

UNIVERSIDAD LIBRE FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA PROYECTO DE GRADO No. 21.201.393

AUTOR DEL PROYECTO: LUIS FELIPE VARGAS CUBILLOS CÓDIGO: 065091055 CEDULA: 1069738028 TELÉFONO DE CONTACTO: 310 884 0929 CORREO ELECTRÓNICO: luisf.vargasc@unilibrebog.edu.co



INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO TÉRMICO DE RECOCIDO SOBRE LA MICROESTRUCTURA, DUREZA Y ATENUACIÓN ULTRASÓNICA DE ACEROS INOXIDABLES AISI 304

DIRECTOR: Héctor Fernando Rojas Molano PROFESIÓN: Ingeniero Metalúrgico CORREO ELECTRÓNICO: hectorf.rojasm@unilibrebog.edu.co

Luis Felipe Vargas Cubillos

Héctor Fernando Rojas Molano

INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO TÉRMICO DE RECOCIDO SOBRE LA MICROESTRUCTURA, DUREZA Y ATENUACIÓN ULTRASÓNICA DE ACEROS INOXIDABLES AISI 304

LUIS FELIPE VARGAS CUBILLOS

UNIVERSIDAD LIBRE FACULTAD DE INGENIERÍA DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA BOGOTÁ D.C. 2015

INFLUENCIA DEL TRATAMIENTO TÉRMICO DE RECOCIDO SOBRE LA MICROESTRUCTURA, DUREZA Y ATENUACIÓN ULTRASÓNICA DE ACEROS INOXIDABLES AISI 304

LUIS FELIPE VARGAS CUBILLOS

DIRECTOR

HECTOR FERNANDO ROJAS MOLANO INGENIERO METALURGICO

UNIVERSIDAD LIBRE FACULTAD DE INGENIERÍA DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA BOGOTÁ D.C.

2015

Nota de aceptación:

Firma del director

Firma del jurado 1

Firma del jurado 2

Bogotá D.C, 27 de Agosto de 2015

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a Dios primeramente, por darme la oportunidad de concluir con éxito esta etapa de mi vida y comienzo de mi carrera profesional.

A mi familia por ser un apoyo durante todo este tiempo de estudio, y haberme dado la oportunidad de cumplir con una meta importante en mi vida.

Agradezco a la Universidad Libre y a los profesores, los cuales me compartieron todos los conocimientos y formación profesional durante el periodo académico.

Al director de proyecto el Ingeniero Héctor Fernando Roas Molano, quien siempre estuvo atento y constante para que se culminara con éxito este proyecto.

CONTENIDO

INTE	NTRODUCCION13						
САР	CAPITULO I: GENERALIDADES14						
1.	DES	DESCRIPCION DEL PROBLEMA					
2.	JUS	TIFICACIÓN	15				
3.	OB.	IETIVOS	16				
4.	MA	RCO TEÓRICO	17				
	4.1.	ACEROS INOXIDABLES	17				
	4.2.	ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS	18				
4.2.	1. C	Características de acero AISI 304:	19				
	4.3.	TRATAMIENTOS TÉRMICOS DE LOS ACEROS INOXIDABLES	20				
	4.4.	ENSAYO NO DESTRUCTIVO DE ULTRASONIDO	21				
5.	MA	RCO CONCEPTUAL	26				
6.	EST	ADO DEL ARTE	28				
7.	MA	RCO LEGAL Y NORMATIVO	36				
CAP	ITULO	II: DISEÑO EXPERIMENTAL	37				
8.	ME	TODOLOGÍA	37				
	8.1.	TIPO DE INVESTIGACION	37				
	8.2.	DISEÑO EXPERIMENTAL	37				
	8.3.	PROCEDIMIENTO	41				
CAP	ITULO	III: RESULTADOS	53				
9.	OB	TENCIÓN DE DATOS	53				
	9.1.	VELOCIDAD ULTRASÓNICA	53				
	9.2.	ESPECTROS ULTRASÓNICOS	57				
	9.3.	METALOGRAFIA	61				
	9.4.	TAMAÑO DE GRANO	65				
	9.5.	MICRODUREZA	67				
CAP	ITULO	IV: ANALISIS DE RESULTADOS	71				
10). A	ANÁLISIS DE DATOS	71				
	10.1.	ANÁLISIS METALOGRÁFICO	71				
	10.2.	ANÁLISIS TAMAÑO DE GRANO	73				

10.3.	ANÁLISIS DE MICRODUREZA	74
10.4.	ANÁLISIS DE VELOCIDAD ULTRASÓNICA	77
10.5.	ANÁLISIS DE COEFICIENTE DE ATENUACIÓN	83
11. CO	NCLUSIONES	
REFERENCIAS	5	
ANEXO A (Inf	forme de resultados de ensayo por espectrometría óptica)	91
ANEXO B (Ta	blas de Datos – Mediciones de velocidad ultrasónica)	92
ANEXO C (Ta	blas de Datos – Mediciones de Microdureza Vickers)	94
ANEXO D (Ta	blas de Datos – Mediciones Tamaño de grano)	96

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Composición química2	0
Tabla 2. Propiedades mecánicas y físicas2	0
Tabla 3. Factores para hallar el número de probetas a utilizar en el proyecto	7
Tabla 4. Número de réplicas4	0
Tabla 5. Composición química por espectrometría óptica4	2
Tabla 6. Elementos Equipo de ultrasonido.	7
Tabla 7. Procedimiento medición de velocidad ultrasónica4	8
Tabla 8. Velocidad longitudinal probetas tratadas a 800°C y tiempos de sostenimiento de	
1 H, 2 H y 3 H	4
Tabla 9. Velocidad longitudinal probetas tratadas a 850°C y tiempos de sostenimiento de	
1 H, 2 H y 3 H	5
Tabla 10. Velocidad longitudinal probetas tratadas a 900°C y tiempos de sostenimiento de	е
1 H, 2 H y 3 H	6
Tabla 11. Espectros Probeta patrón.	7
Tabla 12. Espectros probeta tratada 800°C5	8
Tabla 13 . Espectros probetas tratadas a 850°C5	9
Tabla 14. Espectros Probetas tratadas a 900°C	0
Tabla 15. Metalografía probeta patrón 500X. Ataque con FeCl3 (Cloruro férrico) y HCl	
(ácido Clorhídrico)	1
Tabla 16. Metalografías Probetas tratadas a 800°C, 500X. Ataque con FeCl3 (Cloruro	
férrico) y HCI (ácido Clorhídrico)	2
Tabla 17. Metalografías Probetas tratadas a 850°C, 500X. Ataque con FeCl3 (Cloruro	
férrico) y HCI (ácido Clorhídrico)6	3
Tabla 18. Metalografías Probetas tratadas a 900°C, 500X. Ataque con FeCl3 (Cloruro	
férrico) y HCI (ácido Clorhídrico)64	4
Tabla 19. Tamaño de grano probeta patrón. Área Circunferencia: 31415.9 micrómetros	
cuadrados6	5
Tabla 20. Tamaño de grano promedio para probetas tratadas térmicamente6	6
Tabla 21. Microdurezas probetas tratadas a 800°C y tiempos de sostenimiento de 1H, 2 H	H
y 3 H6	8
Tabla 22. Microdurezas probetas tratadas a 850°C y tiempos de sostenimiento de 1H, 2 H	H
y 3 H	9
Tabla 23. Microdurezas probetas tratadas a 900°C y tiempos de sostenimiento de 1H, 2 H	H
y 3 H7	0
Tabla 24. Metalografias con aumento de 500X atacadas con FeCl3 y HCl7	2
Tabla 25. Tamaño de grano "G" según norma ASTM E-112-10, obtenido de los diferentes	;
tratamientos térmicos7	3
Tabla 26. Microdurezas promedio, obtenidas de los diferentes tratamientos térmicos en	
[HV]74	4

Tabla 27. Análisis de varianza de dos factores con una sola muestra por grupo para la
microdureza75
Tabla 28. Análisis de Varianza para la microdureza76
Tabla 29. Velocidad ultrasónica longitudinal Promedio, con el palpador de frecuencia
2.25 MHz
Tabla 30. Análisis de varianza de dos factores con una sola muestra por grupo para la
velocidad longitudinal a 2.25 MHz78
Tabla 31. Análisis de varianza para la velocidad longitudinal con palpador de 2.25 MHz.79
Tabla 32. Velocidad ultrasónica longitudinal Promedio, con el palpador de frecuencia 5
MHz80
Tabla 33. Análisis de varianza de dos factores con una sola muestra por grupo para la
velocidad longitudinal a 5 MHz81
Tabla 34. Análisis de varianza para la velocidad longitudinal con palpador de 5 MHz82
Tabla 35. Coeficientes de atenuación con los palpadores de frecuencia 2.25 MHz y 5
MHz
Tabla 36. Análisis de varianza de dos factores con una sola muestra por grupo para la
velocidad longitudinal a 2.25 MHz84
Tabla 37. Análisis de varianza del coeficiente de atenuación para 2.25 MHz85
Tabla 38. Análisis de varianza de dos factores con una sola muestra por grupo para la
velocidad longitudinal a 5 MHz86
Tabla 39. Análisis de varianza del coeficiente de atenuación para 5 MHz87

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Variación del coeficiente de atenuación y del tamaño de grano en función del
tiempo en el horno, medida con el palpador de 10 MHz
Figura 2. Tipos de aceros inoxidables (a) % de cromo Vs % de níquel, (b). % de cromo Vs % de carbono
Figura 3. Expansión de la fase austenitica en un acero inoxidable austenitico con 18% Cr.
Figura 4. Equipo de ultrasonido23
Figura 5. Porcentaje de atenuación contra crecimiento de grano
Figura 6. Comparación de tamaño de grano medio determinado por las mediciones de
ultrasonido29
Figura 7. Efecto de la condición de acoplamiento sobre (a) el primer eco pared posterior y
(b) espectro automático de energía30
Figura 8. Variación de la atenuación en 10 MHz con el tamaño de grano31
Figura 9. Espectro de Energía (UA) para las probetas tratadas a 850ºC, con variación de
tiempos de sostenimiento y enfriamiento lento
Figura 10. Espectro de potencia para especímenes de ensayo ultrasónico con palpadores
normales de onda longitudinal de: A. 2,25 MHz; B. 5 MHz
Figura 11. Variación de la dureza y el tamaño de grano
Figura 12. Coeficiente de atenuación como función del tiempo de envejecimiento para el
acero inoxidable duplex 2205 a 700 °C
Figura 13. Curva característica de operación
Figura 14. Procedimiento experimental
Figura 15. Dimensiones de las probetas en centimetros
Figura 16. Horno marca Thermoline Type F62700 Furnace
Figura 17. Liempos de escalonamiento y temperaturas de mantenimiento45
Figura 18. Ataque químico con cloruro ferrico y acido clornidrico. Por inmersion
Figura 19. Analizador de Imagenes, Microscopio marca Olympus, modelo PME 3, con
Visualización en pantalla LCD, por medio de una camara de SMPX
Figura 20. Micro durometro marca Shimadzu, modelo Microhardness
durante el ensave
Figure 22 Perfil de microdureze
Figura 22. Veriación de la velocidad longitudinal con el palpador de 2.25 MHz, en función
del tiempo de tratamiento
Figura 30 Promedios para velocidades longitudinales 2 25 MHz 79
Figura 31. Variación de la velocidad longitudinal con el palpador de 5 MHz, en función del
tiempo de tratamiento
Figura 32.Promedios de velocidad longitudinal para el palpador de 5 MHz
Figura 33. Variación del coeficiente de atenuación en función del tiempo de tratamiento.
medida con el palpador de 2.25 MHz y 5 MHz

Figura	34. Promedios	de coeficiente	atenuación	para 2,25 Mł	Hz	85
Figura	35. Promedios	de coeficiente	atenuación	para 5 MHz.		86

LISTA DE ECUACIONES

38
39
10
10
15
57
33

INTRODUCCION

Los aceros inoxidables son materiales que poseen una muy buena resistencia a la corrosión. Esta característica que se da debido a una fina capa de óxido invisible formada en la superficie del material, lo hace un material excelente para trabajos en los cuales se tiene contacto con sustancias corrosivas constantemente [1].

Algunos de los usos de este material son la fabricación de recipientes, tuberías, estructuras y herramientas para diferentes tipos de industria, en los que muchas veces, se deben soldar por reparación, modificación u otro tipo de trabajo requerido, al crear un aumento de temperatura elevado en el material. Principalmente se crean problemas de corrosión intergranular, en la cual los carburos de cromo que tiene el acero inoxidable, se precipitan a los límites de grano debilitando el material y haciéndolo susceptible a grietas y fracturas [1].

El control y detención de este tipo de problemas en el material hace necesario el uso de técnicas predictivas que sean confiables y de fácil aplicación en el trabajo de campo, por esto, lo que se logró con este trabajo es utilizar el ensayo no destructivo de ultrasonido para detectar en el material cambios microestructurales, tamaño de grano, y posible precipitación de carburos que pueden llegar a quedar en el material luego de haber sido sometido a calentamientos prolongados, esta técnica se logra por medio de la relación entre la velocidad de onda y la atenuación ultrasónica, con el tamaño de grano, microdureza y cambios microestructurales que tiene el material al haber estado sometido a diferentes temperaturas.

1. DESCRIPCION DEL PROBLEMA

En el diseño de elementos de máquinas es muy importante conocer cómo se los materiales microestructuralmente. Esto debido comportan а que constantemente los materiales se ven afectados a cambios considerables de temperatura y esfuerzo tanto en su manufactura, como en su funcionalidad durante su tiempo de vida útil, lo cual puede hacer que cambien sus propiedades físicas, mecánicas y químicas. El problema surge de la necesidad que tienen las empresas dedicadas a la construcción y mantenimiento de elementos y partes en acero inoxidable, de conocer cambios internos en el material. Debido a que al exponer el material a calentamientos como en los procesos de soldadura se crean tensiones y pérdida de resistencia a la corrosión, como consecuencia de los cambios microestructurales producidos por las altas temperaturas; las tensiones pueden causar distorsión; también llegar a crear agrietamiento o hacer cambiar las tolerancias del sistema. Estos cambios se corrigen al aplicar un tratamiento térmico de alivio de tensiones después del proceso de soldadura, esto reduce la dureza, aumenta la ductilidad y la resistencia a la corrosión, disminuyendo así los peligros de defectos en el material [2].

Los ensayos no destructivos son un método muy eficaz para conocer los defectos e irregularidades que presenta un material. Es una forma económica al no tener que someter una parte del material directamente a una prueba destructiva para conocer sus propiedades, en vez de esto, se realizan las pruebas directamente sobre la parte de la estructura que se desea analizar.

Para el desarrollo del proyecto se proponen las mediciones por medio del ensayo no destructivo de ultrasonido. En el año 2008, STELLA et la en al universidad de Caracas [3] hizo una investigación empleando probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas a un tratamiento térmico de sensibilización. En el estudio se involucró comportamientos de velocidad de onda longitudinal, atenuación y análisis espectral. Se encontró una relación entre la precipitación de carburos en el material y el coeficiente de atenuación de la onda ultrasónica. El incremento de atenuación es principalmente atribuido a la continua distribución y posible fusión de los carburos a lo largo de los bordes de grano.

Lo que se busca en este trabajo es conocer las frecuencias ultrasónicas en las cuales el acero inoxidable sometido a un calentamiento continuo cambia su microestructura, tamaño de grano.

2. JUSTIFICACIÓN

El análisis del tamaño de grano de un material por mediciones ultrasónicas ya ha sido investigado por diferentes autores, dando resultados positivos en diferentes tipos de materiales. Con la ayuda de investigaciones ya realizadas se logró conocer las variables utilizadas, los equipos, programas e información teórica sobre cómo utilizar la inspección por ultrasonido en materiales metálicos y posteriormente poder aplicarlo en el acero inoxidable AISI 304.

En las investigaciones hechas hasta ahora como la de J. Zambrano et al [4]. Se utilizó el acero inoxidable austenitico AISI 316L y se utilizaron probetas sometidas a tratamientos térmicos, las primeras a un temperatura de 850°C empezando en un enfriamiento de 2 horas y un máximo de 24 horas y las segundas utilizando el mismo enfriamiento pero a una temperatura de 1000°C. Luego de esto se realizaron las respectivas mediciones por microscopia óptica que después fueron comparados con los datos obtenidos por espectroscopia ultrasónica, se obtuvieron graficas como la mostrada en la figura 1.





Fuente J. Zambrano et al [4]

Investigaciones similares han sido realizadas también como las de J.López et al [5] en la que se utilizó como material un acero inoxidable tipo 316 y la de C.Flórez [6] que hizo su experimento utilizando un aluminio AA5052.

3. OBJETIVOS

Objetivo General

 Determinar la influencia del tratamiento térmico de recocido sobre la microestructura, dureza y atenuación ultrasónica de aceros inoxidables AISI 304.

Objetivos específicos

- Determinar patrones de medición de cambios microestructurales y tamaño de grano por medio de señales ultrasónicas en un acero inoxidable AISI 304. Luego de haber sido sometido a tratamientos térmicos.
- Evaluar la microdureza, microestructura y tamaño de grano del acero inoxidable AISI 304 por medio de pruebas de perfil de microdureza y microscopia óptica.
- Comparar la influencia de la microestructura encontrada en relación con los espectros ultrasónicos.

4. MARCO TEÓRICO

4.1. ACEROS INOXIDABLES

Los aceros inoxidables son escogidos como materiales de ingeniería debido a que tienen una muy buena resistencia a la corrosión. Son aleaciones a base de hierro que contienen al menos un 12% de cromo. Su característica inoxidable se obtiene por la formación de una película de óxido superficial invisible rica en cromo que se forma en presencia del oxígeno. Además del cromo también se añaden otros elementos aleantes como lo es: níquel, molibdeno, cobre, titanio, aluminio, silicio, niobio, nitrógeno, azufre, y selenio. El carbono está presente en cantidades que van desde menos de 0,03 % a más del 1,0 % en algunos de tipo martensitico [7].

Principalmente existen cinco tipos de aceros inoxidables, que son: ferríticos, martensiticos, austeníticos, dúplex (austenita mas ferrita) y endurecidos por precipitación (PH).

Figura 2. Tipos de aceros inoxidables (a) % de cromo Vs % de níquel, (b). % de cromo Vs % de carbono.



Fuente: [8]

Los aceros inoxidables A través de los años han sido utilizados como materiales para utensilios de cocina, elementos de fijación, cubiertos, herrajes decorativos, materiales de uso en fábricas de productos químicos, fábricas de productos lácteos, plantas de procesamiento de alimentos, aplicaciones para la salud, plantas petroquímicas, plantas textiles, industria farmacéutica e industrias de transporte. Algunas de estas aplicaciones implican la exposición ya sea a temperaturas elevadas o criogénicas; los aceros inoxidables austeníticos son los más utilizados para cualquier tipo de servicio.

Las características que se deben tener en cuenta al seleccionar un acero inoxidable son: resistencia a la corrosión, resistencia a la oxidación y sulfuración, resistencia y ductilidad a la temperatura ambiente y la temperatura de servicio, estabilidad de las propiedades en el servicio, resistencia a la abrasión y a la erosión, acabado de la superficie o reflectividad, propiedades magnéticas y conductividad térmica.

Estos materiales sin embargo pueden llegar a tener problemas de corrosión, lo cual debe ser considerado cuidadosamente en el diseño y selección de la categoría adecuada de acero inoxidable. La corrosión general suele ser mucho menos grave que las formas localizadas, tales como agrietamiento por corrosión bajo tensión, corrosión de la grieta en espacios reducidos o en depósitos, picaduras, y ataque intergranular en partes del material sensible como como ocurre en el proceso de soldadura en las zonas afectadas por el calor. La corrosión localizada (pitting) puede causar una falla inesperada, mientras la mayor parte de la estructura no se ve afectada.

4.2. ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS

Los aceros inoxidables austeníticos son aleaciones ternarias de hierro-cromoníquel que contienen entre 16 y 25 % de Cr y de 7 a 20 % de Ni. Estas aleaciones se llaman austeníticos porque su estructura (FCC) sigue siendo de ese tipo en todas las temperaturas normales del tratamiento térmico. La presencia del níquel, que tiene una estructura cristalina FCC, permite que dicha estructura se mantenga a la temperatura ambiente [1].

La adición como mínimo de 8% de níquel a un acero con 18% de cromo lo transforma en austenítico, en La Figura 3, una serie de diagramas de equilibrio Fe-C con 18% Cr y contenidos crecientes de níquel muestran la influencia del níquel para expandir el campo (Austenita). Se puede observar del diagrama que a temperatura ambiente solo se encuentra Austenita y carburos, de hierro y de cromo, dependiendo de la cantidad de carbono de la aleación.



Figura 3. Expansión de la fase austenitica en un acero inoxidable austenitico con 18% Cr.

Fuente: [9]

Estos aceros son esencialmente no magnéticos en estado recocido y sólo se pueden endurecer por trabajo en frío. Por lo general, poseen excelentes propiedades criogénicas y buena resistencia a alta temperatura.

Estos aceros tienen normalmente mayor resistencia a la corrosión que los de tipo ferrítico y martensítico y son más usados porque los carburos pueden conservarse en solución sólida mediante el enfriamiento rápido a partir de altas temperaturas. Sin embargo, si esas aleaciones se soldaran o enfriaran lentamente a partir de altas temperaturas en el rango de 870 a 600°C, pueden volverse susceptibles a la corrosión intergranular porque los carburos que contienen cromo se precipitan en los límites del grano. Esta dificultad se puede evitar hasta cierto punto si se reduce el contenido máximo de carbono en la aleación a cerca de 0.03% C (aleación tipo 304L) o si se agrega un elemento de aleación como el columbio (niobio) (aleación tipo 347) para que se combine con el carbono de la aleación.

4.2.1. Características de acero AISI 304:

Éste es el más usado de los aceros inoxidables de la serie 300. Tiene muy buenas propiedades para el conformado y tiene buenas características para la soldadura. La resistencia a la corrosión es excelente en varios tipos de ambientes corrosivos incluyendo productos de petróleo calientes o con vapores de combustión de gases. Tiene excelente resistencia a la corrosión en servicio intermitente hasta 870 °C y

en servicio continuo hasta 925°C. No se recomienda para uso continuo entre 425 - 860°C pero se desempeña muy bien por debajo y por encima de ese rango [7]. En las tablas 1 y 2 se puede observar la composición y las propiedades físicas y químicas de este material respectivamente.

	Tine	Composición %							
	про	С	Mn	Si	Cr	Ni	Р	S	
	304	0.08	2	1	18 - 20	8 - 10.5	0.045	0.03	

Tabla 1. Composición química.

Fuente ASM metals Handbook vol 1, 10 Ed [7].

		2					
Tipo	Numero UNS	Densidad g/cm3 (Ib/in3)	Módulo elástico Gpa (10^6 psi)	Coeficiente de dilatación térmica de: 0°C (32 °F) a:			
				100 °C (212°F) μm/m*°C (μin./in.*°F)	315 °C (600°F) μm/m*°C (μin./in.*°F)	538 °C (1000°F) μm/m*°C (μin./in.*°F)	
304	S30400	8 (0.29)	193 (28)	17.2 (9.6)	17.8 (9.9)	18.4 (10.2)	
	Conductivio	lad Térmica					
Тіро	100 °C (212°F) W/m*K (Btu/ft*h*°F)	500 °C (932°F) W/m*K (Btu/ft*h*°F)	Calor especifico J/kg*K (Btu/Ib*°F)	Resistencia eléctrica nΩ*m	Permeabilidad Magnética	Rango de Fusión °C (°F)	
304	16.2 (9.4)	21.5 (12.4)	500 (0.12)	720	1.02	1400-1500 (2550-2650)	

Tabla 2. Propiedades mecánicas y físicas.

Fuente ASM metals Handbook vol 1, 10 Ed [7].

4.3. TRATAMIENTOS TÉRMICOS DE LOS ACEROS INOXIDABLES

EL tratamiento térmico de un acero inoxidable sirve para producir cambios en las propiedades físicas, propiedades mecánicas, niveles de esfuerzos residuales, y para restaurar la máxima resistencia a la corrosión cuando este se ha visto afectado negativamente por la anterior fabricación o calentamiento. También, una

combinación satisfactoria de resistencia a la corrosión y propiedades mecánicas óptimas se obtienen del mismo tratamiento térmico [10].

Los aceros austeníticos convencionales no pueden ser endurecidos por tratamiento térmico, pero se endurecen como resultado de trabajo en frío. Estos aceros se compran generalmente en estado recocido o trabajado en frío. Después de la soldadura o de un tratamiento térmico, un recocido posterior puede ser necesario para dar una resistencia óptima a la corrosión y mejorar la ductilidad. Porque esto hace que los carburos de cromo, que disminuyen notablemente la resistencia a la corrosión intergranular, se disuelvan.

Recocido de estabilización

Los aceros inoxidables austeníticos contienen cantidades controladas de Titanio o Niobio, que controlan en el acero la precipitación intergranular de los carburos de Cromo. Cuando se requiere la máxima resistencia a la corrosión, puede ser necesario emplear un tratamiento térmico correctivo conocido como recocido de estabilización, este tratamiento permite la precipitación de carburos de Titanio. La adición de este elemento disminuye la formación de carburo de cromo debido al hecho de que el titanio tiene una afinidad mayor por el carbono que aquella que tiene el cromo. Así, se precipita **carburo de titanio** y el cromo permanece la mayor parte en solución sólida. El tratamiento consiste en mantener a 815°C - 900°C por 1 a 5 horas, (dependiendo del espesor del material), sin el peligro de una alta precipitación de carburos de cromo. El tiempo y la temperatura dependen del espesor, seguido de enfriamiento en agua. Deben tenerse en cuenta ciertas restricciones al tipo de atmósfera del horno, controlándola cuidadosamente para eliminar cualquier carburización o excesiva oxidación [10] [20].

El enfriamiento desde la temperatura de recocido debe ser rápido, pero también debe ser compatible con las limitaciones de la distorsión. Siempre que las consideraciones de distorsión lo permitan, se debe utilizar agua de enfriamiento, asegurando así que los carburos disueltos permanecen en solución [10].

4.4. ENSAYO NO DESTRUCTIVO DE ULTRASONIDO

La inspección ultrasónica es un tipo de ensayo no destructivo en el que se introducen ondas sonoras de alta frecuencia en el material para la detección de defectos superficiales y subsuperficiales en el material. Las ondas sonoras pasan a través del material con alguna pérdida consiguiente de la energía (atenuación) y se reflejan en las interfaces. Se muestra el haz reflejado Y luego se analizan para definir la presencia y la ubicación de los defectos o discontinuidades. El grado de reflexión depende en gran medida del estado físico de los materiales que forman la interfaz y en menor medida de las propiedades físicas específicas del material [11].

La Inspección ultrasónica se realiza con frecuencias entre 0,1 y 25 MHz. por encima del rango del oído humano, que es alrededor de 20 Hz a 20 kHz. Las ondas ultrasónicas son vibraciones mecánicas; las amplitudes de las vibraciones en las partes metálicas del objeto de la inspección imponen tensiones muy por debajo del límite elástico del material, evitando de este modo efectos permanentes en la pieza.

La inspección ultrasónica es uno de los métodos más ampliamente utilizados de inspección no destructiva. Su principal aplicación en la inspección de los metales es la detección y caracterización de defectos internos, también se utiliza para detectar defectos en la superficie, para medir el grosor y la extensión de la corrosión, y (con menos frecuencia pero importante para esta investigación) para determinar las propiedades físicas, la microestructura, el tamaño de grano, y las constantes elásticas de determinado material.

4.4.1. Equipamiento básico.

La mayoría de los sistemas de inspección ultrasónicos incluyen el siguiente equipamiento básico [11]:

- Un generador de señal electrónica que produce estallidos de tensión alterna (un pico negativo o una onda cuadrada) cuando se activa electrónicamente.
- Un transductor emisor (sonda o unidad de búsqueda) que emite un haz de ondas ultrasónicas cuando las ráfagas de tensión alterna se aplican a él.
- Un medio de acoplamiento para transferir energía en el haz de ondas ultrasónicas a la pieza de prueba.
- Un medio de acoplamiento para transferir la salida de ondas ultrasónicas (energía acústica) de la pieza de prueba para el transductor.
- Un transductor receptor (puede ser el mismo que el transductor que inicia el sonido o puede ser uno separado) para aceptar y convertir la salida de las ondas de ultrasonidos de la pieza de prueba correspondientes a las ráfagas de tensión alterna. En la mayoría de los sistemas, un único transductor alternativamente actúa como emisor y como receptor.
- Un dispositivo electrónico para amplificar y, si es necesario, o de otra manera modificar las señales del transductor.
- Una pantalla o dispositivo indicador, para caracterizar o grabar la salida de la pieza de prueba. El dispositivo de visualización puede ser un CRT, a veces

referido como un osciloscopio, un registrador de gráficos o tira; un marcador, indicador, o dispositivo de alarma, o una impresión de la computadora.

 Un reloj electrónico, o temporizador, para controlar el funcionamiento de los diversos componentes del sistema, para servir como un punto de referencia primaria, y para proporcionar la coordinación para todo el sistema.





Fuente: Stella et al [2].

4.4.2. Características generales de las ondas ultrasónicas.

Las ondas ultrasónicas son ondas mecánicas (en contraste con, por ejemplo, luz o rayos X, que son ondas electromagnéticas) que constan de oscilaciones o vibraciones de las partículas atómicas o moleculares de una sustancia sobre las posiciones de equilibrio de estas partículas. Las ondas ultrasónicas se comportan esencialmente de la misma forma que las ondas de sonido audibles. Pueden propagarse en un medio elástico, que puede ser sólido, líquido, o gaseoso, pero no en el vacío. En muchos aspectos, un haz de ultrasonido es similar a un rayo de luz, ambos son ondas y obedecen una ecuación de onda general. Cada una viaja a una velocidad característica en un medio dado homogéneo, a una velocidad que depende de las propiedades del medio, no sobre las propiedades de la onda. Al igual que los rayos de luz, las ondas de ultrasonido se reflejan en las superficies, refractan cuando cruzan un límite entre dos sustancias que tienen diferentes velocidades del sonido característicos, y difractan en los bordes o alrededor de obstáculos. La Dispersión por superficies rugosas o partículas reduce la energía de un haz ultrasónico, comparable a la forma en que la dispersión reduce la intensidad de un haz de luz [11].

4.4.3. Las principales variables de inspección ultrasónica.

Las principales variables que deben tenerse en cuenta en la inspección ultrasónica incluyen tanto las características de las ondas ultrasónicas utilizadas y las características de las partes que se inspeccionan [11].

4.4.3.1. La frecuencia.

La frecuencia de las ondas ultrasónicas utilizadas, afecta a la capacidad de inspección de varias maneras. La sensibilidad, o la capacidad de un sistema de inspección ultrasónica para detectar una discontinuidad muy pequeña, se incrementa generalmente mediante el uso de frecuencias relativamente altas (longitudes de onda cortas). La Resolución, o la capacidad del sistema para dar simultáneas indicaciones separadas de discontinuidades que están muy juntas tanto en profundidad por debajo de la superficie frontal de la pieza de prueba y en posición lateral, es directamente proporcional a la frecuencia de ancho de banda e inversamente relacionada con la duración del pulso. La Resolución generalmente mejora con un aumento en la frecuencia. La Penetración, o la profundidad máxima (gama) en un material con el que se pueden detectar indicaciones útiles, se reducen por el uso de altas frecuencias. Este efecto es más pronunciado en la inspección de metal que tiene estructura de grano grueso [11].

4.4.3.2. Impedancia acústica.

Cuando las ondas ultrasónicas que viajan a través de un medio inciden en el límite de un segundo medio, una parte de la energía acústica incidente se refleja de nuevo desde el límite mientras que la energía restante se transmite en el segundo medio. La característica que determina la cantidad de reflexión es la impedancia acústica de los dos materiales en cada lado de la frontera. Si las impedancias de los dos materiales son iguales, no habrá reflexión; si las impedancias difieren en gran medida (como entre un metal y el aire, por ejemplo), habrá reflexión prácticamente completa. Esta característica se utiliza en la inspección ultrasónica de metales para calcular las cantidades de energía reflejada y transmitida en las discontinuidades de impedancia y para ayudar en la selección de materiales adecuados para la transferencia eficaz de energía acústica entre los componentes en los sistemas de inspección ultrasónica [11].

4.4.3.3. Angulo de incidencia.

Sólo cuando una onda ultrasónica incide en ángulo recto sobre una interfaz entre dos materiales (incidencia normal, es decir, el ángulo de incidencia = 0 °) hacer la transmisión y la reflexión se producen en la interfaz sin ningún cambio en la dirección del haz. En cualquier otro ángulo de incidencia, se deben considerar los fenómenos de conversión de modo (un cambio en la naturaleza del movimiento de las ondas) y refracción (un cambio en la dirección de propagación de la onda). Estos fenómenos pueden afectar a todo el haz o sólo una porción, y la suma total de los cambios que se producen en la interface depende en el ángulo de incidencia y la velocidad de las ondas ultrasónicas que salen del punto de incidencia en la interfaz [11].

4.4.3.4. La intensidad del haz.

La intensidad de un haz ultrasónico está relacionada con la amplitud de las vibraciones de partículas. Presión acústica (presión sonora) es el término más utilizado para referirse a la amplitud de las tensiones ejercidas sobre un material por una onda ultrasónica de propagación alterna. La presión acústica es directamente proporcional al producto de la impedancia acústica y la amplitud de movimiento de las partículas. La presión acústica ejercida por una partícula dada varía en la misma dirección y con la misma frecuencia que la posición de que los cambios de partículas con el tiempo. Presión acústica es la propiedad más importante de una onda ultrasónica, y su cuadrado determina la cantidad de energía (potencia acústica) en la onda. Cabe señalar que la presión acústica no es la intensidad del haz de ultrasonidos. Intensidad, que es la energía transmitida a través de un área de sección transversal de la unidad de la pieza, es proporcional al cuadrado de la presión acústica [11].

5. MARCO CONCEPTUAL

Dureza: es la propiedad que poseen los materiales de resistir al rayado y al corte de su superficie.

Microestructura: es la estructura de una superficie preparada de un metal, revelada por un microscopio con un aumento superior a 25x.

Límites de Grano: es la superficie de separación entre dos cristales de un mismo material. Se da como consecuencia del mecanismo de crecimiento de grano, cuando los dos cristales que han crecido a partir de núcleos diferentes y se encuentran en determinado momento de su crecimiento.

Atenuación: es la perdida de nivel de energía de una señal u onda cuando pasa a través de un elemento.

Carburos de cromo: es un material extremadamente duro de cerámica refractaria, estos carburos se forman debido a que la afinidad del cromo con el carbono es muy alta.

Recocido: es un tratamiento térmico que tiene como finalidad ablandar un material esto se logra sometiéndolo a altas temperaturas, seguido de un enfriamiento lento. De esta forma se logra la recuperación de la estructura y la eliminación de tensiones internas.

Soldadura: es la unión metalúrgica de dos materiales mediante la fusión a altas temperaturas de las partes a unir o de un material de relleno que al enfriarse forman una fuerte unión entre ellos.

Zona afectada por el calor: se produce en el metal adyacente al cordón de soldadura, la cual durante el proceso de soldadura se calienta y se enfría produciendo así un tratamiento térmico en esta zona, esto puede crear efectos no deseables dependiendo del tipo de material.

Corrosión intergranular: es un fenómeno corrosivo que sucede en los aceros inoxidables, consiste en una decarburización del acero debido a un fenómeno difusivo del carbono hacia los bordes de grano, en el proceso el carbono arrastra átomos de cromo, lo cual hace que el acero pierda sus propiedades anticorrosivas.

Austenita: Esta es la forma estable del hierro puro a temperaturas que oscilan entre los 900 a 1400 °C. Está formado por una disolución sólida del carbono de hierro, lo que supone un porcentaje máximo de C del 2,11%. Es dúctil, blanda y tenaz.

Metalografía óptica: son técnicas que se utilizan para estudiar las características y constitución interna de los materiales a escala micrométrica. Con la aplicación de esta técnica se pueden extraer datos como lo son: el tamaño de grano, límite de grano, existencia de varias fases y defectos internos. Para la realización de este ensayo la calidad de la superficie es muy importante.

Palpador ultrasónico: es la fuente emisora de ultrasonido, que posee como elemento fundamental un cristal piezoeléctrico que transforma los impulsos eléctricos en impulsos de ondas que se transmiten por medio de un acoplante (glicerina, aceite, etc.) al cuerpo sometido a examen.

6. ESTADO DEL ARTE

Se han realizado estudios en materiales metálicos por medio de ultrasonido; en los cuales se relaciona el tamaño de grano de un material y el cambio de atenuación de las ondas; a continuación se describen algunos de los más importantes en el campo de la ingeniería.

Una forma fácil de medir el tamaño de grano en un material después de un proceso de soldadura se consigue al relacionar la atenuación que sufren las ondas ultrasónicas con la morfología y tamaño de grano. Un estudio realizado por (LÓPEZ, Jose; ANAYA, Alfonzo; MARTÍNEZ, Enrique) en 1989 en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ) de México, titulado "Influencia del tamaño de grano y la porosidad en la atenuación de ondas ultrasónicas en aceros inoxidables tipo 316" realizo estudios empleando la técnica de ultrasonido en placas de acero inoxidable 316, tratadas térmicamente a diferentes tiempos de permanencia en el horno. Se observa que tanto la temperatura como el tiempo de permanencia. Influyen notablemente en la atenuación de ondas ultrasónicas en los aceros. Las cuales obtienen el tamaño de grano, las porosidades y el límite de grano. A medida que el grano crece, el borde de grano se vuelve muy plano y paralelo, por lo que actúa como una barrera reflectora que impide el avance del frente de onda. Durante el tratamiento térmico, a medida que se incrementa el tiempo de permanencia, hubo un aumento en el número de poros, lo cual ocasiona dispersiones y atenuaciones en las ondas ultrasónicas, este mecanismo contribuye al total de atenuación y queda pendiente el establecer cuantitativamente su influencia [5].

Figura 5. Porcentaje de atenuación contra crecimiento de grano.



Fuente López et al [5].

El tamaño de grano de un material es un parámetro importante que influye en ingeniería en las propiedades mecánicas de los metales. Es ventajoso el uso de mediciones ultrasónicas para estimar el tamaño de grano medio de un material, ya que de esta forma es mas fácil analizar en campo los cambios ocurridos microestructuralmente. Un trabajo hecho por (PALANI CHAMY; JOSEPH; JAYAKUMAR; BALDEV RAJ) titulado "Ultrasonic velocity measurements for estimation of grain size in austenitic stainless steels" en 1995 del grupo de metalurgia y materiales, de Indira Gandhi Centre for Atomic Research (India), El trabajo llevado a cabo demostró que las mediciones de la velocidad ultrasónica se pueden usar para estimar el tamaño medio de grano en un acero inoxidable austenitico 316 de tipo AISI. El procedimiento no es destructivo y puede utilizarse eficazmente en aplicaciones de campo. En comparación con las ondas longitudinales, se encuentro que las ondas de corte a son más sensible estimar el tamaño de grano. El análisis presentado en este documento también sugiere que las mediciones de velocidad darían las mediciones de tamaño de grano más preciso en comparación con las mediciones de atenuación convencionales [12]

Figura 6. Comparación de tamaño de grano medio determinado por las mediciones de ultrasonido.



Fuente Palanichamy et al [12].

Los cambios microestructurales en un material se ven afectados por los cambios de temperatura o tratamientos térmicos por esta razón un mecanismo de fortalecimiento del acero inoxidable es a través del trabajo en frio, respecto a esto podemos mencionar el estudio hecho por (PALANICHAMY; VASUDEVAN; JAYAKUMAR; VENUGOPAL) titulado "*Ultrasonic velocity measurements for characterizing the annealing behaviour of cold worked austenitic stainless Steel*". En el año 1998, en el cual para caracterizar los cambios microestructurales durante el recocido. La variación en la velocidad de la onda con el tiempo de recocido exhibió un comportamiento de tres etapas. En la primera etapa, se ha observo un ligero aumento en la velocidad durante el régimen de recuperación. Esto es seguido por un aumento significativo en la velocidad en el régimen de recristalización (segunda etapa) y la saturación de llegar a la finalización de la recristalización (tercera etapa). Observaciones microestructurales mediante metalografía óptica confirmaron estas tres etapas. En base a estas mediciones, se sugiere un parámetro de relación de velocidad adecuado para la determinación del grado de recristalización durante el recocido de la aleación de trabajado en frío [13].

Figura 7. Efecto de la condición de acoplamiento sobre (a) el primer eco pared posterior y (b) espectro automático de energía.



Fuente Palanichamy et al [13].

En el estudio de los materiales es un tema de interés, conocer el cambio del tamaño de grano de un material después de ser aplicado un tratamiento térmico, para determinar esto pueden ser utilizadas las mediciones por ultrasonido, como lo demostraron (RUIZ, Alberto; SÁNCHEZ, Amadeo; CARREÓN, Hector) con un trabajo titulado "*Determinación ultrasónica del tamaño de grano de anillos de acero por mediciones experimentales de atenuación ultrasónica y la teoría unificada de stanke y kino*" en 2006 en el Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la UMSNH Morelia, México. En esta investigación experimental, las mediciones de atenuación de ondas longitudinales se utilizaron para determinar el tamaño de grano en muestras de anillos de acero rolados en caliente. Con el propósito de lograr esto, los resultados experimentales de atenuación fueron comparados y ajustados al modelo de la teoría unificada propuesta por Stanke y Kino. Los resultados de esta investigación mostraron. Que los tamaños de grano obtenidos por ultrasonido son consistentes con los obtenidos por medio de metalografía. Estos resultados, confirman que el ultrasonido puede ser usado en forma no destructiva para predecir

en forma indirecta el tamaño de grano de materiales policristalinos a partir de mediciones de atenuación [14].

Varios estudios han empleado inspección ultrasónica por mediciones de atenuación y propagación de velocidad de onda para detectar cambios en tamaños de grano. Sin embargo identificar los pequeños cambios microestructurales con un fuerte efecto sobre las propiedades químicas y mecánicas requiere nuevos métodos de inspección. Por esto se considera el estudio hecho por (STELLA; CEREZO; RODRIGUEZ, E) titulado "Characterization of the sensitization degree in the AISI 304 stainless steel using spectral analysis and conventional ultrasonic techniques" del Departamento de Ciencias de los Materiales, Universidad Simon Bolivar, Caracas, (Venezuela). Se emplearon especímenes de acero inoxidable AISI 304 expuesto a un tratamiento térmico de sensibilización y solución de carbono y se ultrasónicas. En el estudio se involucró evaluaron usando pruebas comportamientos de velocidad de onda longitudinal, atenuación y análisis espectral. Se encontró una relación entre la precipitación de carburos en el material y el coeficiente de atenuación de la onda ultrasónica. El incremento de atenuación es principalmente atribuido a la continua distribución y posible fusión de los carburos a lo largo de los bordes de grano. Los comportamientos de la velocidad ultrasónica no dieron información significante en orden para predecir cualquier grado de sensibilización de los materiales evaluados [3].

Figura 8. Variación de la atenuación en 10 MHz con el tamaño de grano.



Fuente Stella et al [3].

Respecto al uso de Ultrasonido para conocer los cambios en propiedades mecánicas y microestructurales de uniones soldadas y aceros sometidos a tratamientos térmicos podemos mencionar el estudio hecho por (ZAMBRANO; RODRÍGUEZ; PEREIRA)"*caracterización de muestras planas de acero inoxidable austenitico 316L mediante espectroscopia ultrasónica*" de 2008 en el Departamento de Ciencia de los Materiales, Universidad Simón Bolívar, Caracas Venezuela. En el cual se realiza el procesamiento de señales que permiten estudiar el

comportamiento espectral de la onda con el objeto de generar patrones que pudiesen ser utilizados al momento de inspeccionar aceros inoxidables austeníticos o servir de apoyo en el tipo de evaluación a realizar, esto con el fin de mejorar la confiabilidad en las operaciones de inspección y adicionalmente fijar los parámetros acústicos característicos necesarios. El estudio reveló que las mediciones experimentales de la velocidad ultrasónica longitudinal producían resultados dispersos y las mediciones de atenuación en las muestras corroboran el efecto del tamaño de grano. Pudiéndose relacionar el coeficiente de atenuación y el tamaño de grano con el tiempo de permanencia de la pieza en el horno [4].





Fuente Zambrano et al [4].

La técnica de análisis espectral se convierte en una herramienta muy útil y complementaria a la hora de caracterizar materiales según los cambios generados en la microestructura, como lo demostraron (FLORES, Cesar; FRAUDITA, Freddy; GONZALEZ, Carlos; PEREIRA, Demian) en un estudio titulado *"Estudio del comportamiento de las señales obtenidas de un ensayo ultrasónico de contacto en la aleación de aluminio AA5052 homogenizada*" en el año 2011 de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencias de los Materiales (Venezuela). su trabajo estudió el cambio y comportamiento de señales ultrasónicas en la aleación de aluminio AA5052. Se fabricaron especímenes cúbicos de 5 cm, sometidos a tratamiento térmico de homogenización a 560°C, para 0, 16 y 32 horas. Esto logró cambios microestructurales y en las propiedades mecánicas de la aleación, para caracterizarlas y evaluarlas mediante análisis espectral. En donde encontraron que el palpador normal de onda longitudinal de 15 MHz, es el más idóneo para

determinar las variaciones en la microestructura como consecuencia de la aplicación del tratamiento térmico de homogenización a la aleación de aluminio AA5052. La obtención de las velocidades longitudinales y transversales típicas de cada condición de tratamiento por medio del ensayo ultrasónico de pulso-eco de contacto directo, permitieron obtener un valor preciso de: el módulo de Young, el módulo de Corte, el módulo Volumétrico y el radio de Poisson de la aleación AA5052 sin necesidad de aplicar las técnicas convencionales de ensayos mecánicos [6].





Fuente Florez et al [6].

En aplicaciones industriales los aceros inoxidables se someten a una serie de ciclos térmicos. Como resultado, se producen transformaciones microestructurales complejas, que afectan el equilibrio de fases en el acero, por esta razón se realizó investigación hecha por (VIJAYALAKSHMIA; MUTHUPANDIB, V: una JAYACHITRAC, R) que se titula "Influence of heat treatment on the microstructure, ultrasonic attenuation and hardness of SAF 2205 duplex stainless Steel" en el año 2011 de la National Institute of Technology (India). En este trabajo se generaron muestras tratadas térmicamente a 1100, 1200, 1300 o 1350 °C durante 30 min, en un horno de mufla calentado eléctricamente, seguido de temple en agua. Los cambios en las velocidades longitudinales y de corte ultrasónicos fueron capaces de caracterizar la variación de la dureza con la transformación de fase debido al tratamiento térmico. La atenuación ultrasónica se ha utilizado para correlacionar la variación en el tamaño de grano con la temperatura del tratamiento térmico. La influencia del tratamiento térmico sobre la microestructura dio como resultado un grano grueso de ferrita que favoreció la formación de Austenita en planos

específicos. Los resultados también mostraron que la atenuación se decide principalmente por el tamaño de grano; la atenuación aumenta fuertemente con el aumento de tamaño de grano. Sin embargo, la velocidad longitudinal y de corte se decidió por tanto el contenido de fase y el tamaño de grano [15].



Figura 11. Variación de la dureza y el tamaño de grano.

Fuente Vijayalakshmia et al [15].

El ultrasonido es una técnica muy utilizada para detectar cambios en los materiales junto con otros ensayos destructivos y mediciones microscópicas, para detectar el daño hecho por cambios térmicos en un acero inoxidable dúplex, se encontró el trabajo hecho por (RUIZ; ORTIZ; MEDINA; KIM; JACOBS) titulado "*Application of ultrasonic methods for early detection of termal damage in 2205 duplex stainless Steel*", en el año 2012 del Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, UMSNH, Morelia (México) en esta investigación se propone que las mediciones por medio de parámetros acústicos no lineales son más sensibles que las medidas de atenuación longitudinal para conocer la degradación térmica de las propiedades mecánicas de un acero inoxidable. Las observaciones que se realizaron dieron las siguientes conclusiones: el parámetro no lineal es más sensible a daños térmicos en edad temprana del acero inoxidable dúplex 2205 que la velocidad ultrasónica y la atenuación. Los cambios en el parámetro no lineal que se presentan a bajos tiempos de envejecimiento pueden estar relacionados con la precipitación de la fase sigma durante el tratamiento isotérmico envejecimiento [16].



Figura 12. Coeficiente de atenuación como función del tiempo de envejecimiento para el acero inoxidable dúplex 2205 a 700 °C.

Fuente Ruiz et al [16].

Conforme a los antecedentes estudiados se encuentra que para caracterizar este tipo de material (Acero AISI 304), se deben utilizar palpadores de baja frecuencia como los son 2,25 MHz y 5 MHz. Así mismo que el tratamiento de recocido a temperaturas de estabilización y sensibilización del material son los más adecuados para encontrar cambios microestructurales en el material.

7. MARCO LEGAL Y NORMATIVO

- La norma ASTM E112-96 es un método que normaliza la determinación del tamaño de grano en materiales metálicos de una forma puramente geométrica Los métodos de intersección y planimétrico son aplicables para determinar el tamaño de grano promedio. Esta norma se tendrá en cuenta para la medición por medio de metalografía óptica.
- La norma ANSI/AWS D1.1-2004 se utilizara para saber los requisitos de la superficie, la evaluación y que etapas de desbaste y pulido deben tener las probetas, y obtener una superficie con rugosidad óptima para realizar el ensayo de ultrasonido.
- La norma ASTM E407-99 Esta norma abarca las soluciones y procedimientos químicos para ser utilizados en el grabado de metales y aleaciones para exámenes de microscopia óptica. también se incluyen Precauciones de seguridad e información diversa.
- La norma NTC 1486 la cual establece las reglas y los requisitos para la presentación de un trabajo escrito, cualquiera que sea su nivel de profundidad. Enfatizando en los aspectos formales de la presentación.
- La norma NTC 5613 sirve para formular las citas dentro del texto y para presentar las referencias en la escritura de artículos científicos, trabajos de grado, tesis, informes y otros tipos de documentos. Es esencial ya que ofrece a la comunidad la posibilidad de recuperar, analizar y evaluar las fuentes citadas por el autor.
CAPITULO II: DISEÑO EXPERIMENTAL

8. METODOLOGÍA

8.1. TIPO DE INVESTIGACION

La investigación desarrollada es una investigación experimental de tipo cuantitativo.

Es experimental ya que se necesitó de una cantidad de 37 probetas y equipos para realizar las mediciones de los datos como lo fueron las mediciones de velocidad y atenuación ultrasónica, y los ensayos destructivos que se utilizaron.

Es cuantitativa por que con estos datos se pudo realizar un modelo estadístico, que relaciona las variables como lo es la atenuación y el tamaño de grano del material. También se produjo un comportamiento o tendencia al analizar las muestras.

8.2. DISEÑO EXPERIMENTAL

Para el análisis completo del acero Inoxidable AISI 304 se escogió el número de probetas a usar por medio del diseño experimental factorial 3^k (3²). Para esto, las variables que intervienen en el desarrollo de la investigación son:

- Las tres temperaturas a las cuales se va a realizar el tratamiento térmico.
- Los tres tiempos de duración a la temperatura máxima.
- El número de repeticiones del tratamiento. El cual fue encontrado en los antecedentes, en la investigación hecha por Díaz et al [17], realizada en la Universidad Libre.

Acoro Inovidable AISI 204			Variable Tiempo				
AU	ero	moxidable AlSi 504	t1= 1 hora	t2= 2 horas	t3= 3 horas		
e	tura	T1= 800 °C	T1 ; t1	T1 ; t2	T1 ; t3		
ariab	pera	T2= 850 °C	T2 ; t1	T2 ; t2	T2 ; t3		
Š	Tem	T3= 900 °C	T3 ; t1	T3 ; t2	T3 ; t3		

Fuente: Autor del proyecto.

Para determinar el número de réplicas en un diseño experimental factorial se pueden emplear las curvas de operación característica, encontrando un parámetro de no centralidad en función del número de repeticiones por medio de la diferencia especificada entre medias, como se muestra en la ecuación 1.

Ecuación 1. Parámetro de no centralidad.

$$\phi^2 = \frac{nbD^2}{2a\sigma^2}$$

Fuente. Díaz et al [17].

Dónde:

- ø: Cantidad relacionada con el parámetro de no centralidad.
- σ: Desviación estándar.
- D: Diferencia en las medias.
- a: Grados de libertad numerador
- b: Grados de libertad denominador
- n: Número de repeticiones.

En donde se obtuvieron los datos de la velocidad ultrasónica. Referenciando la investigación de (DÍAZ, Angélica Y HERNANDEZ, Hernán) titulado "Análisis ultrasónico y microestructural del acero ASTM 131 DH32 para aplicaciones navales, tratado térmicamente por medio de temple a 900 °C, 950° C y 1000°C", sacando así un promedio de la Frecuencia a 2.25 MHz y desviación estándar correspondientes a las temperaturas de 950°C y 1000°C con tiempo de permanencia de dos horas, arrojando los siguientes datos [17].

Diferencia entre medias de la velocidad longitudinal ultrasónica.

D = 108,1 m/s

Desviación estándar

σ = 72,5

Seguido se determina a y b que en este caso son los factores que tiene el diseño experimental.

Se reemplazan los datos en la ecuación 1.

$$\emptyset^2 = \frac{n*3*108.1^2}{2*3*72.5^2}$$

$$\phi^2 = 1.1116n$$

Se determina los parámetros de operación de la curva característica en donde encontramos los grados de libertad del numerador y los grados de libertad del denominador para determinar la probabilidad de aceptación de la hipótesis en la siguiente figura.

Figura 13. Curva característica de operación.



Fuente: Montgomery, Apéndice V [18].

Ecuación 2. Grados de Libertad del numerador.

$$V1 = (n \text{ úmero de factores} - 1)$$

Fuente: [18].

Ecuación 3. Grados de Libertad denominador.

$$V2 = ab * (n - 1)$$

Fuente: [18].

Tabla 4. N	úmero de	réplicas.
------------	----------	-----------

n	Ø ²	Ø	V1:grados de libertad del numerador	V2: grados de libertad del denominador	β
2	2,2	1,5	2	9	0.55
3	3,3	1,8	2	18	0.35
4	4,4	2,1	2	27	0.085

Fuente: autor del proyecto.

Con 4 réplicas se obtiene un riesgo (β) de 8,5% (0,085) o una probabilidad de 91.5% de rechazar la hipótesis nula, por lo tanto, se concluye que 4 réplicas son suficientes para obtener unos resultados satisfactorios en la investigación. Con las variables involucradas en el desarrollo del proyecto definidas ahora se involucra el diseño factorial 3^k determinado con el número de repeticiones para establecer el número de probetas necesarias.

Ecuación 4. Numero de probetas.

N° de Probetas=T*t*N

Dónde:

- T= temperaturas
- t=tiempos
- N: es el número de repeticiones [17]

N° de Probetas de acero inoxidable AISI 304 = 3*3*4 = 36

Las 36 probetas son para la realización del tratamiento térmico más una probeta patrón para observar el espectro ultrasónico del acero AISI 304 sin tratar. En total serian 37 probetas.

8.3. PROCEDIMIENTO

Figura 14. Procedimiento experimental



Fuente: autor del Proyecto.

8.3.1. Revisión bibliográfica:

Para la realización de este proyecto fue necesario verificar las investigaciones realizadas acerca del tema, en la literatura actual, bases de datos, artículos y libros referentes al tema. Estos antecedentes ayudaron a conocer las variables utilizadas, los equipos, programas e información teórica sobre cómo utilizar la inspección por ultrasonido en materiales metálicos y posteriormente poder aplicarlo en el acero inoxidable AISI 304.

8.3.2. Análisis de la composición del material.

Se realizó una prueba de composición química a una parte del material, con el fin de verificar los porcentajes de cada elemento químico, contenidos en el acero AISI 304 y compararlos con los valores encontrados en la literatura. Estas pruebas se realizaron en el centro de materiales y ensayos – SENA. Por medio de un ensayo de espectrometría Óptica, realizado en un Espectrómetro de Vacío Thermo Jarrel Ash. Obteniendo los siguiente Datos (Ver original en Anexo A).

l'abla 5. Composicion química por espectrometria optica.												
Composición Química en % del acero inoxidable AISI 304												
Elemento	С	Si	Mn	Р	S	Cu	Ni	Cr	Мо	Ti	Со	Base
%	0,0287	0,479	1,927	0,0272	0.0195	0,2431	8,841	18,42	0,3133	0,0029	0,1005	69,599

Fuente: Centro de materiales y ensayos SENA.

Datos obtenidos al promediar 5 tomas, en diferentes lugares de una cara de la probeta patrón.

8.3.3. Dimensiones de las probetas.

Las probetas de acero AISI 304 son de 5 cm x 5 cm x 1.27 cm, como se muestra en la siguiente figura.



Figura 15. Dimensiones de las probetas en centímetros.

Fuente autor del proyecto.

8.3.4. Prueba piloto de ultrasonido.

Esta prueba se utilizó para hallar la velocidad longitudinal ultrasónica del material. Para luego comparar estas mediciones con los valores obtenidos en la literatura, con esto se verificó que el procedimiento que se realizó es el correcto para el Acero inoxidable AISI 304.

Para hallar la velocidad longitudinal ultrasónica se utilizó 1 probeta de acero inoxidable AISI 304 sin tratar, realizando el siguiente procedimiento:

- 1. Calibración del equipo utilizando probeta patrón.
- Diez mediciones de velocidad longitudinal ultrasónica en la probeta (Ver descripción de las mediciones en 8.3.6), para cada uno de los palpadores (5 MHz Y 2.25 MHz).
- 3. Cálculo del promedio de las mediciones para cada palpador.
- 4. Calculo de la Desviación estándar y la varianza para comparar valores encontrados en la literatura.

8.3.5. Tratamiento térmico.

Se utilizaron probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas a tratamientos térmicos de Estabilización [10] [20].

Debido a que se han escogido tres temperaturas y tres tiempos, se utilizaron 4 probetas por cada tratamiento térmico, estas se escogieron por medio del diseño experimental (Ver numeral 8.2), y de esta forma poder hacer las diferentes mediciones, lo que asegurara poder dibujar mejor una curva del comportamiento del material.

Las temperaturas que se van a usar para el tratamiento térmico son 800 °C, 850 °C y 900 °C [10] [20]. Este rango de temperaturas fue seleccionado debido a que los aceros inoxidables al ser calentados entre 425°C y 870 °C Presentan una precipitación de carburos en los límites de grano, lo cual nos permite observar dos medidas de temperatura críticas para una posible precipitación de carburos y una temperatura fuera de este rango. Cada una de estas temperaturas con tiempos de 1,2 y 3 horas. Para el tratamiento se utilizó un Horno marca Thermoline Type F62700 Furnace (Ver Figura 16)



Figura 16. Horno marca Thermoline Type F62700 Furnace

Fuente: Autor del Proyecto

Se determinaron los escalonamientos y sus respectivos tiempos de permanencia necesarios, antes de llegar a la temperatura final del tratamiento. Lo que garantizó un calentamiento completo y evitó deformaciones o agrietamiento en las probetas.

Utilizando el método descrito en el libro "Tratamiento térmico del acero" [19], el cual dice que para aceros de construcción como el AISI 304, se debe precalentar

a 400°C y luego a 600°C cuando se hacen tratamientos a temperaturas igual o menores de 900°C. Del mismo libro se determinó el tiempo de mantenimiento en cada escalón de temperaturas usando la siguiente ecuación.

Ecuación 5. Determinación del tiempo de mantenimiento.

$$t = 20 + \frac{D(mm)}{2}(min)$$

Fuente: K, WANKE et al [19]

Reemplazando:

t = 20 + (12,7 [mm] / 2) = 26,35 [min] ≈ 26 [min]



Figura 17. Tiempos de escalonamiento y temperaturas de mantenimiento.

Fuente: autor del proyecto.

8.3.6. Mediciones ultrasónicas.

Una vez hechos los tratamientos se procedió a medir las velocidades de las ondas longitudinales y el coeficiente de atenuación, para cada probeta, por medio del ensayo de ultrasonido. Debido a la alta atenuación de los aceros austeníticos [15]. Todas las variables experimentales con respecto a la captación de señal se mantendrán a condiciones idénticas, durante la evaluación de cada muestra, dependiendo del palpador utilizado.

Para la realización del procedimiento se utilizó un Equipo ultrasónico Olympus Epoch XT. Y dos palpadores diferentes uno de 5MHz, modo Dual, marca Olympus, serie D7905M. Y otro de 2.25 MHz, modo Pulso-eco de contacto.

abl <u>a 6. Elementos Equipo de utrasonido.</u>				
Elemento	Descripción			
	Equipo de ultrasonido marca Olympus modelo EPOCH XT, maneja una frecuencia de medición máxima de10 Hz a 1000 Hz			
PRAME INCOMENDA 19730	Palpador de 5 MHz, modo Dual, marca Olympus. Panametrics D790-SM			
	Palpador de 2.25 MHz, modo Pulso-Eco de contacto.			

Tabla 6. Elementos Equipo de ultrasonido.

Fuente: Autor del proyecto.

Para poder tomar mediciones confiables después del tratamiento térmico, se realizó un pulido basto, en las caras de la probeta con papel lija abrasivo de 60 y 80 [granos/pulgada], para así evitar las irregularidades y las impurezas como la descarburación, que ocurre durante el tratamiento.

Para la realización de las tomas de velocidad ultrasónica se utilizó el procedimiento descrito en la siguiente tabla (Ver tabla 7).

Procedimiento	Descripción
	 Medición con calibrador del lado más ancho y el más delgado de la pieza.
IN 73.64 IN 75.64 IN 75.	 Calibración de los parámetros, según tipo de palpador utilizado.
	 Medición por el lado más ancho de la probeta.
	 Medición por el lado más delgado de la probeta.
HACCO 10 ¹¹ OS 10 ¹¹	5) Obtención de la velocidad ultrasónica y cero de retardo.

Tabla 7. Procedimiento medición de velocidad ultrasónica

Fuente: Autor de Proyecto.

8.3.7. Microscopia óptica.

Para la realización de la metalografía, se adecuó la superficie a estudiar. Primero haciendo un desbaste fino de la superficie por medio de papel lija abrasivo, esta operación comenzó con un abrasivo de 150, seguido de 250, 400, 600, 800 para terminar con el de 1000 y 1500 [granos/pulgada^2], todas estas colocadas sobre una Pulidora Metalográfica, Marca Metkon, Modelo Porcipal- 1, Serie N080741-N080742, Voltaje 120 V.

Para terminar el desbaste fino se pasaron las probetas por un paño colocado sobre el plato giratorio circular de la pulidora, sobre el cual son depositadas pequeñas cantidades de abrasivo de óxido de aluminio (alúmina), con granulometrías entre 10, 6, 3, 1, y 0,25 micras.

El ataque químico del material se llevó a cabo según la norma ASTM E 407-99. La cual recomienda para Aceros inoxidables AISI 304, una mezcla de FeCl₃ (Cloruro férrico) y HCl (ácido Clorhídrico) en una solución de agua destilada. El ataque se ejecutó por inmersión de la cara adecuada previamente (ver figura 18), utilizando un vidrio reloj, por un tiempo de 7 minutos, obteniendo así un ataque homogéneo y adecuado, para la visualización en el microscopio óptico metalográfico (ver figura 19).

Figura 18. Ataque químico con cloruro férrico y ácido clorhídrico. Por inmersión.



Fuente: Autor del proyecto.

Figura 19. Analizador de imágenes, Microscopio marca Olympus, modelo PME 3, con visualización en pantalla LCD, por medio de una cámara de 5MPX.



Fuente: Autor del proyecto.

Después del ataque se enjuagaron las probetas con agua destilada, y se secaron por medio de aire caliente, teniendo la superficie completamente seca, se procede a obtener las imágenes; con aumentos de 50x, 100x, 200x, 500x y 1000x.

8.3.8. Tamaño de grano

Luego se usó la misma probeta para hacerle la medición del tamaño de grano, usando las metalografías ópticas. Con la ayuda del programa "Motic Images Plus" el cual esta calibrado para la medición de distancias y áreas utilizando imágenes a 100X, se pudo determinar el tamaño de grano para cada una las temperaturas y tiempos a las cuales fueron sometidas las probetas. Se tomaron 20 mediciones por cada imagen, después utilizando la media y la varianza de los datos, se comparan los cambios en el tamaño de grano.

8.3.9. Microdureza.

Se realizó prueba de microdureza por medio de un identador Vickers en una de las 5 probetas que se obtienen de cada tratamiento. Para esto se utilizó un Microdurómetro marca "Shimadzu, modelo Microhardness" (ver Figura 20).

Figura 20. Micro durómetro marca Shimadzu, modelo Microhardness



Fuente: Autor del Proyecto.

Para la toma de las 20 mediciones, se utilizó un peso de 500 [g], con el fin de obtener una huella bien definida y sin agrietamientos (ver figura 21). Ejercida por un tiempo de 30 [s], debido a la alta dureza, que presenta el acero inoxidable AISI 304.

Figura 21. Huella producida por el identador tipo Vickers y el respectivo peso utilizado durante el ensayo.



Fuente. Autor del proyecto.

El perfil de microdureza se realizó longitudinalmente a través de la parte más ancha de la cara a estudiar, con una separación de 1.5 mm entre huellas (Ver Figura 22).

Figura 22. Perfil de microdureza



Fuente: Autor del Proyecto.

CAPITULO III: RESULTADOS

9. OBTENCIÓN DE DATOS.

9.1. VELOCIDAD ULTRASÓNICA.

Se realizaron las mediciones de velocidad ultrasónica descritas en el numeral 8.3.6. con los palpadores de 2.25 MHz y 5MHz.

Para esta prueba se hicieron 5 medicines por probeta, debido a que se usaron 4 por tratamiento, se obtiene un total de 20 medicines por tratamiento, iniciando por la probeta patrón, la cual nos dará el estado inicial y nos servirá para comprar los subsiguientes datos (Ver datos completos Anexo B).

9.1.1. Patrón.







En la figura 23, se observa la dispersión de datos para las mediciones de velocidad ultrasónica, realizadas en la probeta patrón (sin tratamiento). Calculando el promedio y la desviación. Para la frecuencia de 2.25 MHz se obtuvo un promedio de 5793,9 y una desviación estándar de 34,73. Para los 5 MHz se obtuvo un promedio de 5740,20 y una desviación estándar de 45,5, conforme a esto se presenta una variación en los datos de 0,60% y 0,80% respectivamente, siendo mejor la frecuencia de 2,25 MHz, ya que presenta una mejor confiabilidad y precisión de los datos.

9.1.2. Temperatura de 800 °C



Tabla 8. Velocidad longitudinal probetas tratadas a 800°C y tiempos de sostenimiento de 1 H, 2 H y 3 H.

Fuente: Autor del Proyecto.

9.1.3. Temperatura de 850 °C



Tabla 9. Velocidad longitudinal probetas tratadas a 850°C y tiempos de sostenimiento de 1 H, 2 H y 3 H.

Fuente: Autor del Proyecto.

9.1.4. Temperatura de 900 °C



Tabla 10. Velocidad longitudinal probetas tratadas a 900°C y tiempos de sostenimiento de 1 H, 2 H y 3 H.

Fuente: Autor del Proyecto.

9.2. ESPECTROS ULTRASÓNICOS.

Se obtuvieron los espectros ultrasónicos de cada tratamiento, con la ayuda del Software especial del equipo "Gage View", se exportaron las imágenes y los datos de calibración, a un archivo pdf. Para su posterior análisis.

Se tomó la ganancia de 38 dB y un rango de 80 mm para todas las mediciones hechas con la frecuencia 2.25 MHz y para la frecuencia de 5 MHz se utilizó una ganancia de 52 dB y rango de 80 mm en todas las mediciones con este palpador, con el fin de analizar el porcentaje de amplitud del primer pico y del segundo, hallando con estos el coeficiente de atenuación.



9.2.1. Patrón.

Fuente: Autor del Proyecto.

9.2.2. Temperatura de 800°C



Tabla 12. Espectros probeta tratada 800°C



9.2.3. Temperatura de 850°C





Fuente: Autor del proyecto.

9.2.4. Temperatura de 900°C



Fuente: autor del proyecto.

9.3. METALOGRAFIA

Las metalografias Obtenidas se realizaron en el laboratorio de materiales de la Universidad Libre, por medio de un Microscopio Óptico Metalográfico Marca Olympus, modelo PME, el cual permite aumentos de 50X, 100X, 200X, 500X, y 1000X. Se seleccionó el aumento de 500X, como el más adecuado, para apreciar los cambios microestructurales del acero inoxidable AISI 304, tanto en la probeta patrón como en las diferentes temperaturas a las que estuvo sometido.

Al observar las probetas que fueron tratadas térmicamente en una temperatura inferior a los 890°C se aprecia una gran precipitación de carburos hacia los límites de grano, lo cual nos permite hacer un estudio más detallado de esta zona. Y compararlo con el material sin tratar.

9.3.1. Patrón.



Tabla 15. Metalografía probeta patrón 500X. Ataque con FeCl3 (Cloruro férrico) y HCl (ácido Clorhídrico)

Fuente: Autor de proyecto.

9.3.2. Temperatura de 800°C

Tabla 16. Metalografías Probetas tratadas a 800°C, 500X. Ataque con FeCl3 (Cloruro férrico) y HCl (ácido Clorhídrico).

Metalografía (500X)	Análisis
T hora	Granos equiaxiales de austenita, con posible precipitación de carburos en los límites de grano. El tamaño de grano se mantiene cercano al inicial.
2 horas	Granos equiaxiales de austenita, con alta posible precipitación de carburos en los límites de grano. El tamaño de grano se mantiene cercano al inicial.
3 horas	Granos equiaxiales de austenita, con alta posible precipitación de carburos en los límites de grano. El tamaño de grano se mantiene cercano al inicial. Aumenta la precipitación de carburos con el tiempo de sostenimiento.

Fuente: Autor de proyecto.

9.3.3. Temperatura de 850°C

Metalografía (500X)	Análisis		
1 hora	Granos equiaxiales de austenita, con una posible precipitación intermitente de carburos en los límites de grano. El tamaño de grano aumenta.		
2 horas	Granos equiaxiales de austenita, con una posible precipitación intermitente de carburos en los límites de grano. El tamaño de grano aumenta.		
3 horas	Granos equiaxiales de austenita, con una posible precipitación intermitente de carburos en los límites de grano. El tamaño de grano aumenta.		

Tabla 17. Metalografías Probetas tratadas a 850°C, 500X. Ataque con FeCl3 (Cloruro férrico) y HCl (ácido Clorhídrico).

Fuente: Autor de proyecto.

9.3.4. Temperatura de 900°C

Metalografía (500X)	Análisis
1 hora	Granos equiaxiales de austenita, con poca posible precipitación de carburos en los límites de grano. Aumento considerable del tamaño de grano.
2 horas	Granos equiaxiales de austenita, con poca posible precipitación de carburos en los límites de grano. Aumento considerable del tamaño de grano.
3 horas	Granos equiaxiales de austenita, con poca posible precipitación de carburos en los límites de grano. Aumento considerable del tamaño de grano.

Tabla 18. Metalografías Probetas tratadas a 900°C, 500X. Ataque con FeCl3 (Cloruro férrico) y HCl (ácido Clorhídrico).

Fuente: Autor de proyecto.

9.4. TAMAÑO DE GRANO.

EL tamaño de grano fue determinado sobre imágenes a 100X las cuales están pre configuradas en el programa "Motic Images Plus", con el cual se realizaron las mediciones tanto del área, como del perímetro de los diferentes granos, haciendo 20 mediciones por metalografía para así poder obtener un tamaño de grano promedio por probeta (Los datos completos de las mediciones se encuentran en el anexo D). El área de la circunferencia es de 31415.9 [um^2].

9.4.1. Patrón.

 Tabla 19. Tamaño de grano probeta patrón. Área Circunferencia: 31415.9 micrómetros cuadrados

 Metalografia
 Área Promedio [um^2]



Fuente: Autor del Proyecto.



Tabla 20. Tamaño de grano promedio para probetas tratadas térmicamente.

Fuente: Autor del proyecto.

9.5. MICRODUREZA.

Se realizaron 20 tomas de microdureza Vickers, de cada una de las probetas tratadas térmicamente y de la probeta patrón, el ensayo se realizó, en un micro durómetro marca shimadzu, en el laboratorio de materiales y ensayos de la Universidad Libre.

Con este microdurómetro, se midió la diagonal de la huella dejada por el identador, para después determinar la microdureza, por medio de la siguiente ecuación.

Ecuación 6. Micro dureza Vickers.

HV = 1854,4
$$\frac{P}{d^2}$$

Donde:

HV: número de dureza VickersP: carga [gf]d: medida diagonal de identación [μm]

Todas las medidas se realizaron con una carga de 500 [gf] y un tiempo de 30 [s].

9.5.1. Patrón.

Figura 24. Microdureza obtenida de la probeta patrón.



Fuente: Autor del Proyecto.

La Figura 24, muestran las toma hechas a la probeta patrón (sin tratamiento térmico), en donde se estimó un promedio y una desviación estándar, en la cual dio un promedio de 236,96 [HV] y una desviación de 8,31, conforme a esto se presentó una variación de los datos de 3,5%.

9.5.2. Temperatura de 800°C



Tabla 21. Microdurezas probetas tratadas a 800°C y tiempos de sostenimiento de 1H, 2 H y 3 H.

Fuente: Autor de proyecto.

9.5.3. Temperatura de 850°C



Tabla 22. Microdurezas probetas tratadas a 850°C y tiempos de sostenimiento de 1H, 2 H y 3 H.

Fuente: Autor de proyecto.

9.5.4. Temperatura de 900°C

Tabla 23. Microdurezas probetas tratadas a 900°C y tiempos de sostenimiento de 1H, 2 H y 3 H.

Fuente: Autor de proyecto.

CAPITULO IV: ANALISIS DE RESULTADOS

10. ANÁLISIS DE DATOS.

10.1. ANÁLISIS METALOGRÁFICO.

En la probeta patrón de la figura 25, se pueden observar granos equiaxiales de austenita de diferentes tamaños, los cuales tienen una estructura FCC, esto debido a la presencia del níquel, el cual tiene una estructura cristalina FCC a temperatura ambiente. Esta misma estructura, se mantuvo presento en todas las temperaturas de tratamiento térmico a las que se sometió el material (ver tabla 24).

Figura 25. Metalografía Probeta patrón sin tratamiento térmico.

Fuente: Autor del proyecto.

No se presentaron cambios de fase a ninguna temperatura, esto se debe a que el porcentaje de 8,841% de níquel en la aleación, hace que se expanda lo suficiente el campo de austenita (Fase γ) hasta temperaturas bajas, en un diagrama hierro-carbono, con 18% de Cromo (ver figura 3).

Tabla 24. Metalografias con aumento de 500X atacadas con FeCl3 y HCl.

Fuente: Autor del proyecto.

En la temperatura de 800°C, al haber estado el material tratado térmicamente dentro del rango de temperaturas de sensibilización (425°C – 870°C), se produjo una posible difusión de carbono hacia el borde de grano, que al combinarse con el cromo de las inmediaciones se unen para formar carburos, disminuyendo así el contenido de cromo en una estrecha franja inmediata al borde de grano. Aparte de esto, no se hizo visible para esta temperatura, un cambio apreciable del tamaño de grano con respecto al material sin tratar.

Para la temperatura de 800 también se aprecia que a mayor tiempo de permanencia, se crea una posible precipitación de carburos en los límites de grano, esto se debe a que posiblemente los carbonos tuvieron más tiempo para combinarse con el cromo [9].

En la temperatura de 850 la cual está ya muy cercana a la temperatura máxima de sensibilización del acero inoxidable austenitico (870°C), la posible precipitación de carburos no fue tan notoria, presentándose, más bien de forma intermitente sobre los límites de grano.
La temperatura de 900 °C, la cual está fuera del rango de sensibilización del material, no mostró precipitación de carburos, pero si un mayor crecimiento del tamaño de grano, respecto a los otros tratamientos.

No se asegura que los carburos encontrados en los límites de grano sean completamente carburos de cromo debido a que se sometió el material a un tratamiento térmico de estabilización [20]. El cual precipita carburos de titanio para estabilizar el material. Se recomienda una difracción de rayos x para conocer los porcentajes de cada elemento precipitado.

10.2. ANÁLISIS TAMAÑO DE GRANO.

El análisis del tamaño de grano se realizó utilizando la norma ASTM E112-10, en la cual se encuentra la tabla "Table 4 Grain Size Relationships Computed for Uniform Oriented, Equiaxed Grains". Esta nos permite conocer el N° de grano "G" y determinar qué tipo de grano se encontró en los diferentes tratamientos. Utilizando el área promedio encontrada con la ayuda del programa "Motic Image Plus".

Tamaño de Grano Promedio	1 Hora	2 Horas	3 Horas
800 º C	6,98 [G]	7,19 [G]	6,99 [G]
850 º C	5,95 [G]	6,28 [G]	6,2 [G]
900 ° C	5,5 [G]	5,73 [G]	5,43 [G]

Tabla 25. Tamaño de grano "G" según norma ASTM E-112-10, obtenido de los diferentes tratamientos térmicos.

Fuente: Autor del proyecto.

Como era de esperarse las muestras tratadas a mayor temperatura y mayor tiempo de sostenimiento en el horno, presentaron un aumento en el tamaño de grano, teniendo en cuenta que lo aceros cuyo tamaño de grano está comprendido entre el 1 y el 5 se consideran como aceros de grano basto, y los comprendidos entre 5 y 8, como de grano fino. Se puede evidenciar el comportamiento del tamaño de grano con relación al tiempo de sostenimiento en la Figura 26. Se aprecia que el tamaño de grano de grano se mantuvo basto en todas las mediciones, pero de la misma forma siempre estuvo aumentando con respecto a la temperatura.



Figura 26. Variación del Tamaño de grano en um^2, en función del tiempo de tratamiento.

Fuente: Autor del Proyecto.

10.3. ANÁLISIS DE MICRODUREZA.

Se realizó ensayo de microdureza Vickers a los diferentes tratamientos y a la probeta patrón, los valores adquiridos corresponden a un promedio de 20 mediciones por perfil en cada probeta.

Como se observa en la Tabla 26, los valores para la temperatura de 800°C son mayores a los obtenidos en las temperaturas de 850° y 900°C, Esto debido al tamaño de grano más fino que se consiguió microestructuralmente y a la posible precipitación de carburos sobre los límites de grano.

Promedios de Microdureza	1 Hora	2 Horas	3 Horas	
800 º C	251,69 [HV]	238,16 [HV]	240,93 [HV]	
850 º C	227,75 [HV]	232,51 [HV]	243,90 [HV]	
900 º C	203,89 [HV]	199,73 [HV]	191,78 [HV]	

Tabla 26.	Micro	durezas	promedio.	obtenidas	de los	diferentes	tratamientos	térmicos	en [HV1	
									- · · · L		

Fuente: Autor del proyecto.

Se relaciona que a mayor temperatura menor dureza, esto también se cumple para un tiempo de sostenimiento de 3 horas en las temperaturas de 800°C y 900°C, a mayor tiempo menor dureza. Excepto en la temperatura de 850°C la cual presento a mayor temperatura mayor dureza, posiblemente debido a una mayor concentración de carburos durante el tiempo de permanencia y un tamaño de grano que se mantuvo relativamente constante. Esto se puede observar en la figura 27.





En la figura 28 en la gráfica de microdureza Vs temperatura se observa la dureza que se obtuvo a las diferentes temperaturas, independientemente del tiempo de sostenimiento en el horno, se evidencia que hay un aumento de dureza significativo a una temperatura de 800°C y una disminución de la dureza a una temperatura de 900°C, mientras que en la gráfica microdureza Vs tiempo, se observa la dureza a los diferentes tiempos de sostenimiento en el horno independientemente de la temperatura, denotándose un leve decrecimiento en la dureza entre 1H y 2H, y un ligero aumento a 3 H, siendo mayor la dureza en un tiempo de sostenimiento a una hora.

Resumen Temperaturas	Cuenta	Suma	Promedio	Desviación	Varianza
800 °C	3	730,78	243,59	7,15	51,10
850 °C	3	704,17	234,72	8,30	68,88
900 °C	3	595,39	198,46	6,16	37,89
Resumen Tiempos	Cuenta	Suma	Promedio	Desviación	Varianza
1 H	3	683,34	227,78	23,90	571,27
2 H	3	670,41	223,47	20,75	430,65
3 H	3	676,61	225,54	29,28	857,05

Tabla 27. Análisis de varianza de dos factores con una sola muestra por grupo para la microdureza.

Fuente: Autor del Proyecto.



Figura 28. Promedios para microdureza

Fuente: Autor del Proyecto.

En la tabla 28 se observa el análisis de varianza ANOVA de dos factores con una sola muestra por grupo, para la microdureza HV, se observa que para la temperatura, la probabilidad fue menor al nivel de significancia (α), lo que indica, que en al menos un grupo el promedio de microdurezas es distinto con un 95% de confiabilidad. Y para los tiempos de sostenimiento se ve que la probabilidad fue mayor al nivel de significancia (α), lo que indica que para este grupo el promedio de microdurezas en los tres grupos es igual con un 95 % de confiabilidad. Esto muestra que la microdureza si tiene una relación con la temperatura pero no con el tiempo de sostenimiento.

I								
Análisis de Varianza Microdureza HV								
Origen de las Variaciones	α	Probabilidad	F	Valor crítico para F				
Temperaturas	0,05	0,00593	23,83	6,94				
Tiempos de Sostenimiento	0,05	0,831	0,193	6,94				

Tabla 28. Análisis de Varianza para la microdureza.

10.4. ANÁLISIS DE VELOCIDAD ULTRASÓNICA.

10.4.1. Palpador de 2,25 MHz.

La velocidad ultrasónica con el palpador de 2,25 MHz, se obtuvo para los diferentes tratamientos y la probeta patrón, los valores adquiridos corresponden a un promedio de 20 mediciones por tratamiento. Como se observa en la tabla 29.

Velocidad 2,25 MHz Promedios	1 Hora	2 Horas	3 Horas
800 ° C	5779,35 [m/s]	5781,65 [m/s]	5781,20 [m/s]
850 ° C	5784,85 [m/s]	5771,65 [m/s]	5761,50 [m/s]
900 º C	5768,55 [m/s]	5761,20 [m/s]	5773,55 [m/s]

Tabla 29.	Velocidad ultrasónica	Iongitudinal Promedio.	con el palpado	de frecuencia 2.25 M	ИНz
		iongituaniari romoaio,	oon or purpudo		VII 12

Fuente: autor del proyecto.

En la velocidad longitudinal a 2,25 MHz, mostrada en la figura 29, se observa que para una temperatura de 800°C, se tiene una velocidad del haz relativamente constante esto debido a que la posible concentración de carburos y el tamaño de grano se mantuvieron constantes durante los diferentes tiempos de sostenimiento. Para la temperatura de 850°C se observa una disminución considerable de la velocidad, esto debido a que conforme aumentaba el tiempo de mantenimiento también aumenta la concentración de carburos lo cual hace que para el haz sea más difícil bordear la superficie del grano y para 900°C obtenemos la menor velocidad ultrasónica esto debido al mayor tamaño de grano, lo cual hace que el haz tome más tiempo para cubrir la superficie del grano.



Figura 29. Variación de la velocidad longitudinal con el palpador de 2.25 MHz, en función del tiempo de tratamiento.

Fuente: autor de proyecto.

En la Figura 30, en la gráfica de velocidad longitudinal 2,25 MHz Vs temperatura de tratamiento se observa la velocidad ultrasónica que se obtuvo a las diferentes temperaturas independientemente del tiempo de sostenimiento en el horno. Se evidencia la disminución significativa de la velocidad, desde la temperatura de 800°C a 900°C, denotando que a menos temperatura mayor velocidad ultrasónica. Mientras que en la gráfica velocidad longitudinal 2,25 MHz Vs tiempo de sostenimiento, se observa la velocidad ultrasónica que se obtuvo a los diferentes tiempos de sostenimiento en el horno independientemente de la temperatura mostrando una disminución leve, en la velocidad ultrasónica entre 1Hra y 2Hrs, y una estabilidad relativa, durante el tiempo entre 2Hrs y 3 Hrs, siendo mayor la velocidad ultrasónica, en un tiempo de sostenimiento de una hora.

Resumen Temperaturas	Cuenta	Suma	Promedio	Desviación	Varianza
800°C	3	17342,20	5780,73	1,22	1,49
850°C	3	17318,00	5772,67	11,71	137,08
900°C	3	17303,30	5767,77	6,21	38,59
Resumen Tiempos	Cuenta	Suma	Promedio	Desviación	Varianza
Resumen Tiempos 1 H	Cuenta 3	Suma 17332,75	Promedio 5777,58	Desviación 8,29	Varianza 68,76
Resumen Tiempos 1 H 2 H	Cuenta 3 3	Suma 17332,75 17314,50	Promedio 5777,58 5771,50	Desviación 8,29 10,23	Varianza 68,76 104,57

Tabla 30.	Análisis de	varianza	de dos f	actores	con una	sola	muestra	por g	grupo j	para la	velocida	ad
longitudin	al a 2.25 M	Hz.										



Figura 30. Promedios para velocidades longitudinales 2,25 MHz

En la tabla 31, se observa el análisis de varianza ANOVA de dos factores con una sola muestra por grupo de la velocidad ultrasónica a 2,25 MHz. En este se observa que para las temperaturas la probabilidad fue mayor al nivel de significancia (α), lo que nos indica que para este grupo el promedio de velocidad ultrasónica en los tres grupos es igual con un 95 % de confiabilidad. Lo mismo para los tiempos de sostenimiento donde se ve que la probabilidad también fue mayor al nivel de significancia (α), lo que indica que para este grupo, el promedio de velocidad ultrasónica, en los tres grupos es igual, con un 95 % de confiabilidad. De lo cual se puede concluir que la velocidad ultrasónica no tiene una relación ni con la temperatura, ni con el tiempo de sostenimiento. Pero debido a que la probabilidad para la temperatura fue menor se puede decir que esta es más relevante que el tiempo. Para el palpador de 2,25 MHz.

iu	or. Analisis de Vananza para		add forfigitadiriar	oon puip					
	Análisis de Varianza Velocidad 2,25 MHz								
	Origen de las Variaciones	α	Probabilidad	F	Valor crítico para F				
	Temperaturas	0,05	0,28	1,79	6,94				
	Tiempos de Sostenimiento	0,05	0,65	0,47	6,94				

Tabla 31. Análisis de varianza para la velocidad longitudinal con palpador de 2.25 MHz.

Fuente: Autor del Proyecto.

10.4.2. Palpador de 5 MHz.

La velocidad ultrasónica con el palpador de 5 MHz, se obtuvo para los diferentes tratamientos y la probeta patrón, los valores adquiridos corresponden a un promedio de 20 mediciones por tratamiento. Como se observa en la tabla 32.

Velocidad 5 MHz Promedios	1 Hora	2 Horas	3 Horas	
800 º C	5760,60 [m/s]	5768,55 [m/s]	5770,65 [m/s]	
850 º C	5797,55 [m/s]	5747,45 [m/s]	5743,75 [m/s]	
900 º C	5762,00 [m/s]	5749,50 [m/s]	5750,35 [m/s]	

Tabla 32. Velocidad ultrasónica longitudinal Promedio, con el palpador de frecuencia 5 MHz.

Fuente: Autor del proyecto.

En la velocidad longitudinal a 5Mhz, que se muestra en la figura 31, se observa para una temperatura de 800°C se obtuvo una velocidad del haz con un aumento leve esto debido a que la posible concentración de carburos y el tamaño de grano se mantuvieron constantes durante los diferentes tiempos de sostenimiento. Para la temperatura de 850°C se observa una disminución considerable de la velocidad, esto debido a que conforme aumentaba el tiempo de mantenimiento también aumenta la posible concentración de carburos lo cual hace que para el haz sea más difícil bordear la superficie del grano y para la temperatura de 900°C se obtuvo una leve disminución de velocidad ultrasónica con respecto al tiempo esto debido al mayor tamaño de grano lo cual hace que el haz tome más tiempo para cubrir la superficie del grano.



Figura 31. Variación de la velocidad longitudinal con el palpador de 5 MHz, en función del tiempo de tratamiento.

Fuente: Autor de proyecto.

En la Figura 32, en la gráfica de velocidad longitudinal 5 MHz Vs temperatura de tratamiento se observa la velocidad ultrasónica que se obtuvo a las diferentes temperaturas independientemente del tiempo de sostenimiento en el horno. Se evidencia la disminución de la velocidad, desde la temperatura de 800°C a 900°C, encontrando que a menor temperatura, mayor velocidad ultrasónica. Mientras que en la gráfica velocidad longitudinal 5 MHz Vs tiempo de sostenimiento, se observa la velocidad ultrasónica que se obtuvo a los diferentes tiempos de sostenimiento en el horno independientemente de la temperatura. Obteniendo una disminución, en la velocidad ultrasónica entre 1Hrs y 2Hrs, y una estabilidad relativa, durante el tiempo entre 2Hrs y 3 Hrs, siendo mayor la velocidad ultrasónica en un tiempo de sostenimiento de una hora.

Resumen Temperaturas	Cuenta	Suma	Promedio	Desviación	Varianza
800°C	3	17299,80	5766,60	5,30	28,10
850°C	3	17288,75	5762,92	30,05	903,02
900°C	3	17261,85	5753,95	6,98	48,78
Resumen Tiempos	Cuenta	Suma	Promedio	Desviación	Varianza
1 H	3	17320,15	5773,38	20,94	438,51
2 H	3	17265,50	5755,17	11,64	135,39
3 H	3	17264,75	5754,92	14,02	196,54

Tabla 33. Análisis de varianza de dos factores con una sola muestra por grupo para la velocidad longitudinal a 5 MHz.



Figura 32. Promedios de velocidad longitudinal para el palpador de 5 MHz.

Fuente: Autor del Proyecto.

En la tabla 34, se observa el análisis de varianza ANOVA de dos factores con una sola muestra por grupo, de la velocidad ultrasónica a 5 MHz. En este se observa que para las temperaturas la probabilidad fue mayor al nivel de significancia (α), lo que nos indica que para este grupo el promedio de velocidad ultrasónica, en los tres grupos es igual, con un 95 % de confiabilidad. Lo mismo para los tiempos de sostenimiento donde vemos que la probabilidad también fue mayor al nivel de significancia (α), lo que indica que para este grupo, el promedio de velocidad ultrasónica, en los tres grupos es igual, con un 95 % de confiabilidad. De lo cual se demuestra que la velocidad ultrasónica no tiene una relación ni con la temperatura ni con el tiempo de sostenimiento, pero debido a que la probabilidad para el tiempo fue menor, se puede decir que esta, es más relevante que la temperatura.

Análisis de Varianza Velocidad 5 MHz							
Origen de las Variaciones	α	Probabilidad	F	Valor crítico para F			
Temperaturas	0,05	0,70	0,39	6,94			
Tiempos de Sostenimiento	0,05	0,43	1,05	6,94			

Tabla 34. Análisis de varianza para la velocidad longitudinal con palpador de 5 MHz.

10.5. ANÁLISIS DE COEFICIENTE DE ATENUACIÓN.

Para el cálculo del coeficiente de atenuación se utilizó la siguiente ecuación.

Ecuación 7. Calculo del coeficiente de Atenuación [4].

$$A = A_0 e^{-\alpha z}$$

En Donde:

 α = Coeficiente de atenuación en [dB].

Ao = Amplitud del primer pico en [%].

A1 = Amplitud del segundo pico en [%].

Z = espesor de la pieza.

En la tabla 35 se aprecian los resultados obtenidos del coeficiente de atenuación usando palpadores de 2.25 y 5 MHz.

Las características de atenuación del acero inoxidable AISI 304, de las probetas tratadas térmicamente se presentan en la Figura 33.

Atenuación 2,25 MHz	1 Hr	2 Hrs	3 Hrs	Atenuación 5 MHz	1 Hr	2 Hrs	3 Hrs
800 °C	0,560 [dB/mm]	0,566 [dB/mm]	0,560 [dB/mm]	800 °C	0,347 [dB/mm]	0,339 [dB/mm]	0,344 [dB/mm]
	0 571	0 566	0 554		0 336	0 346	0 325
850 °C	[dB/mm]	[dB/mm]	[dB/mm]	850 °C	[dB/mm]	[dB/mm]	[dB/mm]
900 °C	0,547 [dB/mm]	0,527 [dB/mm]	0,469 [dB/mm]	900 °C	0,330 [dB/mm]	0,294 [dB/mm]	0,338 [dB/mm]

Tabla 35. Coeficientes de atenuación con los palpadores de frecuencia 2.25 MHz y 5 MHz.

Fuente: Autor del proyecto.

En la figura 33, se puede observar para la gráfica de atenuación de 2,25 MHz una disminución del coeficiente de atenuación similar en todas las temperaturas también se identificar que a mayor temperatura, menor perdida de energía de la onda. Para la gráfica de 5 MHz no se encontró relación de los datos con respecto a las características del material lo cual da a conocer que el palpador de 5 MHz no es recomendado para tomar mediciones en este acero ya que sus medidas presentan mucha dispersión. Sin embargo hay que tener en cuenta que para la

toma de espectros en el material al no tener unas condiciones controladas de la prueba pueden influir en las mediciones diferentes causas de error como por ejemplo, la presión aplicada al palpador durante la medición y la cantidad de acoplante para cada medición. Estos factores pueden hacer que las medidas tomen valores similares, lo cual ocurre posiblemente debido a la estructura FCC austenitica que tiene el acero inoxidable AISI 304 durante todas las temperaturas de tratamiento.

Figura 33. Variación del coeficiente de atenuación en función del tiempo de tratamiento, medida con el palpador de 2.25 MHz y 5 MHz.



Fuente: Autor del Proyecto.

La tabla 36, muestra los datos para el análisis de varianza (ANOVA) de los dos factores y una sola muestra por grupo para las mediciones de atenuación realizadas con el palpador de 2,25 MHz.

Tabla 36. Análisis de varianza de dos factores con una sola muestra por grupo para la velocidad longitudinal a 2.25 MHz.

Resumen Temperaturas	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
800 °C	2	1 6950	0 5610014	1,206E-
800 C	5	1,0059	0,5019914	05
950 °C	2 4 6042		0 562799	7,313E-
050 C	5	1,0913	0,505766	05
900 °C	3	1,57019	0,52339	0,00063
Resumen Tiempos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
1 Hr	3	1,6779	0,55932	0,000150
2 Hrs	3	1,6590	0,55301	0,000503
3 Hrs	3	1,61052	0,53684	0,001228

Fuente: Autor del Proyecto.

En la Figura 34 observando la gráfica de atenuación para 2,25 MHz Vs temperatura de tratamiento. Se observa la atenuación que se obtuvo con el palpador a 2.25

MHz a las diferentes temperaturas independientemente del tiempo de sostenimiento en el horno, se evidencia que hay un aumento de la atenuación significativo a una temperatura de 850°C y una gran disminución de la atenuación a una temperatura de 900°C, mientras que en la gráfica, atenuación 2,25 MHz Vs tiempo de sostenimiento se observa la atenuación a los diferentes tiempos de sostenimiento en el horno independientemente de la temperatura mostrando una disminución en la atenuación a medida de que aumenta el tiempo de sostenimiento en el horno siendo mayor la atenuación en un tiempo de sostenimiento a 1 hora.



Figura 34. Promedios de coeficiente atenuación para 2,25 MHz

En la tabla 37, se observa el análisis de varianza ANOVA de dos factores con una sola muestra por grupo del coeficiente de atenuación a 2,25 MHz. En este vemos que para las temperaturas la probabilidad fue menor al nivel de significancia (α), lo que significa, que en al menos un grupo el promedio del coeficiente de atenuación. Es distinto con un 95% de confiabilidad. Mientras que para los tiempos de sostenimiento se observa que la probabilidad fue mayor al nivel de significancia (α), lo que indica que para este grupo, el promedio de coeficiente de atenuación, en los tres grupos es igual, con un 95 % de confiabilidad. De lo cual se encuentra gue el coeficiente de atenuación, si tiene una relación con las temperaturas pero no con los tiempos de sostenimiento. Para el palpador de 2,25 MHz.

Análisis de Varianza Atenuación 2,25 MHz							
Origen de las Variaciones	F	Valor crítico para F					
Temperaturas	0,05	0,029	9,756	6,944			
Tiempos de Sostenimiento	0,05	0,196	2,520	6,944			

Tabla 37. Análisis de varianza del coeficiente de atenuación para 2.25 MHz.

Fuente: Autor del Proyecto.

La tabla 38 nos muestra los datos para el análisis de varianza (ANOVA) de los dos factores y una sola muestra por grupo para las mediciones de atenuación realizadas con el palpador de 5 MHz.

Resumen Temperaturas	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
800 °C	3	1,030717793	0,343572598	1,87746E-05
850 °C	3	1,007604899	0,3358683	0,000105569
900 °C	3	0,962954211	0,320984737	0,000549418
Resumen Tiempos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
Resumen Tiempos 1 Hr	Cuenta 3	Suma 1,014333413	Promedio 0,338111138	Varianza 7,43595E-05
Resumen Tiempos 1 Hr 2 Hrs	Cuenta 3 3	Suma 1,014333413 0,979029035	Promedio 0,338111138 0,326343012	Varianza 7,43595E-05 0,000782433

Tabla 38. Análisis de varianza de dos factores con una sola muestra por grupo para la velocidad longitudinal a 5 MHz.

Fuente: Autor del Proyecto.

En la Figura 35 observando la gráfica de atenuación 5 MHz Vs temperatura de tratamiento. se observa la atenuación que se obtuvo con el palpador a 5 MHz a las diferentes temperaturas independientemente del tiempo de sostenimiento en el horno se evidencia que hay una disminución de la atenuación conforme aumenta la temperatura, teniendo un máximo de atenuación a 800°C mientras que en la gráfica atenuación 5 MHz Vs tiempo de sostenimiento se observa la atenuación a los diferentes tiempos de sostenimiento en el horno, independientemente de la temperatura denotándose una disminución en la atenuación a un tiempo de 2 horas, y un leve aumento a un temperatura de 900°C, siendo mayor la atenuación en un tiempo de sostenimiento a 1 hora.



Figura 35. Promedios de coeficiente atenuación para 5 MHz.

Fuente: Autor del Proyecto.

En la tabla 39, se observa el análisis de varianza ANOVA de dos factores con una sola muestra por grupo, para el coeficiente de atenuación a 5 MHz. En este se ve que para las temperaturas, la probabilidad fue mayor al nivel de significancia (α), lo que nos indica que para este grupo, el promedio de coeficiente de atenuación, en los tres grupos es igual, con un 95 % de confiabilidad. Lo mismo, para los tiempos de sostenimiento, donde se observa que la probabilidad también fue mayor al nivel de significancia (α), lo que indica que para este grupo, el promedio de coeficiente de atenuación, en los tres grupos es igual, con un 95 % de confiabilidad. Lo mismo, para los tiempos de sostenimiento, donde se observa que la probabilidad también fue mayor al nivel de significancia (α), lo que indica que para este grupo, el promedio de coeficiente de atenuación, en los tres grupos es igual, con un 95 % de confiabilidad. De lo cual podemos concluir que el coeficiente de atenuación, no tiene una relación ni con la temperatura, ni con el tiempo de sostenimiento. Pero debido a que la probabilidad para el tiempo de sostenimiento fue menor se puede decir que esta variable es más relevante que la temperatura. Para el palpador de 5 MHz.

Análisis de Varianza Atenuación 5 MHz						
Origen de las Variaciones	α	Probabilidad	F	Valor crítico para F		
Temperaturas	0,05	0,341	1,423	6,944		
Tiempos de Sostenimiento	0,05	0,681	0,424	6,944		

Tabla 39. Análisis de varianza del coeficiente de atenuación para 5 MHz.

Fuente: Autor del Proyecto.

87

11. CONCLUSIONES

- La velocidad ultrasónica longitudinal en todas las probetas tratadas térmicamente utilizando un palpador de 2,25 MHz fue menor a la velocidad de la probeta patrón. Y Para el palpador de 5 MHz, se obtuvieron valores similares o cercanos a los de la probeta patrón esto posiblemente debido a la mayor energía que tiene el palpador de 5 MHz, lo cual no permite identificar claramente los pequeños cambios microestructurales que presenta el material.
- Se encontró una detección de la precipitación de carburos hacia los límites de grano por medio de los cambios en la velocidad longitudinal ya que a más tiempo de sostenimiento mayor precipitación de carburos, para la temperaturas de 800°C y 850°C. La velocidad ultrasónica disminuye levemente lo cual nos confirma que posiblemente los carburos observados en las metalografias, si oponen una leve resistencia al paso del haz ultrasónico.
- haciendo un análisis del coeficiente de atenuación podemos encontrar que el palpador de 2,25 MHz es el adecuado entre los dos palpadores utilizados, para detectar cambios microestructurales en el acero inoxidable AISI 304 debido a que no provoca tanta dispersión en los datos. Se evidencia que el incremento de atenuación con respecto al tiempo, es principalmente atribuido a la difusión y posible unión de los carburos a lo largo de los bordes de grano. Se descarta la frecuencia de 5 MHz, por la alta Energía que tiene el palpador.
- por medio de las mediciones de tamaño de tamaño de grano se encontró que a mayor temperatura mayor tamaño de grano, lo cual es corroborado por medio del ensayo de microdureza HV (Vickers) ya que a mayor tamaño de grano, menor dureza excepto para la temperatura de 850°C, la cual, al estar dentro del rango de sensibilización del material, desarrolló, una posible precipitación de carburos mayor conforme al tiempo de sostenimiento, lo que creo un leve aumento en la dureza.
- En función del análisis ANOVA, se encontró que la temperatura, es la variable más influyente, en el cambio microestructural del acero inoxidable AISI 304, ya que al comparar la probabilidad de cada análisis con el nivel de significancia, se encontró que la temperatura, obtuvo más mediciones de grupos distintos, con una confiabilidad del 95%, a diferencia de los tiempos de sostenimiento, los cuales siempre se mantuvieron iguales, para una confiabilidad del 95%.

REFERENCIAS

- [1] SMITH, William. Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales. Traducido por Gabriel Najore Cazares. 4 ed. Ciudad de México.: Mc Graw Hill, 2006. 1032 pag. ISBN 978-0-8493-8455-4.
- [2] OSORIO, Julián; PACHECO, Hernando y TORO, Alejandro. (2007). Efecto del tratamiento térmico post soldadura sobre la Microestructura del acero inoxidable grado CA6NM para la Construcción de rodetes hidráulicos. Universidad Nacional de Colombia.
- [3] STELLA, CEREZO y RODRIGUEZ, E. (2008). Characterization of the sensitization degree in the AISI 304 stainless steel. Caracas.
- [4] ZAMBRANO; RODRÍGUEZ y PEREIRA. (2009). caracterización de muestras planas de acero inoxidable austenitico 316 I mediante espectroscopia ultrasónica.
- [5] LÓPEZ, Jose; ANAYA, Alfonzo y MARTÍNEZ, Enrique. (1989). Influencia del tamaño de grano y la porosidad en la atenuación de ondas ultrasónicas en aceros inoxidables tipo 316.
- [6] FLORES, Cesar; FRAUDITA, Freddy; GONZALEZ, Carlos y PEREIRA, Demian. (2011). Estudio del comportamiento de las señales obtenidas de un ensayo ultrasónico de contacto en la aleación de aluminio AA5052 homogenizada.
- [7] ASM Handbook Committee, American Society for Metals. Volume 1 Properties and Selection. 10 ed. U.S.: American Society for Metals, 1990.
- [8] Designación de aceros en normas americanas; [online] slideshare.net; [cited 3 July 2015] Avalaible from internet: <u>http://es.slideshare.net/gregjaviersaave</u> <u>dra/aceros-astm-ok</u>
- [9] Distinguir acero inoxidable de acero; [online] free-stock-illustration; [cited 3 July 2015] Avalaible from internet: <u>http://free-stock illustration.com/distinguir</u> <u>+acero+inoxidable</u>

[10] ASM Handbook Committee, American Society for Metals. Heat Treating Division. Volume 4 Heat Treating. 10 ed. U.S.: American Society for Metals, 1990. Pag 1704.

- [11] ASM Handbook Committee, American Society for Metals. Volume 17 Nondestructive Evaluation and Quality Control. 10 ed. U.S.: American Society for Metals, 1990. 1608 pag.
- [12] PALANI; CHAMY; JOSEPH; JAYAKUMAR y BALDEV, RAJ. (1995). Ultrasonic velocity measurements for estimation of grain size in austenitic stainless steels.
- [13] PALANICHAMY, VASUDEVAN, JAYAKUMAR y VENUGOPAL. (1999). Ultrasonic velocity measurements for characterizing the annealing behaviour of cold worked austenitic stainless steel.
- [14] RUIZ, Alberto; SÁNCHEZ, Amadeo y CARREÓN, Hector. (2006). determinación ultrasónica del tamaño de grano de anillos de acero por mediciones experimentales de atenuación ultrasónica y la teoría unificada de stanke y kino.
- [15] VIJAYALAKSHMIA; MUTHUPANDIB, V y JAYACHITRAC, R. (2011). Influence of heat treatment on the microstructure, ultrasonic attenuation and hardness of SAF 2205 duplex stainless steel. Tamil Nadu.
- [16] RUIZ, ORTIZ, MEDINA, KIM y JACOBS. (2012). Application of ultrasonic methods for early detection of thermal damage. Atlanta.
- [17] DÍAZ, Angelica Y HERNANDEZ, Hernan. "Análisis ultrasónico y microestructural del acero ASTM 131 DH32 para aplicaciones navales, tratado térmicamente por medio de temple a 900 °C, 950° C y 1000°C" Revista de la facultad de Ingeniería, Universidad Libre de Colombia, Bogotá, 2013.
- [18] D. MONTGOMERY. "Diseño Y Análisis De Experimentos". EDITORIAL LIMUSA S.A, 2 ed, México D.F, 2004. ISBN 968-18-6156-6.
- [19] K, WANKE; K, SHARAM. Temple del acero. Barcelona Aguilar S.A de ediciones1972, Pag 115.
- [20] SAMUEL, ROSENBERG, DARR (1948). Stabilization of Austenitic Stainless Steel; U.S. Department of Commerce: National Berau of Standars.

ANEXO A (Informe de resultados de ensayo por espectrometría óptica)

IMFORME DE RESULTADOS DE ENSAYO Versión Nº 3 Proceso: Ejecución de Servicios Complementarios Procedimiento: Ejecución y Supervisión del Ensayo.



INFORME DE ENSAYO SENA - Centro de Materiales y Ensayos – Laboratório de Espectrometria Carrera 30 No. 17 B – 25 Sur. Tal : 506050 Est. 14024							
NOMBRE DEL CLIENTE: LUIS FELIPE VARGAS SOLICITUD DE SERVICIO:014-388							
DIRECCIÓN: CARRERA 72 B No. 62 - 28 TELÉFONO: 31	08840929						
FECHA DE RECEPCION DE LA MUESTRA: 2014-06-19							
FECHA DE EJECUCIÓN DEL ENSAYÓ: 2014-06-20							
MÉTODO DE AMÁLISIS: Espectrometría de Emisión Óptica realizada en Espe Termo Jarrel Ash.	ectrómetro de Vacío						
RESULTADOS DEL ENSAYO (DATOS REPORTADOS POR EL EQUIPO):							
Analysis Report 06/20/14 11:17:31 AN page 1							
Method: INOX Sample Name: LUIS FELIFE VARGAS Operator: CMB Run Time: 06/20/14 11:05:29 Comment: MUESTRA ACERO CUADRADA Mode: CONC Corr. Factor: 1							
Elen C Si Ma P S Cu Bi Avge .0287 .4790 1.927 .0272 .0195 .2431 8.841							
Elem Cr Ho Ti Co HbBase Avge 18.42 .3133 .0028 .1005 <.0010 69.599							
OBSERVACIONES:							
REALIZADO POR EL LABORATORISTA REVISADO Y APROBADO POR EL JUETE							
NOTA: Los resultados obtenidos en el presente informe se refieren a la muestra ensayada debe reproducir sin autorización coardo parate	Este informe no se						
Pag. 1 de 1	FIN DEL INFORME						

ANEXO B (Tablas de Datos – Mediciones de velocidad ultrasónica)

Probeta Patrón

Velocidad Longitudinal Ultrasónica (Probeta							
-	Patrolay 2.25 Deleader 5						
Medición	MHz [m/s]	MHz [m/s]					
1	5799	5774					
2	5793	5762					
3	5817	5718					
4	5796	5783					
5	5809	5791					
6	5807	5860					
7	5789	5765					
8	5813	5769					
9	5816	5712					
10	5833	5711					
11	5804	5707					
12	5800	5706					
13	5811	5746					
14	5836	5759					
15	5849	5745					
16	5746	5705					
17	5734	5739					
18	5735	5695					
19	5734	5656					
20	5757	5701					
Promedio	5793,90	5740,20					
Desviación	34,73	45,05					

Temperatura de 800°C

	Velocidad Longitudinal Ultrasónica (800°C)						
	1 Ho	ora	2 Ho	ras	3 Horas		
Medición	Palpador 2,25 MHz [m/s]	Palpador 5 MHz [m/s]	Palpador 2,25 MHz [m/s]	Palpador 5 MHz [m/s]	Palpador 2,25 MHz [m/s]	Palpador 5 MHz [m/s]	
1	5800	5764	5793	5782	5791	5793	
2	5778	5756	5784	5779	5802	5798	
3	5788	5771	5783	5766	5809	5802	
4	5776	5769	5788	5782	5816	5803	
5	5792	5770	5802	5743	5827	5809	
6	5732	5770	5796	5789	5768	5754	
7	5730	5740	5791	5759	5775	5755	
8	5745	5735	5782	5768	5778	5772	
9	5759	5734	5769	5776	5765	5765	
10	5779	5728	5777	5772	5755	5729	
11	5788	5784	5796	5778	5805	5772	
12	5805	5784	5788	5774	5783	5755	
13	5808	5794	5786	5785	5763	5752	
14	5815	5795	5783	5783	5745	5747	
15	5832	5786	5774	5760	5749	5725	
16	5776	5725	5779	5756	5762	5766	
17	5771	5758	5759	5754	5771	5770	
18	5771	5765	5767	5754	5777	5767	
19	5771	5754	5762	5748	5789	5789	
20	5771	5730	5774	5763	5794	5790	
Promedio	5779,35	5760,60	5781,65	5768,55	5781,20	5770,65	
Desviación	25,99	22,42	11,63	13,40	22,65	24,09	

	Velocidad Longitudinal Ultrasónica (850°C)						
	1 Ho	ora	2 Ho	ras	3 Horas		
Medición	Palpador 2,25	Palpador 5	Palpador 2,25	Palpador 5	Palpador 2,25	Palpador 5	
	MHz [m/s]	MHz [m/s]	MHz [m/s]	MHz [m/s]	MHz [m/s]	MHz [m/s]	
1	5762	5792	5726	5730	5713	5747	
2	5767	5782	5745	5725	5714	5740	
3	5787	5770	5747	5742	5731	5746	
4	5789	5772	5753	5739	5723	5713	
5	5785	5765	5754	5745	5731	5757	
6	5839	5783	5756	5747	5787	5731	
7	5813	5798	5753	5743	5800	5750	
8	5795	5792	5761	5763	5802	5752	
9	5793	5794	5784	5780	5807	5760	
10	5753	5790	5800	5761	5823	5763	
11	5786	5771	5748	5765	5720	5699	
12	5787	5794	5771	5764	5771	5711	
13	5783	5803	5774	5780	5767	5762	
14	5775	5805	5789	5777	5765	5762	
15	5790	5800	5796	5788	5770	5738	
16	5753	5820	5778	5714	5780	5759	
17	5793	5836	5781	5708	5769	5747	
18	5782	5836	5796	5706	5758	5749	
_19	5786	5814	5805	5760	5754	5746	
20	5779	5834	5816	5712	5745	5743	
Promedio	5784,85	5797,55	5771,65	5747,45	5761,50	5743,75	
Desviación	19,23	21,67	24,04	25,53	32,64	17,93	

Temperatura de 850°C

Temperatura de 900°C

	Velocidad Longitudinal Ultrasónica (900°C)						
	1 Ho	ora	2 Ho	ras	3 Horas		
Medición	Palpador 2,25	Palpador 5	Palpador 2,25	Palpador 5	Palpador 2,25	Palpador 5	
	MHz [m/s]	MHz [m/s]	MHz [m/s]	MHz [m/s]	MHz [m/s]	MHz [m/s]	
1	5770	5761	5743	5743	5769	5766	
2	5799	5788	5753	5754	5764	5752	
3	5750	5784	5746	5745	5766	5763	
4	5782	5794	5751	5754	5766	5763	
5	5764	5797	5762	5757	5763	5710	
6	5764	5721	5747	5752	5802	5738	
7	5770	5769	5759	5770	5792	5789	
8	5758	5774	5770	5793	5790	5784	
9	5765	5771	5783	5788	5786	5783	
10	5754	5767	5792	5756	5778	5727	
11	5756	5762	5764	5749	5725	5749	
12	5756	5714	5759	5753	5825	5765	
13	5765	5716	5761	5708	5817	5756	
14	5758	5764	5760	5757	5826	5768	
15	5756	5708	5756	5706	5743	5774	
16	5799	5796	5788	5783	5760	5719	
17	5789	5792	5767	5725	5749	5699	
18	5785	5778	5770	5747	5749	5739	
19	5768	5765	5747	5750	5747	5745	
20	5763	5719	5746	5700	5754	5718	
Promedio	5768,55	5762,00	5761,20	5749,50	5773,55	5750,35	
Desviación	14,65	29,82	14,04	24,99	28,08	25,68	

ANEXO C (Tablas de Datos – Mediciones de Microdureza Vickers)

Probeta Patrón

Ensayo de Microdureza (Probeta patrón)						
Medición	Diagonal [µm]	Microdureza HV				
1	60	257,6				
2	63	233,6				
3	62	241,2				
4	62,3	238,9				
5	63,5	229,9				
6	61,6	244,3				
7	62	241,2				
8	62,2	239,7				
9	63,6	229,2				
10	63,4	230,7				
11	62	241,2				
12	63,1	232,9				
13	63,7	228,5				
14	62	241,2				
15	63,8	227,8				
16	60,8	250,8				
17	62,9	234,4				
18	64,3	224,3				
19	63,4	230,7				
20	62	241,2				
Promedio	62,58	236,96				
Desviación	1,08	8,31				

Temperatura de 800°C

Ensayo de Microdureza (800 °C)							
Madiaián	1 Hora		2 Horas		3 Horas		
Weulcion	Diagonal [µm]	Microdureza HV	Diagonal [µm]	Microdureza HV	Diagonal [µm]	Microdureza HV	
1	61,6	244,3	63,5	229,9	60,8	250,8	
2	60,5	253,3	62,9	234,4	61,2	247,6	
3	61	249,2	62	241,2	61	249,2	
4	60	257,6	61,5	245,1	63	233,6	
5	58,8	268,2	62,7	235,9	62,4	238,1	
6	60	257,6	62,6	236,6	63,2	232,1	
7	60	257,6	62,7	235,9	60	257,6	
8	62,3	238,9	62,8	235,1	61,2	247,6	
9	62,4	238,1	62,4	238,1	62,3	238,9	
10	60	257,6	63,1	232,9	63,4	230,7	
11	61,7	243,6	63,3	231,4	61,1	248,4	
12	60,5	253,3	62,9	234,4	63,6	229,2	
13	61,4	245,9	62	241,2	63,4	230,7	
14	60	257,6	62,7	235,9	61,8	242,8	
15	63,4	230,7	60,9	250,0	61	249,2	
16	60,5	253,3	60,5	253,3	61,4	245,9	
17	60	257,6	63,7	228,5	62,4	238,1	
18	61,2	247,6	60,5	253,3	63,2	232,1	
19	59,2	264,6	62,5	237,4	63,7	228,5	
20	60	257,6	63,1	232,9	61,2	247,6	
Promedio	60,73	251,69	62,42	238,16	62,07	240,93	
Desviación	1,14	9,33	0,93	7,21	1,13	8,75	

Ensayo de Microdureza (850 °C)							
NA a dial é a	1 Hora		21	2 Horas		3 Horas	
weakion	Diagonal [µm]	Microdureza HV	Diagonal [µm]	Microdureza HV	Diagonal [µm]	Microdureza HV	
1	63,5	229,9	62,9	234,4	61,4	245,9	
2	63,6	229,2	61,5	245,1	63	233,6	
3	61,6	244,3	64,5	222,9	62	241,2	
4	65,5	216,1	62,4	238,1	60	257,6	
5	64	226,4	62	241,2	61,7	243,6	
6	62,8	235,1	63,7	228,5	62	241,2	
7	64,9	220,1	64,5	222,9	62	241,2	
8	64,2	225,0	62,4	238,1	61,5	245,1	
9	63,6	229,2	63,4	230,7	60	257,6	
10	63,6	229,2	62,2	239,7	60,4	254,2	
11	63,4	230,7	63,6	229,2	61,2	247,6	
12	63,5	229,9	65	219,5	61,7	243,6	
13	63,3	231,4	64,5	222,9	61,8	242,8	
14	64,1	225,7	62,8	235,1	61,6	244,3	
15	64,2	225,0	63	233,6	60,2	255,8	
16	64,5	222,9	62,7	235,9	60,8	250,8	
17	63,8	227,8	61,8	242,8	61,4	245,9	
18	63,5	229,9	63,8	227,8	64,6	222,2	
19	64,8	220,8	63,1	232,9	64,3	224,3	
20	64	226,4	63,6	229,2	62,2	239,7	
Promedio	63,82	227,75	63,17	232,51	61,69	243,90	
Desviación	0,82	5,90	0,98	7,22	1,22	9,45	

• Temperatura de 850°C

Temperatura de 900°C

Ensayo de Microdureza (900 °C)							
Madiaián	1 Hora		2 Horas		3 Horas		
Wedicion	Diagonal [µm]	Microdureza HV	Diagonal [µm]	Microdureza HV	Diagonal [µm]	Microdureza HV	
1	64,7	221,5	67,8	201,7	70,8	185,0	
2	67,2	205,3	67,3	204,7	72,3	177,4	
3	67,5	203,5	67,7	202,3	69,8	190,3	
4	67,6	202,9	68,7	196,5	69,3	193,1	
5	68	200,5	70,4	187,1	72,2	177,9	
6	68,2	199,3	68,6	197,0	69	194,7	
7	67	206,5	67	206,5	67,5	203,5	
8	68,2	195,3	69,1	194,2	69,3	193,1	
9	68	200,5	68,5	197,6	68	200,5	
10	68,7	196,5	70	189,2	70	189,2	
11	66,8	207,8	67,5	203,5	69,2	193,6	
12	67	206,5	69	194,7	67,4	204,1	
13	68,7	196,5	67,5	203,5	70	189,2	
14	68,8	195,5	68,6	197,0	69	194,7	
15	67,8	201,7	66	212,9	71	183,9	
16	65	219,5	69	194,7	69,8	190,3	
17	65	219,5	67	206,5	68,8	195,9	
18	67,5	203,5	67	206,5	68,7	196,5	
19	67,5	203,5	66,6	209,0	70,8	185,0	
20	69,5	192	70	189,2	68,5	197,6	
Promedio	67,44	203,89	68,17	199,73	69,57	191,78	
Desviación	1,29	8,19	1,21	7,08	1,35	7,38	

ANEXO D (Tablas de Datos – Mediciones Tamaño de grano)

-

Probeta Patrón

Tamaño de grano Probeta Patrón							
Medición	Área [um^2]	Perímetro [um]					
1	1425	263,6					
2	1229	217					
3	872,5	161,4					
4	1378,5	231,9					
5	525,5	132,3					
6	723,5	154					
7	1367	199,4					
8	457	119,1					
9	460,5	111,4					
10	1052,5	166,4					
11	756	137,2					
12	1054	195,7					
13	1112	166,3					
14	946	152,2					
15	1535	192					
16	577	133,2					
17	1625,5	176,6					
18	1112	166,3					
19	1103	180,2					
20	852,5	129,5					
Promedio	949,1	175,65					
Desviación	393,23	50,70					

Temperatura de 800°C

Tamaño de grano 800°C							
N a diaiź a	1 Hora		2 Horas		3 Horas		
iviedición	Área [um^2]	Perímetro [um]	Área [um^2]	Perímetro [um]	Área [um^2]	Perímetro [um]	
1	1816	251,7	1055,5	164	1105	181,9	
2	2155,5	232,1	894	139,2	741,5	163	
3	991,5	209,8	1183,5	148,5	772	165,5	
4	861,5	138,5	1091	174,9	242	88,2	
5	1243,5	196,6	1161,5	179,7	1277,5	163	
6	1618	198,9	936	187,4	897,5	160,3	
7	1248	199,6	736	191,4	1154	216	
8	1209,5	181,9	719,5	156	756	184,1	
9	1076,5	235,2	852	194,5	1069,5	217,9	
10	940	187,5	633	150,3	937	210,1	
11	589,5	131,5	795	138,3	1164,5	146,9	
12	735,5	151	734	151,4	1540,5	185,5	
13	734,5	136,4	895,5	155,1	1203,5	169,6	
14	1235,5	234	780,5	163,7	1361,5	167,2	
15	749	149,3	888	141,6	1285	189,3	
16	580,5	158,8	936	146,1	1038,5	163,1	
17	565,5	135,6	795	146,1	852,5	143,4	
18	589,5	115,7	1187,5	189,6	1124	183,7	
19	1690	203,6	513	140,3	1183,5	178,1	
20	629,5	159,9	849	145,8	1079	153,3	
Promedio	1062,95	180,38	881,775	160,195	1039,225	171,505	
Desviación	462,90	40,43	183,18	19,20	281,37	28,71	

	Tamaño de grano 850°C						
	1 Hora		2	2 Hora		3 Hora	
Medición	Área [um^2]	Perímetro [um]	Área [um^2]	Perímetro [um]	Área [um^2]	Perímetro [um]	
1	2057,5	216,2	942,5	186,6	2255	376,2	
2	3465,5	268,7	1174	178,8	1757	211	
3	2652	277,5	1163	209,4	2634,5	270,1	
4	874,5	133,2	2895,5	307,7	1142,5	168,3	
5	3073,5	264,8	627,5	130,3	1171,5	226,8	
6	2076	272,9	764,5	148,9	1538,5	187,5	
7	2631	266,7	403	101,6	1584,5	181,3	
8	1726	267,9	1010,5	213,9	1221	201,9	
9	2652	277,5	1171,5	226,8	1163	209,4	
10	2895,5	307,7	2631	266,7	2057,5	216,2	
11	2755,5	269,2	1711	223,5	2391	290,3	
12	1136	169,2	1974,5	242,3	1482	284,8	
13	2866,5	253,9	2118	239,6	1216	182,4	
14	2317	236,5	1578	227,8	1749	197,7	
15	1687,5	218,6	2677	265,7	3031	274,4	
16	1499,5	220,3	3311,5	289,6	1682	241,8	
17	1729	205,8	2369,5	244,6	2160,5	269,3	
18	2040	222,6	1643	214,5	1278,5	190,8	
19	2046,5	208,9	2081	260,2	2380,5	302,6	
20	1119,5	183,3	1630,5	212	1169,5	212,6	
Promedio	2165,0	237,1	1693,9	219,5	1753,3	234,8	
Desviación	708,07	43,40	805,06	51,40	565,26	52,82	

• Temperatura de 850°C

Temperatura de 900°C

	Tamaño de grano 900°C							
Madiaián	1 Hora		2 Horas		3 Horas			
weakion	Área [um^2]	Perímetro [um]	Área [um^2]	Perímetro [um]	Área [um^2]	Perímetro [um]		
1	2307	280,8	3311	319,4	3982	363,3		
2	1930,5	225,5	1510,5	224	2318	207,2		
3	1676	230,4	1831,5	237,4	4085	344		
4	744	181,8	1605	256,1	2728	242,8		
5	1053,5	154,1	1756	238,9	2341	280,6		
6	2295,5	254,8	1872	255	2640	309,8		
7	3463,5	286,4	2887,5	280,8	4744	326,6		
8	2504	240,7	2745	351,9	2375,5	218,8		
9	2009,5	283,7	1757,5	234,3	2821	259,5		
10	2346	223,7	1228	177,2	2899,5	404,2		
11	4832	337,7	5383,5	479,1	3773	375,1		
12	2744	316,7	1988,5	255,1	2510,5	215,3		
13	2396,5	269,9	3277	362,2	3798	298,1		
14	6320	388	3504,5	259,4	2822	273,7		
15	3457	260	2843,5	325,3	4468	348,1		
16	2521,5	240,7	3028	309,4	2882,5	260,6		
17	4707,5	312,5	2493	277,7	2897,5	243,8		
18	3698,5	294,7	1960	224,4	2852	316,4		
19	1946	291,4	2175,5	330,9	2439	315,1		
20	2769,5	295,6	1808	269,4	2985	372,6		
Promedio	2786,1	268,455	2448,275	283,395	3118,075	298,78		
Desviación	1328,24	53,16	963,00	66,15	742,02	58,21		