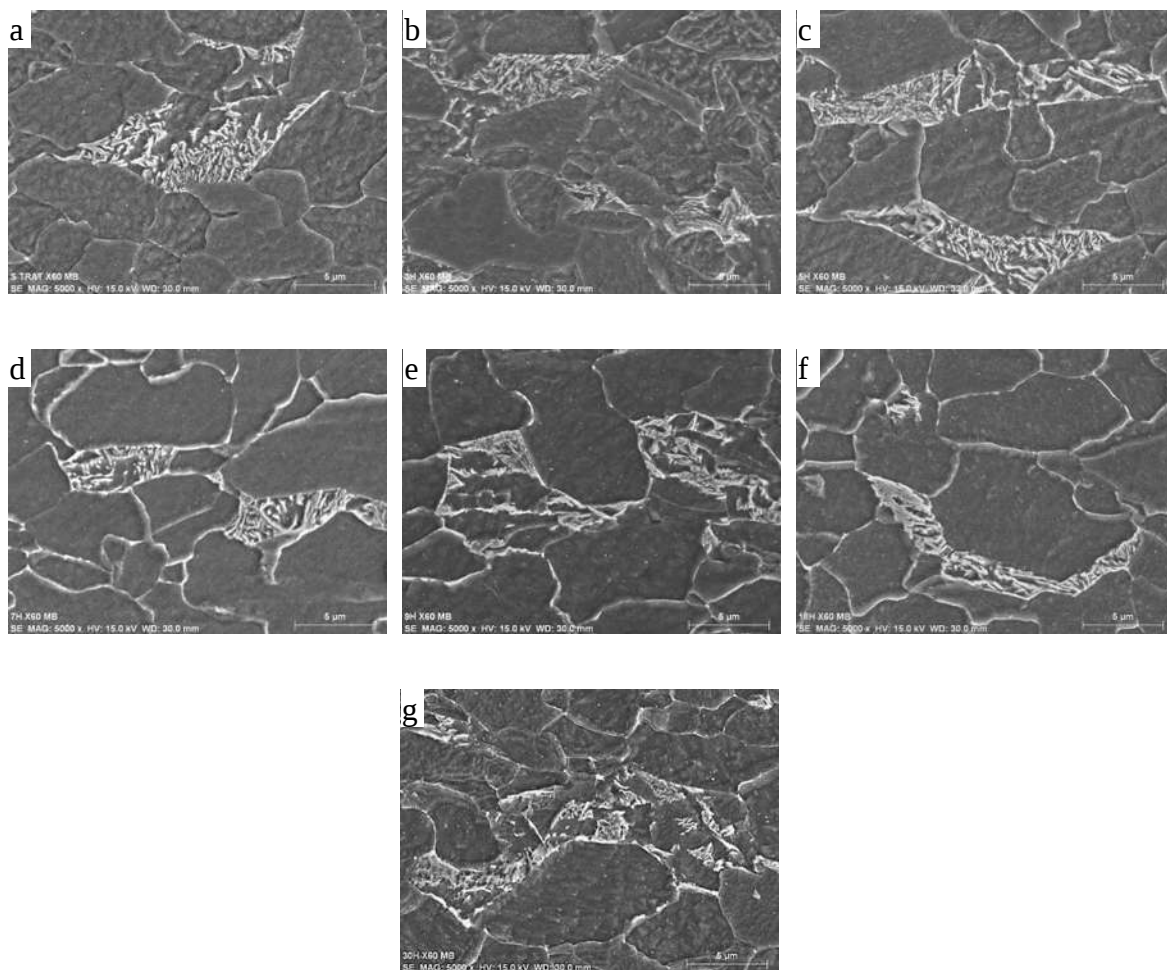


Figura 4.20 Microestructuras del acero X-60 del material base; a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, y g) 30 h.

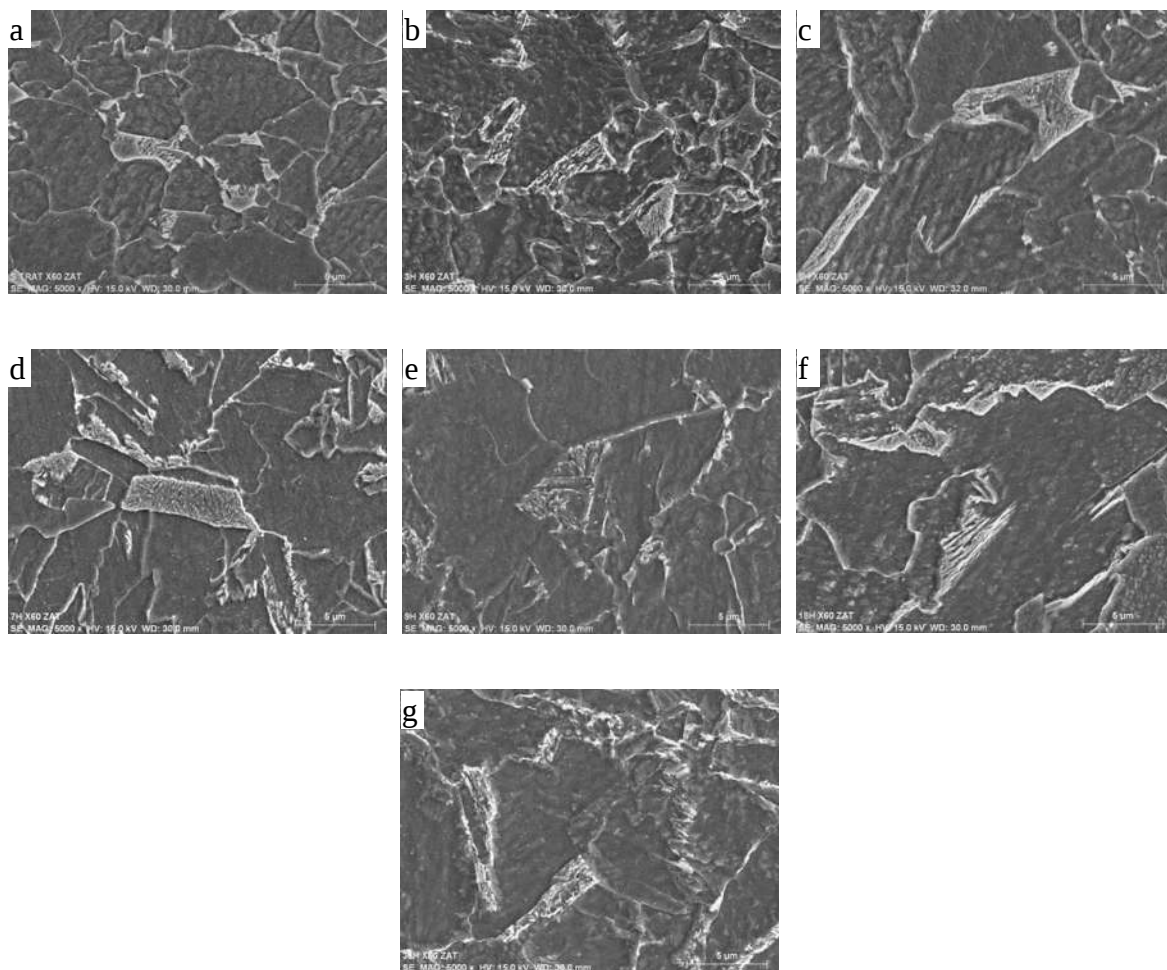


Figura 4.21 Microestructuras del acero X-60 de la ZAT; a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, y g) 30 h.

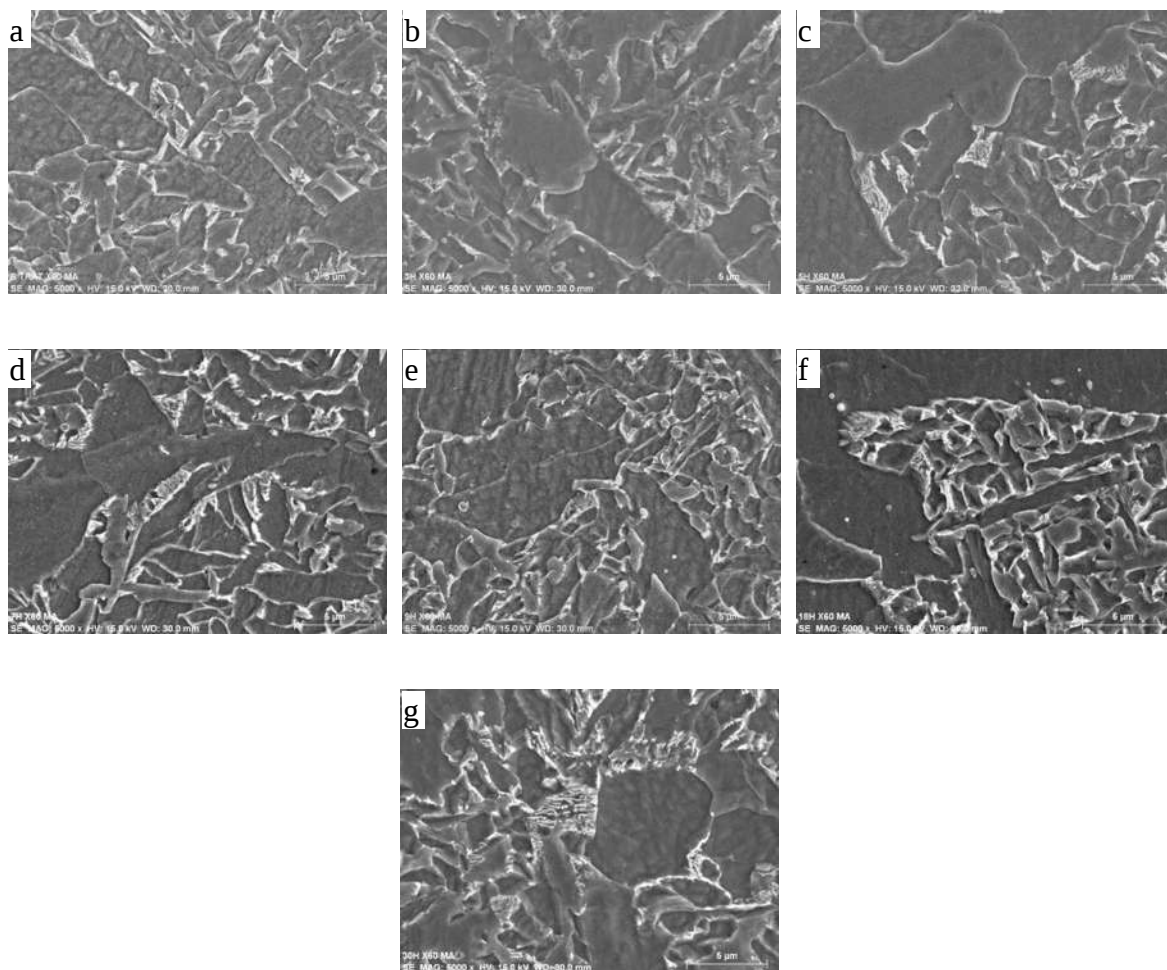


Figura 4.22 Microestructuras del acero X-60 del cordón; a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, y g) 30 h.

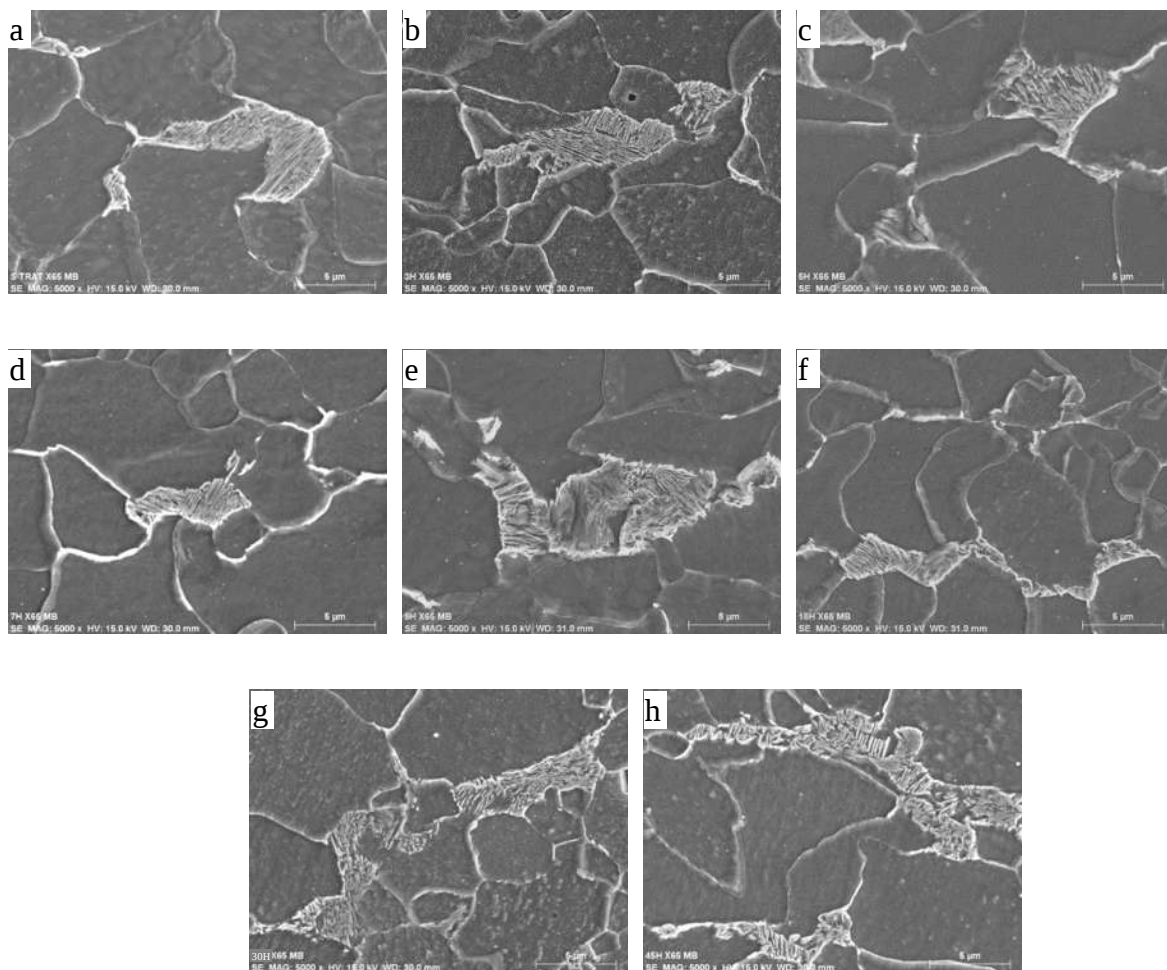


Figura 4.23 Microestructuras del acero X-65 del material base; a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.

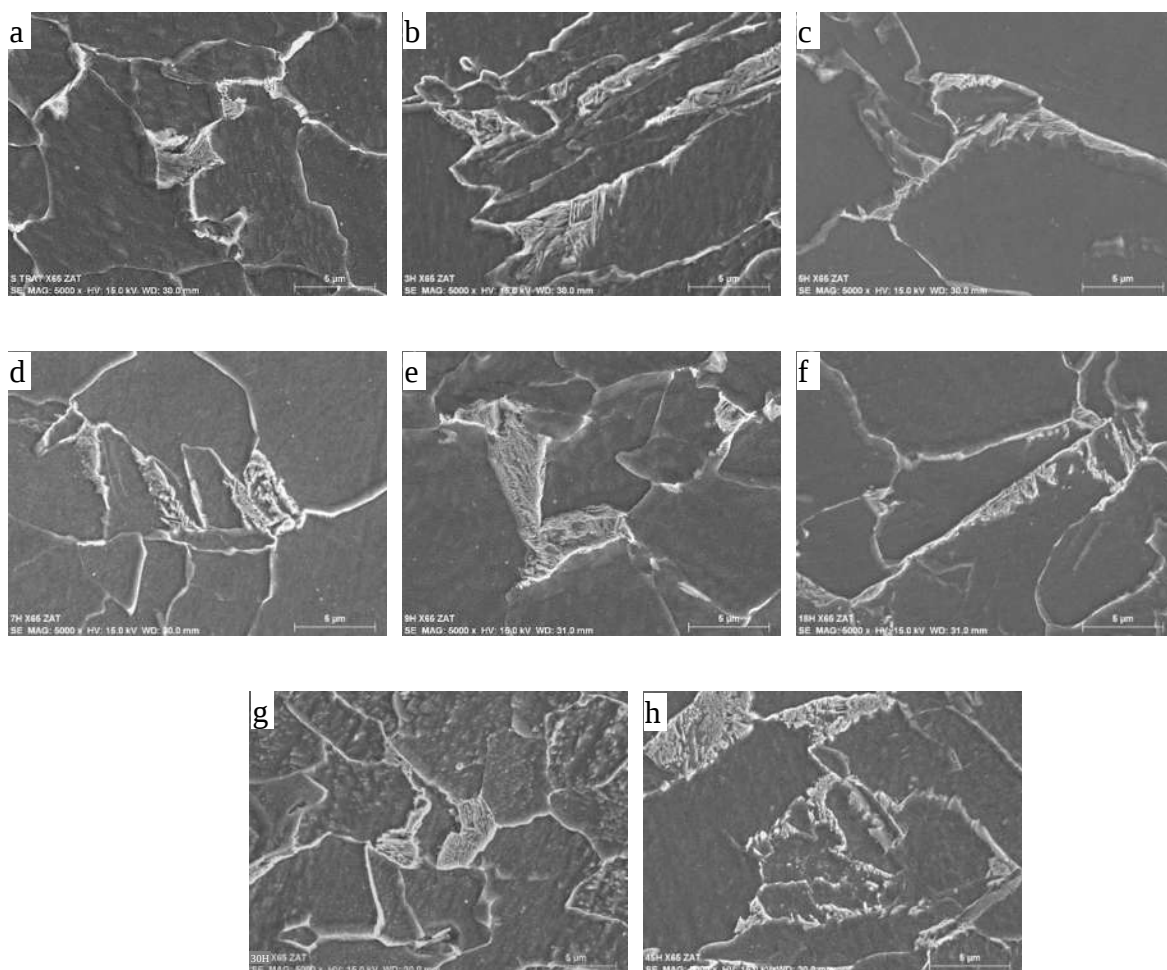


Figura 4.24 Microestructuras del acero X-65 de la ZAT; a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.

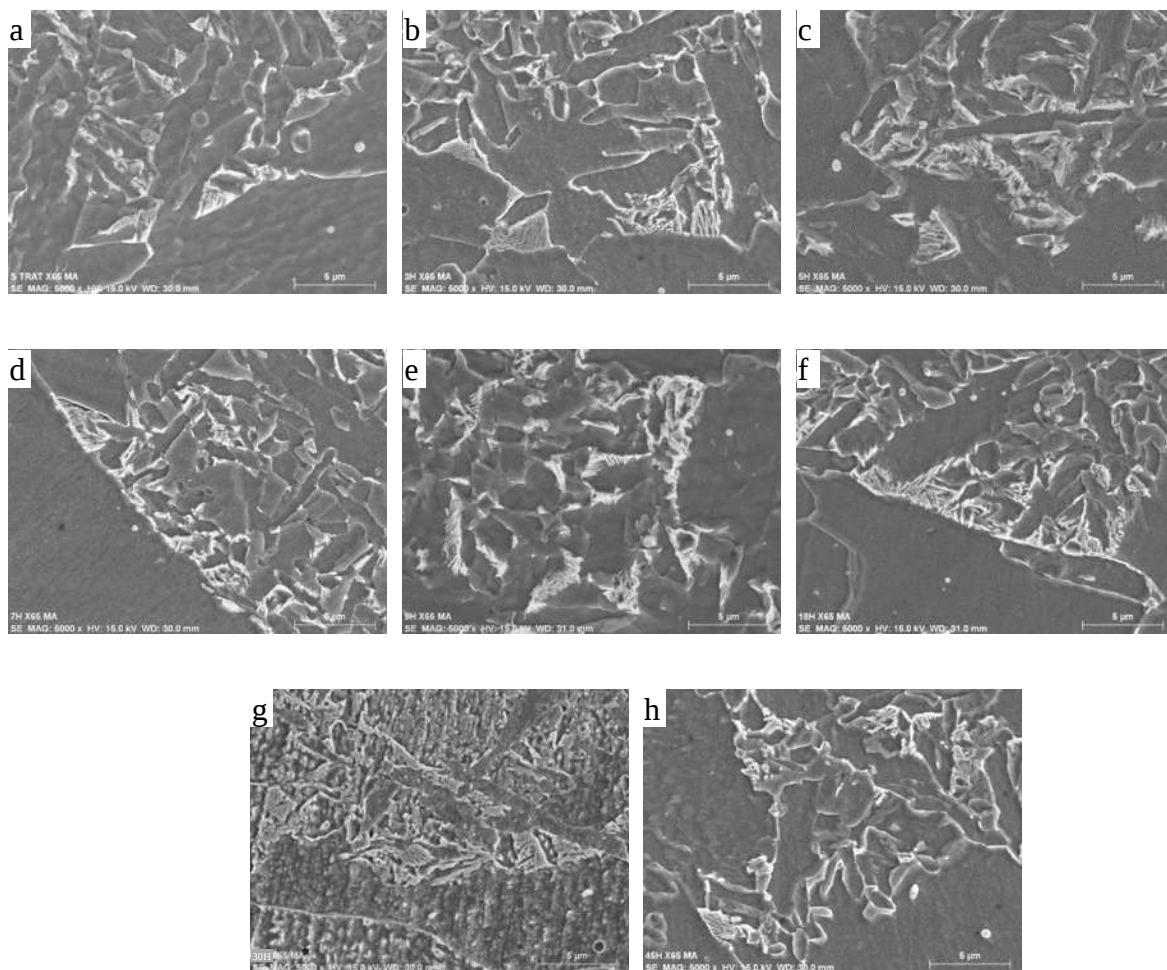


Figura 4.25 Microestructuras del acero X-65 del cordón; a) Material sin tratamiento, b) 3 h, c) 5 h, d) 7 h, e) 9 h, f) 18 h, g) 30 h y h) 45 h.

Dentro de la microestructura de las diferentes zonas del material no se observa ningún cambio a nivel microestructural ya que los cambios más importantes de la microestructura ocurren a nivel nanométrico en donde se ven involucrados dislocaciones y precipitados como la cementita y el carburo- ϵ que es un carburo metaestable [2, 31, 33].

Capítulo V. Conclusiones

1. Se consiguió simular el envejecimiento natural de las tuberías API 5L X-60 y X-65 a una temperatura de 300 ± 5 °C con tiempos de permanencia de 30 horas para el acero API 5L X-60 y de 45 horas para el acero API 5L X-65
2. Se calibro el equipo de arreglo de fases para llevar a cabo las inspecciones en las probetas envejecidas de ambos materiales.
3. De acuerdo con las representaciones S-scan para ambas frecuencias de 5 y 10 MHz, hay interacción entre el material y el haz ultrasónico del palpador, sin embargo no hay ninguna tendencia de dicha interacción. Para la frecuencia de 10 MHz, hay una interacción entre el haz ultrasónico y el material y se puede observar que el ruido provocado por la interacción palpador-zapata es mucho menos pronunciado que el ruido con 5 MHz y por lo tanto se puede observar con más claridad la interacción entre el material y el haz. Sin embargo la técnica de arreglo de fases no es sensible a los cambios microestructurales que ocurren durante el envejecimiento.
4. Un factor importante en las representaciones S-scan de las inspecciones en el material es la relación señal-ruido, la cual puede ser afectada por factores tales como la interacción palpador-zapata, el acoplante, la superficie del material y la anisotropía del material, que son factores que pueden disminuir dicha relación. Por lo tanto con ésta técnica no es posible caracterizar el envejecimiento en una soldadura de acero microaleado ya que los cambios microestructurales influyen muy poco en la representación de la inspección.
5. Los valores de la dureza de las diferentes zonas del material API 5L X-60 tienen la misma tendencia, además el aumento del valor de la dureza nos permite pensar que la máxima precipitación de carburos a una temperatura de 300 ± 5 °C es a 15 horas, con lo que se puede concluir que el tratamiento térmico de envejecimiento es válido para este el material.
6. Para los valores de la dureza de las diferentes zonas del material API 5L X-65 las tendencias son menos marcadas, en el MB y el cordón el valor de la dureza sigue aumentando hasta las 18 horas, pero a las 30 horas el valor de la dureza cae, esto nos permite indicar que la máxima precipitación de carburos es a 18 horas.
7. El PTE es una técnica sensible a las diferentes zonas de la soldadura utilizando en la medición la punta de oro. Sin embargo utilizando la punta de cobre la sensibilidad de la

técnica es menor. Los valores de PTE de las diferentes zonas del material tienen una tendencia a disminuir para ambos aceros, el acero API 5L X-60 y API 5L X-65.

8. En las micrografías de ambos materiales (API 5L X-60 y X-65) no se observa ningún cambio significativo a nivel micrométrico en alguna de las tres zonas de la soldadura.

Sugerencias para trabajo futuro

Realizar microscopía electrónica de transmisión para caracterizar evolución de la microestructura de ambos materiales API 5L X-60 y API 5L X-65.

Contribución de este trabajo de investigación

Este trabajo propuso un método para caracterizar el envejecimiento de los materiales API 5L X-60 y API 5L X-65 con técnicas no destructivas. Por medio de la técnica de arreglo de fases la caracterización del envejecimiento de estos materiales no es posible; por otra parte la técnica de potencial termoeléctrico demostró ser sensible a las diferentes zonas de la soldadura durante el envejecimiento.

Bibliografía

1. FRAGIEL, A., et al., *Microstructural characteristics of different commercially available API 5L X65 steels*. J. New Mater. Electrochem. Syst, **8**: p. 115-119. 2005.
2. VARGAS ARISTA, B., *ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO, MICROESTRUCTURAL Y CORROSIÓN DEL ENVEJECIMIENTO ARTIFICIAL EN LAS UNIONES SOLDADAS DEL TUBO DE ACERO API 5L GRADO X52*. DOCTORAL. IPN: MEXICO. 2008.
3. COLOMBO, G., FUGUET, F. y SAENZ, L., *Efecto del tratamiento térmico de envejecimiento a un acero microaleado tipo X-60*. REVISTA INGENIERÍA UC, **10**(2): p. 26-29. 2003.
4. WALTHAM, M. O. N., *Olympus NDT. Introduction to Phased Array Ultrasonic Technology Applications: R/D Tech Guideline*. p. 356 2007.
5. DRINKWATER, B. W. y WILCOX, P. D., *Ultrasonic arrays for non-destructive evaluation: A review*. NDT & E International, **39**(7): p. 525-541. 2006.
6. YANG, S., YOON, B. y KIM, Y., *Using phased array ultrasonic technique for the inspection of straddle mount-type low-pressure turbine disc*. NDT & E International, **42**(2): p. 128-132. 2009.
7. AZAR, L., SHI, Y. y WOOH, S.-C., *Beam focusing behavior of linear phased arrays*. NDT & E International, **33**(3): p. 189-198. 2000.
8. KURZ, J. H., et al., *Reliability considerations of NDT by probability of detection (POD) determination using ultrasound phased array*. Engineering Failure Analysis, **35**: p. 609-617. 2013.
9. CHÁVEZ, B. S., *CARACTERIZACIÓN POR MEDIO DE TÉCNICAS NO DESTRUCTIVAS DE NANOPARTÍCULAS PRECIPITADAS EN UNA ALEACIÓN Ti-6Al-4V TRATADA TÉRMICAMENTE POR ENVEJECIMIENTO* Instituto de Investigaciones Metalúrgicas. Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo: México. 2013.
10. HASHEMI, S., *Strength–hardness statistical correlation in API X65 steel*. Materials Science and Engineering: A, **528**(3): p. 1648-1655. 2011.
11. KOSTRYZHEV, A. G., *Bauschinger effect in Nb and V microalloyed line pipe steels*. University of Birmingham. 2009.
12. YUE, X., et al., *Continuous cooling transformation behavior in the CGHAZ of naval steels*. Welding journal, **91**(3). 2012.
13. ADAMCZYK, J., *Development of the microalloyed constructional steels*. 2006.

14. SMITH, R. M., *Structural aspects of the hot working of vanadium and niobium high strength low alloy steels*. 1987.
15. HOFER, F., et al., *On the detection of MX-precipitates in microalloyed steels using energy-filtering TEM*. Journal of microscopy, **184**(3): p. 163-174. 1996.
16. ILLESCAS FERNÁNDEZ, S., *Estudio del efecto de los elementos microaleantes en un acero HSLA*. 2007.
17. MOHRBACHER, H., *Hot rolled micro-alloyed high strength steels for applications in cars and trucks*.
18. INTERNATIONAL, A. *High-Strength Low-Alloy Steels*. 2001 Disponible en: http://www.ewp.rpi.edu/hartford/~ernesto/F2014/MPT/MaterialsforStudents/Patella/HSLA_Chapter%203B.pdf. Consultado 10 de junio. 2015
19. COLLINS, L., GODDEN, M. y BOYD, J., *Microstructures of linepipe steels*. Canadian Metallurgical Quarterly, **22**(2): p. 169-179. 1983.
20. RAINFORTH, W., et al., *Precipitation of NbC in a model austenitic steel*. Acta Materialia, **50**(4): p. 735-747. 2002.
21. A.G.KOSTRYZHEV, et al., *Effect of niobium clustering and precipitation on strength of an NbTi-microalloyed ferritic steel*. 2014.
22. HANSEN, S., VANDER SANDE, J. y COHEN, M., *Niobium carbonitride precipitation and austenite recrystallization in hot-rolled microalloyed steels*. Metallurgical Transactions A, **11**(3): p. 387-402. 1980.
23. ZOU, H. *Kinetics of Carbonitride Precipitation in Microalloyed Steels*. 1991. Consultado
24. S. GUNDUZ y COCHRANE, R. C., *Influence of cooling rate and tempering on precipitation and hardness of vanadium microalloyed steel*. 2005.
25. CHARLEUX, M., et al., *Precipitation behavior and its effect on strengthening of an HSLA-Nb/Ti steel*. Metallurgical and Materials Transactions A, **32**(7): p. 1635-1647. 2001.
26. GUAN, K., et al., *Effect of aging at 700 C on precipitation and toughness of AISI 321 and AISI 347 austenitic stainless steel welds*. Nuclear engineering and design, **235**(23): p. 2485-2494. 2005.
27. SUZUKI, S., WEATHERLY, G. y HOUGHTON, D., *The response of carbo-nitride particles in HSLA steels to weld thermal cycles*. Acta Metallurgica, **35**(2): p. 341-352. 1987.

28. A. J. CRAVEN, et al., *COMPLEX HETEROGENEOUS PRECIPITATION IN TITANIUM–NIOBIUM MICROALLOYED Al-KILLED HSLA STEELS—I. (Ti,Nb)(C,N) PARTICLES*. 2000.
29. WANG, K., *A Study of HSLA Steels Microalloyed with Vanadium and Titanium During Simulated Controlled Rolling [ie Rolling] Cycles: A Thesis Presented for the Degree of Doctor of Philosophy in Mechanical Engineering in the University of Canterbury*. University of Canterbury. 2003.
30. MAALEKIAN, M., et al., *In situ measurement and modelling of austenite grain growth in a Ti/Nb microalloyed steel*. *Acta Materialia*, **60**(3): p. 1015-1026. 2012.
31. MEHDI, A., *Influence of the Hot Rolling Process on the Mechanical Behavior of Dual Phase Steels*. 2010.
32. DAS, S., *Bake Hardening in Low and Medium Carbon Steels* Department Of Metallurgical and Materials Engineering. Indian Institute of Technology: INDIA. 2012.
33. LESLIE, W., *The quench-ageing of low-carbon iron and iron-manganese alloys an electron transmission study*. *Acta Metallurgica*, **9**(11): p. 1004-1022. 1961.
34. NATIVIDAD, C., et al., *Metallurgical Characterization of Weld Beads of API X-60 and X-65 Steel Pipelines*, en *Emerging Fields in Sol-Gel Science and Technology*. Springer. p. 392-400. 2003,
35. VARGAS-ARISTA, B., et al., *On the use of ultrasonic spectral analysis for the characterization of artificially degraded API 5L X52 steel pipeline welded joints*. *Materials Science and Engineering: A*, **550**: p. 227-234. 2012.
36. VARGAS-ARISTA, B., et al., *Metallurgical investigation of the aging process on tensile fracture welded joints in pipeline steel*. *Materials Characterization*, **60**(12): p. 1561-1568. 2009.
37. MEJIA, J. A. N. *Influencia de la Composición, tamaño de grano, dimensiones de las piezas y medio de enfriamiento en el temple de los aceros*. 2011 Disponible en: <http://jorantonegret.wikispaces.com/file/view/60576324-7156883-Me-Temple-y-Revenido.pdf>. Consultado Consultado 20 de mayo de 2015.
38. JANJUŠEVIĆ, Z., et al., *The investigation of applicability of the Hollomon-Jaffe equation on tempering the HSLA steel*. *Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, **15**(3): p. 131-136. 2009.
39. SISTENDCA. *Manual de Introducción a los END*. 2010 Disponible en: <http://www.sistendca.com/DOCUMENTOS/Manual%20Introduccion%20a%20los%20END.pdf>. Consultado 26 de mayo 2015

40. HUMEIDA, Y., et al., *A probabilistic approach for the optimisation of ultrasonic array inspection techniques*. NDT & E International, **68**: p. 43-52. 2014.
41. WOOH, S.-C. y SHI, Y., *Optimization of ultrasonic phased arrays*, en *Review of progress in quantitative nondestructive evaluation*. Springer. p. 883-890. 1998,
42. WOOH, S.-C. y SHI, Y., *Optimum beam steering of linear phased arrays*. Wave motion, **29**(3): p. 245-265. 1999.
43. OLYMPUS, N., *Phased Array Testing: Basic Theory for Industrial Applications*. 2010.
44. SONG, S.-J., SHIN, H. J. y JANG, Y. H., *Development of an ultra sonic phased array system for nondestructive tests of nuclear power plant components*. Nuclear engineering and design, **214**(1): p. 151-161. 2002.
45. OLYMPUS, N., *Introduction to phased array ultrasonic technology applications*. D Tech Guideline", Olympus NDT. 2004,
46. FAN, Z. y LOWE, M. *Array imaging of austenitic welds by measuring weld material map*. in *40TH ANNUAL REVIEW OF PROGRESS IN QUANTITATIVE NONDESTRUCTIVE EVALUATION: Incorporating the 10th International Conference on Barkhausen Noise and Micromagnetic Testing*. AIP Publishing. 2014
47. RAJENDRAN, V., et al., *Microstructure and ultrasonic behaviour on thermal heat-treated Al–Li 8090 alloy*. Journal of Alloys and Compounds, **478**(1): p. 147-153. 2009.
48. MUTHU KUMARAN, S., *Evaluation of precipitation reaction in 2024 Al–Cu alloy through ultrasonic parameters*. Materials Science and Engineering: A, **528**(12): p. 4152-4158. 2011.
49. CUETO, A. G., *Ultrasonido industrial nivel II* 2005,
50. NOWERS, O., et al., *Novel ray-tracing algorithms in NDE: Application of Dijkstra and A* algorithms to the inspection of an anisotropic weld*. NDT & E International, **61**: p. 58-66. 2014.
51. HUNTER, A. J., DRINKWATER, B. W. y WILCOX, P. D., *Autofocusing ultrasonic imagery for non-destructive testing and evaluation of specimens with complicated geometries*. NDT & E International, **43**(2): p. 78-85. 2010.
52. KOLKOORI, S., et al., *Ultrasonic field profile evaluation in acoustically inhomogeneous anisotropic materials using 2D ray tracing model: Numerical and experimental comparison*. Ultrasonics, **53**(2): p. 396-411. 2013.

53. RAJ, B., MUKHOPADHYAY, C. y JAYAKUMAR, T., *Frontiers in NDE research nearing maturity for exploitation to ensure structural integrity of pressure retaining components*. International journal of pressure vessels and piping, **83**(5): p. 322-335. 2006.
54. BOLOTINA, I., et al., *Ultrasonic arrays for quantitative nondestructive testing an engineering approach*. Russian Journal of Nondestructive Testing, **49**(3): p. 145-158. 2013.
55. DESTRUCTIVOS, A. E. D. E. N., *Ultrasonidos Nivel II*. Madrid, España: Fundación CONFEMFTAL. 2006,
56. PEREZ, M., MASSARDIER, V. y KLEBER, X., *Thermoelectric power applied to metallurgy: principle and recent applications*. International Journal of Materials Research, **100**(10): p. 1461-1465. 2009.
57. CARABAJAR, S., et al., *Precipitation evolution during the annealing of an interstitial-free steel*. Materials Science and Engineering: A, **281**(1): p. 132-142. 2000.
58. KLEBER, X., et al., *Aging behaviour of lean duplex steel using Thermoelectric Power measurements*. 2010.
59. LUIGGI, N. J., *Isothermal precipitation of commercial 3003 Al alloys studied by thermoelectric power*. Metallurgical and Materials Transactions B, **28**(1): p. 125-133. 1997.
60. PARK, Y. D., et al. *Characterization of Weldments and Materials Using Thermoelectric Power Measurements*. in *Materials Science Forum*. Trans Tech Publ. 2008
61. CABALLERO, F., et al., *Thermoelectric power studies on a martensitic stainless steel*. Scripta materialia, **50**(7): p. 1061-1066. 2004.
62. PARK, D., et al., *A study of the alloying elements in the model alloy studied by Thermoelectric Power and Electrical Resistivity*. 2009.
63. SIMONET, L., et al., *Characterization of Segregated Areas in Ferritic Steels by Thermoelectric Power Measurement*. 2006.
64. LAMONTAGNE, A., et al., *Application of Thermoelectric Power Technique to Study the Static Strain Ageing of Heavily Cold Drawn Steel*. Characterization of Minerals, Metals, and Materials 2013: p. 1-10.
65. LAVAIRE, N., MASSARDIER, V. y MERLIN, J., *Quantitative evaluation of the interstitial content (C and/or N) in solid solution in extra-mild steels by thermoelectric power measurements*. Scripta materialia, **50**(1): p. 131-135. 2004.
66. PEREZ, M., et al., *Low-temperature solubility of copper in iron: experimental study using thermoelectric power, small angle X-ray scattering and tomographic atom probe*. Philosophical Magazine, **85**(20): p. 2197-2210. 2005.

67. RANA, R., SINGH, S. y MOHANTY, O., *Thermoelectric power studies of copper precipitation in a new interstitial-free steel*. Scripta materialia, **55**(12): p. 1107-1110. 2006.
68. FERRER, J. P., et al., *Comparison of the annealing behaviour between cold and warm rolled ELC steels by thermoelectric power measurements*. Acta Materialia, **55**(6): p. 2075-2083. 2007.
69. SUN, D., et al., *Thermoelectric power characterization of a 2024 aluminum alloy during solution treatment and aging*. Materials Characterization, **36**(2): p. 83-92. 1996.
70. PARK, Y., et al. *Analysis of Microstructure Using Thermoelectric Diagnostics for Non-Destructive Evaluation of Materials*. in *REVIEW OF PROGRESS IN QUANTITATIVE NONDESTRUCTIVE EVALUATION*. AIP Publishing. 2005