



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLAS DE HIDALGO**



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

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

**CARACTERIZACIÓN NO-DESTRUCTIVA DE UNA UNIÓN SOLDADA DE ACERO
MICROALEADO API X60 Y X65 CON ENVEJECIMIENTO ARTIFICIAL**

**TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN METALURGIA Y
CIENCIAS DE LOS MATERIALES PRESENTA:**

GERARDO RODRIGO IBARRA MAYA

DIRECTOR DE TESIS

DR. HÉCTOR GUILLERMO CARREÓN GARCIDUEÑAS

Febrero 2018

Agradecimientos

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

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

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

A mi mesa se sinodales por la paciencia y apoyo brindados.

Dedicatoria

Para mi madre y mis hermanas.

INDICE

INDICE DE FIGURAS.....	vi
Capítulo 1 Introducción.....	1
1.2 Hipótesis	3
1.3 Justificación.	4
1.4. Objetivo general.	5
1.5 Objetivos particulares.....	5
Capítulo 2 Marco teórico.....	7
2.1. Aceros micro-aleados para tubería API 5L.	7
2.3 Precipitación de los carburos y nitruros	10
2.3.3 Precipitación en ferrita	11
2.3.4 Endurecimiento por dispersión de Ashby–Orowan	12
2.3.5 Engrosamiento de los carburos y nitruros por maduración Ostwald	13
2.5 Envejecimiento en los aceros de bajo carbono.	16
2.5.1 Envejecimiento en la soldadura	17
2.5.2 Precipitación por envejecimiento.....	18
2.5.2.1 Precipitación continua o general.....	19
2.5.2.2 Precipitación discontinua o nodular o celular.	20
2.5.2.3 Precipitación localizada	20
2.5.4. Parámetro de Hollomon-Jaffe.....	21
2.6 Ensayos no destructivos	22
2.7 Ultrasonido.....	22
2.7.1 Modos o tipos de ondas	23
2.7.2 Atenuación ultrasónica.	25
2.7.3 Velocidad ultrasónica.....	28

2.7.3.1: Corrección de difracción para velocidad	28
2.7.4 Impedancia acústica.....	31
2.8 Corrientes de Foucault.....	31
2.8.1 Campo magnético.....	33
2.8.2 Flujo magnético.....	34
2.8.3 Intensidad de Campo	35
2.8.4 Conductividad eléctrica.....	35
2.8.5 Permeabilidad magnética.....	36
2.8.6 Efecto de separación (lift-off).....	38
2.8.7 Efecto de borde.....	39
2.9 Estado del arte	40
Capítulo 3 Desarrollo experimental.....	46
3.1 Material.....	46
3.2. Envejecimiento artificial.....	47
3.3. Ultrasonido.....	49
3.3.1 Velocidad longitudinal	50
3.3.1.1 Corrección de difracción para la velocidad	50
3.3.2. Atenuación ultrasónica	51
3.3.3. Velocidad de corte	51
3.4 Corrientes de Eddy.....	51
3.5. Análisis Microestructural	52
3.6 Microscopia.....	53
3.6.1. Microscopia óptica	53
3.6.2 Microscopia electrónica de barrido	53
3.6.4 Réplicas de carbono	54
3.6.5 Microscopia electrónica de transmisión	55
Capítulo 4 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.	57

4.1. Microscopía óptica	57
4.2. Velocidad ultrasónica.....	59
4.3. Atenuación ultrasónica	63
4.5 Corrientes de Eddy.....	65
4.6 Microdureza.....	66
4.7 Microscopía electrónica de barrido	71
4.8 Microscopio electrónico de transmisión.....	77
4.9 Correlación de velocidad ultrasónica y dureza.	81
4.10 Conclusiones	82

INDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Incremento de la resistencia a la cedencia por fracciones de volumen de partículas de diferentes tamaños [2].	13
Figura 2.2. Esquema del proceso de soldadura por arco sumergido [15].	15
Figura 2.3 Parámetros de la onda ultrasónica [22].	23
Figura 2.4 a) Ondas longitudinales, b) ondas de corte [22].	24
Figura 2.5 Técnicas de inspección [23].	25
Figura 2.6 Diferencia de fase de difracción versus distancia normalizada con anisotropía como parámetro.	30
Figura 2.7. Generación del campo de corrientes de Foucault [27].	32
Figura 2.8 Corrientes de Foucault [27].	32
Figura 2.9. Campo magnético a) de un imán, b) campo magnético en un alambre por el cual circula una corriente [28].	33
Figura 2.10. Flujo magnético [28].	34
Figura 2.11. Efecto de separación [28].	38
Figura 2.12. Colocación de bobinas [28].	39
Figura 3.1 Diagrama de desarrollo experimental.	46
Figura 3.2 Microdurómetro para dureza Vickers.	49
Figura 3.3 Equipos para el estudio de ultrasonido.	49
Figura 3.4 Equipo Nortec® 500 Serie D	52
Figura 3.5 Microscopio Óptico de Banco EPIPHOT 300.	53
Figura 3.6 Microscopio electrónico de barrido	54
Figura 3.7 Metalizadora 108 Carbon/A	54
Figura 3.8 Microscopio electrónico de transmisión.	55
Figura 4.1 Diferentes zonas de la soldadura de ambos materiales	57
Figura 4.2 Microestructuras de la soldadura del acero X-60 sin envejecido.	58
Figura 4.3 Microestructuras de la soldadura del acero X-65	59
Figura 4.4: Velocidades ultrasónicas longitudinales sin corrección por difracción en las diferentes zonas de la soldadura para diferentes tiempos de envejecido en la tubería de acero API 5L X60	60
Figura 4.5 Velocidades ultrasónicas longitudinales con corrección por difracción en las diferentes zonas de la soldadura para diferentes tiempos de envejecido en la tubería de acero API 5L X-60.	61
Figura 4.6: Velocidades ultrasónicas longitudinales en las diferentes zonas de la soldadura para diferentes tiempos de envejecido en la tubería de acero API 5L X-65.	62
Figura 4.7: Atenuación ultrasónica en cada una de las diferentes zonas de la soldadura para diferentes tiempos de envejecido en cada tubería de acero.	64
Figura 4.8 Conductividad eléctrica del acero API 5L X-60 según su tiempo de envejecido concuerda la tendencia.	65
Figura 4.9 Conductividad eléctrica del acero API 5L X-65 según su tiempo de envejecido concuerda la tendencia.	66
Figura 4.10 Variación de la dureza Vickers promedio con el tiempo de la unión soldada envejecida a 300°C para, a) API 5L X-60 y b) API 5L X-65.	67
Figura 4.11 Medición de dureza en MB con tratamiento a 0, 5 y 45 horas de acero API X-60	68
Figura 4.12 Medición de dureza en ZAT con tratamiento a 0, 5 y 45 horas de acero API X-60.	69
Figura 4.13 Medición de dureza en CS con tratamiento a 0, 5 y 45 horas de acero API X-60.	69
Figura 4.14 Medición de dureza en MB con tratamiento a 0, 5 y 45 horas de acero API X-65	70

Figura 4.15 Medición de dureza en ZAT con tratamiento a 0, 5 y 45 horas de acero API X-65..	70
Figura 4.16 Medición de dureza en CS con tratamiento a 0, 5 y 45 horas de acero API X-65.....	71
Figura 4.17 Microestructuras del acero X-60 del material base; a) 3 h, b) 18 h	72
Figura 4.18 Microestructuras del acero X-65 del cordón;.....	73
Figura 4.19 Análisis puntual al acero X-60 con tratamiento térmico de envejecido	74
Figura 4.20 Réplicas de carbón del cordón de soldadura de acero API X-60 sin tratamiento de envejecido.....	74
Figura 4.21 Análisis puntual a precipitados en Réplicas de carbón del cordón de soldadura de acero API X-60 sin tratamiento de envejecido.	75
Figura 4.22 Réplicas de carbón del cordón de soldadura de acero API X-60 con tratamiento térmico de envejecido de 5 horas.	75
Figura 4.23 Análisis puntual a precipitados en réplicas de carbón del cordón de soldadura de acero API X-60 con tratamiento térmico de envejecido de 5 horas.	76
Figura 4.24 Réplicas de carbón del cordón de soldadura de acero API X-60 con tratamiento térmico de envejecido de 18 horas.	77
Figura 4.25 Replica de carbono de acero API 5L X60 del cordón de soldadura sin tratamiento térmico con precipitados con tamaño de 70 a 100 nm rica en Ti.	78
Figura 4.26 Replica de carbono aplicada al cordón de soldadura de un acero X-60 con tratamiento de envejecido de 5 horas Inclusiones no metálicas con composición de óxido conteniendo Mn, Si, Al y Ti.	79
Figura 4.27 Replica de carbono aplicada al cordón de soldadura de un acero X-60 con un tratamiento térmico de envejecido de 18h.....	80
Figura 4.28 Replica de carbono aplicada al cordón de soldadura de un acero X-60 con tratamiento térmico de envejecido de 30 h.....	81
Figura 4.29 Grafica de correlación entre la dureza y la velocidad ultrasónica acero API 5L X-60	82
Figura 4.30 Correlación entre dureza y velocidad ultrasónica acero API 5L X-65	83

INDICE DE TABLAS.

Tabla 2.1 Experimentos en posiciones de pico con transductores longitudinales circulares [25].	30
Tabla 2.2. Conductividad eléctrica de algunos metales en siemens por metro y en porcentaje IACS.	36
Tabla 2.3 Valores de la permeabilidad magnética relativa de diferentes materiales.....	37
Tabla 3.1: Composición química de los aceros X-60 y X-65(% en peso).....	47
Tabla 3.2 Equivalencia de envejecido natural y artificial.	48
Tabla 4.1 Valores de varianza estadística en mediciones de velocidad de X-60	63
Tabla 4.2 Valores de varianza estadística en mediciones de velocidad de X-65	63

Resumen

Se estudió el efecto del envejecimiento artificial en dos uniones soldadas de aceros micro-aleados API 5L grados X-60 y X-65. Estas se caracterizaron con técnicas no destructivas tales como: ultrasonido convencional y corrientes de Foucault (Eddy). Con la finalidad de acelerar el envejecido natural de las uniones soldadas, se realizaron tratamientos de envejecimiento isotérmico a una temperatura de 300 °C en ambas uniones soldadas; por tiempos que van de 3 hasta 30 en el acero grado X-60 y por tiempos que van de 3 hasta de 45 horas en el acero grado X-65.

La caracterización no destructiva por medio de ultrasónico fue realizada a cada una de las probetas en las tres zonas representativas de la unión soldada, el material base, la zona afectada por el calor y el cordón de soldadura para obtener las variaciones que el envejecido causa en el acero. Donde las mediciones por contacto mostraron mayor sensibilidad al envejecimiento y a los cambios microestructurales que las corrientes Foucault (Eddy).

Se realizó la caracterización microestructural por microscopía electrónica de transmisión y de barrido usando réplicas de carbón de cada tiempo de envejecido y de cada una de las tres zonas en la unión soldada para observar los precipitados formados y su evolución para posteriormente compararla con los resultados de ultrasonido, se obtuvo la relación y un modelo el cual permite conocer el tiempo aproximado que lleva en uso la tubería en campo.

Palabras clave: ensayos no destructivos, ultrasonido, caracterización, acero microaleado corrientes de Eddy.

ABSTRACT

The effect of artificial aging on two welded joints of micro-alloyed steels of the type API 5L grades X-60 and X-65 was studied. The characterization was carried out with nondestructive techniques such as: conventional ultrasound and Eddy currents (Eddy). In order to accelerate the natural aging of the welded joints, isothermal aging treatments were performed at a temperature of 300 °C with times ranging from 3 to 30 hours in the X-60 grade and from 3 to 45 h in the X-65 grade.

The nondestructive characterization by means of ultrasound was carried out in three representative zones of each welded joint, namely: base material, heat affected Zone and weld bead to obtain the variations that the aging causes in the steel. Where contact measurements showed greater sensitivity to aging and to microstructural changes than Foucault (Eddy) currents.

The microstructural characterization was carried out by electron microscopy of transmission electron microscopy using carbon replicas of each aging time and of each of the three zones of interest in the welded joint to observe the formed precipitates as well as their evolution in order to compare to the results of the NDE techniques a relationship and a model which allows to know the approximate time it takes to use the pipe in the field.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCION

Capítulo 1 Introducción

En México, la tubería de acero API 5L se utiliza ampliamente en la industria petrolera para el transporte de los hidrocarburos. Aproximadamente una red de 50,000 km de ductos terrestres y 2,000 km de ductos marinos se ha instalado para el transporte de los hidrocarburos líquidos y gaseosos tales como: gas natural, gasolina, diésel, varios productos refinados y petróleo crudo que es el fluido con el mayor volumen transportado en esta industria [1].

La instalación de varios ductos se realizó en la década de los años 70 por lo que la tubería API 5L envejecida naturalmente, en el rango de temperatura entre 25 a 70°C durante varios años de servicio, está llegando al final de su vida útil estimada entre 25 y 30 años favoreciendo la probabilidad de falla en campo. Por tal motivo, la Gerencia de Transporte y Distribución de Hidrocarburos de PEMEX Exploración y Producción Región Sur (GTDH-PEP-RS) está encargada del mantenimiento de 1,280 km de redes operativas de válvulas y bombeo y 2,640 km de líneas de tuberías API 5L que transportan 1.8 millones de barriles diarios de aceite, 2,300 millones de pies cúbicos de gas natural y 86,000 barriles diarios de amargos condensados [1].

Esto representa una parte del transporte terrestre nacional de los hidrocarburos naturales enfocado en la región sureste de la República Mexicana en los estados de Veracruz, Campeche, Tabasco y Chiapas donde existe una extensa red de tuberías con los pozos más importantes en Ciudad PEMEX, la Venta, Cactus y otros [1].

En 1993, la GTDH empezó un programa de inspección al 100% de 2,521 km de tuberías API 5L, mediante el uso de vehículos instrumentados de inspección interna tipo ultrasonido para los hidrocarburos líquidos y flujo magnético para los hidrocarburos, obteniéndose una serie de indicaciones relacionadas con los defectos internos presentes en las tuberías. Este programa aporta información para realizar el análisis de integridad determinando por medio de algoritmos de cálculo, la resistencia residual de la tubería. Estos algoritmos requieren información tal como los valores de las propiedades mecánicas en tensión, dimensiones de la tubería y factores de mecánica de fractura. Entre más reales sean estas propiedades modificadas por los fenómenos metalúrgicos tal como el envejecimiento natural o artificial, más exacto será la evaluación de la severidad de las indicaciones presentes en las tuberías [1].

La tubería API 5L trabajada en frío está fabricada de acero microaleado con Nb, Ti y V, obtenido mediante el proceso de laminado controlado termomecánicamente (TMCP) para controlar el refinamiento de grano y endurecimiento por precipitación durante el laminado, enfriamiento y

enrollado de la placa de acero [2,4]. Esta tubería presenta una unión soldada con dos pasos de soldadura longitudinal formada por la soldadura, zona afectada por el calor (CS) y metal base, obtenida mediante el proceso de soldadura por arco sumergido (SAW). Las propiedades de la tubería API 5L se afectan por las interacciones químicas con el medio ambiente que la rodea o por los hidrocarburos que transporta, resultando un proceso electroquímico de corrosión en medios conteniendo H_2S y CO_2 que produce la degradación de la resistencia a la corrosión a través de los años de servicio [5, 6].

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

En los aceros al carbono se reportó que el envejecimiento natural se puede acelerar con la temperatura, resultando un envejecimiento artificial inducido por el tratamiento térmico en el rango desde 100 a 350°C [7, 8]. Adicionalmente, la mayoría de la tubería API 5L utilizada por la GTHD para el transporte de los hidrocarburos está fabricada con acero de baja resistencia susceptible al envejecimiento artificial a 250°C como lo reporta Homma y Morales [9,10] y actualmente esta tubería tiene una vida en servicio mayor a los veinte años.

1.2 Hipótesis

Establecer una relación entre parámetros ultrasónicos como la velocidad que depende de las propiedades elásticas del material y la atenuación que depende de la microestructura con los cambios que la unión soldada de aceros microaleados X-60 y X65 sufren durante el envejecido. Entender las causas y efectos del fenómeno del envejecimiento natural presente en la unión soldada de tubería API 5L comercial, entender la degradación de la microestructura, los cambios en las propiedades mecánicas, determinar su posible estado metalúrgico a través de la vida en servicio. Estos resultados servirán para el análisis de integridad de ductos proporcionando valores reales de las propiedades mecánicas para conocer la vida útil de servicio cuantificando el porcentaje de precipitados formados por el tratamiento térmico aplicado de igual manera se realizarán estudios con corrientes de Eddy para comparar los resultados.

1.3 Justificación.

Con este estudio se pretende prevenir catástrofes ecológicas producidas por el derramamiento de hidrocarburos al medio ambiente y poder proporcionar una herramienta de campo para inspeccionar el estado de la tubería sin destruirla estableciendo un modelo matemático para conocer un aproximado del tiempo de uso que lleva la tubería y prevenir fallas de esta correlacionando la evolución que tiene la dureza como consecuencia del envejecimiento con las propiedades intrínsecas medibles con las técnicas no destructiva.

1.4. Objetivo general.

Estudiar el comportamiento ultrasónico, la microestructura de la unión soldada de la tubería nueva de acero API X-60 y API X-65 envejecida a 300°C a diferentes horas, con la finalidad de simular el proceso del envejecimiento natural presente en la tubería API 5L.

1.5 Objetivos particulares

1. Realizar el tratamiento térmico de envejecido a diferentes tiempos y temperaturas con el fin de simular el envejecimiento natural.
2. Conocer el cambio en velocidad ultrasónica por medio de la técnica de contacto de los diferentes tipos de muestras envejecidas artificialmente dentro de las tres zonas representativas de la soldadura.
3. Aplicar el método de corrección por difracción en las mediciones de velocidad ultrasónica a diferentes frecuencias para comparar con las mediciones anteriores.
4. Conocer el cambio en conductividad eléctrica por medio de la técnica de corrientes Eddy de los diferentes tipos de muestras envejecidas artificialmente dentro de las tres zonas representativas de la soldadura.
5. Caracterizar por medio de Microscopia electrónica de barrido (MEB) los precipitados resultantes del envejecimiento artificial aplicado a las muestras.
6. Caracterizar por medio de Microscopia electrónica de transmisión (MET) los precipitados resultantes del envejecimiento artificial aplicado a las muestras.

CAPÍTULO 2

MARCO TEORICO

Capítulo 2 Marco teórico

2.1. Aceros micro-aleados para tubería API 5L.

Los aceros micro-aleados desarrollados desde 1950, contienen bajo contenido de carbono (<0.10% peso C) y combinaciones de adiciones pequeñas de elementos microaleantes como el Nb, V, Ti, Al y B resultando un contenido de aleación total entre 2 y 3% en peso. Esta composición química produce una resistencia a la cedencia con niveles de 450 MPa sin incrementar el contenido de C y Mn, microestructura de perlita y ferrita acicular con tamaño de grano fino, refinamiento de grano austenítico y dispersión de partículas de carburos y nitruros finos y estables que resulta en un endurecimiento por precipitación.

La tecnología desarrollada para los aceros microaleados involucra el proceso de laminado en caliente controlado termomecánicamente (TMCP) con mecanismo de precipitación de partículas en función de los productos de solubilidad de carburos y nitruros de los elementos microaleantes en acero líquido, austenita y ferrita.

Los requerimientos de las propiedades mecánicas en los aceros microaleados, tales como la alta resistencia a la cedencia, a la tensión, soldabilidad mejorada para obtener soldaduras libres de grietas, tenacidad suficiente para restringir la propagación frágil de las grietas a través del espesor de pared del tubo, reducción del agrietamiento en frío y resistencia a la corrosión mejorada, pueden resultar de la combinación de un proceso de laminado TMCP, bajo contenido de C, adición controlada de los elementos microaleantes, desulfurización por tratamiento con calcio, control de la forma de las inclusiones no metálicas y carbono equivalente bajo (C_{eq}) calculado mediante la ecuación 1. El C_{eq} es un parámetro importante para el control de las propiedades mecánicas.

$$C_{eq}=C+Mn/6+\left[\frac{(Cu+Ni)}{15}\right] \quad (1)$$

Estos aceros microaleados son fabricados mediante el proceso de colada continua con una velocidad de enfriamiento rápida y precipitación de fases finas durante el ciclo de enfriamiento, posteriormente sigue el proceso de laminado TMCP. Con el avance de la tecnología de laminación se han incorporado mejoras tales como el control termomecánico, sistema de enfriamiento acelerado en línea, control de la temperatura de transformación y enrollado en caliente. Esto ha permitido un control del comportamiento en la precipitación durante el laminado, control y refinamiento de tamaño de grano austenítico.

El proceso de laminación multietapas inicia con la operación de recalentamiento del acero entre 1250°C a 1320°C con el propósito de reducir su resistencia mecánica, generar una reserva suficiente de calor asegurando que la pérdida de éste durante el proceso no cause cargas de deformación excesivas, disminuir las cargas de trabajo en caliente en los molinos de laminación, austenización completa y disolver la mayoría de las adiciones de microaleantes con la excepción del Ti retenido en forma de partículas finas de nitruro de Ti (TiN) [11].

Durante los pasos de laminación en caliente en el molino grueso, una gran cantidad de deformación plástica constante es aplicada a la barra de acero reduciendo el espesor de 200 hasta 40 mm. El acero es continuamente deformado y recristalizado, donde el TiN inhibe el crecimiento en tamaños anormales de grano austenítico mediante el anclaje de los límites de grano, mientras que el Nb ayuda a refinar el grano produciendo un tamaño de grano austenítico fino.

Adiciones pequeñas de Nb, V y Ti son efectivas para retardar la velocidad de recristalización de austenita. A temperaturas más bajas de acabado, la precipitación inducida por deformación de carbo-nitruros de Nb y Ti tienen el efecto de anclar los límites de grano austenítico, y la estructura resultante es austenítica de granos elongados a lo largo de la dirección de laminado.

En la etapa final de laminado en el rango entre 700 a 900°C, la barra de acero es reducida al espesor final en cinco o más pasos de laminación. Más del 50% de la reducción de la barra debe ser impartida en este molino para obtener una buena tenacidad a la fractura del acero. La nucleación de los granos ferríticos ocurre en los límites de grano austenítico, así como también sobre las bandas de deformación a lo largo de los granos.

La precipitación en interfase austenita /ferrita (γ / α) puede acompañar a la transformación de austenita-ferrita, con carbo-nitruros de Nb con nucleación periódica en la frontera de fase durante el crecimiento de ferrita. La fuerza impulsora para la precipitación es la disminución en la solubilidad en la frontera γ / α . El tamaño de las partículas depende de la temperatura de transformación, típicamente es del orden de 20 nm. La deformación puede continuar después de que la austenita se ha transformado a ferrita, lo cual conlleva el desarrollo de redes extensas de dislocaciones y bandas de deformación.

Después del último paso de laminación de acabado, la placa de acero es sometida inmediatamente a un enfriamiento por agua rociada que reduce el enfriamiento diferencial y la distorsión. Una mejora al proceso de enfriamiento desarrollada por los japoneses en 1980, consiste en enfriar aceleradamente a una temperatura por debajo de 600°C, con velocidad de enfriamiento de 15°C/s

para un espesor de 15 mm, resultando un refinamiento de la microestructura y mejora en las propiedades mecánicas.

Finalmente, un enfriamiento lento por debajo de 600°C durante el enrollado de la placa de acero, permite la precipitación de una dispersión fina de precipitados de carbo-nitruros de Nb extremadamente pequeños < 5 nm en tamaño, con nucleación heterogénea sobre las redes de dislocaciones en los granos ferríticos. Estas partículas imparten una resistencia adicional a la microestructura final a través del endurecimiento por precipitación [11].

Los precipitados identificados a través de la microestructura de los aceros microaleados producidos mediante el proceso de laminado TMCP pueden ser clasificados en cinco grupos, basados en el tamaño, forma y composición de las partículas precipitadas, como lo establece Sharma, Collins y Chávez [11, 12]:

- 1) Partículas de nitruro de Ti (TiN) con pequeñas cantidades de Nb, morfología cúbica, tamaño muy grande entre 2 a 10 μm , estructura cristalina cúbica f.c.c. (tipo NaCl) y nucleación sobre las inclusiones esféricas de oxido/sulfuro durante la solidificación dentro del líquido interdendritico. Estas partículas permanecen sin disolverse durante el recalentamiento subsecuente a 1250°C de laminado.
- 2) Partículas de TiN con pequeñas cantidades de Nb, morfología cúbica, tamaño grande entre 0.1 a 1.0 μm , estructura tipo f.c.c., precipitación durante el enfriamiento a través del rango austenítico y permanecen sin disolverse durante el recalentamiento subsecuente. Los límites de grano austenítico actúan como sitios de nucleación heterogénea para el TiN que ayuda a restringir el crecimiento de grano austenítico durante el recalentamiento.
- 3) Carbo-nitruros de Nb con pequeñas cantidades de Ti, morfología redondeada, tamaño mediano entre 30 a 50 nm y estructura f.c.c. Estos precipitados se presentan a través de los granos ferríticos mediante el mecanismo de precipitación inducida por deformación y anclan los límites de grano austenítico. Cuando la placa es deformada en el rango entre 800 a 1000°C, un número grande de dislocaciones y bandas de deformación son creadas a lo largo de la microestructura, actuando como sitios heterogéneos para la nucleación de estos precipitados.
- 4) Precipitados de carbo-nitruros o carburos de Nb con morfología redondeada, tamaño fino <20 nm y estructura f.c.c. La precipitación ocurre durante la transformación austenita-ferrita y puede ser atribuida a la caída en solubilidad a través de esta interface.

- 5) Precipitados dispersos, muy finos con tamaño < 5 nm y formación durante el enrollado de la placa de acero a temperatura menor a 600°C . A esta temperatura todo el Ti ha sido agotado y las partículas de Nb precipitan con C y N sobre las dislocaciones y límites de grano. Estos precipitados con dispersión fina contribuyen al endurecimiento por precipitación de la microestructura final.

2.3 Precipitación de los carburos y nitruros

La precipitación de carburos y nitruros puede ocurrir en la fase austenita, transformación austenita-ferrita ($\gamma \rightarrow \alpha$) con precipitación en interface y ferrita transformada, dependiendo de los tratamientos termomecánicos y composición que afectan las características de la transformación del acero. [2]

La precipitación en la austenita es lenta, sin embargo puede ser mejorada por la aplicación de ciclos de deformación en caliente. La precipitación en la interface es refinada con temperaturas de transformación bajas resultando los espaciamientos más pequeños entre las partículas pequeñas a lo largo y entre filas de partículas. La precipitación desde ferrita sobresaturada producida por un enfriamiento acelerado, resulta en una reacción de endurecimiento por envejecimiento, mientras que los tratamientos térmicos por tiempos largos o temperaturas altas produce una reacción de sobre envejecimiento. [2]

En los aceros al carbono, el proceso de disolución de los carburos y nitruros en altas temperaturas, seguido de un enfriamiento acelerado y exposición a un tratamiento térmico del envejecimiento en el rango de temperaturas de ferrita, promueve la precipitación de las partículas de carburos y nitruros muy finos entre 3 a 5 nm en diámetro, las cuales son responsables del endurecimiento por dispersión. La extensión de la precipitación y tamaño de las partículas depende del tiempo de exposición a temperaturas por debajo de la transformación austenita-ferrita.

La disolución de cementita en ferrita a temperaturas elevadas en el rango sub-eutectoide seguido por un temple a temperatura cercana a la ambiente, resulta en una solución sólida sobresaturada de carbono en α . Un tratamiento del envejecimiento subsecuente resulta en la precipitación de partículas de carburos y nitruros. El tamaño de la partícula y extensión de la precipitación esta controlada por el tiempo y temperatura del envejecimiento. Un endurecimiento significativo puede ser producido por este tratamiento.

La disolución de los carburos y nitruros de microaleantes en altas temperaturas de fase γ ofrece tres opciones para el subsecuente proceso de reprecipitación a temperaturas bajas:

- 1) Precipitación en γ seguida a una reducción en temperatura, durante un enfriamiento isotérmico con un tratamiento de permanencia en el rango de temperatura de γ .
- 2) Precipitación durante el proceso de descomposición de $\gamma \rightarrow \alpha$, donde la solubilidad disminuye discontinuamente en la interfase γ - α .
- 3) Precipitación seguida al recalentamiento y enfriamiento rápido a través de la austenita.

El proceso de re precipitación es importante ya que influye en el tamaño de las partículas finas de carburos y nitruros de microaleantes, que son responsables del endurecimiento por dispersión. El tamaño y fracción volumétrica de estas partículas son importantes para controlar el tamaño de grano, incrementar el endurecimiento por dispersión y contribuir a la mayor resistencia a la cedencia. [2]

2.3.3 Precipitación en ferrita

Las velocidades de enfriamiento rápidas aplicadas en los aceros de bajo C pueden suprimir la reacción de precipitación en interfase o cualquier precipitación de carburos y nitruros de microaleantes, manteniendo una microestructura ferrítica. Con recalentamiento en el rango de temperaturas de ferrita (envejecimiento), tales aceros muestran los efectos de una reacción del endurecimiento por precipitación con partículas de carburos y nitruros formadas sobre las dislocaciones.

Este proceso de precipitación en los aceros ferríticos puede ser expresado en términos del parámetro de Larson-Miller [13] definido por la ecuación 2, describiendo los cambios en las propiedades mecánicas resultantes del envejecimiento a diferentes temperaturas y tiempos.

$$P = T(20 + \log_{10} t) \quad (2)$$

Dónde, P = parámetro de Larson-Miller, T = temperatura de envejecido en Kelvin (K), t = tiempo de envejecido en horas (h)

Un endurecimiento por precipitación debido a las partículas de carburos y nitruros de microaleantes se observó en los aceros con V, Ti y Nb laminados en caliente y sometidos al tratamiento del envejecimiento. Tales aceros laminados presentaron una considerable cantidad de precipitación en la interfase. El acero con Ti presentó un incremento del 6% en la resistencia a la cedencia con el máximo endurecimiento [2].

2.3.4 Endurecimiento por dispersión de Ashby–Orowan

Los diferentes mecanismos para incrementar la resistencia a la cedencia por cambios en la microestructura incluyen: refinamiento de grano, solución sólida (C, Mn y Ni), endurecimiento por precipitación y deformación. En los sistemas que muestran precipitación desde solución sólida, un importante mecanismo que contribuye al incremento en la resistencia es el endurecimiento por dispersión descrito por Orowan [2]. El caso anterior aplica en los aceros microaleados con precipitados muy finos formados en la transformación austenita-ferrita (precipitación en interfase) resultando una fracción volumétrica baja de carburos y nitruros microaleados duros.

El modelo básico de anillos de dislocación entre las partículas fue desarrollado por Orowan, donde una dislocación interacciona con partículas de segunda fase no deformables, duras y muy finas. La liberación de la dislocación a mayores esfuerzos puede ocurrir por medio de la formación de anillos de Orowan entre partículas o deslizamiento cruzado.

Si la dislocación se mueve bajo un esfuerzo de corte aplicado en un sistema endurecido por dispersión, tal como la ferrita b.c.c. con una dispersión fina de carburos de Nb, el movimiento de la dislocación se minimiza cuando se reúne con un arreglo regular de partículas no deformables a lo largo de su longitud en el plano de deslizamiento. Un balance de fuerzas puede ser establecido conforme la dislocación empieza a curvarse entre las partículas, resultando la ecuación 4 de Orowan [2], que representa el esfuerzo requerido para formar un anillo de dislocación entre las partículas generando el efecto del endurecimiento por dispersión de partículas finas.

$$\sigma_o = \frac{\sigma_m + 6Gb(3f / 2\pi)^{1/2}}{x} \quad (3)$$

Dónde: σ_o = esfuerzo requerido para formar un anillo entre las partículas

σ_m = esfuerzo a la cedencia en la ausencia de dispersión de partículas

G = módulo de corte (GPa)

b = vector de Burgers

f = fracción volumétrica de partículas (mm^3)

x = diámetro verdadero de partícula (mm)

Posteriormente, Ashby consideró este mecanismo de interacción de dislocaciones con un arreglo aleatorio de partículas dando como resultado la ecuación 5 de Ashby-Orowan [2], que representa el incremento en el esfuerzo a la cedencia debido a la fracción volumen y tamaño de partículas.

$$\Delta\sigma_o = \left(\frac{10.8f^{1/2}}{x}\right) \left(\ln\left(\frac{x}{6.125} \times 10^{-4}\right)\right) \quad (4)$$

Dónde: $\Delta\sigma_o$ = incremento en esfuerzo a la cedencia (MPa)

La ecuación 4 indica un incremento mayor en la resistencia a la cedencia, debido al espacio mínimo de un arreglo regular de partículas, que es comparado con el espacio efectivo del arreglo aleatorio de partículas en la ecuación 5. Los valores de $\Delta\sigma_o$ calculados para varios tamaños de partícula como una función de su fracción volumen son mostrados en la Figura (2.1).

Se observó que el incremento en el esfuerzo a la cedencia es proporcional a la fracción volumetrica e inversamente proporcional al tamaño de partículas en el rango entre 5 a 50 nm. Por lo tanto, el refinamiento en tamaño de partículas produce un incremento significativo en la resistencia a la cedencia, mientras que la contribución de endurecimiento de los carburos o nitruros disminuye con el incremento en tamaño de partículas. Para un acero microaleado con Nb con una fracción volumen de 0.0003 a 0.0004 resulta en un incremento en resistencia a la cedencia de 100 MPa, cuando el tamaño de las partículas es de 3 a 5 nm [2].

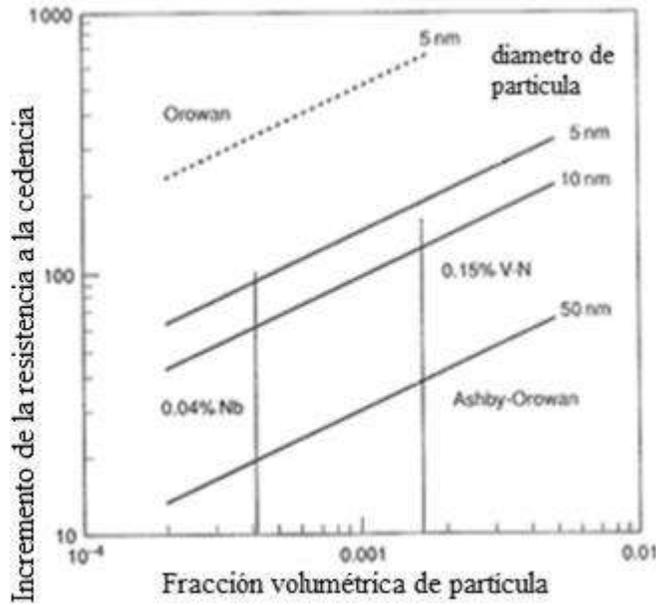


Figura 2.1 Incremento de la resistencia a la cedencia por fracciones de volumen de partículas de diferentes tamaños [2].

2.3.5 Engrosamiento de los carburos y nitruros por maduración Ostwald

En los aceros microaleados, un fenómeno importante que afecta el tamaño de partícula es la maduración Ostwald relacionada al incremento en tamaño de las mismas, resultando una pérdida significativa de sus características y consecuencias desastrosas para el control de tamaño de grano.

Esta maduración establece que las partículas de segunda fase no disueltas, dispersas y separadas por un espesor determinado a través de la matriz, pueden presentar engrosamiento por su permanencia a temperaturas en el rango de temperaturas de ferrita. Una definición del proceso puede ser dada como un crecimiento selectivo de algunas partículas de segunda fase, usualmente las partículas más largas crecen a expensas de otras partículas más pequeñas de la misma fase, las cuales decrecen en tamaño hasta desaparecer completamente [14].

Una partícula pequeña dará un nivel alto de soluto en la matriz cercana a su superficie mientras una partícula más larga dará un nivel más bajo de soluto. Por lo tanto, la difusión del soluto ocurrirá desde regiones de concentración alta cerca de las partículas pequeñas, y hacia las regiones de baja concentración cerca de las partículas largas.

Para los aceros microaleados con fracción volumétrica pequeña (f) de las partículas de carburos y nitruros de microaleados ($f < 0.001$), el proceso de maduración está controlado por la difusión considerando que el espaciado interarticular es largo con respecto al tamaño de partícula.

El engrosamiento de Fe_3C en estructuras ferríticas, obedece al proceso de maduración controlado por la difusión. Un cambio de volumen (expansión) acompaña a la precipitación local de Fe_3C , por lo que se requiere la difusión de vacancias para acomodar el cambio de volumen. Esto muestra una característica importante del proceso de maduración, que no solo el soluto puede difundir para que ocurra el engrosamiento de las partículas, particularmente cuando el proceso de precipitación-disolución involucra cambios de volumen significativos.

2.4 Proceso de soldadura por arco sumergido

Durante el proceso de fabricación de una parte de la tubería de acero API 5L, empleada para el transporte primario del crudo y gas natural en la industria petrolera, se realiza una unión soldada longitudinal de doble paso producida mediante el proceso de soldadura por arco sumergido por sus siglas en inglés (SAW), como se muestra en la Figura (2.2).

La característica principal de la soldadura por arco sumergido es el fundente granular, el cual desempeña un papel importante durante el proceso de soldadura, debido a que controla la estabilidad del arco, propiedades mecánicas y químicas del depósito de soldadura final, y la calidad de la soldadura puede ser afectada por la forma como se emplea el fundente.

El arco y soldadura fundida están sumergidos en la capa de flujo, el cual protege el área de la soldadura de la contaminación, concentra el calor en la unión, favorece las velocidades altas y

calidad del depósito. Conforme el electrodo avanza a lo largo de la unión, el flujo previene la radiación del arco, chispas, salpicaduras y escape de gases tóxicos, mientras que el flujo fundido más ligero se desprende de la soldadura formando una escoria protectora para reducir la rapidez de enfriamiento, desoxidar, limpiar, refinar, aislar y ayudar a dar forma al contorno de la nueva soldadura depositada.

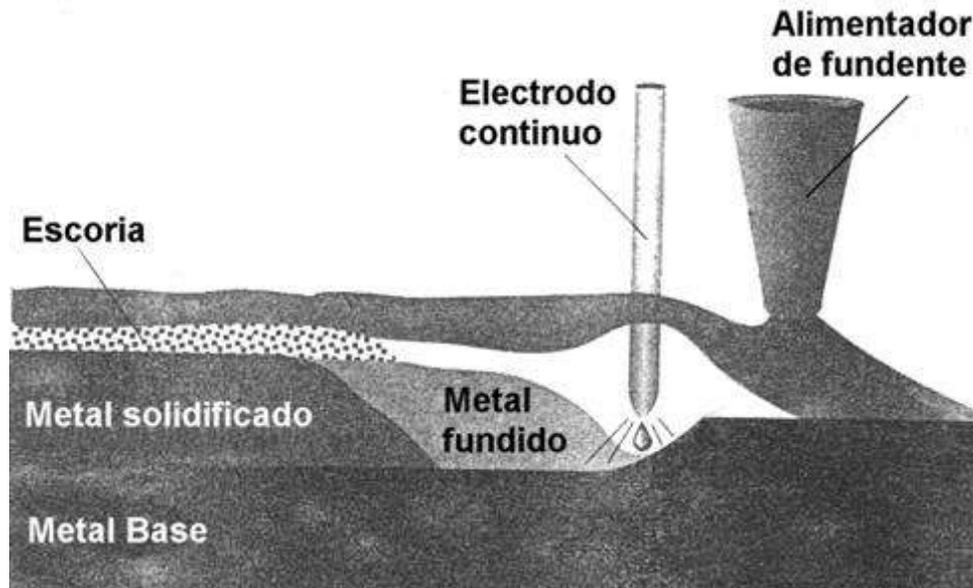


Figura 2.2. Esquema del proceso de soldadura por arco sumergido [15].

La soldadura por máquina emplea un equipo que realiza todas las operaciones de soldadura, sin embargo requiere un monitoreo constante de un operador para iniciar y parar cada soldadura, ajustar corriente, voltaje y alineación de la unión durante el proceso de soldadura. La mayoría de la soldadura por arco sumergido es realizada en máquina, donde las soldaduras largas rectas o circulares son realizadas en acero de espesor grande. Esta soldadura es tres a diez veces más rápido que la soldadura con electrodo, resultando uniones de alta calidad y buena apariencia [16].

En la soldadura automática, el flujo es depositado adelante del arco por medio de un sistema de vacío. La corriente de arco, voltaje y velocidad de avance son monitoreados y ajustados por controles programables.

Para el caso de la tubería API 5L se utiliza el proceso SAW con máquina, empleando una especificación de procedimiento de soldadura (WPS) y registro de calificación de procedimiento (PQR), los cuales involucran información como el proceso de soldadura, material, diámetro, espesor de pared, diseño de junta, electrodo de metal de aporte, número de cordones, corriente,

polaridad, posición del electrodo, fundente de protección, velocidad de aplicación, dirección de soldadura, temperatura de precalentamiento y relevado de esfuerzos.

2.5 Envejecimiento en los aceros de bajo carbono.

El proceso del envejecimiento natural, a temperatura ambiente por un tiempo de permanencia prolongado, generalmente ocurre con lentitud induciendo cambios o alteraciones en las propiedades mecánicas iniciales de los aceros trabajados en frío, tales como la resistencia a la cedencia, dureza, ductilidad, tenacidad y susceptibilidad al agrietamiento.

El envejecimiento se podría inducir artificialmente mediante un tratamiento isotérmico con calentamiento en el rango de temperaturas de ferrita desde 100 a 350°C llamado envejecimiento artificial que ocurre con mayor rapidez. Si la temperatura de tratamiento es cerca de 100°C, el C puede causar el envejecimiento [17].

Existen ciertas temperaturas a las que corresponden variaciones notables en la resistencia a la cedencia y tenacidad. Estas variaciones en las propiedades son relativamente pequeñas cuando el envejecimiento ocurre a temperatura ambiente, mientras que estas son más notables cuando se producen por un calentamiento del acero. El incremento en la resistencia que experimentan los aceros trabajados en frío es más marcado cuando el envejecimiento es artificial, que cuando es un envejecimiento natural.

El envejecimiento en los aceros se relaciona con el mecanismo de interacción entre los átomos de soluto intersticial de carbono y nitrógeno (precipitados de carburos y nitruros) con las zonas de deformación en los defectos lineales como las dislocaciones, durante o después de la deformación plástica. La interacción de los átomos con las dislocaciones es la de obstaculizar su movimiento cuando se aplica un esfuerzo, por lo que las dislocaciones son ancladas, dando como resultado que se requieran esfuerzos mayores para generar nuevas dislocaciones y seguir con la deformación plástica. Este proceso puede ocurrir a temperatura ambiente, sin embargo 250°C puede ser la temperatura más significativa con incremento en la resistencia y disminución en la ductilidad y tenacidad [14, 24].

El envejecimiento en los aceros es favorecido por la reducción en solubilidad de carbono en ferrita a 727 °C de 0.022% peso máximo a una cantidad mínima a temperatura ambiente, disminución de solubilidad de nitrógeno en ferrita a 585°C de 0.093% peso máximo a una cantidad insignificante con la reducción de la temperatura, deformación en frío y condiciones de servicio.

Adicionalmente, el envejecimiento se favorece con el trabajado en frío reduciendo la solubilidad que presenta la fase ferrita para retener en solución sólida los elementos tales como el C, N, Nb, V y O. Si la ferrita después de laminado en caliente se encuentra saturada de estos elementos, al modificarse su solubilidad por trabajado en frío se origina una sobresaturación de estos elementos, dando como resultado la precipitación gradual de las partículas de aquellos elementos sobresaturados en la ferrita y en consecuencia cambios en las propiedades mecánicas [7].

Algunos ejemplos del envejecimiento consideran el acero de bajo carbono trabajado en frío sometido a tratamiento térmico del envejecimiento artificial a temperaturas entre 250 °C a 300 °C, modificando las propiedades mecánicas tales como: incremento en la dureza y resistencia, disminución en alargamiento y tenacidad. A partir de 300°C a 500°C, un comportamiento opuesto fue encontrado en estas propiedades [7].

El envejecimiento se observó durante la deformación plástica de las probetas de acero sometidas al ensayo de tensión, con la formación rápida de una densidad alta de dislocaciones generando líneas discontinuas locales referidas como bandas de Luders [8].

Para un acero con < 0.20% C trabajado en frío y envejecido entre 200°C a 250°C observaron que la resistencia incremento 31% modificando la curva del ensayo de tensión. Sin embargo, con el envejecimiento natural esta variación es muy poco notable. En los aceros con < 0.16%C, trabajado en frío del 10 a 12% y envejecimiento artificial entre 200°C a 300°C, los valores de la tenacidad disminuyeron [8].

Mediante un análisis del efecto de calentamiento a diversas temperaturas sobre la tenacidad de un acero con 0.14%C trabajado en frío, se observó que a 250°C aparece la fragilidad máxima con la menor tenacidad [8].

En algunos aceros de bajo carbono, un incremento en la dureza debido a la precipitación de carburos puede ocurrir a temperatura ambiente debido a la difusión de C y N en las dislocaciones de los alrededores resultando el envejecimiento natural; con temperaturas cercanas a 200°C el proceso del envejecimiento es acelerado [7].

2.5.1 Envejecimiento en la soldadura

La mayoría de los metales soldados presentan una microestructura ferrítica acicular, formación de inclusiones no metálicas con composición química de óxido de Ti, contenido de nitrógeno de 1 a 2 ppm, adiciones suficientes de aluminio para formar Al_2O_3 que removería el oxígeno y aluminio

libre, por lo que se favorece la formación de precipitados de nitruro de aluminio incrementando los efectos de la fragilización por envejecimiento.

Cuando una soldadura es deformada a través del rango de temperatura entre 150°C a 300°C se presenta el envejecimiento dinámico que es más notable en la raíz de la soldadura deformada y donde no se da la contaminación de nitrógeno desde la atmósfera. Esta soldadura sometida a la prueba de tensión, en este rango de temperaturas, obtiene mayor resistencia a la tensión y menor ductilidad que a temperatura ambiente. El envejecimiento del metal soldado que ha sido previamente deformado es conocido como envejecimiento estático.

El proceso del envejecimiento en el metal soldado se favorece con los consumibles tales como el alambre para soldar que contiene cantidades perjudiciales de nitrógeno, además la soldadura se realiza en presencia del aire y es imposible evitar la contaminación de nitrógeno en el metal soldado.

En una soldadura con 0.063%C, 1.25%Mn, deformación en compresión del 10% y tratamiento térmico del envejecimiento artificial a 250°C por 0.5 h, resulto que el incremento de nitrógeno de 83 a 210 ppm afectó la microestructura disminuyendo el tamaño y cantidad de ferrita acicular y ferrita primaria, mientras que la resistencia a la cedencia y resistencia a la tensión incrementaron, en consecuencia, la elongación y tenacidad disminuyeron

De los resultados de las pruebas de dureza Vickers con 0.005 g de carga realizada sobre las soldaduras de bajo y alto contenido de nitrógeno, el incremento de nitrógeno aumento la dureza de la ferrita presentando un endurecimiento por envejecimiento. Por otra parte, un tratamiento de relevado de esfuerzos a 580°C por 2 h después del envejecimiento, favorece que el nitrógeno es menos perjudicial produciendo una reducción en la resistencia a la cedencia, dureza y aumentó en la ductilidad de la soldadura.

2.5.2 Precipitación por envejecimiento

La precipitación de partículas es un proceso de transformación de fase en estado sólido, en la cual una solución sólida llega a ser inestable a través de la sobresaturación y descomposición parcial en una fase cristalina de equilibrio. Cuando esta transformación está completa y el equilibrio son alcanzados, la microestructura consiste de una matriz con una composición y parámetros de red diferentes a la matriz original, más una nueva fase formada conforme la matriz es consumida. El

proceso de precipitación comprende la nucleación, secuencia de crecimiento y esferoidización de una segunda fase.

Los tratamientos térmicos de solubilizado y envejecimiento artificial producen la precipitación de una segunda fase estable en una matriz en estado sólido, la cual se clasifica en tres categorías: 1) continua o general, 2) discontinua o nodular o celular y 3) localizada. La mayoría de las partículas precipitadas usualmente asumen formas características como placas, agujas o cubos, las cuales están influenciadas por varios factores: la energía superficial favorece la forma esférica, la energía de deformación promueve la forma de placa y la difusión favorece la forma dendrítica.

2.5.2.1 Precipitación continua o general

Esta precipitación produce la formación de partículas con estructura granular distribuidas uniformemente a través de los granos de la matriz. La cinética de la precipitación en la primer etapa consiste de clusters de átomos de soluto, los cuales crecen en dominios microestructurales ricos en soluto llamados zonas Guinier-Preston metaestables. Subsecuentemente, estas se redisuelven en una nueva fase más estable con nucleación y crecimiento por difusión de largo alcance de los átomos de soluto. Los precipitados que aparecen después de la formación de las zonas G-P son distribuidos aleatoriamente en los granos de la matriz.

Los precipitados se forman en una dirección y plano cristalográfico preferenciales que son paralelos a los planos y direcciones específicos en la matriz, resultando una orientación específica con respecto a la matriz, por lo tanto, hay coherencia entre los precipitados y matriz. Es común encontrar precipitados en forma de agujas paralelas en planos de bajos índices de Miller de la matriz, resultando grupos de agujas como líneas distribuidas al azar en la matriz. Este tipo de morfología es llamada estructura Widmanstätten que aparece como un arreglo de puntos negros con forma de círculos o elipses.

Cuando las estructuras cristalinas del precipitado y matriz son diferentes y no hay coherencia cristalográfica entre estos, los precipitados son de forma equiaxial y con orientación cristalográfica aleatoria con respecto a la matriz.

La precipitación continua se favorece con enfriamientos altos, está asociada con una dureza alta y pico del endurecimiento por envejecimiento notable en una curva de dureza en función del tiempo del envejecimiento. Esta precipitación se presenta en las aleaciones de Al-Ag, Al-Cu, Al-Zn, Ti-Fe, Ti-Mn y Ni-Cr, realizando un tratamiento de solubilizado y envejecimiento artificial por 8 a

1,300 h con temperaturas desde 160°C a 800°C. El trabajo en frío y temperatura baja del envejecimiento producen una precipitación de partículas finas y dispersas.

2.5.2.2 Precipitación discontinua o nodular o celular.

Esta precipitación produce la formación de colonias de partículas de fase estable con estructura laminar localizadas muy cerca del límite de grano de la matriz recristalizada. La energía de deformación en la matriz es reducida por el mecanismo de precipitación discontinua, la cual si continua por largo tiempo resulta una recristalización total de la matriz.

En las primeras etapas, la microestructura contiene colonias (células o nódulos) definidas que consisten de láminas alternadas de fase precipitada y matriz recristalizada. Las colonias se forman a lo largo de la matriz no recristalizada que podría contener precipitados continuos. Adicionalmente, a la formación de precipitados discontinuos en la interfase entre la colonia y matriz remanente, la interfase se mueve a través de la matriz y la recristalización procede.

La precipitación discontinua se presenta en las aleaciones de Ti-Al, Cu-Co, Al-Ag, Fe-Zn y Au-Ni, mediante un tratamiento de solubilizado y envejecimiento artificial con temperaturas desde 300 a 700°C por 4 a 500 h. Esta precipitación está asociada con dureza baja.

2.5.2.3 Precipitación localizada

El efecto microestructural de esta precipitación con enfriamientos pequeños es producir grupos de partículas con nucleación y crecimiento acelerado en sitios preferenciales, tales como los defectos o imperfecciones de la red (límites de grano y planos de deslizamiento con varias dislocaciones) que proporcionan patrones de difusión para el transporte de átomos de soluto necesarios para el crecimiento de partícula. La presencia de precipitados puede producir efectos no deseables en las propiedades mecánicas, tales como doble pico en la curva del envejecimiento, anomalías en la ductilidad y fractura.

En algunos casos, una región que ha sido reducida en átomos de soluto rodea a una precipitación localizada en límite de grano porque el precipitado reduce el soluto de la matriz antes de que la precipitación continua se presente. Esta precipitación se presenta en las aleaciones de Cu-Be y Al-Ag, mediante un solubilizado y envejecimiento artificial desde 350°C a 400°C por tiempos como 100 h.

2.5.4. Parámetro de Hollomon-Jaffe

El tiempo y la temperatura son dos de los parámetros más críticos del revenido. Existen varios métodos para determinar la relación tiempo-temperatura, como la ecuación de Hollomon-Jaffe. Actualmente se acostumbra a representar el revenido de los aceros en función del parámetro Hollomon-Jaffe o parámetro de revenido. Es decir, la dureza H representada como una función del parámetro $T(c + \log t)$, en donde C es una constante [19].

El concepto que está implícito en esta relación es el hecho que la dureza será la misma para igual valor de revenido $T(c + \log t)$. Es decir, dos combinaciones (T, t) de revenido que originen el mismo valor del parámetro tendrán como resultado igual dureza final del acero [19].

Para determinar la relación durante el revenido de la temperatura (T) y el tiempo (t), Hollomon y Jaffe propusieron una ecuación en la cual la dureza (H) se cambia a la manera de otros procesos de difusión, y que esa función se expresa como [20].

$$H = \left[t \exp\left(-\frac{Q}{R}\right) \right] \quad (5)$$

Donde Q es la energía de activación para el proceso de revenido, y R es la constante universal de los gases [20].

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

$$P = H = \left[T(c + \log t) \right] \quad (6)$$

El valor del parámetro c en este caso depende del contenido de carbono en el acero y del tratamiento anterior. En forma matemática y física, el valor del parámetro c también depende de hecho si el tiempo esta expresado en segundos o en horas. Sólo se puede decir que existe un tipo de relación entre la dureza y el parámetro. En otras palabras, cuando el parámetro c tiene un valor constante, entonces se obtiene el mismo valor de la dureza: a) a temperatura más alta pero menor tiempo de revenido o b) a la temperatura más baja pero mayor tiempo de revenido [19].

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

2.6 Ensayos no destructivos

Su introducción en la tecnología de los materiales se hace a través del control de calidad, aunque también se emplearon en el mantenimiento de equipos y por razones de seguridad. El poder asegurar que las condiciones de funcionalidad y contabilidad de un producto se cumplan dentro de las especificaciones de su diseño, ha sido una preocupación constante en el desarrollo industrial. Dentro de éstos conceptos los ensayos no destructivos (END) constituyen una herramienta de importancia relevante con un campo muy amplio de aplicación a nivel de ingeniería [21].

En la fabricación y/o construcción de componentes, sub-ensambles, equipos e instalaciones, intervienen una serie de actividades cuya finalidad está bien definida o delimitada; éstas son principalmente: el diseño, la fabricación o construcción, el montaje o instalación y finalmente la inspección y las pruebas. Estas actividades siempre se llevan a cabo, se trate de un tornillo, partes automotrices, un intercambiador de calor, un reactor químico, el casco de un barco, una central de energía o un gasoducto [21].

Sin embargo, el desarrollo de nuevas tecnologías y la optimización de los productos o los requisitos de seguridad, como es el caso de la industria aeroespacial, la nucleoelectrica o la petroquímica, impusieron también nuevas condiciones de inspección, en las cuales se estableció la necesidad de verificar hasta en un 100% los componentes críticos; lo que planteó una severa dificultad a los departamentos de calidad, hasta que iniciaron el empleo de otras técnicas de inspección, diferentes a la visual, con los cuales se medía la integridad de los componentes sin destruirlos. Esto fue posible al medir alguna otra propiedad física del material y que estuviera relacionada con las características críticas del componente sujeto a inspección; es decir, se inició la aplicación de las pruebas no destructivas, las cuales actualmente son de uso común en casi todos los sectores industriales [21].

2.7 Ultrasonido

Las ondas ultrasónicas se encuentran definidas por los siguientes parámetros básicos, mostrándose en la Figura (2.3):

- Frecuencia (f): La frecuencia de una onda de US consiste en el número de ciclos o de cambios de presión que ocurren en un segundo (Hz).
- Longitud de onda (λ): Distancia longitudinal que recorre 1 onda en 1 ciclo (m).

- Velocidad de fase (c): La velocidad de propagación del sonido varía dependiendo del tipo y características del material por el que atraviese (m/s).
- Amplitud: altura o intensidad en un determinado tiempo (m).

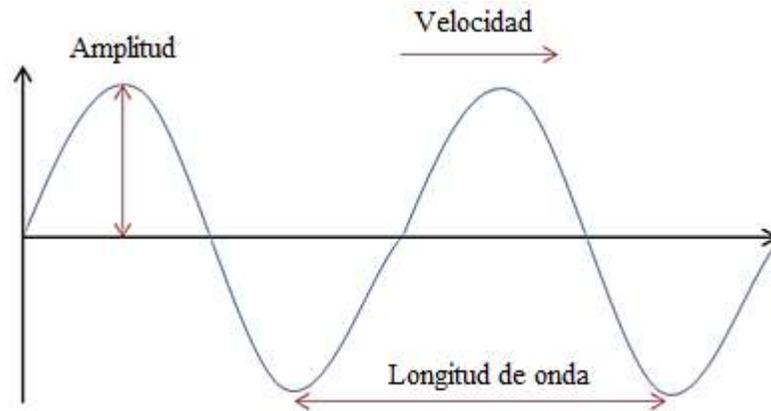


Figura 2.3 Parámetros de la onda ultrasónica [22].

2.7.1 Modos o tipos de ondas

Existen diversos modos o tipos de ondas: longitudinales, transversales de superficie o de Rayleigh y por último de Lamb.

Las ondas longitudinales se muestran en la Figura (2.4a) se caracterizan porque los desplazamientos de las partículas son en dirección paralela a la de propagación. Las ondas longitudinales crean en el cuerpo en el que se propagan zonas de sobrepresión y refracción o depresión separadas entre sí. Estas ondas pueden propagarse a través de sólidos, líquidos y gases. Prácticamente todos los transductores de ultrasonido emiten este tipo de ondas. En las ondas transversales mostradas en la Figura (2.4b), las partículas se desplazan en dirección perpendicular a la de propagación. Solo los cuerpos sólidos pueden transmitir este tipo de onda. En este tipo de ondas la longitud de onda queda determinada por la distancia entre los planos en que las partículas están en similar estado [22].

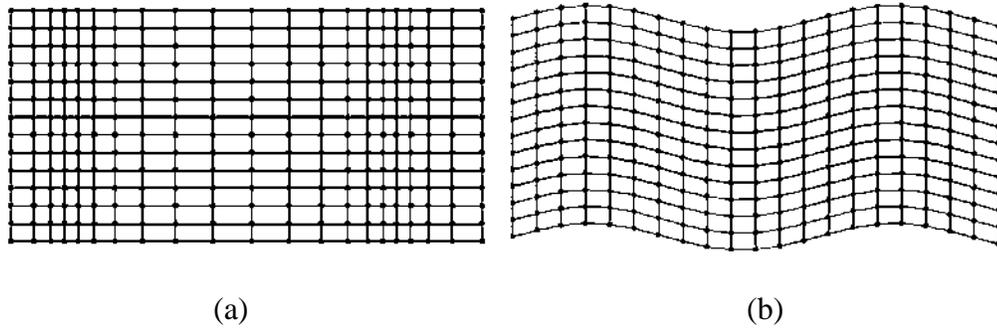


Figura 2.4 a) Ondas longitudinales, b) ondas de corte [22].

La velocidad de la onda longitudinal (c_L) y transversal (c_T) se pueden calcular mediante la siguiente ecuación:

$$c_L = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{1-\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad (7)$$

Y

$$c_T = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\nu)}} = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (8)$$

Dónde:

- E = Módulo de elasticidad (GPa).
- ρ = Densidad del material (kg/m^3).
- ν = Relación de Poisson.
- G = Módulo de corte (GPa).

Existen varias técnicas o métodos para la inspección ultrasónica, se muestran en la Figura (2.5):

1. Pulso-eco: donde se utiliza un solo transductor que envía y recibe el pulso (trasmisor-receptor) por lo que requiere acceso a una sola superficie.
2. Transmisión: donde se requiere de un trasmisor y un receptor por separado, en este caso se encuentran localizados en superficies opuestas.

3. De haz angular: este método es utilizado para la transmisión de un haz angular, de acuerdo con el ángulo de incidencia es el tipo de onda producida dentro del material.
4. De inmersión: Consiste en utilizar el agua como medio de acoplamiento acústico entre el transductor y la pieza a examinar, que a diferencia de las técnicas tradicionales de ultrasonido por contacto, el transductor y la pieza son sumergidos total o parcialmente en un tanque con agua de tal manera que no se requiere tener contacto entre ellos, ya que la onda de ultrasonido viaja a través del agua hasta penetrar en la pieza.

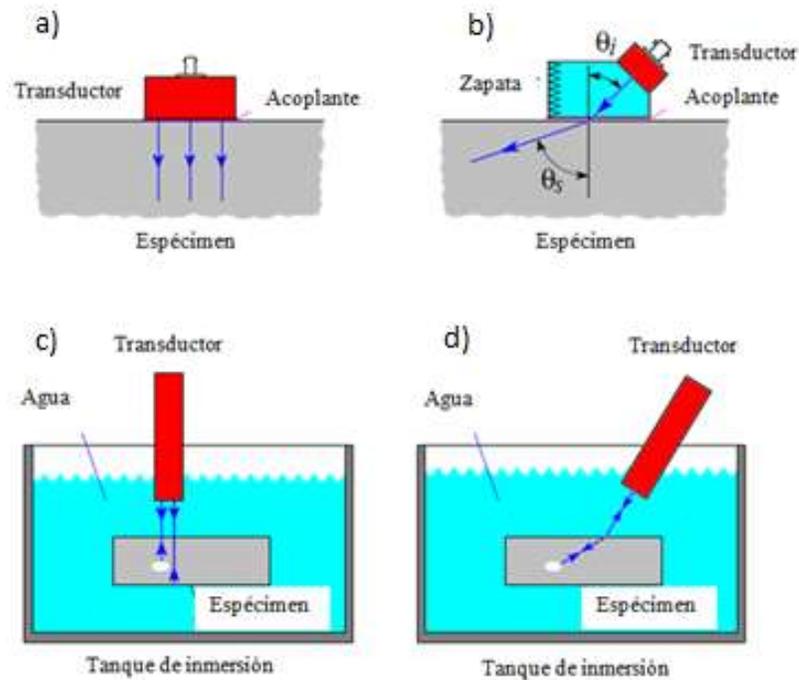


Figura 2.5 Técnicas de inspección [23].

2.7.2 Atenuación ultrasónica.

La atenuación ultrasónica es la tasa de decaimiento de la radiación mecánica en la frecuencia ultrasónica que se propaga a través de un material, si se considera que una onda es posible, la descomposición de la onda se expresaría como:

$$A = A_0 \exp(-\alpha z) \exp(i(\omega t - kz)) \quad (9)$$

Siendo α el coeficiente de atenuación de la onda propagándose a través de la dirección z con una constante de propagación $k = 2\pi/\lambda$ donde λ es la longitud de onda. La onda es definida como infinita

y con una amplitud uniforme A en las direcciones x y y . Donde ω la frecuencia angular, siendo 2π veces la frecuencia f en Hertz.

La atenuación α es medida en Nepers por unidad de longitud o decibeles por unidad de longitud. Un Neper es una disminución de un factor de $\exp(-1.0)$ o $1/e$ en la amplitud, es decir, la condición donde $\alpha \cdot \Delta z$ es 1.0. El término “Neper” viene de nombre Napier, el inventor del logaritmo natural con base $e = 2.71828$ [9].

En forma general, la atenuación es la pérdida de la amplitud de la señal ultrasónica al incrementarse la distancia de propagación de la onda. La pérdida es definida como el cociente de dos amplitudes y es regularmente expresada en unidades logarítmicas como el Neper o el decibel (dB) [10]:

$$L[\text{Neper}] = \ln \frac{A_1}{A_2} \quad (10)$$

$$L[\text{dB}] = 20 \log \frac{A_1}{A_2} \quad (11)$$

Donde A_1 es la amplitud de la señal sin atenuación y A_2 es la amplitud de la señal atenuada.

En algunos casos la pérdida L ocurre en forma local como resultado de una interacción de la onda con una discontinuidad del material, entre estas pérdidas están las pérdidas por reflexión y transmisión de la onda ultrasónica en las interfaces del material, pérdidas por dispersión en superficies rugosas, etc. También existen otras pérdidas, estas ocurren por las características geométricas del haz ultrasónico, las cuales cambian conforme la onda ultrasónica se propaga, pero no son proporcionales a la distancia cubierta. Estas pérdidas están asociadas con la divergencia o ensanchamiento del haz ultrasónico. Cuando se habla estrictamente de atenuación causada por el medio, entonces limitamos el concepto de atenuación al fenómeno que causa una pérdida proporcional a la distancia de propagación, es decir que la pérdida total puede ser expresada como.

$$L = \alpha d \quad (12)$$

Donde d es la distancia de propagación y α es el coeficiente de atenuación. Entonces podemos decir que para el cálculo del coeficiente de atenuación queda de la siguiente manera:

$$\alpha = \frac{20}{d} \log \frac{A_2}{A_1} \quad (13)$$

Existen dos clases principales de mecanismo de atenuación que se deben considerar en la caracterización ultrasónica de los materiales, el primero la dispersión, es debida a que los materiales no son estrictamente homogéneos. Contienen superficies límites o entre caras pequeñas, en las que la impedancia acústica cambia bruscamente, debido a la diferente densidad o velocidad acústica de los materiales, de naturaleza, condición o estado diferente en dichas entre caras. La segunda la absorción, es una conversión directa de la energía ultrasónica en calor, de la que son responsables varios procesos. Se puede explicar la absorción, de forma elemental, como un efecto de frenado de la oscilación de las partículas lo cual explicaría también porqué una oscilación rápida pierde más energía que una lenta. La absorción aumenta generalmente con la frecuencia, pero en menor grado que la dispersión.

Generalmente, el coeficiente de atenuación se puede escribir como la suma de los componentes de absorción y de dispersión:

$$\alpha = \alpha_A + \alpha_S \quad (14)$$

Si bien la dispersión tiene mayor efecto para la gran parte de la atenuación en algunos materiales, tales como metales y cerámicas policristalinas, la absorción es la pérdida dominante en otros, tales como polímeros y fluidos. Por ejemplo, en agua, que se utiliza a menudo como un medio de acoplamiento en la prueba de inmersión, el coeficiente de absorción es:

$$\alpha_{agua} \left[\frac{dB}{m} \right] \approx 0.2 f^2 [\text{MHz}] \quad (15)$$

Donde f denota la frecuencia. La atenuación severa generalmente se produce sólo en las frecuencias altas, mientras que, a bajas frecuencias, la dispersión del haz es la causa predominante de la pérdida de propagación a grandes distancias.

En los metales, la absorción es debida principalmente a la conductividad térmica de los materiales. Cuando una onda ultrasónica pasa a través del material, existe un aumento en los resultados de la temperatura en los puntos donde el material se encuentra bajo compresión. El calor fluye desde la región de alta temperatura a las regiones vecinas de temperatura más baja. Si el flujo de calor es lo suficientemente rápida, las diferencias de temperatura tienden a ser suavizado causando así una pérdida de energía en la onda ultrasónica. La contribución de la absorción causada por la conductividad térmica es proporcional al cuadrado de la frecuencia, pero su valor absoluto es

generalmente despreciable en comparación con otros componentes, comparado con las pérdidas por dispersión. Sin embargo, en cristales individuales, las pérdidas térmicas pueden ser muy significativa e incluso dominando a altas frecuencias.

2.7.3 Velocidad ultrasónica.

El sonido viaja a diferentes velocidades dependiendo del metal por el cual se propague, en ultrasonido a esto se le llama velocidad del sonido en el material. Los factores que afectan la velocidad son la densidad y la elasticidad del material. Los materiales con altos módulos elásticos de Young tienen una alta velocidad del sonido, los valores altos de densidad en el material, tienen baja velocidad del sonido la ecuación de la velocidad es:

$$c = \frac{2d}{t} \quad (16)$$

Donde t es el tiempo de vuelo o tiempo que tarda la onda en recorrer el material, d es el espesor del material inspeccionado y c es la velocidad de la onda.

2.7.3.1: Corrección de difracción para velocidad

La superposición de dos ecos puede hacerse con una precisión de aproximadamente la mitad de la anchura del haz en la cara del osciloscopio y dado que el error de poca fase de las capas de unión puede eliminarse obteniendo datos para usar en el análisis de Papadakis [23] como se muestra Por este autor, la inexactitud que debe afrontar surge de la difracción ultrasónica. Mientras la propagación de onda esté libre de efectos de pared lateral mencionada anteriormente, el desplazamiento de fase que surge de la difracción es $t/2$ desde el transductor de entrada hasta el infinito. Las curvas exactas de la fase frente a la distancia normalizada S .

$$S = \frac{z\lambda}{a^2} \quad (17)$$

Donde la intensidad, la longitud de onda y el radio del transductor fueron calculados por el autor para una fuente en forma de pistón de ondas longitudinales que se irradian a un receptor sensible a la fase de integración de amplitud del mismo diámetro y en el mismo eje. Ésta es la situación experimental para todas las mediciones de un solo extremo y más a través de la transmisión. La fase aumentó a través de varias cuestas y mesetas en el campo cercano antes de aumentar monotonamente y asintóticamente de $\pi/2$ hasta infinito. La mayor parte del cambio se ha

producido por tres distancias de campo cercano. Las curvas en la Figura 2-6, que fueron tomadas de Papadakis [24]. Las curvas se dan para medios de propagación anisotrópicos con un parámetro de anisotropía b dado por Papadakis [25] basado en la teoría de propagación de Waterman [23]. El valor de b indica la magnitud y dirección de la desviación entre el vector de propagación y el vector Poynting En materiales anisotrópicos. Las curvas de la Figura 2.6 son válidas para la propagación de ondas longitudinales a lo largo de ejes de simetría triples, cuádruples y sextuples. La isotropía es $b = 0$. No se han tratado las simetrías inferiores, las direcciones no simétricas y la propagación por cizallamiento.

El cambio de fase conduce a una corrección de la difracción del tiempo de recorrido (incremento de tiempo) que debe añadirse al tiempo de recorrido medido entre ecos. La fórmula es:

$$t = t' + \Delta t \quad (18)$$

Donde t es el tiempo de recorrido medido entre los ecos m y n (por ejemplo, primero y segundo), t' es el tiempo de recorrido corregido, y Δt es la corrección. La expresión es:

$$\Delta t = \frac{[\phi(s_n) - \phi(s_m)]}{2\pi f} \quad (19)$$

Aquí se calculan las fases (leídas de las curvas de la Figura (2.6) en las distancias S para los ecos n y m , y donde f es la frecuencia de operación. Para los pulsos de radio frecuencia (RF) y los transductores de placas piezoeléctricas sin retroceso, ésa sería la frecuencia con la que las placas resuenan. Para los transductores usados en END en barras de amortiguación, f sería la frecuencia de operación forzada. Puesto que $1/f$ es un periodo de RF y dado que $(\phi(s_n) - \phi(s_m)) / 2\pi f$, la corrección de tiempo máxima es $r/4$. Para los ecos en un régimen experimental típico, la corrección es usualmente menor.

La característica de pérdida-distancia de difracción es un gráfico de la pérdida de decibelios a partir de la dispersión de haz frente a S , la distancia normalizada $z\lambda / a^2 f$, En el trabajo de eco de pulsos, los ecos se encuentran en puntos específicos a lo largo de S . Escribiendo $\lambda = c/f = 2Ln$ para el eco n , donde L es la longitud de la muestra, tenemos:

$$s_n = \frac{2Lnc}{a^2 f} \quad (20)$$

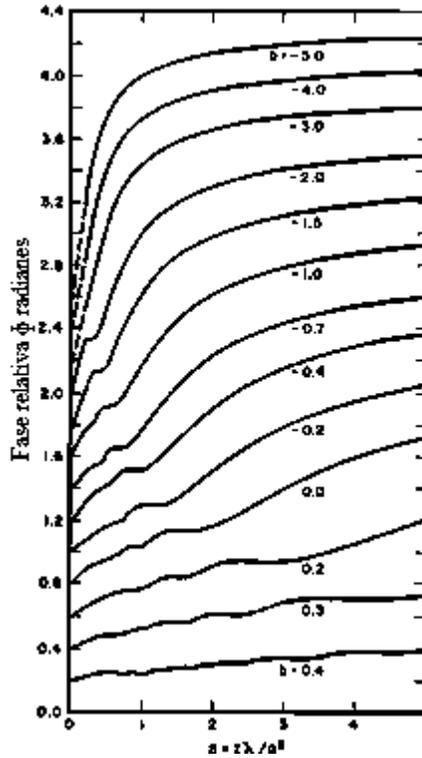


Figura 2.6 Diferencia de fase de difracción versus distancia normalizada con anisotropía como parámetro. Estas curvas son válidas para ondas longitudinales a lo largo de direcciones de simetría de tres, cuatro y seis veces. De Papadakis con permiso del Instituto Americano de Física [24].

Tabla 2.1 Experimentos en posiciones de pico con transductores longitudinales circulares [25].

Material	b
Zn c axis	-5.23
Cd axis	-1.408
Ge [100] ^a	-0.581
CaCO ₃ 3-fold	-0.567
Si [100] ^a	-0.461
Quartz 3-fold	-0.25
NaCl [111] ^a	-0.212
steel	0
Si [111] ^a	0.0162
NaCl [100] ^a	0.196
KBr [100]	0.373
Ki [100]	0.38

2.7.4 Impedancia acústica.

El producto de la densidad y la velocidad de propagación del sonido se denomina impedancia acústica y se representa por:

$$z = \rho c \quad (21)$$

Donde ρ es la densidad del material y c es la velocidad del sonido en el material. La impedancia acústica es una resistencia que se opone a la propagación de la onda. Si un medio posee una impedancia baja, sus elementos de masa vibrarán a gran velocidad, con sólo un pequeño cambio de presión acústica; es decir el medio ofrecerá poca resistencia a las deformaciones elásticas causadas por la onda. Si, por el contrario, la impedancia es elevada, sus elementos de masa vibrarán lentamente, aunque la presión acústica sea elevada, ya que el medio ofrece gran resistencia a las deformaciones elásticas. Es importante aclarar que la impedancia se opone a la vibración de los elementos de masa, pero no a la propagación de la onda. Ya que la impedancia acústica es función de dos propiedades (la densidad y la velocidad acústica), entonces es también una constante para cada material.

2.8 Corrientes de Foucault.

Es una técnica de inspección no destructiva, que se basa en la generación de un campo magnético y que permite la detección de discontinuidades a nivel superficial y sub-superficial en materiales conductores. El ensayo no destructivo por corrientes de Foucault (Corrientes de Eddy) consiste en hacer pasar una corriente alterna por una bobina, la cual genera un campo magnético. Al colocar una probeta en dirección perpendicular al campo magnético creado por una bobina, se generan corrientes de Foucault en la probeta. El flujo magnético inducido por la bobina va a producir corrientes de Foucault en la probeta que son corrientes en líneas cerradas que fluyen en la superficie del material conductor, que a su vez producirán un campo magnético secundario, que se va a oponer al campo magnético de la bobina modificando la impedancia. Una variación en el flujo de corriente eléctrica en la bobina da como resultado una variación en el campo magnético. Un material conductor cercano resiste el efecto del campo magnético variable, y esto se manifiesta por medio de una corriente de Foucault. Las grietas y otras condiciones en la superficie modifican las corrientes de Foucault generadas en el material conductor de modo que se modifica el campo

magnético secundario (disminuye la intensidad) y tendrá un nuevo efecto en el campo primario. En la Figura (2.7) se muestra un esquema de este método [26].

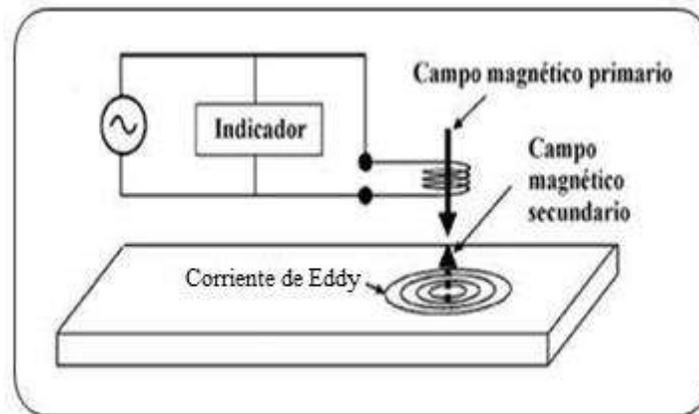


Figura 2.7. Generación del campo de corrientes de Foucault [27].

Las trayectorias circulares de las corrientes de Foucault son paralelas a la superficie del objeto y su sentido es tal que siempre producen un campo magnético opuesto al campo magnético que las generó. Estas trayectorias de corrientes de Foucault envuelven a su vez líneas de flujo magnético dentro del material de inspección. En la Figura (2.8) se muestran las corrientes de Foucault y la dirección de las mismas [27].

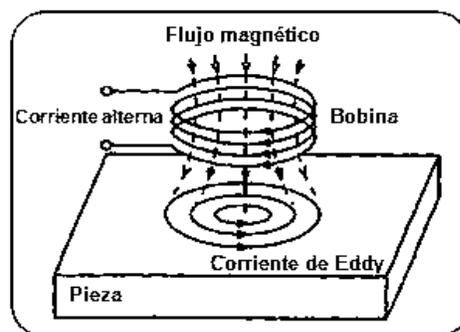


Figura 2.8 Corrientes de Foucault [27].

La prueba por medio de esta técnica no destructiva, sólo es posible debido a la disponibilidad de dispositivos electrónicos muy sensibles que son capaces de detectar cambios muy pequeños en los campos magnéticos implicados. A Jean-Bernard Léon Foucault se le acredita la primera demostración clara de las corrientes parasitas que se forman en la superficie del material conductor, las cuales se les asignó su nombre (corrientes de Foucault), al demostrar que las corrientes

eléctricas que se mueven en un campo magnético no uniforme se establecen en un disco de cobre. Hughes es considerado como el pionero en el uso de corrientes de Foucault para inspeccionar metales. Farrow aplicó las corrientes de Foucault como pruebas de inspección en tubería en una escala industrial. Recientemente, fue introducido el plano de impedancias, conocido también como los diagramas de Förster, y son muy útiles en el análisis de los efectos de las corrientes de Foucault. Las corrientes de Foucault conocidas también como corrientes de Eddy o corrientes inducidas solo pueden existir en materiales conductores [28].

2.8.1 Campo magnético.

El espacio alrededor de un imán permanente o de un conductor que conduce corriente donde actúan fuerzas magnéticas se le conoce como campo magnético.

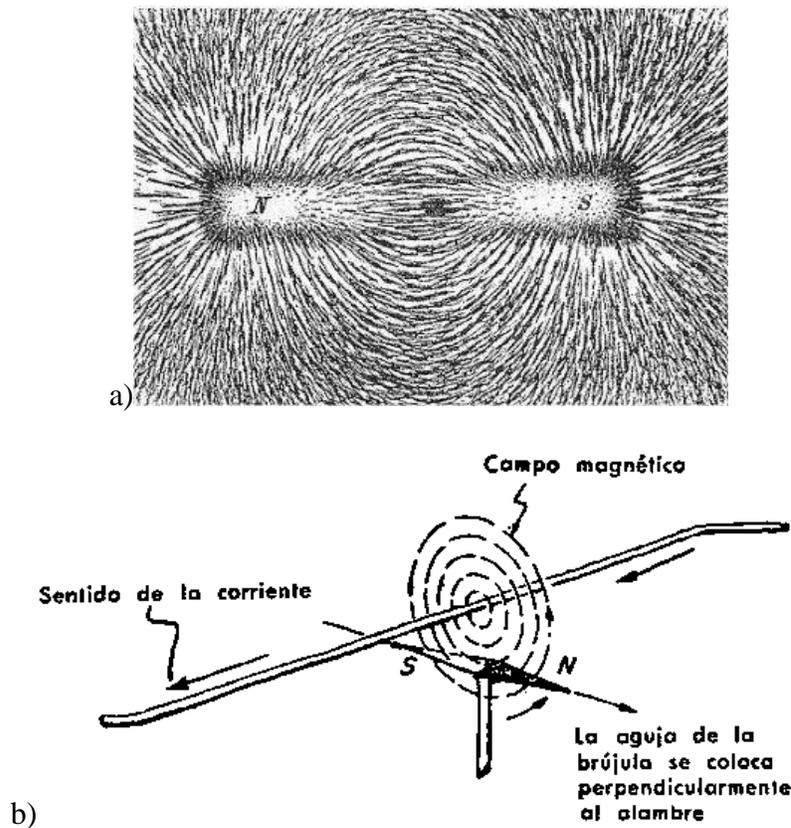


Figura 2.9. Campo magnético a) de un imán, b) campo magnético en un alambre por el cual circula una corriente [28].

La relación entre la polaridad magnética de una espira y el sentido de la corriente que circula por ella la establece la regla de la mano derecha. Siempre depende de la posición del observador, ya

que si la corriente circula de derecha a izquierda vista desde la posición del observador este polo sería el polo norte y sur en caso contrario. Figura 2.9b [29].

2.8.2 Flujo magnético.

El flujo magnético es el número total de líneas de fuerza creadas por un campo magnético Figura 2.10. Se representa con la letra griega Φ (phi), y tiene como unidad el Weber [Wb].

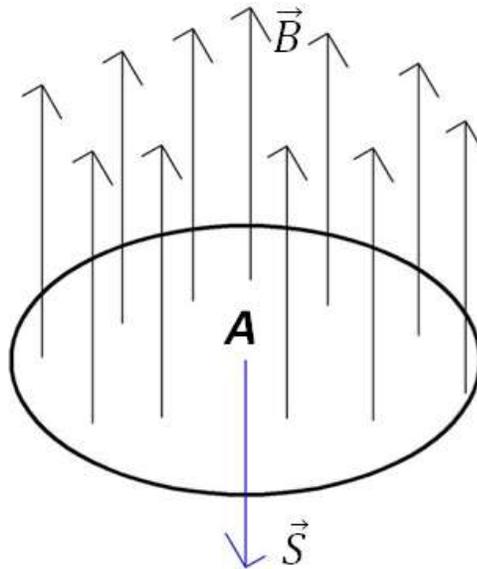


Figura 2.10. Flujo magnético [28].

El flujo magnético es el producto del valor absoluto de los vectores densidad de flujo (\vec{B}) y superficie de área (\vec{S}), debido a que el campo magnético es perpendicular a la superficie, como se indica en la Figura 2.10 [30].

$$\Phi = |\vec{B}| \cdot |\vec{S}| \quad (22)$$

Donde:

Φ : flujo magnético en weber [Wb].

$|\vec{B}|$: Inducción magnética (densidad de flujo magnético) en Tesla [T].

$|\vec{S}|$: Superficie en [m²].

La inducción magnética (densidad de flujo) es el número total de líneas de fuerza del campo magnético que pasan a través de una unidad de superficie normal al campo o inducción magnética. Se representa con la letra B y tiene como unidad la Tesla (T) [30].

2.8.3 Intensidad de campo

Se denomina intensidad de campo a la parte del campo magnético que se origina por el paso de una corriente, se representa con la letra H, la unidad de medida es el amperio/metro (A/m) y está dada por:

$$\vec{H} = \frac{n\vec{I}}{L} \quad (23)$$

Donde:

$|\vec{H}|$: Intensidad de campo [A/m].

n : Número de espiras de la bobina.

$|\vec{I}|$: Intensidad de la corriente [A].

L : Longitud de la bobina [m].

La intensidad de campo varía de manera proporcional, a medida que si se incrementa el número de espiras en la bobina aumenta la intensidad de campo, y disminuye conforme aumenta la longitud.

A partir de la intensidad de campo, podemos calcular la densidad de flujo mediante la fórmula:

$$\vec{B} = \mu \cdot \vec{H} \quad (24)$$

Donde:

μ : Es la permeabilidad magnética del material que se utiliza como núcleo de la bobina en [H/m] [29].

2.8.4 Conductividad eléctrica.

La conductividad eléctrica es una propiedad que tienen los metales para dar paso, con mayor o menor resistencia al flujo de corriente, se representa con la letra σ (sigma), y su unidad es Siemens por metro (S/m). La conductividad eléctrica depende de la distribución y energía de los electrones

que rodean al núcleo. Los materiales recocidos (estructura ordenada), conducen mejor que los materiales deformados (estructura desordenada).

Con la aplicación de corrientes de Foucault posibilita la medición de conductividad eléctrica, en términos de porcentaje IACS (Patrón Internacional de Cobre Recocido). La medida de la conductividad se hace tomando como referencia la del cobre no aleado y recocido, que se toma como 100% IACS. La Tabla 2.4 presenta la conductividad eléctrica de algunos metales en siemens por metro y en porcentaje IACS [29].

Tabla 2.2. Conductividad eléctrica de algunos metales en siemens por metro y en porcentaje IACS.

METAL	CONDUTIVIDAD ELÉCTRICA ABSOLUTA [S/m]	CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA [% IACS]
Plata	6.30×10^7	105
Cobre recocido	5.96×10^7	100
Oro	4.55×10^7	70
Aluminio	3.55×10^7	61
Magnesio	2.15×10^7	37
Latón (70Cu, 30Zn)	1.62×10^7	28
TI-6AL-4V	9.99×10^6	17.24
Acero inoxidable AISI 304	1.45×10^6	2.5

2.8.5 Permeabilidad magnética.

La permeabilidad magnética del material es una de las variables más importantes dentro de la inspección no destructiva, en particular en las Corrientes de Foucault. La permeabilidad magnética es un parámetro usado para evaluar el comportamiento de un material frente al campo magnético. Así mismo, se define como la capacidad de un material para concentrar líneas magnéticas. La permeabilidad magnética se representa con

la letra griega minúscula μ (mu) y está definida por: $\mu = \frac{\vec{B}}{\vec{H}}$ (25)

Donde:

μ : Permeabilidad magnética.

\vec{B} : Densidad de campo magnético.

\vec{H} : Intensidad de campo magnético.

Como las corrientes de Foucault se inducen por el campo magnético de la bobina, la permeabilidad del material influye de manera importante en la corriente inducida y, por tanto, en el campo magnético secundario.

La permeabilidad magnética es igual a:

$$\mu = \mu_r \times \mu_0 \quad (26)$$

Donde:

μ_0 : Es la permeabilidad magnética en el vacío, cuyo valor es $4\pi \times 10^{-7}$ [H/m].

μ_r : Es la permeabilidad magnética relativa del material.

Tabla 2.3 Valores de la permeabilidad magnética relativa de diferentes materiales.

METAL	TIPO	PERMEABILIDAD MAGNÉTICA RELATIVA (μ_r)
Cobre recocido	Diamagnético	0.9999991
Plata	Diamagnético	0.999974
Aire	Paramagnético	1.0000001
Aluminio	Paramagnético	1.00002
TI-6AL-4V	Paramagnético	1.0000706
Cobalto	Ferromagnético	250
Níquel	Ferromagnético	660
Hierro	Ferromagnético	5000

La permeabilidad magnética relativa permite clasificar a los materiales como ferromagnéticos, paramagnéticos y diamagnéticos.

Para materiales diamagnéticos la permeabilidad magnética relativa tiene un valor menor a la unidad ($\mu_r < 1$), mientras que para materiales paramagnéticos su valor es mayor que la unidad ($\mu_r > 1$). Para ferromagnéticos, el valor de la permeabilidad magnética es mucho mayor a uno, ($\mu_r \gg 1$), lo que significa que el campo magnético inducido se intensifica con el material. Para los materiales ferromagnéticos plantea un problema potencial cuando se utilizan las Corrientes de Foucault en

pruebas no destructivas, ya que las variaciones en el campo magnético pueden producir cambios de impedancia mayores a los debidos por los parámetros de interés (grietas, espesor, conductividad, etc.). En la Tabla (2.5) se indican los valores de permeabilidad magnética de algunos materiales [31].

La solución para realizar mediciones en los materiales ferromagnéticos es saturar magnéticamente el material por medio de una bobina de corriente directa, para que los cambios en el campo magnético no se amplifiquen y no superen a los que se generan por las propiedades de interés. Al saturar la muestra hacemos que la permeabilidad pase a valer 1, y por tanto el material se pueda ensayar como si se tratara de un material no ferromagnético.

2.8.6 Efecto de separación (lift-off).

Las mediciones por corrientes de Foucault son muy sensibles a la distancia entre la sonda y la superficie de la probeta, debido a que la densidad de corriente disminuye exponencialmente a medida que la bobina se aleja de la superficie de la pieza.

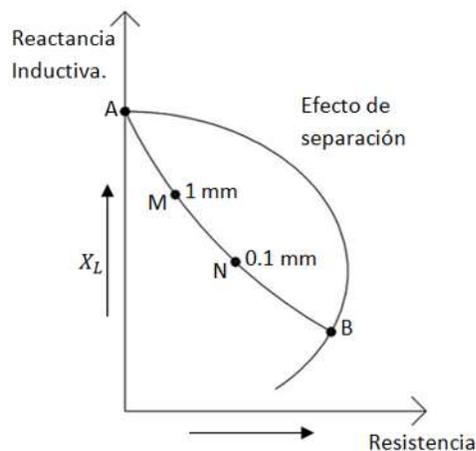


Figura 2.11. Efecto de separación [28].

Con la bobina en vacío, el vector impedancia tiene su extremo en A, como se muestra en la Figura (2.11), mientras que, para una muestra de conductividad, por ejemplo $4.55 \times 10 \text{ S/m}$ en contacto con la bobina, el nuevo extremo estaría en B. Sin embargo, el paso de A a B no es brusco, sino que se produce a medida que la bobina se va aproximando a la muestra. Esta variación de la impedancia en función de la distancia es lo que se llama efecto de separación (lift-off).

Si vamos tomando valores de la impedancia al variar la distancia, podemos construir el lugar geométrico que representa la línea de trazos (AMNB). Hay que subrayar que las variaciones sensibles de impedancia comienzan a producirse a muy poca distancia de la muestra (1 cm o menos), y que las variaciones son mucho más pronunciadas en las proximidades del contacto [31].

2.8.7 Efecto de borde.

El efecto de borde se relaciona con la distorsión en el flujo de corrientes de Foucault, cuando la bobina se aproxima al borde de la pieza o a una unión entre materiales Figura (2.12). Una distorsión grande en el flujo de corriente puede tener cambios importantes en las mediciones y, por tanto, enmascarar variaciones por otro tipo de anomalías. A pesar de que existen diseños de bobinas que reducen el área de inspección minimizando el efecto de borde, éste no se puede eliminar completamente, y es recomendable que el área de inspección se mantenga a una distancia determinada de los bordes o fronteras. En general, se establece 3.175 mm como la distancia mínima a la que se puede aproximar el área de inspección al borde; sin embargo, el valor depende del tipo y tamaño de bobina y la frecuencia de la corriente alterna de prueba [31].

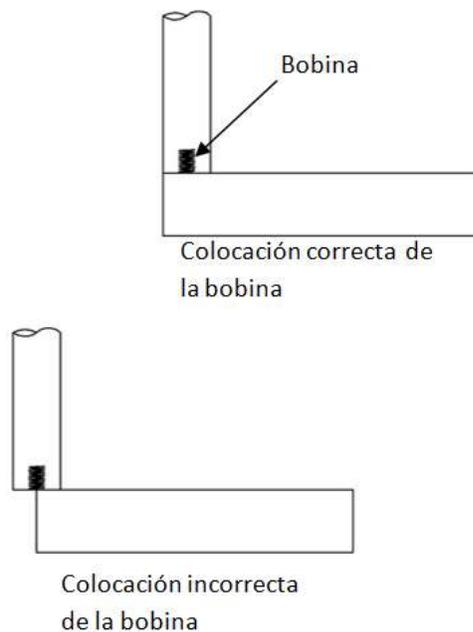


Figura 2.12. Colocación de bobinas [28].

En la Figura (2.12) se muestra cual es la forma correcta de colocar la bobina en la muestra a inspeccionar.

2.9 Estado del arte

Se han realizado investigaciones relacionadas con el fenómeno del envejecimiento natural y artificial en las uniones soldadas de las aleaciones ferrosas, particularmente en la tubería de acero API 5L, que reportan información sobre el conocimiento limitado de las causas y efectos del envejecimiento, tal como el mejoramiento, degradación o deterioro de la microestructura y propiedades mecánicas [6].

Vargas Arista [32] ha estudiado el efecto de envejecimiento sobre las propiedades mecánicas y microestructurales de una soldadura en una tubería API 5L X-52. Se encontró que la soldadura y el material base son sensibles a la aceleración del envejecimiento a 250 °C monitoreada cada 100 horas. Ambos metales mostraron una tendencia al incremento en el endurecimiento hasta un máximo en un tiempo de envejecimiento a 500 horas. Las observaciones por medio del microscopio electrónico de transmisión (MET) mostraron que el mejoramiento de la resistencia y la dureza se deben a la fina (casi redonda) precipitación de nanocarburos (medido como la densidad de carburo). La mayor cantidad de precipitación en ambas aleaciones ocurre a 500 h. La degradación de la microestructura y de las propiedades mecánicas se debe al crecimiento de grano a través del proceso selectivo de engrosamiento por sobre-envejecimiento.

Una gran cantidad de precipitaciones sucedieron a 500 horas debido al pico de envejecimiento. Después de las 500 horas, el deterioro de las microestructuras heterogéneas se debe al engrosamiento de nano carburos debido al sobre-envejecimiento.

Para las soldaduras en servicio, es necesario estimar el grado de degradación del material con el fin de garantizar la seguridad y la calidad de las soldaduras. Sin embargo, es difícil obtener probetas de la soldadura en servicio. Por lo tanto, la evaluación de degradación por métodos no destructivos como la evaluación por ultrasonido es necesaria. La evaluación no destructiva por ultrasonido es muy conocida para la detección y caracterización de defectos en componentes metálicos y no metálicos como lo son las soldaduras [33].

El envejecimiento artificial de uniones soldadas de la tubería de acero API 5L X-52 fue estudiado usando análisis espectral por ultrasonido. Los resultados de estas mediciones muestran que la velocidad ultrasónica no se ve afectada significativamente por el envejecimiento; solo pequeñas

variaciones fueron detectadas asociándolas con la degradación de las propiedades de resistencia y dureza. Por otra parte, las mediciones de atenuación ultrasónica fueron más sensibles al envejecimiento, tanto en el material de aporte y el material base. Un incremento en el coeficiente de atenuación durante un tiempo inicial de envejecimiento fue atribuido a la precipitación de finos nanocarburos y un incremento en el tamaño de grano de la ferrita. Después de 200 horas de envejecimiento, el coeficiente de atenuación disminuyó constantemente, esto fue relacionando al engrosamiento de las nanopartículas y el crecimiento de la ferrita. Este fenómeno fue más grande en el material de aporte que en el material base debido al incremento de precipitaciones y su bajo engrosamiento, estos resultados podrían conducir a el desarrollo de un método de ensayo no destructivo para el monitoreo de la degradación de la tubería soldada que ha estado en servicio largo tiempo bajo condiciones de envejecimiento [23].

P. Morales Et. Al. [10] llevaron a cabo un estudio en las tuberías de acero API 5L grado X52 y X70 para la Industria Petrolera Mexicana donde presento el fenómeno del envejecimiento atribuido a las condiciones variables de servicio, tales como los periodos de exposición prolongados a temperaturas moderadas de 50°C y presiones variables de operación.

El proceso del envejecimiento se realiza artificialmente mediante un tratamiento térmico a temperatura constante por diferentes tiempos. Encontraron una disminución del número de tamaño de grano.

Como las tuberías son afectadas por las interacciones químicas con los hidrocarburos que transportan o con el medio ambiente que los rodea, midieron la velocidad de corrosión en medio salino conteniendo cloruros a temperatura ambiente, por medio de la técnica de polarización lineal. Encontraron que el potencial de corrosión se desplaza en dirección negativa, mientras la densidad de corriente de corrosión, velocidad de corrosión y susceptibilidad a la corrosión incrementó a medida que aumenta el tiempo del envejecimiento. Este comportamiento se puede asociar con el aumento del tamaño de grano y formación gradual de precipitados en la matriz.

Después de realizar las pruebas electroquímicas de corrosión, las superficies expuestas a corrosión se observaron en el microscopio electrónico de barrido, detectando cambios en la superficie como varios depósitos de los productos de corrosión. Sin embargo, este estudio no presenta la relación entre el envejecimiento y propiedades mecánicas.

Y. C. Garcés y L. A. Sáenz [34] realizaron un estudio sobre un acero microaleado X60 (0.175%C, 0.001%Mo, 0.005%Cr, 0.003%Al, 0.013%Ni, 0.63%Mn, 0.22%Si, 0.05%P y 0.010%S) envejecido artificialmente a 600°C por 1 hasta 9 min. La prueba de tensión se realizó a una velocidad de deformación de $6.6 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ dentro de la zona elástica y una vez que se pasa a la zona plástica aumentaron la velocidad de deformación a $3.3 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ hasta llegar a la ruptura del material. La resistencia a la cedencia, resistencia a la tensión y dureza Vickers máximas se presentaron con 1 min del envejecimiento, alcanzando un aumento del 152 % en la resistencia a la cedencia, indicando un endurecimiento y microestructura compuesta por martensita y ferrita. Bajo cualquiera de las condiciones obtuvieron mayor dureza y resistencia comparadas con la condición original. Un comportamiento opuesto observó en la elongación que se redujo para todas las condiciones. De la prueba de impacto Charpy V, la energía absorbida disminuye el doble de la energía original con 1 min. Posteriormente, se presentó una tendencia constante para los demás tiempos comparados con la condición original. Observaron el mecanismo de fractura mixta para todas las condiciones. De los resultados de tenacidad a la fractura, encontraron que el envejecimiento incrementó la velocidad de propagación de grieta con la reducción de la resistencia a la iniciación de grietas.

Watanabe Et. Al. [35] reportaron una soldadura en multicapas de acero (2.25%Cr y 1%Mo) envejecida artificialmente a 550°C por tiempos hasta por 30,000 h, donde la zona afectada por el calor de grano fino adyacente al metal base presenta los valores de dureza mínimos, cambios microestructurales, tales como la aglomeración y engrosamiento en los precipitados.

U. Sharma y D. G. Ivey [11] analizaron con microscopia electrónica Las propiedades mecánicas de la región de la soldadura y las fases características que la constituyen en acero para tubería API X-60 y X-65 El proceso de soldadura se llevó a cabo por medio del proceso de soldadura longitudinal por arco sumergido. Las inclusiones que se encontraron fueron de tamaño pequeño (0.5- 2 μm) y una distribución homogénea. Sin embargo el material base muestra inclusiones más grandes (7-10 μm). La microestructura encontrada en el cordón y el material base se compone principalmente de ferrita poligonal y ferrita acicular. Esta microestructura provee buenas propiedades en el cordón (resistencia y tenacidad).

W. S. Kim [36] nos muestra los cambios de dureza en las diferentes zonas de la se pueden observar grandes diferencias. Una considerable disminución de la dureza se puede observar en la zona recalentada. La dureza en la ferrita-perlita incrementa con el incremento del contenido de perlita. Los valores obtenidos de la dureza están dentro de los límites recomendados para evitar la fractura y el agrietamiento en el cordón de soldadura.

H. Kim Et. Al. [37] y colaboradores midieron la atenuación para las muestras isotérmicas, US-ing un transductor plano con 10, 20 MHz frecuencia central nominal. La velocidad de muestreo fue de 200 MHz, y el Sistema C-scan. Las señales C-scan se obtuvieron con un intervalo de 0,1 mm a lo largo de los ejes x y y. La atenuación ultrasónica se calculó usando los datos obtenidos del sistema C-scan.

Utilizando múltiples ecos de superficie trasera, obtenemos atenuaciones promedio medidos de la isoterma AISI envejecido de especímenes de acero inoxidable la Atenuación de las muestras aumentó al aumentar el tiempo de envejecimiento, y, la fracción de área de los precipitados también aumentó con el tiempo de envejecimiento. Por lo tanto, podríamos obtener la relación entre la fracción de área de los precipitados y atenuaciones, y hemos encontrado que las fracciones de área de precipitados, y atenuaciones, del envejecimiento isotérmico AISI 316L muestras de acero inoxidable están en proporción.

Zergoug Et. Al. [38] Para los ensayos por corrientes Eddy, realizaron un estudio para la caracterización de la microestructura enfocándose en la zona afectada térmicamente de las soldaduras en aluminio y acero utilizando corrientes Eddy, utilizando probetas a las cuales se les realizó un ataque electroquímico para corroerlas artificialmente. Muestran que la dureza Brinell y la impedancia del material se comportan de manera similar en los tratamientos térmicos que se realizaron a las probetas. Concluyendo que ésta técnica demuestra gran sensibilidad para la caracterización de los materiales incluso para la determinación de la microestructura, demostrando que todas las modificaciones en la microestructura pueden ser cuantificadas por ésta técnica.

Shaikh Et. Al. [39], investigaron la posibilidad de la aplicación de las corrientes Eddy para cuantificar la sensibilización y la corrosión intergranular en un acero inoxidable envejecido, estableciendo relaciones empíricas entre la amplitud de las corrientes Eddy y parámetros para la cuantificación al grado de sensibilización del acero. Concluyendo que esta técnica es muy confiable

en el monitoreo de la cuantificación del grado de sensibilización del acero y por lo tanto para determinar qué tan propenso es el acero al ataque por corrosión intergranular.

Yunze et. al.[40] caracterizaron la corrosión en piezas mediante el uso de corrientes Eddy pulsadas expuestas uno a diez meses a la atmósfera en ambientes marinos, se analizaron muestras con y sin recubrimiento. Consideraron la conductividad eléctrica y la permeabilidad magnética del material como las variables para la caracterización de la corrosión, concluyendo que ambas propiedades decrecen conforme el grado de corrosión aumenta. Mediante el uso de estos dos parámetros, capaz de caracterizar la corrosión en etapas tempranas, dicha ecuación fue generada con las mediciones realizadas en las probetas.

S. Konoplyuk Et.Al. [41] propusieron un método rápido y conveniente de corriente de Foucault para la evaluación de propiedades mecánicas de fundiciones dúctiles. A pesar de la variedad de tratamientos térmicos e iniciales composiciones de método de fundición dúctil mostraron buena viabilidad para la evaluación de dureza y resistencia a la tracción.

Dado que este método no destructivo puede predecir con éxito propiedades dependientes de la matriz funciona bien cuando se aplica a especímenes con morfología de grafito similar donde el método ultrasónico falla.

CAPÍTULO 3

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

Capítulo 3 Desarrollo experimental

Con el objeto de recabar datos de manera eficiente y obtener las mejores condiciones para el envejecimiento artificial de la unión soldada (soldadura, zona afectada térmicamente y material base) de las tuberías API 5L X60 y X65 y poder evaluar sus propiedades mecánicas y microestructurales, se procedió de acuerdo al diagrama de la Figura 3.1.

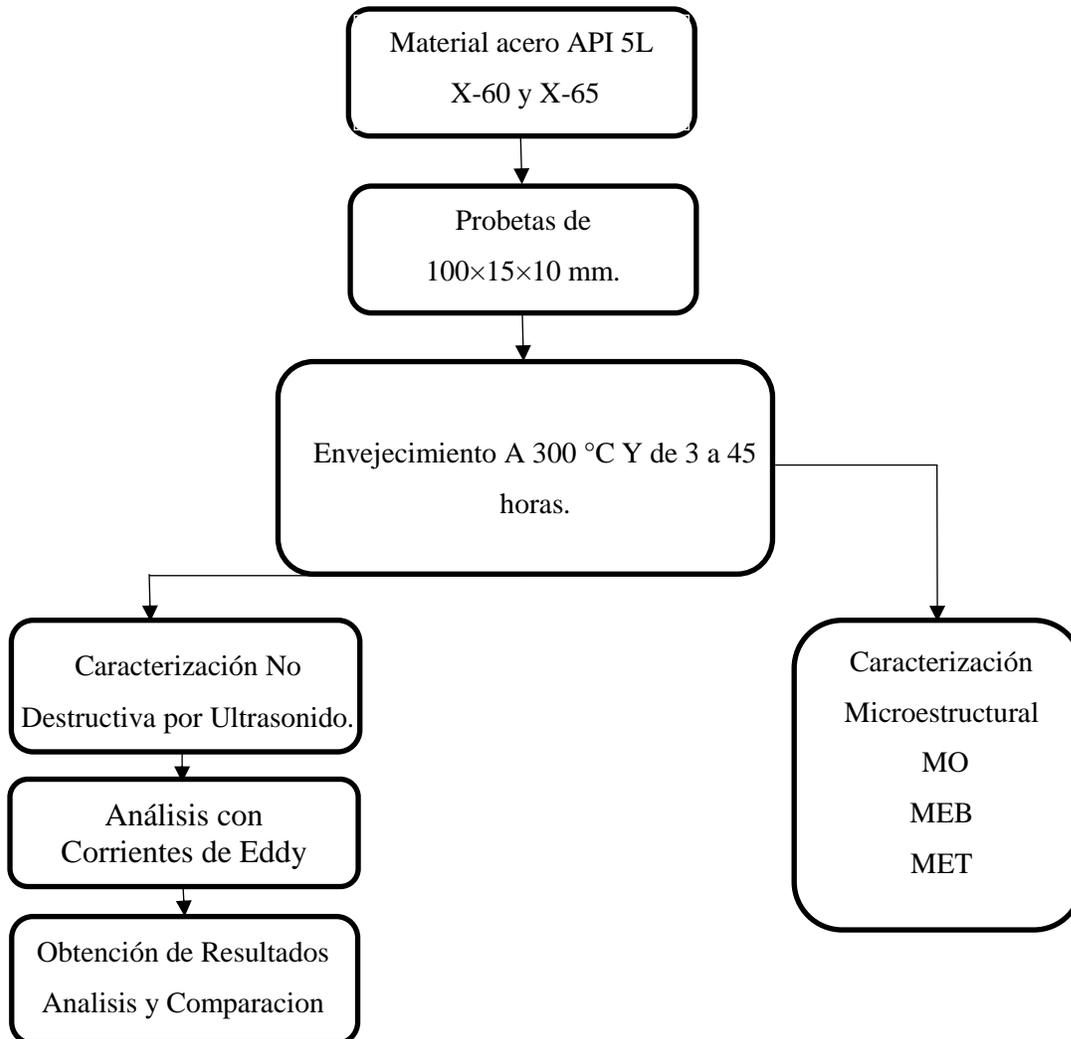


Figura 3.1 Diagrama de desarrollo experimental.

3.1 Material

El material a utilizar para la presente investigación es una tubería de acero API 5L X-60 y X-65 fabricada de acuerdo a API 5L. La composición química de la tubería fue proporcionada por el fabricante (Productora Mexicana de Tubería) y se muestra en la Tabla 3.1:

De una porción de tubería de acero API 5L X-60 se cortaron probetas con dimensiones de 200×14.30×14.30 mm y de una porción de tubería API 5L X-65 se cortaron probetas de 200×14.30×9.80 mm. Las dimensiones de las probetas se decidieron en función de los requerimientos de las técnicas que se utilizaron para su caracterización. Se obtuvieron 16 probetas (8 de cada acero)

Tabla 3.1: Composición química de los aceros X-60 y X-65(% en peso)

Steel	C	Mn	P	S	Al	Nb	Cu	Cr	Ni	V	Ti
X-60	0.025	1.57	0.012	0.002	0.044	0.097	0.31	0.29	0.17	0.03	0.014
X-65	0.04	1.48	0.12	0.002	0.041	0.047	0.1	0.02	0.08	-	0.017

3.2. Envejecimiento artificial

Para la determinación del tiempo y temperatura del tratamiento térmico de envejecido se utilizó la ecuación de Hollomon-Jaffe, utilizando los datos publicados en las referencias [2], se determinaron diferentes tiempos de envejecido para la obtención del pico máximo de dureza obtenido en el cual se encuentra a 500 horas de envejecimiento a una temperatura de 250 °C (523 K). Se determinó el Parámetro de Hollomon-Jaffe y el tiempo del tratamiento térmico utilizando un valor de T=300°C (573 K).

De la bibliografía se obtienen los datos con los que se calculó el parámetro de Hollomon-Jaffe; Para ello, el material que se eligió de referencia es un API 5L X-52 con tratamiento de envejecimiento a una temperatura de 250 °C ± 5 °C (523 K), la dureza máxima medida es de 235 HV en la soldadura con un tiempo de 500 h de acuerdo a Vargas y colaboradores [42].

Sustituyendo estos valores en la ecuación se calculó el parámetro de Hollomon-Jaffe [20]:

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

Por lo que el parámetro de Hollomon-Jaffe calculado es $p = 11871.56$.

Utilizando la misma ecuación y aumentando la temperatura a 300 °C (573 K) y el parámetro calculado de Hollomon-Jaffe $p = (c + \log t)$ despejamos el tiempo t [20] para tener:

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

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

$$\log t = 0.7182548$$

$$t = 10^{0.7182548} = 5.22 \text{ h}$$

Por lo que, 5.22 horas es el tiempo de envejecido a 300 °C equivalente al envejecido a 500 horas y 250 °C en el cual se registró según la literatura el punto máximo de dureza. A partir de este dato se diseñó el tratamiento de envejecimiento para los dos materiales API 5L X- 60 y X-65 Tabla (3.2), el cual se llevó a cabo con tiempos de 3 h, 5 h, 7 h, 9 h, 18 h, 30 h y 45 h a 300 °C. Posteriormente la superficie fue liberada del óxido formado como consecuencia del tratamiento térmico de envejecimiento. Después de la remoción de óxido se llevaron a cabo todas las técnicas de caracterización.

Tabla 3.2 Equivalencia de envejecido natural y artificial.

Tiempo de envejecido natural 50 °C [h]	Tiempo envejecido artificial 300 °C [h]
0	0
272	3
475	5
688	7
900	9
1937	18
2414	22
2655	24
2898	26
3388	30
4141	36
5288	45

3.3 Dureza Vickers (HV)

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

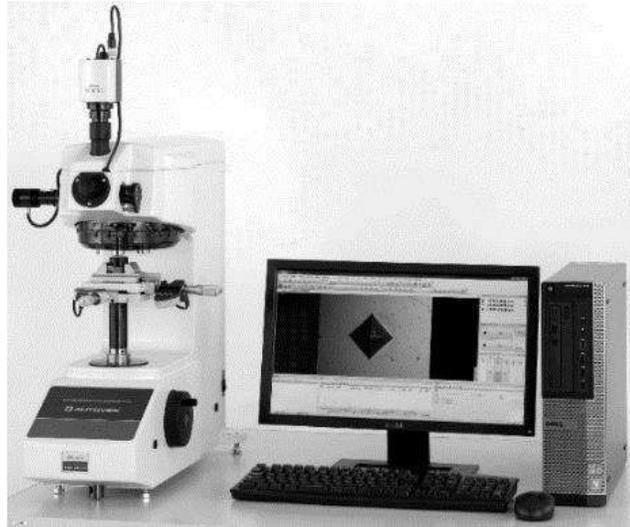
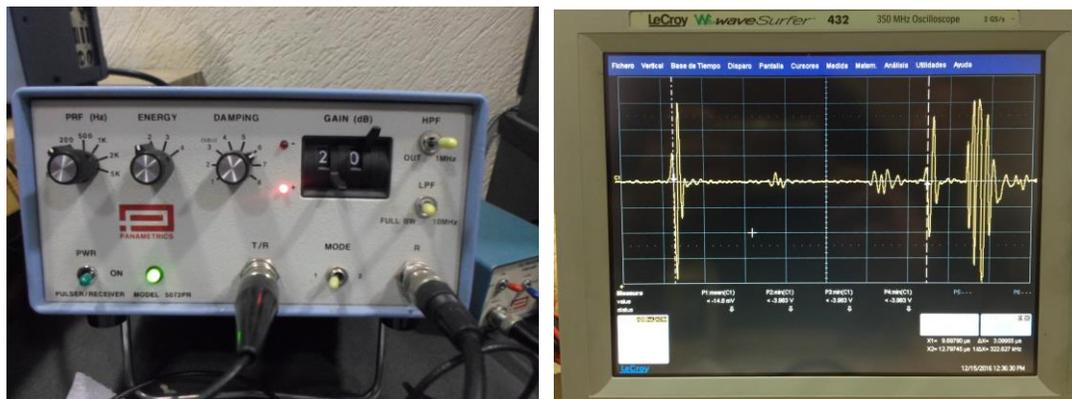


Figura 3.2 Microdurómetro para dureza Vickers.

3.3. Ultrasonido

Para las mediciones por ultrasonido se utilizó un pulsador receptor para emitir las señales de ultrasonido Panametrics modelo 5672PR Figura 3.3a y un osciloscopio digital LeCroy waveSurfer 432 Figura 3.3b para el análisis las señales recolectadas.



a) pulsador-receptor

b) Osciloscopio digital

Figura 3.3 Equipos para el estudio de ultrasonido

3.3.1 Velocidad longitudinal

Para la medición de velocidades longitudinales, se utilizó un transductor longitudinal V116 20/.125 (20 MHz y 0.125 in de diámetro) con un acoplante Formaldehyde y Glycol sin Éter. Se tomaron diez lecturas en cada una de las diferentes zonas de la soldadura (30 lecturas para cada probeta). Y se determinó la velocidad utilizando la Ecuación 27 donde d es el espesor donde se realiza la medición y t el tiempo de vuelo entre dos ecos consecutivos.

$$c_L = \frac{2d}{t} \quad (27)$$

En cada punto donde se realizaron las mediciones se midió el espesor de la muestra con un micrómetro para determinar la velocidad longitudinal con la mayor exactitud posible, también se determinó la desviación estándar para cada una de las velocidades calculadas con para determinar la precisión de las mediciones.

3.3.1.1 Corrección de difracción para la velocidad

Con los datos obtenidos de la medición de velocidad longitudinal se procedió a calcular la corrección Δt con la ecuación 28

$$\Delta t = \frac{[\phi(s_n) - \phi(s_m)]}{2\pi f} \quad (28)$$

Donde para calcularla primero se debe calcular λ , z y S conociendo previamente las velocidades de los materiales

$$\lambda = \frac{v}{f} \quad (29)$$

$$z = 2ln \quad (30)$$

$$s_n = \frac{2lnv}{a^2 f} \quad (31)$$

De la tabla 2.1 se obtiene que $b=0$ para el acero y con la Figura 2.6 obtenemos ϕ para m y para n . Ya con todos estos valores se sustituye en la ecuación 28 y obtener Δt .

Para después Δt sumarlo a t' y así obtener t con la cual se calcula la velocidad longitudinal corregida

$$t = t' + \Delta t \quad (32)$$

3.3.2. Atenuación ultrasónica

Para determinar el coeficiente de atenuación ultrasónica se mide la caída de voltaje entre dos ecos consecutivos (medición de máximo a máximo de ambos ecos). El coeficiente de atenuación se determinó de forma general mediante la Ecuación 33.

$$\alpha = \frac{1}{2d} \ln \left(\frac{A_2}{A_1} \right) \quad (33)$$

3.3.3. Velocidad de corte

Para la medición de velocidades longitudinales, se utilizó un transductor transversal V222- BB 20/.25 (20 MHz y 0.25 in de diámetro) con acoplante Formaldehyde y Glycol sin Ether. Se tomaron diez lecturas en el cordón de soldadura y se determinó la velocidad utilizando la Ecuación 27.

El porcentaje de birrefringencia (factor de anisotropía) se determinó mediante la Ecuación 34

$$B = \frac{2(c_{12} - c_{13})}{c_{12} + c_{13}} \times 100 \quad (34)$$

donde C_{12} y C_{13} son las velocidades ultrasónicas de corte polarizadas en las diferentes direcciones 0° y 90° respectivamente (en ciertas referencias se hace referencia a las dos velocidades de corte como velocidad de corte en su modo rápido y velocidad de corte en su modo lento).

3.4 Corrientes de Eddy.

El cambio de la conductividad eléctrica en el acero API 5l X-60 y X-65 envejecido se estudió en las probetas con distintas temperaturas de envejecimiento, con la finalidad de detectar el cambio de la conductividad eléctrica en cada uno de las probetas envejecidas a diferente tiempo. Se realizaron las mediciones de conductividad eléctrica por medio de corrientes de Foucault en las probetas envejecidas, las mediciones se hicieron asegurando tener la repetitividad necesaria para tomarlas como una medición correcta y por lo tanto reducir el error al hacer la evaluación de la conductividad eléctrica por medio corrientes de Foucault. En las probetas bajo ensayo. Para la medición de la conductividad eléctrica la probeta estudiada fue colocada sobre la mesa de trabajo

lejos de materiales conductores para que no hubiera influencia de los materiales circundantes conductores en las medidas realizadas.

Las mediciones de la conductividad eléctrica por medio de las corrientes de Foucault se realizaron en el equipo NORTEC® 500 serie Figura 3.4 500D y un transductor de frecuencia 250 KHz y una ganancia de 42 dB, teniendo la precaución de realizar las mediciones correctamente a cada probeta utilizando el tiempo suficiente en cada una de ellas. Para asegurar que la medición de la conductividad eléctrica sea la correcta, se calibra el equipo con dos materiales de referencia donde sea conocido el valor de la conductividad eléctrica de cada uno de los materiales.



Figura 3.4 Equipo Nortec® 500 Serie D

3.5. Análisis Microestructural

La caracterización de la microestructura en los aceros se realizó en la zona de fusión, zona afectada térmicamente y material base, en las probetas envejecidas a diferentes tiempos.

Para esto se utilizó un microscopio óptico, un microscopio electrónico de barrido y un microscopio electrónico de transmisión.

Se prepararon las piezas desbastando con lija desde el 600 hasta el 2000 para proceder a su pulido con pasta de diamante de grado 9 hasta llegar a grado 1 obteniendo así un acabado espejo para posteriormente ser atacadas superficialmente con Nital (2% HNO₃ metanol (98%)) para así revelar la microestructura.

3.6 Microscopia

3.6.1. Microscopia óptica

Después del ataque químico de los especímenes, fueron observados con el microscopio óptico invertido de banco, modelo EIPHOT 300 Figura 3.5, el cual cuenta con objetivos de 50X, 100X, 200X, 500X y 1000X, con una cámara digital, modelo EIPHOT 300. que cuenta con una escala de referencia de 1 milímetro, dividido en 100 partes de 10 μm . Con esta técnica se obtiene la información en forma de fotos para identificar correctamente las zonas a estudiar.



Figura 3.5 Microscopio Óptico de Banco EIPHOT 300.

3.6.2 Microscopia electrónica de barrido

Se utilizó el microscopio electrónico de barrido (MEB) para observar los cambios microestructurales que ocurren durante el envejecimiento de las probetas y para esta tarea se utilizó un microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM-6400 Figura 3.6, con filamento de tungsteno termoiónico, con un voltaje de operación de 15 kV. Como el material es magnético no se obtuvo la resolución deseada se procedió a obtener replicas de carbón de la superficie del material y así visualizar los precipitados y utilizando análisis se pudo identificar el contenido de estos que se forman con el envejecido.

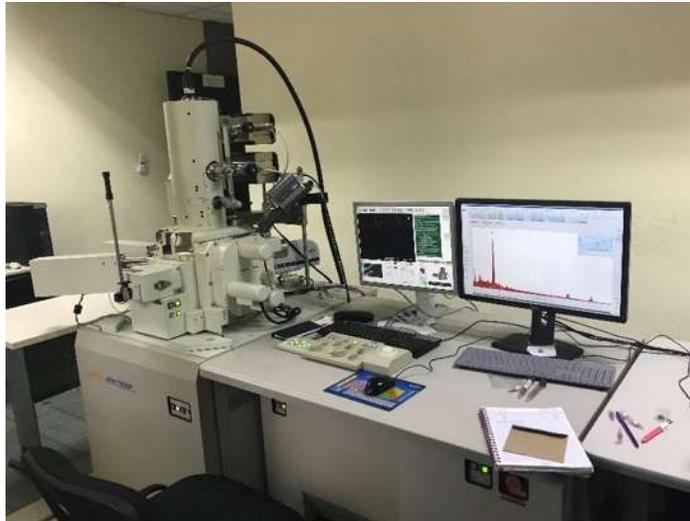


Figura 3.6 Microscopio electrónico de barrido

3.6.4 Réplicas de carbono

Para obtener las réplicas de carbono se realizó un pulido fino con lijas del 400 al 2000 y mediante pasta de diamante de 3 y 1 micra (μm) se le dio el acabado espejo, para posteriormente revelar la microestructura con con nital (2% ácido nítrico, 98% alcohol) de 10 a 15 segundos, y enjuagadas en alcohol y poder colocar la película de carbono en una metalizadora 108 Carbon/A Figura 3.7 La cual se programó con 8 segundos para obtener la película lo siguiente es volver a atacar con nital (2% ácido nítrico, 98% alcohol) de 10 a 15 segundos para desprender los precipitados.



Figura 3.7 Metalizadora 108 Carbon/A

Posteriormente se realiza otro ataque con nital (10% ácido nítrico, 90% alcohol) de 25 a 35 segundos para poder desprender la película de carbón se introduce esta en agua destilada en un ángulo de 120 grados para dejar la película flotando en el agua y poder colocarla en una rejilla de cobre.

3.6.5 Microscopia electrónica de transmisión

Para esta caracterización se utilizó un microscopio modelo Tecnai Supertwin con emisión de campo Figura 3.8 para obtener imágenes de la evolución del envejecido debido a que esta se da a nivel nanométrico.

Se utilizó la técnica de réplicas de carbono para poder ver los precipitados sin afectar tanto el material. Con el cual se observaron los precipitados y su evolución para confirmar los resultados de la caracterización ultrasónica.



Figura 3.8 Microscopio electrónico de transmisión.

CAPÍTULO 4
ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE
RESULTADOS.

Capítulo 4 Análisis y discusión de resultados.

4.1. Microscopía óptica

La caracterización microestructural se llevó a cabo en las tres zonas de la soldadura de ambos materiales (API 5L X-60 y X-65). Como se puede observar en la Figura 4.1.

El metal base (MB) presenta una microestructura alineada en la dirección de laminado, y la conforman granos de ferrita y perlita Figura 4.1a; La zona afectada térmicamente (ZAT) es la zona que se ve afectada por el ciclo térmico de la soldadura, en esta zona se observan granos gruesos de ferrita y pequeñas colonias de perlita Figura 4.1b; y por último en el cordón de soldadura (CS) se observan granos de ferrita columnar de morfología gruesa, alargada y paralelos a la dirección del flujo de calor aportado durante la soldadura junto con una mezcla de fases de perlita y ferrita acicular fina que están desorientadas respecto a los granos columnares Figura 4.1c.

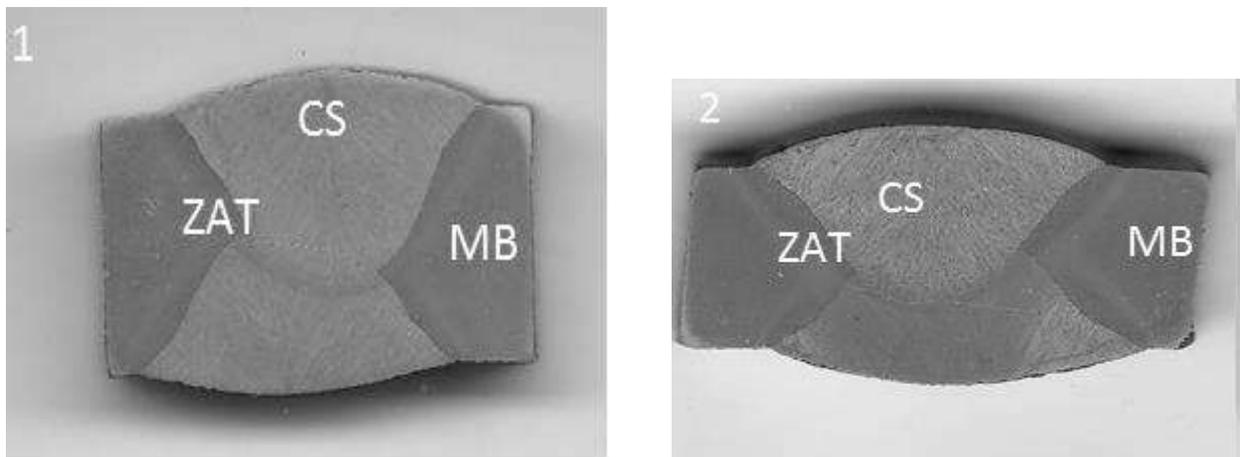


Figura 4.1 Diferentes zonas de la soldadura de ambos materiales 1) API 5L X-60, y 2) API 5L X-65. a) Material base (MB), b) zona afectada térmicamente (ZAT), c) cordón de soldadura (CS).

La caracterización microestructural se llevó a cabo en las tres zonas de la soldadura del material X-65. En el metal base (MB) tiene una microestructura alineada en la dirección de laminado, y la conforman granos de ferrita y perlita, con la diferencia de que los granos del material base son más gruesos que los granos del MB del material X-60 Figura 4.2a;

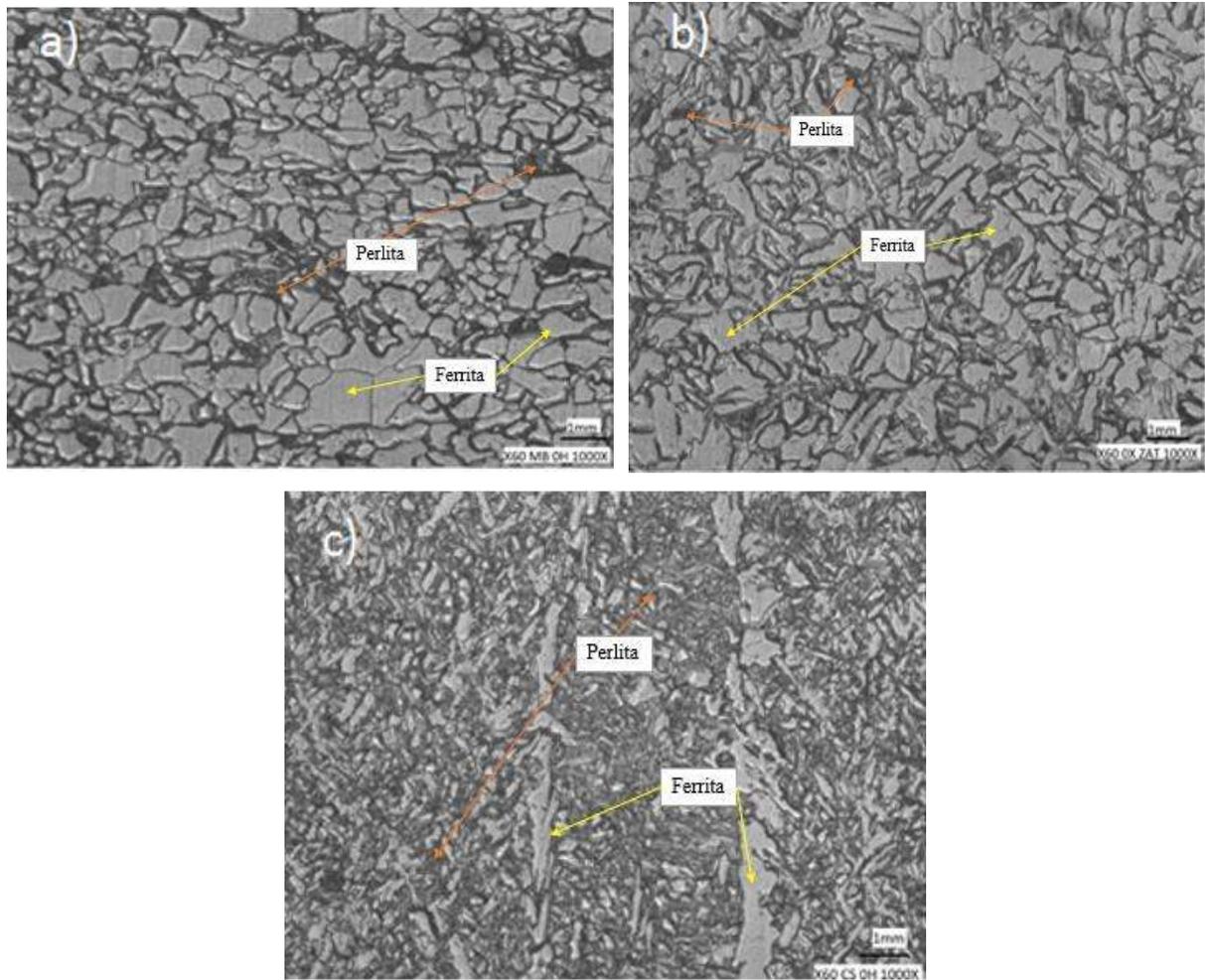


Figura 4.2 Microestructuras de la soldadura del acero X-60 sin envejecido a) Material base b) Zona afectada térmicamente c) Cordón de soldadura.

La zona afectada térmicamente (ZAT) es la zona que se ve afectada por el ciclo térmico de la soldadura, en esta zona se observan granos gruesos de ferrita y pequeñas colonias de perlita y al igual que con los granos del MB, los granos de la ZAT son más burdos que los de la ZAT del material X-60 Figura 4.2b; y por último en el cordón (CS) se observan granos de ferrita columnar de morfología gruesa, alargada y paralelos a la dirección del flujo de calor aportado durante la soldadura junto con una mezcla de fases de perlita y ferrita acicular fina que están desorientadas respecto a los granos columnares al igual que con los granos del MB del material X-60.

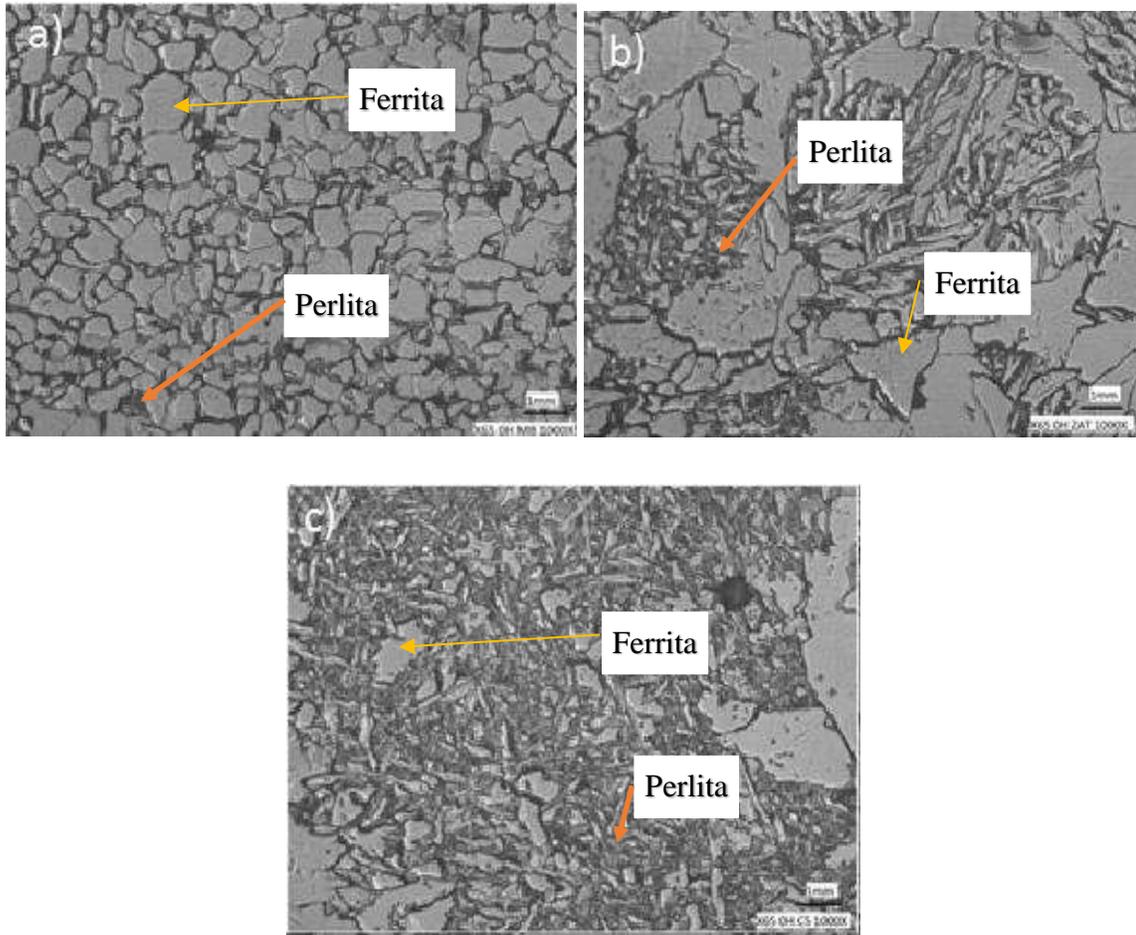


Figura 4.3 Microestructuras de la soldadura del acero X-65 a) material base a, b) ZAT, y c) CS.

4.2. Velocidad ultrasónica

Los resultados obtenidos para las diferentes zonas de la soldadura para cada tiempo de envejecido en el acero API 5L X60 se muestran en la Figura 4.4. Los valores obtenidos demuestran que la velocidad ultrasónica longitudinal es susceptible a los cambios microestructurales y en este caso también a la precipitación de carburos y nitruros conforme a lo reportado. Se puede apreciar un aumento en la velocidad longitudinal en el material base la cual decae a las 5 horas para volver a aumentar en las probetas con tratamientos de 7 horas y 9 horas y posteriormente volver a decaer. En cuanto a la ZAT y el cordón de soldadura, muestran un comportamiento similar donde la velocidad va en ascenso hasta alcanzar un máximo y comenzar a decaer, dicho máximo ocurre en la ZAT de la probeta envejecida por 5 horas y en el cordón de soldadura de la probeta envejecida por 9 horas. Cabe destacar que debido a la tendencia “diferente” en la velocidad en el material base

se repitieron las lecturas para la probeta de 5 horas de envejecimiento y se obtuvo el mismo resultado. Como se mencionó anteriormente se determinó la desviación estándar para cada uno de los puntos mostrados en la Figura 4.4 y se graficaron las barras de error para las diferentes lecturas, pero debido a que son de magnitud muy pequeña (menor a 0.006) no es posible apreciarlas en la gráfica.

Posteriormente se aplicó la corrección de difracción para velocidad (Figura 4.5) mejorando el coeficiente de determinación (R^2), el cual cuanto más cerca de 1 se sitúe su valor, mayor será el ajuste del modelo a la variable.

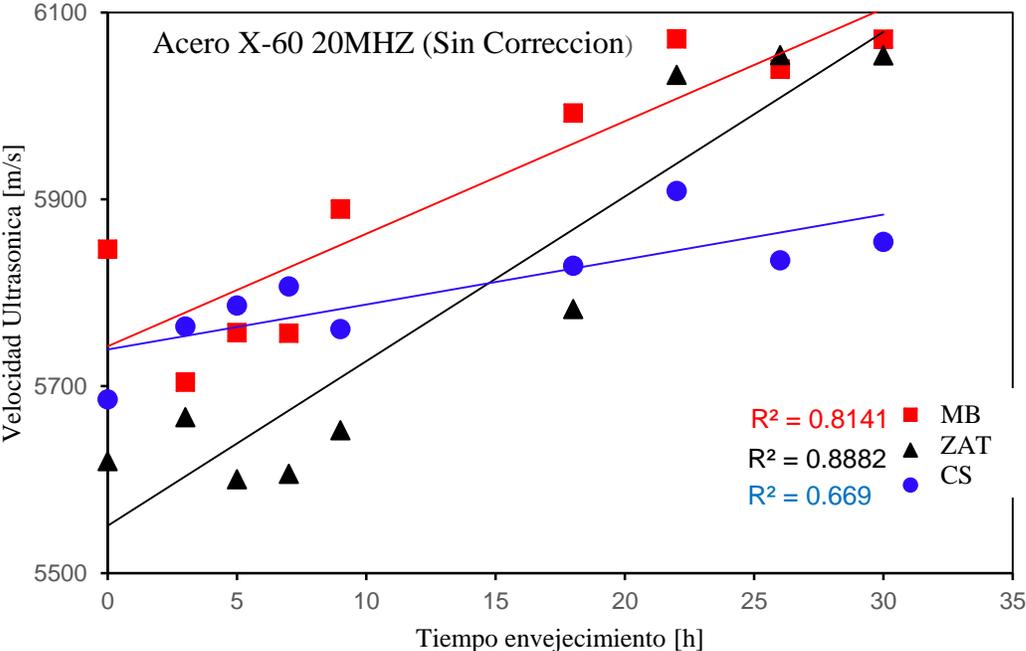


Figura 4.4: Velocidades ultrasónicas longitudinales sin corrección por difracción en las diferentes zonas de la soldadura para diferentes tiempos de envejecido en la tubería de acero API 5L X60

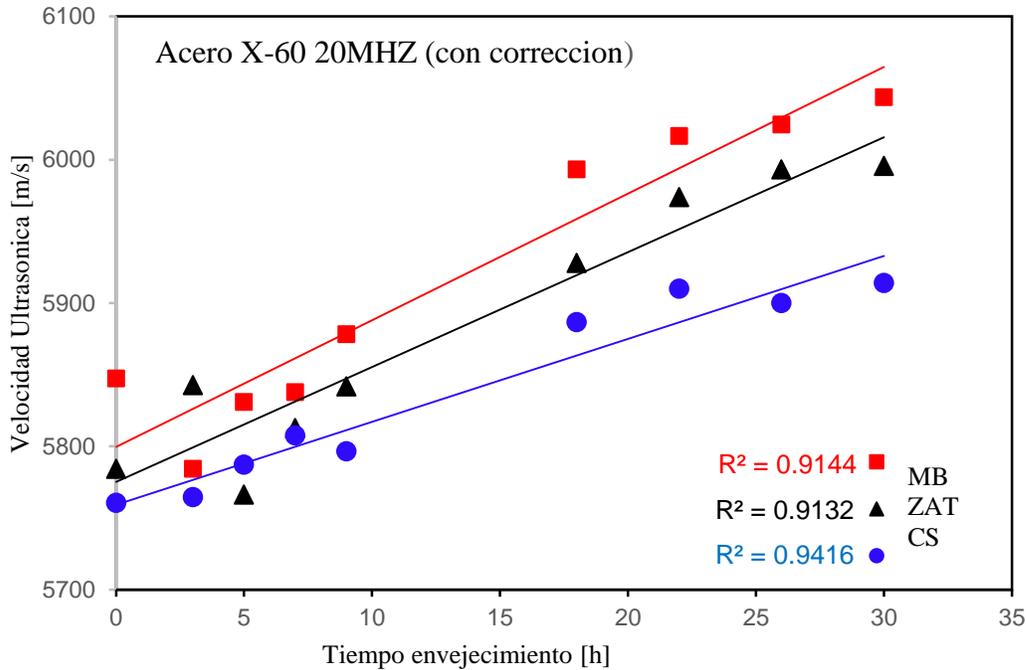


Figura 4.5 Velocidades ultrasónicas longitudinales con corrección por difracción en las diferentes zonas de la soldadura para diferentes tiempos de envejecido en la tubería de acero API 5L X-60

En cuanto a los resultados obtenidos para las diferentes probetas de acero API 5L X-65, pueden verse en la Figura 4.6, al igual que en la gráfica de velocidades longitudinales para el acero X-60, se aprecia como varía la velocidad longitudinal para cada uno de los diferentes tiempos de envejecido y al aplicar la corrección de difracción para velocidad la tendencia es más clara. En el material base la velocidad longitudinal comienza disminuyendo hasta las 5 horas de envejecido para aumentar en las probetas de 7 y 9 horas para posteriormente volver a disminuir y mantener un valor similar entre las probetas de 18 y 30 horas de envejecido para finalmente tener una caída drástica en la velocidad longitudinal en la probeta envejecida por 45 horas. Será necesario un análisis minucioso de microscopía electrónica de transmisión para conocer el porqué del comportamiento de dichas variaciones en la velocidad ultrasónica. En cuanto a la ZAT y el cordón de soldadura se observa una tendencia similar en los valores de velocidad longitudinal. La velocidad se incrementa ligeramente a las 3 horas de tratamiento, disminuye en la probeta de 5 horas y vuelve a aumentar en las de 7 y 9 horas para volver a disminuir posteriormente. Vale la pena observar que en la zona afectada térmicamente y el cordón de soldadura no se tiene una caída drástica en la velocidad que se observa en el material base, sino que contrario a esto se tiene un aumento en la velocidad.

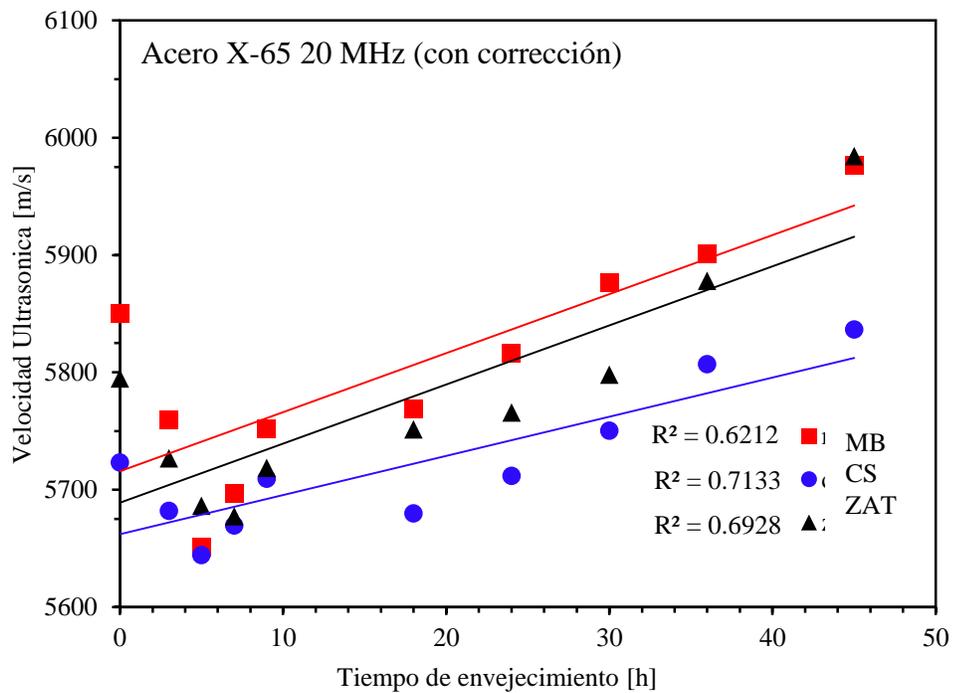
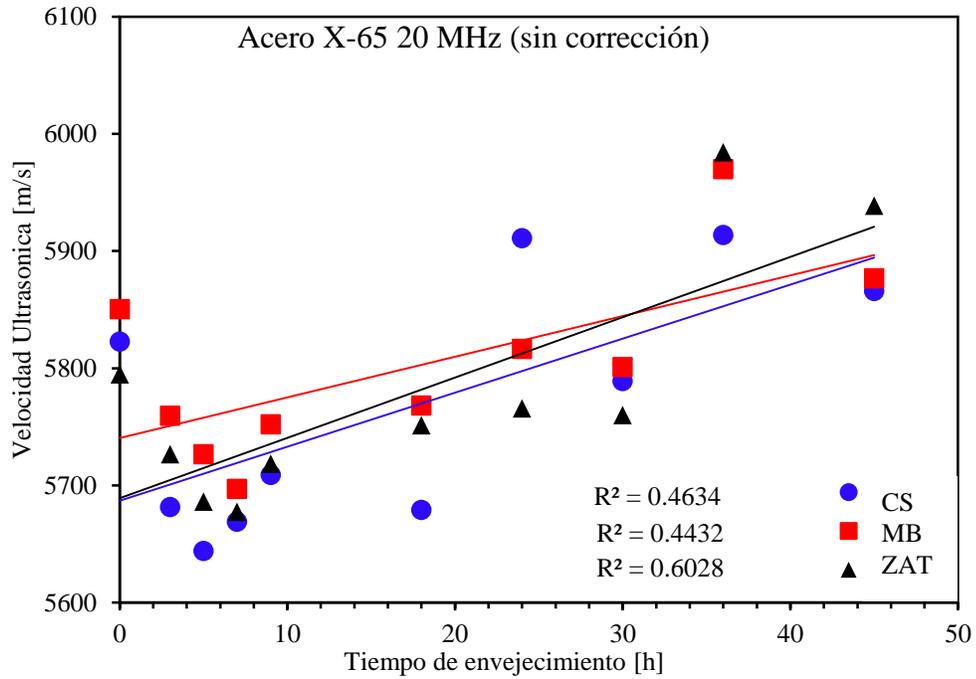


Figura 4.6: Velocidades ultrasónicas longitudinales en las diferentes zonas de la soldadura para diferentes tiempos de envejecido en la tubería de acero API 5L X-65.

Para verificar que las mediciones de velocidad fueran confiables se calculó la varianza estadística en los dos aceros X-60 (Tabla 4.1) y X-65 (Tabla 4.2) mostrando como mayor valor .002709 en

el cordón de soldadura sin tratamiento térmico de X-65 estos resultados bajos indican que las mediciones son confiables.

Tabla 4.1 Valores de varianza estadística en mediciones de velocidad de X-60

horas	0	3	5	7	9	18	30
MB	1.21E-05	2.17E-05	2.31E-05	2.85E-05	2.41E-05	1.80E-06	1.99E-05
ZAT	0.00088506	0.00023679	0.0001049	3.49E-05	6.82E-05	0.00053102	6.84E-05
CS	0.00088416	0.00139828	0.00107751	0.00386554	0.003951205	0.00057565	0.00024289

Tabla 4.2 Valores de varianza estadística en mediciones de velocidad de X-65

horas	0	3	5	7	9	18	30	45
MB	1.02E-05	7.42E-06	1.39E-06	5.49E-06	2.54E-06	2.88E-07	4.62E-07	4.06E-06
ZAT	0.00011987	4.86E-05	7.30E-06	0.00072442	0.00028344	3.73E-06	1.71E-06	1.32E-05
CS	0.002708951	0.00193675	0.000322204	0.0008247	0.00171094	5.89E-06	1.26E-05	0.001206448

4.3. Atenuación ultrasónica

Los resultados obtenidos de los coeficientes de atenuación solo presentan una tendencia útil para la predicción en función del tiempo siendo la zona afectada térmicamente y el cordón de soldadura para el acero API 5L X-60 (Figura 4.7), donde el coeficiente de atenuación aumenta gradualmente hasta alcanzar un valor máximo a las 9 horas de envejecido (esto ocurre en las dos zonas antes mencionadas).

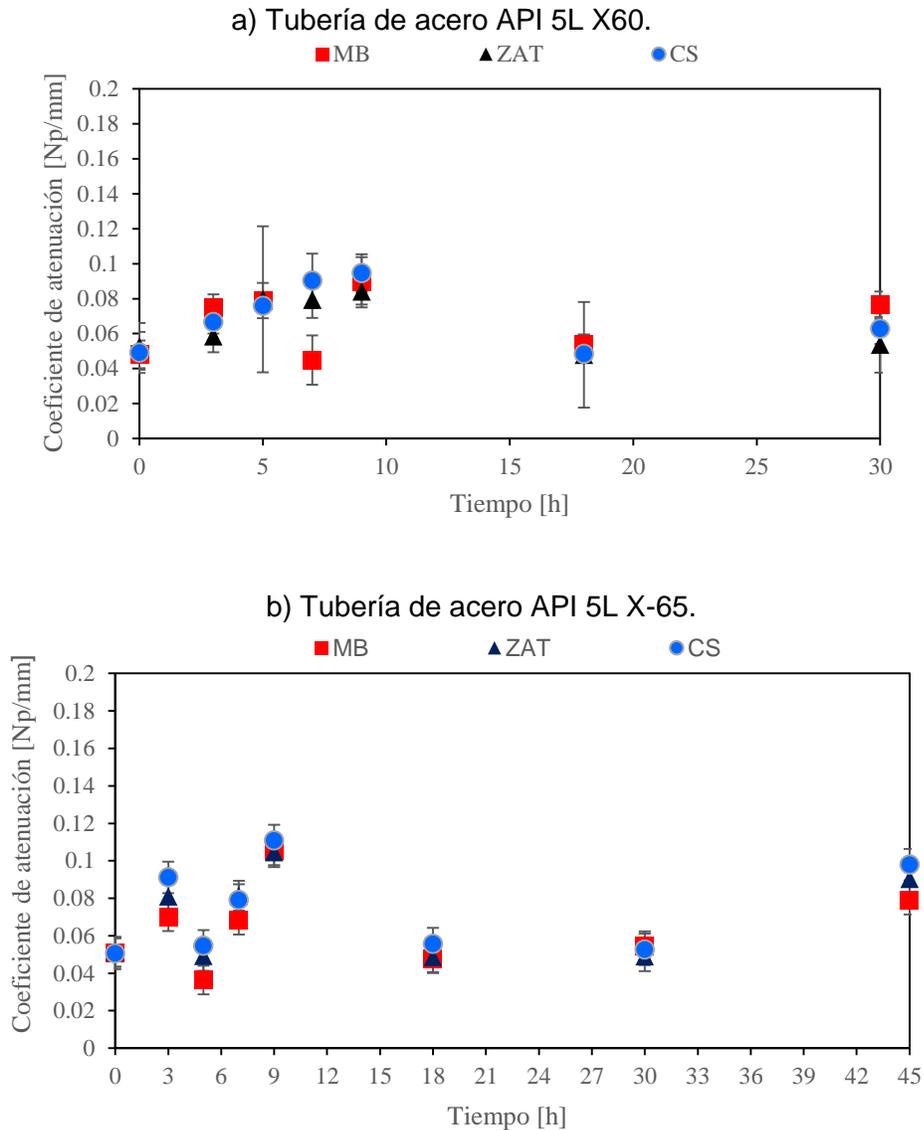


Figura 4.7: Atenuación ultrasónica en cada una de las diferentes zonas de la soldadura para diferentes tiempos de envejecido en cada tubería de acero.

Comenzando a decaer después de las 9 horas, éste comportamiento es aún más uniforme en el cordón de soldadura de la tubería de acero API 5L X-60 la cual presenta el mayor valor de R^2 de todas las líneas de tendencia ($R^2 = 0:897$) seguido de la ZAT en el mismo acero ($R^2 = 0:8649$), ambos valores útiles para la predicción del coeficiente de atenuación, siendo únicamente el material base del acero X-60 el que muestra valores muy dispersos del coeficiente de atenuación.

En cuanto a los coeficientes de atenuación del acero API 5L X-65 en cada una de las zonas de la soldadura, todos tienen valores muy dispersos y las aproximaciones polinómicas presentan valores de R^2 muy bajos para poderlas considerar útiles en la predicción del coeficiente.

Vale la pena mencionar que además los valores de la desviación estándar mostrados en las barras de error de la Figura (4.7) son un tanto elevados.

4.5 Corrientes de Eddy

Los resultados de mediciones a los 2 aceros microaleados en las tres diferentes zonas y a los diferentes tiempos de envejecido son mostrados en la Figura 4.8 y 4.9 con una conductividad eléctrica sin tratamiento térmico de 7.022732897 MS para X-60 y 7.016513935 MS en X-65 nos muestran la misma tendencia ascendente que la obtenida en la velocidad ultrasónica demostrando así que las corrientes de Eddy son también sensibles a los cambios que sufre el material con respecto al envejecimiento sin embargo no son lo suficientemente claros para marcar una diferencia entre las 3 zonas del cordón lo cual no nos permite realizar un diagnóstico adecuado.

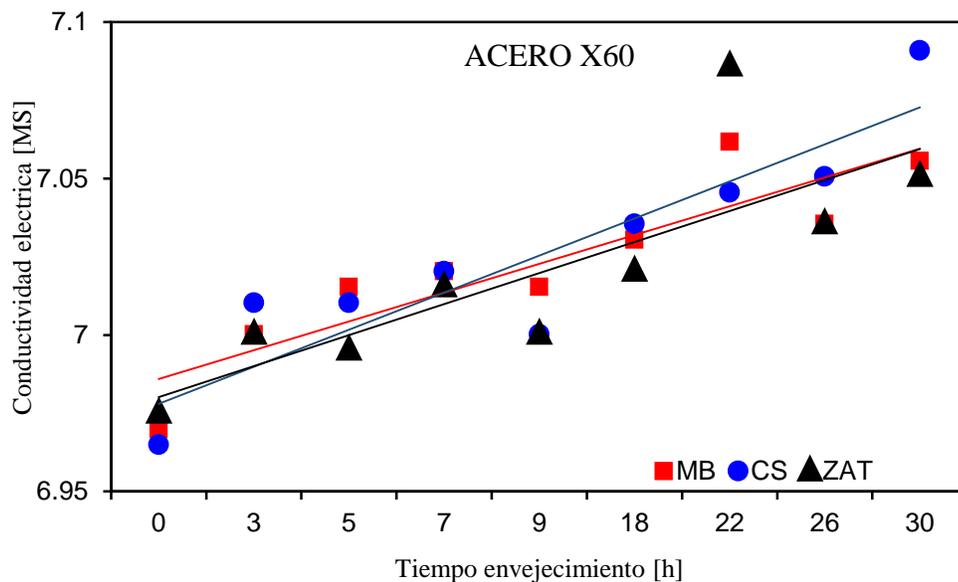


Figura 4.8 Conductividad eléctrica del acero API 5L X-60 según su tiempo de envejecido concuerda la tendencia

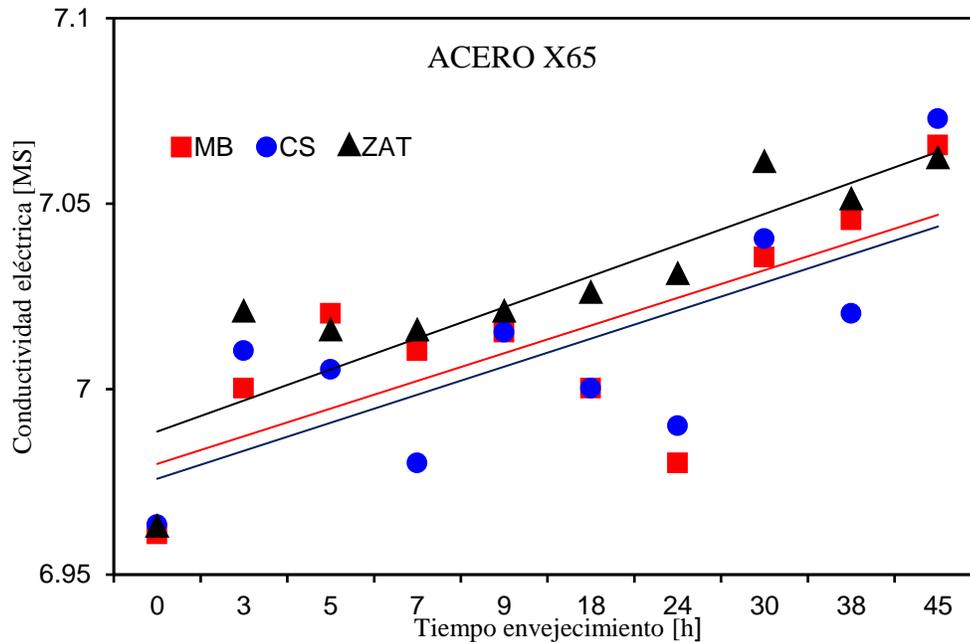


Figura 4.9 Conductividad eléctrica del acero API 5L X-65 según su tiempo de envejecido concuerda la tendencia

4.6 Microdureza

La microdureza Vickers en función del tiempo de envejecimiento y de las diferentes zonas de la soldadura (MB, ZAT y CS) envejecidos a 300 °C se presenta en la Figura (4.10). El efecto del envejecimiento fue un incremento de la dureza Vickers en las tres microestructuras de forma gradual. Este endurecimiento se atribuye a la precipitación de segundas fases, dando como resultado un endurecimiento por precipitación. [4]

El cordón presentó la mayor microdureza Vickers en todos los tiempos del envejecimiento seguido por la ZAT y metal base fue el que mostró la menor dureza. La ZAT mostró mayor dureza que el metal base y esto se puede atribuir al ciclo térmico durante la soldadura en la cual la microestructura se vio afectada por la recristalización y la transformación de fase. El cordón durante el tratamiento tuvo la mayor microdureza y se puede atribuir a que durante el ciclo térmico de la soldadura, no existe el tiempo necesario para que la microestructura llegue a su forma más estable (Figura 4.9).

Los resultados de la microdureza Vickers para los aceros API-5L X-60 y X-65 de la Figura 4.9 muestran una tendencia a incrementar en los primeros tiempos de envejecimiento, esto se le atribuye a la precipitación de cementita (Fe_3C), y la precipitación del carburo- ϵ (Fe_2C), esta precipitación de carburos ocurre principalmente en las dislocaciones dentro del grano, que al precipitar en las dislocaciones estos interactúan entre sí, dando como resultado el aumento de la

dureza, otro factor al que se atribuye el aumento en la dureza del material es la precipitación del NbC en los límites de grano, cabe destacar que la mayoría de los precipitados de los elementos microaleantes (Ti, V y Nb) dentro de estos aceros permanecen sin cambios durante todo el envejecimiento [2]. La disminución de la dureza se debe al engrosamiento de la cementita a expensas de los precipitados de cementita de menor tamaño y del carburo- ϵ ya que esta fase es una fase metaestable y con la facilidad que se le da al aumentar la temperatura esta tiende al equilibrio o a una fase más estable [36].

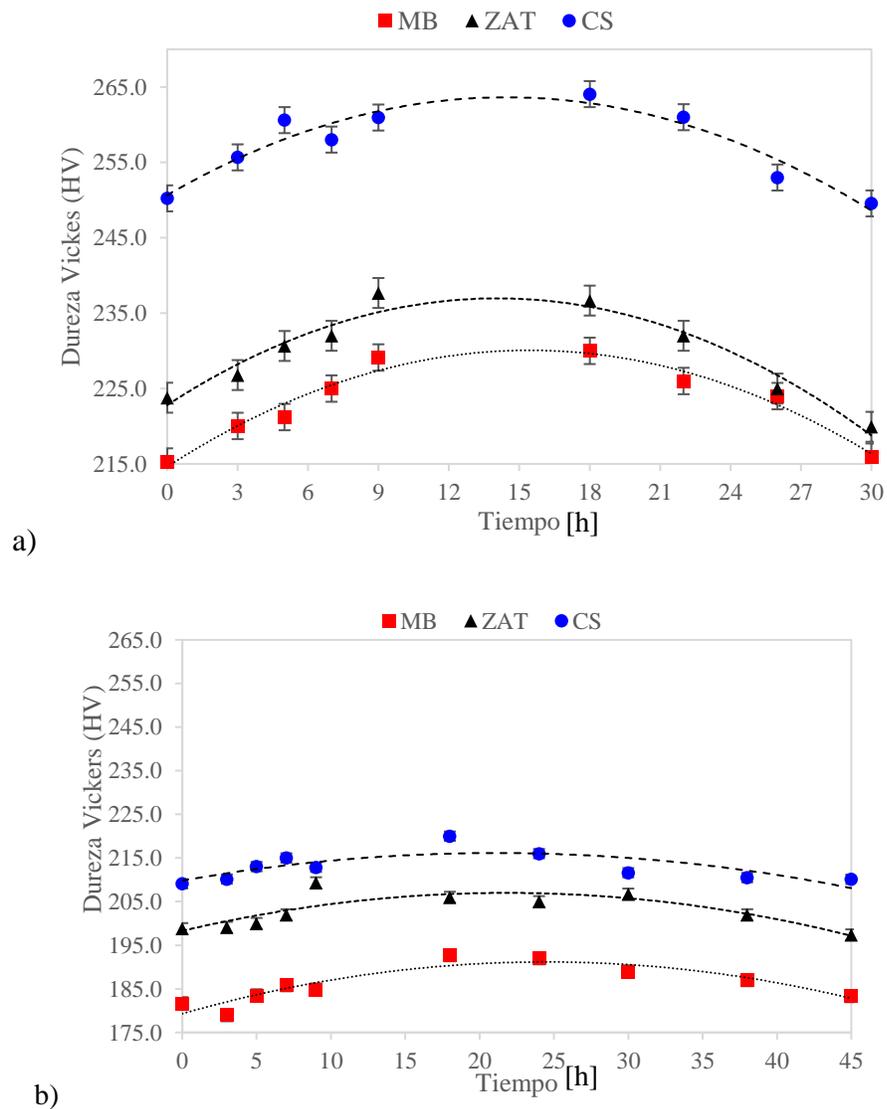


Figura 4.10 Variación de la dureza Vickers promedio con el tiempo de la unión soldada envejecida a 300°C para, a) API 5L X-60 y b) API 5L X-65.

Para estas mediciones de dureza se obtuvo la varianza estadística (σ^2) como se representa en las Figuras 4.11 a 4.16 las cuales muestran que la mayor variación se da en la ZAT de los dos aceros debido a que es donde existe mas variedad de microestura siendo la mayor σ^2 en la ZAT de el acer API X-65 Figura (4.15b) la cual es de 513.8502.

En cada zona de la soldadura la mayor variación se presento en los tiempos de 5 y 7 horas debido a la mayor presencia de precipitados en las zonas de el MB y el CS la σ^2 se muestra baja y muy similar entre estas siendo en el MB de el acero X-65 sin tratamiento de envejecido donde se presenta la menor σ^2 .

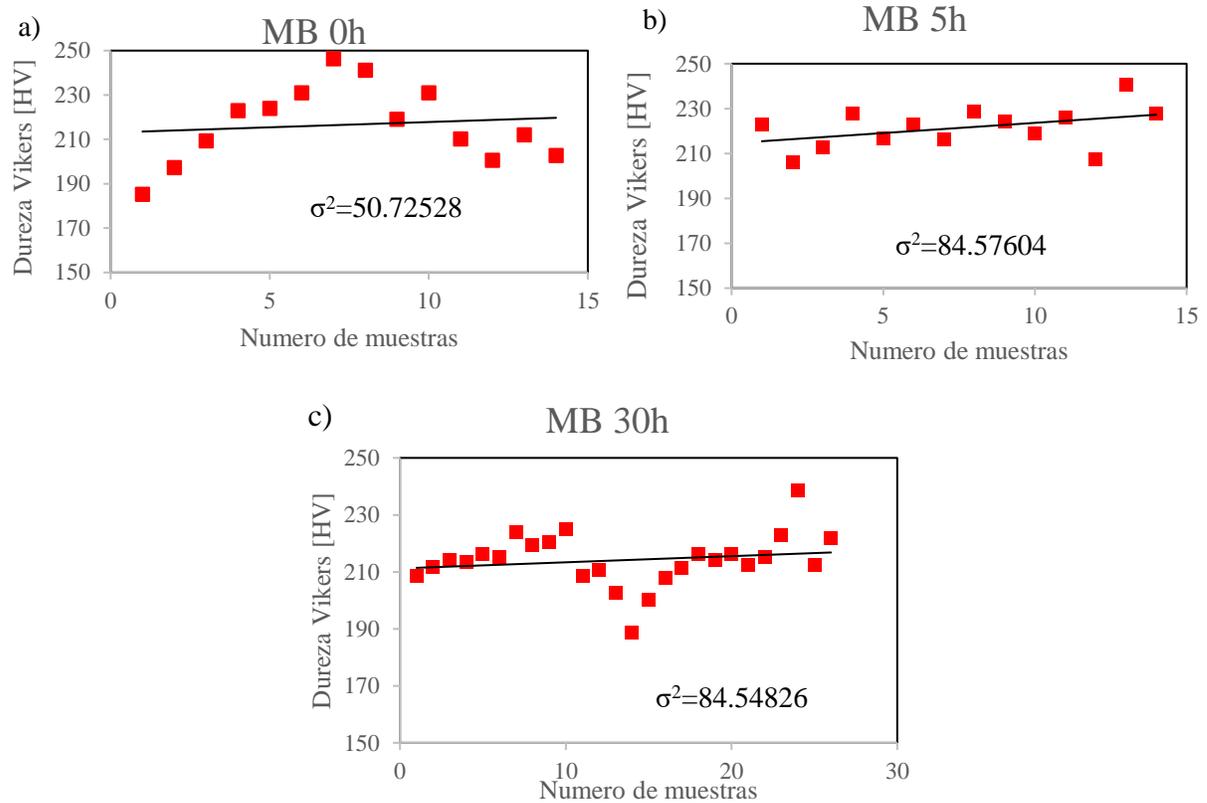


Figura 4.11 Medición de dureza en MB con tratamiento a 0, 5 y 45 horas de acero API X-60

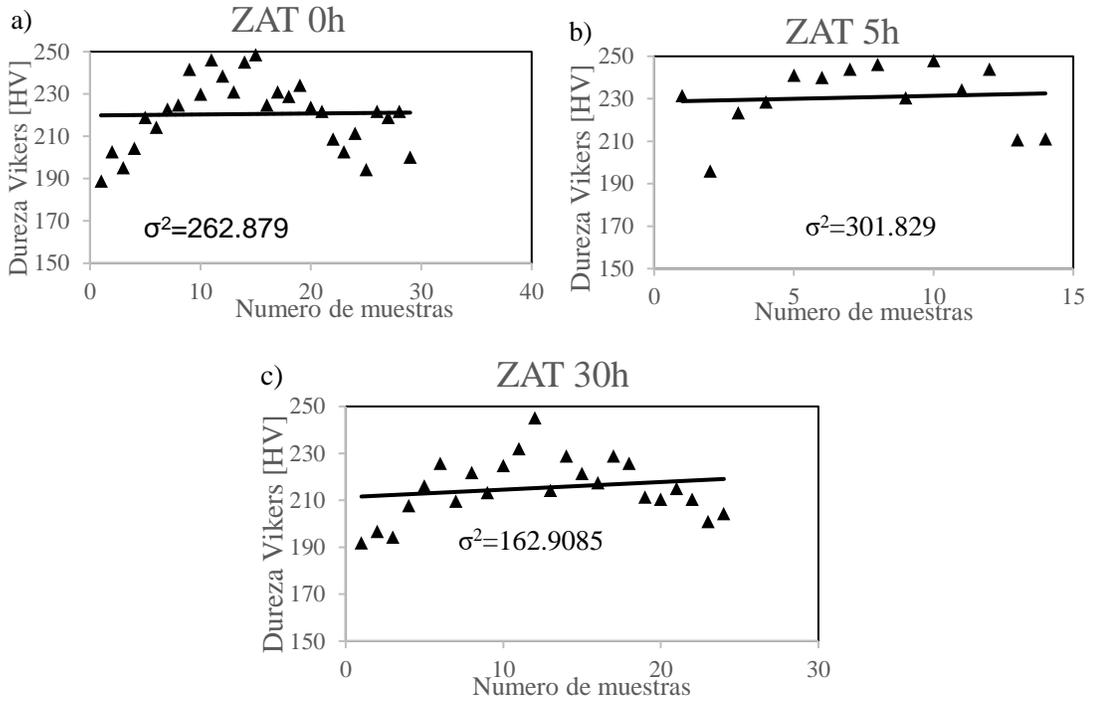


Figura 4.12 Medición de dureza en ZAT con tratamiento a 0, 5 y 45 horas de acero API X-60

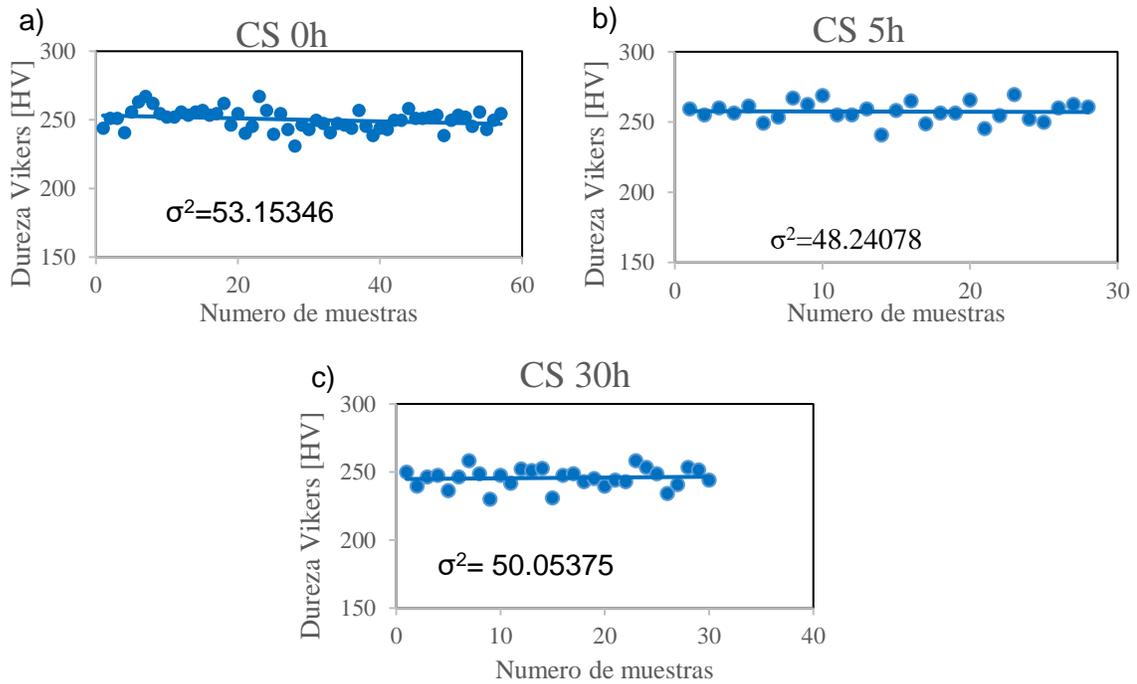


Figura 4.13 Medición de dureza en CS con tratamiento a 0, 5 y 45 horas de acero API X-60

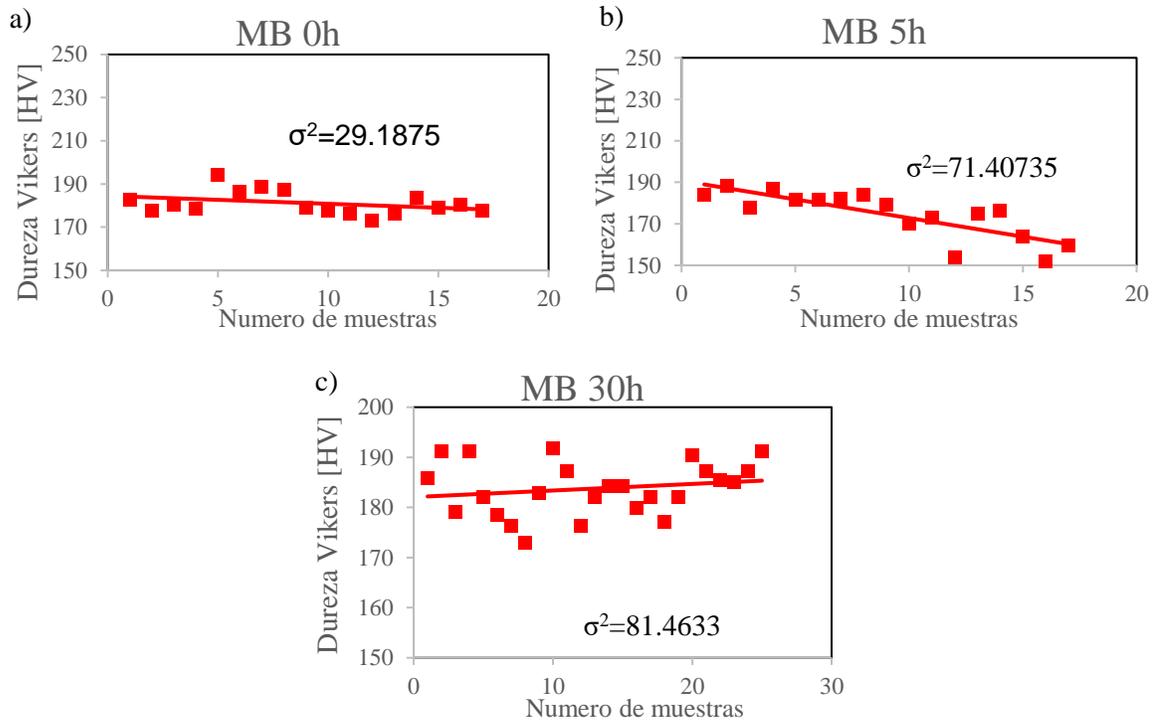


Figura 4.14 Medición de dureza en MB con tratamiento a 0, 5 y 45 horas de acero API X-65

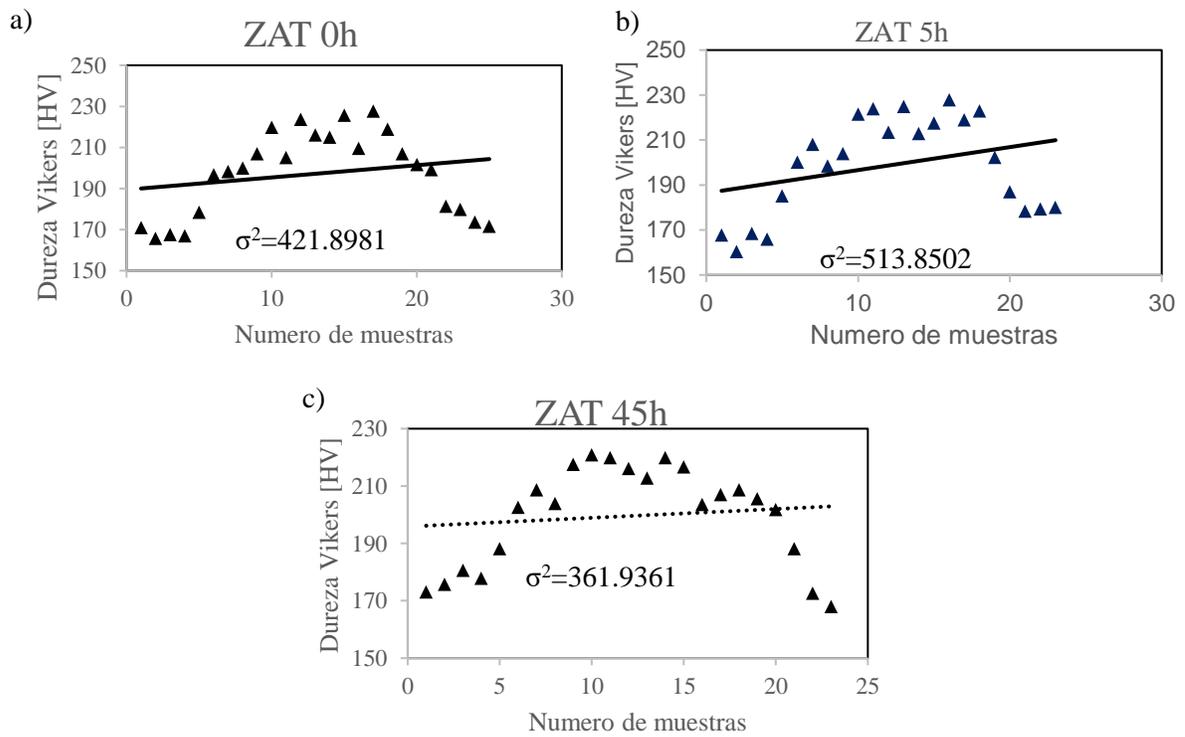


Figura 4.15 Medición de dureza en ZAT con tratamiento a 0, 5 y 45 horas de acero API X-65

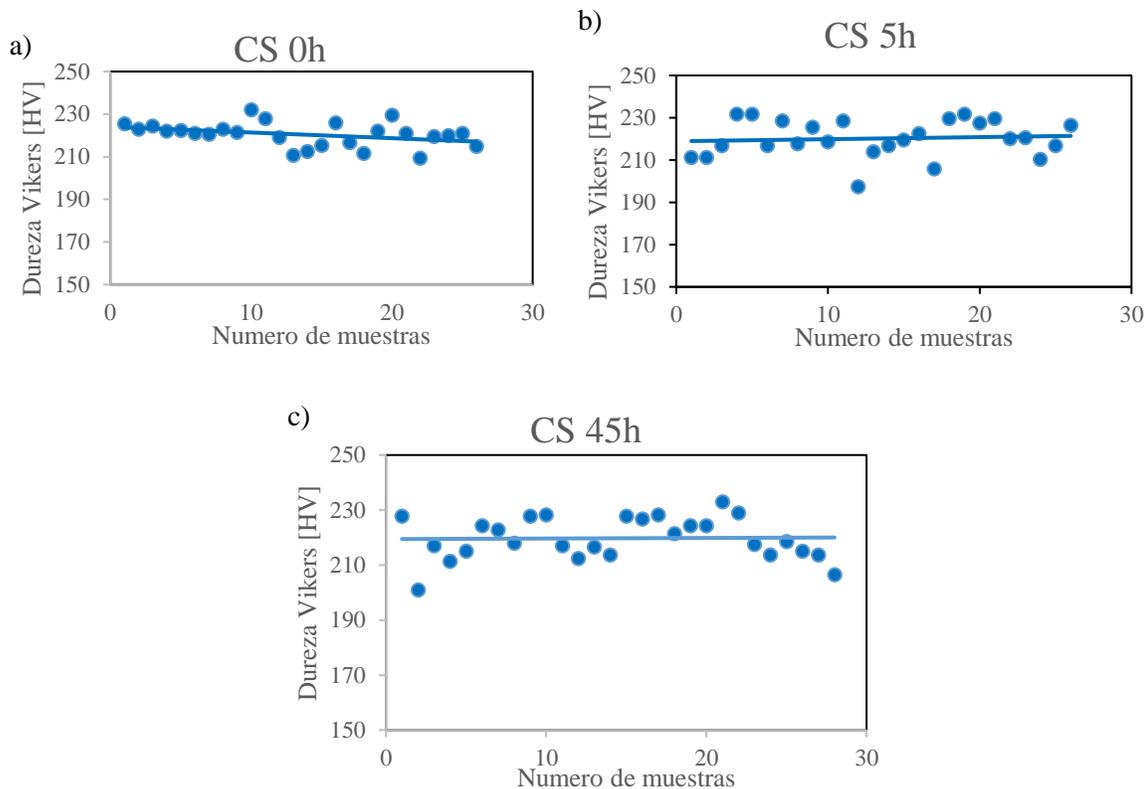


Figura 4.16 Medición de dureza en CS con tratamiento a 0, 5 y 45 horas de acero API X-65

El CS mostró mayor dureza que el metal base atribuido al envejecimiento artificial con mayor precipitación de partículas y microestructura afectada por efecto del engrosamiento y transformación de fase resultado del ciclo térmico de soldadura. Por lo tanto, la soldadura presentó un incremento del 8 % en la dureza Vickers mientras que el metal base y CS alcanzó 7 y 6 % a 18 h respectivamente, comparados con la condición como se recibieron.

4.7 Microscopía electrónica de barrido

La caracterización microestructural se llevó a cabo en las tres zonas de la soldadura de ambos materiales (API 5L X-60 y X-65). Como se puede observar en las Figura 4.10 y 4.11; se recurrió al microscopio electrónico de barrido (MEB) con la finalidad de tener una mejor resolución de las diferentes zonas de la soldadura.

Mediante MEB se observaron las tres microestructuras diferentes de la unión soldada con doble paso de soldadura SAW. La soldadura longitudinal Figura 4.11 presentó una microestructura de solidificación obtenida por el ciclo térmico de soldadura, la cual está compuesta por granos de ferrita columnar, morfología gruesa, alargada y paralela a la dirección del flujo de calor (zonas

negras), mezcla de fases de perlita y ferrita acicular fina entre los granos columnares (zonas blancas) e inclusiones no metálicas esféricas con diámetro promedio de $1\ \mu\text{m}$ (puntos blancos), lo cual concuerda con resultados similares obtenidos por Collins [43]. Los granos columnares presentaron un espacio intercolumnar variable en función de la cantidad de energía de entrada del proceso de soldadura.

El metal base Figura 4.10a mostró una microestructura de laminación en caliente de un acero microaleado, la cual está compuesta por una matriz de granos de ferrita equiaxial (zonas negras) y colonias de perlita (zonas blancas). Ambas fases mostraron una proporción relativa de 66 y 34 %, respectivamente, con una alineación en la dirección del proceso de laminación controlado termomecánicamente (TMCP).

Las observaciones microestructurales mediante MEB de la soldadura envejecida a 300°C por diferentes tiempos no revelaron cambios significativos para determinar el efecto del envejecimiento sobre la microestructura, como se observa en las Figuras 4.10 y 4.11.

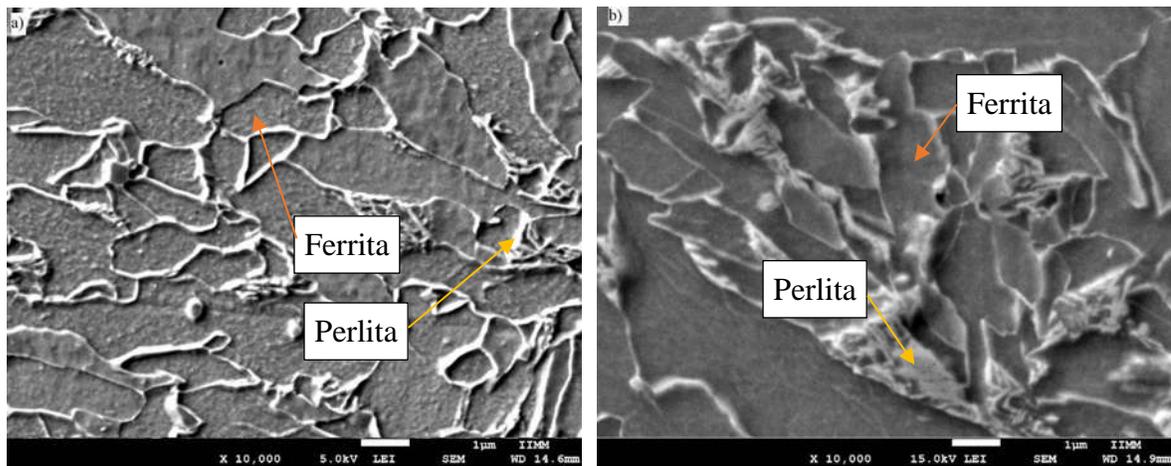


Figura 4.17 Microestructuras del acero X-60 del material base; a) 3 h, b) 18 h

Dentro de la microestructura de las diferentes zonas del material solo se observa un engrosamiento del límite de grano los cambios más importantes de la microestructura ocurren a nivel nanométrico en donde se ven involucrados dislocaciones y precipitados como la cementita y el carburo- ϵ que es un carburo metaestable.

El proceso del engrosamiento se describió mediante el mecanismo de maduración Ostwald [2], que estableció un crecimiento selectivo de algunas nanopartículas más largas a expensas de otras más

pequeñas que decrecieron continuamente en tamaño hasta que éstas desaparecieron completamente, resultando partículas medianas.

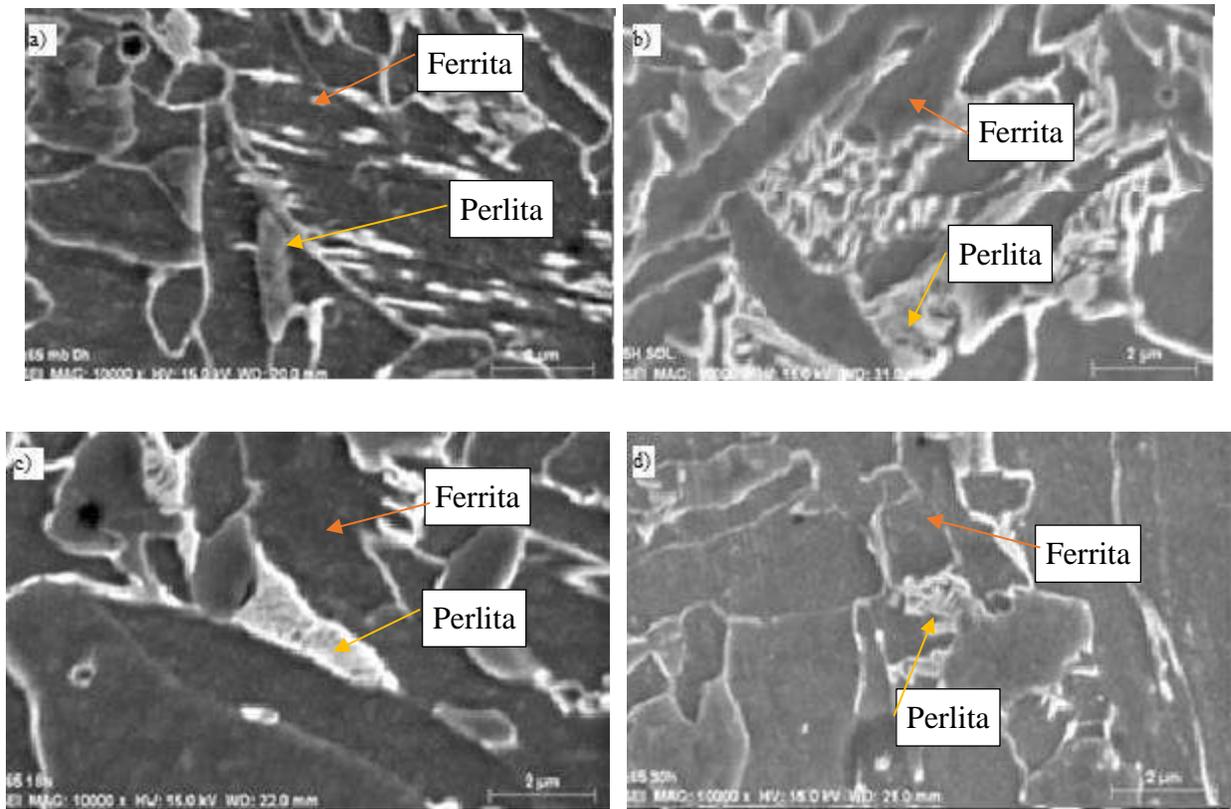


Figura 4.18 Microestructuras del acero X-65 del cordón; a) Material sin tratamiento, b) 5 h, c) 18 h, d) 30 h.

Para complementar la caracterización se realizó un análisis puntual para ver el contenido de las zonas encontradas en el material el cual arrojó como resultado la presencia de los precipitados los cuales justifican el endurecimiento del material como lo muestra la Figura 4.12.

La Figura 4.12 se realizó a la probeta de acero X-60 la cual al ser magnética no permitió aumentar la resolución por lo que se estudiaron los precipitados en replicas de carbón para ver su contenido.

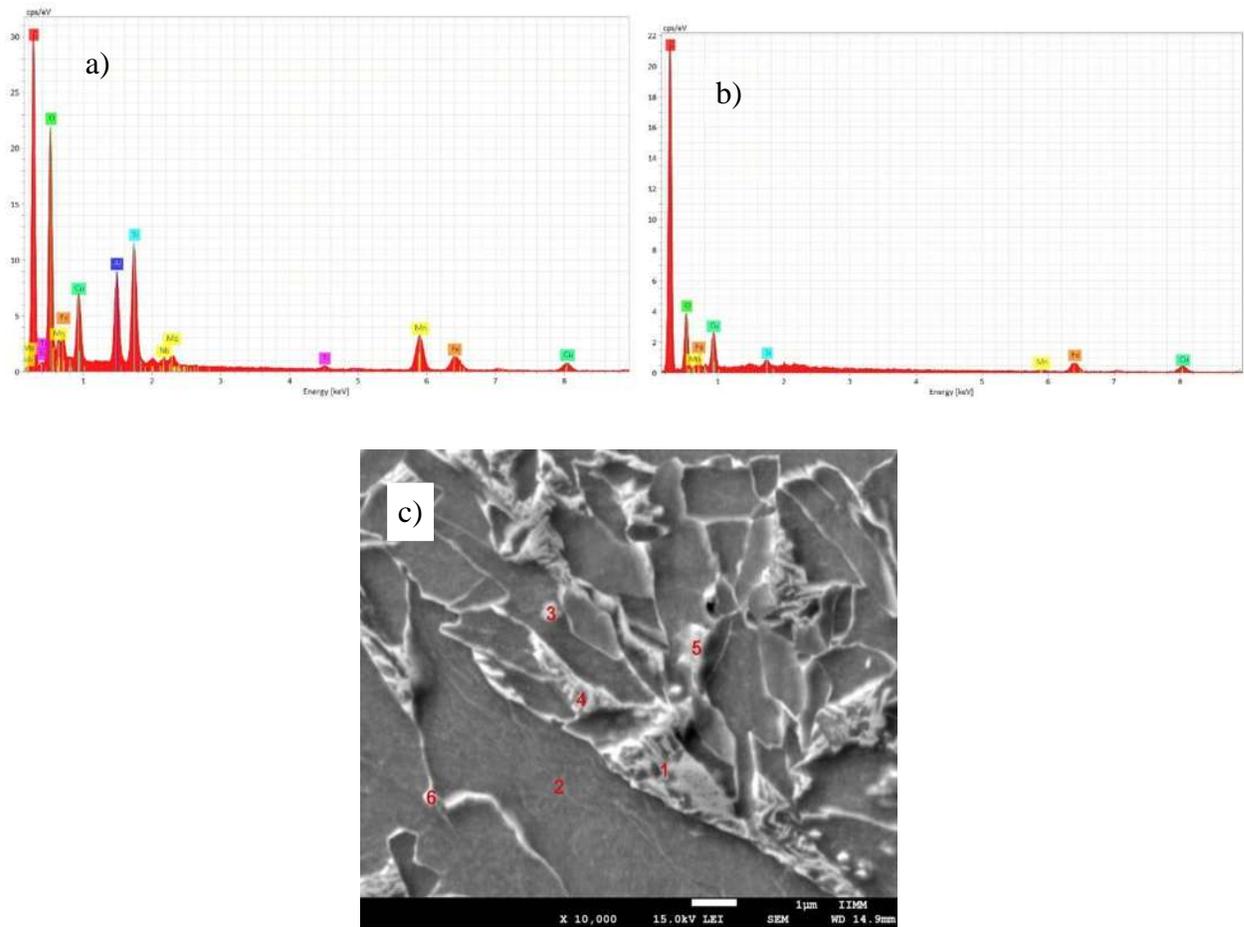


Figura 4.19 Análisis puntual al acero X-60 con tratamiento térmico de envejecido a) EDS del punto 2 b) EDS punto 3 c) micrografía a 10000X

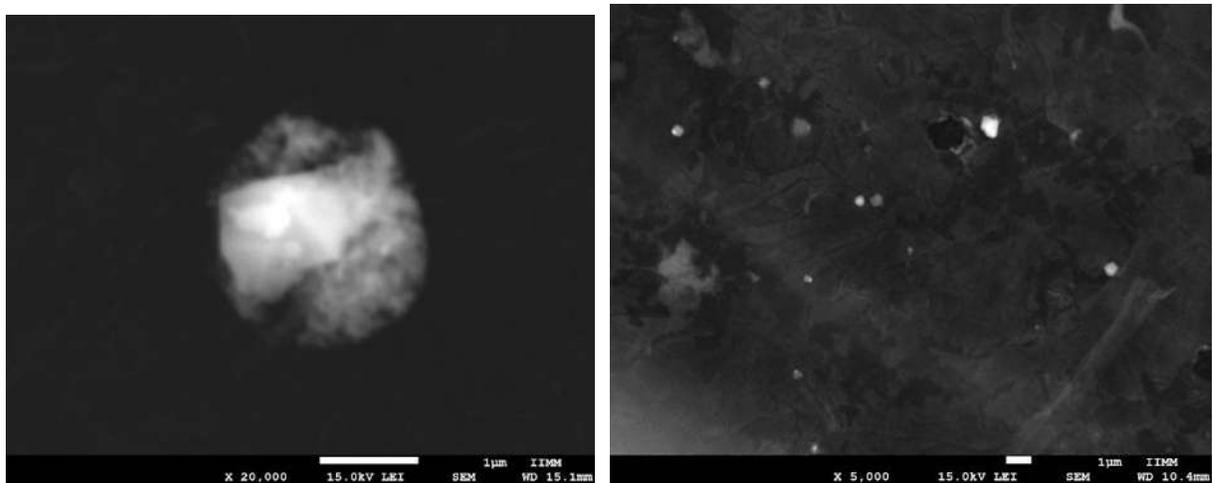


Figura 4.20 Réplicas de carbón del cordón de soldadura de acero API X-60 sin tratamiento de envejecido.

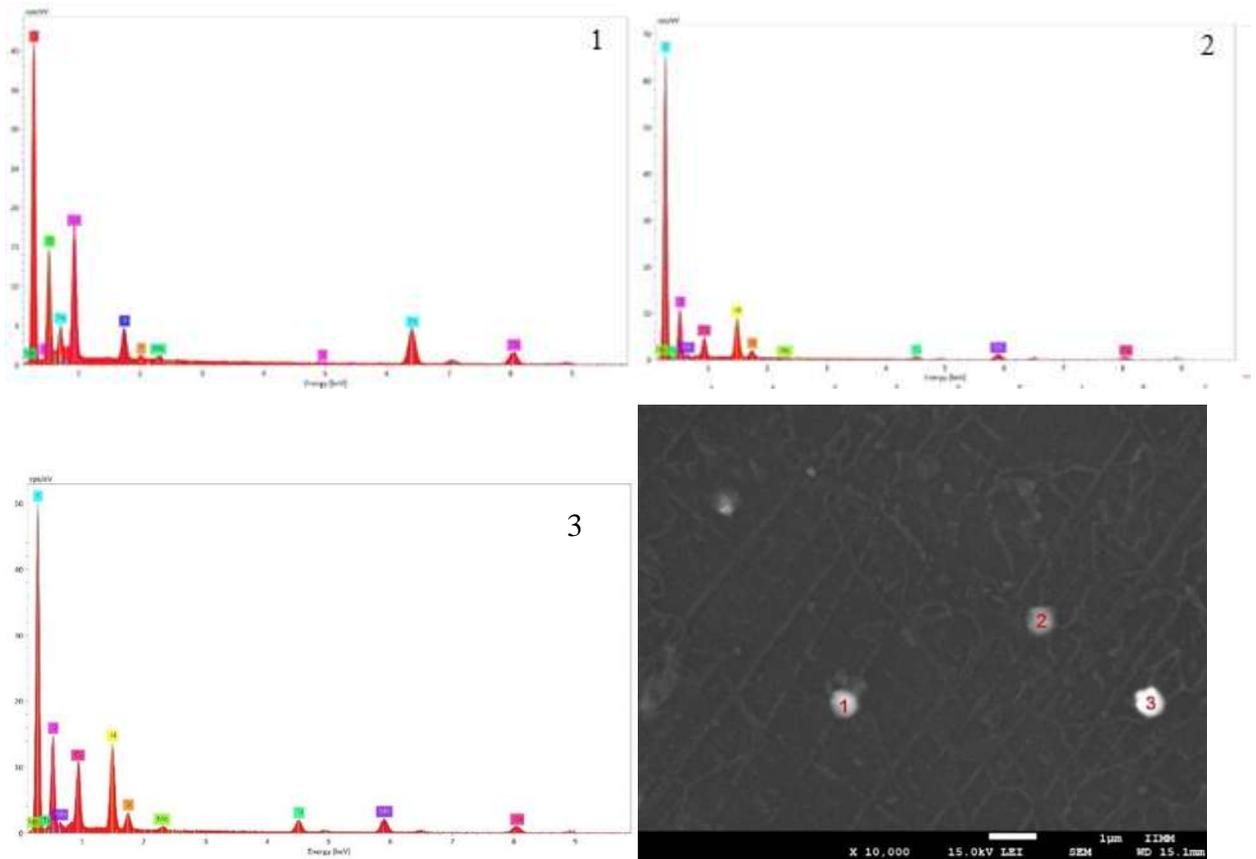


Figura 4.21 Análisis puntual a precipitados en Réplicas de carbón del cordón de soldadura de acero API X-60 sin tratamiento de envejecido.

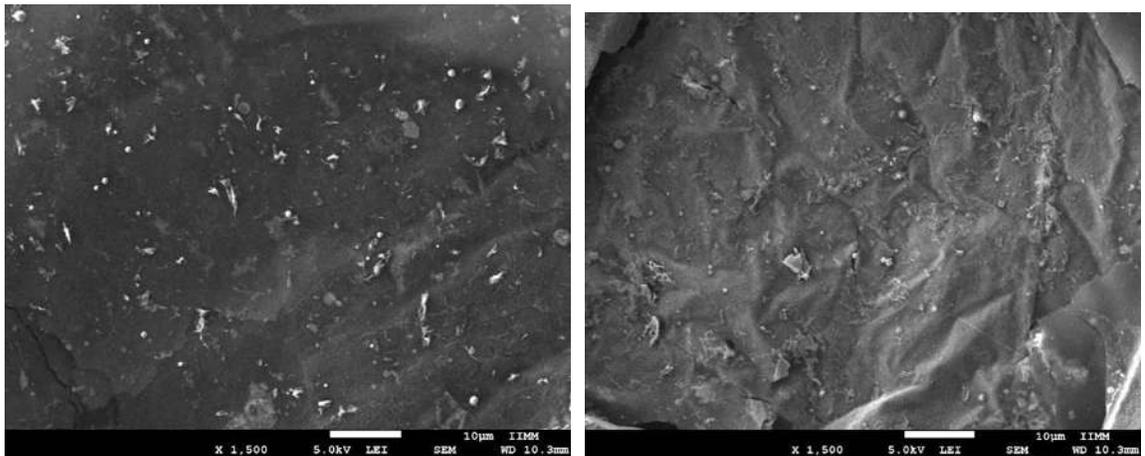


Figura 4.22 Réplicas de carbón del cordón de soldadura de acero API X-60 con tratamiento térmico de envejecido de 5 horas.

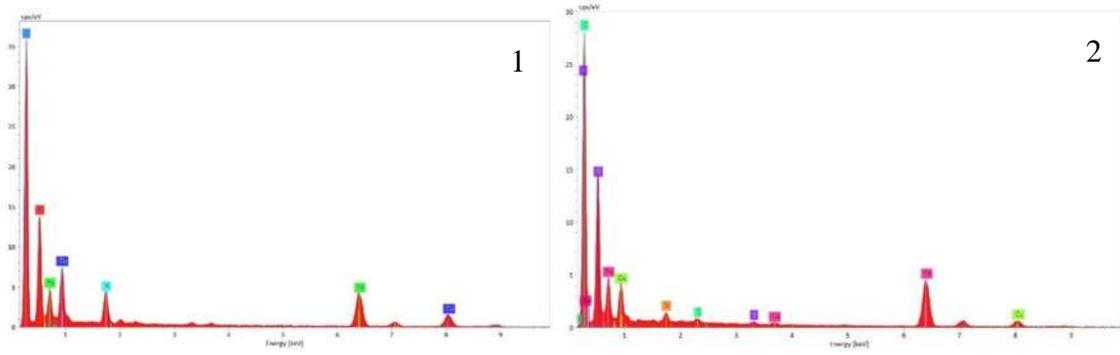
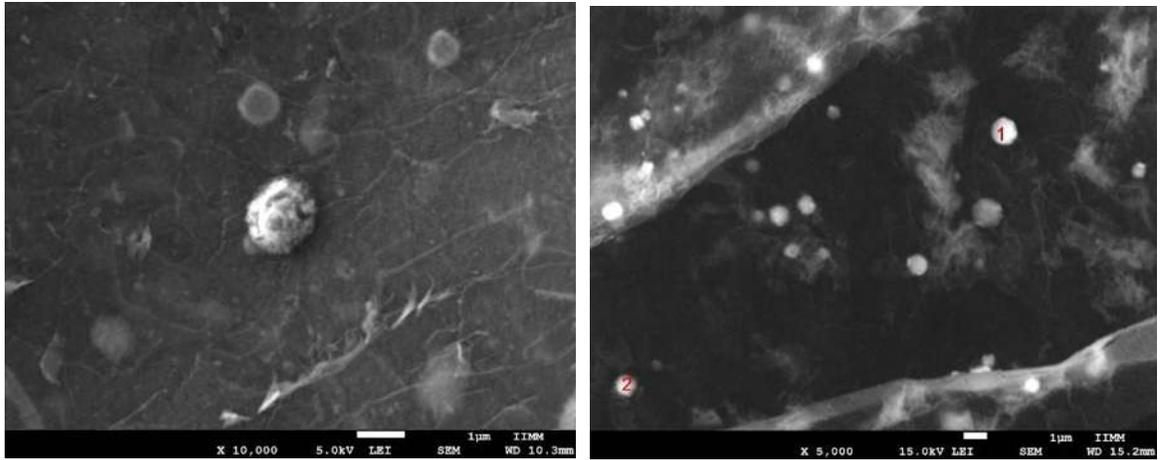
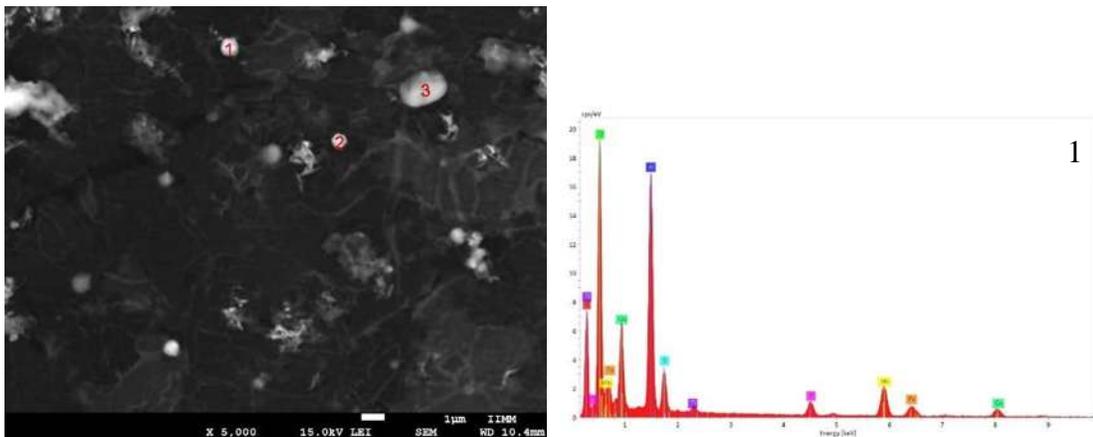


Figura 4.23 Análisis puntual a precipitados en réplicas de carbón del cordón de soldadura de acero API X-60 con tratamiento térmico de envejecido de 5 horas.



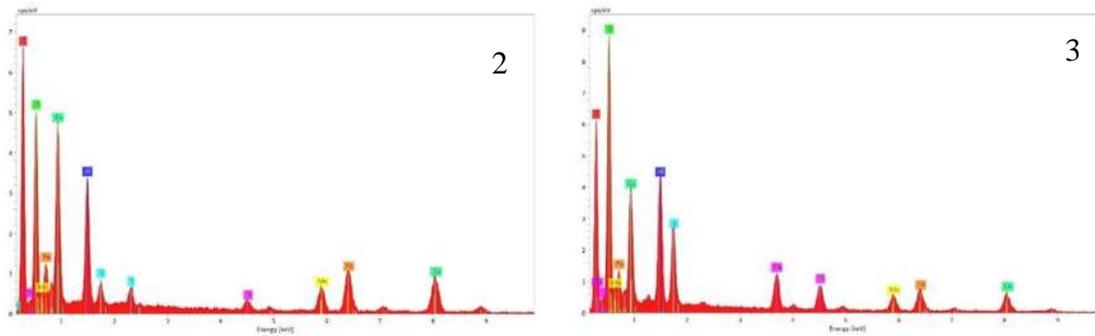


Figura 4.24 Réplicas de carbón del cordón de soldadura de acero API X-60 con tratamiento térmico de envejecido de 18 horas.

En los análisis puntuales realizados a las diferentes replicas de carbón de cada probeta se encontraron partículas conteniendo Fe-C con tamaño grande de 200 nm, morfología semiredonda y nucleación en los granos ferríticos.

4.8 Microscopia electrónica de transmisión.

Para la caracterización en MET se realizaron réplicas de carbono para obtener los precipitados de las diferentes probetas.

En las micrografías de transmisión se observan los precipitados Figura 4.18, 4.19 y su evolución con respecto al envejecido y se observó como a fue aumentando la cantidad de precipitados conforme aumento el tiempo de tratamiento térmico hasta llegar a un tope y después de eso los precipitados se homogenizan y la dureza disminuye comprobando así la relación entre dureza y velocidad ultrasónica. Se encontraron partículas grandes de 220 nm semiredondas conteniendo Ti-C, asumiendo la formación de TiC con alta solubilidad en austenita, que nuclearon en los granos ferríticos, ver la Figura 4.25. También, se presentaron partículas conteniendo Nb, V y C Figura 4.18 semiredondas medianas (20 a 40 nm), que precipitaron en los granos ferríticos mediante el mecanismo de precipitación inducida por deformación

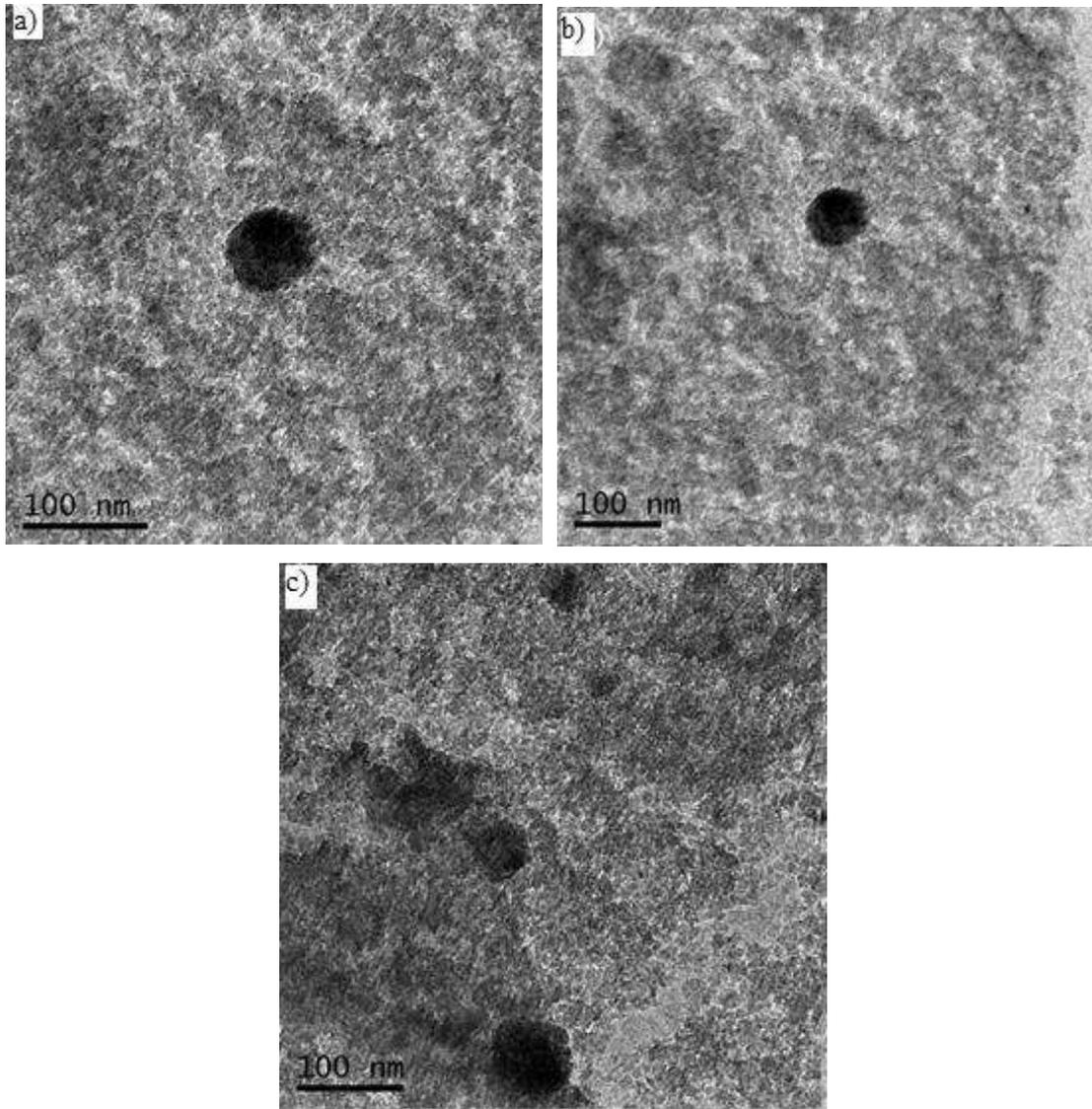


Figura 4.25 Replica de carbono de acero API 5L X60 del cordón de soldadura sin tratamiento térmico con precipitados con tamaño de 70 a 100 nm rica en Ti.

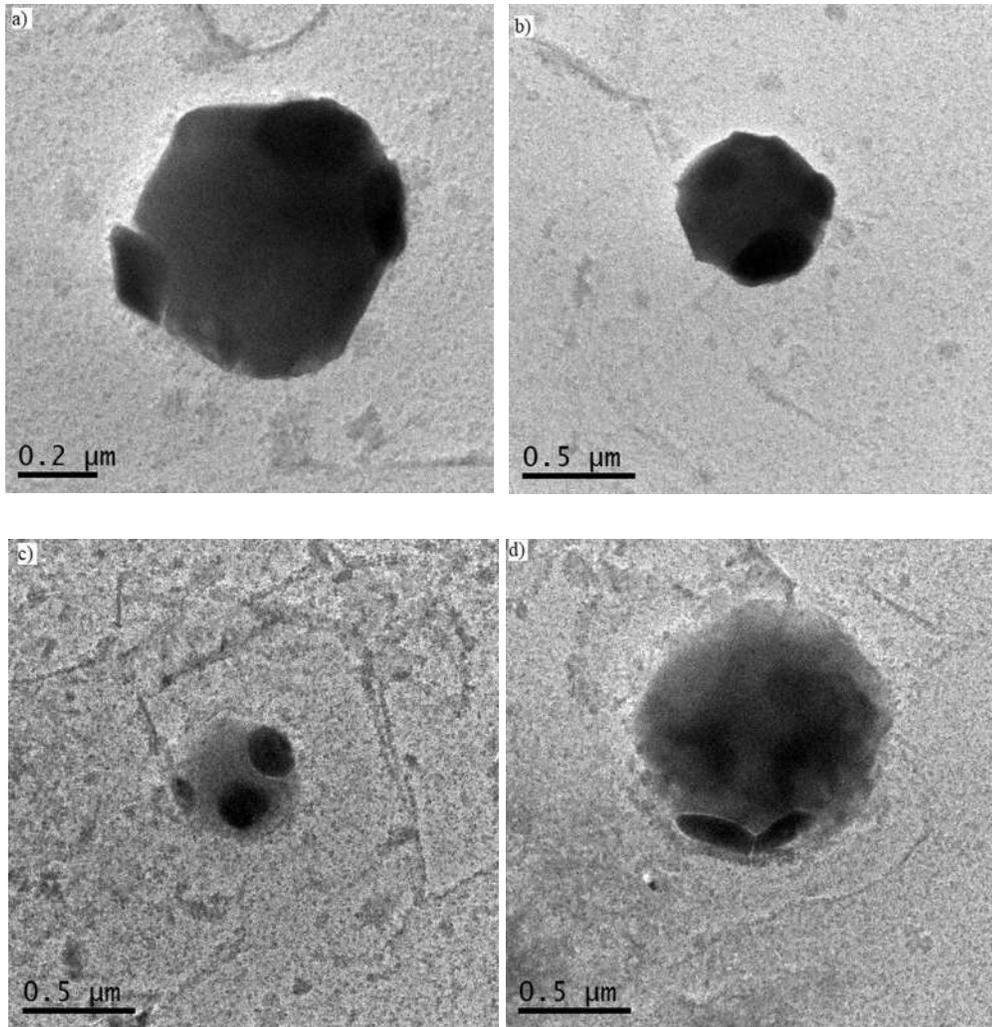


Figura 4.26 Replica de carbono aplicada al cordón de soldadura de un acero X-60 con tratamiento de envejecido de 5 horas Inclusiones no metálicas con composición de óxido conteniendo Mn, Si, Al y Ti.

En las micrografías de las réplicas de carbono del acero X-60 envejecidas a 5 horas se observan precipitados de alrededor de 100nm los cuales producen el endurecimiento en el acero, en las micrografías a 18 h Figura 4.26 se observa como los precipitados comienzan a agruparse debido al envejecimiento provocando una caída de los valores de dureza en el acero.

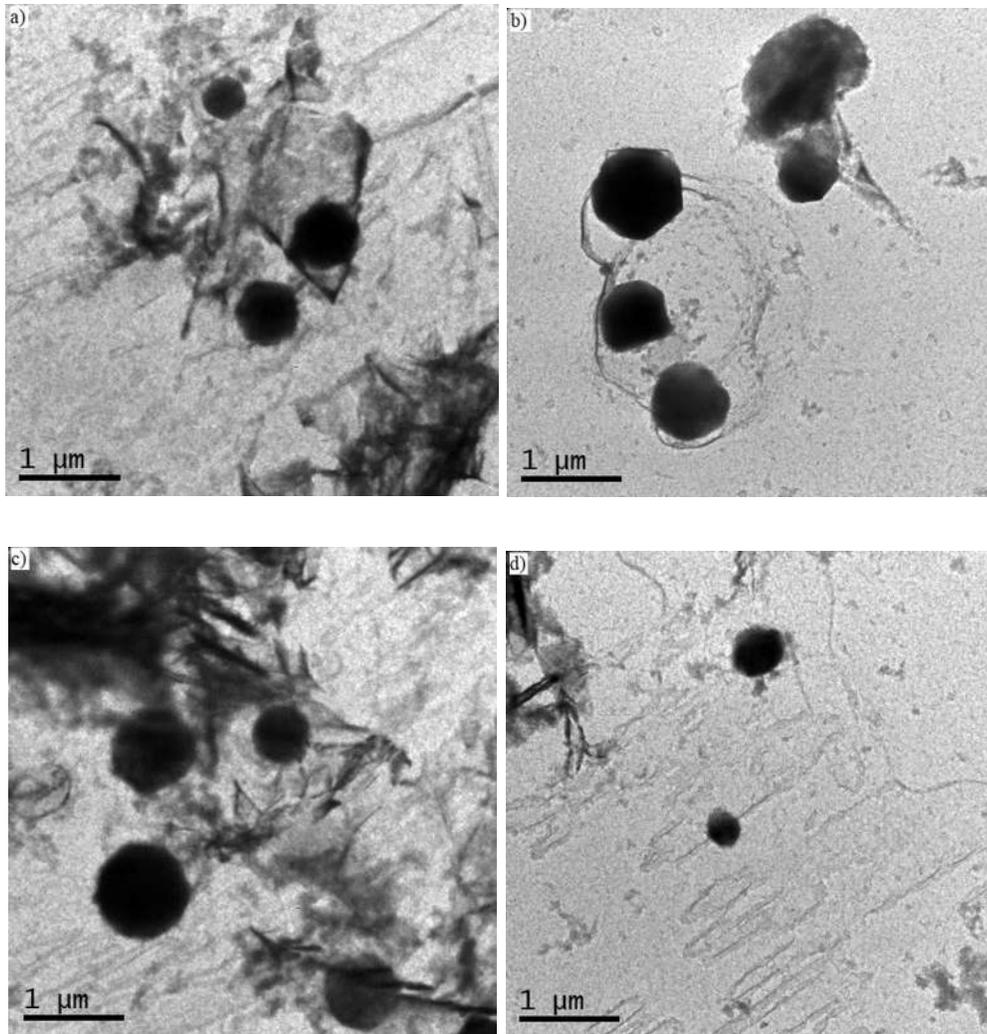


Figura 4.27 Replica de carbono aplicada al cordón de soldadura de un acero X-60 con un tratamiento térmico de envejecido de 18h.

La microestructura analizada mediante MET de la soldadura envejecida a 30 h Figura 4.27 presentó nanopartículas de Fe_3C transgranular semiredondas.

Con el engrosamiento de éstas partículas se redujó las interacciones y obstáculos para el movimiento de dislocaciones, por lo que se favoreció la deformación plástica y disminución del endurecimiento por precipitación. Por lo tanto, se consideró una reacción de sobre-envejecimiento. Se observaron varios tipos de partículas de tamaño nanométrico, con morfología y composición bien definidas, y nucleación durante el enfriamiento continuo de la unión soldada.

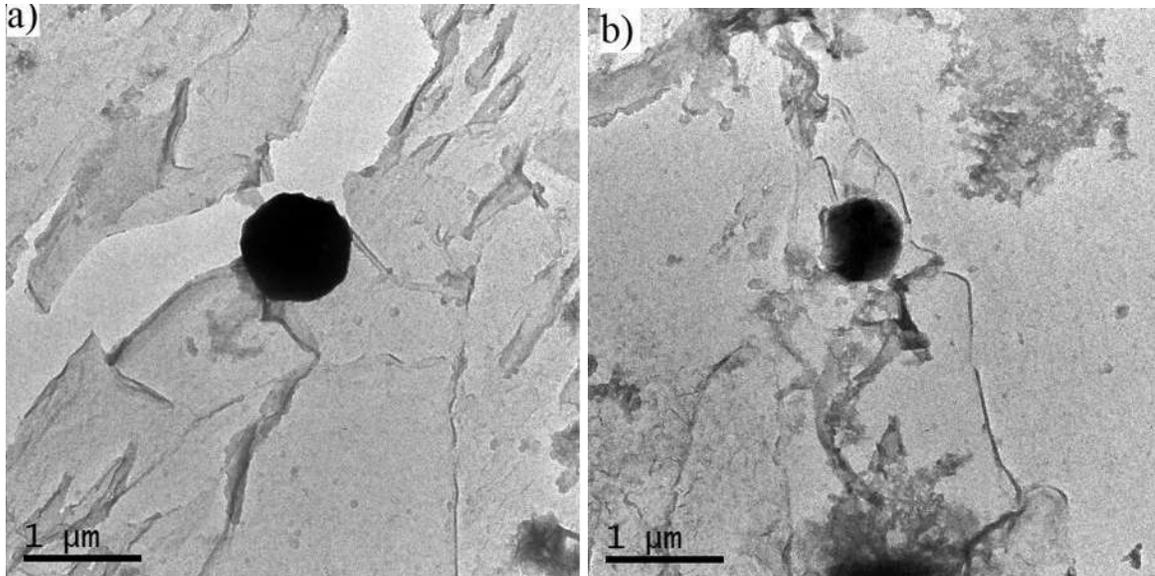


Figura 4.28 Replica de carbono aplicada al cordón de soldadura de un acero X-60 con tratamiento térmico de envejecido de 30 h.

En las micrografías de las réplicas de carbón del acero X-60 a 30 horas Figura 4.28 solo aparecen pocos precipitados debido a que con ese tiempo de envejecimiento los precipitados ya se unieron y solo quedan los más dispersos y al homogenizarse los mismos hacen que su dureza sea más baja. La caracterización en el TEM nos permitió corroborar los resultados del aumento y disminución de la dureza en los diferentes tiempos de envejecido en los dos diferentes materiales.

4.9 Correlación de velocidad ultrasónica y dureza.

Con los resultados de la velocidad ultrasónica y de dureza aplicada a los aceros API 5L X-60 y X-65 se puede comprobar la correlación entre estas propiedades la cual muestra el aumento y decremento conforme existe mayor tiempo de envejecido y permite obtener la ecuación para la predicción de la dureza y así saber aproximadamente el tiempo de uso de la tubería en campo en la Figura 4.29 se pueden observar las curvas de cada una de las zonas representativas de la unión soldada del acero API X-60 y en la Figura 4.30 las gráficas del X-65 con sus ecuaciones para la dureza en cada zona.

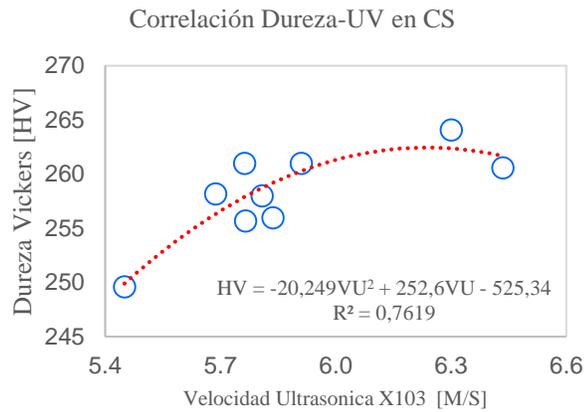
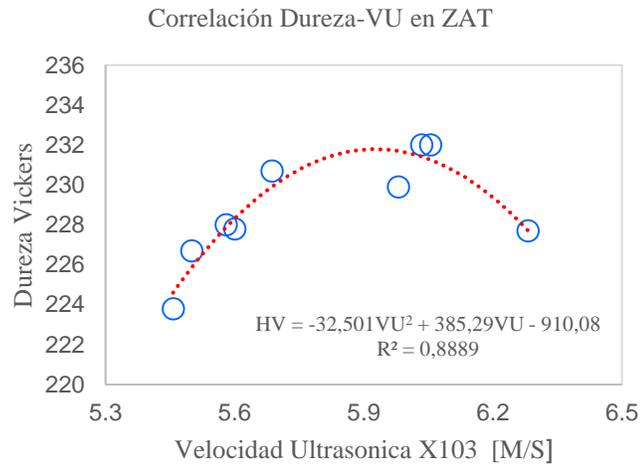
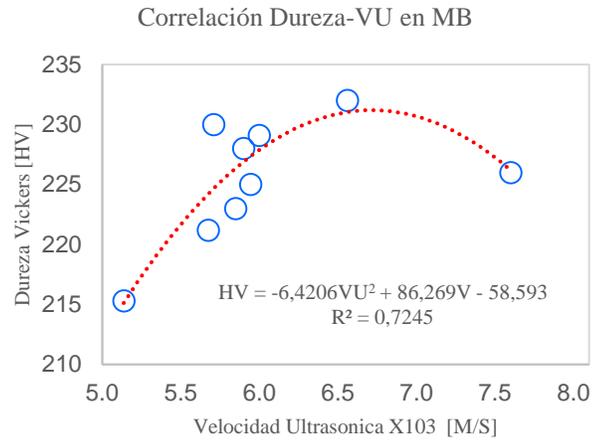
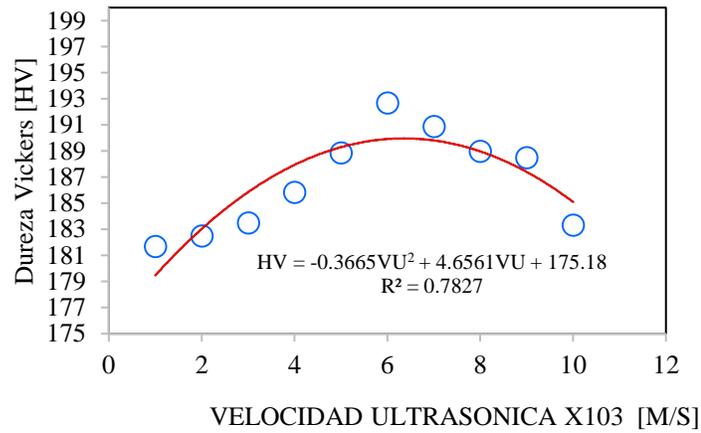
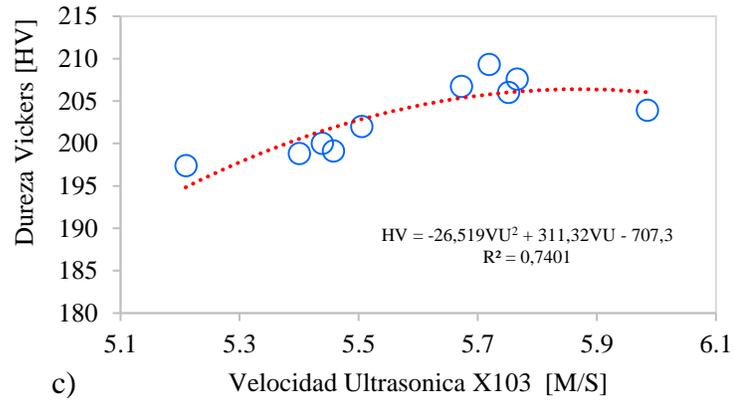


Figura 4.29 Grafica de correlación entre la dureza Vickers y la velocidad ultrasónica acero API 5L X-60 a) Material base b) Zona afectada térmicamente c) Cordón de soldadura.

a) Correlación Dureza-VU en MB



b) Correlación Dureza-VU en ZAT



c) Correlación Dureza-UV en CS

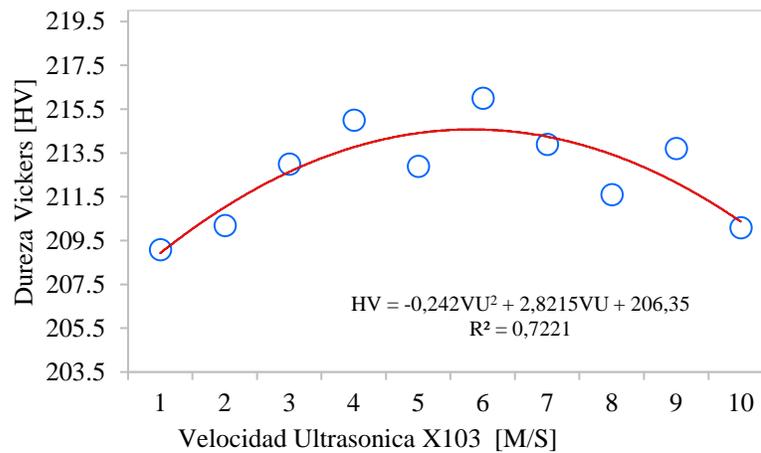


Figura 4.30 Correlación entre dureza Vickers y velocidad ultrasónica acero API 5L X-65 a) Material base b) Zona afectada térmicamente c) Cordón de soldadura

CONCLUSIONES

4.10 Conclusiones

- 1) Se consiguió simular el envejecimiento natural de las tuberías API 5L X-60 y X-65 a una temperatura de 300 °C con tiempos de permanencia de 30 horas para el acero API 5L X-60 y de 45 horas para el acero API 5L X-65. El punto de saturación o de envejecimiento que es cuando comienza el sobre envejecimiento después de este aumenta la velocidad longitudinal debido a que los precipitados comienzan a unirse.
- 2) La atenuación no arroja buenas correlaciones entre envejecimiento y el decaimiento de la onda debido a que dicho parámetro ultrasónico es muy sensible al tamaño y forma de grano y nuestra soldadura presenta diferentes formas y tamaños de grano en las tres diferentes zonas de la soldadura: cordón de soldadura, zona afectada térmicamente y metal base lo cual enmascara el efecto que podría tener la precipitación con respecto a la atenuación ultrasónica.
- 3) La velocidad longitudinal es más sensible debido a que depende de las propiedades elásticas y físicas del material, por esto el material presenta una ligera disminución de la velocidad ultrasónica para después incrementar considerablemente llegando a un punto máximo donde se encuentra la curva de sobre-envejecimiento.
- 4) Los valores de la dureza de las diferentes zonas del material API 5L X-60 tienen la misma tendencia y el aumento del valor de la dureza permite pensar que la máxima precipitación de carburos a una temperatura de 300 ± 5 °C es a 15 horas, con lo que se puede concluir que el tratamiento térmico de envejecimiento es válido para este el material.
- 5) Los valores que arrojó el estudio por corrientes de Eddy no muestran resultados contundentes para poder hacer una correcta diferenciación y relación de las tres diferentes zonas de la soldadura pero muestra sensibilidad a los cambios microestructurales que se generan como resultado del envejecimiento.
- 6) Para los valores de la dureza de las diferentes zonas del material API 5L X-65 las tendencias son menos marcadas, en el MB y el cordón el valor de la dureza sigue aumentando hasta las 18 horas, pero a las 30 horas el valor de la dureza cae, esto permite indicar que la máxima

precipitación de carburos es a 18 horas.

- 7) Se obtuvo una correlación entre la dureza Vickers y la velocidad ultrasónica la cual produce una ecuación para conocer la dureza del material en operación y así saber un aproximado del tiempo que lleva en operación.

REFERENCIAS

- [1] A. Fragieli, R. Schouwenaarf, R. Guardian, and R. P??rez, "Microstructural characteristics of different commercially available API 5L X65 steels," *J. New Mater. Electrochem. Syst.*, vol. 8, no. 2, pp. 115–119, 2005.
- [2] T. Gladman, *The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels.*, 1st editio. Londres, 1997.
- [3] D. T. Llewelyn and R. C. Hudd, "No Title," in *Steels: Metallurgy and Applications*, Butter Worth Heinemann, Ed. 1998, pp. 187–198.
- [4] and A. C. S. K. Tiwary, A. Halder, S. Sarkar, R. N. Chatoopodhyay, "No Title," in *Structure and properties of low carbon acicular ferrite steel.*, Vol 48., Transactions of the Indian Institute of Metallurgy, 1995, pp. 249–52.
- [5] M. B. Kermani and A. Morshed, "Carbon Dioxide Corrosion in Oil and Gas Production—A Compendium," *Corrosion*, vol. 59, no. 8, pp. 659–683, 2003.
- [6] P. R. Rhodes, "Environment-assisted cracking of corrosion-resistant alloys in oil and gas production environments: A review," *Corrosion*, vol. 57, no. 11, pp. 923–966, 2001.
- [7] J. A. Barreiro., "Tratamientos Termicos de los Aceros," in *tratamientos termicos de los aceros*, 8th ed., Madrid, España, 1981, pp. 311–15.
- [8] G. Krauss, "HEAT TREATMENT AND PROCESSING PRINCIPALES," in *HEAT TREATMENT AND PROCESSING PRINCIPALES*, USA, 1990, pp. 125–30.
- [9] K. Homma, C. Miki, and H. Yang, "Fracture toughness of cold worked and simulated heat affected structural steel," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 59, no. 1, pp. 17–28, 1998.
- [10] M. palomar-P. P. Morales-Gil, M. Romero-romo, "EFECTO DEL ENVEJECIMIENTO ARTIFICIAL DE DUCTOS DE ACERO GRADO API 5L X52 Y X70 EN LA SUCEPTIBILIDAD A LA CORROSION.," *Memorias del XVIII Congr. la Soc. Mex. Electroquim.*, 2003.
- [11] U. sharma and D. G. Ivey, "Microstructure of microalloyed linepipe steels.," 1st ed., New York, 2000, pp. 193–201.
- [12] T. lawrence L.E. Collins, M. Kkotic, "High strength linepipe: current and future production.," in *High strength linepipe: current and future production.*, 2000, pp. 185–91.
- [13] J. F. L. and J. Miller, "microstructural characterization of precipitation in an Isothermally Aged Nb-containing microalloyed steel," 2001, pp. 1532–34.
- [14] W. C. Leslie, "The Physical Metallurgy of Steels," 1982, p. 5–12,79–94, 97–104 y 269–99.
- [15] American Welding Society, "Welding Processes- Arc and Gas Welding and Cutting, Brazing, and Soldering," in *Welding Handbook*, 1978, pp. 190–208.
- [16] The Lincoln Electric Company, "The Procedure Handbook of Arc Welding," 2000, pp. 2–24.

- [17] Verein Deutscher Eisenhüttenleute, “A Handbook for Materials Research and Engineering,” 1st ed., Germany, 1992, pp. 97–108, 204–307.
- [18] G. M. Evans and N. Bailey, “Metallurgy of Basic Weld Metal,” London, England, 1997, pp. 148–58.
- [19] Z. Janjušević, Z. Gulišija, M. Mihailović, and A. Patarić, “The investigation of applicability of the Hollomon-Jaffe equation on tempering the HSLA steel,” *Chem. Ind. Chem. Eng. Q.*, vol. 15, no. 3, pp. 131–136, 2009.
- [20] et al JANJUŠEVIĆ, Z., “The investigation of applicability of the Hollomon-Jaffe equation on tempering the HSLA steel.,” *Chemical I.*, 2009, pp. 131–136.
- [21] Louis Cartz, “Nondestructive Testing,” *ASM Int.*, 1995.
- [22] G. Sposito, C. Ward, P. Cawley, P. B. Nagy, and C. Scruby, “A review of non-destructive techniques for the detection of creep damage in power plant steels,” *NDT E Int.*, vol. 43, no. 7, pp. 555–567, 2010.
- [23] D. F. Venta *et al.*, “Relation between hardness and ultrasonic velocity on pipeline steel welded joints,” *Mater. Charact.*, vol. 1, no. 7, pp. 1868–1879, Oct. 2014.
- [24] E. P. Papadakis, “Ultrasonic Diffraction Loss and Phase Chanfle for Broad-Band,” no. January, pp. 847–849, 1972.
- [25] E. P. Papadakis, “Ultrasonic Diffraction Loss and Phase Change in Anisotropic Materials,” *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 1, no. May 1966, pp. 863–876, 1981.
- [26] I. C. flores Darío Rolando López Urresta, Marco Antonio Pilco Pavón, “Tesis Diseño y Construcción de un Instrumento (Prototipo) para la Medición de Parámetros Físicos, Basado en el Principio de Corrientes Inducidas,” *Fac. Ing. Mecánica La Esc. Politécnica Nac.*, 2011.
- [27] E. Dane Harvey, “Eddy Currents Testing, Theory and Practice,” *ASNT*, 1995.
- [28] H. Isidro García, “ESTUDIO DEL ENVEJECIMIENTO EN UNA ALEACIÓN DE TITANIO POR MEDIO DE CORRIENTES DE FOUCAULT.,” 2013.
- [29] Raymond A. Serway, “Electricidad y Magnetismo,” 3rd ed., S. A. de C. . McGraw Hill Interamericana Editores, Ed. .
- [30] B. Helifa, A. Oulhadj, A. Benbelghit, I. K. Lefkaier, F. Boubenider, and D. Boutassouna, “Detection and measurement of surface cracks in ferromagnetic materials using eddy current testing,” *NDT E Int.*, vol. 39, no. 5, pp. 384–390, 2006.
- [31] R. Serway and R. Beichner, “Fisica-Para-Ciencias-E-Ingenieria-Tomo-Ii--5Ta-Ed.Pdf.” 2002.
- [32] B. E. N. J. A. M. I. N. VARGAS ARISTA, “ANALISIS DEL COMPORTAMIENTO MECANICO, MICROESTRUCTURAL Y CORROSION DEL ENVEJECIMIENTO ARTIFICIAL EN LAS UNIONES SOLDADAS DEL TUBO DE ACERO API 5L GRADO X52.,” 2008.

- [33] B. Vargas-Arista, A. Balvantin, A. Baltazar, and F. García-Vázquez, “On the use of ultrasonic spectral analysis for the characterization of artificially degraded API 5L X52 steel pipeline welded joints,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 550, pp. 227–234, 2012.
- [34] Y. C. Garcés-S. y L. A. Sáenz-P, “Evaluación de la tenacidad a fractura del acero microaleado X-60 sometido a un tratamiento térmico de envejecimiento,” 2004.
- [35] and T. T. T. Watanabe, M. Yamazaki, H. Hongo, M. Tabuchi, “Effect of stress on microstructural change due to aging at 823K in multi-layer welded joint of 2.5Cr-1Mo steel,” *Int. J. Press. Vessel. Pip.*, 2004.
- [36] and D. K. J. B. Ju, J. I. Jang, W. S. Kim, “The effect of microstructural change on fracture behavior in heat-affected zone of API 5L X65 pipeline steel,” 2000, pp. 169–75.
- [37] H.-H. Kim, H.-J. Kim, S.-J. Song, B. S. Lim, and K.-C. Kim, “Assessment of precipitates of isothermal aged austenitic stainless steel using measurement techniques of ultrasonic attenuation,” *J. Mech. Sci. Technol.*, vol. 28, no. 8, pp. 3021–3026, 2014.
- [38] and A. B. M. Zergoug, S. Lebaili, H. Boudjellal, “Relation between mechanical microhardness and impedance variations in eddy current testing.”
- [39] and B. R. H. Shaikh, N. Sivaibharasi, B. Sasi, T. Anita, R. Amirthalingam, B. P. C. Rao, T. Jayakumar, H. S. Khatak, “Use of eddy current testing method in detection and evaluation of sensitisation and intergranular corrosion in austenitic stainless steels,” 2006.
- [40] and P. J. Y. He, G. Tian, H. Zhang, M. Alamin, A. Simm, “Steel Corrosion Characterization Using Pulsed Eddy Current Systems,” *IEEE Sens. J*, vol. 12, 2012.
- [41] S. Konoplyuk, T. Abe, T. Uchimoto, T. Takagi, and M. Kurosawa, “Characterization of ductile cast iron by eddy current method,” *NDT E Int.*, vol. 38, no. 8, pp. 623–626, 2005.
- [42] B. Vargas-arista, “Degradación de la tenacidad al impacto durante el envejecimiento acelerado de soldadura en acero microaleado,” *Rev. Metal.*, vol. 44.6, p. 485–492., 2008.
- [43] L. E. Collins, M. J. Godden, and J. D. Boyd, “Microstructures of Linepipe Steels,” *Can. Metall. Q.*, vol. 22, no. 2, pp. 169–179, 1983.