



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

**PROGRAMA DE MAESTRIA EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

**“CARACTERIZACIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO DE UN ACERO
INOXIDABLE AISI 316L MEDIANTE MEDICIONES DE
ULTRASONIDO”**

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

ING. SERGIO ALBERTO RAMÍREZ SANDOVAL

Director de Tesis:
DR. ALBERTO RUIZ MARINES

Morelia, Michoacán; Febrero de 2017.

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	7
ABSTRACT	8
CAPÍTULO I	9
INTRODUCCIÓN	9
1.1 Justificación	12
1.2 Objetivos	12
1.2.1 Objetivo principal	12
1.2.2 Objetivos particulares	12
1.3 Hipótesis	13
CAPÍTULO II	14
REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE	14
2.1 Acero inoxidable AISI 316L	14
2.1.1 Aplicaciones del acero inoxidable AISI 316L	15
2.1.2 Fases intermedias y tratamientos térmicos	16
2.2 Ensayos no destructivos	17
2.2.1 Ultrasonido	18
2.2.1.1 Aplicación de las técnicas ultrasónicas, sus ventajas y desventajas	23
2.2.1.2 Método pulso-eco	24
2.2.1.3 Caracterización por medio de técnicas ultrasónicas	24
2.2.1.4 Parámetros ultrasónicos	25
2.2.1.5 Atenuación de onda	26
2.2.1.6 Transformada Rápida de Fourier (FFT por sus siglas en inglés)	28
2.2.1.7 Medición de atenuación de onda ultrasónica en un sistema de ultrasonido por inmersión	30
2.2.1.8 Pérdida por la impedancia acústica de los medios	33

2.2.1.9 Pérdida por la difracción del haz ultrasónico	34
2.2.1.10 Pérdida por dispersión en las fronteras de grano	37
2.2.1.11 Modelos geométricos de los granos	39
2.2.1.12 Anisotropía de los materiales.....	40
2.2.1.13 Velocidades ultrasónicas.....	42
2.2.1.14 Relación de las velocidades ultrasónicas con las constantes elásticas y la microestructura	42
2.3 Modelo de Hall-Petch	43
2.4 Cálculo de tamaño de grano.....	44
CAPÍTULO III.	46
DESARROLLO EXPERIMENTAL	46
3.1 Secuencia del desarrollo experimental	46
3.2 Preparación y maquinado de las probetas.....	46
3.2.1 Preparación de las probetas para estudios metalográficos.....	47
3.2.2 Preparación de las probetas para medición de parámetros ultrasónicos	47
3.2.3 Maquinado de las probetas para estudios metalográficos y para medición de parámetros ultrasónicos	48
3.3 Tratamientos térmicos de las probetas.....	49
3.4 Electropulido y electroataque de las probetas para caracterización y estudio metalográfico	50
3.5 Ensayos mecánicos	51
3.5.1 Ensayos de tensión.....	51
3.5.2 Medición de dureza.....	52
3.6 Determinación de parámetros ultrasónicos.....	52
CAPÍTULO IV.	58
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	58

4.1 Análisis de resultados	58
4.1.1 Composición química	58
4.1.2 Análisis metalográfico	58
4.1.3 Parámetros ultrasónicos	63
4.1.3.1 Velocidad ultrasónica de corte.....	63
4.1.3.2 Velocidad ultrasónica longitudinal	65
4.1.3.3 Atenuación de onda ultrasónica	66
4.1.4 Pruebas de tensión	68
4.1.5 Dureza	71
4.1.6 Fractografía	72
CAPÍTULO V.	74
CONCLUSIONES.....	74
REFERENCIAS.....	76

ÍNDICE DE FIGURAS

CAPÍTULO II. REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE

Figura 2.1 Microestructura del material base AISI 316L.....	15
Figura 2. 2 Clasificación de las ondas sonoras [25].....	19
Figura 2. 3 Ciclo de vibración [25].	19
Figura 2. 4 Gráficas de ondas a diferentes frecuencias [25].....	20
Figura 2. 5 Propagación de ondas longitudinales a través de un material [25].....	21
Figura 2. 6 Propagación de ondas longitudinales generadas por un transductor de haz recto [25].	22
Figura 2. 7 Propagación de ondas transversales a través de un material [25].....	22
Figura 2. 8 Propagación de ondas transversales generadas por un transductor de haz angular [25].	22
Figura 2. 9 Dispersión de una onda ultrasónica en un medio sólido [25].	26

Figura 2. 10 Propagación de una onda ultrasónica en el dominio del tiempo [25].	28
Figura 2. 11 Transformación de un pulso en el dominio del tiempo al dominio de la frecuencia [25].	29
Figura 2. 12 Diagrama esquemático de reflexiones múltiples en una placa.	30
Figura 2. 13 Metalografías de un acero inoxidable TP304 tratado térmicamente [30].	32
Figura 2. 14 Representación esquemática del fenómeno de divergencia de un haz. Transductor de baja frecuencia (arriba), transductor de alta frecuencia (abajo) [31].	35
Figura 2. 15 Efecto aumentado de la divergencia de un haz.	36
Figura 2. 16 Coeficiente de atenuación para ondas longitudinales en hierro policristalino: a) teoría unificada, b) límite de Rayleigh, c) región estocástica, d) SKA (analogía escalar de las ondas) [34].	40
Figura 2. 17 Estructura cristalina cúbica y direcciones de simetría	41
Figura 2. 18 Anisotropía inducida por el proceso de rolado en frío [36].	42

CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Figura 3. 1 Proceso del desarrollo experimental.	46
Figura 3. 2 Dimensiones de las probetas para caracterizaciones metalográficas.	47
Figura 3. 3 Dimensiones de las probetas para medición de parámetros ultrasónicos.	47
Figura 3. 4 Máquina rectificadora.	48
Figura 3. 5 Horno de tratamiento térmico.	49
Figura 3. 6 Diagrama de tratamientos térmicos.	50
Figura 3. 7 Fuente reguladora de voltaje.	51
Figura 3. 8 Forma de la probeta de tensión bajo la norma ASTM E8M-04.	51
Figura 3. 9 Arreglo típico experimental de ultrasonido pulso-eco en inmersión [27].	53
Figura 3. 10 Pulsos generados por las reflexiones en la pared superior y posterior de una pieza en evaluación.	53
Figura 3. 11 Espectros de frecuencia.	54
Figura 3. 12 Curva de atenuación de onda ultrasónica.	55
Figura 3. 13 Arreglo experimental de ultrasonido pulso-eco de contacto [24].	56
Figura 3. 14 Modos de propagación de ondas de corte (modo rápido y modo lento) [24].	57

CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Figura 4.1 Microestructura del material base AISI 316L a 200x.	59
Figura 4.2 Microestructura AISI 316L con TT1 a 200x.	59
Figura 4.3 Microestructura AISI 316L con TT2 a 200x.	60
Figura 4.4 Gráfica de crecimiento de tamaño de grano en las diferentes muestras.	61
Figura 4.5 Microestructura de las muestras con diferentes tratamientos térmicos a 1050°C a) material base, b) Tratamiento térmico a 1050°C con 30 min de permanencia y enfriada en agua, c) Tratamiento térmico a 1050°C con 75 min de permanencia y enfriada en agua. (Metalografías tomadas a una magnificación de 100x).....	62
Figura 4.6 Velocidad ultrasónica de corte en las diferentes muestras.....	64
Figura 4.7 Porcentaje de birrefringencia en las diferentes muestras.	64
Figura 4.8 Velocidad ultrasónica longitudinal en las diferentes muestras.	65
Figura 4.9 Coeficientes de atenuación de onda ultrasónica en las diferentes muestras.	67
Figura 4.10 Curvas esfuerzo deformación de las probetas.....	69
Figura 4.11 Gráfica del comportamiento del esfuerzo de fluencia en las diferentes muestras.	70
Figura 4.12 Gráfica del comportamiento del esfuerzo máximo en las diferentes muestras.	70
Figura 4.13 Dureza Rockwell B de las muestras.....	71
Figura 4.14 Fractografía de las muestras. a) Material base, b) Tratamiento térmico a 1050°C con 30 min de permanencia y enfriada en agua, c) Tratamiento térmico a 1050°C con 75 min de permanencia y enfriada en agua. (Fractografías tomadas a una magnificación de 1000x).	72

ÍNDICE DE TABLAS

CAPÍTULO II. REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE

Tabla 2. 1 Composición química del acero AISI 316L (% peso).....	14
Tabla 2. 2 Especificaciones de tratamientos térmicos, espesor y tamaño de grano promedio.	33

CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Tabla 3. 1 Dimensiones en milímetros de las probetas para el ensayo de tensión. 52

CAPITULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 4. 1 Composición química del acero inoxidable AISI 316L. 58

Tabla 4. 2 Comparación de resultados del cambio del tamaño de grano. 60

RESUMEN

El presente trabajo de investigación se basa en la caracterización no destructiva por medio de la técnica de ultrasonido y caracterización metalográfica por medio de microscopía óptica para medir el tamaño de grano de un acero inoxidable AISI 316L adquirido en forma de placa. La placa fue seccionada y sometida a tratamientos térmicos de solubilizado a una temperatura de 1050°C y tiempos de permanencia de 30 y 75 minutos generando el crecimiento del tamaño de grano del material obteniendo tres microestructuras con diferentes tamaños de grano (material base y material tratado térmicamente). La investigación consistió en realizar los cálculos de los coeficientes de atenuación ultrasónica y las velocidades ultrasónicas longitudinales para las tres diferentes microestructuras mediante el método de ultrasonido por inmersión y las velocidades ultrasónicas de corte en las diferentes microestructuras por el método de ultrasonido por contacto.

Los coeficientes de atenuación ultrasónica fueron determinados mediante análisis espectral de las señales de radio frecuencia (RF). Para ello, las señales ultrasónicas de los ecos fueron analizadas por medio de la Transformada Rápida de Fourier (FFT por sus siglas en inglés). Se realizaron cálculos matemáticos para determinar las pérdidas ocasionadas por la divergencia del haz ultrasónico y el desajuste de impedancia acústica de los medios. De esta forma, se obtienen solo las pérdidas ocasionadas por la dispersión de las ondas ultrasónicas en las fronteras de grano dando como resultado diferentes coeficientes de atenuación de onda para los diferentes tamaños de grano.

Las velocidades ultrasónicas fueron obtenidas calculando el tiempo de propagación de la onda a través del material en las diferentes probetas, encontrando que la velocidad de las ondas longitudinales presenta una ligera disminución para los diferentes tamaños de grano. En el caso de la velocidad de las ondas de corte, se encontró que las probetas exhiben textura cristalográfica que fue detectada mediante la birrefringencia de la onda de corte y se encontró que la velocidad de los modos de propagación de onda (modo lento y modo rápido) cambió a medida de que el tamaño de grano crece. Para complementar la presente investigación se realizaron pruebas de dureza y tensión para analizar el efecto del crecimiento del grano en las propiedades mecánicas. Finalmente, se realizaron estudios de fractografía en las superficies de fractura de las probetas de tensión para conocer el tipo de fractura que se presenta para los diferentes tamaños de grano.

Palabras clave: AISI 316L; Tratamiento térmico; Crecimiento de grano; Atenuación de onda ultrasónica; Velocidades ultrasónicas.

ABSTRACT

The present research work is based on non-destructive characterization using ultrasonic technics and metallographic characterization by optical microscopy to measure the grain size of a stainless steel AISI 316L acquired in the form of a plate. The plate was sectioned and submitted to thermal treatments of solubilization at a temperature of 1050 °C and permanence times of 30 and 75 minutes, generating growth of the grain size of the material obtaining three microstructures with different grain sizes (base material and treated material thermally).

The ultrasonic attenuation coefficients determined by spectral analysis of radio frequency (RF) signals. For this, the ultrasonic signals of the echoes analyzed by means of the Fast Fourier Transform (FFT).

Mathematical calculations performed to determine the losses caused by the divergence of the ultrasonic beam and the mismatch of acoustic impedance of the means. In this way, only the losses caused by the dispersion of the ultrasonic waves in the grain boundaries obtained, resulting in different wave attenuation coefficients for the different grain sizes.

The ultrasonic velocities obtained by calculating the time of propagation of the wave through the material in the different specimens, finding that the velocity of the longitudinal waves shows a slight decrease for the different grain sizes. In the case of shear velocity, it found that the specimens exhibited crystallographic texture detected by the birefringence of the shear wave and it found that the speed of the wave propagation modes (slow mode and fast mode) changed as the grain size grows.

In order to complement the present investigation, tests of hardness and tension carried out to analyze the effect of grain growth on the mechanical properties. Finally, fractography studies carried out on the fracture surfaces of the tensile specimens to determine the type of fracture present for the different grain sizes.

Keywords: AISI 316L; Heat treatment; Grain growth; Ultrasonic wave attenuation; Ultrasonic velocities.

CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

Los aceros inoxidable austeníticos AISI 316L son muy usados en la ingeniería debido a que poseen gran estabilidad química, resistencia a la corrosión y una alta resistencia mecánica cuando son sometidos a la acción de cargas estáticas y dinámicas así como una gran soldabilidad. El acero inoxidable AISI 316L tiene una elevada demanda en la industria química, naval, farmacéutica, aeronáutica, alimenticia y nuclear entre otras, lo que hace que el material estudiado juegue un papel primordial en el desarrollo tecnológico de la industria [1].

En lo que respecta a los ensayos no destructivos los aceros inoxidable austeníticos son materiales difíciles de inspeccionar, debido a su compleja microestructura, por lo cual se requiere implementar técnicas ultrasónicas complejas que permitan la evaluación de estos materiales, con la finalidad de evitar riesgos en la integridad mecánica y confiabilidad de los equipos construidos con estos aceros [1].

Actualmente las industrias realizan grandes esfuerzos en obtener materiales con las propiedades mecánicas deseadas [2]. Los tratamientos térmicos son considerados herramientas muy poderosas y generalmente son utilizados para mejorar las propiedades mecánicas de los productos en las industrias de manufactura. Los tratamientos térmicos se realizan para ocasionar cambios y variaciones en la microestructura que constituyen a los materiales de los productos sometidos a este tipo de procedimientos, si el procedimiento es realizado adecuadamente se lograrán las propiedades mecánicas deseadas en los materiales [3].

La caracterización de los aceros inoxidable austeníticos ha tomado gran importancia a causa de la necesidad primordial de garantizar el correcto funcionamiento con la finalidad de conocer la vida útil de los equipos y materiales que los componen [4]. Consecuencia de lo anterior es la implementación de métodos y técnicas de ensayos no destructivos para la caracterización de materiales. Algunas ventajas de emplear técnicas de ensayos no destructivos es la ejecución de la inspección con equipos en funcionamiento sin necesidad de que estos dejen de operar así como inspección en tiempo real en las líneas de producción de la industrias de manufactura teniendo como resultado altos estándares de calidad en sus productos [5].

Las técnicas ultrasónicas han demostrado tener un gran potencial para caracterizar microestructuras y propiedades mecánicas en una amplia gama de materiales. Realizar mediciones de los parámetros ultrasónicos como son las velocidades ultrasónicas y la atenuación de onda proveen información de las variaciones estructurales y microestructurales cuando los materiales han sido sometidos a procesos y procedimientos de tratamientos térmicos [6]. El principio detrás de los exámenes ultrasónicos está basado en el hecho de que los materiales sólidos son buenos conductores de las ondas sonoras. Las ondas ultrasónicas son una subcategoría de las ondas acústicas que poseen todas las características de una onda sonora. De hecho, las ondas ultrasónicas son definidas como cualquier onda acústica con una frecuencia mayor a 20 kHz, dicha frecuencia está fuera del umbral auditivo del ser humano. En ultrasonido convencional, se utilizan transductores con frecuencias centrales de inspección que operan en el rango de 0.5 MHz-25 MHz para detectar fallas internas o para encontrar y conocer características de los materiales [3]. Los principios que gobiernan el comportamiento de las ondas ultrasónicas está ligado a las propiedades intrínsecas de los materiales tal es el caso de la densidad y propiedades elásticas. Tanto la atenuación como la dispersión de las ondas ultrasónicas y las propiedades mecánicas son afectadas por la microestructura de los materiales.

Las técnicas ultrasónicas han sido extensivamente desarrolladas para cumplir y realizar un gran número de tareas, por ejemplo:

1. Para determinar algunas propiedades mecánicas del material como constantes elásticas: Módulo Cortante (G), Módulo de compresión (B), y Módulo de Elasticidad (E) [7].
2. Caracterización de las propiedades microestructurales como la medición del tamaño de grano [8].
3. Determinar las propiedades mecánicas de los materiales como dureza, límite elástico, temperatura de transición dúctil-frágil, tenacidad a la fractura [9].
4. Calificar los tratamientos de procesamiento como la medida del grado de recristalización [10].
5. Evaluar las degradaciones de un material en servicio, como fatiga, termofluencia, corrosión, daños de hidrógeno y medidas de esfuerzos residuales, precipitación de fases dañinas [11-14].

En el presente trabajo se realizaron tratamientos térmicos de solubilizado al acero inoxidable austenítico AISI 316L a una temperatura de 1050°C y diferentes tiempos de permanencia con

un enfriamiento en agua con la finalidad de hacer crecer el tamaño de grano de las probetas y evitar la presencia de fases intermetálicas, de tal manera que la única variable microestructural que afecte las mediciones ultrasónicas sea el tamaño de grano. En la presente investigación se correlacionan los cambios de las variables ultrasónicas con las propiedades mecánicas del material.

La caracterización del tamaño de grano en aceros inoxidable austeníticos implica una sofisticada caracterización metalográfica, la cual demanda tiempos muy largos de preparación de las muestras y de estudio por diferentes técnicas de microscopía, por lo tanto la evaluación no destructiva para predecir el tamaño de grano de éstas aleaciones es el objeto de estudio de la presente investigación. Estudios anteriores han utilizado la inspección ultrasónica utilizando los parámetros ultrasónicos para detectar cambios en el tamaño de grano, sin embargo estos estudios se han enfocado principalmente a aceros al carbono o aceros baja aleación. El uso de los aceros inoxidable AISI 316L se ha incrementado notablemente en usos industriales por lo que la presente investigación busca realizar tratamientos térmicos para generar un crecimiento en el tamaño de grano sometiendo las muestras a rigurosas inspecciones ultrasónicas para llevar a cabo un minucioso análisis de la caracterización de la forma de onda ultrasónica después de que ésta se propagó a través del material con el fin de predecir el tamaño de grano tomando en cuenta la dispersión de la onda generada por los límites de grano en función de la frecuencia y la amplitud de las señales ultrasónicas, la investigación también tiene como prioridad conocer si existe cambio en la anisotropía y/o textura que presenta el material conforme aumenta su tamaño de grano, lo anterior puede ser determinado por medio de las velocidades ultrasónicas de corte en su modo rápido y lento al analizar la birrefringencia que presenta el material en las diferentes muestras analizadas.

1.1 Justificación

El uso del acero inoxidable austenítico AISI 316L se ha incrementado en diversas ramas de la industria, por lo que el desarrollo tecnológico en la industria hace imperativo el estudio y comportamiento de éste material. El presente trabajo de investigación busca relacionar los cambios en la velocidad ultrasónica y atenuación de onda ultrasónica con el crecimiento de grano en la microestructura del acero inoxidable AISI 316L ocasionado por tratamientos térmicos de solubilizado.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo principal

Caracterización ultrasónica del tamaño de grano de un acero inoxidable austenítico AISI 316L mediante atenuación de onda ultrasónica utilizando la técnica de ultrasonido por inmersión mediante el método pulso-eco.

1.2.2 Objetivos particulares

- i) Realizar tratamientos térmicos para generar el crecimiento de grano en muestras de estos aceros.
- ii) Caracterizar microestructuralmente los diferentes especímenes mediante microscopía óptica.
- iii) Medir las propiedades mecánicas de los diferentes especímenes mediante ensayos de dureza y tensión.
- iv) Realizar mediciones de atenuación y velocidad ultrasónica.
- v) Correlacionar los cambios en las mediciones de los parámetros ultrasónicos (velocidades ultrasónicas y atenuación ultrasónica) con los resultados obtenidos del cálculo del tamaño de grano.

- vi) Caracterizar los especímenes mediante microscopía electrónica de barrido relacionando los cambios microestructurales ocasionados por los tratamientos térmicos.

1.3 Hipótesis

Estudios han demostrado que una onda ultrasónica que se propaga en un material sufre pérdidas en su amplitud por efecto del tamaño de grano de la microestructura, por lo que se considera posible predecir los diferentes tamaños de grano de la microestructura mediante la determinación del coeficiente de atenuación que presentará el acero inoxidable AISI 316L con diferentes tamaños de grano.

CAPÍTULO II.

REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE

2.1 Acero inoxidable AISI 316L

La búsqueda de materiales económicos con elevada resistencia a la corrosión en ambientes salitrosos y con excelentes propiedades mecánicas ha sido objeto de interés en los últimos años debido al rápido desgaste y la notable disminución en la vida útil de los materiales.

Los aceros inoxidables AISI 316L se destacan por tener una buena resistencia a la corrosión en condiciones de recocido, esto se debe al contenido de cromo en su composición química que es mayor a o igual a 13% peso [15].

El acero inoxidable AISI 316L tiene una gran demanda en el mercado debido a que presenta buena resistencia a la corrosión, buena resistencia mecánica, maleabilidad y excelente tenacidad y soldabilidad es por ello que sus aplicaciones son muy comunes en la industria [16, 17], por todo lo anterior lo hace excelente candidato para la ejecución de este proyecto de investigación. Los aceros inoxidables AISI 316L tienen contenidos bajos en carbono ocasionando que sus propiedades mecánicas aumenten [17] y su composición química se muestra en la tabla 2.1.

Tabla 2. 1 Composición química del acero AISI 316L (% peso).

Material	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo	Ti	Cu	Nb	N
AISI 316L	0.031	1.178	0.525	0.011	0.031	16.70	10.02	1.951	0.011	0.39	0.040	0.05

Otra característica importante de aceros inoxidables austeníticos AISI 316L es que poseen una alta resistencia a la picadura por corrosión y el PREN (pitting resistance equivalent number) es calculado con la siguiente ecuación [18]:

$$PREN = \%Cr + 3.3(\%Mo) + 30(\%N) \quad (1)$$

Sustituyendo los datos de la composición química del acero AISI 316L, se obtiene que el $PREN_{AISI\ 316L} = 24.6383$.

La resistencia a las picaduras por corrosión del acero inoxidable AISI 316L otorga mayores propiedades anticorrosivas comparadas con los aceros al carbono comerciales y menores propiedades anticorrosivas ante superaleaciones, sin embargo el costo de éstas últimas es

muy elevado con respecto a los aceros inoxidable austeníticos. Es por ello que especialistas deben realizar estudios avanzados y minuciosos de índole técnico y económico cuando se realicen proyectos donde el uso de aleaciones cuya operación sea en aplicaciones donde se requiera de resistencia mecánica (Cargas estáticas, cíclicas etc.) y resistencia a la corrosión. Metalúrgicamente el acero inoxidable AISI 316L se compone de una matriz austenítica de estructura cristalina FCC [15, 19] que se mantiene en un amplio rango de temperatura y cuenta con un tamaño de grano promedio de 31.6 μm . En la Figura 2.1 se observa la microestructura del acero inoxidable AISI 316L.

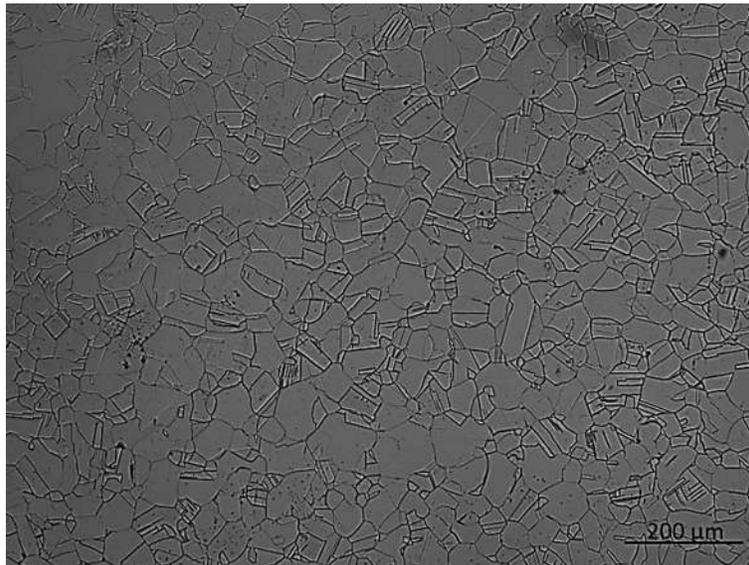


Figura 2.1 Microestructura del material base AISI 316L.

2.1.1 Aplicaciones del acero inoxidable AISI 316L

Los aceros inoxidable AISI 316L son ampliamente usados en componentes diseñados para operar a temperaturas elevadas y también su aplicación se encuentra en la industria nuclear, tal es el caso de la construcción de plantas nucleares así como en proyectos internacionales de fusión nuclear [20, 21].

Los aceros inoxidable AISI 316L son conocidos en el campo laboral como aceros "grado marino" debido a su resistencia a la corrosión bajo condiciones de trabajo en ambientes que contengan cloruro, por lo que se ha convertido en un material adecuado para usarlo en ambientes cercanos al océano, además de ser muy comunes en la industria después del acero inoxidable tipo AISI 304.

El acero inoxidable AISI 316L ofrece excelente soldabilidad y menor probabilidad de aparición de corrosión entre las uniones, por lo que resulta conveniente su uso en las siguientes aplicaciones:

- Condensadores.
- Intercambiadores de Calor.
- Filtros.
- Recipientes a presión.
- Válvulas.
- Bridas y Conexiones.
- Industria de las bebidas.
- Industria química.
- Procesamiento de Alimentos.
- Equipos marinos.
- Industria petroquímica.
- Farmacéutico.

2.1.2 Fases intermedias y tratamientos térmicos

En la mayoría de los sistemas de aleaciones se presentan cambios en la estructura, precipitación de nuevas fases, cambios en su matriz conforme se va aumentando el periodo de exposición a temperaturas elevadas, a estas nuevas fases se les conocen como fases intermetálicas.

La precipitación de nuevas fases intermetálicas (fase sigma, fase chi, o fases de laves) en los aceros inoxidables ocasiona que las propiedades de éstos se vean afectadas negativamente a medida que aumenta la cantidad de precipitados de estas fases intermetálicas [18].

Los aceros inoxidables austeníticos son ampliamente utilizados en la industria, sin embargo, su resistencia a la corrosión puede disminuir cuando los componentes de los equipos de manufactura son utilizados en un ambiente químicamente agresivo y están sometidos a altas temperaturas [20] de ahí la importancia de controlar la calidad de las placas, tuberías y láminas que sean fabricadas.

Cuando los aceros inoxidables austeníticos son sometidos a temperaturas del rango de 500-900°C (773.15-1173.15K) la fase austenítica presenta cambios microestructurales de gran

importancia, los cambios en la microestructura dependerán en gran medida de la composición química del material y del tiempo de exposición de éste a las temperaturas anteriormente mencionadas. Las nuevas fases nuclearán y crecerán en los sitios de alta energía, por ejemplo, límites de grano, maclas, y dislocaciones [15, 22].

Proyectos de investigación desarrollados por grupos de científicos han optado por la realización de pruebas ultrasónicas y la evaluación de diversas metodologías para analizar las variaciones de la microestructura durante diversos tratamientos térmicos encontrando fluctuaciones en los parámetros ultrasónicos, éstos últimos han sido relacionados exitosamente con los cambios microestructurales ocasionados por los diferentes procedimientos de tratamientos térmicos, esto se debe a las transformaciones de fases, precipitación de fases etc. Lo anterior resulta de gran importancia en el presente proyecto ya que investigadores han demostrado que los parámetros ultrasónicos, atenuación de onda y la velocidad ultrasónica varían considerablemente cuando se da la descomposición de la matriz austenítica de los aceros inoxidables [19].

Investigaciones efectuadas anteriormente basadas en la caracterización microestructural ultrasónica y condiciones de los tratamientos térmicos a los que se someten las probetas de un acero SAE-4340 demuestran que existen variaciones en las mediciones de velocidad y atenuación ultrasónica debido al cambio de la microestructura del acero [23].

2.2 Ensayos no destructivos

Los ensayos no destructivos se definen como la examinación y evaluación que se desarrolla sobre un objeto de prueba sin necesidad de cambiar o alterar las propiedades del objeto cuando es sometido a este tipo de inspecciones, el propósito de los ensayos no destructivos es determinar presencia de discontinuidades como poros y defectos causados por algún proceso de fabricación que puedan tener un efecto negativo en la operación y/o servicio del objeto sujeto a inspección [19].

En años recientes se han enfocado esfuerzos para tratar de relacionar parámetros como velocidad y atenuación con variaciones en la microestructura de algunos materiales referencias de dichos esfuerzo [19]. Actualmente se sabe que la exposición de estos materiales a condiciones extremas durante su servicio o malos procesos de fabricación

pueden alterar su microestructura y por lo tanto ponen en peligro el óptimo desempeño de un componente o equipo construido con aceros inoxidable austeníticos. Usualmente los cambios microestructurales están relacionados con la dureza, tamaño de grano, etc. [3, 4, 24]. Los ensayos no destructivos no garantizan en su totalidad que las deficiencias en los objetos no se presenten, sin embargo juegan un rol importante en la reducción de la probabilidad de falla en éstos. Es importante destacar que dentro del área de los ensayos no destructivos existen diferentes técnicas y que a pesar de que cada una de estas presenta un gran número de ventajas también están muy limitadas debido al principio físico en el que están basadas, es por eso que se deben seleccionar las técnicas adecuadas para las diferentes circunstancias o problemáticas que se requieran resolver [25]. Las técnicas de los ensayos no destructivos se clasifican en superficiales y volumétricas es muy usual que para la inspección de objetos se realice una técnica superficial complementada con una técnica volumétrica [26], sin embargo para el desarrollo de este trabajo de investigación el enfoque será principalmente al uso de las técnica ultrasónicas.

2.2.1 Ultrasonido

Las ondas sonoras son vibraciones de partículas que componen a un sólido, líquido o gas. Las ondas ultrasónicas son un ejemplo de energía mecánica y necesitan de un medio elástico para propagarse, por lo tanto no pueden existir en el vacío [25]. Las ondas ultrasónicas son una subcategoría de las ondas acústicas que poseen todas las características de las ondas sonoras y son definidas como cualquier onda acústica con una frecuencia mayor a 20 kHz, dicha frecuencia está fuera del umbral auditivo del ser humano. El rango de frecuencias de aplicación en la industria van desde 0.5 MHz-25 MHz. La frecuencia se selecciona dependiendo del tipo de material a inspeccionar. La unidad de la frecuencia son los Hertz, abreviado como Hz y definido como “*un ciclo de vibración por segundo*”. En la Figura 2.2 se muestra la clasificación de las ondas sonoras en base a su rango de frecuencia [25].

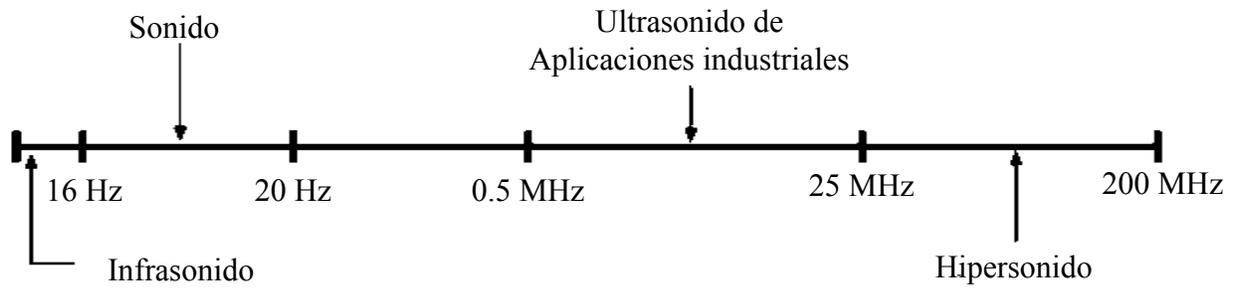


Figura 2. 2 Clasificación de las ondas sonoras [25].

Como se mencionó anteriormente las ondas ultrasónicas generan vibraciones mecánicas periódicas, las cuales son comúnmente representadas por movimientos ondulatorios (ondas sinusoidales), las ondas ultrasónicas se componen de características muy peculiares y se describen a continuación [24]:

1. Amplitud: Se define como el desplazamiento máximo de una partícula desde su posición cero (Ver Figura 2.3).
2. Longitud de onda: Es la distancia requerida para completar un ciclo; o también la distancia desde un punto dado en un ciclo al mismo punto en el siguiente ciclo (Ver Figura 2.3). Se identifica con la letra griega “ λ ” (Lambda), la longitud de onda se mide en unidades de distancia por lo que es válido utilizar unidades del sistema internacional o del sistema inglés.
3. Ciclo: Se define como el movimiento completo de la onda, o también el movimiento completo de la partícula (Ver Figura 2.3).
4. Frecuencia: El número total de ciclos completos que pasan por un punto por unidad de tiempo y se identifica con la letra f (Ver Figura 2.4).

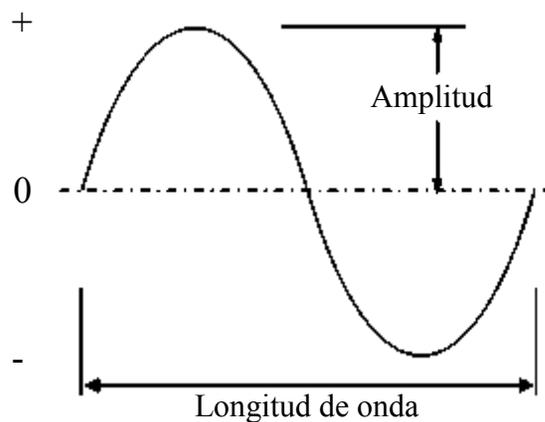


Figura 2. 3 Ciclo de vibración [25].

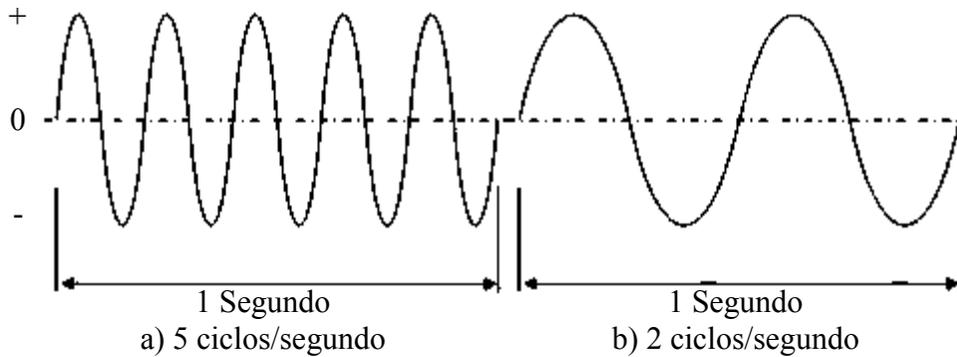


Figura 2. 4 Gráficas de ondas a diferentes frecuencias [25].

Otra característica importante en el ultrasonido es la velocidad ultrasónica que es una propiedad intrínseca de los materiales y se define como la distancia total de viaje de la onda a través del material por unidad de tiempo y se verá más a detalle en el numeral 2.5.1.12. La expresión matemática que relaciona las características mencionadas de la onda ultrasónica y la velocidad es la siguiente [24]:

$$\lambda = \frac{c}{f} \tag{2}$$

Donde λ es la longitud de onda, c es la velocidad de onda ultrasónica y f es la frecuencia de la onda.

Una vez conocidas las características de las ondas ultrasónicas es imperativo mencionar que los principios que gobiernan las ondas acústicas están relacionados principalmente a las propiedades físicas de los materiales como la densidad y módulo de elasticidad [24].

En algunos casos es necesario transferir/recibir la onda de una fuente de generación (transductor) a el material a inspeccionar por lo que se utiliza un medio de acople el cual puede ser dependiendo del tipo de onda un líquido o un material altamente viscoso, las características del medio de acople dependerán del tipo de onda que se quiera propagar en el material [27].

Usualmente, los materiales metálicos son anisotrópicos a nivel microscópico ya que la orientación cristalográfica es diferente de un grano a otro [25]. Este mismo material puede ser considerado isotrópico a nivel macro sí la orientación de estos cristales es aleatoria. La anisotropía de un material se refiere a algunas propiedades físicas como el módulo elástico que depende de la orientación en que se mide. Todos los materiales metálicos son substancialmente anisotrópicos ya que a nivel microestructural existen diferencias en la

rigidez interatómica de la estructura cristalina. En estos materiales los cristales en la microestructura tienen una orientación dominante como en el caso de materiales laminados y cordones soldaduras de aceros inoxidables [24]. En 1839, Green mostró que en un sólido anisotrópico pueden existir dos modos puros de propagación de onda y son [24]:

1. **Ondas longitudinales o de compresión:** La característica principal de estas ondas es la forma en que se mueven las partículas (polarización), para este caso el movimiento es paralelo a la dirección en la cual viaja la onda y se les llama de compresión debido a que existen zonas donde los planos de las partículas se encuentran extremadamente cercanos entre sí y también existen zonas dilatadas donde los planos de las partículas están separadas. La distancia entre dos zonas de compresión o dos zonas de dilatación sucesivas corresponde a la longitud de onda (Ver Figura 2.5 y 2.6).
2. **Ondas de corte o transversales:** Las ondas de corte hacen que las partículas polaricen en dirección normal a la dirección de propagación de la onda. En las ondas transversales los planos de las partículas se encuentran a la misma distancia entre sí, pero se desplazan lateralmente alcanzando posiciones máximas y mínimas. La distancia entre dos posiciones mínimas o dos máximas sucesivas es constante y corresponde a la longitud de onda. (Ver Figura 2.7 y 2.8).

Típicamente la velocidad de la onda de corte es aproximadamente la mitad de la velocidad de la onda longitudinal.

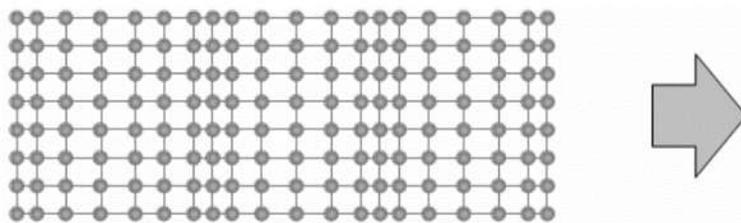


Figura 2. 5 Propagación de ondas longitudinales a través de un material [25].

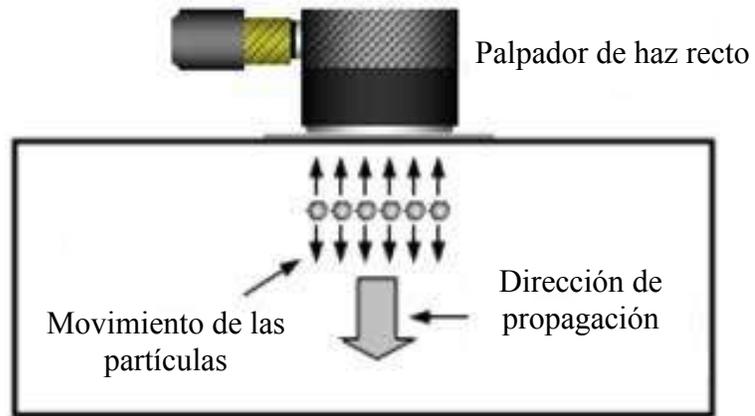


Figura 2. 6 Propagación de ondas longitudinales generadas por un transductor de haz recto [25].

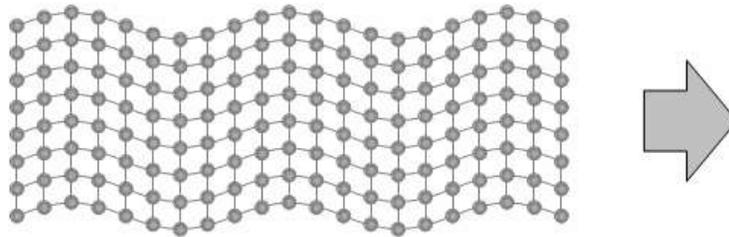


Figura 2. 7 Propagación de ondas transversales a través de un material [25].

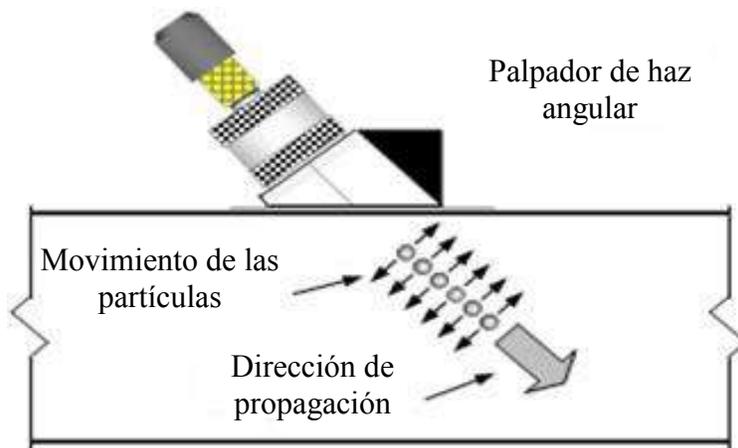


Figura 2. 8 Propagación de ondas transversales generadas por un transductor de haz angular [25].

Las tecnologías modernas son capaces de controlar todas las variables que pueden afectar a una onda ultrasónica para asegurar la mayor calidad metrológica en las medidas de las propiedades de los materiales y las respuestas a los estímulos acústicos de los diferentes materiales. Estas características son las que colocan al ultrasonido por encima de otras técnicas no destructivas para la caracterización de materiales.

2.2.1.1 Aplicación de las técnicas ultrasónicas, sus ventajas y desventajas

Las técnicas ultrasónicas son del tipo mecánico y volumétrico, y son empleadas principalmente para determinar la integridad estructural en los materiales utilizados en ingeniería, sus principales aplicaciones en la ciencia de los materiales son [24]:

- Detección y caracterización de discontinuidades.
- Cálculo de espesores, extensión y grado de corrosión.
- Determinación de características físicas del material, por ejemplo, estructura metalúrgicas, tamaño de grano y constantes elásticas.
- Definir características de enlaces (uniones).
- Evaluación de la influencia de las variables de proceso en el material.

Las ventajas que ofrece la inspección ultrasónica con respecto de otras técnicas de ensayos no destructivos son las siguientes:

- Es una técnica que se aplica fácilmente.
- Arroja resultados exactos para determinar discontinuidades internas.
- Es una técnica altamente sensible lo que permite identificar y conocer la estructura metalúrgica del material, así como también identificar y distinguir discontinuidades próximas entre sí.
- Requiere acceso por un solo lado de la pieza a inspeccionar.
- Los resultados pueden ser evaluados e interpretados de forma inmediata y en tiempo real.
- No requiere de condiciones de seguridad especiales para realizarla.
- No contamina.

A pesar de la gran cantidad de ventajas que tiene el ultrasonido también presenta ciertas limitaciones generales con respecto de otras técnicas de ensayos no destructivos las cuales se enlistan a continuación:

- Requiere de gran cantidad de tiempo si se realiza en forma manual.
- Requiere de personal preparado, cuidadoso y con experiencia.
- Las características estructurales del material pueden dificultar la inspección y la interpretación de resultados.
- El acabado superficial del material objeto de análisis afecta la calidad de la inspección.
- La inspección se dificulta cuando la microestructura metalúrgica es muy burda.
- No es conveniente la inspección de piezas con geometría compleja, espesores muy delgados o configuración irregular.
- No es conveniente si se requiere de análisis cerca de la cara frontal de la pieza a inspeccionar.
- El costo de los equipos, accesorios y sus mantenimientos son elevados.

Las aplicaciones específicas de las técnicas ultrasónicas hacen que sean una herramienta para múltiples disciplinas en ingeniería y en el desarrollo de ciencia por ejemplo, ingeniería química, mecánica y materiales, siendo éstas solo enunciativas mas no limitativas [24].

2.2.1.2 Método pulso-eco

La técnica pulso-eco consiste en enviar un pulso acústico que viaja a través del material hasta que un cambio en la impedancia acústica provoca que el pulso acústico sea reflejado, ocasionando que el pulso regrese al transductor con la información sobre la distancia recorrida del pulso [28].

La técnica ultrasónica del pulso-eco es el método más utilizado para la caracterización de materiales y es óptima para realizar mediciones de atenuación de onda y velocidades ultrasónicas. El método de pulso eco utiliza una banda ancha y una línea de retardo que emite y recibe las señales ultrasónicas. La propagación de las ondas generadas por el transductor se lleva a cabo colocando un medio de acople entre el transductor y el objeto evaluado [24].

2.2.1.3 Caracterización por medio de técnicas ultrasónicas

La necesidad de caracterizar materiales por medios ultrasónicos surge debido a las necesidades de detectar discontinuidades microscópicas (presencia, identificación y

distribución de fases intermedias) sin alterar la muestra. Las discontinuidades microscópicas únicamente pueden ser evaluadas de forma estadística. Los conjuntos de discontinuidades microscópicas críticas, producen en los materiales una degradación en las propiedades mecánicas.[24].

En lo que respecta a la caracterización de la microestructura de un sólido policristalino el tamaño de grano está ligado íntimamente con las propiedades mecánicas éste. El tamaño de grano es utilizado con gran frecuencia en proyectos de investigación a pesar de las dificultades que se tienen para medirlo y asignarle un valor, la complejidad y dificultad para medir el tamaño de grano aumenta para materiales que presentan microestructuras complejas (segundas fases o precipitados). Por otra parte el resultado de los procesos de conformado y tratamiento térmico de los materiales es la falta de uniformidad en el tamaño de grano y la orientación cristalográfica aleatoria. Los límites de granos de los sólidos policristalinos presentan grandes cambios en la impedancia acústica debido a que los cristales tienen diferentes velocidades en sus diferentes direcciones[24].

Las propiedades mecánicas de los materiales son controladas por su composición y su microestructura, de tal forma que estos factores influyen en la propagación de las ondas ultrasónicas logrando la correlación entre la caracterización y propiedades de un material con los parámetros ultrasónicos (velocidad y atenuación ultrasónica) [24].

2.2.1.4 Parámetros ultrasónicos

La atenuación de onda y las velocidades ultrasónicas son los parámetros ultrasónicos más comunes para la caracterización de materiales [28].

La teoría elemental de las ondas planas asume que no existen otros efectos además de las pérdidas por transmisión, sin embargo, la pérdida de energía ocurre en todos los materiales, en algunos casos en gran proporción, por lo que debe ser considerada en ciertos aspectos de la inspección ultrasónica. La atenuación de onda ultrasónica se define como la disminución o pérdida gradual de la intensidad de una onda ultrasónica al propagarse a través de un medio [24].

2.2.1.5 Atenuación de onda

La atenuación de onda se refiere a la pérdida de energía acústica de las ondas ultrasónicas cuando éstas viajan a través de un material. En la caracterización ultrasónica de materiales existen dos clases mayores de mecanismos de atenuación. El primero, es la absorción en el cual la energía acústica se convierte en calor a través de algunos mecanismos como viscosidad, relajamiento, conducción de calor, histéresis elástica, etc. Este tipo representa una pérdida irreversible ya que se disipa en el medio. El mecanismo de dispersión de energía, no es totalmente irreversible ya que una parte de la energía dispersada puede ser recibida por el transductor ultrasónico. La dispersión ocurre a nivel microestructural en la frontera de grano (en inclusiones y poros) y se describe como la reflexión de las ondas ultrasónicas en direcciones diferentes que la propagación de onda original o bien se dice que la onda es parcialmente reflejada. Estas reflexiones pueden causar la conversión de ondas longitudinales en ondas transversales o viceversa, las conversiones de modo de onda en la microestructura del material son las responsables de que se genere una gran cantidad de pérdida por dispersión. Algunos dispersores, como los granos columnares en aceros inoxidables, exhiben alta anisotropía elástica, en tales casos la onda cambia de dirección (se propaga mejor en ciertas direcciones), lo anterior hace que las pruebas ultrasónicas sean útiles para la caracterización de este tipo de materiales. La Figura 2.9 muestra de forma esquemática la propagación de una onda ultrasónica a través de un medio sólido [24].

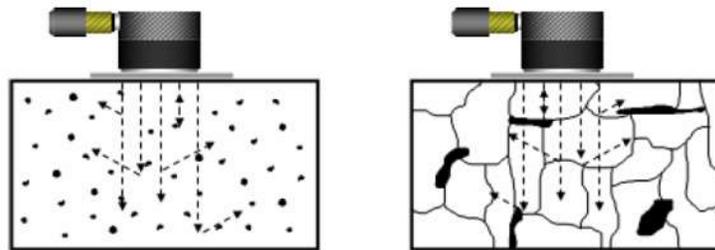


Figura 2. 9 Dispersión de una onda ultrasónica en un medio sólido [25].

El coeficiente de atenuación ultrasónica en la técnica pulso–eco de una señal en el dominio del tiempo se calcula de la siguiente manera:

$$\alpha = \frac{20}{d} \log \frac{E_1}{E_2} \quad (3)$$

Donde α es el coeficiente de atenuación de onda expresado típicamente en dB por unidad de longitud, E_1 y E_2 son las amplitudes de dos ecos consecutivos y d es el espesor de la muestra. Las medidas de atenuación de onda son fundamentales para establecer las correlaciones entre la microestructura y el efecto en la propagación de onda a través del material. Esto servirá para establecer en forma indirecta las propiedades mecánicas del material analizado. La caracterización de las propiedades mecánicas depende de una precisa y óptima técnica de medición de atenuación de onda ultrasónica.

La atenuación de onda ultrasónica ha sido referida por coeficientes de atenuación $\alpha = \alpha_{\text{abs}} + \alpha_{\text{disp}}$ donde α_{abs} son las pérdidas por absorción y α_{disp} son las pérdidas por dispersión. Las pérdidas por absorción son más importantes en polímeros y fluidos esto es de importancia si se usa al agua como medio de acople ya que las pérdidas por absorción en el agua son $\alpha_{\text{agua}} \approx 0.2f^2$, [dB/m] y f es la frecuencia cíclica dada en MHz. En materiales policristalinos las pérdidas por dispersión son el principal efecto en la atenuación de la onda [25].

La atenuación se mide realizando experimentos típicamente con las muestra sumergidas en agua. Los digitalizadores ultrasónicos muestran en la pantalla del osciloscopio una gráfica de voltaje (amplitud de la onda) contra tiempo, en un experimento de tiempo real un convertidor de señales es utilizado para capturar la forma de la onda ultrasónica, el tiempo que se requiere para capturar la señal en tiempo real es muy corto por lo que se requiere de convertidores de señales analógicas a digitales de alta eficiencia, la mayoría de los digitalizadores ultrasónicos pueden realizar promedios de las señales recibidas de una gran cantidad de ciclos para reducir el ruido electrónico y también asegurar la calidad de las mediciones realizadas. En la Figura 2.10 se ilustran las señales obtenidas de un experimento en tiempo real desplegadas por un osciloscopio [29].

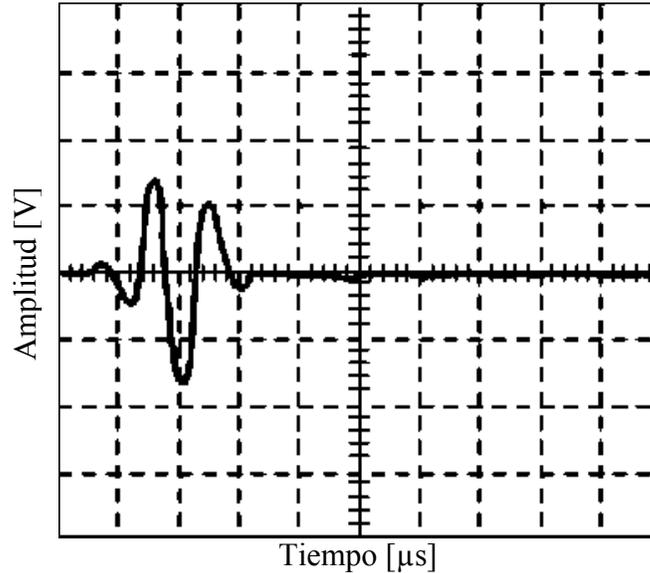


Figura 2. 10 Propagación de una onda ultrasónica en el dominio del tiempo [25].

Una vez que la señal es digitalizada, es posible transferirla a una computadora para su análisis e interpretación. Una etapa de procesamiento común utilizado por muchos sistemas involucra el cálculo de espectros de frecuencia utilizando análisis de Fourier. Equipos de tecnología de punta tienen capacidad interna de procesamiento de tal forma que el análisis de Fourier puede ser realizado sin necesidad de una computadora [27].

2.2.1.6 Transformada Rápida de Fourier (FFT por sus siglas en inglés)

El ultrasonido interactúa con pulsos de diferente índole: pulsos de voltaje, pulsos de presión en fluidos, pulsos de una onda elástica que se propaga en un sólido etc. Estos pulsos son perturbaciones transitorias de tiempo que caracterizan la propagación de las ondas ultrasónicas en un medio en el dominio del tiempo, en circunstancias específicas como es el caso de la atenuación de onda ultrasónica es deseable describir las componentes de respuesta en otros dominios [27, 28]. Una de las bondades entregadas por los equipos de desplazamiento lineal invariantes del tiempo es que la información entregada por el sistema puede ser graficada en el dominio de la frecuencia donde se describe la respuesta en términos

de la descomposición de un pulso en una distribución de senos de diferentes frecuencias y amplitudes [27, 28].

Un pulso transformado del dominio del tiempo al dominio de la frecuencia a través de la transformada de Fourier se define como [27]:

$$F(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(t) \exp(i\omega t) dt \quad (4)$$

Donde $F(\omega)$ es la transformada de Fourier de $f(t)$ e $i = (-1)^{1/2}$. Esta transformación es reversible una vez dada $F(\omega)$ se puede recuperar $f(t)$ utilizando la transformada inversa de Fourier que se define como [27]:

$$f(t) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} F(\omega) \exp(-i\omega t) d\omega \quad (5)$$

La frecuencia variable ω en la transformada de Fourier es una frecuencia angular; por ejemplo: es medida en rad/seg. Alternativamente se puede describir los componentes en el dominio de la frecuencia en términos de la frecuencia f medidos en ciclos/seg o Hertz por la siguiente ecuación [27]:

$$f = \frac{\omega}{2\pi} \quad (6)$$

El factor 2π significa que en un ciclo hay 2π radianes. En la Figura 2.11 se muestra un pulso en el dominio del tiempo (izquierda) transformado al dominio de la frecuencia utilizando la transformada de Fourier (derecha) [27].

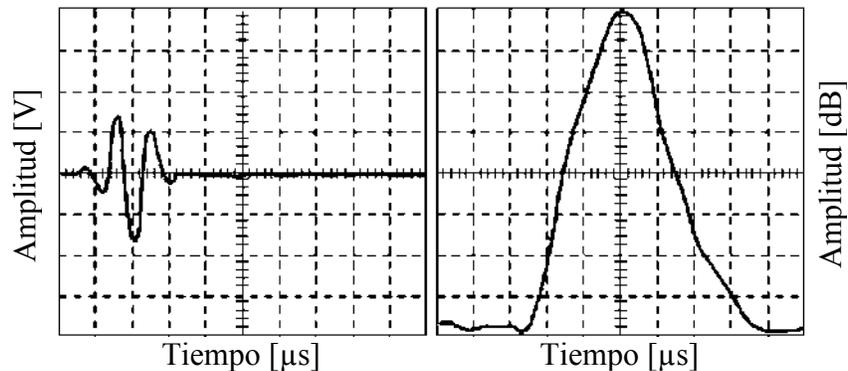


Figura 2. 11 Transformación de un pulso en el dominio del tiempo al dominio de la frecuencia [25].

2.2.1.7 Medición de atenuación de onda ultrasónica en un sistema de ultrasonido por inmersión

En la Figura 2.12 se muestra en forma esquemática la interacción de un pulso ultrasónico con un cuerpo sólido utilizando el método de pulso–eco donde existen múltiples reflexiones en la interface agua metal al inspeccionar una placa con incidencia normal del haz. En la Figura 2.12, el pulso ultrasónico sale del transductor y se propaga en el agua hasta llegar a la interface agua/acero. En esta interface se da un mecanismo de reflexión donde parte de la energía de la onda regresa al transductor ($R_0=R_1$) y un mecanismo de transmisión de onda en el cual la onda se transmite a la muestra, se propaga e interactúa con la microestructura. El sonido llega a la parte inferior de la muestra donde el mecanismo de reflexión (donde la onda se refleja) y transmisión (donde la onda se transmite al agua) se repiten de forma contraria [27, 29].

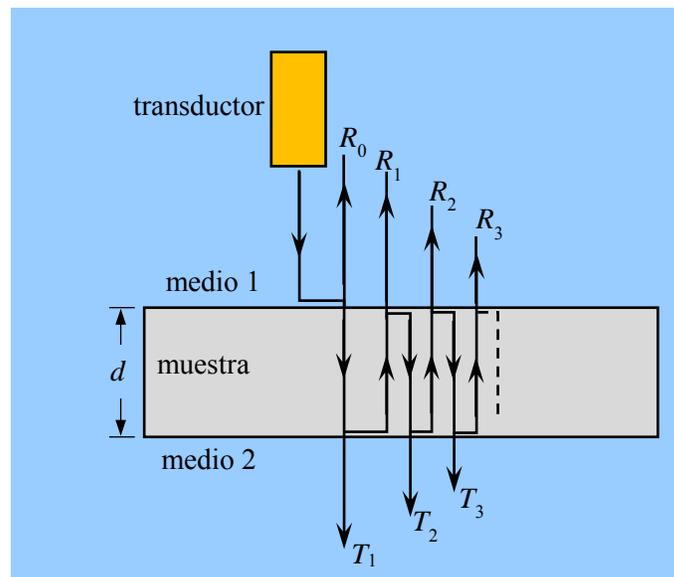


Figura 2. 12 Diagrama esquemático de reflexiones múltiples en una placa.

Como se muestra en la Figura 2.12, este mecanismo de *reflexión/transmisión* se repite periódicamente en la cara superior e inferior hasta que la energía de la onda se extingue. Debido a esto, la energía que recibe el transductor en cada reflexión de la pared inferior decae en forma exponencial.

En este proceso diversos tipos de pérdida se presentan por lo que estas deben de ser calculadas y sustraídas de la medición principal para solo tener la perdida por dispersión en la frontera de grano. Las pérdidas son [24, 27, 29]:

1. Pérdida por el desajuste de impedancia acústica de los medios.
2. Pérdida por difracción del haz ultrasónico.
3. Pérdida por dispersión en la frontera de grano.

De lo anterior se concluye que los cálculos matemáticos para realizar las mediciones de atenuación de onda ultrasónica están dados por la siguiente expresión matemática [24, 27, 29]:

$$P_T = P_{dif} + P_{imp} + P_{mat} \quad (7)$$

Dónde P_T es la pérdida total de energía, P_{dif} son las pérdidas de energía ocasionadas por la difracción del haz ultrasónico, P_{imp} son las pérdidas ocasionadas por la impedancia acústica de los medios y P_{mat} son las pérdidas dadas por la interacción de la onda ultrasónica con la estructura del material, objeto de interés en el trabajo de investigación. Las pérdidas mencionadas anteriormente se explican en los numerales siguientes [27].

Fuertes iniciativas de investigación y desarrollo han surgido para controlar procesos y monitorear el tamaño de grano y la microestructura de los materiales (P_{mat}) en la industria de manufactura, el tamaño de grano juega un rol primordial debido a la relación que existe entre la microestructura y las propiedades mecánicas de los materiales (tenacidad, ductilidad etc.), el análisis y estudio de la atenuación de onda ultrasónica es pieza clave para realizar correlaciones precisas con el tamaño de grano [24].

Debido a los altos estándares de calidad que son necesarios para mantener los componentes industriales en buen estado los estudios para caracterizar microestructuralmente los metales mediante técnicas ultrasónicas han sido exitosos, por ejemplo, Xiongbing Li y colaboradores [30] realizaron estudios para medir de forma precisa el tamaño de grano mediante técnicas ultrasónicas en materiales estructurales utilizados en plantas nucleares siendo objeto de evaluación una tubería cuadrada tal como se muestra en la Figura 2.13 se muestran metalografías de un acero inoxidable TP304 (material obtenido de las tuberías cuadradas).

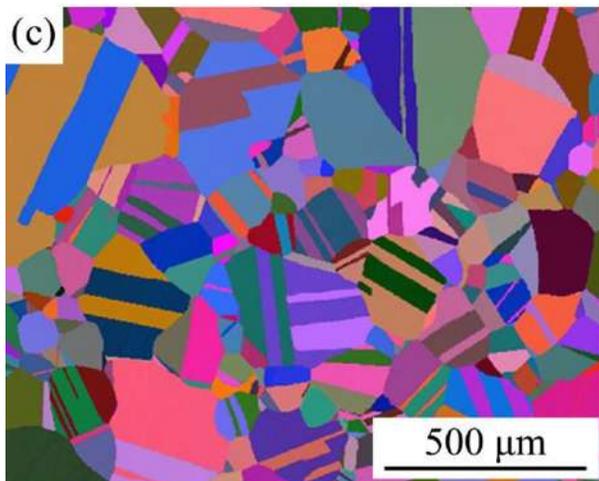
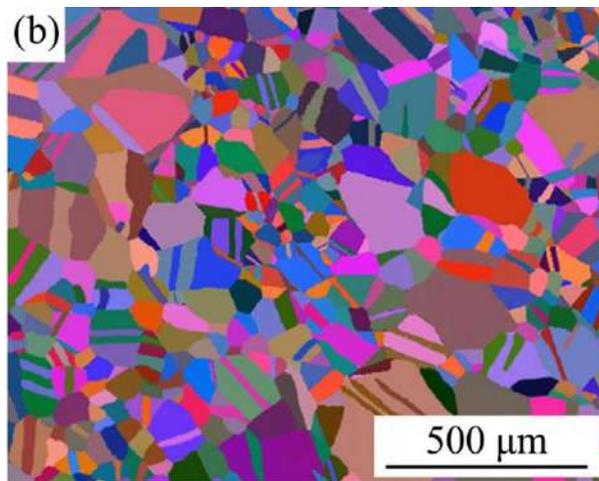
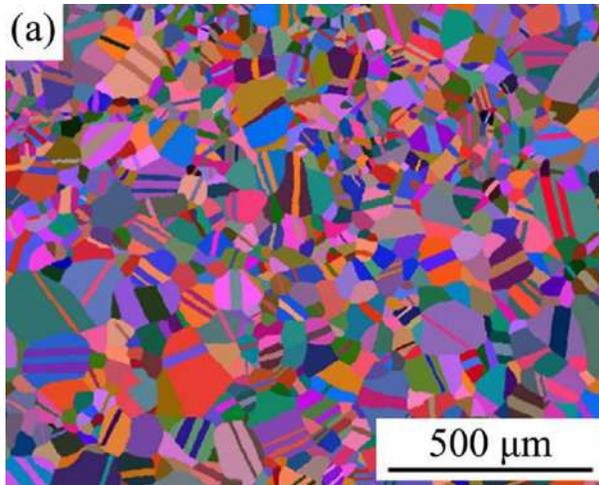


Figura 2. 13 Metalografías de un acero inoxidable TP304 tratado térmicamente [30].

Esta investigación da como resultado un nuevo método de caracterización donde el coeficiente de atenuación ultrasónica se calcula mediante el uso de los coeficientes de

transmisión y reflexión dando coeficientes de atenuación de onda para predecir el tamaño de grano en la tubería sin tomar en cuenta el espesor de ésta. En la tabla 2.2 se muestran las especificaciones de los tratamientos térmicos realizados (piezas enfriadas en agua), espesor de la muestra y tamaño de grano promedio calculado por medio de evaluación ultrasónica [30].

Tabla 2. 2 Especificaciones de tratamientos térmicos, espesor y tamaño de grano promedio.

metalografía	temperatura de calentamiento (°C)	tiempo de permanencia (h)	espesor promedio (mm)	tamaño de grano promedio (µm)
Figura 2.13 a)	1080	2	14.548	71.3
Figura 2.13 b)	1080	8	13.476	108.7
Figura 2.13 c)	1180	8	12.757	143.6

2.2.1.8 Pérdida por la impedancia acústica de los medios

Consideremos la interacción de una onda plana con una interface con incidencia normal a un límite plano (Ver Figura 2.12) que separa a dos medios homogéneos, isotrópicos y “semi-infinitos” (medio 1 y medio 2) cuyas densidades y velocidades son ρ_m , c_m ($m=1,2$). En términos generales parte de la energía de la onda es reflejada en el medio 1 y otra parte es transmitida hacia el medio 2 [27].

La impedancia acústica se define como la resistencia que un material opone a las vibraciones mecánicas de las ondas ultrasónicas y matemáticamente se define como el producto de la densidad del material por la velocidad máxima de vibración de una onda en un material. La impedancia acústica se calcula por medio de la siguiente ecuación [27]:

$$Z = \rho c \tag{8}$$

Donde Z es la impedancia acústica, ρ es la densidad del medio donde se propaga la onda ultrasónica y c es la velocidad ultrasónica del material donde viaja la onda.

La pérdida por impedancia acústica se calcula a partir de los coeficientes de reflexión y transmisión. El coeficiente de reflexión de una interface perfecta en la cual un haz incide en

forma perpendicular a la superficie puede ser calculada tomando en cuenta las propiedades acústicas de los dos medios [27].

$$R_{12} = \frac{\rho_2 c_2 - \rho_1 c_1}{\rho_2 c_2 + \rho_1 c_1} \quad (9)$$

Sustituyendo la ecuación 8 en la ecuación 9 obtenemos que:

$$R_{12} = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \quad (10)$$

Donde R_{12} es el coeficiente de reflexión y Z_1 y Z_2 son las impedancias acústicas de los dos medios con diferente impedancia acústica donde se propagarán las ondas ultrasónicas por ejemplo agua y un sólido. El coeficiente de transmisión T puede ser calculado a partir del coeficiente de reflexión de la siguiente manera $T^2 = T_{12} T_{21} = 1 - R^2$. Cuando un sólido está en contacto con un líquido el coeficiente de transmisión oscila entre el 20-25%, lo que ocasiona una pérdida de 6-7 dB, dicha pérdida es aceptable si se cuenta con un equipo cuyo rango dinámico sea mayor a los 100 dB [29]. En un experimento de pulso-eco, los coeficientes de reflexión (R) y transmisión (T) de las diferentes reflexiones y transmisiones que se observan en la Figura 2.13 para la n -ésima reflexión o transmisión se calculan usando:

$$T_n = R^{2(n-1)} T^2 \text{ y } R_n = R^{2n-1} T^2, \text{ n}=1,2,3 \quad (11)$$

Por ejemplo, si se utiliza la reflexión R_0 y la reflexión R_1 la pérdida por impedancia se calculan con las siguientes ecuaciones:

$$L_{imp} = 20 \log \frac{R_0}{R^{2(1)} T^2} = 20 \log \frac{R}{RT^2} = 20 \log \frac{1}{T^2} \quad (12)$$

Donde L_{imp} es la pérdida por impedancia R y T son los coeficientes de reflexión y transmisión, respectivamente.

2.2.1.9 Pérdida por la difracción del haz ultrasónico

La atenuación de onda también se ve afectada debido a las pérdidas por difracción, que son pérdidas asociadas a la geometría y frecuencia del transductor y son causadas por la divergencia del haz.

La Figura 2.14, representa en forma esquemática y simplificada el fenómeno de divergencia del haz, donde un haz que es emitido sale de la fuente (transductor) en forma colimada (recta)

y a cierta distancia comienza a divergir (ampliar). El radio a y la frecuencia f controlan la distancia a la cual comienza a divergir. Para un mismo radio a y a una frecuencia mayor el haz permanece colimado por más distancia.

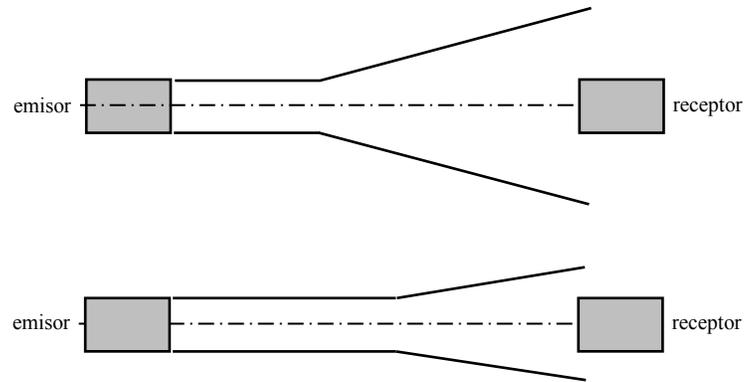


Figura 2. 14 Representación esquemática del fenómeno de divergencia de un haz. Transductor de baja frecuencia (arriba), transductor de alta frecuencia (abajo) [31].

Como el haz se ensancha el transductor receptor no puede detectar toda la energía que es emitida produciéndose una pérdida. Las características más importantes del haz ultrasónico son el *campo cercano* y el *campo lejano*, el campo cercano se define como la zona donde la distribución de presiones varía constantemente debido al principio de Huygens y se caracteriza por las variaciones de la intensidad del haz ultrasónico creando interferencias destructivas y constructivas [31]. El campo cercano también es llamado “Zona de Fresnel”, su límite se representa como N y se calcula mediante:

$$N = \frac{a}{\lambda} \tag{13}$$

Donde N es la distancia del campo cercano, a es el radio del transductor y λ es la longitud de onda acústica en el medio y se obtiene, de la ecuación 2.

El campo lejano se define como la zona que se encuentra después del campo cercano, también conocido como “Zona de Fraunhofer”, esta zona se caracteriza debido a que la intensidad del haz ultrasónico y la distribución de presiones acústicas decaen de manera exponencial conforme se incrementa la distancia recorrida por el haz ultrasónico desde la cara del transductor, el campo lejano es la zona donde se realizan las mediciones ultrasónicas debido a que el comportamiento del haz ultrasónico es estable.

Al poner una pieza enfrente del transductor, el efecto de refracción hace que la divergencia del haz sea mayor en la pieza como se observa en la Figura 2.15; donde aunado al fenómeno

de divergencia del haz en el agua (líneas punteadas), se presenta una mayor divergencia en la muestra (líneas sólidas) consecuentemente hay una mayor pérdida de energía por lo que se debe de hacer un cálculo de pérdida por difracción en el material para ello se calcula una nueva distancia para la técnica de emisión-recepción:

$$z = z_1 + z_2 \frac{c_2}{c_1} \quad (14)$$

Donde z es la distancia efectiva de propagación, z_1 y z_2 son las la distancias de propagación en el fluido y solido respectivamente. $\frac{c_2}{c_1}$ Es un término resultante de la aplicación de la ley

de Snell. La corrección por difracción puede ser calculada de diferentes maneras y una de ellas es la corrección de difracción de Lommel (D_L) de Rogers y Van Buren [32] y se define como:

$$D_L(s) = 1 - e^{-i2\pi/s} [J_0(2\pi/s) + iJ_1(2\pi/s)] \quad (15)$$

Donde $s = z_1/N$ es la distancia normalizada, z_1 es la distancia del transductor a la muestra, J_n son funciones de Bessel del orden $n = 0$ y $n = 1$.

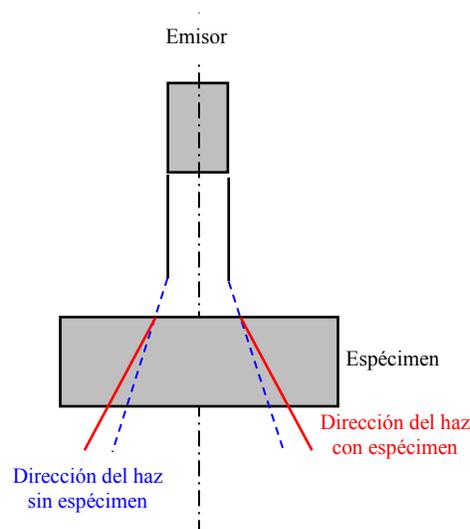


Figura 2. 15 Efecto aumentado de la divergencia de un haz.

2.2.1.10 Pérdida por dispersión en las fronteras de grano

Como se mencionó anteriormente la atenuación de onda está ligada con las características microestructurales del material y las propiedades mecánicas, la dispersión y la absorción son los mecanismos de pérdida de energía que gobiernan la atenuación ultrasónica en los rangos de frecuencia para caracterizar los materiales en ingeniería [24].

La pérdida por absorción es causada por la conductividad térmica de los materiales, es decir, la absorción puede ser definida como la conversión de energía cinética de las partículas del material donde se propaga la onda ultrasónica en energía térmica, sin embargo el valor de las pérdidas por absorción es despreciable debido a que es muy bajo comparado con las pérdidas por dispersión [24].

Las grandes pérdidas de energía causadas por el mecanismo de dispersión en los materiales utilizados en ingeniería hacen que sea un tema de interés e investigación en la ciencia metalúrgica de los materiales. La atenuación ultrasónica por dispersión es función de la frecuencia de propagación de la onda ultrasónica. En materiales policristalinos existen tres regiones de atenuación definidos por la relación del tamaño de grano y la longitud de onda [24]:

1. Región de Rayleigh o Región de baja frecuencia.
2. Región estocástica o Región intermedia.
3. Región geométrica o Región de alta frecuencia.

La región de baja frecuencia es el rango de frecuencia más importante, las técnicas ultrasónicas en ensayos no destructivos se limitan a esta región, donde la atenuación ultrasónica se considera relativamente baja. Para la región de Rayleigh el coeficiente de atenuación se calcula de la siguiente manera y se considera que $\lambda \gg \pi D$ [24]:

$$\alpha_r = C_r D^3 f^4 \quad (16)$$

Donde λ es la longitud de onda, D es el tamaño de grano, α_r es el coeficiente de atenuación en la región de Rayleigh, C_r es una constante que contiene los factores geométricos del material, velocidades longitudinales y transversales, densidad y factores elásticos de

anisotropía para esta región y f es la frecuencia del transductor. Otra manera de escribir el coeficiente de atenuación en la región de Rayleigh es [24]:

$$\alpha_r \propto \Delta D^3 f^4 \quad (17)$$

Donde Δ es el cambio relativo de las propiedades elásticas entre el dispersor y el medio, para cristales cúbicos Δ puede ser definido como el factor de anisotropía [24]:

$$\Delta = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} - 1 \quad (18)$$

Donde C_{mn} son las constantes elásticas del material. La constante del material C_r es proporcional a Δ , C_r puede ser determinado ya sea por medios empíricos o analíticos y es la relación básica entre los parámetros del material (grado de anisotropía y tamaño de grano). La constante del material C_r ha sido tabulada para la mayoría de los materiales policristalinos. Existen otros factores que afectan la medición de atenuación ultrasónica algunos de ellos son la estructura de granos columnares, flujo plástico severo, siendo éstos últimos factores enunciativos mas no limitativos [24].

La región intermedia comienza sobre la región de Rayleigh cuando la longitud de la onda acústica $\lambda \approx \pi D$ (existe un régimen de transición donde ninguna de las aproximaciones son precisas) y el coeficiente de atenuación para esta región está definido como [24]:

$$\alpha_s = c_s D f^2 \quad (19)$$

Donde λ es la longitud de onda, D es el tamaño de grano, α_s es el coeficiente de atenuación en la región estocástica, c_s es una constante que contiene los factores geométricos, velocidades longitudinales y transversales, densidad y factores elásticos de anisotropía para esta región, y f es la frecuencia del transductor [24].

La región geométrica tiene poca importancia práctica en el área ultrasónica de los ensayos no destructivos, sin embargo es utilizada en la microscopía acústica. Para esta región el coeficiente de atenuación se calcula de la siguiente manera y se considera que $\lambda \ll \pi D$ [24]:

$$\alpha_d = c_d D^{-1} \quad (20)$$

Donde λ es la longitud de onda, D es el tamaño de grano, α_d es el coeficiente de atenuación en la región geométrica, c_d es una constante que contiene los factores geométricos,

velocidades longitudinales y transversales, densidad y factores elásticos de anisotropía para esta región [24].

2.2.1.11 Modelos geométricos de los granos

Existen tres modelos de geometría de los granos los cuales son usados para resolver el problema para la dispersión de las ondas ultrasónicas cuando pasan a través de un sólido policristalino, el primero es considerar los granos como partículas individuales, esta geometría es la más sencilla ya que trata a cada grano como si fuera un simple dispersado en un medio que no reacciona a los estímulos externos, dicho medio se considera como isotrópico y homogéneo, para el caso de dispersados densamente empaquetados este modelo calcula el coeficiente de atenuación basado en la consideración que los campos individuales de estos dispersados no afectan los campos incidentes sobre los otros. Trabajos realizados por Mason y McSkimin demostraron que la dispersión es inversamente proporcional al promedio del volumen de grano considerando todos los granos del material de un mismo volumen [33].

El segundo modelo geométrico de grano es considerado como un arreglo de partículas y es una aproximación más compleja desde que considera la existencia de todas las partículas cuando los cálculos de dispersión son desarrollados.

Estos primeros dos modelos tienden a emplear formas simples y uniformes para las partículas sin contemplar las imperfecciones en la geometría de los granos [34].

El proceso estocástico es el más complejo ya que trata al medio en términos de la geometría estadística de los granos (granos equiaxiales), la cual da a conocer directamente las propiedades macroscópicas de la muestra y es el utilizado en la teoría unificada para la propagación de ondas en materiales policristalinos de Stanke y Kino, es útil para cualquier material policristalino y para materiales que presentan un bajo factor de anisotropía, la anisotropía puede presentarse en los materiales debido a la textura y elongación de los granos, el modelo matemático realizado por Stanke y Kino es válido para cualquier longitud de onda y para cualquier tamaño de grano, en su fundamento teórico implica el desarrollo y conocimiento de algoritmos matemáticos complejos, estos cálculos permiten [34]:

1. Modelar la forma irregular de los granos en el material.
2. Caracterizar la propagación de onda en el medio.
3. Utilizar el modelo matemático en todos los rangos de frecuencia para ondas armónicas.

En la Figura 2.16 se muestran las predicciones teóricas para el coeficiente de atenuación en el hierro y se identifican las tres regiones de dispersión en la propagación de ondas elásticas a través de sólidos policristalinos [34].

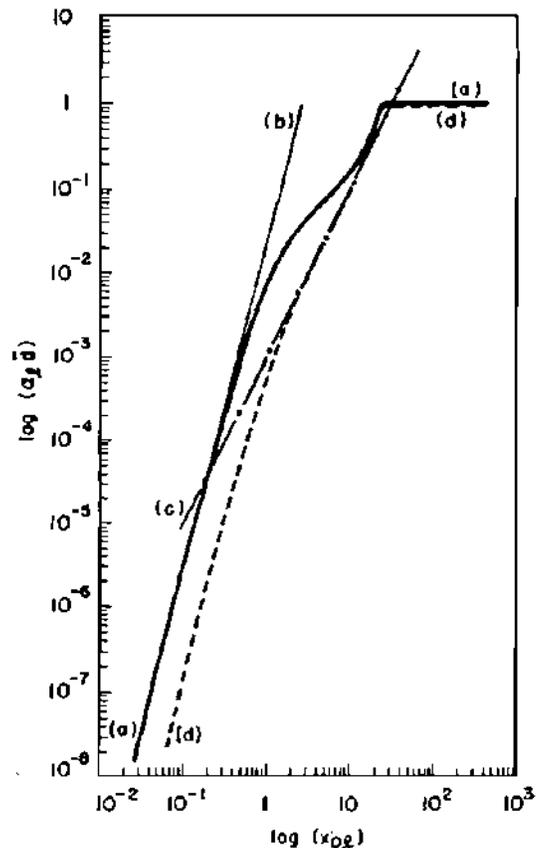


Figura 2. 16 Coeficiente de atenuación para ondas longitudinales en hierro policristalino: a) teoría unificada, b) límite de Rayleigh, c) región estocástica, d) SKA (analogía escalar de las ondas) [34].

2.2.1.12 Anisotropía de los materiales

La simetría cúbica es la forma de anisotropía más simple de los materiales usados en ingeniería y consta de 3 constantes elásticas C_{11} , C_{12} , C_{44} , las constantes elásticas juegan un

rol importante en la medición de los parámetros ultrasónicos. Existen tres direcciones mutuamente ortogonales y simétricas $[100]$, $[010]$ y $[001]$ como se muestra en la Figura 2.17.

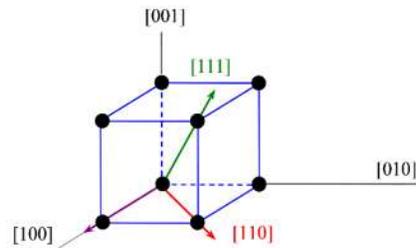


Figura 2. 17 Estructura cristalina cúbica y direcciones de simetría

Como se mencionó anteriormente los aceros inoxidable AISI 316L presentan una estructura cristalina cúbica FCC. Las propiedades elásticas de los materiales C_{11} y C_{12} están asociadas directamente con el módulo longitudinal local efectivo y la propagación de ondas longitudinales, la otra constante elástica C_{44} está asociada con el módulo cortante local y la propagación de ondas transversales [34]. En trabajos recientes se ha estudiado la anisotropía de los aceros inoxidable austeníticos en cristales simples, los resultados de estos trabajos de investigación arrojan factores de anisotropía de 3.3-3.9, dichos factores son lo suficientemente altos para considerar una elasticidad isotrópica en el interior de los cuerpos sólidos analizados [35]. Un material puede ser considerado como un sólido isotrópico si al momento de realizar mediciones de velocidad ultrasónica de corte no presenta el fenómeno de birrefringencia, la birrefringencia se define como la refracción de una onda ultrasónica que se propaga en una dirección dada en dos ondas que tienen velocidades ligeramente diferentes y polarizaciones mutuamente ortogonales.

Existen excepciones particulares a la suposición isotrópica que ocurren cuando un material es sometido a esfuerzos o es trabajado mecánicamente. El proceso de rolado en frío es mostrado en la Figura 2.18. Durante la deformación los granos se alargan haciendo que ciertas direcciones y planos cristalográficos se alineen con la dirección en la que se aplica el esfuerzo. En consecuencia se desarrollan orientaciones o texturas preferenciales causando comportamientos anisotrópicos. Las propiedades de una lámina o placa laminada dependen de la dirección en que se mide la propiedad. El desarrollo de la textura no solo tiene efecto sobre las propiedades mecánicas de los materiales, sino también sobre las propiedades

magnéticas y eléctricas. Midiendo la velocidad ultrasónica de corte se puede determinar la orientación preferencial de los granos en una lámina.

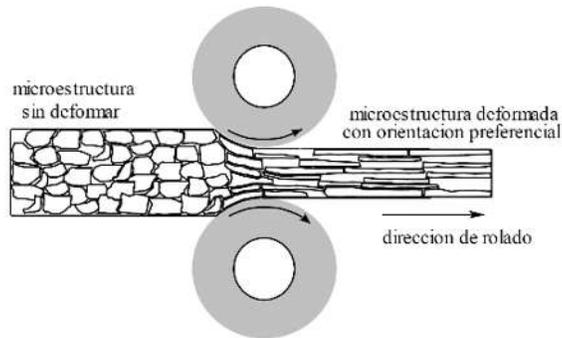


Figura 2. 18 Anisotropía inducida por el proceso de rodado en frío [36].

2.2.1.13 Velocidades ultrasónicas

Para realizar las mediciones de velocidad ultrasónica, pequeños pulsos ultrasónicos son introducidos al material por intervalos de tiempo regulares. Monitoreando los pulsos reflejados, la velocidad ultrasónica puede ser determinada midiendo el tiempo de propagación de la onda entre dos ecos consecutivos y midiendo la distancia recorrida por la onda ultrasónica. La velocidad ultrasónica se calcula en forma experimental con la siguiente ecuación [19]:

$$c = \frac{2d}{t} \quad (21)$$

Donde c es la velocidad de onda, d es la distancia de propagación de la onda, t es el tiempo que le toma en propagarse a través del espesor de la muestra. La velocidad se expresará en unidades longitud por unidad de tiempo. La velocidad ultrasónica está directamente relacionada con las constantes elásticas y la densidad a través de las ecuaciones [19].

2.2.1.14 Relación de las velocidades ultrasónicas con las constantes elásticas y la microestructura

La variación de la velocidad ultrasónica se atribuye a la variación en los módulos elásticos de los materiales, diferentes constantes elásticas de los materiales pueden ser calculados a

partir de la relación entre la velocidad ultrasónica longitudinal, la velocidad ultrasónica transversal y la densidad de los materiales. Las constantes elásticas de los materiales pueden ser calculadas con las siguientes fórmulas empíricas [37]:

$$G = \rho c_s^2 \quad (22)$$

$$B = \rho \left(c_l^2 - \frac{4}{3} c_s^2 \right) \quad (23)$$

$$E = \frac{\rho c_l^2 (3c_l^2 - 4c_s^2)}{c_l^2 - c_s^2} \quad (24)$$

$$\nu = \frac{c_l^2 - c_s^2}{2(c_l^2 - c_s^2)} \quad (25)$$

Donde G es el módulo cortante o módulo de elasticidad transversal, B es el módulo de compresión, E es el módulo de Young, ν es la relación de Poison, c_l y c_s son las velocidades ultrasónicas longitudinal y transversal respectivamente y ρ es la densidad del material.

El tamaño y forma de grano, fases intermedias, composición del material, densidad de dislocaciones son algunos de los factores microestructurales que afectan las velocidades ultrasónicas en los materiales [38].

2.3 Modelo de Hall-Petch

Las técnicas ultrasónicas han demostrado ser de capital importancia en la evaluación de las propiedades mecánicas de los materiales, sin embargo la factibilidad y viabilidad de estos métodos se basa principalmente en la relación de la caracterización metalúrgica [39]. Estudios han demostrado que los metales generalmente muestran un fuerte efecto del tamaño de grano sobre la resistencia a la tracción. Mientras más pequeño sea el grano mayor será el límite elástico del metal [36]. Esta relación puede ser descrita por el modelo de Hall-Petch que asume que el movimiento de las dislocaciones en los granos son detenidas por los límites de grano y cualquier esfuerzo de tracción asociado con el apilamiento de las dislocaciones es suficiente para causar la fractura del material [24].

Investigaciones realizadas han demostrados que el límite elástico obedece a la relación Hall-Petch, sin embargo esta relación no está limitada al límite elástico de los materiales, es decir que cualquier propiedad relacionada con el movimiento de las dislocaciones y la estructura

del grano puede ser caracterizada por esta relación. Algunos ejemplos de estas propiedades pueden ser la dureza, resistencia a la fatiga, impacto y temperaturas de transición de dúctil a frágil [24].

La relación de Hall-Petch está dada por la siguiente ecuación:

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{1/2} \quad (26)$$

Donde σ_y es el límite elástico, σ_0 constante del material relacionada con la tensión necesaria para iniciar el movimiento de dislocaciones, k es el coeficiente Hall-Petch, d es el tamaño de grano

La predicción ultrasónica del tamaño de grano es basada principalmente en las mediciones de atenuación de onda en la región de Rayleigh. A partir de las variaciones en el espectro de atenuación es posible deducir el tamaño de grano promedio y se deberá tomar en cuenta que otros factores como la estructura del grano influenciarán en la atenuación de onda y en las propiedades mecánicas de los materiales [24].

2.4 Cálculo de tamaño de grano

Las mediciones del tamaño de grano fueron calculadas por el método planométrico debido a que es el método que tiene mayor precisión según la norma ASTM E112. El método planométrico consiste en un conteo del número total de granos dentro de un área conocida. El número de granos por unidad de área N_a es usado para determinar el número de tamaño de grano ASTM G . La precisión del método es de ± 0.25 en las unidades del tamaño de grano. Los resultados están libres de sesgo y la repetitividad y reproducibilidad es menor a ± 0.50 unidades en el tamaño de grano. Para la determinación del tamaño de grano G se utilizó el método del rectángulo de Saltykov. Este método asume que los granos que intersectan cada una de las cuatro esquinas son equidistantes e iguales, de tal manera que un cuarto del grano es considerado dentro del rectángulo y tres cuartos del grano afuera, dando como resultado que la suma de las fracciones de los granos que se encuentran dentro del rectángulo suman un entero dentro del rectángulo de prueba. Ignorando las cuatro esquinas de los granos fuera del rectángulo, el conteo es realizado considerando el número de granos dentro del rectángulo

y el número de granos interceptados por los cuatro lados del rectángulo. Para calcular el número total de granos por unidad de área se utiliza la siguiente ecuación propuesta por la norma ASTM E 112:

$$N_a = \left(\frac{M^2}{A} \right) (N_d + 0.5N_i + 1) \quad (27)$$

Donde M es la magnificación, A es el área de la figura de prueba en mm^2 , N_d es el número de granos dentro de la caja, N_i es el número de granos interceptados por los cuatro lados del rectángulo [40].

CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 Secuencia del desarrollo experimental

El desarrollo experimental que se realizó para el presente proyecto de investigación se muestra en la Figura 3.1.

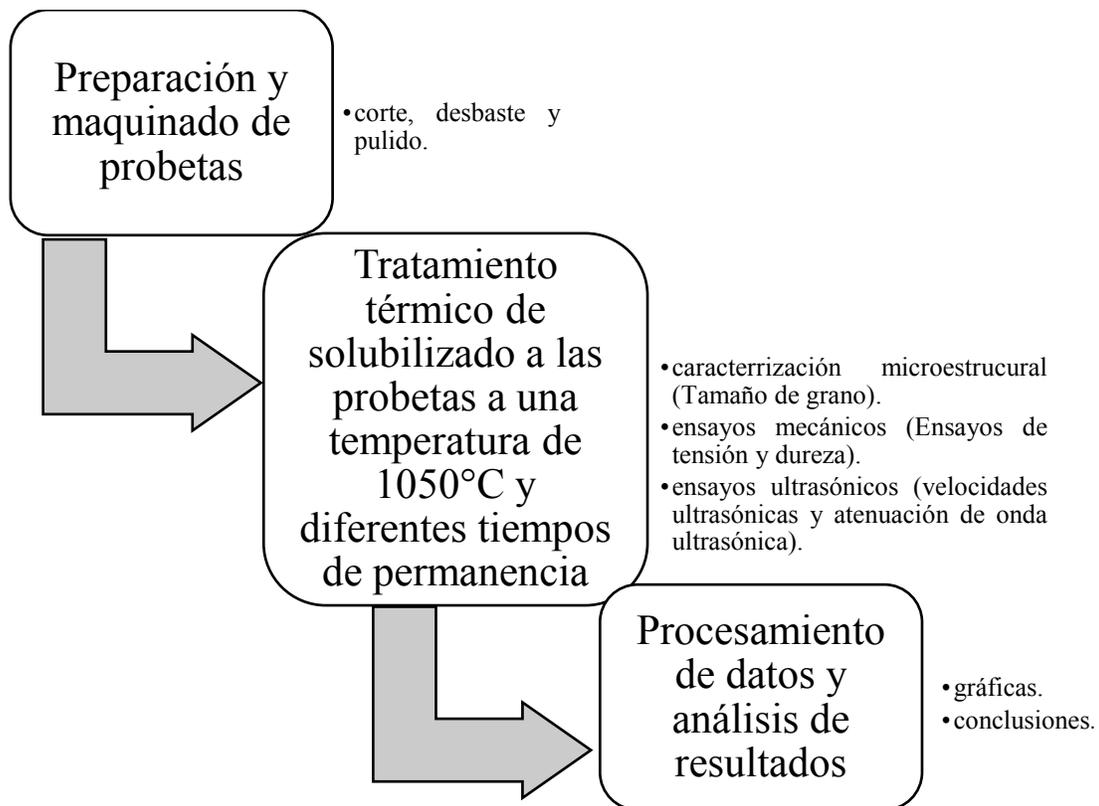


Figura 3. 1 Proceso del desarrollo experimental.

3.2 Preparación y maquinado de las probetas

Se utilizó una placa de acero AISI 316L de 9.5 mm de espesor. De esa placa fueron seccionadas las probetas para realizar los estudios metalográficos y mediciones de parámetros ultrasónicos.

3.2.1 Preparación de las probetas para estudios metalográficos

Para realizar los estudios metalográficos se cortaron 3 probetas de 20mm x 20mm, dichas probetas se utilizaron para obtener el tamaño de grano de la microestructura del:

1. Material base.
2. Material con dos tratamientos térmicos a una temperatura 1050 °C variando el tiempo de permanencia de las probetas.

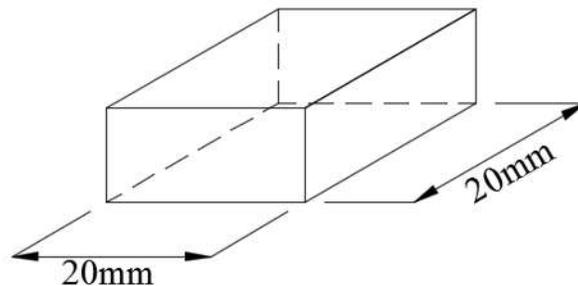


Figura 3. 2 Dimensiones de las probetas para caracterizaciones metalográficas.

3.2.2 Preparación de las probetas para medición de parámetros ultrasónicos

Para realizar las mediciones de los parámetros ultrasónicos se cortaron 3 probetas de 50mm x 50mm, las muestras obtenidas fueron utilizadas para obtener los valores de atenuación de onda y velocidades ultrasónicas del:

1. Material base.
2. Material con dos tratamientos térmicos de homogenizado a una temperatura 1050 °C variando el tiempo de permanencia de las probetas.

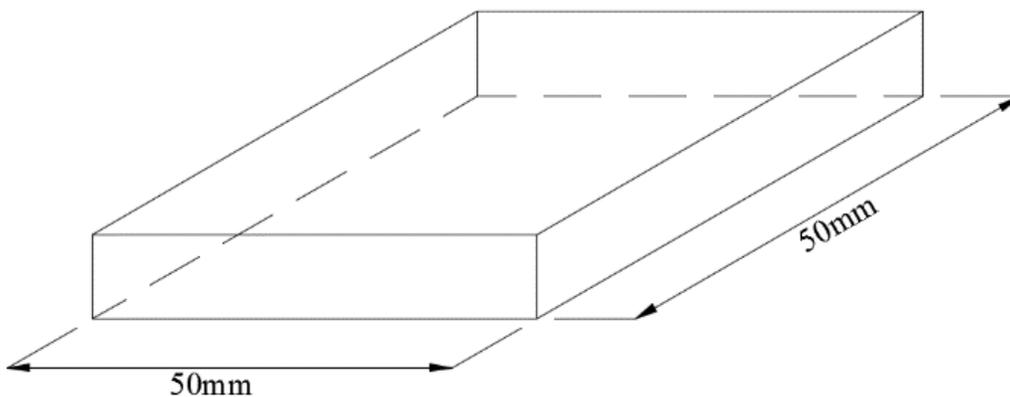


Figura 3. 3 Dimensiones de las probetas para medición de parámetros ultrasónicos.

3.2.3 Maquinado de las probetas para estudios metalográficos y para medición de parámetros ultrasónicos

Las probetas fueron trabajadas mecánicamente para remover las imperfecciones de las superficies (rugosidad o desniveles debido a la laminación de la placa) en una rectificadora marca EQUIPTOP modelo ESG-3A818 (ver Figura 3.4).

La rectificadora fue equipada con un disco para desbaste, las probetas fueron desbastadas por ambas caras usando un avance de dos diezmilésimas por pasada. Durante el desbaste se suministró refrigerante en exceso para evitar generar sobrecalentamientos en las probetas inhibiendo con esto la formación de maclas y distorsiones ocasionadas por el trabajo mecánico aplicado a las muestras. Posteriormente la probeta fue desbastada con lijas de carburo de silicio comenzando con el grado 80 para terminar con lija del grado 600.



Figura 3. 4 Máquina rectificadora.

3.3 Tratamientos térmicos de las probetas

A cuatro de las probetas seccionadas (dos para estudio metalográfico y dos para medición de parámetros ultrasónicos) se les realizó un procedimiento de tratamiento térmico con enfriamiento en agua con la finalidad de analizar los cambios en el tamaño de grano en la microestructura y de los parámetros ultrasónicos del acero inoxidable AISI 316L, los tratamientos térmicos fueron realizados en un horno de tratamiento térmico marca NABERTHERM (Ver Figura 3.5).



Figura 3. 5 Horno de tratamiento térmico.

A las probetas se le realizó un tratamiento térmico de homogenizado utilizando una rampa de calentamiento con un aumento de temperatura de $5.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ por minuto hasta alcanzar una temperatura de $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ esto con la finalidad de asegurar la solubilización de fases intermetálicas que pudieran precipitar en el material (La solubilización de fases intermetálicas es necesaria para que las mediciones ultrasónicas no se vean afectadas por éstas y sean lo más confiables posible), variando el tiempo de permanencia (Ver Figura 3.6) para obtener diferentes tamaños en el grano en la microestructura y fueron enfriadas mediante agitación en agua de tal forma que se formará un vórtice en el recipiente que almacenaba el fluido.

En la Figura 3.6 se muestra el diagrama de los 2 diferentes tratamientos térmicos realizados a las probetas.

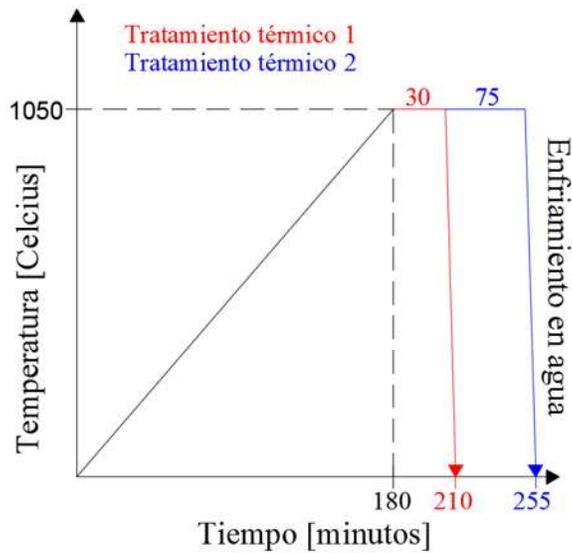


Figura 3. 6 Diagrama de tratamientos térmicos.

3.4 Electropulido y electroataque de las probetas para caracterización y estudio metalográfico

Una vez que las muestras fueron desbastadas se les realizó electropulido, utilizando una fuente reguladora de voltaje marca STEREN (ver Figura 3.7). Las probetas fueron sumergidas parcialmente para después agitarlas suavemente en una solución de 15% de ácido perclórico y 85% de etanol durante un lapso de tiempo de 80 segundos y un voltaje constante de 12 Volts, posteriormente las probetas fueron limpiadas utilizando agua y etanol para después secarlas con aire caliente.

Después de obtener el acabado espejo de las probetas se realizó un ataque electroquímico para revelar la microestructura del material con una solución de 250 mg de metabisulfito de potasio en 30ml de ácido clorhídrico durante 20 segundos a voltaje constante de 4.5V.

Las probetas fueron limpiadas utilizando agua y etanol para después secarlas con aire caliente. Posteriormente las probetas se colocaron en un baño ultrasónico, con la finalidad de remover cualquier impureza que quede presente después de revelar la microestructura. Las probetas fueron estudiadas en un microscopio óptico para así conocer la microestructura de la probeta del material base y las probetas sometidas a los diferentes tratamientos térmicos.



Figura 3. 7 Fuente reguladora de voltaje.

3.5 Ensayos mecánicos

3.5.1 Ensayos de tensión

Este ensayo es utilizado para medir la resistencia de un material a una fuerza considerada estática debido a su lenta aplicación. El ensayo consiste en alargar una probeta construida bajo especificaciones normalizadas por la acción de una fuerza de tensión, con la finalidad de conocer algunas propiedades mecánicas del material como módulo de elasticidad, esfuerzo máximo, esfuerzo de fluencia y elongación. Este ensayo se llevó a cabo a temperatura ambiente para determinar la respuesta a la tensión uniaxial del material. Las probetas fueron maquinadas bajo la norma ASTM E8M-04 tal como se muestra en la Figura 3.8 y las relaciones de las dimensiones en función del espesor de la probeta se muestran en la Tabla 3.1.

Para realizar los ensayos de tensión a las probetas se utilizó una máquina universal servo hidráulica marca MTS.

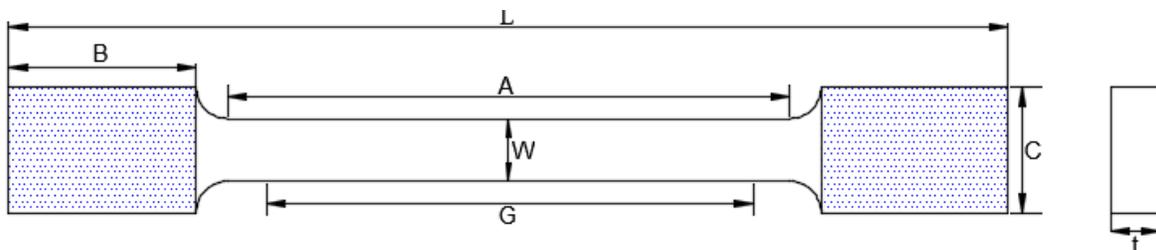


Figura 3. 8 Forma de la probeta de tensión bajo la norma ASTM E8M-04.

Tabla 3. 1 Dimensiones en milímetros de las probetas para el ensayo de tensión.

Norma ASTM E8M-04	Probeta tipo estándar		Probeta pequeños
G.- Longitud calibrada	200 ± 0.2	50 ± 0.1	25 ± 0.1
W.- Ancho	40 ± 2	12.5 ± 0.2	6 ± 0.1
t.- Espesor	Espesor del material		
R.- radio del filete	25	12.5	6
L.- Longitud total	450	200	100
A.-Longitud de la sección reducida	225	57	32
B.- Longitud de la sección de agarre	75	50	30
C.- Ancho de la sección de agarre	50	20	10

3.5.2 Medición de dureza

Para determinar las magnitudes de la dureza del acero inoxidable AISI 316L se utilizó un durómetro convencional y midiendo dureza Rockwell B, bajo las especificaciones establecidas por la norma ASTM E18-03.

3.6 Determinación de parámetros ultrasónicos

Las mediciones ultrasónicas de velocidad longitudinal y atenuación de onda ultrasónica se realizaron en un escáner ultrasónico con resolución de 0.01mm. Para ello se utilizó la técnica no destructiva de ultrasonido en la modalidad pulso-eco en inmersión, el arreglo experimental se puede observar en la Figura 3.9.

Para calcular la velocidad longitudinal se utilizó un transductor de onda longitudinal, con frecuencia nominal de 10 MHz. El transductor se colocó en un soporte y fue excitado con un pulsador/receptor marca Panametrics.

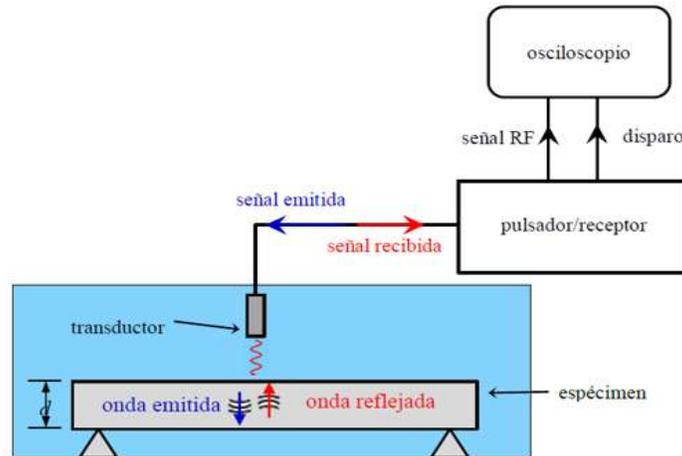


Figura 3. 9 Arreglo típico experimental de ultrasonido pulso-eco en inmersión [27].

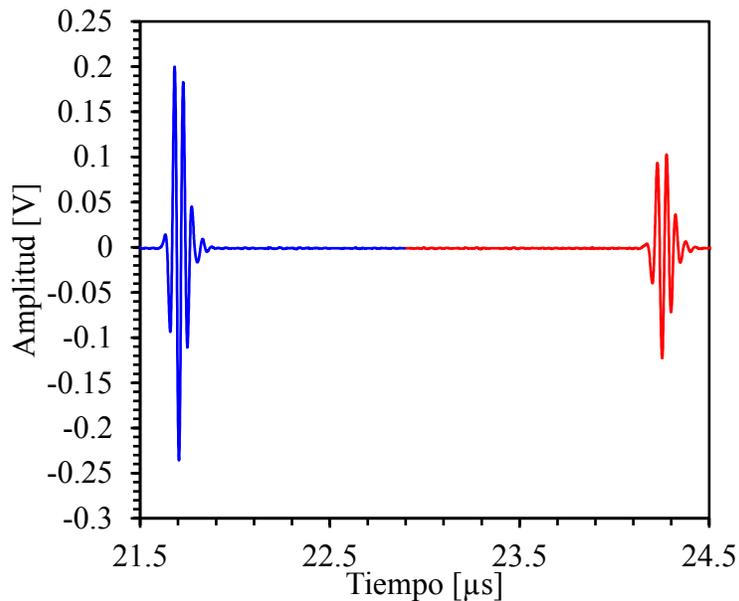


Figura 3. 10 Pulsos generados por las reflexiones en la pared superior y posterior de una pieza en evaluación.

Como se muestra en las Figuras 2.12 y 3.9 la onda acústica generada por el transductor es reflejada y transmitida mostrando en el osciloscopio la información del recorrido de la onda como se indica la Figura 3.10.

El pulso en color azul representa la reflexión de las ondas ultrasónicas en la pared superior de la pieza sujeta a evaluación y el pulso de color rojo representa la reflexión de la pared posterior de la pieza evaluada, el equipo realiza el promedio del tiempo que toma a la onda

recorrer el espesor de la muestra (promedio programado a 500 lecturas), dicha gráfica es guardada en la memoria del equipo y mediante cursores indicadores de posición se mide el tiempo de vuelo de la onda entre ambas reflexiones (interacción de la onda ultrasónica longitudinal con la muestra).

Como se mencionó anteriormente la atenuación de onda es definida como la pérdida de energía exponencial de una onda ultrasónica cuando ésta se propaga en el interior de los materiales. En la Figura 3.10 se puede apreciar la pérdida de energía (disminución de amplitud de los pulsos), sin embargo para realizar las mediciones de atenuación de onda de la forma más ortodoxa es necesario transformar los pulsos en el dominio del tiempo al dominio de la frecuencia (descomposición de los pulsos en un espectro de frecuencia) mediante la transformada de Fourier, de tal forma que la pantalla del osciloscopio desplegará una gráfica como la mostrada en la Figura 3.11 donde el espectro de frecuencias en color azul corresponde a la descomposición del primer pulso de la Figura 3.10 y el espectro de frecuencias en color rojo corresponde a la descomposición del segundo pulso de la Figura 3.10.

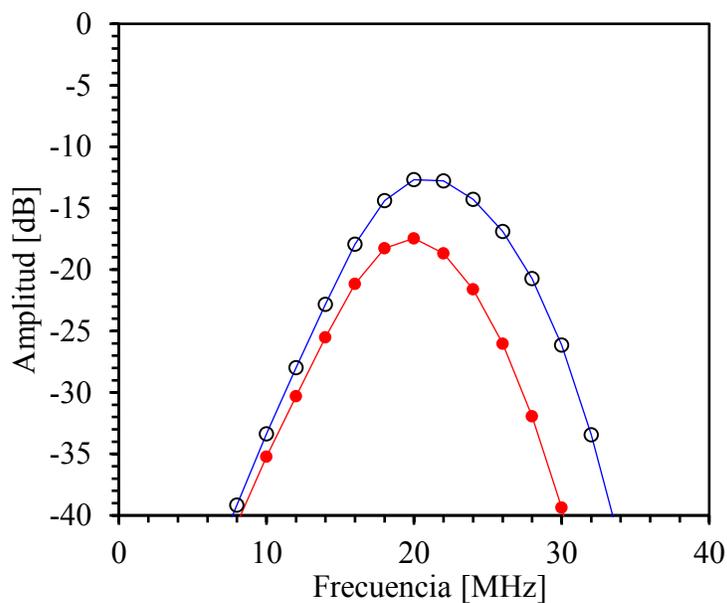


Figura 3. 11 Espectros de frecuencia.

El área comprendida entre los dos espectros de frecuencias es la atenuación de la onda ultrasónica cuando se propaga a través de la pieza sujeta a inspección, la cual para ser calculada se debe realizar la sustracción de los espectros de frecuencia, dicha sustracción se digitaliza en la pantalla del osciloscopio como se muestra en la Figura 3.12.

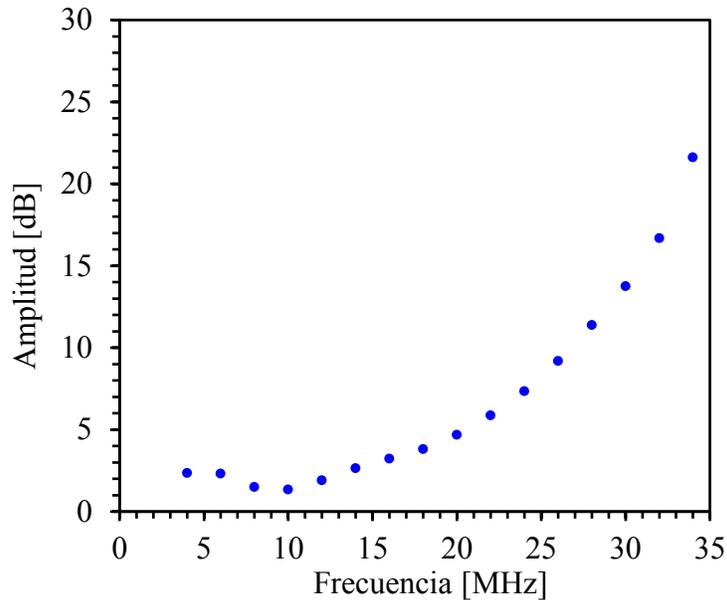


Figura 3. 12 Curva de atenuación de onda ultrasónica.

La curva de atenuación de onda ultrasónica se digitaliza en el osciloscopio y representa las pérdidas totales de energía, es decir, no comprende las pérdidas generadas por la impedancia acústica de los medios ni las pérdidas generadas por la difracción del haz ultrasónico. Dichas pérdidas deben de ser calculadas y sustraídas de la curva de atenuación ultrasónica digitalizada por el osciloscopio para obtener únicamente las pérdidas generadas por la microestructura del material. Las pérdidas por difracción del haz ultrasónico se calcularon por medio de una hoja de cálculo y usando las ecuaciones (12-15), las curvas experimentales fueron ajustadas a un modelo de la Región de Rayleigh utilizando mínimos cuadrados. Debido a la alta atenuación que sufre la onda ultrasónica en las probetas con tamaño de grano grande, las mediciones de atenuación de onda ultrasónica se realizaron utilizando dos transductores con frecuencias centrales diferentes, para el material base y la probeta tratada térmicamente con tiempo de permanencia de 30 minutos los coeficientes de atenuación fueron calculados para un transductor marca PANAMETRICS con frecuencia central de 15 MHz y para la probeta con tratamiento térmico de 75 minutos se calcularon para un transductor marca PANAMETRICS con frecuencia central de 10 MHz. El uso de los dos

transductores se debe a que la onda ultrasónica es atenuada considerablemente a frecuencias mayores de 15 MHz debido a que el tamaño de grano es mucho mayor en la probeta de 75mm con respecto al material base impidiendo usar transductores con frecuencias mayores a 15 MHz y asegurando también realizar las mediciones de atenuación de onda dentro de la región de Rayleigh.

Para la determinación de la velocidad de corte (c_s) se utilizó la técnica no destructiva de ultrasonido en la modalidad *pulso-eco* por contacto, el arreglo experimental se muestra en la Figura 3.13. Para realizar las mediciones de las velocidades de corte se utilizó un transductor de ondas de corte de incidencia normal y frecuencia nominal de 5 MHz, utilizando como medio de acople miel ya que es un fluido con una alta viscosidad permitiendo una óptima propagación de las ondas de corte a la pieza objeto de experimentación. El transductor fue colocado en la superficie del espécimen y se excitó con un pulsador/receptor marca Panametrics.

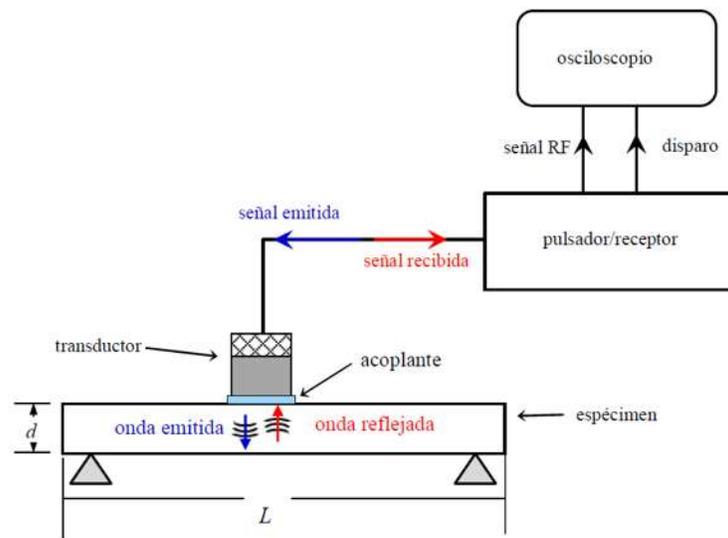


Figura 3. 13 Arreglo experimental de ultrasonido pulso-eco de contacto [24].

En la Figura 3.14 se muestran los modos de propagación de las ondas de corte (modo rápido y modo lento), donde el modo rápido corresponde al sentido de laminación 0° y el modo lento corresponde al sentido transversal a la laminación 90° .

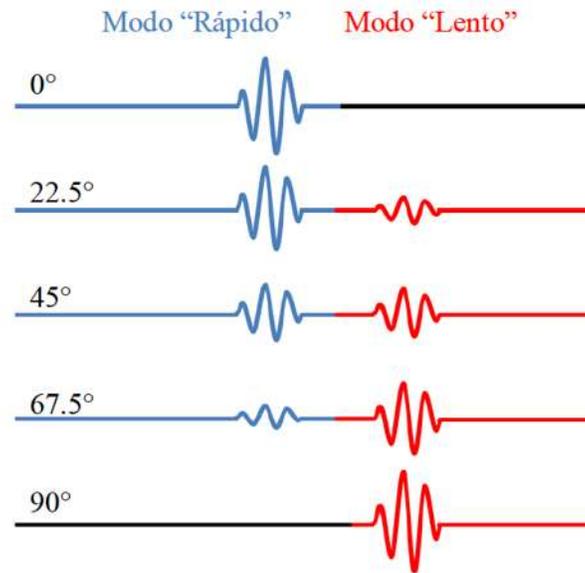


Figura 3. 14 Modos de propagación de ondas de corte (modo rápido y modo lento) [24].

CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Análisis de resultados

En este capítulo se muestran los resultados obtenidos de la experimentación realizada en el presente trabajo de investigación.

4.1.1 Composición química

En la Tabla 4.1 se muestra la composición química del acero inoxidable AISI 316L usada para este proyecto de investigación. La composición química fue obtenida utilizando un espectrómetro de chispa Marca BRUKER, modelo Q4 TASMAN.

Tabla 4. 1 Composición química del acero inoxidable AISI 316L.

Material	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo	Ti	Cu	Nb	N
AISI 316L	0.031	1.178	0.525	0.011	0.031	16.70	10.02	1.951	0.011	0.39	0.040	0.05

4.1.2 Análisis metalográfico

En esta sección se muestran los resultados del análisis metalográfico, donde se observó una microestructura compuesta por granos austeníticos con maclas en su interior.

La Figura 4.1 muestra la microestructura del material base como fue recibido en forma de placa, y cuenta con número de grano ASTM $G = 7.0$ (E112), que corresponde a un tamaño de grano promedio de $31.8 \mu\text{m}$, se pueden observar regiones donde hay aglomeraciones de granos muy finos. El tamaño promedio de grano calculado se corrobora con las mediciones realizadas por Zambrano y sus colaboradores reportando en su investigación un tamaño de grano promedio de $31.25 \mu\text{m}$ en el material base [41]. Por otro lado Jeong Sik CHOI reporta un tamaño de grano de $40 \mu\text{m}$ en el material base [42].

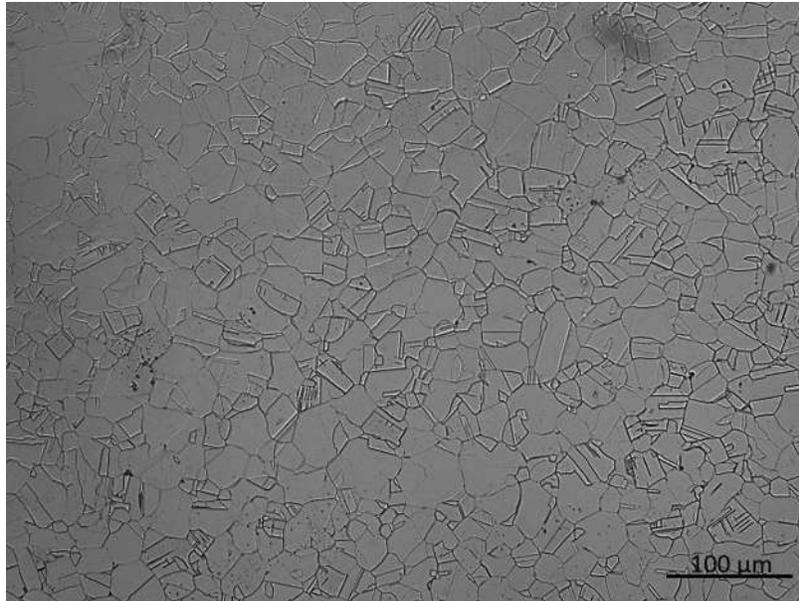


Figura 4.1 Microestructura del material base AISI 316L a 200x.

La Figura 4.2 muestra la microestructura del material con el tratamiento térmico de 30 minutos a 1050°C (TT1), la cual tiene un tamaño de grano ASTM $G=4.0$ (E 112), que corresponde a un tamaño promedio de 89.8 μm. LÅ Norström y colaboradores reportan un tamaño de grano de 70 μm para un tratamiento térmico de recocido a una temperatura de 1100 °C y un tiempo de permanencia de 30 min [43].

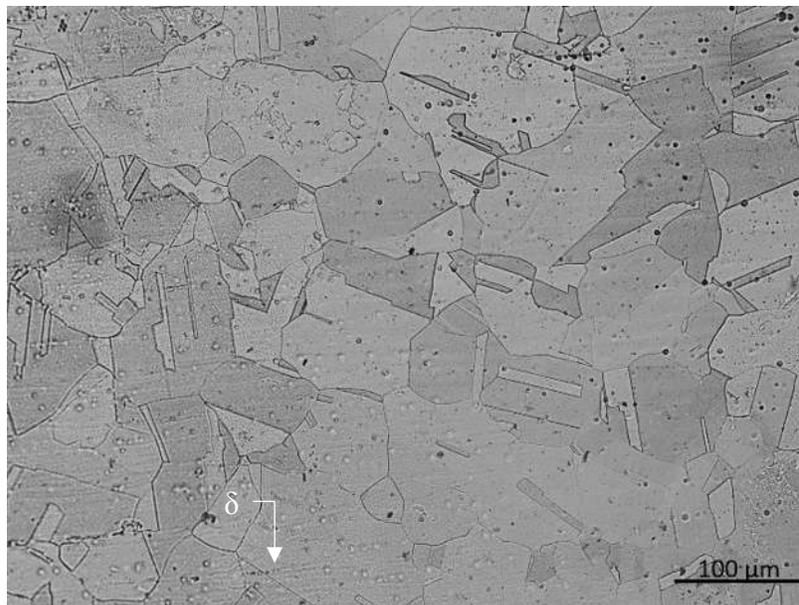


Figura 4.2 Microestructura AISI 316L con TT1 a 200x.

La Figura 4.3 muestra la microestructura del material con el tratamiento térmico de 75 minutos a una temperatura de 1050°C (TT2), donde se observa un número de grano ASTM $G = 3.5$ (E 112), que corresponde a un tamaño de grano promedio de 106.8 μm . J. Man y asociados reportan un tamaño de grano promedio de 100.00 μm al realizar un tratamiento térmico que consistió en una austenización cuyo tiempo de permanencia en el horno fue igual a 1 hora a una temperatura constante de 1050°C y un enfriamiento en agua [44].

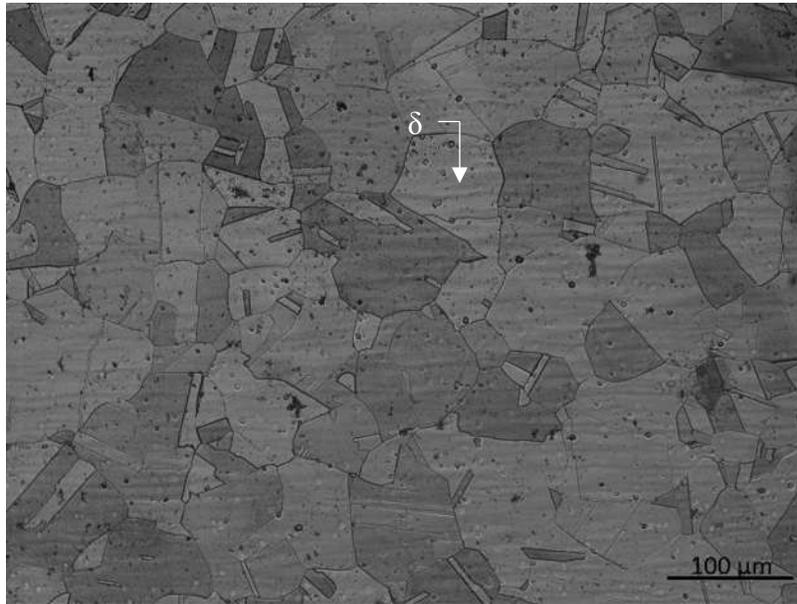


Figura 4.3 Microestructura AISI 316L con TT2 a 200x.

En la Tabla 4.2 se muestra una comparación del cambio del tamaño de grano en las diferentes muestras utilizadas. De forma comparativa en la Figura 4.4 se muestra la evolución de la microestructura del acero inoxidable AISI 316L a diferentes tiempos de permanencia en los tratamientos térmicos.

Tabla 4. 2 Comparación de resultados del cambio del tamaño de grano.

No. de muestra AISI 316	1	2	3
Tiempo de permanencia a 1050 °C (min)	0	30	75
Número de grano ASTM	7	4	3,5
Tamaño de grano promedio (μm)	31.8	89.8	106.8

En las réplicas metalográficas tratadas térmicamente es notorio la disminución de defectos (maclas) en el interior de los granos austeníticos, esto se atribuye al crecimiento de los granos y la difusión de los átomos. También es evidente un crecimiento mayor e irregular de algunos granos del material, el crecimiento anormal en algunos granos es un fenómeno que se atribuye al movimiento de los límites de grano producidos por la nucleación bidimensional o la existencia de dislocaciones en las uniones de los límites de grano. Las metalografías de la Figura 4.5 muestran que los aceros inoxidable austeníticos AISI 316L presentan crecimientos anormales en algunos de sus granos cuando son sometidos a intervalos cortos de tiempo de permanencia en el horno a temperaturas mayores a 1050°C. Jeong Sik Choi y colaboradores reportaron un crecimiento anormal de grano del acero inoxidable AISI 316L con tratamientos térmicos a 1100 °C [42]. En la Figura 4.4 se muestra una gráfica representando el crecimiento de grano con respecto a los diferentes tratamientos térmicos. En la gráfica se puede apreciar un aumento súbito en el tamaño de grano promedio entre el material base (31.8µm) y la probeta con tiempo de permanencia de 30min (89.8µm), para continuar con un crecimiento gradual hasta un tiempo de permanencia de 75min (106.8 µm).

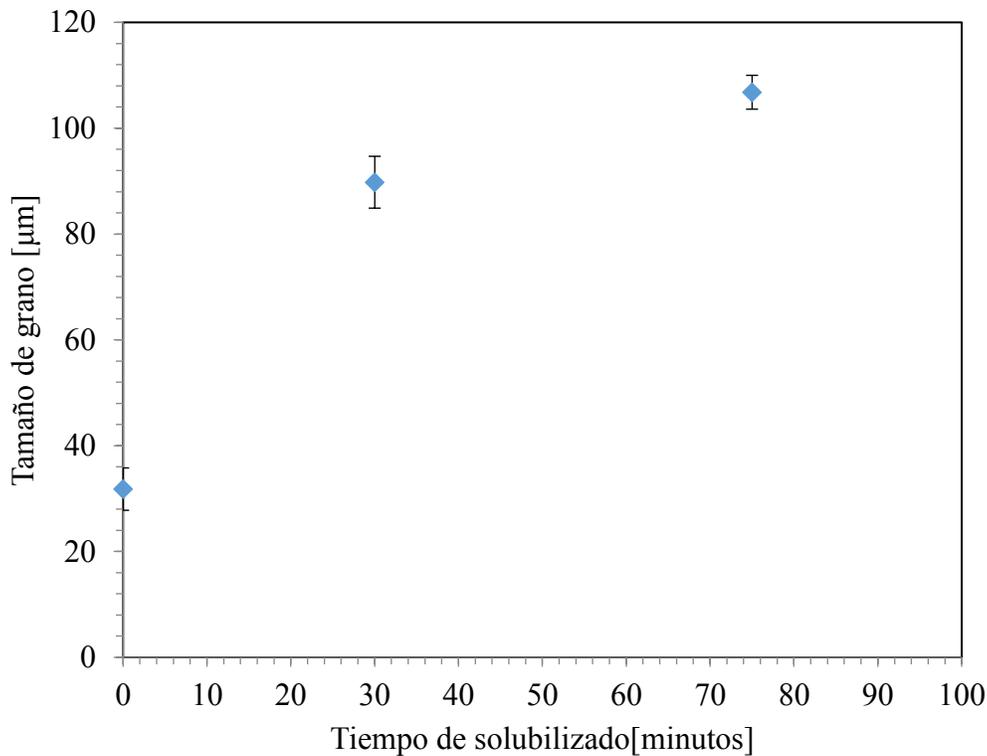


Figura 4.4 Gráfica de crecimiento de tamaño de grano en las diferentes muestras.

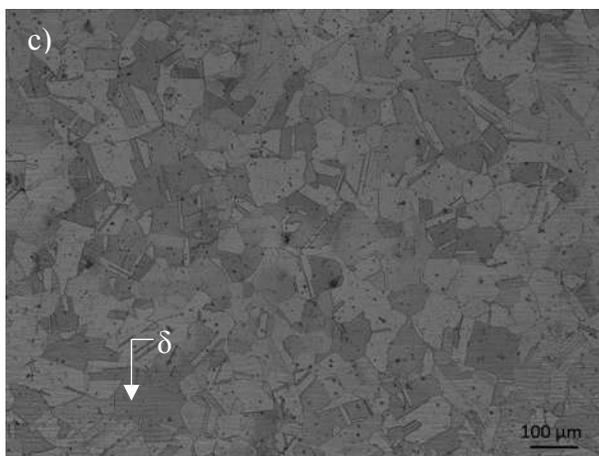
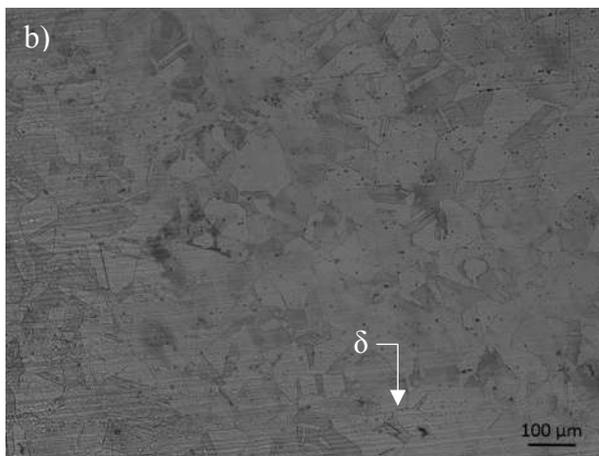
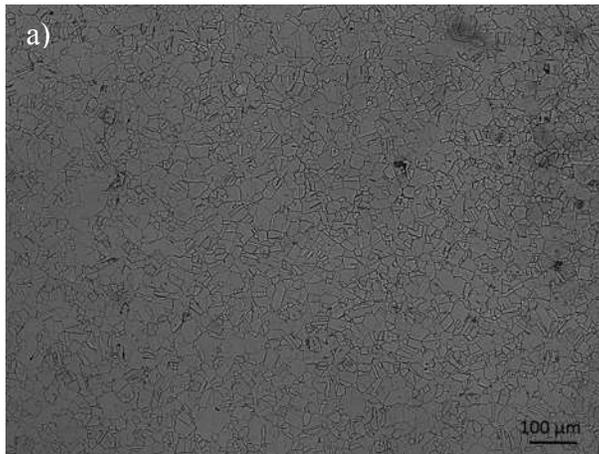


Figura 4.5 Microestructura de las muestras con diferentes tratamientos térmicos a 1050°C a) material base, b) Tratamiento térmico a 1050°C con 30 min de permanencia y enfiada en agua, c) Tratamiento térmico a 1050°C con 75 min de permanencia y enfiada en agua. (Metalografías tomadas a una magnificación de 100x)

4.1.3 Parámetros ultrasónicos

En este apartado se muestran los resultados obtenidos a partir de las mediciones de velocidades ultrasónicas transversal y longitudinal y la atenuación de onda ultrasónica.

4.1.3.1 Velocidad ultrasónica de corte

Los resultados en las mediciones de velocidad ultrasónica de corte en el acero inoxidable AISI 316L registran cambios en sus magnitudes conforme aumenta el tiempo de permanencia en el horno al realizar los tratamientos térmicos.

Estudios realizados por P. Palanichamy y colaboradores reportan un comportamiento similar en donde el cambio de los valores de la velocidad ultrasónica de corte en muestras de aceros inoxidables austeníticos es causado por la dispersión de las ondas en los límites de grano, también reporta que cuando éste material es sometido a tratamientos térmicos de solubilizado bajo las mismas condiciones variando únicamente el tiempo de permanencia en el horno se puede suponer que la textura y las características subestructurales como la densidad de dislocación y esfuerzos residuales pueden ser similares para todas las muestras, por lo tanto la única variable que influye en las mediciones de la velocidad ultrasónica de corte es el tamaño de grano promedio de las muestras sujetas a análisis [45].

La Figura 4.6 muestra las mediciones de velocidad ultrasónica de corte en las probetas utilizadas para el presente estudio, se puede apreciar claramente que existe una textura cristalográfica ya que se presenta el fenómeno de birrefringencia ya que durante el proceso de conformado del acero inoxidable AISI 316L se desarrollaron orientaciones o texturas preferenciales en los granos. En la Figura 4.6 también se observa que la velocidad ultrasónica de corte en el modo rápido aumenta conforme el tiempo de permanencia en el horno aumenta, por otro lado la velocidad del modo lento disminuye al aumentar el tiempo de tratamiento térmico. Las mediciones de velocidad ultrasónica en las muestras indican un aumento lineal en el porcentaje de birrefringencia en función del tiempo de tratamiento térmico como se muestra en la Figura 4.7 indicando que de alguna manera el tratamiento térmico introduce una textura adicional al material.

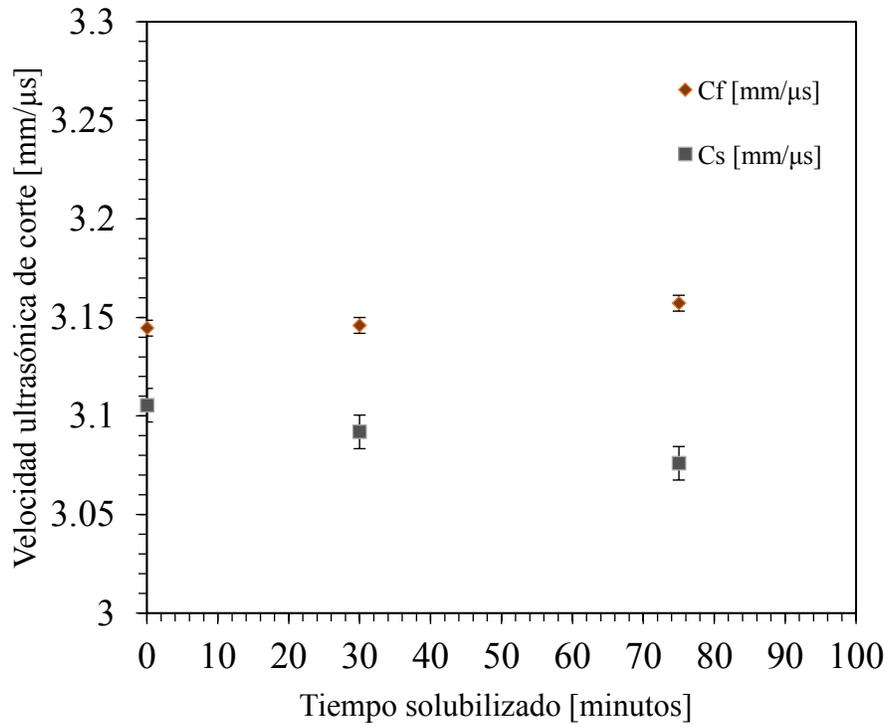


Figura 4.6 Velocidad ultrasónica de corte en las diferentes muestras.

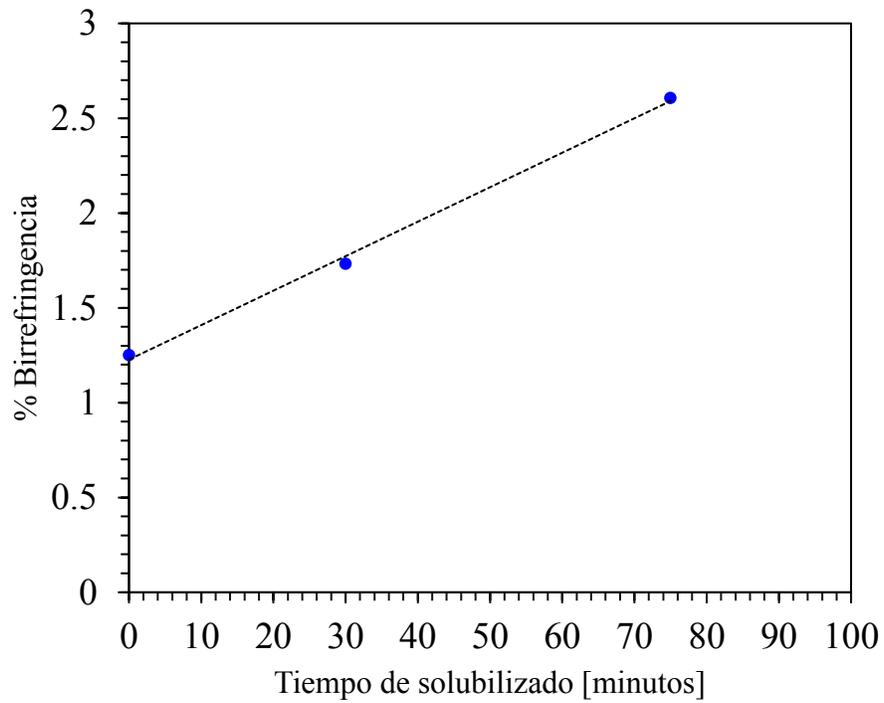


Figura 4.7 Porcentaje de birrefringencia en las diferentes muestras.

Estudios recientes realizados por el investigador D.T. Pierce y colaboradores reportan que los aceros inoxidable austeníticos contienen factores de anisotropía de que van de 3.3 hasta 3.9, dichos valores son lo suficientemente altos para que éstos materiales sean considerados como medios isotrópicos [35].

De acuerdo a todo lo anterior el aumento en el porcentaje de birrefringencia se atribuye principalmente al crecimiento del tamaño de grano del acero inoxidable AISI 316L sin embargo también influye el cambio en la anisotropía y textura cristalográfica de las mismas.

4.1.3.2 Velocidad ultrasónica longitudinal

En la Figura 4.8 se muestran los diferentes valores de velocidad ultrasónica longitudinal obtenidas en la muestra de material base de la placa de acero inoxidable AISI 316L y en las muestras de la aleación que fueron tratadas térmicamente, la gráfica muestra que la velocidad longitudinal disminuye ligeramente en la muestra con 30 minutos y permanece sin cambios para tiempos posteriores.

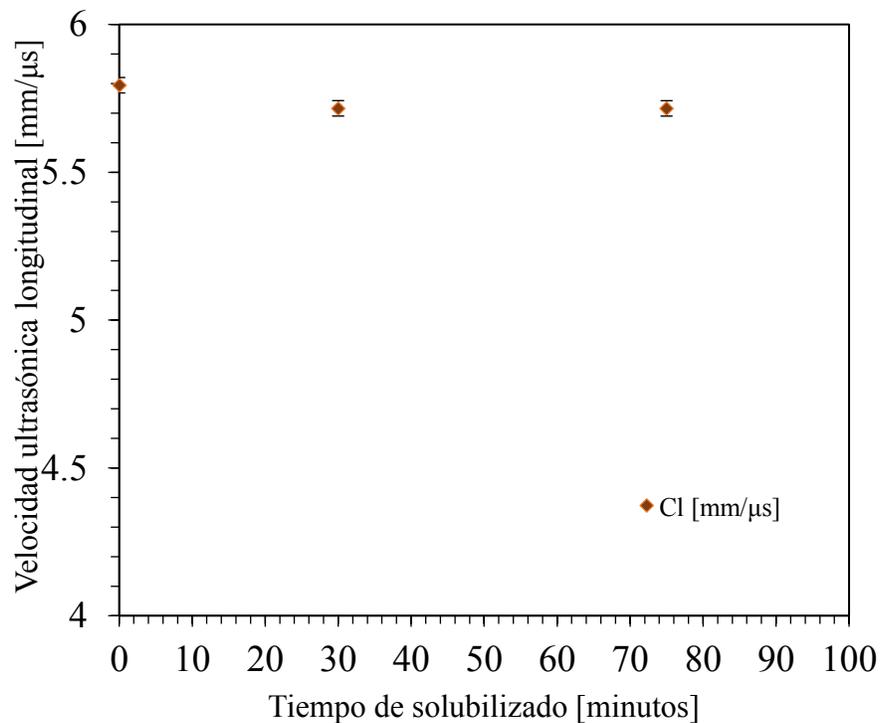


Figura 4.8 Velocidad ultrasónica longitudinal en las diferentes muestras.

J. Zambrano realizó mediciones de velocidades ultrasónicas longitudinales en probetas del mismo material realizando tratamientos térmicos a temperaturas de 1000°C con diferentes tiempos de permanencia en el horno [41]. Utilizando la técnica de ultrasonido por el método de contacto mediante un detector de fallas midió las velocidades ultrasónicas longitudinales de las muestras dando como resultado la ausencia de cambios considerables en las magnitudes de las velocidades ultrasónicas conforme aumenta el tamaño de grano en las muestras. J. Zambrano realizó mediciones de velocidad ultrasónica con diferentes transductores variando la frecuencia central de éstos, sin embargo el resultado fue el mismo debido a que la velocidad ultrasónica es una variable intrínseca de cada material.

De todo lo anterior se concluye que la velocidad ultrasónica longitudinal no presenta variaciones significativas cuando se presenta un aumento en el tamaño de grano promedio del acero inoxidable AISI 316L.

4.1.3.3 Atenuación de onda ultrasónica

Las mediciones de atenuación de onda ultrasónica se realizaron utilizando dos transductores con frecuencias centrales diferentes, para el material base y la probeta tratada térmicamente con tiempo de permanencia de 30 minutos los coeficientes de atenuación fueron calculados para un transductor con frecuencia central de 15 MHz y para la probeta con tratamiento térmico de 75 minutos se calcularon para un transductor con frecuencia central de 10 MHz. La Figura 4.9 muestra las curvas del coeficiente de atenuación de onda ultrasónica para las diferentes muestras en la cual se pueden apreciar cambios en el coeficiente de atenuación debido a los cambios microestructurales provocados por los tratamientos térmicos. En la gráfica se observa un incremento en el coeficiente de atenuación ultrasónica mientras las probetas permanecen mayor tiempo en el horno. Mientras el tiempo de permanencia en el horno de las probetas aumenta el crecimiento del tamaño de grano en las microestructuras de las probetas es mayor ocasionando una mayor dispersión de las ondas y consecuentemente un aumento en el coeficiente de atenuación de onda ultrasónica. Los resultados de las gráficas muestran que el coeficiente de atenuación se ve afectado directamente por el tamaño de grano de las muestras. Los coeficientes de atenuación incrementan a medida que crece el tamaño de grano de las probetas.

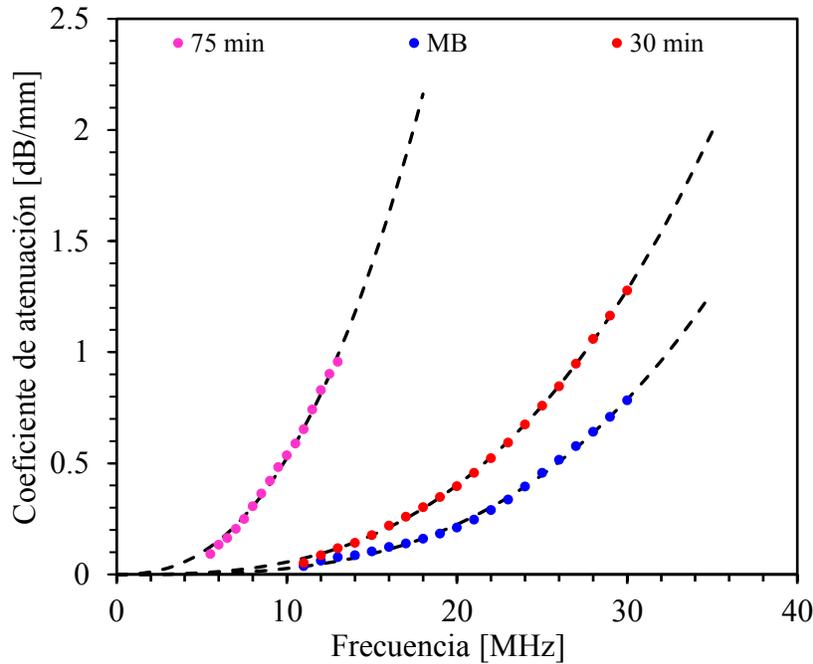


Figura 4.9 Coeficientes de atenuación de onda ultrasónica en las diferentes muestras.

K. Vijayalakshmi y colaboradores realizaron mediciones de atenuación de onda ultrasónica en un acero inoxidable dúplex en el cual se efectuaron tratamientos térmicos a altas temperaturas para ocasionar un aumento en el tamaño de grano, en dicha investigación se reporta que el coeficiente de atenuación de onda ultrasónica aumenta a medida que se aumenta el tamaño de grano de las muestras [46].

Anish Kumar y colaboradores realizaron mediciones de atenuación de onda ultrasónica en un acero ferrítico modificado 9Cr-1Mo tratado térmicamente a altas temperaturas correlacionando el aumento del tamaño de grano con la atenuación de onda ultrasónica reportando que el coeficiente de atenuación de onda ultrasónica aumenta conforme se aumenta el tamaño de grano [47].

Juva, A. y colaboradores estudiaron la propagación de las ondas ultrasónicas en aceros inoxidables austeníticos considerando la anisotropía, textura y tamaño de grano. En su investigación concluyen que usualmente los materiales que han sufrido un proceso de conformación tienden a tener tamaños de grano más pequeños que la longitud de onda cuando se utilizan frecuencias bajas al momento de realizar las inspecciones ultrasónicas, por lo que predominan las pérdidas por dispersados en la región de Rayleigh lo que ocasiona que el comportamiento de los coeficientes de atenuación de onda disminuyan a medida que el grano

es más fino. En lo que respecta a la anisotropía ellos asumen que en materiales policristalinos la dispersión ocasionada por el tamaño de grano es mayor mientras más anisotrópico es el medio de propagación de las ondas ultrasónicas debido a las diferentes impedancias acústicas de los granos adyacentes [48].

Los valores cuyo valor numérico es menor en los coeficientes de atenuación de onda ultrasónica se atribuyen a que las estructuras con granos finos reducen la diferencia acústica entre dos granos adyacentes, por lo que la anisotropía acústica del material también tiende a decaer [47].

4.1.4 Pruebas de tensión

Los resultados obtenidos por los ensayos de tensión realizados al acero inoxidable AISI 316L se muestran en la Tabla 4.3 y las gráficas *esfuerzo-deformación* se muestran a continuación en la Figura 4.10, los ensayos de tensión fueron realizados en dirección longitudinal al sentido de laminación.

Tabla 4. 3 Resultados de los ensayos de tensión.

Probetas longitudinales	Módulo de Young [GPa]	σ_f [MPa]	$\sigma_{m\acute{a}x}$ [MPa]
MB	322	284	626
30 min	158	250	600
75 min	69.4	231	568

En la Tabla 4.3 se observan los resultados del módulo de Young, el límite de fluencia y el esfuerzo máximo de las probetas ensayadas. Los valores mayores en las propiedades mecánicas anteriormente mencionadas decaen a medida que el tamaño de grano crece siendo los valores más elevados los del material sin ser tratado térmicamente. Las propiedades mecánicas del acero inoxidable AISI 316L decaen con respecto al tamaño de grano de las muestras debido a que existen menores sitios de alta energía o límites de grano.

Cuando un material es sometido a altas temperaturas y a ciertos intervalos de tiempos se genera un crecimiento en el tamaño de grano este fenómeno ocurre gracias a la difusión atómica, sin embargo es importante mencionar que algunos granos crecen a expensas de granos más pequeños.

Cuando los materiales son sometidos a altas temperaturas de operación los átomos tienden a moverse a otros sitios de la red cristalina eliminando defectos cristalinos como es el caso de dislocaciones y maclas, la supresión de los defectos cristalinos anteriormente mencionados ocasionan que las propiedades mecánicas del material disminuyan y el tamaño de grano aumente debido a que los átomos tienden a colocarse en sitios estables en presencia de altas temperaturas.

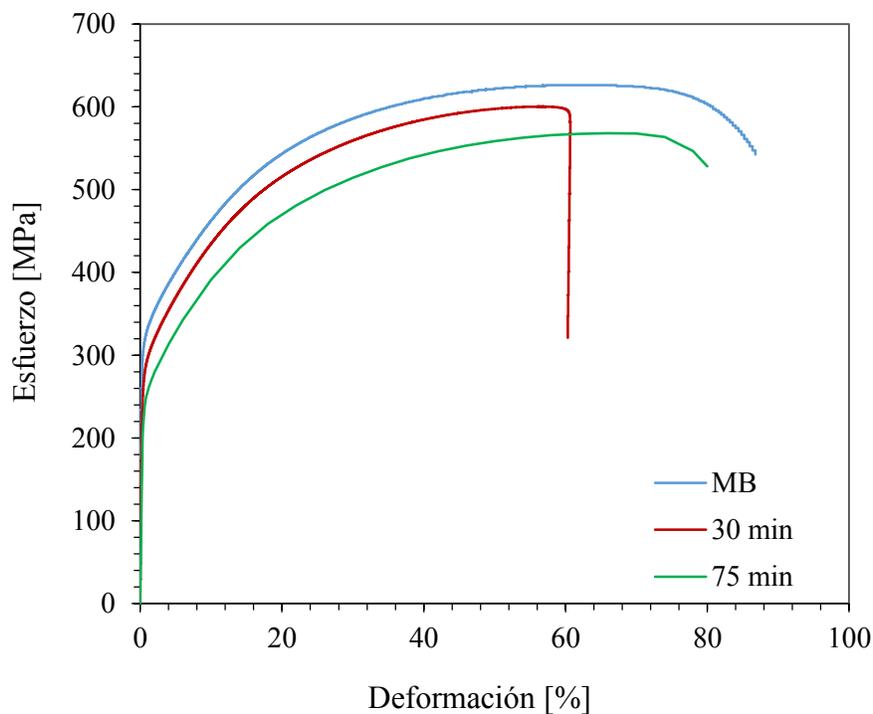


Figura 4.10 Curvas esfuerzo deformación de las probetas.

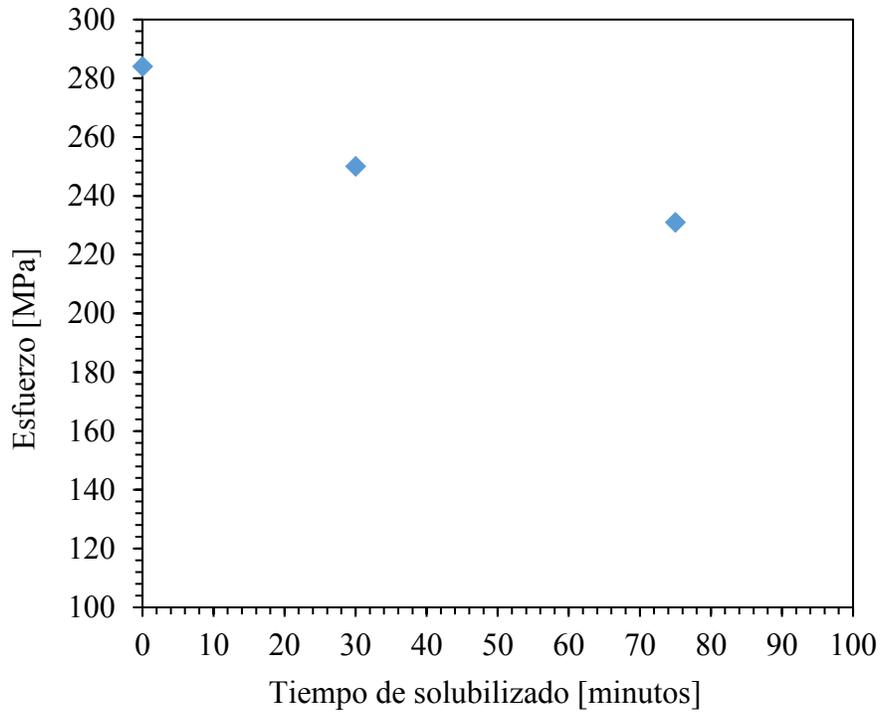


Figura 4.11 Gráfica del comportamiento del esfuerzo de fluencia en las diferentes muestras.

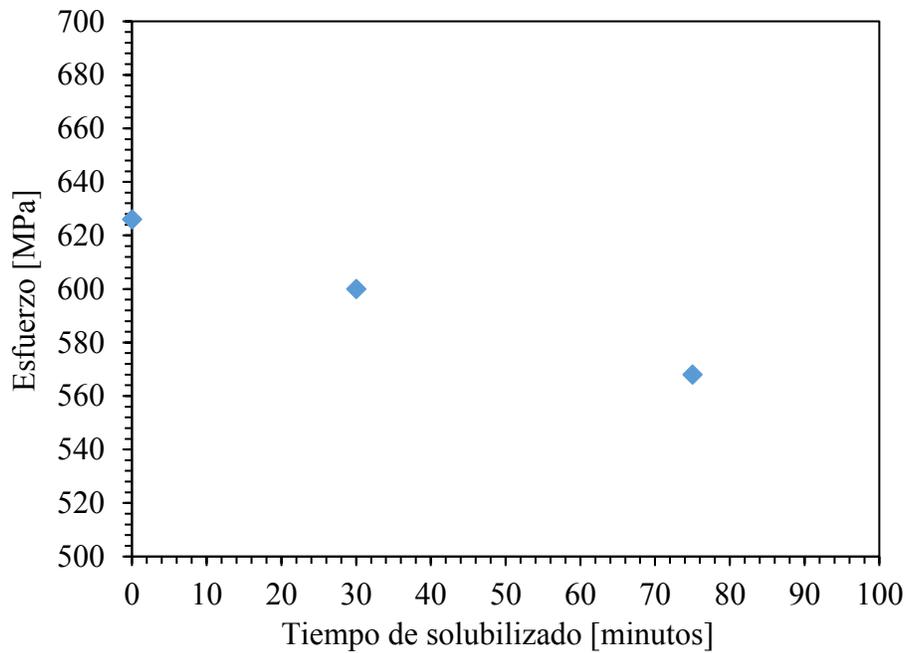


Figura 4.12 Gráfica del comportamiento del esfuerzo máximo en las diferentes muestras.

En la Figura 4.11 se observa el comportamiento del esfuerzo de fluencia de las probetas en la gráfica se aprecia que el esfuerzo de fluencia de las probetas disminuye conforme aumenta el tamaño de grano promedio de las muestras. En la Figura 4.12 se observa que el esfuerzo último también tiende a disminuir mientras aumenta el tamaño de grano del material.

4.1.5 Dureza

La Figura 4.13 muestra mediciones de dureza Rockwell B con respecto al tiempo de tratamiento térmico. Los datos obtenidos para las muestras tratadas térmicamente manifiestan una disminución en los valores de dureza en función del tiempo de solubilizado, esto se atribuye al crecimiento de tamaño de grano del material. En el metal base se puede apreciar que la dureza en el sentido de laminación es menor comparado con el valor de dureza obtenido en la cara transversal al sentido de laminación esto es debido a la aparición de bandas de ferrita que se manifiestan en la cara con menor dureza, sin embargo puede apreciarse que a medida que el tiempo de solubilizado aumenta los valores de dureza medidos entre ambas caras tienden a igualarse.

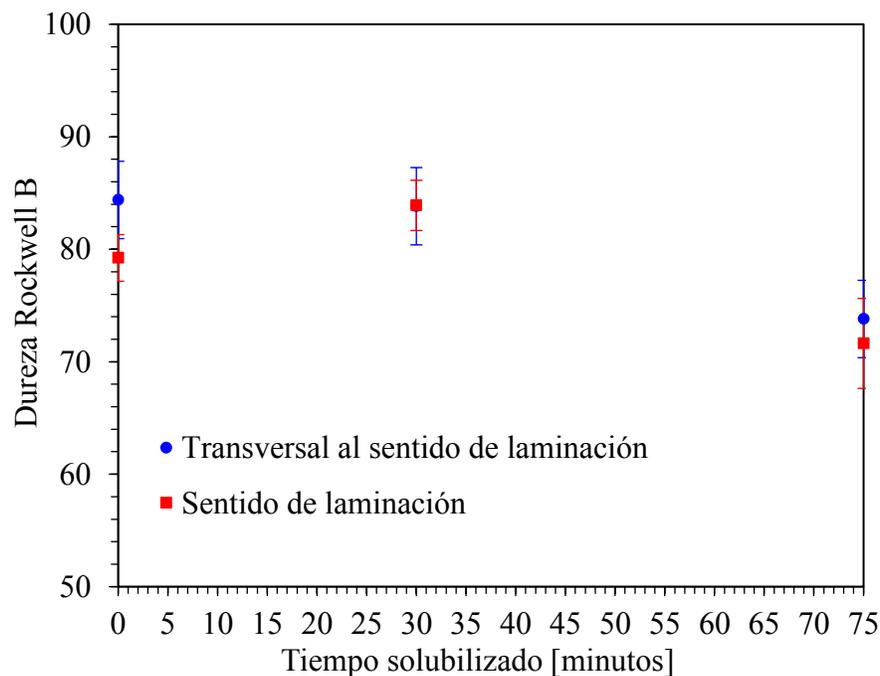


Figura 4.13 Dureza Rockwell B de las muestras.

4.1.6 Fractografía

Después que las probetas fueron ensayadas mecánicamente por la prueba de tensión se procedió a llevarlas al microscopio electrónico de barrido para obtener las micrografías de las fracturas de las probetas. En la Figura 4.14 se muestran las imágenes de la fractura de las probetas.

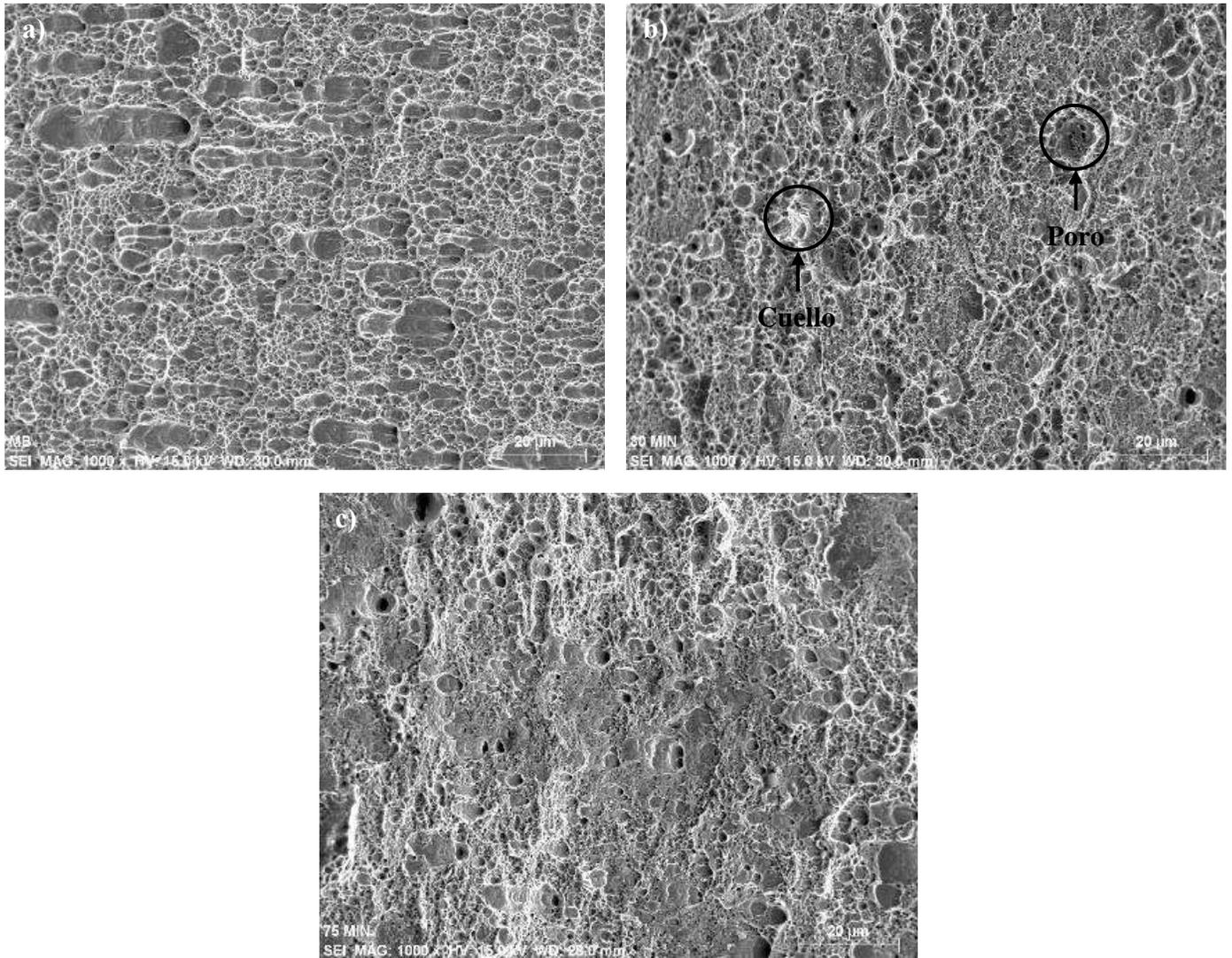


Figura 4.14 Fractografía de las muestras. a) Material base, b) Tratamiento térmico a 1050°C con 30 min de permanencia y enfriada en agua, c) Tratamiento térmico a 1050°C con 75 min de permanencia y enfriada en agua. (Fractografías tomadas a una magnificación de 1000x).

En la Figura 4.14 a) y b) que corresponde a la probeta de material sin tratamiento térmico y a la probeta tratada térmicamente con un tiempo de permanencia de 30 minutos respectivamente, se puede observar una fractura dúctil ya que existe la presencia de micro poros en el material, mientras que una fractura dúctil-frágil se presenta en la Figura 4.14 c) que corresponde a la probeta tratada térmicamente con un tiempo de permanencia de 75 minutos, en donde la presencia de micro poros disminuye de forma considerable en comparación con las otras probetas.

CAPÍTULO V.

CONCLUSIONES

- El crecimiento de grano en los aceros inoxidable austeníticos AISI 316L está totalmente ligado a la temperatura y al tiempo de permanencia en el horno. El crecimiento de grano en la aleación se da a temperaturas mayores que la temperatura de solubilización de fases intermetálicas. El crecimiento de grano del acero inoxidable AISI 316L no es homogéneo, es decir, algunos granos dentro de la microestructura crecen de manera excesiva con respecto de otros, dicho crecimiento no homogéneo disminuye cuando el tiempo de permanencia en el horno es mayor a los 30 min.
- La velocidad de corte en el modo rápido aumenta con el crecimiento del tamaño de grano y la velocidad de corte en el modo lento disminuye conforme se presenta el mismo fenómeno microestructural, ocasionando el aumento en el porcentaje en la birrefringencia lo que se traduce a un aumento en la anisotropía del material mientras el tamaño de grano crece. El aumento en la birrefringencia se atribuye a la textura que toma el material cuando fue sometido a los tratamientos térmicos.
- La velocidad ultrasónica longitudinal presenta ligeros cambios en las muestras utilizadas por lo que el tamaño de grano no afecta la propagación de ondas longitudinales en los aceros inoxidable AISI 316L por lo que la medición de espesores en componentes puede realizarse de manera confiable en equipos que se encuentren operando a temperaturas elevadas.
- Los cambios en los coeficientes de atenuación de onda se atribuyen al crecimiento del tamaño grano y al aumento de anisotropía del material a medida que aumenta el tiempo de permanencia en el horno. Los estudios de atenuación de onda ultrasónica indican que puede ser usado como método no destructivo para mantener estándares de calidad en las líneas de producción de industrias productoras de aceros inoxidable AISI 316L logrando un mejor control de fabricación.

- La disminución de dureza con el incremento en el tamaño de grano se atribuye a que existen menores límites de grano o zonas de alta energía cuando el acero inoxidable AISI 316L es sometido a altas temperaturas, esto se debe a que el material tiene el tiempo necesario para reacomodar su estructura y eliminar defectos presentes (maclas, límites de grano).
- Las propiedades mecánicas de los aceros inoxidables AISI 316L tienden a disminuir conforme aumenta el tamaño de grano en su microestructura.

TRABAJO FUTURO

- Se recomienda realizar tratamientos térmicos con intervalos menores de tiempo de permanencia en el horno para observar el comportamiento del crecimiento de grano.
- Realizar ataques coloridos para que la aplicación del método planométrico para determinar el tamaño de grano promedio del acero inoxidable AISI 316L sea más precisa y fácil de realizar.
- Determinar los factores de anisotropía de las probetas utilizadas y correlacionarlos con el cambio de la velocidad ultrasónica de corte en el modo rápido y lento y con el porcentaje de birrefringencia.

REFERENCIAS

- [1] DAVIS J R. Stainless steels. 1994.
- [2] GÜR C. Characterization of steel microstructures by magnetic barkhausen noise technique. *Nondestructive Testing of Materials and Structures*. 499-504, 2013.
- [3] RAJ B. A perspective on materials characterization for technology advancement and industrial growth: Emphasis on non-destructive evaluation. *Bulletin of Materials Science*. 19(6), 839-855, 1996.
- [4] KAPLAN M, GÜR C, ERDOGAN M. Characterization of dual-phase steels using magnetic Barkhausen noise technique. *Journal of Nondestructive Evaluation*. 26(2-4), 79-87, 2007.
- [5] RAJ B, JAYAKUMAR T. NDE methodologies for characterisation of defects, stresses and microstructures in pressure vessels and pipes. *International journal of pressure vessels and piping*. 73(2), 133-146, 1997.
- [6] TARIQ F, NAZ N, BALOCH R A. Characterization of material properties of 2xxx series al-alloys by non destructive testing techniques. *Journal of Nondestructive Evaluation*. 31(1), 17-33, 2012.
- [7] PANDEY D, PANDEY S. *Ultrasonics: A technique of material characterization*. 2010.
- [8] PAPADAKIS E P. Absolute Accuracy of the Pulse-Echo Overlap Method and the Pulse-Superposition Method for Ultrasonic Velocity. *The Journal of the Acoustical Society of America*. 52(3B), 843-846, 1972.
- [9] BOUDA A B, BENCHAAALA A, ALEM K. Ultrasonic characterization of materials hardness. *Ultrasonics*. 38(1), 224-227, 2000.
- [10] GENERAZIO E. Ultrasonic attenuation measurements determine onset, degree, and completion of recrystallization. 1988.
- [11] JAVADI Y, AFZALI O, RAEISI M H, NAJAFABADI M A. Nondestructive evaluation of welding residual stresses in dissimilar welded pipes. *Journal of Nondestructive Evaluation*. 32(2), 177-187, 2013.
- [12] JAYAKUMAR T, MUKHOPADHYAY C. Non-destructive evaluation techniques for assessment of creep and fatigue damage in materials and components. *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 63(2-3), 301-311, 2010.

- [13] RUIZ A, ORTIZ N, CARREÓN H, RUBIO C. Utilization of ultrasonic measurements for determining the variations in microstructure of thermally degraded 2205 duplex stainless steel. *Journal of Nondestructive Evaluation*. 28(3-4), 131-139, 2009.
- [14] STELLA J, CERESO J, RODRIGUEZ E. Characterization of the sensitization degree in the AISI 304 stainless steel using spectral analysis and conventional ultrasonic techniques. *NDT & E International*. 42(4), 267-274, 2009.
- [15] SAHLAOUI H, MAKHLOUF K, SIDHOM H, PHILIBERT J. Effects of ageing conditions on the precipitates evolution, chromium depletion and intergranular corrosion susceptibility of AISI 316L: experimental and modeling results. *Materials Science and Engineering: A*. 372(1), 98-108, 2004.
- [16] ČÍHAL V, KAŠOVÁ I. Relation between carbide precipitation and intercrystalline corrosion of stainless steels. *Corrosion science*. 10(12), 875-881, 1970.
- [17] SKELTON R, HORTON C. The effect of thermal ageing and mechanical exposure on low cycle creep-fatigue strength of 316 steel at 625 C. *Materials at high temperatures*. 16(2), 87-97, 1999.
- [18] ANBURAJ J, NAZIRUDEEN S S M, NARAYANAN R, ANANDAVEL B, CHANDRASEKAR A. Ageing of forged superaustenitic stainless steel: Precipitate phases and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*. 535(99-107), 2012.
- [19] TOOZANDEHJANI M, MATORI K A, OSTOVAN F, MUSTAPHA F, ZAHARI N I, OSKOU EIAN A. On the correlation between microstructural evolution and ultrasonic properties: a review. *Journal of Materials Science*. 50(7), 2643-2665, 2015.
- [20] PADILHA A, ESCRIBA D, MATERNA-MORRIS E, RIETH M, KLIMENKOV M. Precipitation in AISI 316L (N) during creep tests at 550 and 600 C up to 10 years. *Journal of Nuclear Materials*. 362(1), 132-138, 2007.
- [21] SUUTALA N. Effect of solidification conditions on the solidification mode in austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*. 14(1), 191-197, 1983.
- [22] MARTÍNEZ M, ORDIERES J, BOTELLA J, SÁNCHEZ R, PARRA R. Influencia del tamaño del grano en las propiedades mecánicas de los aceros inoxidables austeníticos. *Revista de metalurgia*. 41(Extra), 64-68, 2005.

- [23] EL RAYES M M, EL-DANAF E A, ALMAJID A A. Ultrasonic characterization of heat-treatment effects on SAE-1040 and -4340 steels. *Journal of Materials Processing Technology*. 216(188-198, 2015.
- [24] BIRKS A S R E G J. *NONDESTRUCTIVE TESTING HANDBOOK*. 2ND ED. UNITED STATE OF AMERICA. 1991.
- [25] HELLIER C J. *Handbook of nondestructive evaluation*. 2001. 2001.
- [26] MORALES SANDOVAL D. *Diseño, fabricación e instalación de tubería en procesos industriales, empleando tecnología de punta y ensayos para asegurar la calidad de los proyectos*. 2016.
- [27] SCHMERR JR L W. *Fundamentals of ultrasonic nondestructive evaluation: a modeling approach*. 2013.
- [28] SCHMERR L, SONG J-S. *Ultrasonic nondestructive evaluation systems*. 2007.
- [29] BLITZ J, SIMPSON G. *Ultrasonic methods of non-destructive testing*. 1995.
- [30] LI X, SONG Y, NI P, WANG Z, LIU F, DU H. Grain size evaluation of structural materials in nuclear power plant using a thickness independent ultrasonic method. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. 351(16-22, 2015.
- [31] MEYENDORF N G, NAGY P B, ROKHLIN S. *Nondestructive materials characterization: with applications to aerospace materials*. 2013.
- [32] ROGERS P H, VAN BUREN A L. An exact expression for the Lommel-diffraction correction integral. *The Journal of the Acoustical Society of America*. 55(4), 724-728, 1974.
- [33] MASON W P, MCSKIMIN H. Attenuation and scattering of high frequency sound waves in metals and glasses. *The Journal of the Acoustical Society of America*. 19(3), 464-473, 1947.
- [34] STANKE F E, KINO G. A unified theory for elastic wave propagation in polycrystalline materials. *The Journal of the Acoustical Society of America*. 75(3), 665-681, 1984.
- [35] PIERCE D T, NOWAG K, MONTAGNE A, JIMÉNEZ J A, WITTIG J E, GHISLENI R. Single crystal elastic constants of high-manganese transformation- and twinning-induced plasticity steels determined by a new method utilizing nanoindentation. *Materials Science and Engineering: A*. 578(134-139, 2013.

- [36] REED-HILL R E, ABBASCHIAN R. Physical metallurgy principles. 1973.
- [37] ZOUGHI R. Microwave non-destructive testing and evaluation principles. 2012.
- [38] MCINTIRE P. Non-destructive testing handbook: Ultrasonic testing. V. 7(893), 1991.
- [39] WANG W, ROKHLIN S, LIPPOLD J, ADLER L. Relationship between ultrasonic measurements and microstructural characteristics of type 308 stainless steel welds. Mater. Eval. 47(12), 1388-1395, 1989.
- [40] STANDARD A. E112: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. West Conshocken. 1996.
- [41] ZAMBRANO J R E, PEREIRA J C. CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS PLANAS DE ACERO INOXIDABLE AUSTENITICO 316 L MEDIANTE ESPECTROSCOPIA ULTRASONICA. Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales. S1 (1)(133-146, 2009.
- [42] CHOI J S, YOON D Y. The temperature dependence of abnormal grain growth and grain boundary faceting in 316L stainless steel. ISIJ international. 41(5), 478-483, 2001.
- [43] NORSTRÖM L-Å. The influence of nitrogen and grain size on yield strength in type AISI 316L austenitic stainless steel. Metal Science. 11(6), 208-212, 1977.
- [44] MAN J, OBRTLİK K, POLÁK J. Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM. Materials Science and Engineering: A. 351(1), 123-132, 2003.
- [45] P P. Ultrasonic velocity measurements for estimation of grain size in austenitic stainless steel. Elsevier Science Ltd. 28(179-185), 1995.
- [46] VIJAYALAKSHMI K, MUTHUPANDI V, JAYACHITRA R. Influence of heat treatment on the microstructure, ultrasonic attenuation and hardness of SAF 2205 duplex stainless steel. Materials Science and Engineering: A. 529(447-451), 2011.
- [47] KUMAR A, LAHA K, JAYAKUMAR T, RAO K B S, RAJ B. Comprehensive microstructural characterization in modified 9Cr-1Mo ferritic steel by ultrasonic measurements. Metallurgical and Materials Transactions A. 33(6), 1617-1626, 2002.
- [48] VARY A. Ultrasonic measurement of material properties. 1980.