



UNIVERSIDAD
NACIONAL
DE COLOMBIA

**EFFECTO DE LOS CAMBIOS
MICROESTRUCTURALES SOBRE LA MEDIDA DE
LA INTEGRIDAD CON ULTRASONIDO EN UNA
SUPERALEACIÓN POLICRISTALINA**

Walter David Uribe Santa

Universidad Nacional de Colombia
Sede Medellín, Facultad de Minas

2017

**EFEECTO DE LOS CAMBIOS
MICROESTRUCTURALES SOBRE LA MEDIDA DE
LA INTEGRIDAD CON ULTRASONIDO EN UNA
SUPERALEACIÓN POLICRISTALINA**

Walter David Uribe Santa

Tesis presentada como requisito parcial para optar al título de:

Magister en Ingeniería de Materiales y Procesos

Director:

Alejandro Toro

Codirector:

Juan Manuel Meza M.

Línea de Investigación: Materiales

Grupo de Investigación: Grupo de Tribología y Superficies

Universidad Nacional de Colombia

Sede Medellín, Facultad de Minas

2017

Resumen

Este trabajo inicia con una revisión bibliográfica relativa a las turbinas a gas y la importancia de las superaleaciones para la fabricación de componentes de la zona de flujo de gases calientes en las turbinas de ciclo Brayton, estas turbinas usan en dicha zona diferentes tipos de superaleaciones las cuales poseen una alta resistencia a esfuerzos termomecánicos, *creep*, corrosión, entre otras cualidades que hacen de este material uno de los principales para trabajar en ambientes de alta temperatura y ambientes corrosivos. Las superaleaciones poseen diferentes fases incluyendo γ , γ' , γ'' , δ , μ , *laves* y carburos MC, M_6C y $M_{23}C_6$. Las fases δ , μ y *laves* son no deseadas ya que deterioran las propiedades de resistencia que caracterizan al material.

En la teoría se encuentra la importancia de los ensayos no destructivos (END) en el medio de evaluación de la integridad en componentes de turbinas a gas, una de las técnicas no destructivas es el ultrasonido *Phased array*, con la cual se envían pulsos ultrasónicos en el material, estos pulsos se transforman en ecos al encontrar discontinuidades en el material tales como poros o grietas. Además de poder identificar defectos como los mencionados, se pueden conocer los efectos que causa la microestructura del material sobre la energía de la onda ultrasónica, un ejemplo es el tamaño de grano y la interacción con las ondas ultrasónicas para determinadas longitudes de ondas, lo cual permite medir la atenuación y mediante modelos matemáticos poder encontrar valores de diferentes módulos del material y hasta inferir en el tamaño de grano.

Los resultados de esta tesis muestran que existe una relación entre el tamaño de grano y la atenuación ultrasónica, la cual varía a medida que se cambia la frecuencia de la onda que interactúa con el material de estudio, que para este caso fue la superaleación Inconel 625, a la cual se le realizaron tratamientos térmicos de recristalización y de esta manera hacer que el tamaño de grano aumentara significativamente y de este modo poder tener una información precisa sobre tamaño de grano, frecuencia, velocidad del sonido y atenuación ultrasónica.

Palabras clave: Turbinas a gas, superaleación, ensayos no destructivos, atenuación, *phased array*, tamaño de grano.

EFFECT OF MICROSTRUCTURAL CHANGES ON THE MEASUREMENT OF INTEGRITY WITH ULTRASOUND IN A POLYCRYSTALLINE SUPERALLOY

ABSTRACT

The Inconel superalloy 625, it's been used in the field as a raw material in the manufacture of containers for the storage of petrochemical substances, in pipelines under the surface of the sea and as a substrate in different components of gas turbines of the Brayton cycle and combined cycles, in which the substrate (Inconel 625) can reach temperatures of 1200 ° C (Gómez, 2012) and it is indispensable to carry out preventive and predictive inspections due to the extreme conditions of the medium in which the material, using technics non destructive testing (NDT).

The Inconel 625 superalloy is made up of FCC crystalline cells and an equiaxial crystalline structure in which the different phases including γ , γ' , γ'' , δ , μ , laves and MC, M6C and M23C6 carbides are housed. The δ , μ and laves phases are undesired since they deteriorate the resistance properties that characterize the material.

Due to its crystalline structure, ultrasonic inspection can be performed on the microstructural changes that occur in the material when it is subjected to recrystallization heat treatments, as observed in this study, where the material was subjected to different temperatures starting from 800 ° C until 1100 ° C, where it was found and reported that the grain size increases significantly as the treatment temperature increases, generating an ultrasonic distortion and attenuation of the wave emitted by the Phased Array system at the time of performing an inspection of the material.

AGRADECIMIENTOS

Al profesor Alejandro Toro, académico admirable, por el apoyo, paciencia, enseñanzas y consejos para el desarrollo de esta tesis.

Al profesor Sergio Lopera del Grupo de Yacimientos de Hidrocarburos por sus aportes y apoyo para desarrollar esta tesis de maestría.

Al Dr. Pablo Gómez por el gran aporte en conocimiento y también por ser el impulsador del proyecto Termosierra II del grupo EPM, en el cual tuve la fortuna de participar y aprender sobre nuevas tecnologías en el medio.

Al Profesor Juan Meza por sus asesorías y consejos para llevar a cabo este trabajo.

A mi madre y padre por el apoyo moral y anímico para seguir adelante.

A todos mis compañeros del grupo de trabajo del proyecto Termosierra II y grupo de Yacimientos de Hidrocarburos por sus aportes en el área de propiedades de los gases, por su buena disposición para ayudar y amistad brindada durante esta etapa.

A familiares y amigos que de una u otra forma aportaron en el desarrollo de esta tesis. A la Universidad Nacional por brindar sus espacios para el desarrollo de conocimiento, el cual es el motor de desarrollo de la nación.

AGRADECIMIENTO ESPECIAL

Para el FONDO NACIONAL DE FINANCIAMIENTO PARA LA CIENCIA, LA TECNOLOGÍA Y LA INNOVACIÓN “FRANCISCO JOSÉ DE CALDAS”, a Colciencias, la ANH y la UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA por su soporte, el cual está enmarcado en el proyecto "Plan nacional para el potenciamiento de la tecnología CEOR con gas mejorado químicamente" contrato 273-2017".

Resumen.....	IV
Lista de Símbolos y abreviaturas	<i>Error! Bookmark not defined.</i>
INTRODUCCIÓN.....	XII
1. Objetivos	15
2. JUSTIFICACIÓN	16
3. MARCO TEORICO	18
3.1 TURBINAS A GAS	19
3.2 SUPERALEACIÓN BASE NÍQUEL	19
3.3 TRATAMIENTOS TÉRMICOS.....	27
3.4 ENSAYOS NO DESTRUCTIVOS.....	30
3.4.1 PROPAGACION DE ONDAS ULTRASONICAS EN MATERIALES POLICRISTALINOS.....	34
4. METODOLOGÍA.....	40
4.1 Revisión Bibliográfica	40
4.2 Tratamientos Térmicos.....	41
4.3 Calibración Ultrasonido Phased Array	42
4.4 PREPARACIÓN DE PROBETAS PARA PRUEBAS DE ATENUACIÓN Y MEDIDA DE PARAMETROS CON PHASED ARRAY.....	47
5. RESULTADOS Y ANÁLISIS	49
5.1 PROTOCOLO DE INSPECCIÓN	49
5.2 TRATAMIENTOS TÉRMICOS SUPERALEACIÓN INCONEL 625	62
5.3 CORRELACIONES ENTRE MICROESTRUCTURA Y SEÑAL DE ULTRASONIDO PHASED ARRAY	80
6. Conclusiones	85

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Zonas representativas Turbina a gas GE7FA. Tomado de (General Electric Company , 2010).....	19
Figura 2. Evolución en el tiempo de las superaleaciones relacionado con el aumento de las temperaturas. Imagen tomada de (Reed, 2006).....	20
Figura 3. a) Estructura cubica centrada en las caras (FCC) de la superaleación base níquel b) orientación cristalográfica. Tomado de (Lane, 2014).	22
Figura 4. Morfología típica de la fase γ' y disposición de los átomos en la celda unitaria. Imagen tomada de (D. Locq & P. Caron, 2011).....	23
Figura 5. Cortes isotérmicos del diagrama de fases ternario Ni-Al-Ti. Imagen tomada de (Bhadeshia, SF).	23
Figura 6. Representación de la celda cristalina de la fase γ'' de las superaleaciones base níquel. Tomado de (Bhadeshia, SF).	24
Figura 7. Superaleaciones con granos equiaxiales, b) superaleación de granos alargados, c) superaleación mono-cristal. Imagen tomada de (Reed, 2006).....	26
Figura 8. Variación de la fracción de volumen de la fase γ' en una superaleación con diferentes tratamientos térmicos. Tomado de (Baig et al, 2004).....	28
Figura 9. Crecimiento de grano en la superaleación Inconel 625, estudiado por (LIU, y otros, 2016). a) 900°C. b) 950 °C. c)1000 °C. d) 1050 °C. e) 1100 °C. f) 1150 °C. g) 1200°C.	29
Figura 10. Difractograma de la superaleación Inconel 625 para diferentes temperaturas. Imagen tomada de (Li, White, Fang, Weaver, & Guo, 2017)	30
Figura 11. Esquema de funcionamiento de un palpador de ultrasonido Phased Array (Claudio, 2012).....	32
Figura 12. Esquema de generación del pulso y el eco que se genera por discontinuidades presentes en el material inspeccionado Imagen tomada de (Olympus, 2012).	33
Figura 13. Representación del haz incidente de ondas para diferentes ángulos de emisión con un palpador de ultrasonido Phased Array. Tomado de (Claudio, 2012).	34
Figura 14. Retrodispersión causada por las fronteras de grano en un material policristalino. Tomado de (Pamel, 2008).....	36
Figura 15. Diagrama TTT para la superaleación Inconel 625	40
Figura 16. Bloque de calibración IIW.	43

Figura 17. Medidas del bloque de calibración IIW que recomienda la norma ASTM E164 para realizar calibración de las sondas.	44
Figura 18. Equipo, palpador y placa de calibración IIW.....	44
Figura 19. Palpadores que se tienen para realizar inspección.	45
Figura 20. Lector A-Scan del equipo Omniscan MX2 en prueba de ultrasonido Phased Array.....	46
Figura 21. Lector S-Scan del equipo Omniscan MX2 en prueba de ultrasonido Phased Array.....	47
Figura 22. Probeta de superaleación Inconel 625 para pruebas de atenuación ultrasónica.	48
Figura 23. Probeta de superaleación Inconel 625 para pruebas de atenuación ultrasónica y tratamientos térmicos.	49
Figura 23. Ultrasonido Phased Array realizado a Inconel 625 donde se observa la distorsión de la medición de un defecto debido a las variaciones de tratamiento térmico en el material, el ensayo fue realizado con una frecuencia de 7MHz y con la zapata de 30° de inclinación y un escaneo de barrido angular 48° hasta 62° con un paso de 1 ns. a) A-Scan y S-Scan del inconel 625 sin tratamiento (S.T). b) A-Scan y S-Scan Inconel 625 con tratamiento térmico de 1050 °C a 5 h.	51
Figura 24. A-Scan y S-Scan realizado a las probetas de Inconel 625 sin tratamiento térmico para evaluar la señal de ruido. Ensayo realizado con la zapata de 90°, con una frecuencia de 5 MHz, entre los angulos de -30° y 30°. Ganancia en decibeles es de 20.51	
Figura 25. A-Scan y S-Scan realizado a las probetas de Inconel 625 sin tratamiento térmico para evaluar la señal de ruido. Ensayo realizado con la zapata de 90°, con una frecuencia de 12 MHz, entre los angulos de -30° y 30°. Ganancia en decibeles es de 20.	52
Figura 26. Calculo de la velocidad del sonido tomando dos ecos consecutivos en el material de estudio para la placa IIW ASTM.	53
Figura 28. Trazado de curva DAC para cálculo de la atenuación ultrasónica en una superaleación Inconel 625 Omniscan MX2.	55
Figura 29. Diagrama representativo de las zonas en las cuales se divide el campo acústico generado por la propagación de ondas ultrasónicas en un medio. Tomado de (Hellier C. , 2003).....	57

Figura 31. a) Medida de espesor en placa de acero 1018. b) ventanas A-Scan y S-Scan, donde se observa la medida del espesor real con ultrasonido Phased Array.	59
Figura 32. Medida e interpretación de defectos en el A-Scan y S-Scan.	60
Figura 33. Medida de defecto pequeños en una placa de acero 1018, agujero a 15 mm de profundidad que genera un pico con amplitud menor que para el caso de a figura 9.	60
Figura 34. Medidas con el Phased Array de defectos conocidos y ductos de refrigeración del recorte de álabe de primera etapa de la turbina a Gas de termosierra.....	61
Figura 35. Inspección realizada a componente de turbina Francis de EPM.	61
Figura 36. Ventana de medida OmniScan MX2, donde se observa la ubicación exacta de uno de los defectos presentes en la pieza examinada.....	62
Figura 37. A-Scan y S-Scan de medida de en agujeros reflectores de las probetas fabricadas con Inconel 625. a) Ultrasonido de 7 MHz para Inconel 625 sin tratamientos térmicos. b) Ultrasonido de 7MHz para Inconel 625 con tratamiento térmico de 1050 °C a 5h.	
Figura 38. Micrografía donde se muestra Microestructura del Inconel 625 en estado de entrega (E.E).....	63
Figura 39. Resultado difracción de Rayos X de la superaleación Inconel 625 en estado de entrega.....	64
Figura 40. Microestructura final obtenida despues del tratamiento térmico. a) tratamiento térmico de 800°C y 2 horas. b) Tratamiento térmico 900 °C 2h. c) tratamiento térmico 1050 °C 100h.	65
Figura 41. Micrografías de cada uno de los tratamientos térmicos realizados. a) Inconel 625 Sin Tratamiento térmico, b) 950°C, c) 1000°C, d) 1050°C, e) 1100 °C.	67
Figura 42. Imagen de SEM tomada a la microestructura de la superaleación Inconel 625 en estado de entrega (S.T).....	68
Figura 43. Imagen de SEM tomada a la superaleación Inconel 625 con un tratamiento térmico a temperatura de 900 °C durante 5 horas.	69
Figura 44. Imagen de SEM tomada a la superaleación Inconel 625 con un tratamiento térmico a temperatura de 900 °C durante 5 horas	70
Figura 45. Imagen de SEM tomada a la superaleación Inconel 625 con un tratamiento térmico a temperatura de 1050 °C durante 5 horas.	71
Figura 46. Imagen de SEM tomada a la superaleación Inconel 625 con un tratamiento térmico a temperatura de 1100 °C durante 5 horas.	72
Figura 47. Variación de la cantidad de partículas/mm ² para cada tratamiento térmico. ..	73

Figura 48. Imagen de SEM superaleación Inconel 625 sin tratamiento térmico, en la cual se muestra en un recuadro la región donde se realizó el mapeo EDS.	74
Figura 49. Mapeo realizado a la superaleación Inconel 625 sin tratamiento térmico (S.T), donde se observa trazas de Nb y Ti que son formadores de carburos primarios y los cuales siempre están presentes en la superaleación sin ciclos o con ciclos. También se obtuvo algunas trazas de Mo lo que da a entender que hay presentes algunos carburos secundarios en la superaleación.	74
Figura 50. Imagen de SEM superaleación Inconel 625 con T.T de 900°C durante 5 horas, en la cual se muestra en un recuadro la región donde se realizó el mapeo EDS.	75
Figura 51. Mapeo de la superaleación Inconel 625 tratada térmicamente a 900 °C durante 5 horas. Aquí se observa elementos como Nb y Mo que tienen trazas en las mismas partículas, esto es debido a que a dichas temperaturas se empiezan a formar carburos secundarios que contienen a dichos elementos.	75
Figura 52. Imagen de SEM superaleación Inconel 625 con T.T de 1000°C durante 5 horas, en la cual se muestra en un recuadro la región donde se realizó el mapeo EDS.	76
Figura 53. Resultados del mapeo para la superaleación Inconel 625 tratado térmicamente a 1000 °C durante 5 horas, donde se observa gran cantidad de niobio lo que puede ser un indicador de que los carburos primarios no han reaccionado con otros elementos de la matriz o se propició la formación de carburos M_6C los cuales pueden sr ricos en Nb, además que también se tienen trazas de elementos como Cr, Mo que promueven la formación de carburos secundarios.	76
Figura 54. Imagen de SEM superaleación Inconel 625 con T.T de 1050°C durante 5 horas, en la cual se muestra en un recuadro la región donde se realizó el mapeo EDS.	77
Figura 55. Resultado del mapeo a la superaleación Inconel 625 tratada térmicamente a 1050°C durante 5 horas, donde se Observan elementos formadores de carburos secundarios tal como el Mo, Cr y W, estos carburos se esperaban encontrar teniendo en cuenta el diagrama TTT para el inconel 625.	78
Figura 56. Imagen de SEM superaleación Inconel 625 con T.T de 1100°C durante 5 horas, en la cual se muestra en un recuadro la región donde se realizó el mapeo EDS.	78
Figura 57. Resultado del mapeo a la superaleación Inconel 625 tratada térmicamente a 1100°C durante 5 horas, donde se Observan elementos formador de carburos, Con mayor intensidad el molibdeno en algunos precipitados presentes en la matriz.	79
Figura 58. Difracción de Rayo X para la superaleación Inconel 625 sin tratamiento térmico (S.T) y con tratamiento de 1050°C a 100 horas.	80

Figura 59. Difracción de Rayos X para la superaleación Inconel 625 tratadas a 900, 1000, 1050 y 1100°C durante 5 horas.....	81
Figura 60. Frecuencia vs Atenuación para cada uno de los tratamientos realizados en la primera etapa de experimentación.	83
Figura 61. Correlación para cada uno de los tratamientos térmicos realizados den la segunda etapa de la experimentación.	83
Figura 62. Medida de la velocidad Transversal para cada uno de los tratamientos térmicos.....	85
Figura 63. Medida de la velocidad longitudinal para cada uno de los tratamientos térmicos.....	85

INTRODUCCIÓN

Las turbinas a gas son máquinas de termo-generación de energía usadas en Colombia para suplir la demanda de energía eléctrica cuando se está en temporada de sequía y fenómeno del “niño”, cuando las hidroeléctricas no pueden operar a su máxima potencia ya que los embalses bajan significativamente su nivel de agua represada. Al operar sólo en dichas temporadas, las turbinas se ven sometidas a encendidos y apagados periódicos, condiciones de operación que disminuyen la vida útil de muchos componentes, de manera que los planes estándar de mantenimiento dados por los fabricantes no son aplicables para las condiciones en que se opera (Gomez, 2012).

Las turbinas tienen 3 zonas principales en el ciclo de generación energética: la zona de compresión axial, la zona de combustión y la de expansión axial (ver figura 4.1), los dos últimos se consideran dentro del ciclo térmico como la línea de gases calientes en la turbina (Reed, 2006), donde se tiene un sistema de protección de barrera térmica - *recubrimiento TBC*- para los sustratos de las diferentes piezas que se encuentran en esta zona. Los sustratos están fabricados con *superaleaciones base níquel*, donde las temperaturas de operación en la línea de gases calientes producidos en la combustión puede alcanzar hasta 1700 °C en equipos de última generación (Lane, 2014), sin embargo por el aislamiento de la barrera TBC y la refrigeración de piezas como como los álabes en la zona expansión, permite que el sustrato opere a temperaturas que están alrededor de los 900°C (Reed, 2006).

En la línea de gases calientes se tienen las piezas de transición (*Liners*) y los álabes de primera, segunda y tercera etapa, donde se denomina como pieza crítica los álabes de primera etapa ya que están sometidos a impacto del flujo de gases a altas temperaturas y además a diferentes tipos de esfuerzos producidos en el movimiento de rotación, lo que genera deterioro significativos en este tipo de piezas asociado principalmente a las altas temperaturas que opera y la fatiga por diferentes tipos de esfuerzos termo-mecánicos (Boyce, 2002; Qi Lei, 2012).

Las superaleaciones son materiales de gran importancia en la industria de generación eléctrica, aeronáutica y aeroespacial. Se caracterizan por sus excelentes propiedades de resistencia a las altas temperaturas (hasta del 70% de la temperatura de fusión 1450 °C)

(Bhadeshia, SF). Las propiedades de resistencia se dan debido a la combinación de los elementos de aleación y la microestructura. En general, en estos materiales la matriz está compuesta por la fase γ y cuya estructura cristalina es *cúbica centrada en las caras* (FCC) en la cual se aloja de manera coherente la fase γ' también de estructura FCC. La fase γ' es la de mayor importancia dentro del material ya que permite que la superaleación tenga las propiedades de resistencia mencionadas. En las superaleaciones también se tienen otras fases que interfieren en las propiedades del material, fases como γ'' , Carburos, Boruros y otras que son perjudiciales para el material como η , σ y fases topológicamente compactas (TCP) (Handbook, 1991; J.-C. Zhao, 2000).

Se tienen diferentes tipos de superaleaciones, las cuales se caracterizan según su composición química, estructura cristalina y morfología de crecimiento granular; se encuentran entonces superaleaciones con solidificación de granos equiaxiales, granos direccionados y monocristales, este último tipo se destaca por su mejora en las propiedades de resistencia mecánica para operación en altas temperaturas, por tal motivo contribuyó en la mejora de la eficiencia y de los componentes de las turbinas a gas, especialmente en los álabes de los rotores de las turbinas (Reed, 2006; Bhadeshia, SF).

En la industria internacional de turbinas a gas, los fabricantes de motores deben tener como objetivo aumentar la fiabilidad y la vida de sus componentes, así como el mantenimiento de un nivel aceptable de seguridad. Una forma de lograr esto, es realizando inspecciones periódicamente a los componentes del motor para detectar defectos y cambios microestructurales, los cuales se pueden desarrollar en condiciones de servicio (Lane, 2014). La capacidad de estos sistemas de inspección no destructivos permite la facilidad de ser aplicado *in situ*, mientras que los componentes están aún ensamblados en el conjunto que compone la turbina a gas. Las labores de desarmar el conjunto de álabes de la turbina de alta presión y temperatura, inspeccionar, y sustituir las piezas defectuosas según sea necesario supera los US \$300.000, lo cual es un costo muy elevado para la industria de generación termoeléctrica (Lane, 2014). Para el mantenimiento preventivo de componentes especiales en las turbinas a gas se tienen diferentes técnicas de inspección, entre las cuales están las tintas penetrantes, rayos X, análisis metalográfico, microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM), boroscopía y técnicas de ultrasonido

como el *phased array* el cual permite observar defectos en el material en tiempo real y medidas del estado microestructural del material (Lane, 2014).

Tener un sistema disponible para inspeccionar rápidamente los componentes del motor *in situ*, para asegurar que están libres de defectos es una prioridad para la industria de generación de energía y aeroespacial. En la actualidad, si se detecta un defecto en un componente crítico de la turbina, se debe proceder a su sustitución. Sin embargo, esto puede no ser necesariamente el requisito en el futuro. Por ejemplo, el daño es cada vez más utilizado dentro de los parámetros de diseño de nuevos motores y componentes de motores (Reed, 2006). El tamaño de los defectos dentro de cada componente se supone que es más pequeño que el tamaño que se puede encontrar de forma fiable durante una inspección antes de poner en servicio y durante el servicio. Además de defectos como poros, grietas, el material también sufre cambios microestructurales y en mayor medida cuando está sometido a cambios drásticos de temperatura, esto puede generar transformaciones de fases, formación de precipitados y cambios del tamaño de grano, lo cual altera las propiedades del material (Xiongbing , Xiaoqin, Arguelles, Song, & Hu, 2017).

Las superaleaciones policristalinas; como el Inconel 625, sufren cambios significativos en el tamaño de grano a partir de temperaturas mayores a 900 °C y periodos prolongados de tiempo, donde estudios han evidenciado cambios importantes en el tamaño de grano y aumento de precipitados principalmente en las fronteras de grano, lo cual causa alteraciones y pérdida de energía de los frente de onda ultrasónico que se dispersan en el material y que distorsionan la medida de defectos por el método de pulso-eco el cual es el de más uso en las inspecciones de materiales policristalinos.

Teniendo en cuenta lo anterior se considera una necesidad comprender el efecto de los *tratamientos térmicos* de recristalización para la *superaleación Inconel 625* sobre la calidad de la microestructura y como afecta la funcionalidad del material. La utilización de métodos de inspección no destructivos y metalográficos ayudaran en el avance del conocimiento del estado microestructural y de la utilidad del material en algunas piezas de la línea de gases calientes en turbinas a gas o de otro tipo de maquinaria que usen componentes fabricados con superaleaciones policristalinas.

1. OBJETIVOS

Objetivo General

Estudiar la influencia de los cambios microestructurales inducidos por tratamiento térmico de la superaleación Inconel 625 sobre la calidad de la evaluación de la integridad del material mediante la técnica de ultrasonido *phased array*.

Objetivos Específicos

- Implementar un protocolo de inspección por ultrasonido “Phased Array” en una superaleación base níquel que tenga en cuenta el efecto de la microestructura sobre la medición.
- Definir las condiciones de tratamiento térmico en laboratorio de la superaleación a partir del estudio de la operación de una turbina a gas en servicio comercial.
- Caracterizar la microestructura de la superaleación en función de los diferentes tratamientos térmicos realizados.

2. JUSTIFICACIÓN

Teniendo en cuenta la demanda energética en Colombia, la cual ha crecido para el año 2015 en un 5.3 % en promedio anual (Ministerio de Minas y Energía , 2015), en nuestro medio se considera una necesidad conocer más a fondo los métodos para mejorar la eficiencia en la generación de energía y además tener programas de inspección y mantenimiento para las turbinas a gas a nivel local, donde se ha evidenciado falta de conocimiento en el tema.

Hay varios estudios en los que determinan la funcionalidad de los materiales de las turbinas a gas, donde los componentes fabricados con superaleación base níquel se califican como componentes de especial cuidado por estar sometidos a diferentes esfuerzos, altas presiones y temperaturas (Tyler Kakuda. et al, 2010). Por lo tanto ensayar superaleaciones base níquel en condiciones de alta temperatura (tratamientos térmicos) similares a las de operación de una turbina a gas, va a permitir un avance en el campo del conocimiento de la funcionalidad de este material, ya que se puede tener datos valiosos que van a ser útiles en la mejora del rendimiento de piezas para condiciones normales de operación en turbinas a gas, estas condiciones de operación se estiman mayores a los 900°C y en algunos casos cuando los recubrimientos TBC están desgastados puede llegar a los 1200 °C (Cyrus B. Meher et al, 1998).

Los defectos que se generan por la alta temperatura en las superaleaciones con las que se fabrican componentes de turbinas a gas, se estudian mediante los cambios microestructurales y varios modelos de esfuerzos y creep en los materiales. Conocer el estado de la microestructura ayuda a determinar propiedades estructurales y mecánicas del material. Con *Phased array* se puede conocer el estado de la microestructura si se tienen los parámetros extraídos de laboratorio, ya que estos son de gran importancia en los procesos de inspección, donde puede tener una idea de la integridad y funcionalidad del material, estas inspecciones se realizan mediante técnicas no destructivas como el *Phased array* (Lane, 2014), con la cual se puede predecir de manera muy eficiente si los componentes fabricados con superaleación pueden estar a punto de fallar debido a sus cambios microestructurales (Cyrus B. Meher, 1998). Por lo tanto, potenciar el conocimiento en técnicas no destructivas de inspección de componentes de turbinas a gas será de gran utilidad para la industria de termo-generación en Colombia ya que se podrán tener mejoras en las técnicas de mantenimiento preventivo para diversos componentes.

Se considera necesario para el avance de la industria de generación energética estudiar la integridad morfológica y microestructural de las superaleaciones base níquel conociendo los mecanismos de desgaste en relación con los diferentes ciclos térmicos, emulando las condiciones normales de operación a los que están sometido diferentes piezas en turbinas a gas y de este modo tener un modelo en que se conozca la velocidad de desgaste para diferentes ciclos de fatiga térmica y condiciones de operación de las turbinas en nuestro medio.

3. MARCO TEORICO

A continuación, se presenta el marco teórico y antecedente para el desarrollo de la tesis.

3.1. TURBINAS A GAS

Desde el siglo XIX los avances en las ciencias térmicas permitieron a los científicos desarrollar nuevos componentes y alternativas en pro de aumentar la eficiencia de muchos procesos, los diseños de las máquinas de combustión interna han permitido grandes avances en las industrias, entre estos avances están las turbinas a gas, las cuales tuvieron un papel significativo en la década de los 40s cuando se diseñó el compresor rotativo. Con estos avances se contribuyó a la necesidad de aumentar la eficiencia en procesos industriales, de generación de energía y en el área militar (turbinas de avión). Las turbinas a gas convierten el calor producido en el proceso de combustión en energía mecánica y posteriormente en energía eléctrica. Este proceso lo realiza mediante el ciclo Brayton (General Electric Company , 2010), el cual inicia comprimiendo aire, este es conducido a las cámaras de combustión, donde se inyecta gas para generar la combustión donde se genera una corriente de gases producto de la combustión con alta temperatura y presión, este gas al expandirse hace que se muevan los rotores de la turbina, convirtiendo de este modo la energía del flujo de calor en energía mecánica y eléctrica. En la **Error! Reference source not found.** se tiene un esquema de una turbina a gas, aquí se muestran las zonas donde se cumplen las tapas del ciclo de funcionamiento de las turbinas a gas.

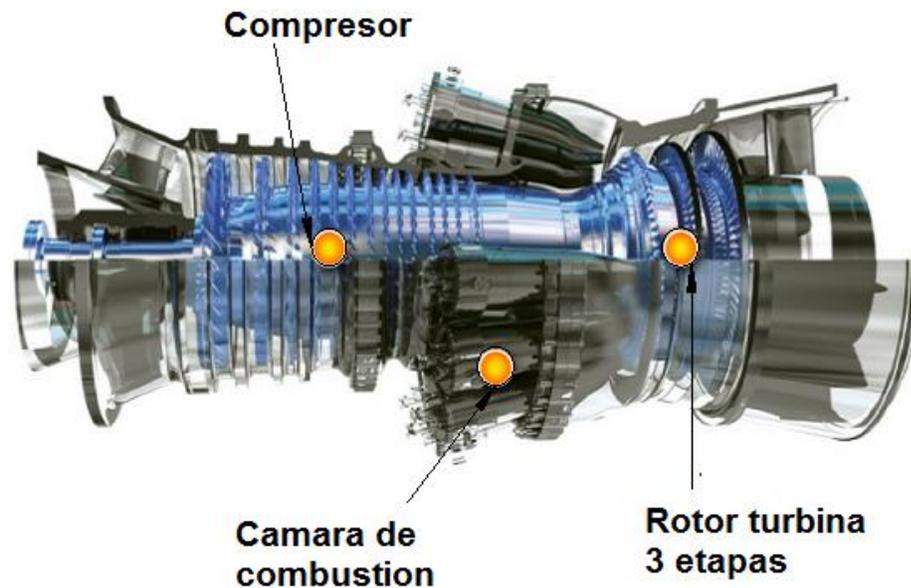


Figura 1. Zonas representativas Turbina a gas GE7FA. Tomado de (General Electric Company , 2010)

Entre la cámara de combustión y los rotores de la turbina es donde se tienen las temperaturas más altas de operación, estas temperaturas superan los 1000°C y por lo tanto se usan *superaleaciones*, las cuales están diseñadas para soportar estas temperaturas y las altas sollicitaciones de esfuerzos mecánicos a los cuales se somete el material en piezas como los álabes de primera y segunda etapa de expansión en la turbina, cámaras de combustión, piezas de transición, entre otras (General Electric Company , 2010).

3.2. SUPERALEACIÓN BASE NÍQUEL

Las superaleaciones base níquel son aquellas que contienen dicho elemento en mayor proporción. Desde la década de los 40s se han ido realizando mejoras en las superaleaciones base níquel, éstas han sido centro de estudio para el avance de nuevas tecnologías especialmente en piezas de turbinas a gas de generación energética y turbinas de aviación. Constantemente se hacen estudios en los cuales se evalúan características de la microestructura, físicas y térmica de los álabes en base níquel, esto ha llevado a mejoras en las propiedades mecánicas y térmicas además de modificaciones microestructurales y al descubrimiento de nuevas aleaciones, lo que ha ayudado a implementar novedosas herramientas para el estudio más eficiente de estas superaleaciones y de mejoras en la industria de termo-generación (Pollock & Tin, 2006).

En la *Figura 2*, se observa cómo han mejorado las propiedades en lo que respecta a la resistencia a altas temperaturas en el transcurso del tiempo desde la década de los 40s. Las superaleaciones con crecimiento direccional permitieron un gran avance en la industria de turbinas de propulsión a finales de los años 60s, ya que proporcionaron resistencia a mayores temperaturas de operación mejorando la eficiencia de las turbinas a gas (ASM Handbook, 1991). En la década de los 80s aparecieron las superaleaciones mono cristal, las cual surgen mediante diferentes tratamientos térmicos en la etapa de solidificación, este tipo de superaleación es la de mayor costo, debido a sus propiedades mejoradas y al procedimiento que se realiza para obtener el material con dichas características.

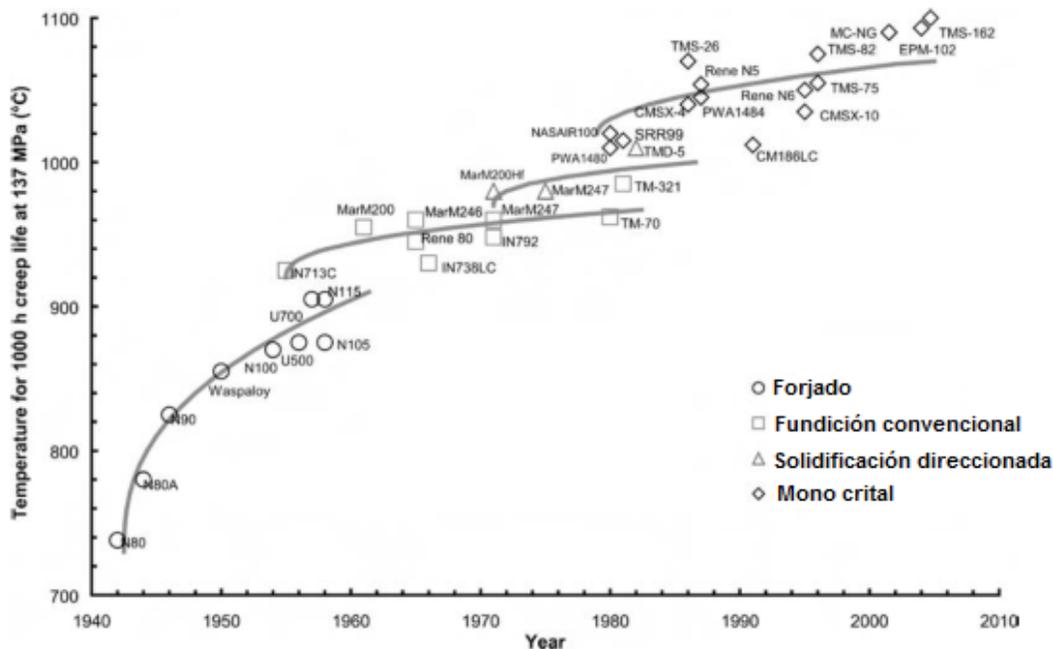


Figura 2. Evolución en el tiempo de las superaleaciones relacionado con el aumento de las temperaturas. Imagen tomada de (Reed, 2006).

Las superaleaciones fueron creadas a partir de la necesidad de mejorar la eficiencia de procesos en los cuales se tienen condiciones de altas temperaturas y medios corrosivos. La combinación de varios elementos químicos como el níquel (Ni), cromo (Cr), titanio (Ti), tungsteno (W), molibdeno (Mo), tántalo (Ta), aluminio (Al) entre otros dieron como resultado las superaleaciones (Reed, 2006).

Las superaleaciones a base níquel están compuestas por variedad de elementos químicos que conforman su estructura, donde en su mayoría son obviamente Ni, Cr y Mo. La superaleación Inconel 625 está especialmente diseñada para resistir condiciones de agresivas de esfuerzos termo-mecánicos a temperaturas de hasta un 80% de su punto de

fusión, para proporcionar alta resistencia al creep y a la corrosión; estas características hace que dicho material sea usado en componentes de turbinas a gas, industria de extracción de petróleo y en componentes de maquinaria aeroespacial (Bhadeshia, SF). Las superaleación Inconel 625 consta de dos fases cristalinas principales, estas se denominan γ y γ' , la fase γ pertenece a la matriz y la fase γ' es la fase que refuerza la matriz. Estas fases son las fases principales de las superaleaciones a base Níquel y son las que proporcionan en mayor medida las excepcionales propiedades de la superaleación Inconel 625. La *Tabla 1* muestra la estructura cristalina y parámetros de red de las superaleaciones base níquel y luego una descripción de las fases que componen la superaleación:

Tabla 1. Tabla de fases presentes en una Superaleación a base Níquel.

Fase	Estructura Cristalina	Parámetro de Red (nm)	Formula
γ	FCC		Solución Sólida del Metal Base
γ'	FCC	0,3568	Ni ₃ (Al,Ti)
γ''	Tetragonal Centra en el Cuerpo		Ni ₃ Nb
δ	Ortorrónica	a=0,3624-0,511 b=0,421- 0,4251 c=0,430-0,470	Ni ₃ Nb
MC	FCC	a=0,430-0,470	(Ti,Nb o Hf)C
M6C	FCC	a=1,050-1,170	se forma con Fe, Mo, Nb, Co o Ta
M₂₃C₆	FCC	a=1,058-1,175	(Cr, Fe,W,Mo) ₂₃ C ₆
σ	HCP	a=0,5093 c=0,876	Se forma principalmente con Fe
μ	Romboédrica	a=0,475 c=2,577	Co ₂ W ₆
Laves	Hexagonal	a=0,475-0,495 c=0,770-0,815	Diferentes enlaces entre Fe, Mo, Ta y Ti

La matriz gamma (γ): es la matriz de aleación y presenta una estructura cúbica centrada en las caras (FCC, por sus siglas en inglés) como la que se muestra en la Figura 3. a) Estructura cubica centrada en las caras (FCC) de la superaleación base níquel b) orientación cristalográfica. Tomado de ..

Dentro de la matriz γ se alojan de manera coherente la fase γ' , carburos MC, M_6C y $M_{23}C_6$ y fases no deseadas como μ , σ y TCP (topologically close-packed) las cuales aparecen en el material cuando está sometido a fatiga termomecánica y como consecuencia deterioran las propiedades del material (Reed, 2006) (El-Bagoury, 2011).

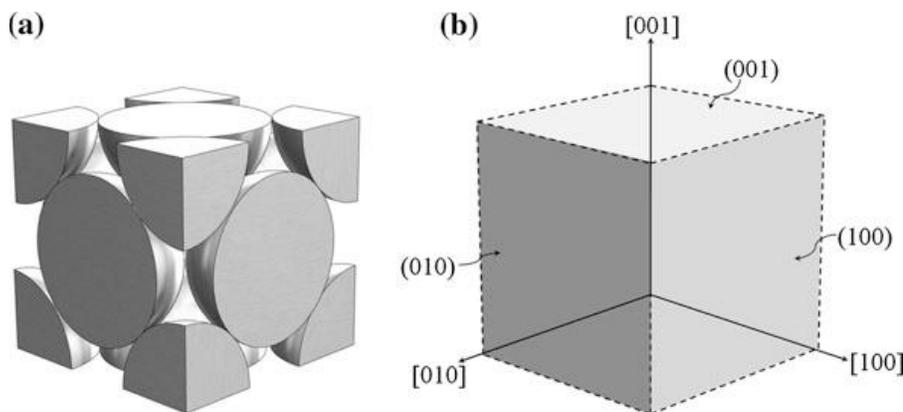


Figura 3. a) Estructura cubica centrada en las caras (FCC) de la superaleación base níquel b) orientación cristalográfica. Tomado de (Lane, 2014).

La fase gamma prima (γ'): está alojada dentro de la matriz γ del material, la forma como se aloja permite evitar el deslizamiento de planos y la formación de dislocaciones, por tal motivo las superaleaciones se caracterizan por tener alta resistencia a los ciclos térmicos y a la corrosión, permitiendo que el material pueda operar con un 70% de la temperatura de fusión, incluso bajo cargas termomecánicas (Bhadeshia, SF). La fase γ' es la más importante en las superaleaciones, la distribución en el material está compuesta principalmente por Ni, Al y Ti formando el compuesto $Ni_3(Al,Ti)$, el tamaño de la partícula y su morfología son controladas mediante tratamientos térmicos de alta presión y temperatura los cuales están estandarizados según los requerimientos del material (El-Bagoury, 2011). En la figura 4 se aprecia la morfología típica de la fase γ' y como esta fase se aloja en la matriz con geometría cubica.

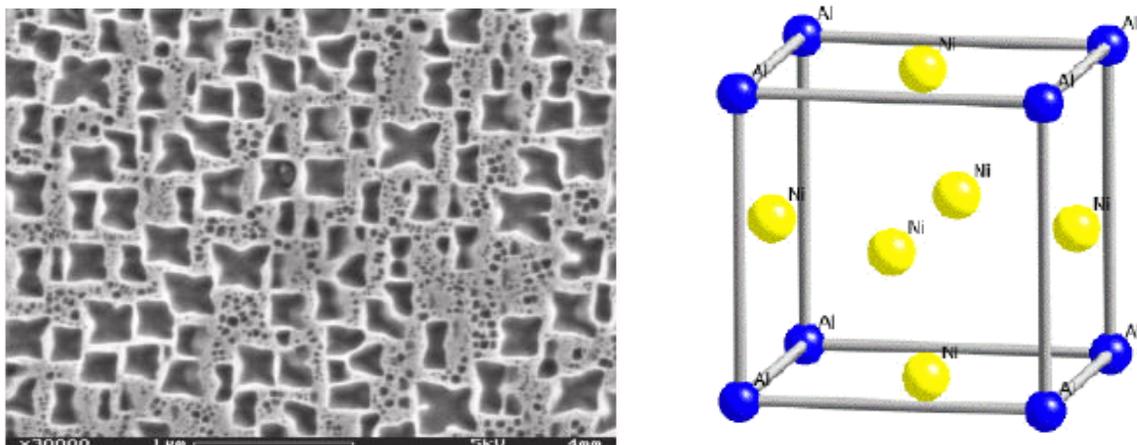


Figura 4. Morfología típica de la fase γ' y disposición de los átomos en la celda unitaria. Imagen tomada de (D. Locq & P. Caron, 2011)

En la Figura 5 se muestran cortes isotérmicos del diagrama ternario Ni-Al-Ti en los cuales se puede observar como al aumentar la temperatura en el material disminuye el contenido de la fase γ' .

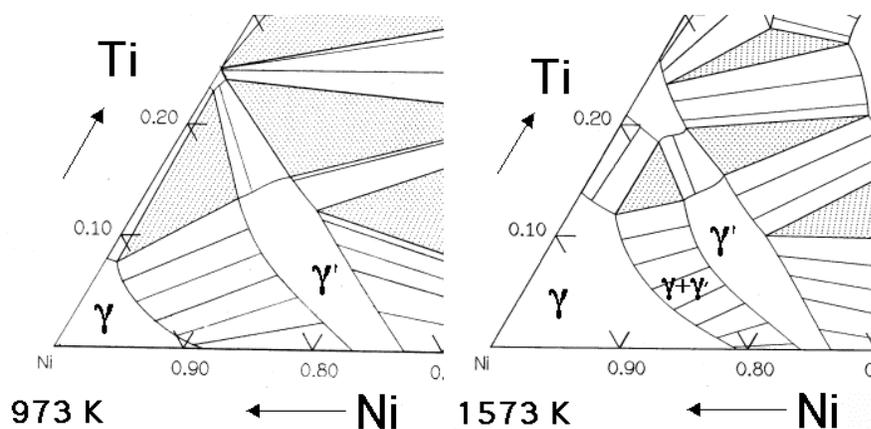


Figura 5. Cortes isotérmicos del diagrama de fases ternario Ni-Al-Ti. Imagen tomada de (Bhadeshia, SF).

Fase Gamma segunda (γ''):

La fase γ'' , de celda cristalina tetragonal centrada en el cuerpo, cumple la función de refuerzo de la matriz de algunas superaleaciones y entre ellas la superaleación Inconel 625. La Fase γ'' se aloja de manera semi-coherente dentro de la matriz al igual que γ' y su morfología son plaquetas en formas de disco, al alojarse dentro de la matriz de esta

forma se inhibe el movimiento de dislocaciones, por lo cual se aumenta la resistencia al *creep* y la tenacidad a la fractura del material (Haldipur, 2006).

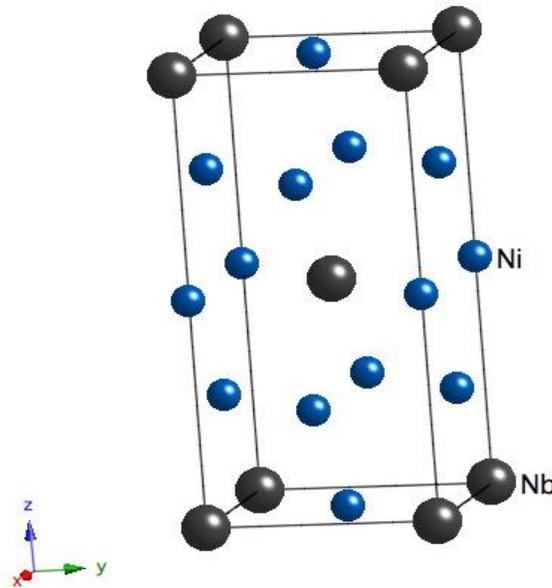


Figura 6. Representación de la celda cristalina de la fase γ' de las superaleaciones base níquel. Tomado de (Bhadeshia, SF).

La fase γ' precipita a temperaturas en 650°C y 980°C (depende del tipo de superaleación) y la formación del precipitado es lenta debido a la alta coherencia con la matriz γ . También se han encontrado desventajas que aporta la fase γ' y se debe a la transformación que sufre el material cuando se somete durante largos tiempos y a temperaturas mayores de 980°C, ya que transforma la fase δ la cual tiene efectos significativos en el material deteriorando las propiedades de resistencia termomecánica que posee el material (Reed, 2006).

Fase TCP (Laves):

Esta fase se forma debido a la excesiva concentración de elementos tales como Mo, Cr, W y Re. Por lo general dicha fase tiene la estequiometría A_xB_y donde A y B son metales de transición. La fase TCP son las denominadas con las siglas μ y σ las cuales causan deterioro en el material ya que tienden a fragilizar y generar concentradores de esfuerzo debido a su morfología. La μ tiene la estequiometría mostrada en la *Tabla 1* su celda cristalina es romboédrica que contiene 13 átomos. La fase σ tiene una estequiometría A_2B y es una célula tetragonal que contiene 30 átomos.

Carburos: En las superaleaciones se tienen contenidos de carbono que pueden variar entre un 0.05% y un 2% de carbono. El carbono al interior del material reacciona con algunos elementos presentes en la matriz formando, por lo tanto, forman carburos que están clasificados en carburos MC, M_6C y $M_{23}C_6$. Los carburos de tipo MC están formados por los elementos con estequiometrias de la siguiente forma: (Hf, Ta, Ti) C, los carburos M_6C están conformados por elementos como molibdeno (Mo), hierro (Fe), tungsteno (W), cobalto (Co), niobio (Nb).

Carburos MC

Carburo con celda cristalina FCC se compone de Un Carbono que se enlaza con (Hf, Ta, Ti) C, estos elementos tienen la cualidad de formar carburos fuertes, por lo tanto los carburos MC precipitan a alta temperatura dentro de la fase líquida del material, por tal cual el carburo se aloja en regiones Inter-dendríticas y también se ha observado que no muestra una relación de orientación distinta con la matriz. Con respecto a su morfología se han reportado diferentes, tales como globulares, cuboides y lineales alargadas.

Carburos $M_{23}C_6$

Este tipo de carburos se forma a temperaturas menores a las que se forman los carburos MC, estos se forman a temperaturas de 750°C durante periodos prolongados de servicio al entrar en reacción la fase γ con los carburos primarios MC, la reacción es la siguiente:



Los carburos $M_{23}C_6$ precipitan en las fronteras de grano de la matriz γ , la estructura cristalina FCC tiende a ser similar a la estructura de la fase σ , la cual es una fase intermetálica. (Geddes, 2010) (Reed, 2006).

σ

Fase intermetálica, frágil que migra a los límites de grano. Necesita de altas temperaturas y largos periodos de prolongación para que aparezca la fase debido a la descomposición de carburos de hierro que se forman en el calentamiento.

δ

Fase intermetálica, la cual se forma debido a la transformación de la fase γ' , pasa de ser tetragonal centrada en el cuerpo a ser ortorrómbica, esta fase es más inestable, frágil y se precipita a las fronteras de grano. Esta fase en términos de resistencia es poco deseada, debido a que disminuye las propiedades de resistencia de la superaleación, aumenta la dureza y fragilidad de la superaleación, el hecho de migrar a las fronteras de grano también es una de las causas de la disminución de las propiedades generales del material, ya que

en las fronteras de grano se presentan mayores esfuerzos los cuales son concentrados por las partículas intermetálicas de δ .

Desde la aparición de la primera superaleación base níquel, se despertó el interés en los científicos por realizar mejoras en las propiedades del material, las adiciones de nuevos elementos de aleación permitió que se tuvieran diferentes tipos de superaleaciones base níquel, las cuales se clasifican en superaleaciones con crecimiento de grano equiaxiales, granos direccionados y mono cristales, en la Figura 7 se observa una representación de los tres tipos de superaleación, los cuales ha sido usados principalmente en álabes de primera de turbinas a gas (ASM Internacional Handbook, 2008).

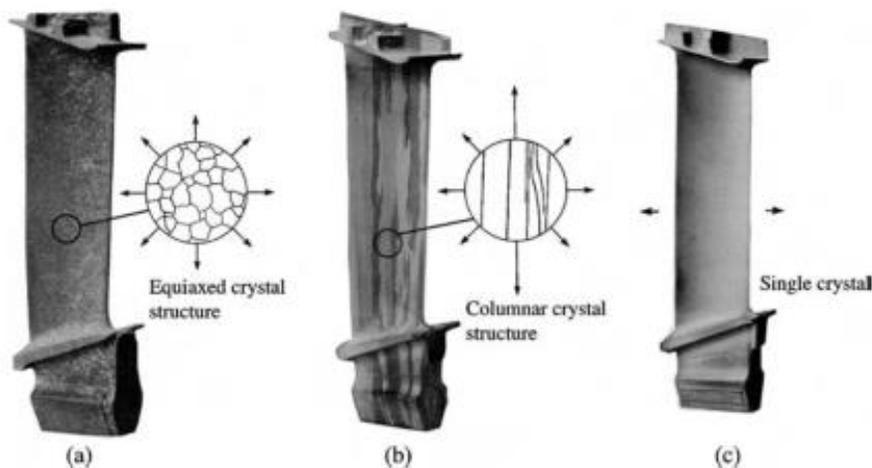


Figura 7. Superaleaciones con granos equiaxiales, b) superaleación de granos alargados, c) superaleación monocristal. Imagen tomada de (Reed, 2006).

La superaleación GTD111, es una superaleación con granos alargados o direccionados, los cuales se consiguen debido a su composición química y condiciones de solidificación controladas en hornos de vacío. La superaleación GTD111 es la más utilizada en los álabes de turbina de primera etapa, debido a que dentro del grupo de las superaleaciones de crecimiento direccionado de granos es la que más resistencia tiene a la fatiga térmica, está compuesta por la matriz γ / γ' y cuando se expone a largas horas de servicio, en su microestructura aparecen fases que deterioran sus propiedades, por esta razón es necesario realizar diferentes tipos de tratamientos térmicos para recuperar su estructura (Baig. et al, 2004), tratamientos de recocido y tratamientos a alta presión como el HIP, son utilizados y se han encontrado resultados satisfactorios sobre el material donde mediante utilización de microscopio de barrido electrónico SEM y microscopio electrónico de transmisión TEM se logra caracterizar el material para corroborar que los tratamientos térmicos surgen el efecto esperado sobre el mismo (Wangyao et al, 2007).

3.3. TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Los tratamientos térmicos se realizan en los materiales metálicos para modificar sus propiedades dependiendo de los requerimientos o funcionalidad que vaya a tener el componente. En las superaleaciones se realizan por lo general tratamientos de recocido de envejecido y de compactación hidrostática en caliente - HIP (*hot Isostatic Pressing* en inglés). En el proceso de fabricación de las superaleaciones a base de níquel, se usa el tratamiento de envejecimiento cuyo objetivo es permitir la precipitación, distribución y crecimiento de la fase γ' que como se ha mencionado es la fase de mayor importancia en las superaleaciones. Con el tratamiento de envejecimiento se tiene una distribución homogénea de los cuboides o esferoides que forma la fase γ' dentro de la matriz γ , además con el tratamiento se puede lograr una precipitación controlada de carburos en los límites de grano, de tal manera que no sean perjudiciales para la integridad del material. (Wangyao P. et al, 2006). Controlar el tamaño y la fracción volumétrica de la fase γ' es de gran importancia para dar al material las propiedades de resistencia al *creep* bajo las tensiones altas e intermedias que se presenten en el material. Lo que se ha buscado en diferentes estudios es realizar los tratamientos térmicos adecuados con el propósito de buscar la mejor estabilidad de la microestructura de las diferentes fases que hay en el material y tener un control de las propiedades deseadas (Wangyao P. et al, 2006). (Choi, 2004) en su estudio demostró como la aplicación de diferentes temperaturas sobre la superaleación modificaba significativamente la fracción de volumen de la fase γ' mediante el tratamiento térmico de envejecido a 4 tiempos diferentes, lo que indica que el crecimiento de la fase obedece a estos factores principalmente. Al cambiar la fracción de volumen de la fase γ' se alteran las propiedades de la superaleación, el tamaño que se desee de γ' depende de las necesidades y características de resistencia necesarias en el material para cumplir determinada función en diferentes elementos.

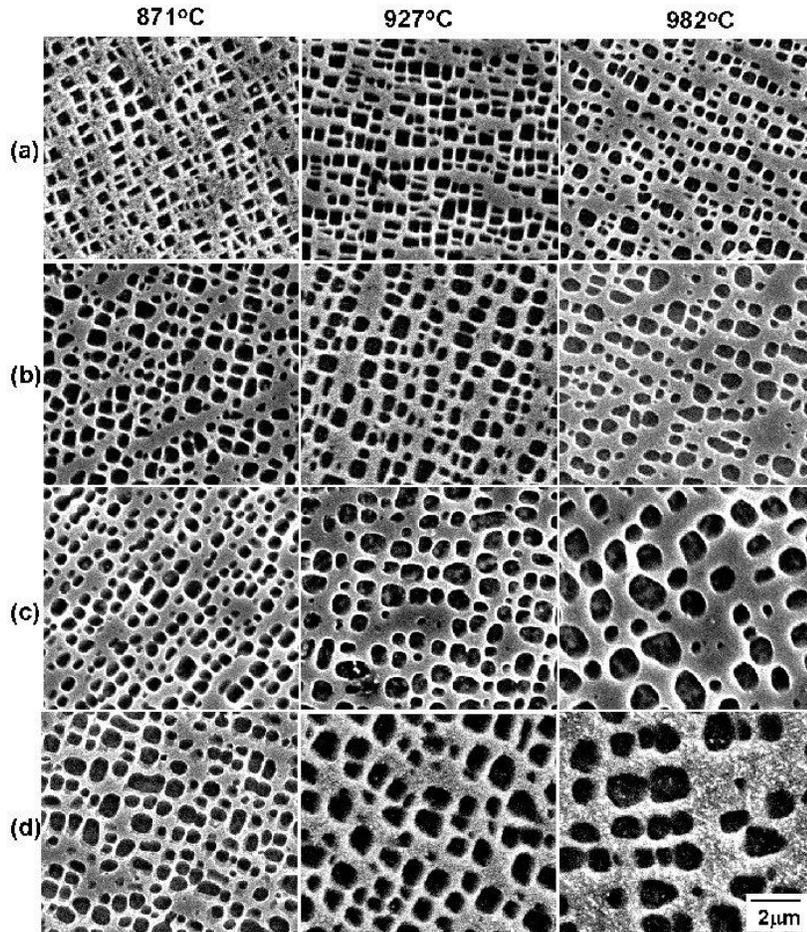


Figura 8. Variación de la fracción de volumen de la fase γ' en una superaleación con diferentes tratamientos térmicos. Tomado de (Baig et al, 2004)

Es claro que lo más importante en los tratamientos térmicos en superaleaciones es el control de la fase γ' , pero cuando se tiene un material policristalino el tamaño de grano es también muy relevante dada su influencia sobre la resistencia al creep. En la superaleación Inconel 625 se ha estudiado el crecimiento de grano para diferentes temperaturas y se han identificado las temperaturas de mayor influencia en el crecimiento de los cristales en la estructura. (LIU, y otros, 2016) analizaron la variación del tamaño de grano en Inconel 625 para tratamientos térmicos realizados en temperaturas de 900 °C hasta 1200 °C; en el estudio observaron que para temperaturas mayores de 950 °C el tamaño de grano aumenta significativamente incluso para tiempos bajos de sostenimiento (20 minutos). En la Figura 9 se presenta una secuencia de evolución microestructural de la superaleación Inconel 625 en función de la temperatura de tratamiento.

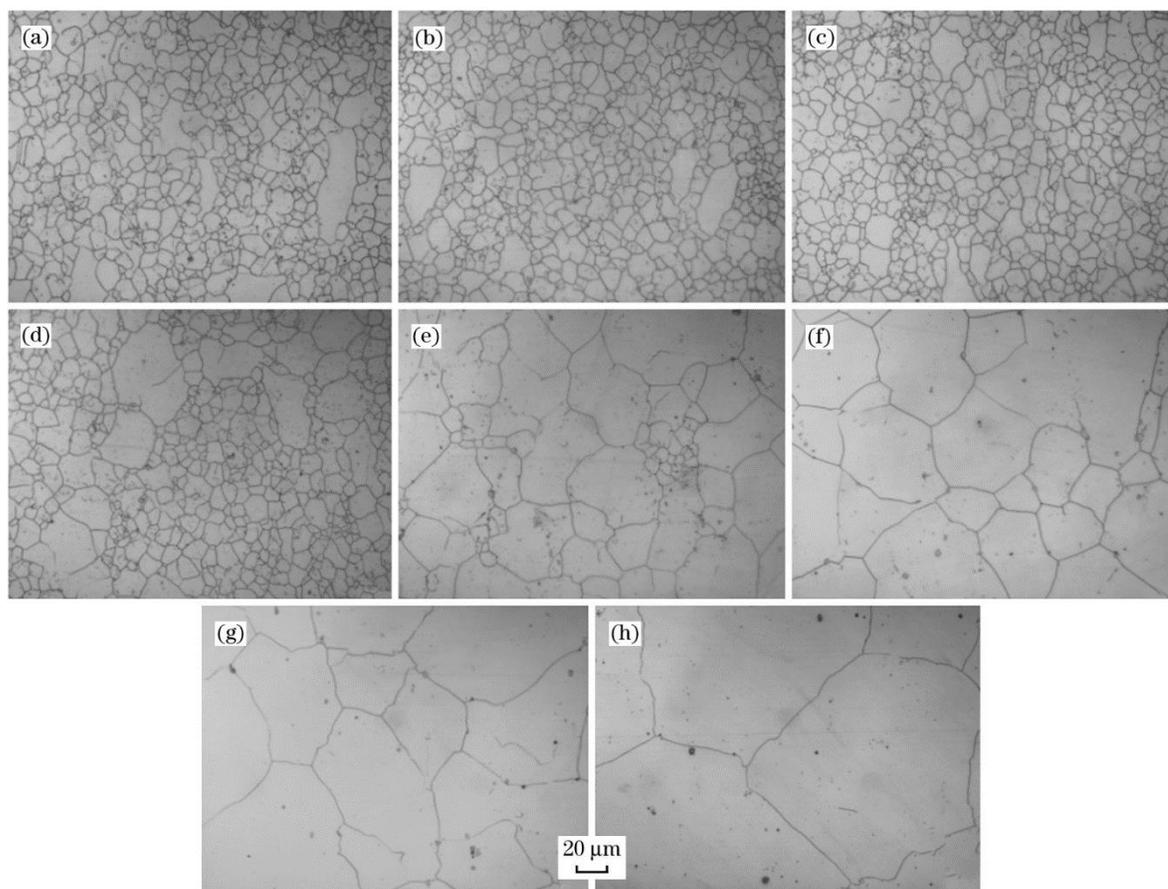


Figura 9. Crecimiento de grano en la superaleación Inconel 625, estudiado por (LIU, y otros, 2016). a) 900°C. b) 950 °C. c)1000 °C. d) 1050 °C. e) 1100 °C. f) 1150 °C. g) 1200°C. Cuando se realizan tratamientos térmicos sobre una superaleación inconel 625, hay transformaciones de fases y crecimiento de precipitados, estos son compuestos que aparecen en la microestructura del material debido a la inducción de calor, dando así la cabida a que se llegue a la activación térmica necesaria para que esto ocurra. Con la técnica de difracción de rayos x (DRX por sus siglas en Ingles), los investigadores como (Li, White, Fang, Weaver, & Guo, 2017) y (Rai, y otros, 2004) han realizado caracterizaciones de la superaleación Inconel 625, en los cuales se diferencian los picos de las fases FCC γ , γ' , también se ha determinado la dificultad que implica encontrar algunas de las fases Intermetalicas tales como μ , δ y Laves, debido a que son fases muy finas y en muchas circunstancias no es posible encontrar este tipo de fases. A ontinuación en la Figura 10 se presenta un análisis mediante la técnica DRX para la superaleación inconel 625 con diferentes tratamientos térmicos.

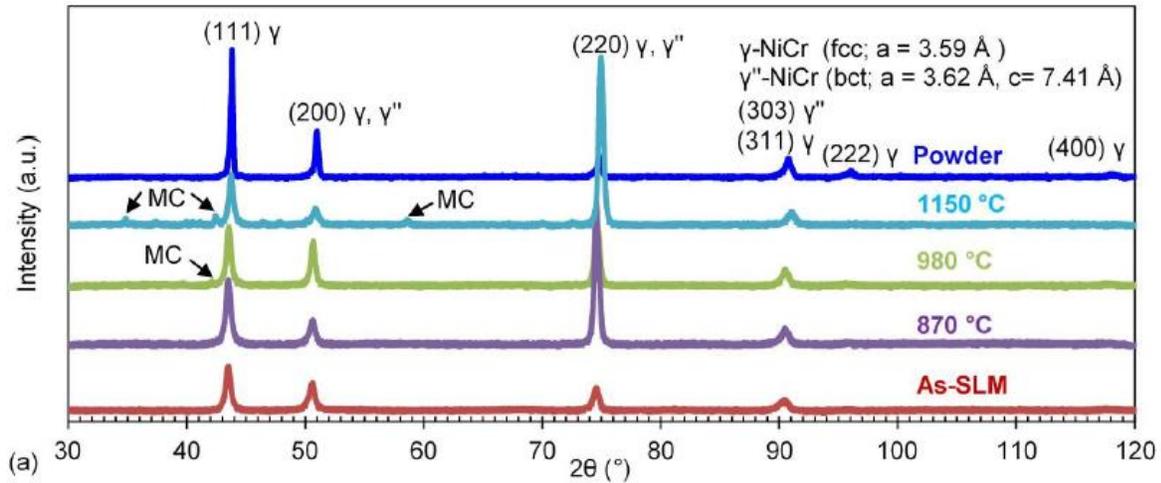


Figura 10. Difractograma de la superaleación Inconel 625 para diferentes temperaturas. Imagen tomada de (Li, White, Fang, Weaver, & Guo, 2017)

3.4. ENSAYOS NO DESTRUCTIVOS

Las pruebas de ultrasonido son usadas desde los años 40's del siglo XX. A medida que se desarrollaba la técnica, en los años 60's se empezaron a usar para realizar inspección en soldaduras con el propósito de encontrar cualquier tipo de defecto en el interior de la estructura, y ya a partir de los años 90's la técnica empezó a utilizarse con mayor fuerza en la industria a nivel mundial (Anandamurugan, 2009). El uso de esta técnica ha permitido que piezas que antes se desechaban por su apariencia exterior sean recuperadas y reutilizadas, y es una herramienta clave en tareas de diagnóstico como método de mantenimiento preventivo.

Una técnica de gran importancia en los ensayos no destructivos es ultrasonido *Phased-array* con la cual es posible conocer qué tipo de defectos, forma y localización de los mismos que hay en el interior de las piezas que se desea examinar, la técnica consiste en utilizar palpadores mecánicos, los cuales envían una onda alta frecuencia sobre el material, ondas de aproximadamente entre 0.1 y 25 MHz (H. Thomas Yolken & George A. Matzkanin, 2009). Las ondas viajan en el interior del material donde se presentan pérdidas de energía y donde también se presenta el reflejo de las mismas en las intercaras del material, este reflejo es analizado en tiempo real, debido a que por medio de la onda emitida por el transductor del equipo utilizando los palpadores, los cuales reciben la onda

reflejada permitiendo tener la información de donde se localizan las imperfecciones dentro del material (Matzkanin Yolken, 2009). Las ondas de ultra sonido son ondas mecánicas que generan vibraciones a nivel molecular dentro de los materiales. Al tener un diagnóstico de los materiales con la técnica de ultrasonido *Phased Array* y mediante la utilización de técnicas de análisis microestructurales de materiales se tiene correlaciones sobre las variaciones energéticas de la onda ultrasónica y la microestructura del material de estudio, lo cual permite tomar decisiones ingenieriles de tal modo que se puede saber mediante el diagnóstico que tipo térmico tratamiento se debe realizar al material para su recuperación o en el peor de los casos diagnosticar el retiro de las piezas del servicio (Haldipur, 2006). En el 2003 se introdujeron nuevas unidades de *Phased Array* llamadas "OmniScan", estas nuevas unidades tienen la ventaja de ser más ligeras y por lo tanto mejoraron las inspecciones en situ y mejoro la eficacia en la inspección de soldaduras. Al nuevo equipo se le realizaron nuevas adaptaciones que permiten tener un mejor escaneo, fácil de calibrar. Sin embargo, la nueva aplicación se comenzó a implementar sobre piezas con geometrías sencillas, específicamente sobre placas y tuberías soldadas, posteriormente se empezó a calibrar los equipos para ser utilizados en piezas de geometrías complejas como por ejemplo álabes de turbinas (General Electric Company , 2009). El *phased array* es una herramienta de gran utilidad para la industria ya que su uso no implica la interrupción de la producción y proporciona una mayor probabilidad en la detección de defectos. En la actualidad las inspecciones *Phased Array* es usada en la industria petroquímica, inspección de barcos, productos farmacéuticos, la generación de energía, nuclear (SIEMENS GA, 2014).

Teniendo en cuenta las ventajas de cada una de las técnicas, es evidente que la técnica de *Phased Array* tiene un potencial mayor a la hora de realizar ensayos no destructivos, esto se debe al principio de funcionamiento, los equipos de *Phased Array* como ya se mencionó tienen la posibilidad de utilizar palpadores con varios elementos que se consiguen comerciales desde 10 elementos emisores hasta de 120 elementos, cada uno de ellos está sometido a una diferencia de potencial que genera una vibración sobre el mismo permitiendo de esta manera generar un haz ultrasónico, cada uno de los elementos vibra de manera independiente y envía el haz a diferentes tiempos de tal manera que se crea un frente de onda cilíndrico incidente sobre el material de prueba con diferentes retardos de tiempo que están representados en las barras de color verde como se muestra en el esquema de la *Figura 11*.

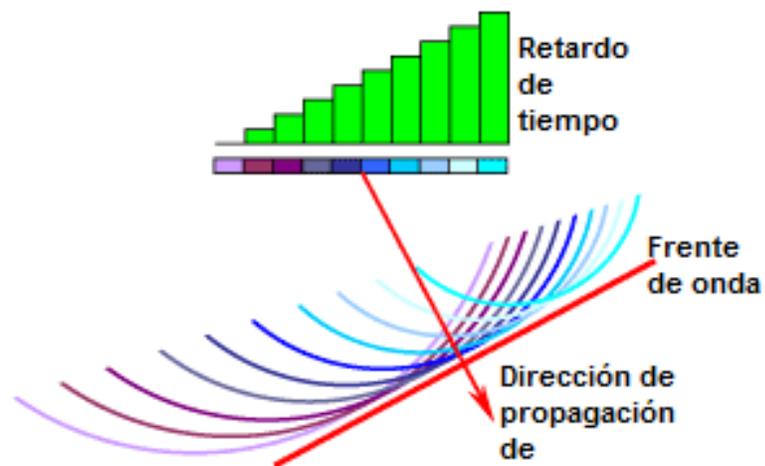


Figura 11. Esquema de funcionamiento de un palpador de ultrasonido Phased Array (Claudio, 2012).

Las ondas ultrasónicas viajan en el interior del material y se reflejan (generan un eco) en el instante que encuentra algún defecto presente en el mismo, la onda ultrasónica que se refleja es recibida en el palpador por los mismos elementos emisores de la onda que tienen la capacidad de convertirla en una señal electrónica la cual es interpretada por el equipo de Phased array y que muestra la ubicación de la discontinuidad o defecto en el material (olympus, 2012), en la *Figura 12* se observa una representación esquemática de cómo se envían y se reciben los haces ultrasónicos en el palpador por el efecto de las discontinuidades presentes en el material inspeccionado .

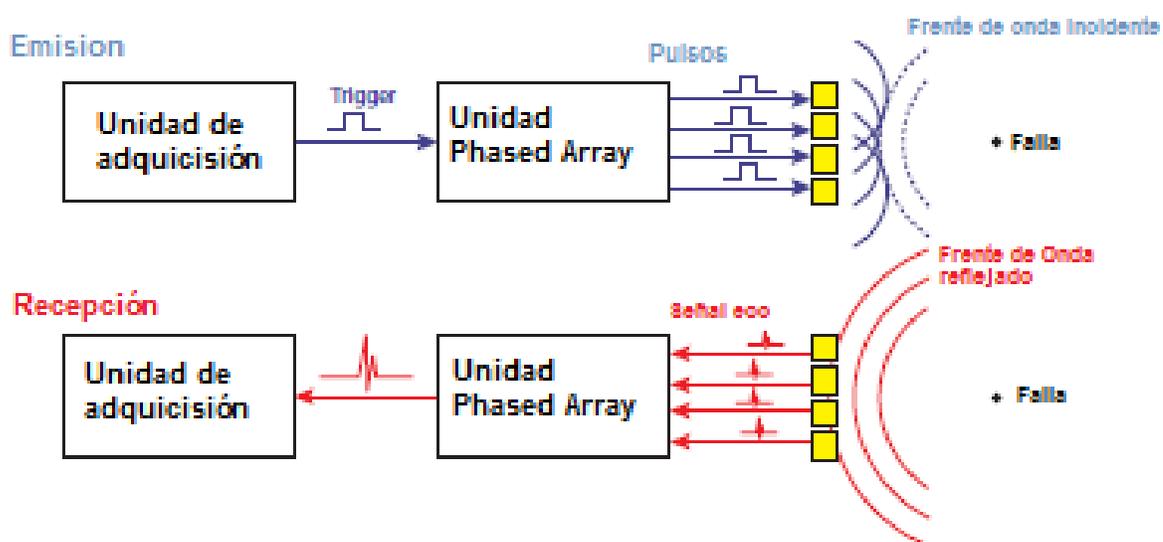


Figura 12. Esquema de generación del pulso - eco que se genera por discontinuidades presentes en el material inspeccionado Imagen tomada de (Olympus, 2012).

Es importante tener en cuenta los principios geométricos de orientación del haz ultrasónico, ya que el frente de onda ultrasónico que se genera en los elementos emisores es reflejado y cambia de dirección obedeciendo al principio físico de superposición de las ondas de Huygens (L. Azar y otros, 2000), este principio explica cómo cambia la dirección de propagación de una onda cuando esta cambia de medio. Para el caso de ultrasonido phased array el cálculo del ángulo de refracción por el material se calcula teniendo en cuenta la ley de Snell y está dado por siguiente ecuación:

$$\frac{\text{Sen}\theta_I}{\text{Sen}\theta_R} = \frac{V_I}{V_R}$$

Donde θ_I es el ángulo incidente, θ_R es el ángulo reflejado (dirección de propagación de la onda en el material), V_I es la velocidad del sonido en el medio incidente (velocidad del sonido en la zapata) y V_R es la velocidad del sonido sobre el medio reflejado (velocidad del sonido sobre el material de prueba). En la Figura 13 se tiene una representación de cómo se reflejan las ondas ultrasónicas en el material.

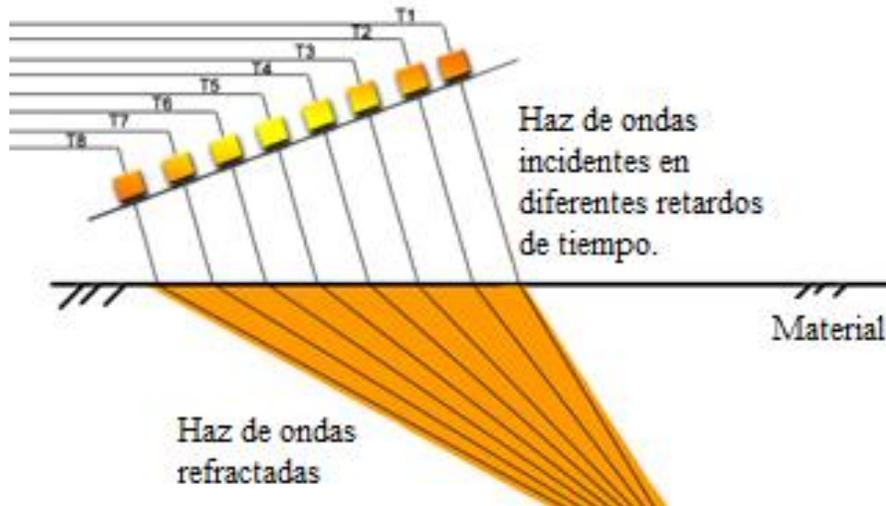


Figura 13. Representación del haz incidente de ondas para diferentes ángulos de emisión con un palpador de ultrasonido Phased Array. Tomado de (Claudio, 2012).

3.4.1. Propagación de ondas ultrasónicas en materiales policristalinos

Las ondas ultrasónicas al interior de un material policristalino viajan dependiendo de diferentes factores que incluyen el tamaño de grano y las constantes elásticas individuales de cada grano que genera atenuación de la onda ultrasónica que viaja en el interior del material. La variación de la medida de la intensidad de la onda cuando viaja al interior de un material policristalino permite tener una correlación de las medidas de la intensidad de la onda con la microestructura.

En el interior del material además de discontinuidades presentes ya sea por poros o grietas que hacen que la onda rebote hacia los elementos emisores, también se presenta pérdidas de energía debido a la resistencia que opone el material sobre las ondas ultrasónicas, lo cual se conoce como *impedancia acústica* que genera atenuación de la onda ultrasónica. Dicha atenuación está relacionada con la microestructura del material, como por ejemplo en los metales la distribución y tamaño de grano, orientación cristalográfica, diferentes fases presentes en el material y los módulos de elasticidad (Lane, 2014).

En términos matemáticos la impedancia acústica se describe por la siguiente ecuación (1):

$$Z = \rho C \quad (1)$$

Donde, Z es la impedancia acústica, ρ es la densidad del material y C es la velocidad del sonido del material (en la ley de Snell $C=V_R$).

Para calcular la *atenuación ultrasónica* por lo general se hace de manera experimental debido a que las medidas son de mayor confiabilidad, aunque también se tiene una expresión matemática que describe el fenómeno físico de la atenuación ultrasónica y es la siguiente (Ilarregui, 2009):

$$a = \frac{0.1151}{v} U_r \quad (2)$$

Donde, a es la atenuación ultrasónica, v es la velocidad en metros por segundo y U_r es la velocidad en decibeles por segundo. Teniendo en cuenta las unidades es de notar que la atenuación ultrasónica está dada en Decibeles/metro.

Los cálculos de la atenuación ultrasónica para este trabajo se realizan utilizando las curvas DAC de calibración que mide como se degrada la energía de la onda al interior del material. Un factor importante en la atenuación ultrasónica es el tamaño de grano en los materiales metálicos, ya que este va ser un factor dominante de la atenuación, si se tienen una longitud de onda menor que el tamaño de grano que posee el material de estudio, estos granos serán una barrera que generan pérdida de energía de la onda y genera retrodispersión, haciendo de este modo que aumente la atenuación ultrasónica del material, de este modo los diagnósticos que se hagan sobre una pieza se van a ver afectados por la atenuación causada (Negeswaran, 2009). En la Figura 14 se observa un esquema de como la retrodispersión de la onda ultrasónica afecta la medida de la ubicación y forma de un defecto presente en el material.

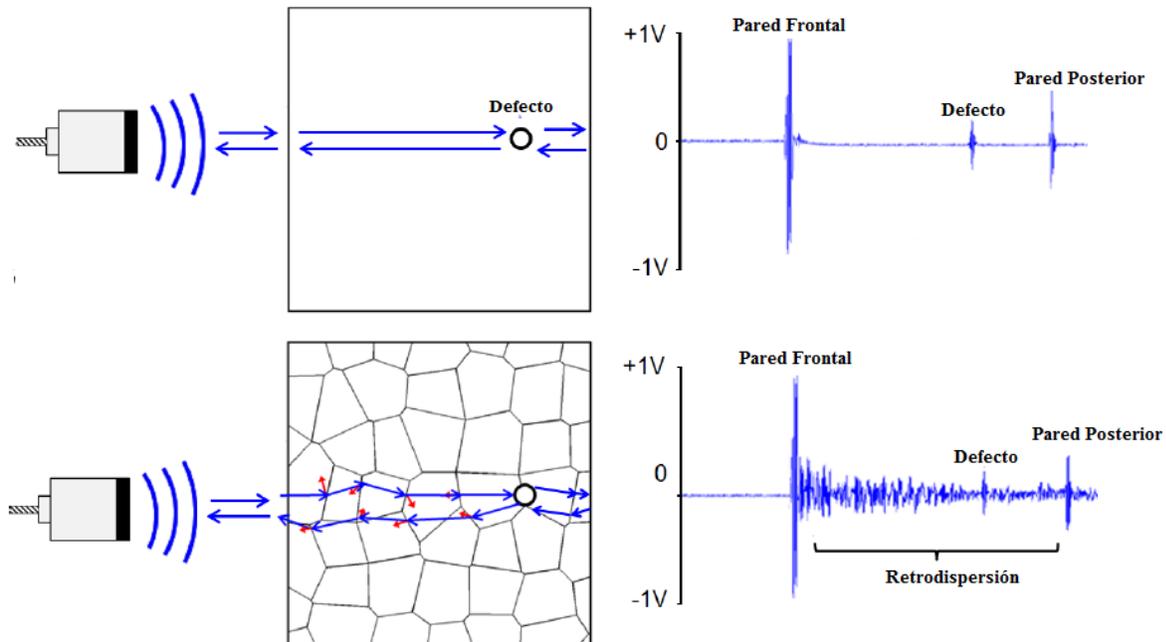


Figura 14. Retrodispersión causada por las fronteras de grano en un material policristalino. Tomado de (Pamel, 2008)

Para entender el fenómeno de degradación o pérdida de energía de la onda al interior del material es necesario tener en cuenta que las ondas ultrasónicas son ondas de presión generadas por los diferentes pulsos ultrasónicos como ya se explicó anteriormente, la presión generada por la onda genera vibraciones de las moléculas que están unidas elásticamente de tal manera que permite que las ondas ultrasónicas viajen al interior del material. Es importante tener en cuenta la microestructura de los materiales, lo cual hace que las ondas ultrasónicas viajen a diferentes velocidades en las diferentes direcciones del espacio, para medios isotrópicos y anisotrópicos la expresión matemática de la velocidad del sonido (velocidad de grupo) en el material está dada por la siguiente ecuación (Lane, 2015):

$$V_j = \frac{C_{ijk} n_k P_i P_l}{\rho C} \quad (3)$$

Donde, V_j es la velocidad del grupo de onda, C_{ijk} es la velocidad en el espacio, P_i y P_l son el vector de polarización, ρ es la densidad del material y C es la velocidad de fase. La propagación de las ondas en un medio son modos no alineados con la propagación de las ondas, aunque en algunos casos se asemeja e a los modos de corte (transversal) y longitudinal en medios isotrópicos, por lo que son llamado modos de cuasi-longitudinal y cuasi-cizallamiento (Lane, 2015).

Para medir la velocidad mediante la técnica de ultrasonido, los investigadores (Hendee & Ritenour, 2002) muestran que para calcular la velocidad mediante el método de pulso eco se tiene la siguiente ecuación:

$$Velocidad \left(\frac{m}{s} \right) = \frac{2xEspesor(m)}{Tiempo (s)} \quad (4)$$

Es recomendado para aplicaciones prácticas en situ, se utilizan ondas longitudinales, ya que estas tienen mayor penetración de haz en el material, pero reduce la sensibilidad de la medida que se desea tomar (Kruger, Robello, & De Camargo, 1999).

(Hellier, 2007) y (Toozandehjani, y otros, 2015) explican que la velocidad ultrasónica va cambiando a medida que cambia el tamaño de grano y a de acuerdo a la cantidad de precipitados presentes en la microestructura del material de estudio, por lo tanto midiendo las velocidades transversales y longitudinales es posible medir algunas propiedades del material, ya que al cambiar la microestructura del material es posible que las constantes elásticas tengan una variación significativa, lo que implica un valor en los diferentes módulos (Lane, 2014). (Toozandehjani, y otros, 2015) Propone que dado la variación de las constantes elásticas en el material, se puede calcular los diferentes módulos del material partiendo de las siguientes formulas:

$$Modulo Longitudinal (L) = \rho V_L^2 \quad (5)$$

$$Modulo Transversal (G) = \rho V_T^2 \quad (6)$$

$$Modulo Volumetrico (B) = \rho \left(V_L^2 - \frac{4}{3} V_T^2 \right) \quad (7)$$

$$Modulo de Young's (E) = \frac{\rho V_T^2 (3V_L^2 - 4V_T^2)}{V_L^2 - V_T^2} \quad (8)$$

$$Coeficiente de Poisson (v) = \frac{(V_L^2 - 2V_T^2)}{2(V_L^2 - V_T^2)} \quad (9)$$

(Kumar, et. al, 2002) muestra en su estudio otra relación directa de la velocidad longitudinal de la onda ultrasonica con la medida el modulo de Young's (E) que se calcula usando la ecuación:

$$E = V_L^2 \rho \frac{(1+v)(1-v)}{1-v} \quad (10)$$

Donde v es el coeficiente de Poisson ya mencionado en la ecuación anterior.

Los modelos actuales para entender el fenómeno de dispersión de ondas tienen incluida uno de los factores más importantes que es el tamaño medio de grano, ya que el tamaño de grano influye significativamente en la retrodispersión de las ondas de eco que se produce con los defectos presentes en este, lo cual genera la atenuación del pulso-eco

presente dentro del material policristalino, la atenuación ultrasónica se define mediante una ecuación de Christoffel's .

$$\left(\Gamma_{ik} - \rho \frac{\omega^2}{k^2} \delta_{ik} \right) \hat{\mu} = 0 \quad (11)$$

Donde

$$\Gamma_{ik} = \left\{ C_{ijkl}^0 + \langle \delta C_{ijkl}^s \rangle + \left(\langle \delta C_{ij\alpha\beta}^s \delta C_{\gamma\delta kl}^s \rangle - \langle \delta C_{ij\alpha\beta}^s \rangle \chi \langle \delta C_{\gamma\delta kl}^s \rangle \right) \right\} \int_{\nu} G_{\alpha\gamma}(\vec{s}) [W(s) e^{ik\vec{s}\vec{k}}]_{\beta\delta} d\nu \} \hat{k}_j \hat{k}_l \quad (12)$$

En estas ecuaciones donde se define la atenuación ultrasónica en un material policristalino los términos definen los siguiente ; $\hat{\mu}$ es un vector unitario en la dirección de propagación del campo acústico, ρ es la densidad del material o medio de propagación, δC_{ijkl}^s la constante elástica de un cristal, ω frecuencia angular, \vec{k} es el vector de onda ($\vec{k} = k\hat{k}$), G es la función de *Green*, $\langle \delta C_{ij\alpha\beta}^s \delta C_{\gamma\delta kl}^s \rangle - \langle \delta C_{ij\alpha\beta}^s \rangle \chi \langle \delta C_{\gamma\delta kl}^s \rangle$ denota el ensamble de las constantes elásticas de un grupo de granos con diferente orientación y $W(s)$ es una medida del tamaño de grano en el material.

Es importante tener estos conceptos claves en cuenta ya que van ayudar a dar interpretación clara sobre la integridad de piezas, exactitud de la medida y de las leyes focales que se deben usar a la hora de realizar una inspección en determinado material. Como ya se ha mencionado, la influencia de la microestructura es significativa a la hora de realizar una inspección por medio de ultrasonido en el material, (Haldipur, 2006) en su estudio muestra la influencia que tienen diferentes factores ya mencionados como la atenuación ultrasónica, la velocidad del sonido en el material y la distorsión del haz. La atenuación de la energía acústica genera una disminución en los ecos de posibles defectos presentes en el material inspeccionado (Haldipur, 2006). En materiales policristalinos las ondas ultrasónicas tienen un comportamiento particular, en las fronteras de grano se genera el ruido de retrodispersión causado por la discontinuidad generada en dichas fronteras en donde se enmascaran los ecos generados por los defectos. La velocidad sufre alteraciones por lo tanto los haces de propagación de la onda ultrasónica genera fluctuaciones de las amplitudes del eco generado por las discontinuidades (Haldipur, 2006). (Toozandehjani, y otros, 2015). Como ya se había mencionado la atenuación está definida como la pérdida de amplitud de la señal con la distancia creciente de la propagación del frente de onda. (Haldipur, 2006).

Por lo general el coeficiente de atenuación ultrasónica se escribe como la suma de la absorción y la dispersión del haz (Haldipur, 2006)

$$\alpha \approx \alpha_{\text{absorción}} + \alpha_{\text{dispersión}} \quad (13)$$

(Toozandehjani, y otros, 2015) En su estudio también explica el coeficiente de atenuación de la onda ultrasónica como un decrecimiento logarítmico entre dos ecos consecutivos hasta la pared posterior, donde hay una pérdida que se define como la relación de dos amplitudes y se expresa generalmente en unidades logarítmicas, *Neper* o *dB*. Para la técnica de pulso eco el coeficiente de atenuación puede medirse con la siguiente fórmula:

$$\text{Coeficiente de atenuación} \left(\frac{dB}{mm} \right) = \frac{20 \log \left(\frac{S_1}{S_2} \right)}{2d} \quad (14)$$

Donde S_1 y S_2 es la amplitud de dos ecos consecutivos antes de la pared posterior, y d es el espesor de la probeta en (mm). Para técnicas de mayor avance el coeficiente de atenuación se calcula como un espectro (frecuencias vs amplitud) de dos ecos consecutivos antes de la pared posterior (Toozandehjani, y otros, 2015).

4. METODOLOGIA

La metodología usada para el desarrollo de la presente tesis ha sido la siguiente:

4.1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Se realizó una revisión de bibliografía en artículos científicos, tesis, normas, patentes, libros y documentación de congresos, en los cuales se plasma información importante sobre las características microestructurales de las superaleaciones, información detallada sobre estudios realizados en el material como lo es; las fases, propiedades mecánicas, maquinabilidad. La revisión bibliográfica fue direccionada en encontrar información teórica y experimental, la cual pudo alimentar la discusión sobre el proceso experimental que se desarrolló en la presente tesis. Se encontró información bibliográfica en la cual se tienen las curvas TTT para la superaleación Inconel 625 *Figura 15* de importancia para implementar los tratamientos térmicos. También se ha encontrado información para el desarrollo de los tratamientos térmicos, de teoría de dispersión de ondas en materiales policristalinos y material de importancia teórica y práctica para el desarrollo de ensayos no destructivos.

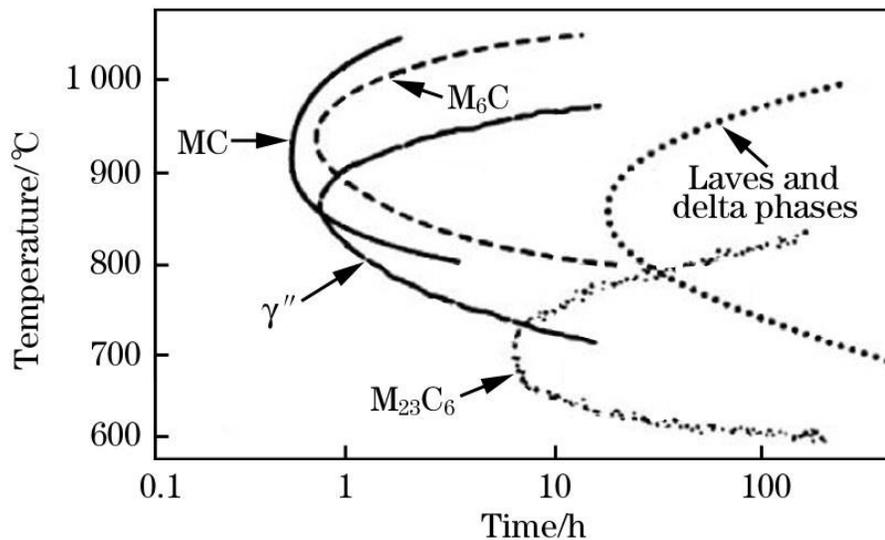


Figura 15. Diagrama TTT para la superaleación Inconel 625

4.2. TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Se llevaron a cabo tratamientos térmicos de recristalización en la superaleación Inconel 625 como se muestra en las tablas 2 y 3.

Tabla 2. Tratamientos térmicos preliminares realizados a las probetas de la superaleación Inconel 625.

MUESTRA	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO (H)
1	S.T	S.T
2	800	2
3	900	10
4	1050	100

Sin Tratamiento (S.T).

Tabla 3. Tratamientos térmicos definitivos superaleación Inconel 625.

MUESTRA	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO (H)
1	0	0
2	900	5
3	1000	5
4	1050	5
5	1100	5

La composición química del Inconel 625 estudiado se muestran en la *Tabla 1*:

Tabla 4. Composición química de la superaleación Inconel 625.

Elemento	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	C	Mg	Si	P	S	Al	Ti	Co
%	Bal.	21.82	5.1	10.0	3.15	0.1	0.5	0.5	0.015	0.015	0.4	0.4	1.0

El proceso de preparación de las muestras para observación en el microscopio incluye el pulido pasando la muestra por varios calibres de papel abrasivo, empezando por el calibre de 320 seguido de hojas con calibres 400, 600, 1000, 1200 y 2000. Al realizar este procedimiento se llevan las probetas a paños con suspensión de diamante 3 y 1 micrómetros con el cual le da el acabado final tipo espejo a las probetas. Posterior al pulido viene la etapa de ataque, el cual permite revelar las fronteras de grano y precipitados presentes en el material, este se realiza con una solución que contiene los siguientes reactivos químicos:

- 60 ml de ácido Clorhídrico.
- 6 g de cloruro de cobre.
- 6 ml de agua diluida en 50% de etanol.

4.3. CALIBRACIÓN ULTRASONIDO PHASED ARRAY

El proceso de calibración se realizó teniendo en cuenta la norma ASTM E164, en esta norma especifican como se debe realizar la calibración de las sondas utilizando el bloque de calibración IIW mostrado en la *Figura 16*. Este bloque tiene diferentes agujeros, curvaturas y entallas (ver plano en *Figura 17*) que son fundamentales para ajustar los parámetros de calibración requeridos y acordes a la norma a la hora de realizar una inspección en piezas o componentes que se deseen diagnosticar. En la industria se encuentran distintos tipos de bloque, pero se escoge el bloque IIW para realizar la calibración de la sonda ya que con este bloque se pueden realizar todas las calibraciones necesarias para un ideal funcionamiento de los palpadores y de los parámetros de focalización en las pruebas a metales.

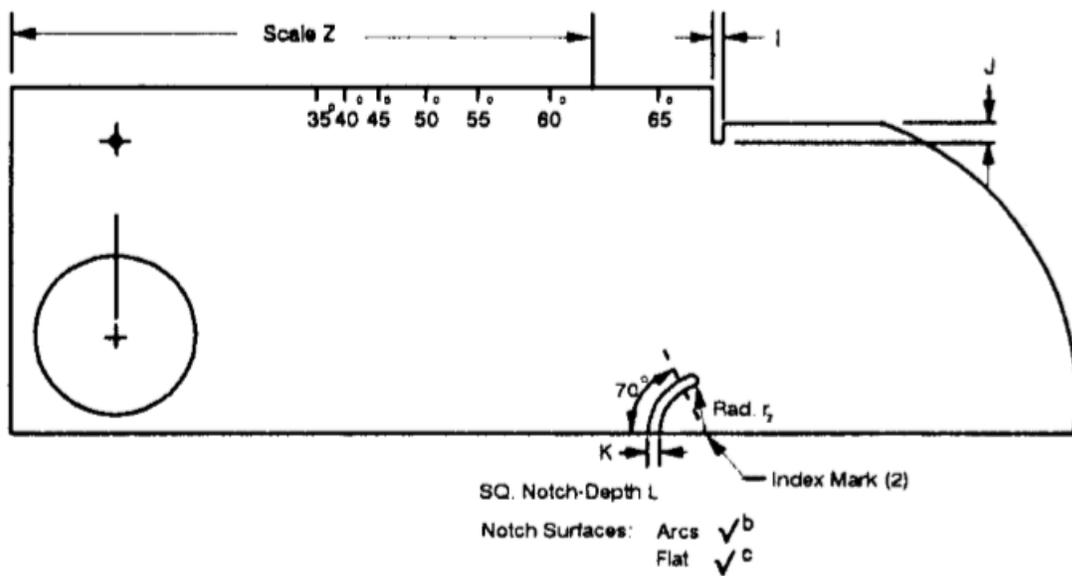


Figura 17. Medidas del bloque de calibración IIV que recomienda la norma ASTM E164 para realizar calibración de las sondas.

El equipo de ultrasonido *Phased Array* usado para la calibración de las sondas es Omniscan mx2 de marca OLYMPUS como el que se observa en la Figura 18.



Figura 18. Equipo, palpador y placa de calibración IIV.

Este equipo cuenta con un grupo de tres sondas con diferentes números de elementos emisores de haz ultrasónico, las sondas con que se cuentan tienen las siguientes especificaciones:

- 64 elementos emisores-receptores - Frecuencia 5.28 MHz. (por defecto).
- 16 elementos emisores-receptores - Frecuencia 5.00 MHz. (por defecto).
- 12 elementos emisores-receptores - Frecuencia 5.22 MHz. (por defecto).

Nota: Los tres palpadores pueden variar su frecuencia desde 2 MHz- 15 MHz.

Hay que tener en cuenta que para realizar una inspección o calibración con el equipo de Phased array se debe usar un *acoplante* ya que este va a ser la interfaz que permite que las ondas ultrasónicas se transmitan desde la zapata hacia el material de estudio, los acoplantes usados para este trabajo han sido grasa industrial libre de partículas de partículas que puedan obstaculizar la transmisión del haz ultrasónico en el material de estudio y el gel acoplante *Sonagel*.



Figura 19. Palpadores que se tienen para realizar inspección.

El equipo tiene una pantalla en la cual se hace la lectura e interpretación de los datos que se obtienen cuando se hace una inspección sectorial por barrido o angular. En la pantalla se tiene la posibilidad de tener los lectores A-Scan, C-Scan y S-Scan.

A-Scan: permite tener la lectura de profundidad vs. Porcentaje de decibeles, en esta puede observar la intensidad y distancia a la que se encuentra una barrera o defecto mostrando un pico a la distancia tal y como se observa en la Figura 20.

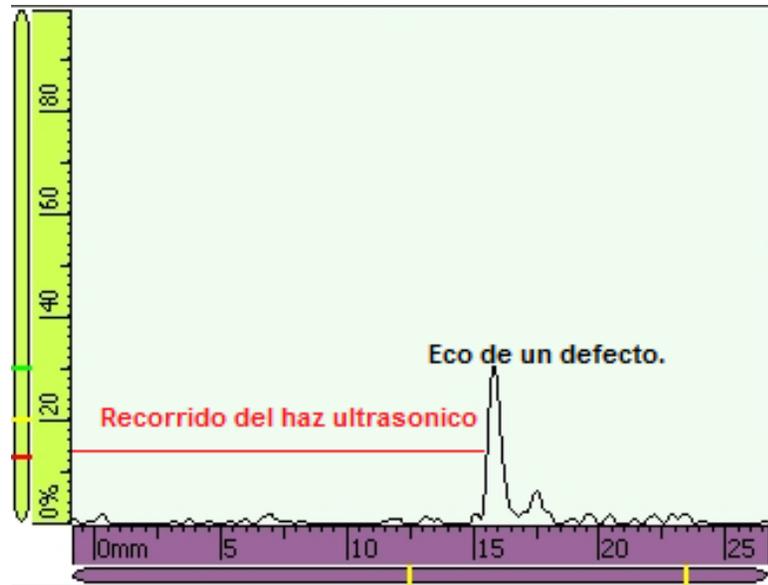


Figura 20. Lector A-Scan del equipo Omniscan MX2 en prueba de ultrasonido Phased Array.

S-Scan: Imagen 2D de ubicación y medida de ángulos que detectan los reflejos de las ondas ultrasónicas causadas por los defectos en el interior del material. El color rojo marca los puntos en los cuales se está generando eco en el interior del material de prueba, en la Figura 21 se observa cómo es la ventana S-Scan y los datos que se pueden obtener en una inspección.

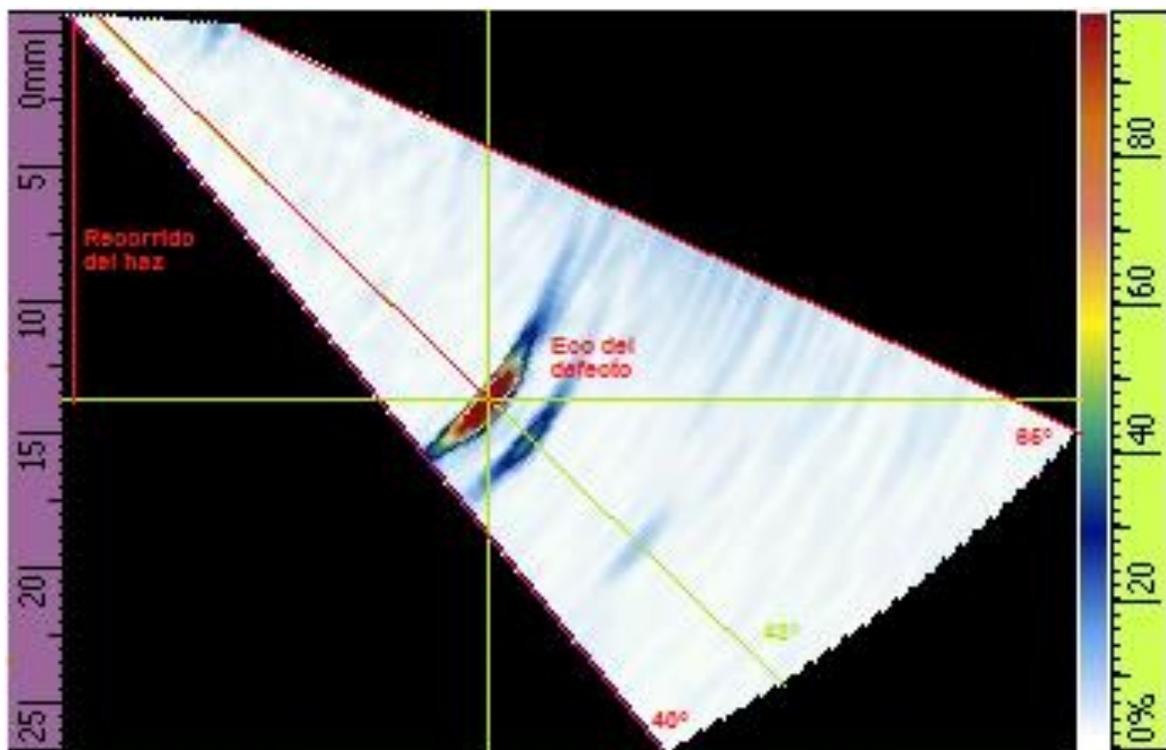


Figura 21. Lector S-Scan del equipo Omniscan MX2 en prueba de ultrasonido Phased Array.

4.4. PREPARACIÓN DE PROBETAS PARA PRUEBAS DE ATENUACIÓN Y MEDIDA DE PARAMETROS CON PHASED ARRAY.

Para la preparación de las probetas se tomaron recortes de barra con una longitud de 40 mm y diámetro de 25.4 mm, a los se les realiza 3 agujeros pasantes de diámetro 1.5 mm que sirven como reflectores o ecos de referencia para realizar la medida de la atenuación ultrasónica.

Para realizar los agujeros se debe tener en cuenta la teoría de campo lejano y campo cercano, por lo tanto, el primer agujero a escaneado no puede estar a menos de 3mm ya que el eco está en el campo cercano del frente de onda y el eco generado por el reflector (agujero) se confunde con el ruido generado por la estructura del material. En la Figura 22 se observa una de las probetas de prueba mostrando con claridad la posición longitudinal en la cual se colocaron las probetas para realizar las pruebas.

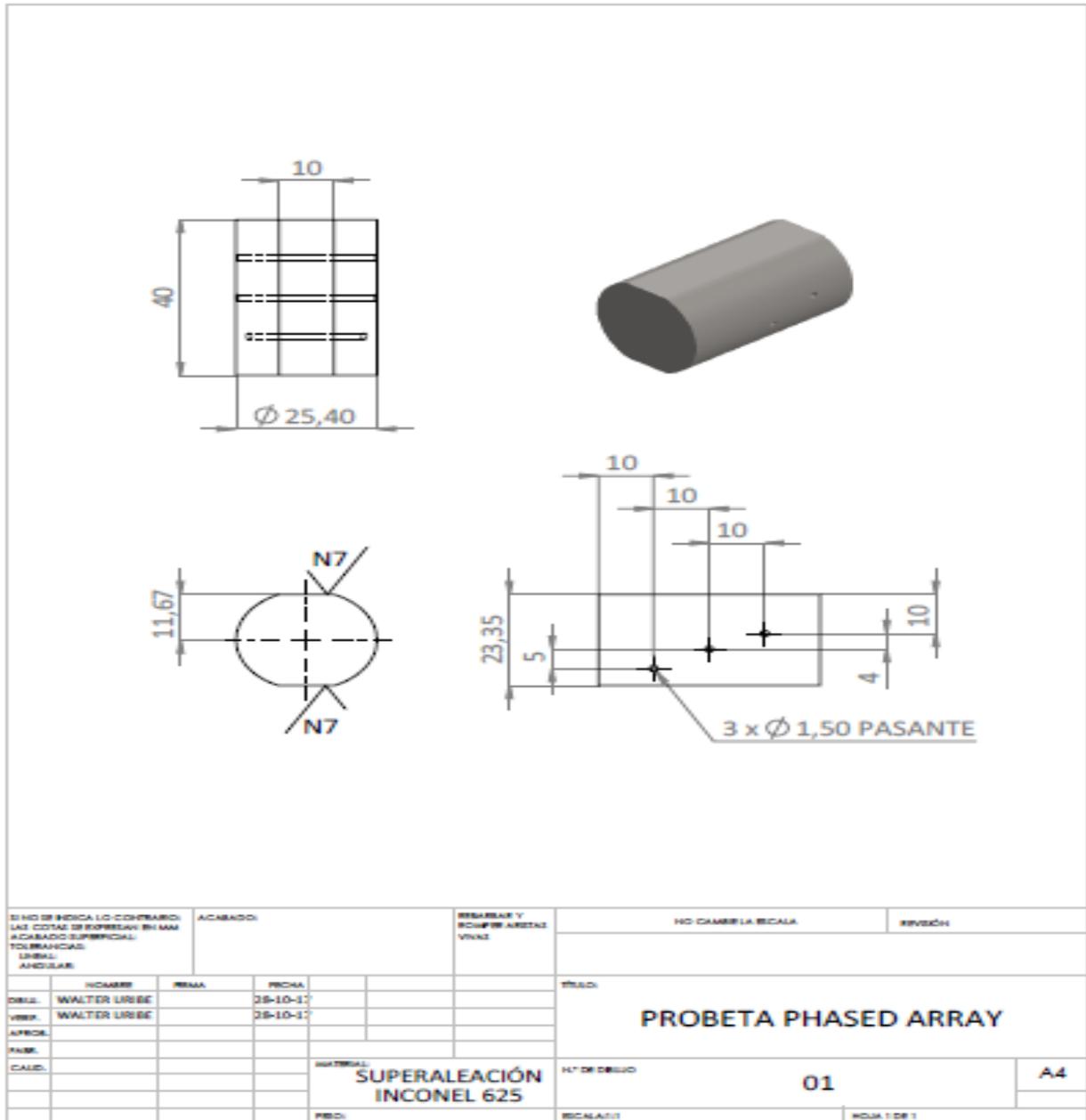


Figura 22. Plano Probeta de superaleación Inconel 625 para pruebas de atenuación ultrasónica.

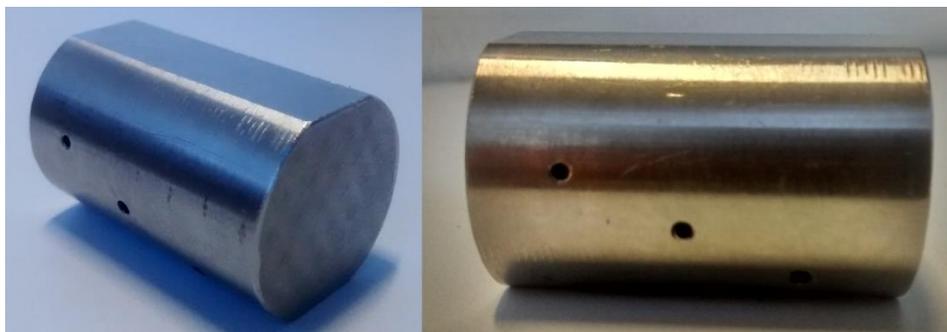


Figura 23. Probeta de superaleación Inconel 625 para pruebas de atenuación ultrasónica y tratamientos térmicos.

Las probetas se construyeron con la forma mostrada en la figura 23. debido a las complicaciones de conseguir placas de superaleación Inconel 625 en el medio, por lo tanto se adecuó realizando dos caras planas paralelas en la superficie del cilindro, esto con el objetivo de tener una superficie plana que se acomode a los palpadores con que cuenta el equipo y de este modo realizar las pruebas necesarias.

Equipo KEYSIGHT infiniivision DSO-X

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

5.1. PROTOCOLO DE INSPECCIÓN

Para realizar un protocolo de inspección de la superaleación Inconel 625 es necesario tener en cuenta que no se deben seguir los protocolos estandarizados que se encuentran en el medio, debido que estos están generalmente optimizados para aceros. Debido a la microestructura particular de la superaleación Inconel 625, la onda incidente sufre perturbaciones que alteran la medida de defectos presentes en el material. Por lo tanto, es recomendado seguir un procedimiento en el cual se tenga en cuenta la naturaleza policristalina del material y se evalúen los siguientes aspectos:

- Caracterización microestructural del material a inspeccionar.
- Selección del transductor y configuración de la técnica de ultrasonido Phased Array. (Calibración).
- Análisis de la retrodispersión del frente de onda ultrasónico.
- Cálculo de la atenuación de la energía de la onda ultrasónica causada por la retrodispersión de los granos del material.
- Validación de la calibración.

En general, tener nociones o conocimiento previo de la microestructura del material a analizar es importante a la hora de realizar la inspección real, ya que in-situ no sería posible realizar una caracterización microestructural convencional. Para el Inconel 625 la frecuencia que se recomienda a la hora de realizar una inspección mediante ultrasonido phased array (utilizando un equipo como el OmniscanMX2) está en los rangos de 5 a 7MHz, esto debido a las longitudes de onda que se tienen en el material y como ya se ha mencionado antes, la longitud de onda y el tamaño de grano son función de la atenuación y afectan la calidad de la medida tal y como se aprecia en la Figura 22, donde se tienen el A-Scan y S-Scan realizados a una de las probetas de Inconel , en ésta se aprecia una distorsión de la medida la cual es significativa, este escaneo se realiza a 7 MHz y con la misma ganancia 20 dB. Las frecuencias mayores con las cuales se puede trabajar convencionalmente en inspecciones mediante ultrasonido afectan la calidad de la medida para la superaleación Inconel 625 como se observa en la *Figura 25* y *Figura 26*, esto debido a que cuando se aumenta la frecuencia la longitud de onda disminuye y por lo tanto aumenta el ruido de retrodispersión causado por los precipitados y los granos de tamaños significativamente grandes, como las medidas obtenidas para los tratamientos térmicos realizados en este trabajo. Ya se ha mencionado que las superaleaciones como el Inconel 625 son usadas para aplicaciones donde su finalidad es tener una resistencia a la alta temperatura, la exposición a temperaturas mayores de 900 °C genera recristalización del material y ocasiona un aumento en el tamaño de grano en poco tiempo. Para frecuencias menores a 5 MHz la atenuación disminuye ya que la longitud de onda es mayor y los efectos del ruido ocasionado por el grano se pierden, aunque la medida de defectos microscópicos no se puede realizar correctamente en un material policristalino como el Inconel 625 y otros de la familia de las superaleaciones policristalinas base níquel.

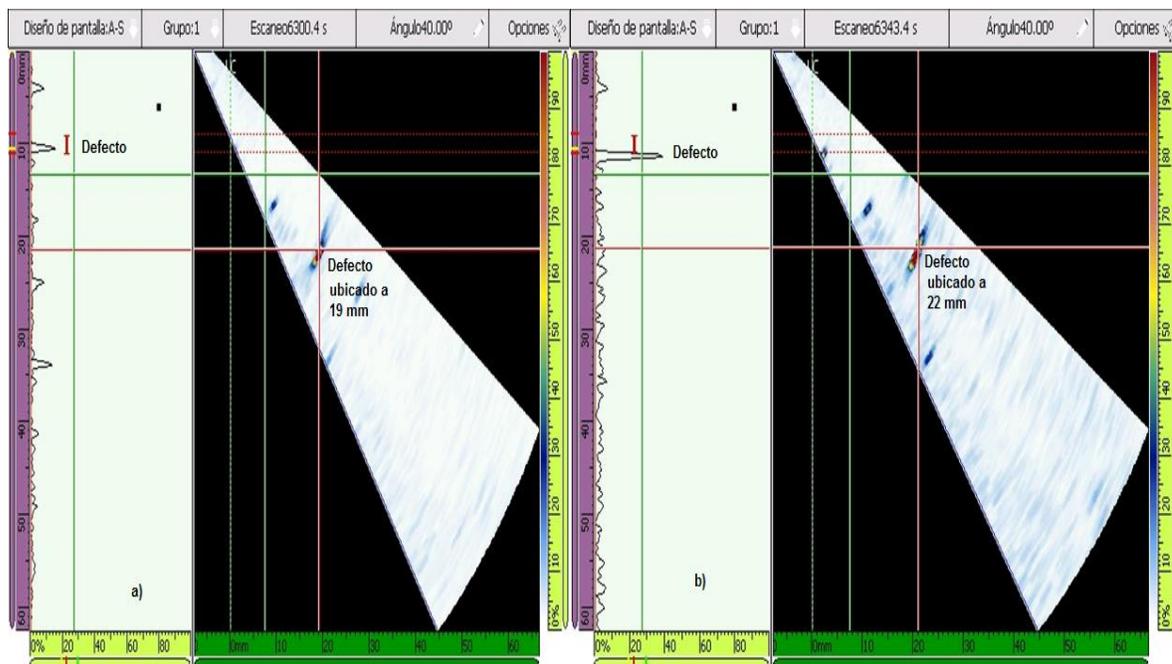


Figura 24. Ultrasonido Phased Array realizado a Inconel 625 donde se observa la distorsión de la medición de un defecto debido a las variaciones de tratamiento térmico en el material, el ensayo fue realizado con una frecuencia de 7MHz y con la zapata de 30° de inclinación y un escaneo de barrido angular 48° hasta 62° con un paso de 1 ns. a) A-Scan y S-Scan del Inconel 625 sin tratamiento (S.T). b) A-Scan y S-Scan del Inconel 625 con tratamiento térmico de 1050 °C a 5 h.

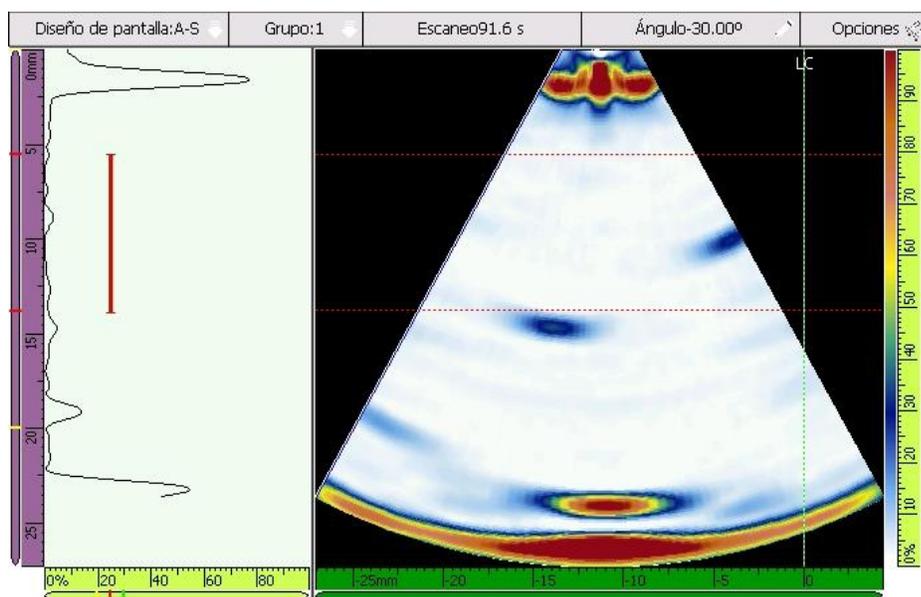


Figura 25. A-Scan y S-Scan realizado a las probetas de Inconel 625 sin tratamiento térmico para evaluar la señal de ruido. Ensayo realizado con la zapata de 90°, con una frecuencia de 5 MHz, entre los ángulos de -30° y 30°. Ganancia en decibeles es de 20.

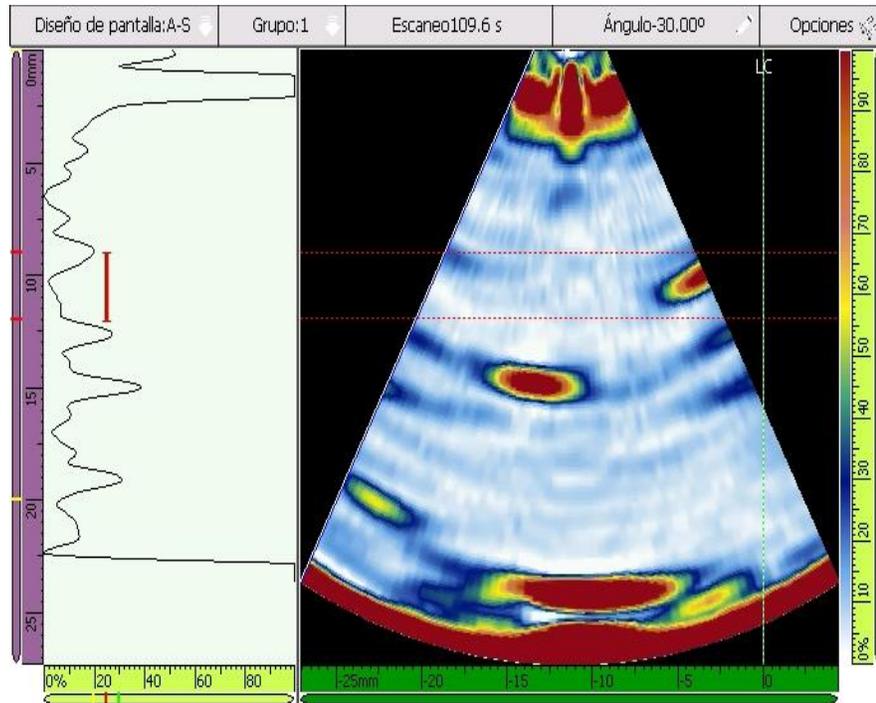


Figura 26. A-Scan y S-Scan realizado a las probetas de Inconel 625 sin tratamiento térmico para evaluar la señal de ruido. Ensayo realizado con la zapata de 90° , con una frecuencia de 12 MHz, entre los ángulos de -30° y 30° . Ganancia en decibeles es de 20.

Medida de la Velocidad del Sonido en el Material

La velocidad del sonido en la superaleación Inconel 625 va a depender de las variaciones microestructurales que presenta el material. En general, por tratarse de un material policristalino de granos equiaxiales puede considerarse isotrópico, de manera que su rigidez puede expresarse por medio de un único valor de módulo elástico independientemente de la dirección de medida. La medición de la velocidad mediante la técnica de ultrasonido Phased array se debe realizar teniendo en cuenta los defectos (conocidos) presentes en la pieza o probeta en la cual se desee inspeccionar; en caso de no tener defectos visibles en la pieza, se debe realizar la calibración y cálculos de la velocidad ultrasónica con los ecos generados en las caras posterior y anterior (las caras que delimitan el espesor de la pieza), esto es debido a que cambian el valor del módulo de elasticidad.

Debido a las limitaciones en el medio para conseguir placas de calibración que cumplan las condiciones recomendadas por la norma para medir la velocidad del sonido, se tomaron

dos ecos que se generan debido a los agujeros o discontinuidades en la probeta desarrollada en este trabajo (figura 23). Estos deben ser consecutivos y no tener otro tipo de reflectores que generen eco y alterar la toma de la medida, por lo tanto, los ecos de referencia en una pieza no deben estar en el mismo plano vertical como lo recomienda la norma ASTM E164. Estos reflectores o agujeros inducidos al material sirven de punto de referencia para medir la velocidad del sonido en el mismo, utilizando como referencia dos picos consecutivos (generado por los reflectores) y el tiempo de viaje de la onda ultrasónica entre estos dos picos generados en un A-Scan tal y como se observa en la Figura 27.

Una de las razones puntuales del por qué es necesario conocer parámetros ultrasónicos y microestructurales, es la atenuación que sufren las ondas ultrasónicas en el material en función de sus cambios microestructurales, lo cual afecta la medida de los defectos (por ejemplo, el S-Scan de figura 26.), ya que se puede alterar la medida de algún defecto o por el ruido microestructural quedar oculto. El objetivo de esta tesis no es ocultar el ruido microestructural, pero sí medir los coeficientes de atenuación que genera el factor de ruido microestructural que es función directa del tamaño de grano y de las constantes elásticas, estos cálculos se presentan más adelante en este trabajo.

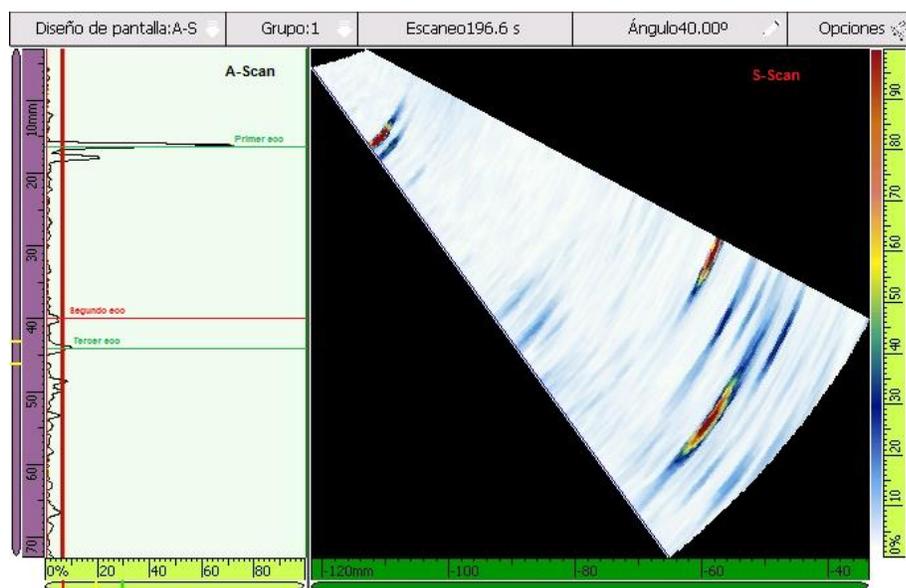


Figura 27. *Calculo de la velocidad del sonido tomando dos ecos consecutivos en el material de estudio para la placa IIW ASTM.*

El cálculo de la velocidad del sonido se recomienda realizarlo para dos ecos consecutivos, ya que, si toma un tercer eco para realizar dicho cálculo, las ondas van a sufrir retro dispersión y por lo tanto la medida que se toma va tener un error mayor.

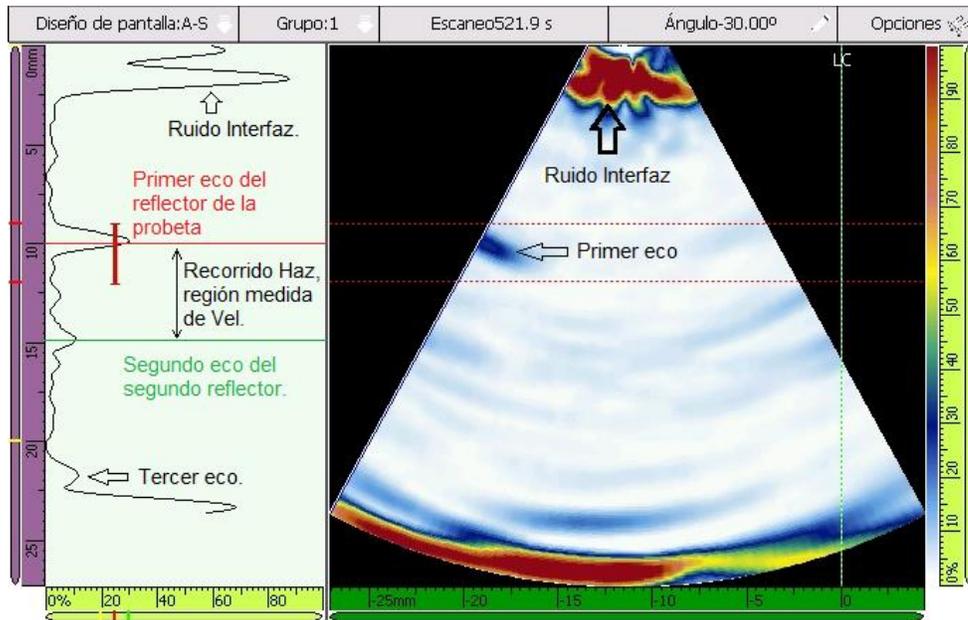


Figura 28. A-Scan y S-Scan de la probeta fabricada con superaleación Inconel 625. Donde se aprecia los ecos de referencia utilizados para el cálculo de la velocidad del sonido.

La velocidad del sonido medida por el Omniscan MX2 para una superaleación Inconel 625 sin tratamientos térmicos posteriores a su estado de entrega es:

$$V_T = 2980 \text{ m/s}$$

$$V_L = 5798 \text{ m/s}$$

Estas velocidades van a variar dependiendo del desgaste y las variaciones que el material sufre cuando está sometido a medios agresivos, ya sea a altos esfuerzos mecánicos, altas temperaturas o una combinación de los dos altos esfuerzos termo-mecánicos. Más adelante se discutirá cómo las velocidades cambian a medida que la temperatura del tratamiento térmico aumenta.

Cálculo de la atenuación ultrasónica y curva DAC

La atenuación ultrasónica es la pérdida de energía de la onda ultrasónica que se mueve a través de un medio. Teniendo en cuenta la caracterización del material, la superaleación Inconel 625 es policristalina, por lo tanto, ocurre retrodispersión en cada grano que interactúa con la onda ultrasónica y genera transformaciones de energía del mismo haz. Para calcular la atenuación se usa la *ecuación 14*, el equipo de ultrasonido Phased array Omniscan MX2 tiene por defecto la ecuación de coeficiente de atenuación en su sistema operativo. La atenuación ultrasónica es función de la distancia contra la intensidad del ruido. Para hallar la atenuación ultrasónica se utiliza una curva (DAC) la cual se presenta en la *Figura 29*, aquí se puede observar como la curva va descendiendo a medida que aumenta la distancia del recorrido de la onda.

Los cálculos de atenuación en función de los diferentes tratamientos térmicos de la superaleación se presentan y discuten más adelante. Estos resultados son obtenidos con la curva DAC, la cual se usa para determinar el tamaño de discontinuidades en función de la caída de la amplitud con la distancia de viaje de la onda, de tal modo que se puede obtener un valor de la atenuación ultrasónica en el material y el cual se puede medir directamente con la ayuda del Omniscan MX2.

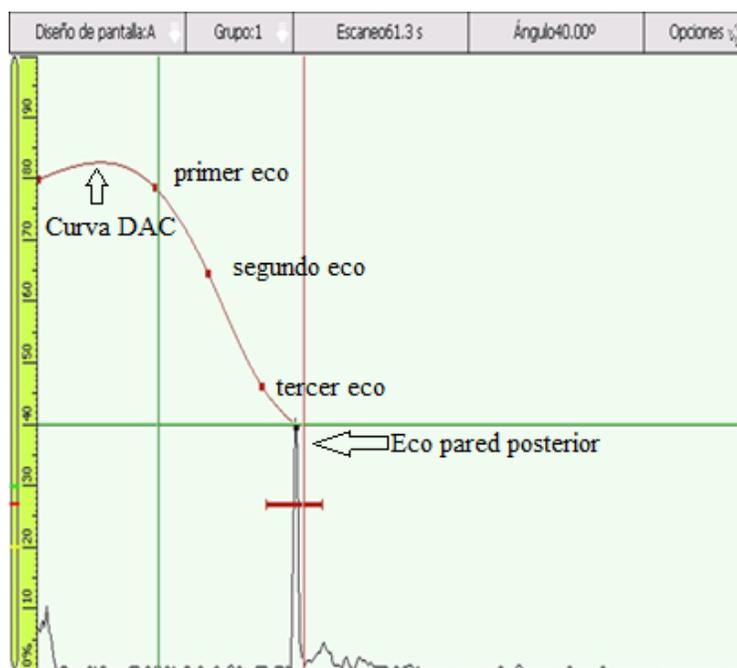


Figura 29. Trazado de curva DAC para cálculo de la atenuación ultrasónica en una superaleación Inconel 625 Omniscan MX2.

Cálculo de Campo Cercano - Campo Lejano

Para el cálculo del campo cercano se utiliza una ecuación en la cual el valor del campo cercano para los palpadores usados y el material, dependen de la geometría del palpador, la velocidad del sonido del material y la frecuencia en la cual se está utilizando el palpador de contacto directo. La ecuación del campo cercano es la siguiente:

$$N_r = D^2 \frac{f}{4v}$$

Donde;

N_r: Es el Valor del Campo cercano.

f: Frecuencia del palpador.

v: Velocidad longitudinal del sonido en el material.

El campo lejano es el área más allá del campo cercano donde la presión del campo sonoro cae gradualmente a cero. Esto se da debido a las variaciones dentro del campo cercano donde el haz ultrasónico debe sortear barreras atenuantes que debilitan la onda, por lo que puede ser difícil evaluar con precisión los defectos usando técnicas basadas en la amplitud, como es el caso del phased array. La *Figura 30* representa esquemáticamente las zonas de campo cercano y lejano. Los palpadores para una inspección de componentes se deben elegir de acuerdo a la velocidad del sonido, la frecuencia o el tamaño del palpador y su cantidad de elementos emisores. Para la realización de este estudio se utilizaron palpadores de 12 y 16 elementos emisores. En una inspección real es necesario tener presente el valor de campo acústico cercano, ya que la calidad de la inspección depende de los rangos en los que se pueda realizar. En la figura 29 se puede observar claramente que hay una región llamada *zona muerta*, esta región es muy pequeña y es una zona donde la inspección ultrasónica no arroja ningún resultado significativo en el momento de realizar una inspección a un componente fabricado con superaleación Inconel 625, tal y como ocurre en el presente estudio. La figura permite tener una concepción en tres dimensiones de cómo es el comportamiento de los frentes de onda en las diferentes zonas que componen el recorrido del mismo.



Figura 30. Diagrama representativo de las zonas en las cuales se divide el campo acústico generado por la propagación de ondas ultrasónicas en un medio. Tomado de (Hellier C. , 2003)

Para el caso del Inconel 625, se obtuvo un rango de campo cercano $N_f=105.2$ mm, este valor es de gran importancia ya que conociéndolo se sabe la región de inspección en la cual la utilización de la técnica de Phased Array es viable con los palpadores utilizados. En estas pruebas se pueden encontrar defectos y realizar mediciones de consideración en una inspección de componente fabricado con Inconel 625.

Para realizar la calibración de los palpadores ultrasónicos se debe definir las leyes focales (el número de elementos, ángulos de inspección, Apertura del S-Scan, frecuencia) y la resolución de espacial de los palpadores calibrando el tamaño del haz ultrasónico. Con el cálculo del campo cercano y conociendo la longitud del campo cercano se realizó la fabricación de los agujeros reflectores en las probetas de Inconel 625.

Validación de la calibración de las sondas

Para la calibración de las sondas se debe tener en cuenta los siguientes parámetros:

1. Frecuencia de los palpadores, esta se escoge según las características del material y/o pieza que se va inspeccionar, el volumen y forma de la superficie de la pieza también son factores para tener en cuenta al instante de elegir los palpadores. Las frecuencias escogidas son 5MHz y 7MHz como se discutió previamente.

2. Palpadores escogidos para la realización de las pruebas son los de 12 y 16 elementos emisores de onda ultrasónica, se descarta el palpador de 64 elementos para las pruebas de atenuación, ya que para la construcción de la curva DAC la norma ASTM E164 no recomienda que el palpador no debe superar el tamaño de la pieza, como es el caso de este estudio.
3. Sensibilidad y retardos de los palpadores (zapata) para obtener las mediciones deseadas.

Calibración de la sensibilidad y retardos

Para esta calibración es necesario tener en cuenta el grado de desgaste de las zapatas ya que de esto van a depender los retardos de tiempo, para el este caso las zapatas están sin desgaste ya que no se ha realizado antes inspección de componentes o probetas en las mismas, por lo tanto, los ajustes de retardo no es necesario realizarlos ya que no se va a ver afectado el haz ultrasónico que se produce en los elementos transductores que generan el haz desde cada sensor.

La calibración de la sensibilidad va ayudar a determinar la mejor ley focal dependiendo del material, con esta calibración se tiene el paso mínimo necesario de ángulos de los haces ultrasónicos de tal manera que cuando éstos se refracten en el material no interfieran y las medidas en el momento de la inspección tengan la mayor resolución. La calibración de este parámetro se realiza con el agujero de menor tamaño de la placa de calibración IIW, ya que con este pequeño defecto conocido se puede tener una buena variación de los ángulos. Hay que aclarar que la calibración de sensibilidad y retardo de zapata realizada con el bloque IIW y con las probetas de la superaleación Inconel 625, se enfoca en buscar las condiciones óptimas del haz ultrasónico y va directamente relacionada con el ajuste de la zapata para emitir el haz, para este parámetro no son de importancia las propiedades del material.

Resultados de medición de defectos reales y desconocidos para diferentes metales.

Después del proceso de calibración se realizaron algunas mediciones en las cuales se usó la misma placa IIW ya que ésta está diseñada para medir y aprender a interpretar las señales que se dan en los modos A-Scan y C-Scan. Al tener la sonda calibrada se pueden realizar mediciones de espesores tal y como se observa en la *Figura 31*, donde se muestra en el A-Scan el pico que genera el eco de la onda ultrasónica cuando es reflejada por el material al llegar al borde o pared posterior de la placa, dando de este modo la medida exacta del espesor el cual es de 25 milímetros.

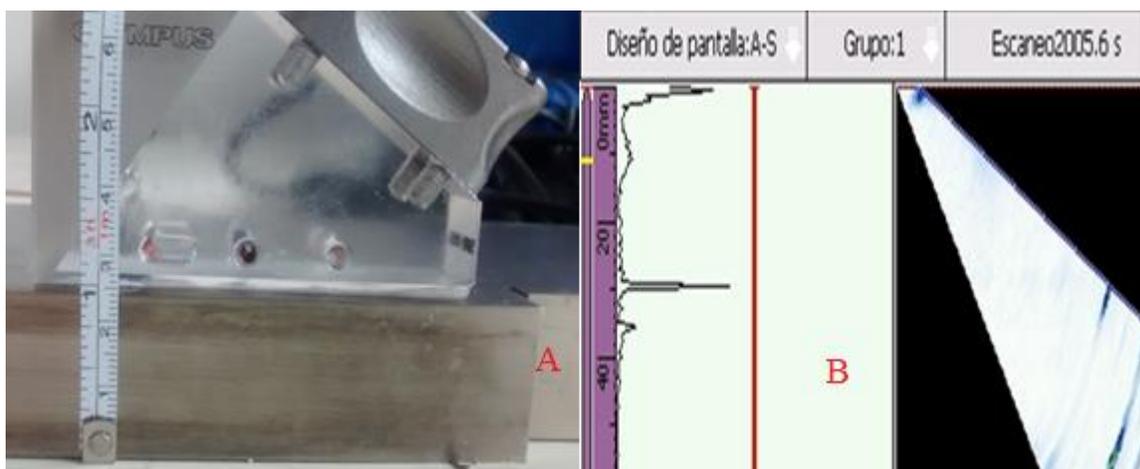


Figura 31. a) Medida de espesor en placa de acero 1018. b) ventanas A-Scan y S-Scan, donde se observa la medida del espesor real con ultrasonido Phased Array.

También se realiza medida de agujeros de diámetros grandes y pequeños, donde se observa la profundidad y la diferencia en la señal o picos que reflejan los diferentes agujeros. Por ejemplo en la *Figura 32* se observa el pico generado por el agujero de 40 mm de diámetro, en la zona que está marcada con la letra A se tiene la señal del eco que forma un pico que es de mayor amplitud que la medición que se realiza en el agujero de 1.5 mm de diámetro, la amplitud de la señal es un indicador del tamaño del defecto que está generando reflexión de la onda, es importante tener esto en cuenta ya que a la hora de realizar una inspección o mediciones de atenuación a una pieza o probeta se puede tener una idea del tamaño del agujero o defecto que hay al interior del material antes de realizar las mediciones.

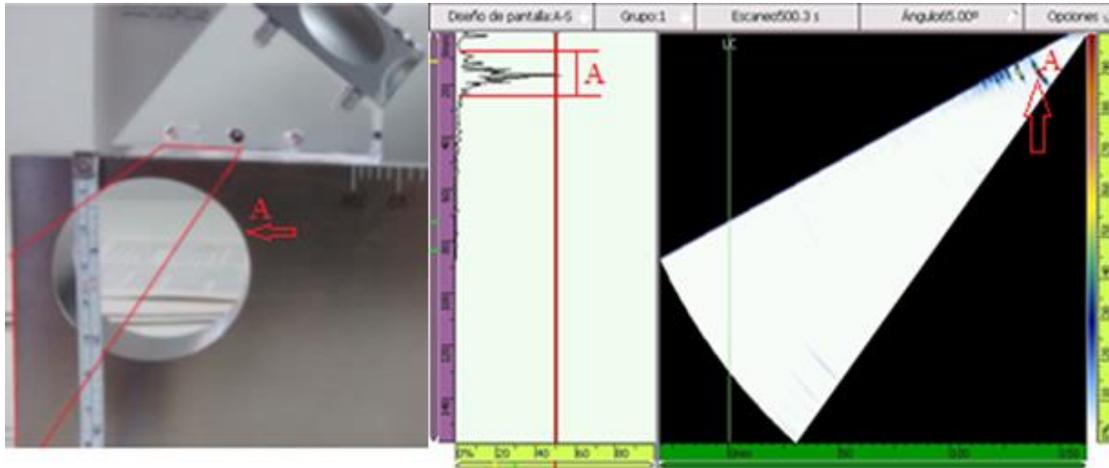


Figura 32. Medida e interpretación de defectos en el A-Scan y S-Scan.



Figura 33. Medida de defecto pequeños en una placa de acero 1018, agujero a 15 mm de profundidad que genera un pico con amplitud menor que para el caso de a figura 9.

Para la superaleación se realiza la calibración de la velocidad del sonido tomando el recorte realizado a uno de los álabes que fueron dados de baja en la central termoeléctrica La Sierra de EPM, esta calibración se realiza para las tres sondas, se obtiene una velocidad del sonido de onda transversal de 2990 m/s, la sensibilidad se realizó con respecto a uno de los agujeros de refrigeración que tiene el recorte del álabe. En la *Figura 34* se observa una de las mediciones de los defectos conocidos en el álabe, con los recortes del álabe es posible tener una idea de qué patrones de señal ultrasónica reflejada se tienen y de esta manera conocer y diferenciar entre un defecto y los ductos de refrigeración que tienen los álabes de primera etapa de la turbina a gas GE7FA. En la *Figura 34* se observa la ventana del A-Scan y S-Scan donde se pueden observar los picos y la profundidad de los defectos.

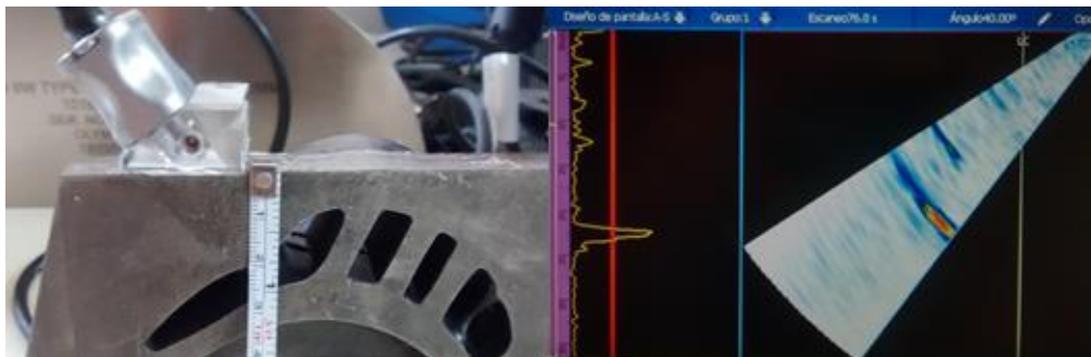


Figura 34. Medidas con el Phased Array de defectos conocidos y ductos de refrigeración del recorte de álabe de primera etapa de la turbina a Gas de Termosierra.

Defectos desconocidos

En el proceso de entrenamiento con el equipo se realizó la calibración para la sonda de 16 elementos con una frecuencia de 5MHz para acero inoxidable, con lo cual fue posible realizar inspección en un vano de turbina Francis, la zona a la que se realiza inspección tiene un espesor de 30 mm aproximadamente y en su interior se encontró un defecto a una profundidad 22 mm en el material, tal como se observa en el A-Scan de la *Figura 35*, es importante realizar este tipo de pruebas ya que es necesario tener clara la interpretación de las señales que se generan por los diferentes tipos de defectos en el material.

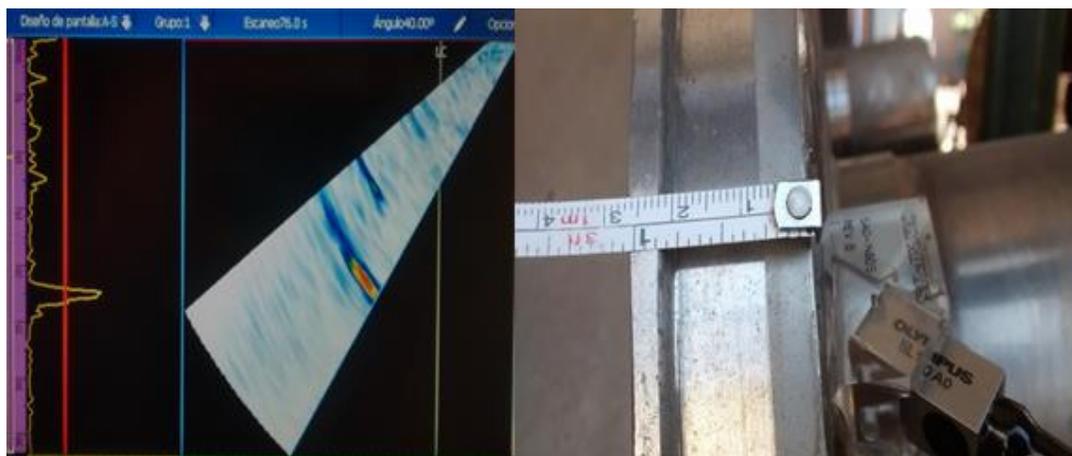


Figura 35. Inspección realizada a componente de turbina Francis de EPM.

En la *Figura 36* se tienen las ventanas de lectura A-Scan y S-scan donde se observa los picos generados por el espesor del vano, es de notar que en la zona inferior izquierda hay una ventana con una imagen 2D que crea el equipo y muestra el punto exacto de donde se tiene el reflejo de la onda ultrasónica.

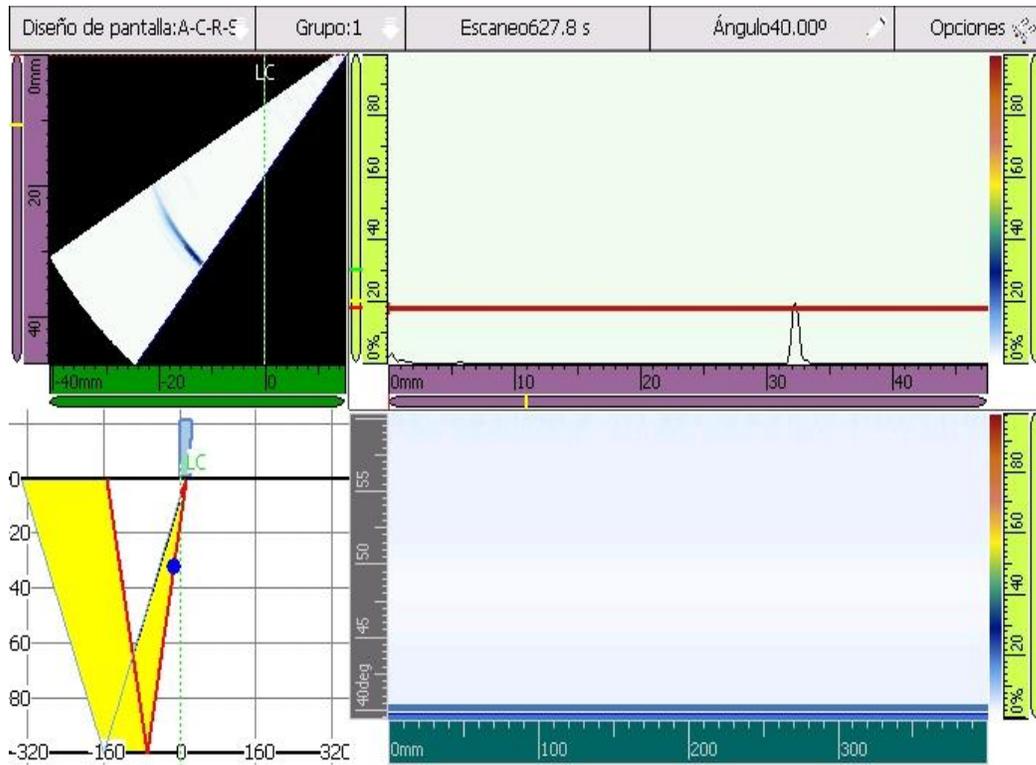


Figura 36. Ventana de medida OmniScan MX2, donde se observa la ubicación exacta de uno de los defectos presentes en la pieza examinada.

5.2. TRATAMIENTOS TÉRMICOS DE LA SUPERALEACIÓN INCONEL 625

Con la realización de los tratamientos térmicos y siguiendo el procedimiento de preparación metalográfica descrito en la metodología se pudieron estudiar las variaciones microestructurales en la superaleación.

En la *Figura 37* se presenta la microestructura del Inconel 625 en estado de entrega, donde se observan granos finos equiaxiales con tamaño medio de 17.4 μm . También para la caracterización del material se realizó difracción de rayos X, siendo posible identificar la fase γ (FCC) de la superaleación (Ver *Figura 38*).

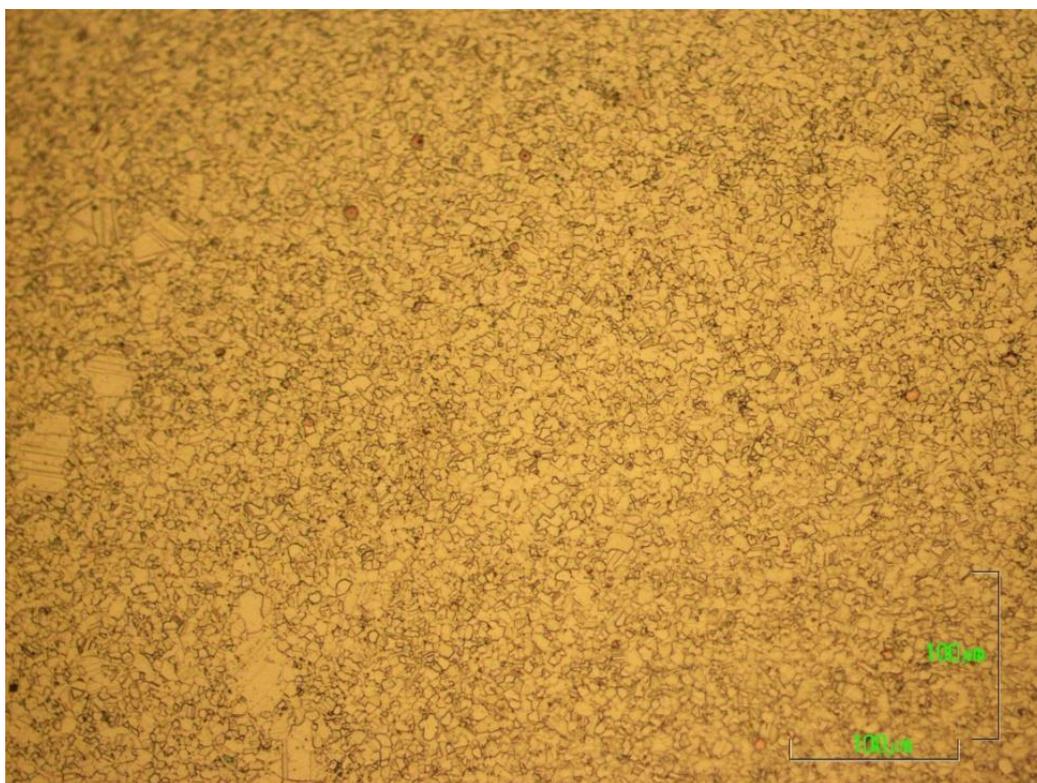


Figura 37. Micrografía donde se muestra Microestructura del Inconel 625 en estado de entrega (E.E).

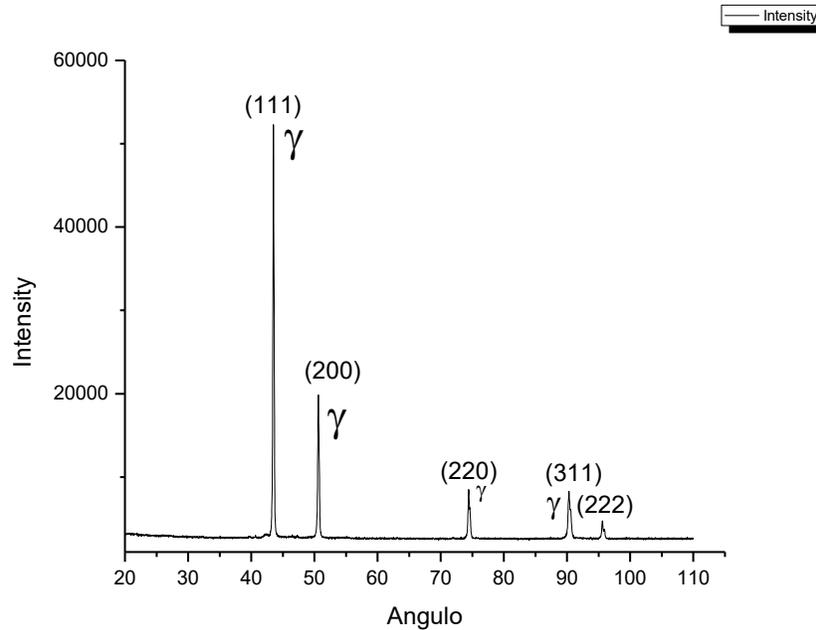


Figura 38. Resultado difracción de Rayos X de la superaleación Inconel 625 en estado de entrega.

Los tratamientos térmicos se realizaron con el fin de promover el crecimiento del grano y la precipitación de algunas fases en los límites de grano. Los tratamientos dejaron los resultados mostrados en la tabla 5 en cuanto a la variación del tamaño de grano:

Tabla 5. Tratamientos térmicos preliminares y cambios en el tamaño de grano según el tratamiento. Nota: ST corresponde a la condición "sin tratamiento térmico".

Muestra	Temperatura (°C)	Tiempo (h)	Tamaño Medio de Grano (μm)
1	S.T	S.T	17.4 +/-1.4
2	800	2	20 +/-1.3
3	900	10	44.5 +/-2.5
4	1050	100	106.8 +/-1.5

Con el primer tratamiento de 800°C y 2 horas de sostenimiento se logró un leve crecimiento en el tamaño medio de grano teniendo en cuenta que se inició con un tamaño de grano de 17.4 μm y se logró un aumento hasta 20 μm. La Figura 39 muestra la microestructura después del tratamiento. Se observa que hay una cantidad significativa de precipitados los

cuales aparecen después del tratamiento. En el tratamiento a 900°C por 10 horas se tiene un crecimiento significativo del tamaño de grano como se observa en la *Figura 39*Figura 39, debido al tiempo y también a la temperatura que se tomó para el crecimiento, se observa que se eliminan las zonas de grano fino y se tiene una distribución homogénea de los granos equiaxiales. El tratamiento a 1050°C por 100 horas presenta un cambio significativo del tamaño de grano, el cual creció aproximadamente en un 88% de su tamaño inicial debido al largo tiempo en el horno y teniendo en cuenta el diagrama TTT se espera que se tengan fase Laves (fase no deseada) y carburos del tipo M_6C .

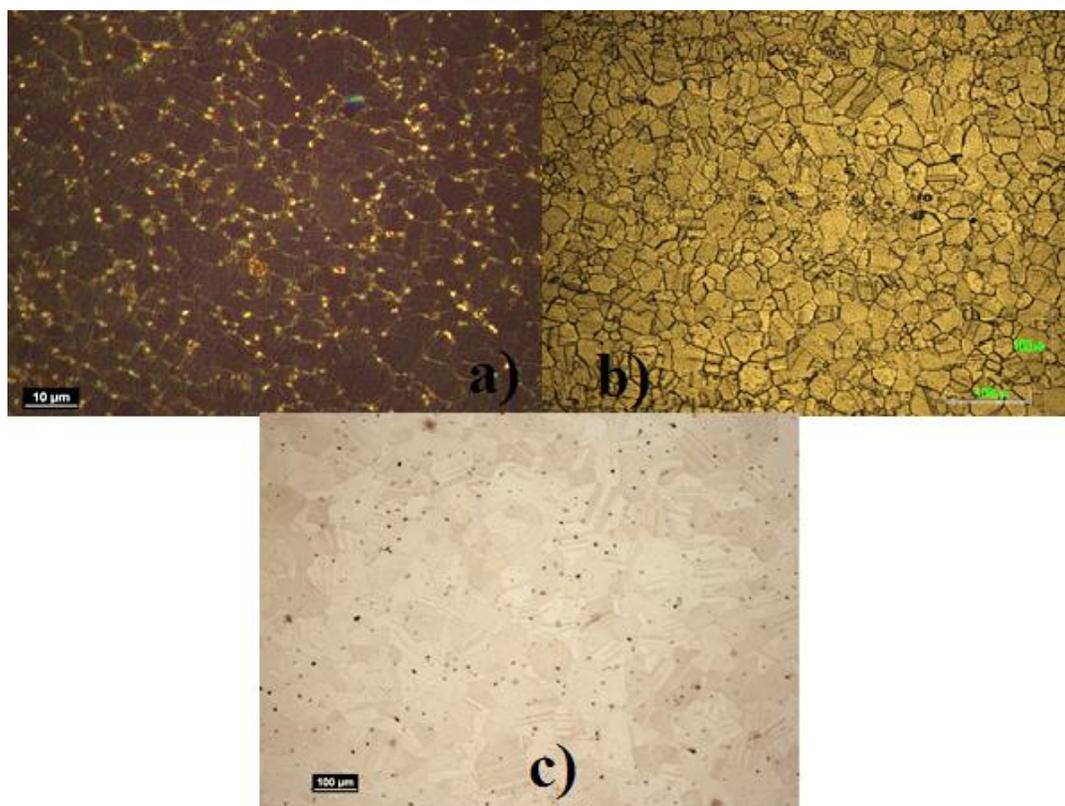


Figura 39. Microestructura final obtenida después del tratamiento térmico. a) tratamiento térmico de 800°C y 2 horas. b) Tratamiento térmico 900 °C 10h. c) tratamiento térmico 1050 °C 100h.

En los tratamientos mostrados anteriormente se nota claramente el crecimiento del tamaño de grano, por lo tanto, teniendo en cuenta información bibliográfica se realizaron varios tratamientos térmicos de recristalización, con el propósito de generar un crecimiento en el tamaño de grano de manera más controlada y con tiempos prudentes para obtener los tamaños deseados. Los detalles de los tratamientos realizados se muestran en la tabla 6.

En la *Tabla 6* se observa que el tiempo de tratamiento seleccionado fue de 5 horas, basados en el diagrama TTT para el Inconel 625, que indica que para este tiempo y las temperaturas de tratamiento se llega a la formación de precipitados en el material, estos precipitados por lo general migran hacia los límites de grano.

Tabla 6 . Condiciones de tratamientos térmicos definitivos del Inconel 625

TRATAMIENTOS TÉRMICOS INCONEL 625			
Muestra	Tiempo (h)	Temperatura (°C)	Tamaño de Grano (µm)
1	0	0	17.5 ± 1.4
2	5	900	20 ± 2.1
3	5	1000	44.5 ± 8.2
4	5	1050	54 ± 3.7
5	5	1100	61 ± 2.2

Realizando el proceso de pulido ya descrito anteriormente, se logran revelar las fronteras de grano en el material, se realiza microscopía óptica y se obtienen las micrografías para cada tratamiento como se observa a continuación:

El tamaño de grano tiene un efecto significativo sobre las propiedades mecánicas en los materiales con microestructura policristalina, *pues* se sabe que para tamaños de grano fino el material posee menor resistencia al *creep* cuando se somete a altas temperaturas (Courtney, 2000). De aquí la importancia de la relación que hay entre la dispersión de las ondas ultrasónicas en el interior del material y la medida de la integridad del mismo, ya que dependiendo del tamaño de grano las propiedades mecánicas del material cambian.

Las observaciones en el microscopio electrónico de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) permiten ver con mejor detalle la microestructura del material de tal manera que es posible diferenciar los precipitados que se generan en el proceso de tratamiento térmico del Inconel 625. Para este estudio se realizó un conteo de los precipitados presentes en la microestructura tanto de las muestras sin tratamiento (S.T) como de las tratadas en el rango entre 900°C y 1100 °C.

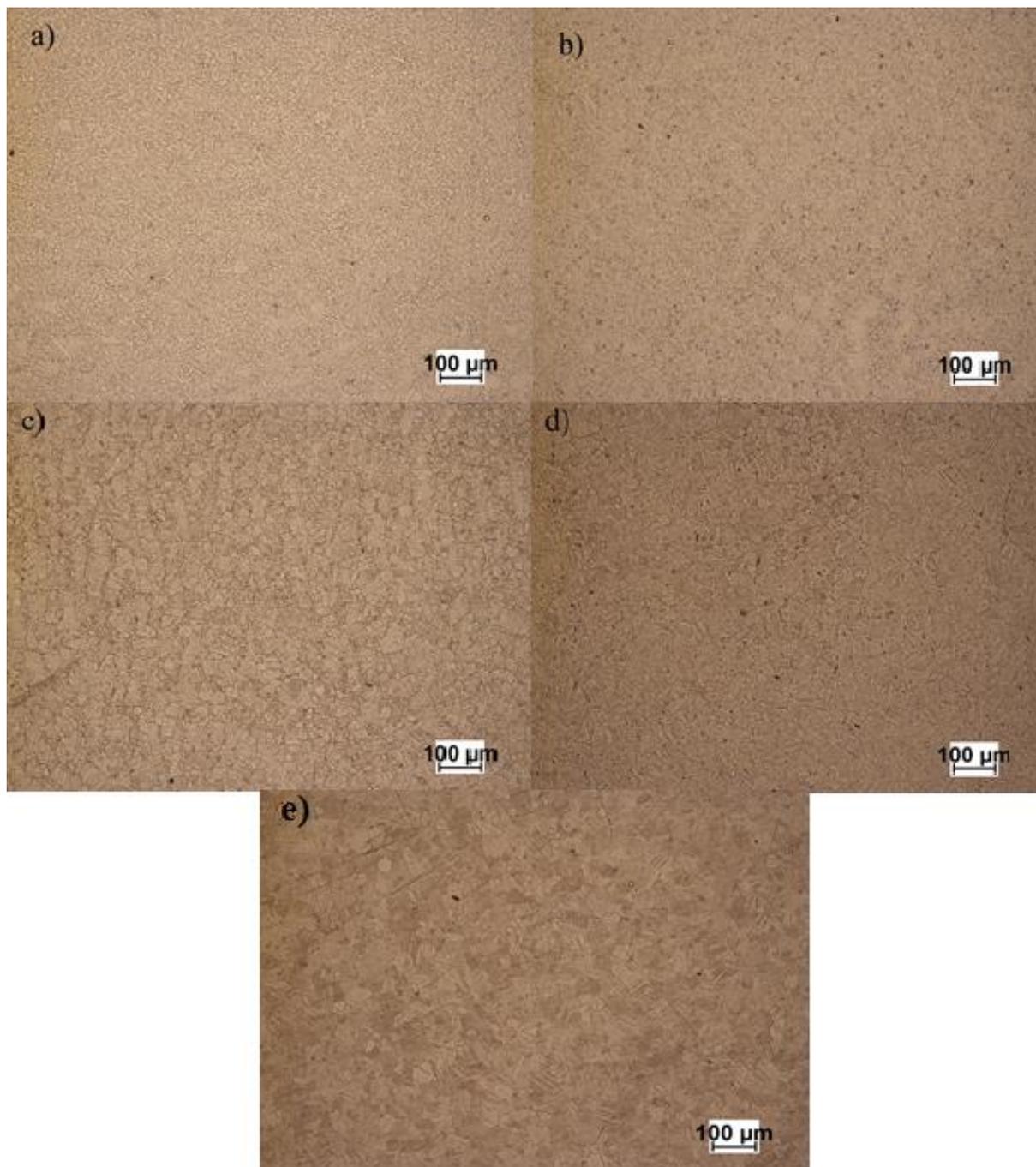


Figura 40. Micrografías de cada uno de los tratamientos térmicos realizados. a) Inconel 625 Sin Tratamiento térmico, b) 900°C, c) 1000°C, d) 1050°C, e) 1100 °C.

En la *Figura 41* se observa la microestructura de la aleación Inconel 625 en estado de entrega sin tratamientos térmicos, en esta se observa la morfología equiaxial de los granos,

además de precipitados los cuales están alojados preferencialmente en las fronteras de grano. Es importante la cuantificación de los precipitados ya que con ellos se puede tener conocimiento de las propiedades del material y como estos afectan las propiedades. Se realizó la cuantificación utilizando 4 campos para realizar el conteo y los resultados obtenidos son los siguientes:

Partículas/mm²: 25363

Diametro medio de Feret. 0.87 μm

Pocentaje de área ocupado por las partículas: 0.8%

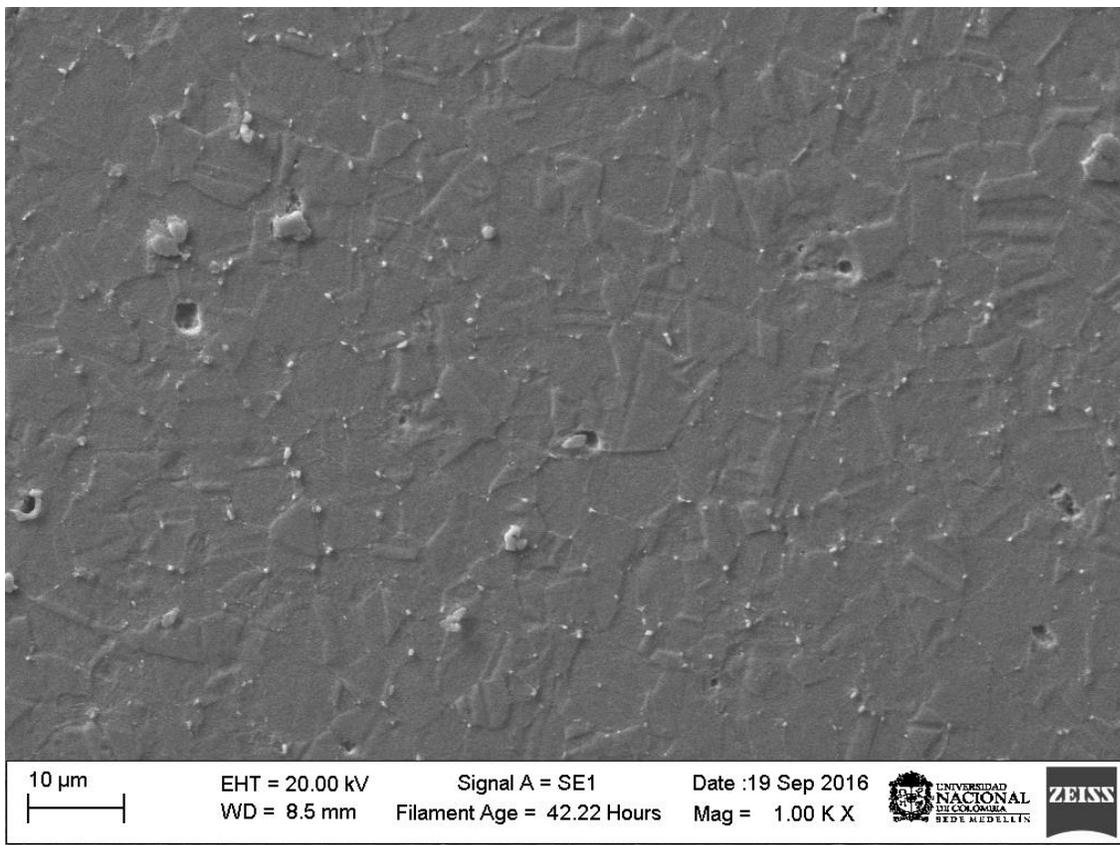


Figura 41. Imagen de SEM tomada a la microestructura de la superaleación Inconel 625 en estado de entrega (ST).

En la *Figura 42* se aprecia una cantidad significativa de precipitados en la microestructura. Los precipitados presentes en su mayoría se han alojado en las fronteras de grano tal y como se esperaba, ya que las condiciones energéticas a las que se somete el material lo

permiten. Para el tratamiento térmico de 900°C y 5 horas de sostenimiento, se obtuvo la siguiente cantidad de precipitados:

Partículas/mm²: 107500

Diametro medio de Feret: 0.95 μm

Pocentaje de área ocupado por las partículas: 2.7%

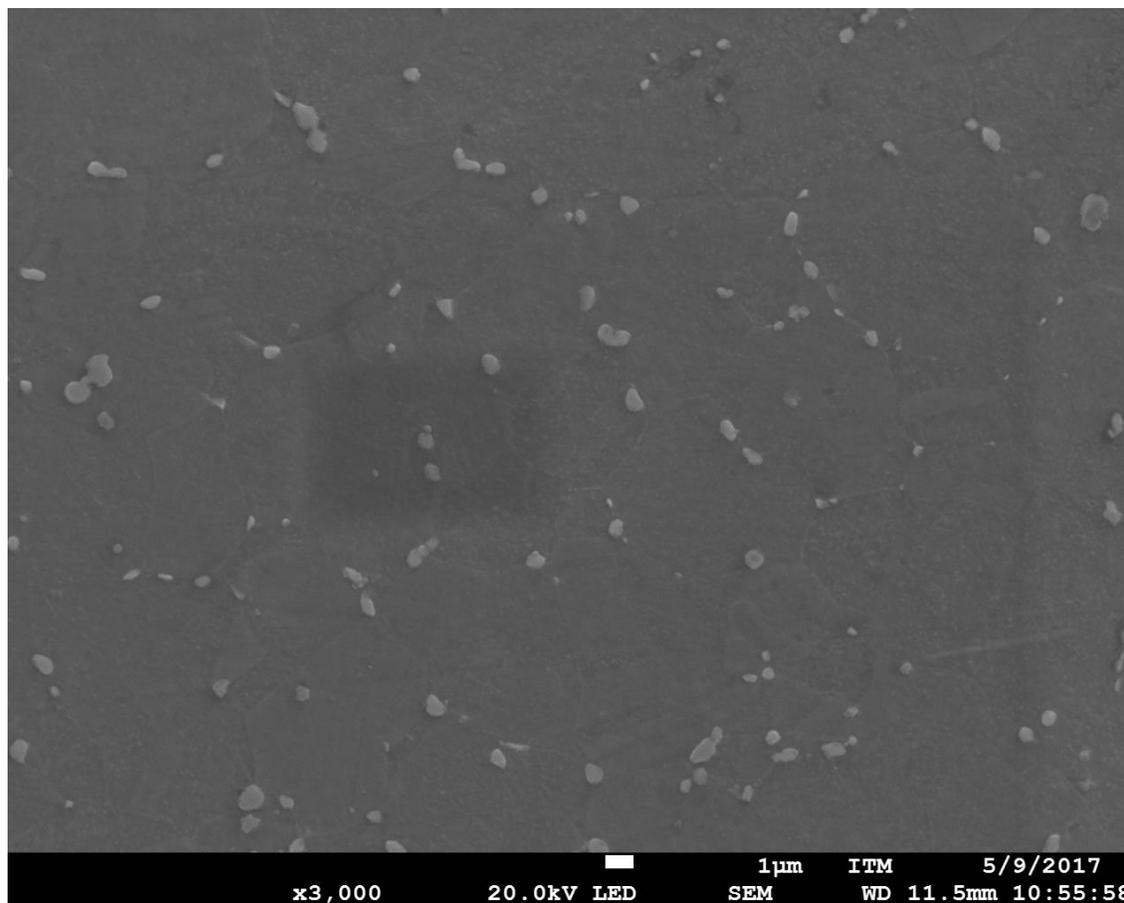


Figura 42. Imagen de SEM tomada a la superaleación Inconel 625 con un tratamiento térmico a temperatura de 900 °C durante 5 horas.

En la muestra tratada térmicamente a 1000 °C (Figura 43) se observan precipitados tanto en los límites como en el interior de los granos. Los resultados de la cuantificación son los siguientes:

Partículas/mm²: 119583

Diametro medio de Feret: 1 μm

Pocentaje de área ocupado por las partículas: 3.3%

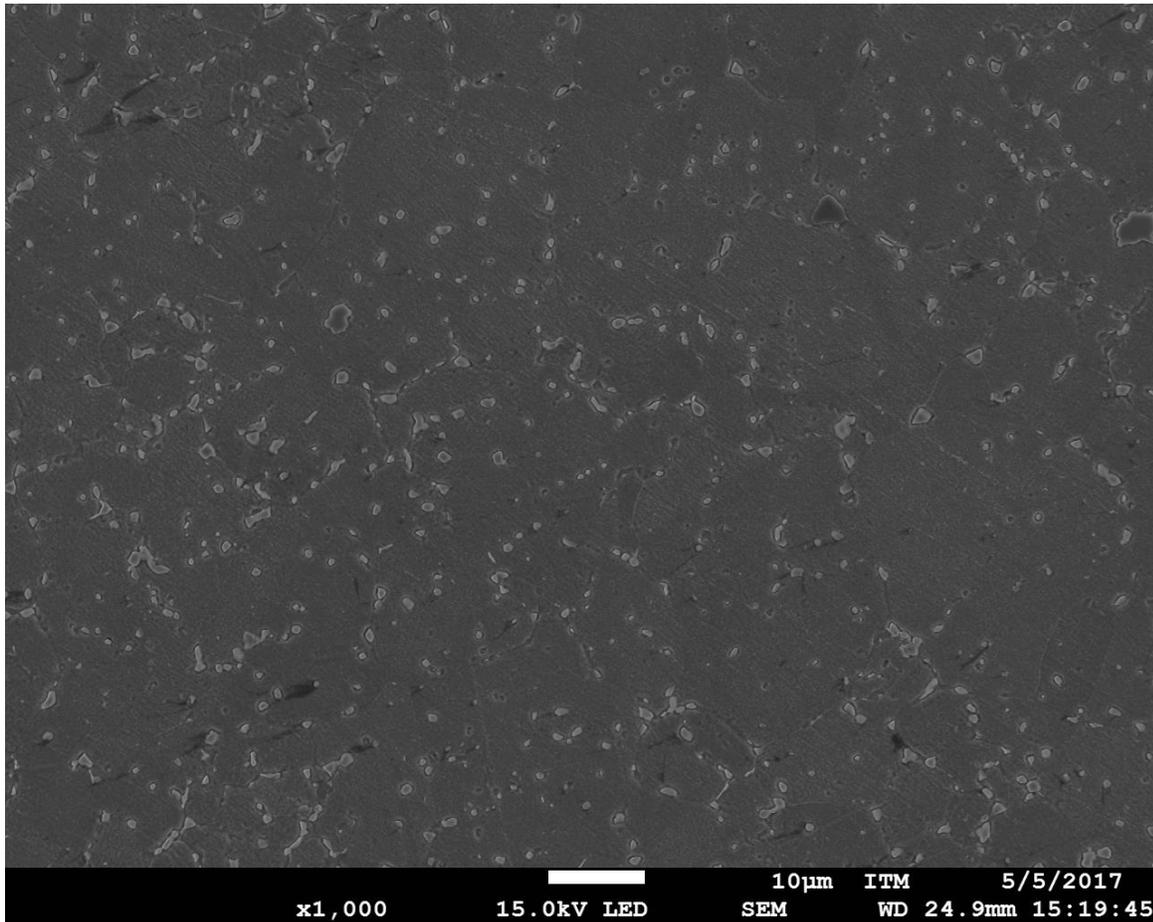


Figura 43. Imagen de SEM tomada a la superaleación Inconel 625 con un tratamiento térmico a temperatura de 1000 °C durante 5 horas

La muestra tratada a 1050 °C (Figura 44), además de presentar un aumento significativo en el tamaño de grano, revela el crecimiento de precipitados en las fronteras de grano e intragranular, lo cual viene acompañado de una segregación de partículas de diferentes tamaños, con morfologías de cuboides y algunos de morfología alargada que se extienden en las fronteras de grano. Se realiza el conteo y el resultado obtenido es el siguiente:

Partículas/mm²: 134250

Diametro medio de Feret. 0.8 µm

Pocentaje de área ocupado por las partículas: 3.2%

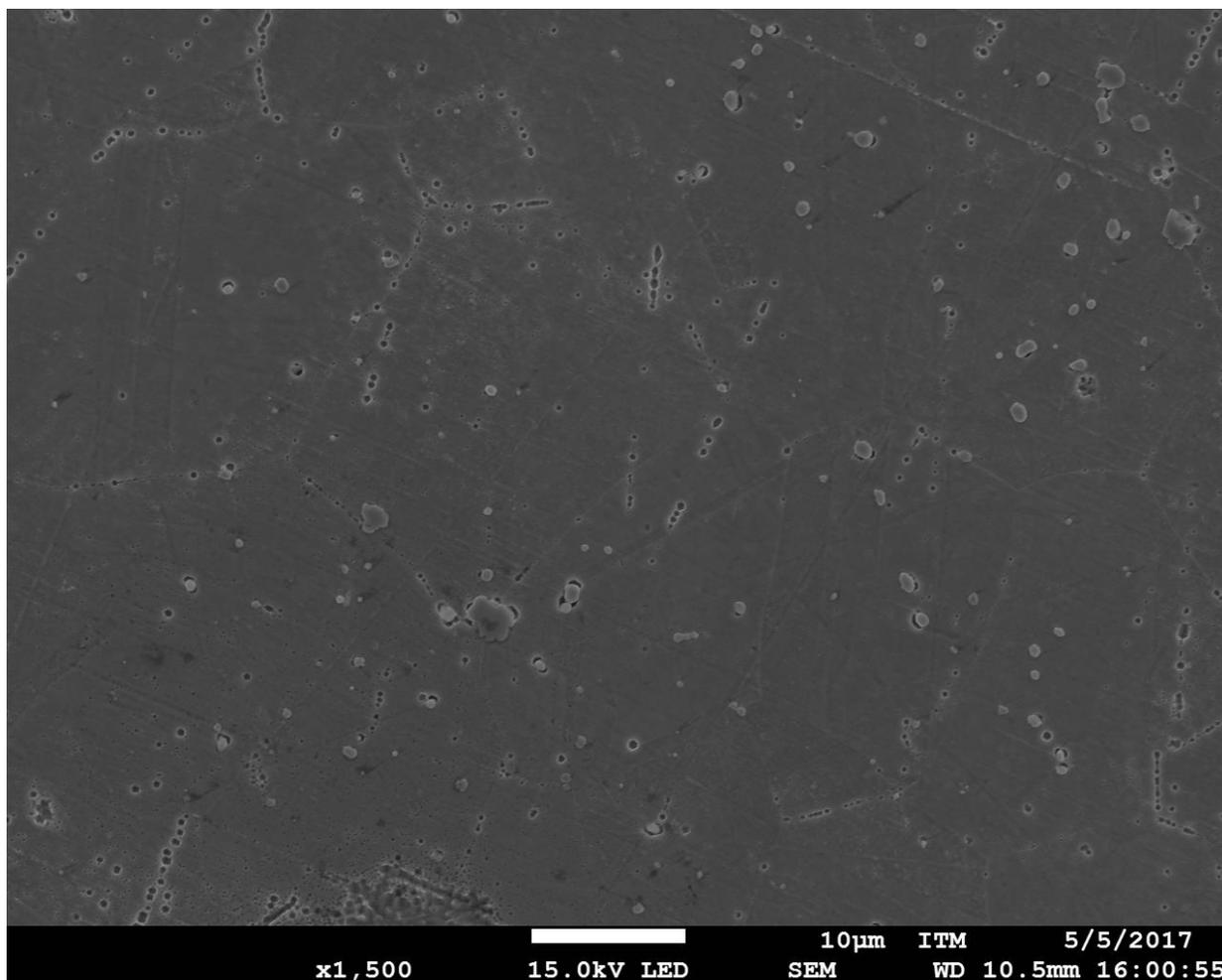


Figura 44. Imagen de SEM tomada a la superaleación Inconel 625 con un tratamiento térmico a temperatura de 1050 °C durante 5 horas.

En el tratamiento realizado a 1100 °C (Figura 45) se observan precipitados alargados y que se distribuyen en las fronteras de grano, el precipitado con forma de cuboides disminuye, esto debido a las condiciones del tratamiento térmico y la elevada temperatura en la cual se hizo. Los resultados del conteo de precipitados es el siguiente:

Partículas/ mm²: 66282

Diametro medio de Feret: 0.8 μm

Pocentaje de área ocupado por las partículas: 1.1%

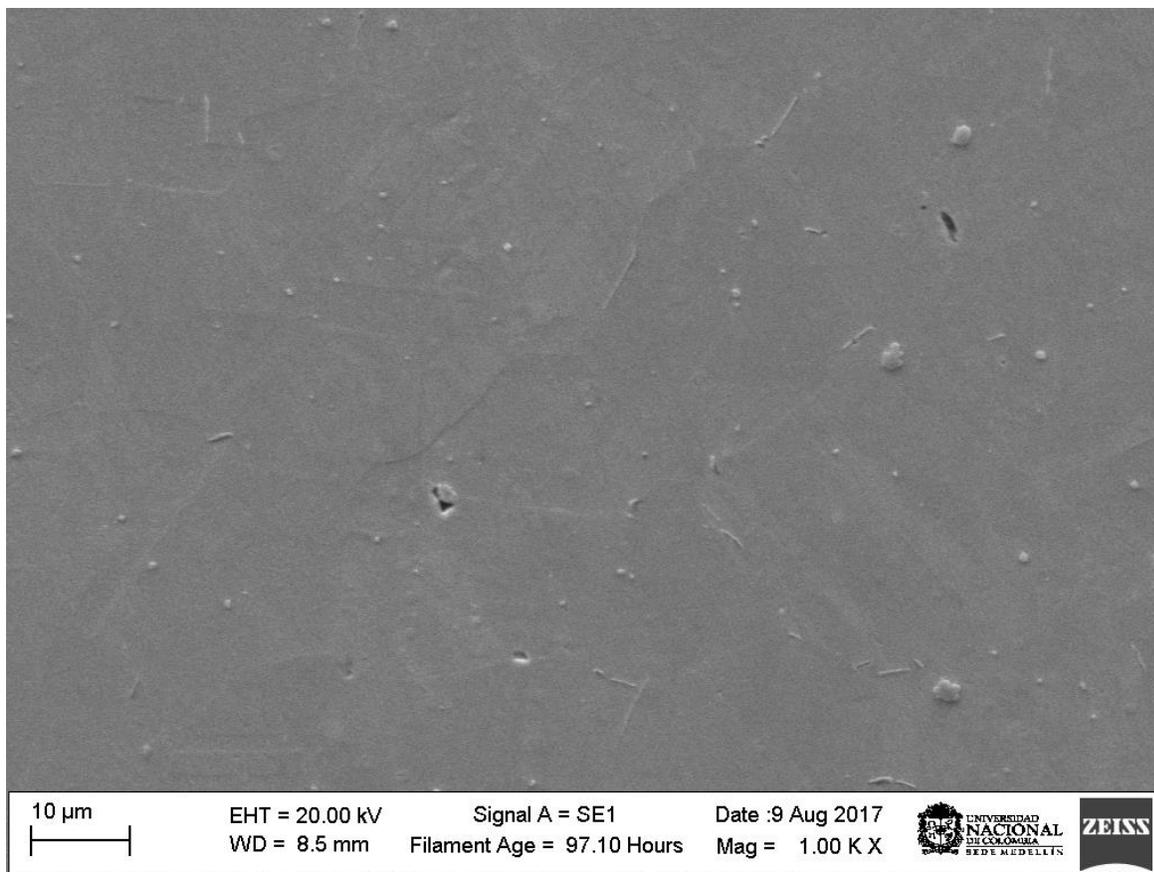


Figura 45. Imagen de SEM tomada a la superaleación Inconel 625 con un tratamiento térmico a temperatura de 1100 °C durante 5 horas.

En la *Tabla 7* se observa con mayor claridad la tendencia de variación de la cantidad y tamaño de los precipitados según el tratamiento térmico realizado. Es notorio como la cantidad de precipitados aumenta a un máximo para los tratamientos térmicos a 1050 °C durante 5 horas. Este resultado era esperado ya que en estudios previos realizados en la superaleación Inconel 625 se han encontrado comportamientos similares a los obtenidos en el presente trabajo. También es de importancia la poca formación de precipitados para la temperatura de 1100 °C para el mismo tiempo, pero para un tamaño de grano mayor que los tratamientos térmicos anteriores al de 1100°C. En la Figura 46 se observa con claridad la tendencia que se obtuvo para el crecimiento de partículas cuando se realiza un tratamiento térmico de recristalización a diferentes temperaturas a la superaleación Inconel 625.

Tabla 7. Conteo de precipitados para los tratamientos especificados.

Tratamiento Térmico	Partículas/mm ²	Diámetro de Feret (um)	%área
S.T	25363,63	0.87	0.8
900	107500	0.95	2.7
1000	119583	1	3.3
1050	134251	0.8	3.2
1100	66282	0,8	1.1

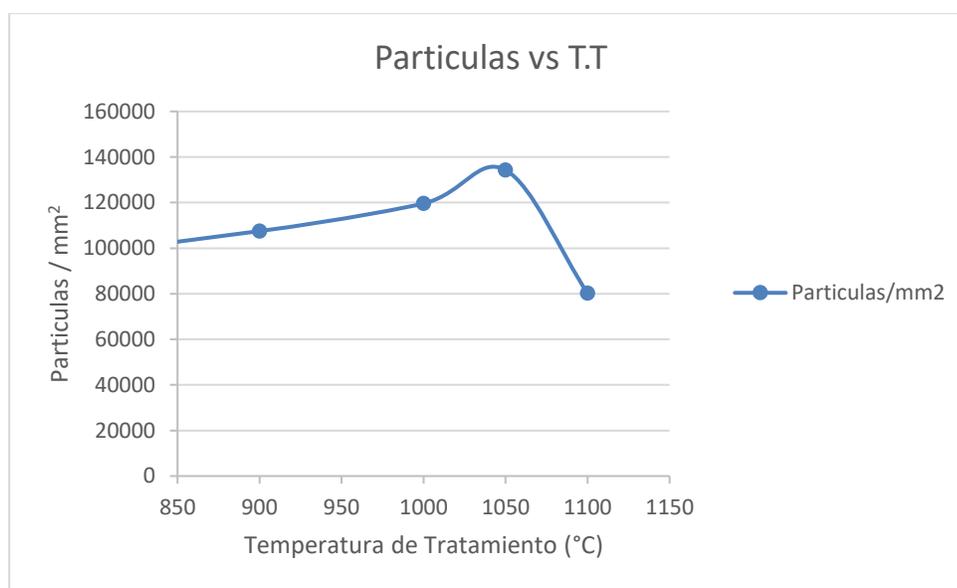


Figura 46. Variación de la cantidad de partículas/mm² para cada tratamiento térmico.

Se realizaron mapeos utilizando EDS de FESEM, los cuales se observan en las figuras a continuación. Se observa como a medida que se aumenta hasta la temperatura de tratamiento aumenta el número de precipitados de partículas en las fronteras de grano del material. Por lo que es importante tratar de caracterizar e identificar a que compuesto pertenece, por lo tanto, usando el EDS del FESEM se realiza un mapeo sobre una amplia región de la muestra.

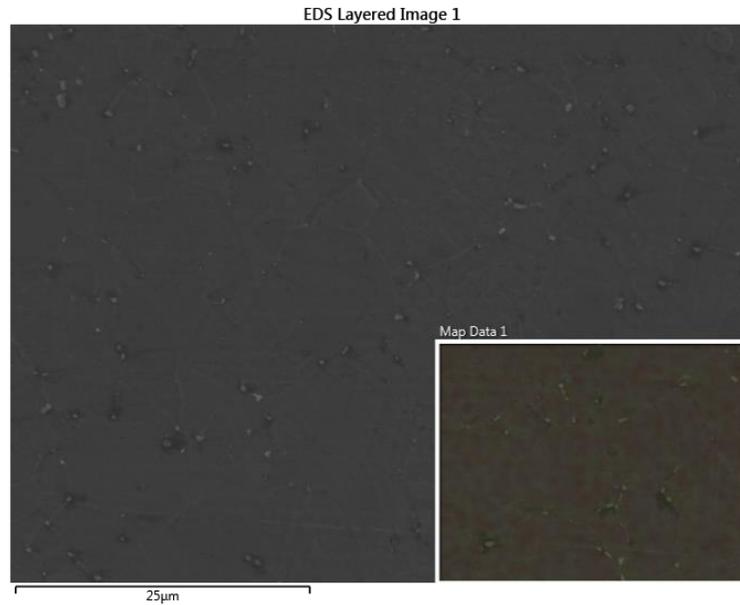


Figura 47. Imagen de SEM superaleación Inconel 625 sin tratamiento térmico, en la cual se muestra en un recuadro la región donde se realizó el mapeo EDS.

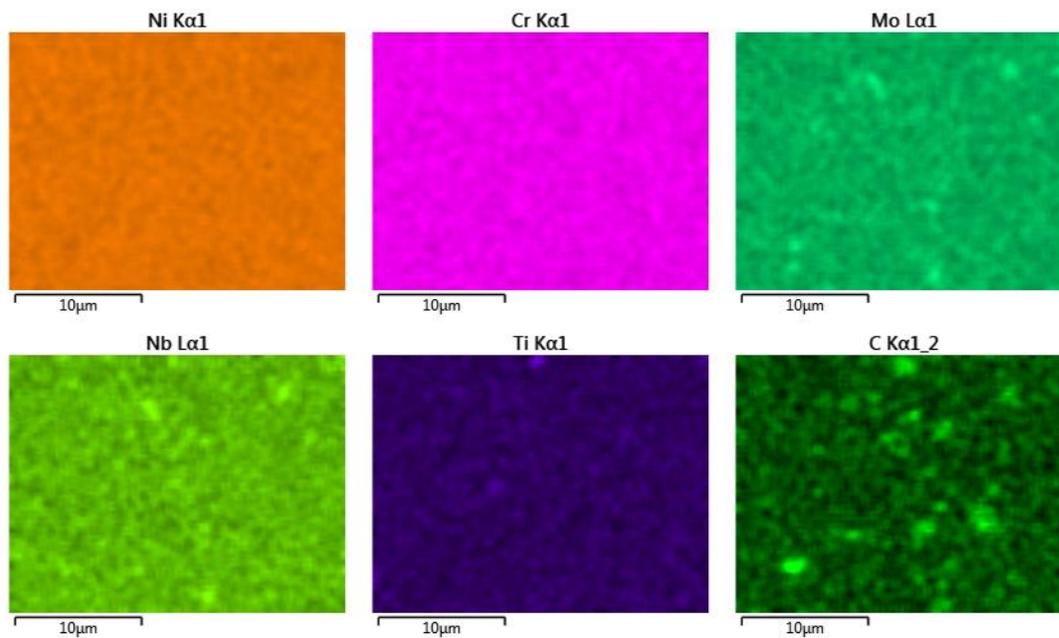


Figura 48. Mapeo realizado a la superaleación Inconel 625 sin tratamiento térmico (ST), donde se observa trazas de Nb y Ti que son formadores de carburos primarios y los cuales siempre están presentes en la superaleación sin ciclos o con ciclos. También se obtuvo algunas trazas de Mo lo que da a entender que hay presentes algunos carburos secundarios en la superaleación.

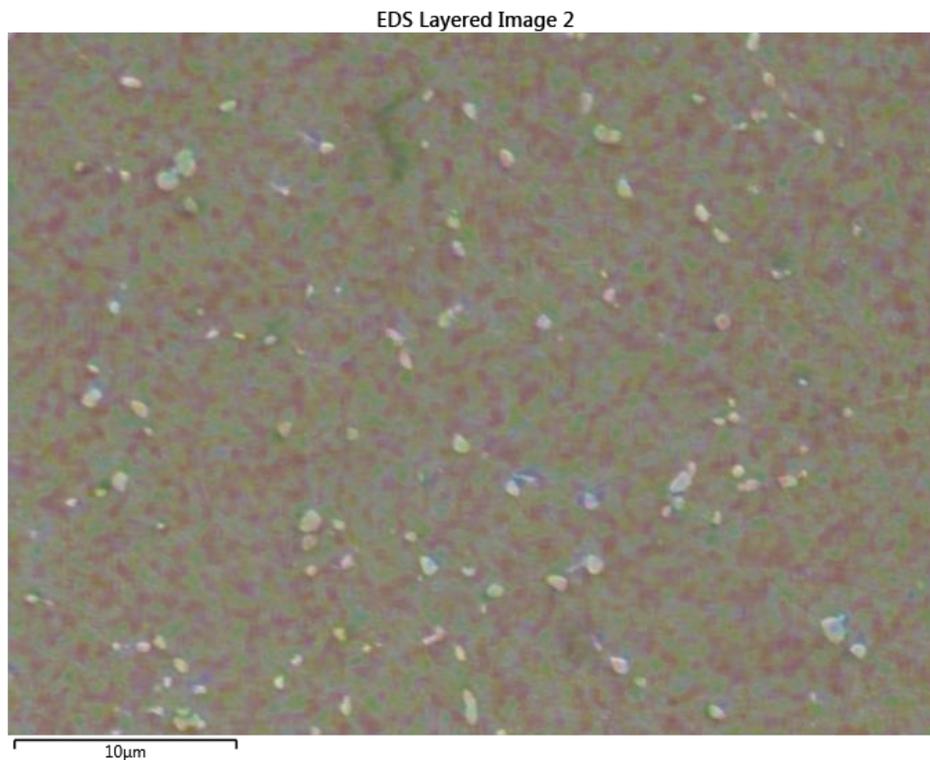


Figura 49. Imagen de SEM superaleación Inconel 625 con T.T de 900°C durante 5 horas, en la cual se muestra en un recuadro la región donde se realizó el mapeo EDS.

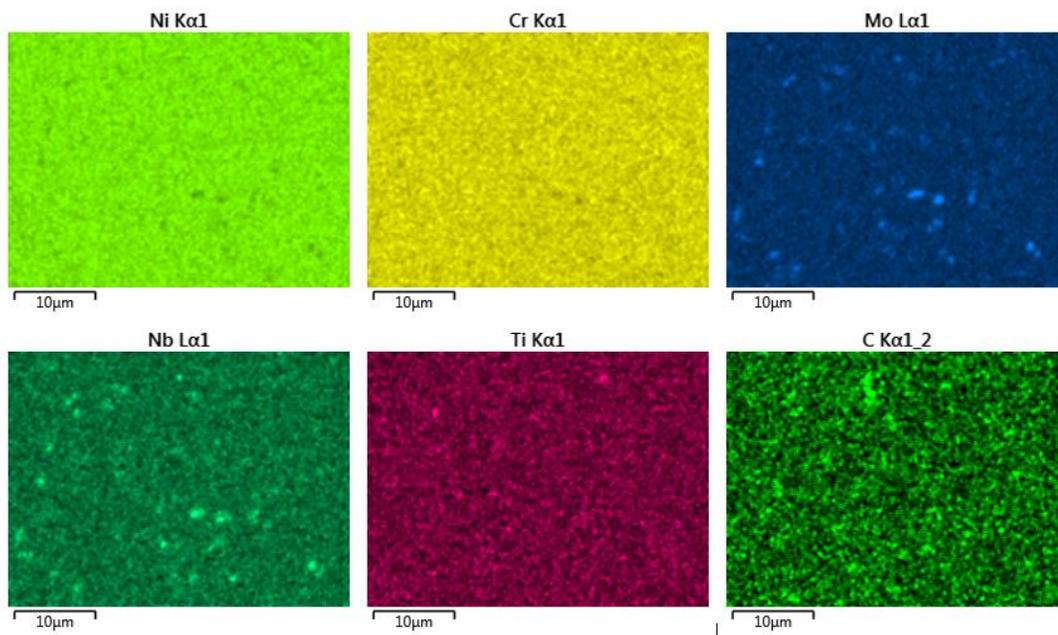


Figura 50. Mapeo de la superaleación Inconel 625 tratada térmicamente a 900 °C durante 5 horas. Aquí se observa elementos como Nb y Mo que tienen trazas en las mismas partículas, esto es

debido a que a dichas temperaturas se empiezan a formar carburos secundarios que contienen a dichos elementos.

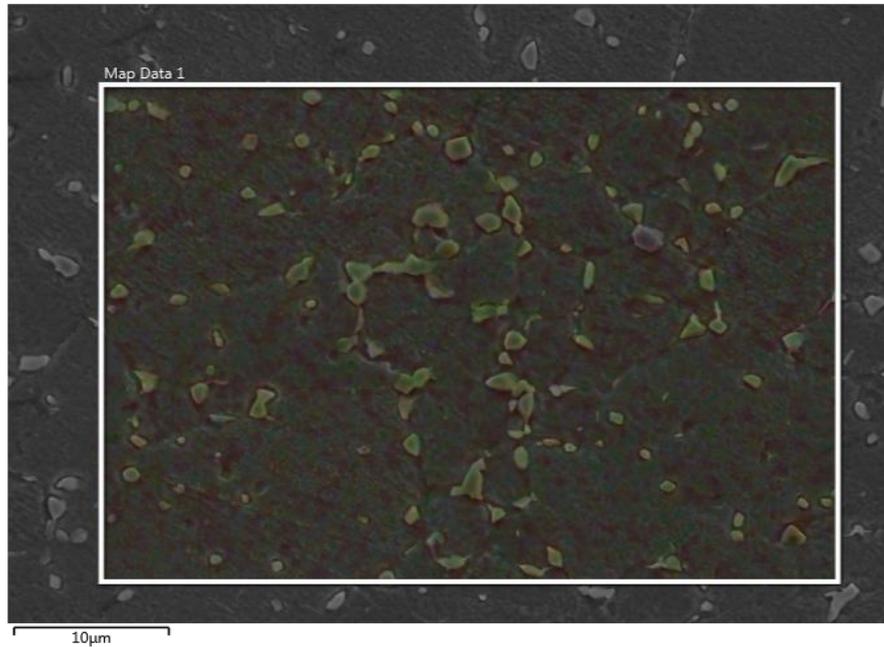


Figura 51. Imagen de SEM superaleación Inconel 625 con T.T de 1000°C durante 5 horas, en la cual se muestra en un recuadro la región donde se realizó el mapeo EDS.

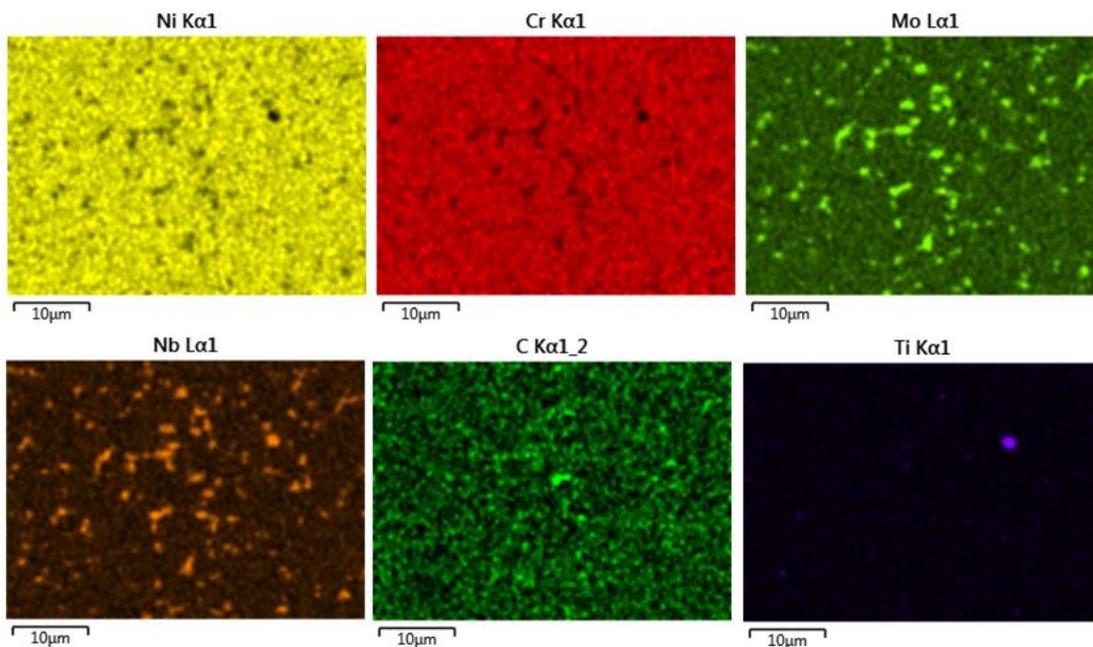


Figura 52. Resultados del mapeo para la superaleación Inconel 625 tratado térmicamente a 1000 °C durante 5 horas, donde se observa gran cantidad de niobio lo que puede ser un indicador de que

los carburos primarios no han reaccionado con otros elementos de la matriz o se propició la formación de carburos M_6C los cuales pueden sr ricos en Nb, además que también se tienen trazas de elementos como Cr, Mo que promueven la formación de carburos secundarios.

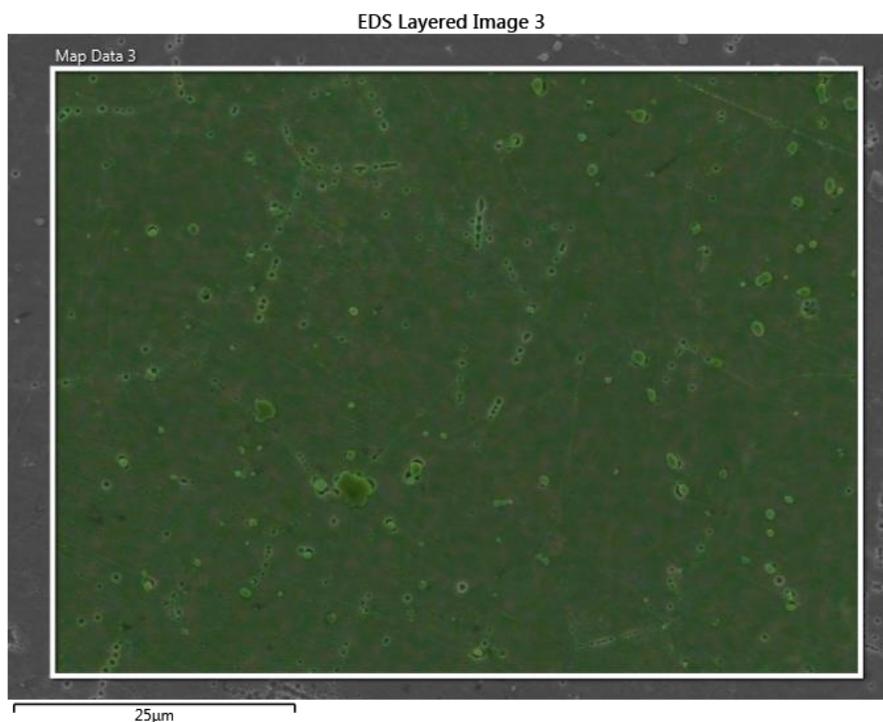


Figura 53. Imagen de SEM superaleación Inconel 625 con T.T de 1050°C durante 5 horas, en la cual se muestra en un recuadro la región donde se realizó el mapeo EDS.

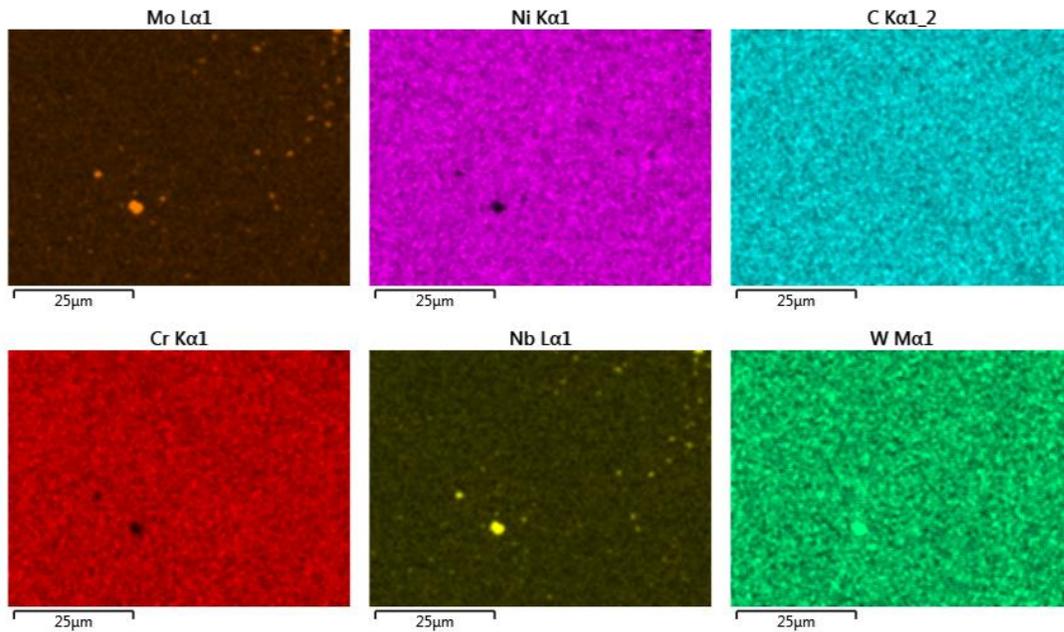


Figura 54. Resultado del mapeo a la superaleación Inconel 625 tratada térmicamente a 1050°C durante 5 horas, donde se observan elementos formadores de carburos secundarios tal como el Mo, Cr y W, estos carburos se esperaban encontrar teniendo en cuenta el diagrama TTT para el Inconel 625.

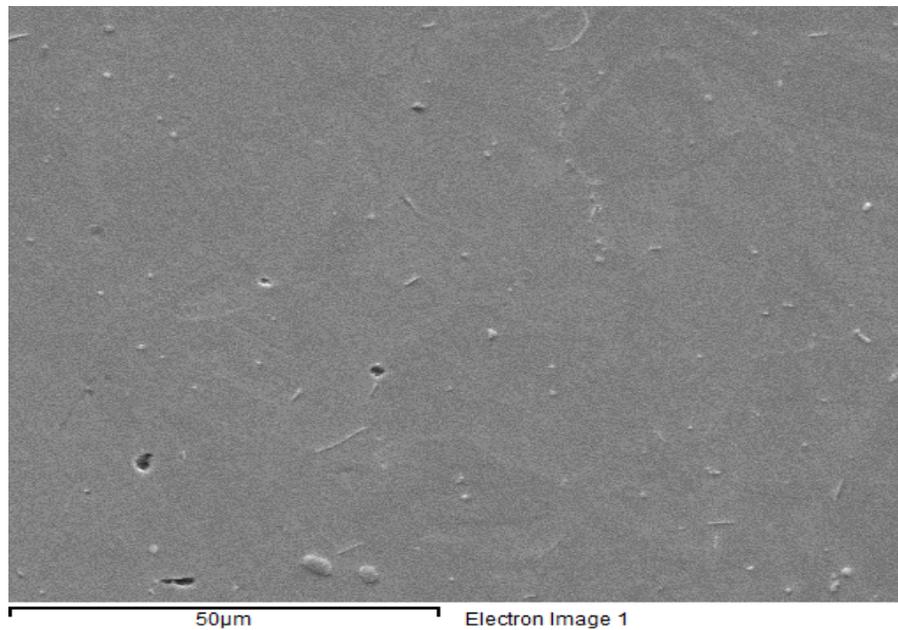


Figura 55. Imagen de SEM superaleación Inconel 625 con T.T de 1100°C durante 5 horas, en la cual se muestra en un recuadro la región donde se realizó el mapeo EDS.

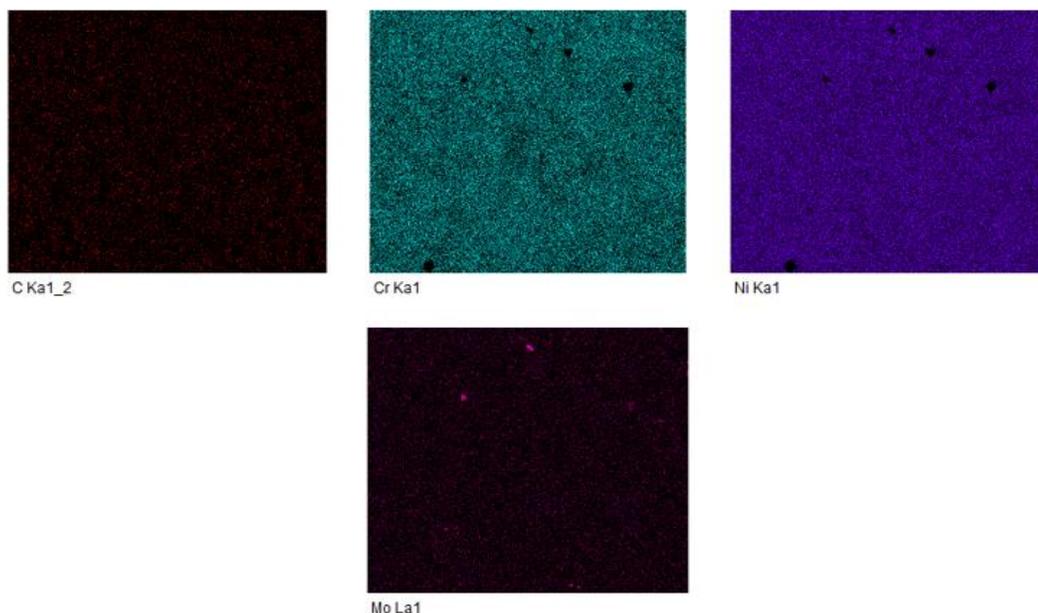


Figura 56. Resultado del mapeo a la superaleación Inconel 625 tratada térmicamente a 1100°C durante 5 horas, donde se observan elementos formadores de carburos, con mayor intensidad el molibdeno en algunos precipitados presentes en la matriz.

Se ha encontrado precipitación de carburos en los límites de grano, donde se forman carburos con elementos como Nb, Cr, Mo y W tal y como se observan en los mapeos de las figuras anteriores. Con los niveles de carbono en la aleación se forman los carburos primarios los cuales aparecen en la solidificación del material, estos se encuentran en mayor cantidad en la muestra sin tratamiento térmico, como se esperaba. Con los tratamientos térmicos se promueve la formación y crecimiento de carburos secundarios compuestos por Mo, W y Cr. Con los resultados obtenidos se nota claramente el crecimiento de los precipitados los cuales según los mapeos realizados apuntan a ser carburos M₆C y M₂₃C₆. La formación de precipitados intermetálicos se da en su mayoría para largos periodos de tiempo a alta temperatura, como es el caso de la fase δ , la cual se forma de la descomposición de la fase γ ".

Mediante los difractogramas obtenidos, es posible observar los picos típicos esperados para el Inconel 625, teniendo en cuenta que estos mismo varían para diferentes muestras, tal y como se esperaba ya que el material al estar sometido a tratamientos térmicos tiene variaciones en su microestructura.

En los difractogramas mostrados en la figura 57 se tienen identificados los picos de las fases γ y γ' para una muestra sin tratamiento térmico y otra con un tratamiento de 100 horas a 1050 °C. Es importante observar como algunos picos se traslapan, esto debido a que la fase γ' y γ'' están dispuestas con una intercalación semicoherente y sus ángulos de difracción son similares. En la muestra de 1050 °C a 100 horas, como se formaron picos correspondientes a precipitados como Cr_{23}C_6 y carburos de Niobio (NbC), los cuales se encuentran preferentemente en los límites de grano del material. También, para el mismo tratamiento se encontraron picos correspondientes a la fase delta (δ), esta se transforma de la fase γ'' cuando se somete el material a temperaturas mayores a los 1000°C y largos periodos de tiempo afectando la resistencia otorgada al material por la fase inicial.

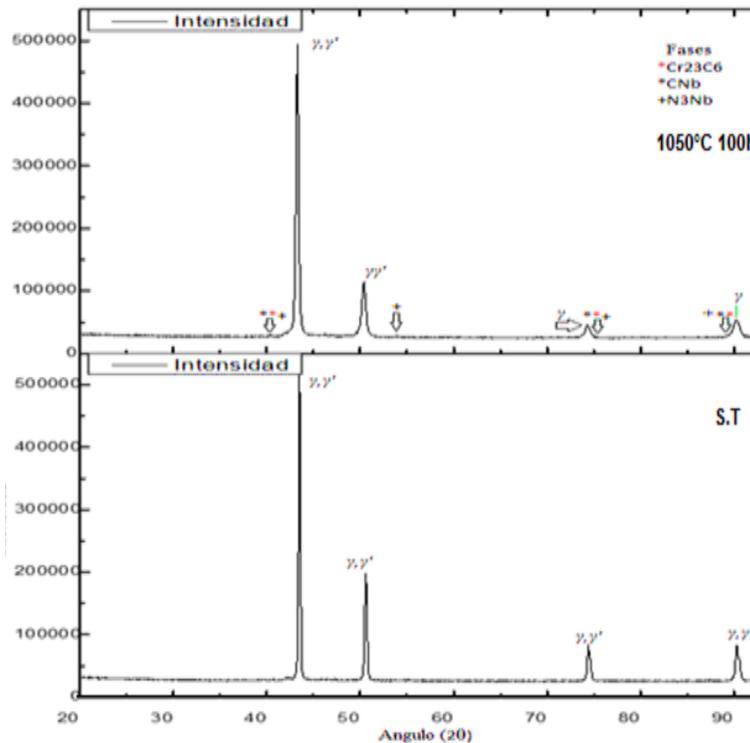


Figura 57. Difractograma de Rayos X para la superaleación Inconel 625 sin tratamiento térmico (ST) y con tratamiento de 1050°C durante 100 horas.

En la

Figura 58 se observan los difractogramas correspondientes a las temperaturas de tratamiento de 900, 1000, 1050 y 1100 °C con 5 horas de sostenimiento, al cabo de las cuales se tienen los picos típicos de difracción para el Inconel 625. Cabe aclarar que en estos difractogramas no se presentaron picos correspondientes a fases como δ y Laves, ya que el tiempo de tratamiento no fue el suficiente para la formación y crecimiento de

dichas estructuras. Para todas las temperaturas de tratamiento se tiene el pico del carburo secundario $M_{23}C_6$, el cual tiene mayor intensidad para las temperaturas de 1000°C y 1050°C y según los resultados tiende a precipitar y crecer en los límites de grano para dichas temperaturas. Para las temperaturas de 1050°C y 1100°C se observa la aparición de carburos Mo_6C a diferencia de las otras temperaturas de tratamiento.

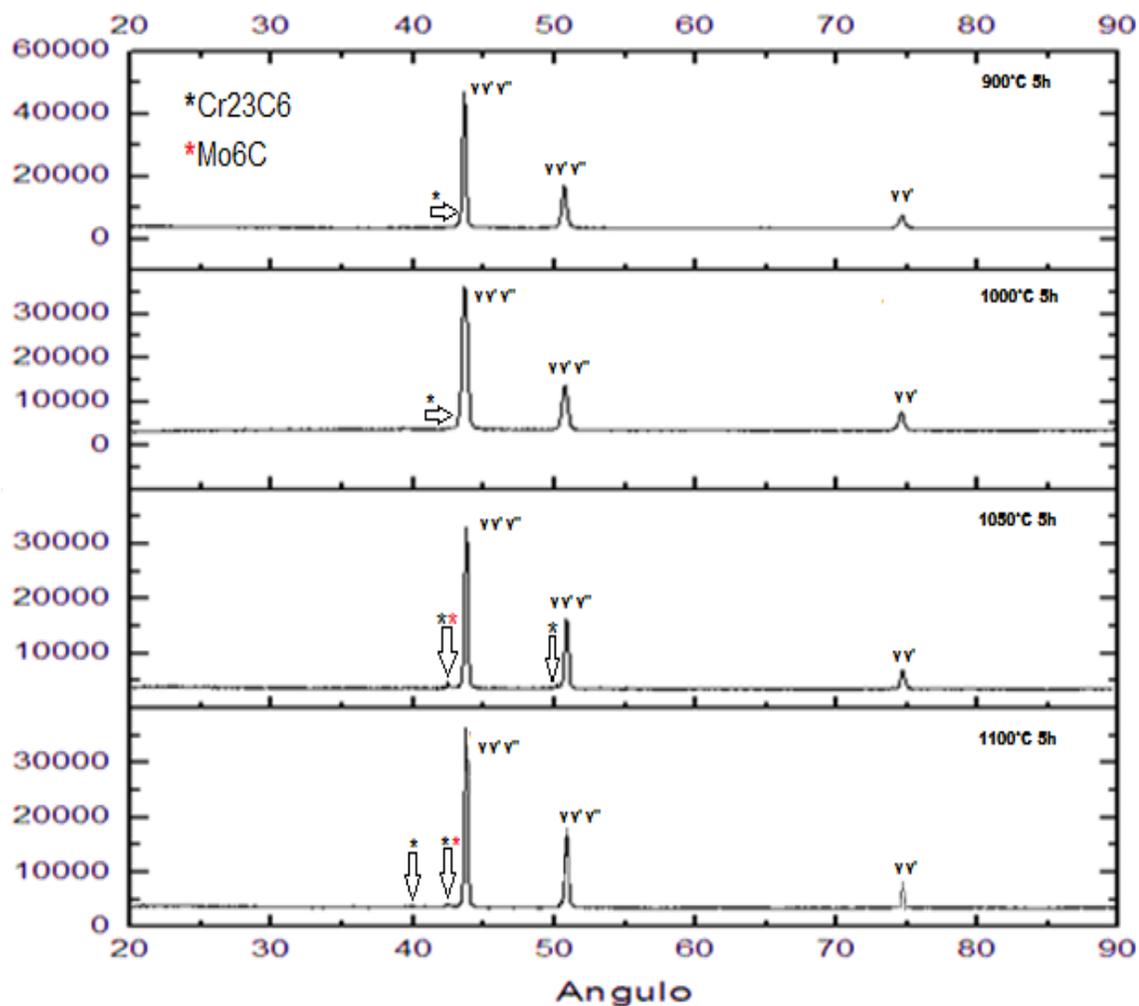


Figura 58. Difractograma de Rayos X para la superaleación Inconel 625 tratada a 900, 1000, 1050 y 1100°C durante 5 horas.

5.3. CORRELACIONES ENTRE MICROESTRUCTURA Y SEÑAL DE ULTRASONIDO PHASED ARRAY

Medidas de atenuación ultrasónica en función de la frecuencia y el tamaño de grano

El tamaño de grano es uno de los factores más importantes a la hora de medir la atenuación ultrasónica en un material, ya que las ondas ultrasónicas al entrar en contacto con el grano generan una retrodispersión de la onda lo cual ocasiona pérdida de energía de la misma. La longitud de onda es inversamente proporcional a la frecuencia, entonces si se aumenta la frecuencia del haz ultrasónico que se le envía al material de estudio, la longitud de onda disminuye y por lo tanto al aumentar el tamaño de grano hay mayores posibilidades de pérdidas de energía o atenuación de la onda debido a múltiples interacciones de la onda con las fronteras de grano, de tal modo que el pulso no puede penetrar en el material a una mayor profundidad que en un material policristalino, homogéneo y/o con un tamaño de grano fino. El fenómeno de atenuación se acentúa ya que las ondas ultrasónicas cumplen con la ley de Rayleigh (Lane, 2014) y cada grano aporta a la impedancia acústica del material en función de su orientación cristalográfica. y además las fronteras de grano generan zonas discontinuas del material y las pérdidas de energía en esta región se da por la transformación de la energía del haz ultrasónico en calor (Thomas Garcin, Jean Hubert , & Matthias , 2016).

Para cada uno de los tratamientos térmicos realizados a las probetas de *Inconel 625*, se efectuaron medidas del coeficiente de atenuación utilizando la curva DAC que se puede obtener en el equipo de ultrasonido *Phased Array*. Se dibujaron las curvas de atenuación tal y como se observa en la *Figura 59* y *Figura 60*, en las cuales se nota claramente como el coeficiente de atenuación aumenta a medida que aumenta el tamaño de grano tal y como se esperaba según lo reportado en la literatura. En los dos tipos de experimentos se realiza una variación de la frecuencia, donde se nota, también en concordancia con los antecedentes de investigaciones anteriores, que al aumentar la frecuencia también aumenta la atenuación.

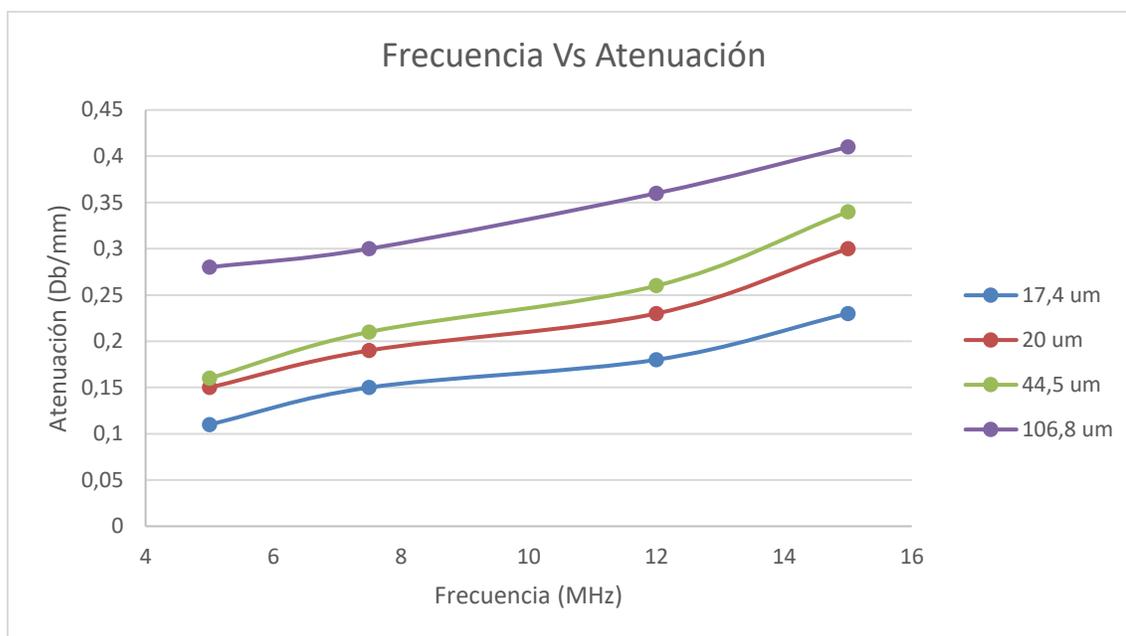


Figura 59. Frecuencia vs Atenuación para cada uno de los tratamientos realizados en la primera etapa de experimentación.

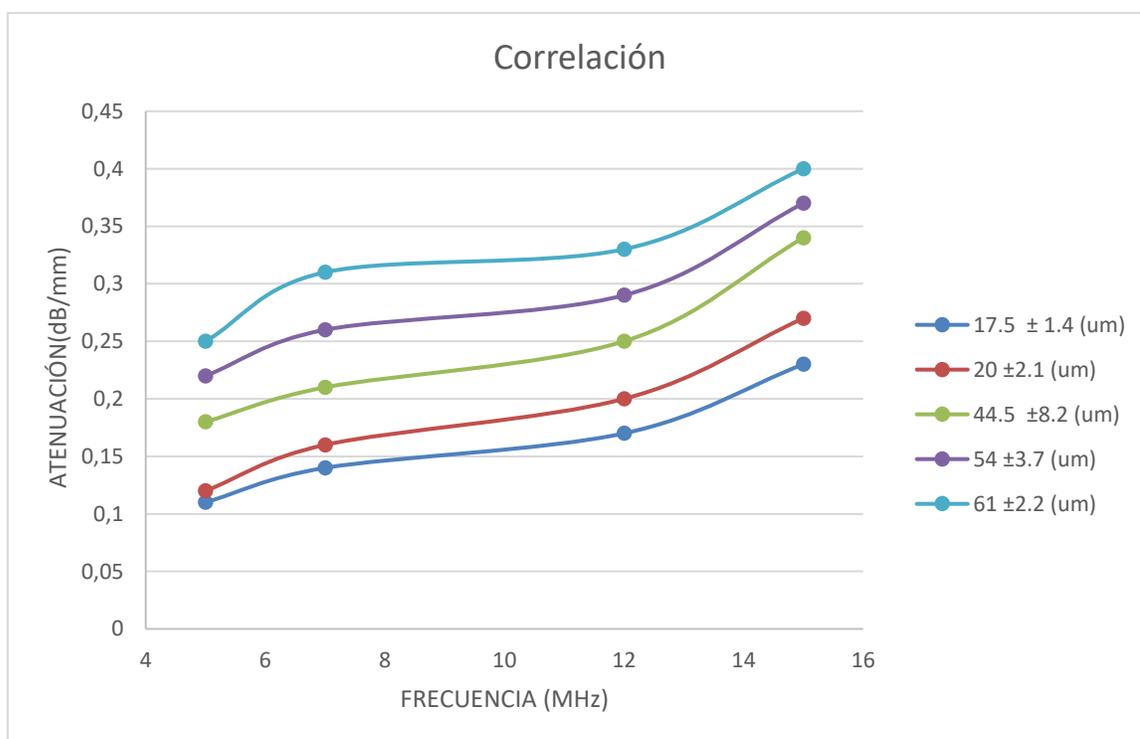


Figura 60. Correlación para cada uno de los tratamientos térmicos realizados den la segunda etapa de la experimentación.

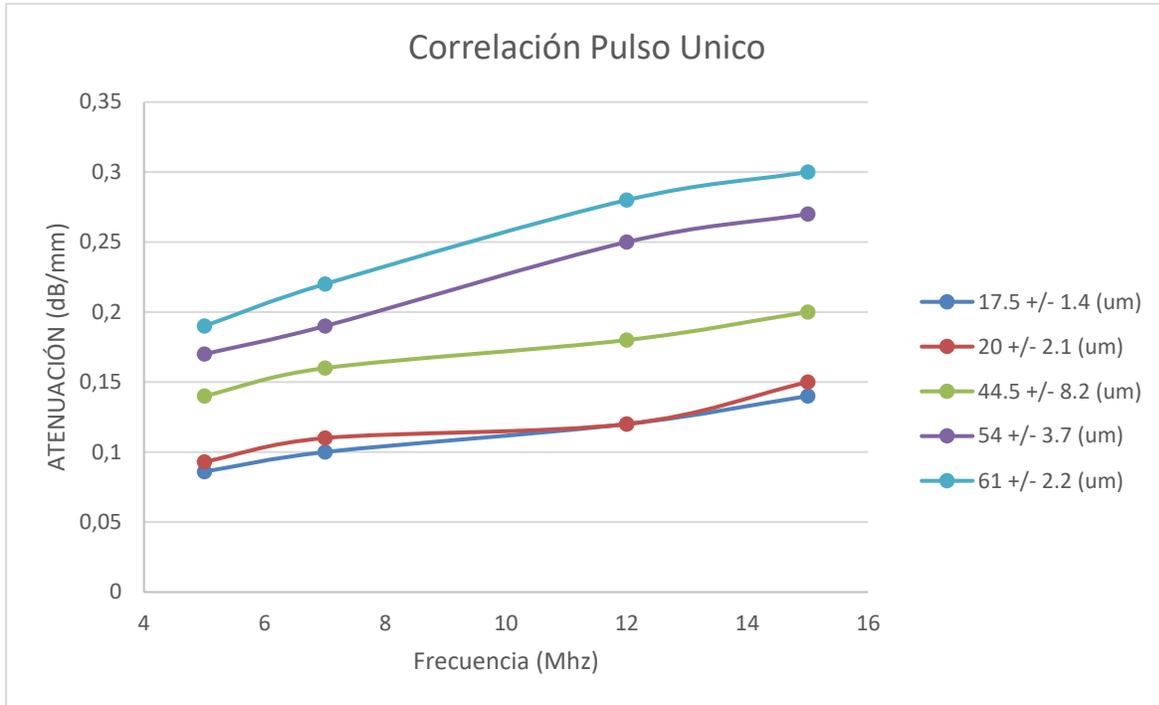


Figura 61. Curva de atenuación lograda utilizando un pulso único con los transductores del Omniscan MX2, para los tratamientos de segunda etapa de la experimentación.

Las medidas de la velocidad del sonido son de gran importancia, ya que con la medida de la *velocidad longitudinal* y la *velocidad transversal* de propagación de la onda ultrasónica se puede realizar cálculo del módulo de elasticidad, cuyo valor es requerido a la hora de interpretar la resistencia del material para determinadas solicitaciones de esfuerzos o de resistencia térmica, se mide un solo módulo teniendo en cuenta que las superaleaciones se comportan como un material isotrópico en el que las variaciones de propiedades dependientes de la orientación de cada grano se pueden promediar y asignar un valor representativo del material en todas las direcciones, siempre y cuando la microestructura sea de granos equiaxiales, preferiblemente obtenida luego de tratamiento térmico de recocido. La medición de la velocidad del sonido se realizó en las probetas del tratamiento térmico controlado y los resultados se muestran en las *Figura 62* y *Figura 63* para las direcciones transversal y longitudinal respectivamente. Es relevante notar el cambio de pendiente de ambas curvas para el tratamiento a 1100°C. Aunque una explicación definitiva de este comportamiento requiere una caracterización fina (incluyendo análisis en microscopio electrónico de transmisión) de la microestructura de la superaleación, la cual escapa a los alcances de este trabajo, puede argumentarse en principio que la diferencia

de velocidades está asociada a la presencia de precipitados alargados y con orientaciones preferenciales en las fronteras de grano.

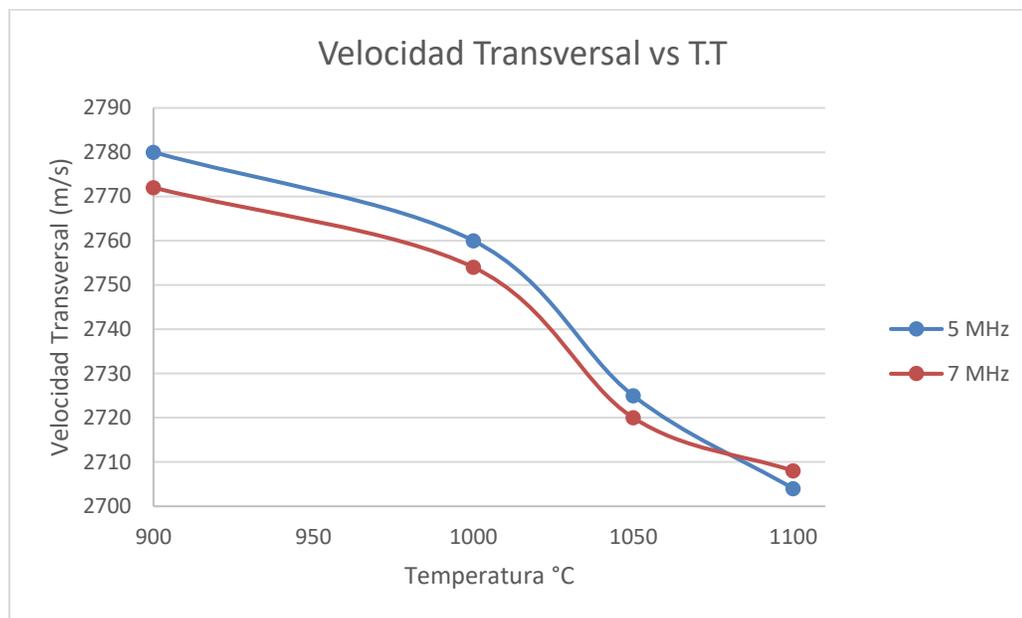


Figura 62. Medida de la velocidad transversal para cada uno de los tratamientos térmicos.

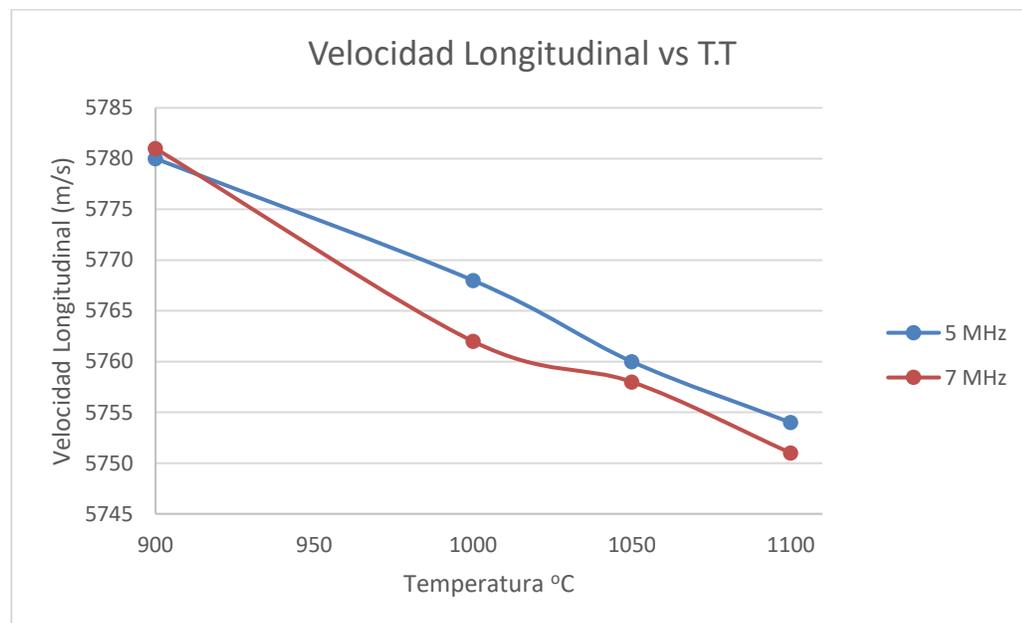


Figura 63. Medida de la velocidad longitudinal para cada uno de los tratamientos térmicos.

Con los cálculos de la velocidad del sonido para las direcciones longitudinal y transversal se determinaron el módulo de Young utilizando la ecuación 8. En la tabla 8 se presentan

los resultados obtenidos utilizando pulsos Phased Array, en los cuales las velocidades ultrasónicas son menores que en la tabla 9, correspondiente a los datos usando pulso único. Se observa que la variación del Módulo de Young no es significativa para las dos pruebas realizadas, dando de este modo validez a los resultados para cada una de las pruebas. Las diferencias mínimas de los resultados se dan debido a que el equipo cuando se realiza inspección con pulso único, este toma la información de un solo pulso-eco en cuanto a posicionamiento de los reflectores de la probeta, la cual es menos precisa que la información que entrega al equipo los diferentes transductores en modo Phased Array, ya que cada uno de los elementos del transductor pueden entregar haces sobre los reflectores, dando así información a los receptores del Omniscan MX2 de tal manera que el equipo la puede traducir de manera más precisa al A-Scan y así tener cálculos de velocidad del sonido diferentes para cada caso (con diferencia mínima) y con mayor confiabilidad en la técnica de ultrasonido Phased Array.

Tabla 8. Medidas del Módulo de Young utilizando las medidas de velocidades L y T.

MÓDULO DE YOUNG MEDIDO CON ULTRASONIDO PHASED ARRAY			
T.T	Vel T. (m/s)	Vel L (m/s)	M. Young (kN/mm ²)
S.T	2743	5788	247
900	2760	5831	252
1000	2712	5967	259
1050	2730	6000	264
1100	2724	5800	246

Tabla 9. Tabla de resultados obtenidos con pulso ultrasónico único para validar los resultados obtenidos con la técnica de phased array.

MÓDULO DE YOUNG MEDIDO CON ULTRASONIDO DE PULSO ÚNICO			
T.T	Vel T (m/s)	Vel L (m/s)	M. Young (kN/mm ²)
S.T	3000	5937	275
900	2894	5963	268
1000	2875	6012	266
1050	2870	6136	270
1100	2863	6005	261

6. CONCLUSIONES

- En este trabajo se desarrolló un protocolo de inspección ultrasónica *phased array* específico para la superaleación Inconel 625, el cual permitirá aumentar la confiabilidad de los resultados y reducir los tiempos empleados en los procedimientos de inspección no destructiva de componentes fabricados en este material.
- Usando la teoría como base de los conocimientos en el tema, se usó la técnica de pulso-eco para la experimentación y se establecieron curvas de variación de la atenuación con la profundidad de penetración, así como correlaciones entre la frecuencia y la atenuación asociadas a la marcada influencia del tamaño de grano sobre la retrodispersión de las ondas ultrasónicas y se puede observar en los resultados para ultrasonido Phased Array y de pulso unico.
- Los tratamientos térmicos realizados a la superaleación Inconel 625 demostraron que, a temperaturas superiores a los 900 °C y tiempo de sostenimiento de 5 horas, se producen cambios microestructurales que incluyen el crecimiento de los granos y la precipitación de carburos de tipo M_6C y $M_{23}C_6$. Tratamientos a temperaturas de 1000°C y 1050°C generaron un aumento significativo del tamaño de los precipitados.
- Es notorio como cambio de las velocidades de ultrasonido para los diferentes tratamientos, tanto para la velocidad de onda transversa y onda longitudinal. Se observa que para las pruebas de pulso único de onda los resultados no varían significativamente y por lo tanto el modulo de Young tampoco cambia, por lo tanto, se pueden usar las dos técnicas a la hora de una inspección en la que se desee encontrar dicho modulo.
- Los resultados de atenuación obtenidos utilizando un monotransductor ultrasónico, tienen valores menores de atenuación, lo cual demuestra que los pulsos únicos disminuyen el ruido que se genera cuando se envían ondas ultrasónicas al material en modo Phased Array.

Referencias

- General Electric Company . (2010). *Heavy-Duty Gas Turbine Operating and Maintenance*.
- Anandamurugan, S. (2009). *Proceedings of the National Seminar & Exhibition*. Bangalore: General Electric .
- ASM Internacional Handbook. (2008). *Elements of Metallurgy and Engineering Alloys*.
- Baig Gyu Choi, I. S. (2004). *ETA PHASE FORMATION DURING THERMAL EXPOSURE AND ITS EFECT*. Korea.
- Bhadeshia, H. (SF). *Unirsity of Cambridge*. Obtenido de <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/Superalloys/superalloys.html>
- Boyce, M. P. (2002). *Gas Trubine Engineering Handbook* . Gulf Professional Publishing .
- C. Pascal, R. M.-A. (2003). Combustion synthesis: a new roture for repair of a gas turbine components-achivements and perspectives for development of SHS rebuilding. *Journal of Materials Processing Techonology* , 91-100.
- Castillo, J. C. (2015). *Lectiras para Ingeniería*. DF Mexico.
- Choi, B. G. (2004). *ETA PHASE FORMATION DURING THERMAL EXPOSURE AND ITS EFECT*. *TMS (The Minerals, Metals & Materials Society)*.
- Claudio, R. (2012). *Ensayos no destructivos por el método de ultrasonido*.
- Cyrus B. Meher, G. G. (1998). *Gas turbine Blade Failures-Causes, and Troubleshooting*. Houston.
- D. Kulawinski, A. W. (2015). Isothermal and thermo-mechanical fatigue behavior of the nickel base. *International Journal of Fatigue*, 21-36.
- D. Locq & P. Caron. (2011). On Some Advanced Nickel-Based. *High Temperature Materials*, 1-9.
- E. Silveira, G. A. (2007). ESTUDIO DE LAS CAUSAS DE LA ROTURA PREMATURA DE UN ÁLABE DE TURBINA DE.
- El-Bagoury, N. (2011). Microstructure and Mechanical Properties of Aged Nickel Base Superalloy. *Scholars Research Library* , 266-276.
- Geddes, B. (2010). *Superalloys: Alloying And Performance*. Ohio: ASM International.
- General Electric Company . (2009). *Inspection Technologies*.
- Gomez, P. A. (2012). ANALYTICAL MODEL FOR HIGH TEMPERATURE WEAR IN. Medellín: Universidad Nacional.

- H. Thomas Yolken & George A. Matzkanin. (2009). *Nondestructive Evaluation of Advanced Fiber*. Austin: Texas Research Institute (NASA).
- Haldipur, P. (2006). *Material characterization of nickel-based super*. Iowa: Retrospective Theses . Paper 1259.
- Haldipur, P. (2006). *Material characterization of nickel-based super alloys*. Iowa: Iowa State University.
- Handbook, A. (1991). *ASM Handbook (Volumen 4)*.
- Hellier, C. (2003). *Handbook of nondestructive evaluation*. McGraw-Hill.
- Hellier, C. J. (2007). *Nondestructive Testing Handbook, Third Edition: Volume 7, Ultrasonic Testing (UT)*. McGraw-Hill.
- Hendee, W., & Ritenour, E. (2002). *Medical Imaging Physics, 4ta edn.* . London: Wiley-Liss Inc.
- J.-C. Zhao, M. L. (2000). Phase precipitation and time–temperature-transformation diagram. *Materials Science and Engineering*, 112-119.
- Kruger, S., Robello, J., & De Camargo, P. (1999). Hydrogen damage detection by ultrasonic spectral analysis. *NDT E Int.*, 275-281.
- Lane, C. (2014). *The Development of a 2D Ultrasonic array Inspection for Single Cristal Turbine Blade*. Bristol: Springer.
- Li, C., White, R., Fang, X., Weaver, M., & Guo, Y. (2017). Microstructure Evolution Characteristics of Inconel 625 Alloy from Selective Laser Melting to Heat. *Materials Science & Engineering A*.
- LIU, M., ZHENG, W.-j., XIANG, J.-Z., SONG, Z.-g., PU, E.-x., & FENG, H. (2016). Grain Growth Behavior of Inconel 625 Superalloy . *Journal of Iron and Steel research*, 1111-1118.
- Ministerio de Minas y Energía . (2015). *Proyección de Demanda de Energía Eléctrica y Potencia Máxima en Colombia*. Bogotá.
- Norton, R. L. (1998). *Diseño de Máquinas*. Juárez: Pearson- Prentice Hall.
- Olympus NDT. (2012). *Ultrasonic Transducers*.
- Pamel, A. V. (2008). *Yltrasonic Inspections of highly scattering materials* . Londres: Imperial College London.
- Panyawat WANGYAO, V. K. (2007). OM Study of Effect of HIP and Heat Treatments on Microstructural Restoration in Cast Nickel-Based Superalloy, GTD-111. *Journal of Metals, Materials and Minerals.*, 87-92.

- Qi Lei, Z. Z. (2012). Control of secondary flow loss in turbine cascade by streamwise vortex. *Computers & Fluids*, 45-55.
- R. Bruce, T., F.J. M., P, H., L, Y., A., L., P, P., & H, W. (2008). Scattering of elastic waves in simple and complex polycrystals . *Wave Motion*, 655-674.
- Rai, S., Kumar, A., Shankar, V., Jayakumar, T., Sankara Rao, K., & Raj, B. (2004). Characterization of microstructures in Inconel 625 using X-ray diffraction peak broadening and lattice parameter measurements. *Scripta Materialia*, 59-63.
- Reed, R. C. (2006). *Superalloys, fundamental and applications*. Cambridge.
- SIEMENS GA. (2014). *Advanced NDT Methods for Efficient Service*. New Delhi, India : SIEMENS.
- Thomas Garcin, G., Jean Hubert , S., & Matthias , M. (2016). In-situ laser ultrasonic grain size measurement in superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 329-336.
- Toozandehjani, M., Amin M, K., Ostovan, F., Musstapha, F., Zahari, N. I., & Oskoueian, A. (2015). On the correlation between microstructural evolution and ultrasonic properties: a review. *J Mater SCI*.
- Tyler Kakuda, A. L. (2010). Non-destructive thermal property measurements of an APS TBC on an intact. *Surface & Coatings Technology*, 456-491.
- Wangyao P., K. V. (2006). COMPARING REJUVENATED MICROSTRUCTURES AFTER HIP PROCESS AND DIFFERENT HEAT TREATMENTS IN CAST NICKEL BASE SUPERALLOYS, IN-738 AND GTD-111 AFTER LONG-TERM SERVICE. *Metallurgy and Materials Science Research Institute (MMRI)*, 23-32.
- Xiongbing , L., Xiaoqin, H., Arguelles, A., Song, Y., & Hu, H. (2017). Evaluating grain size in polycrystals with rough surfaces by corrected. *Ultrasonic*, 23-29.
- Yan, H. (2010). Microstructure evolution of a new directionally solidified Ni-based. *Transactions of non ferrous metals society of China*, 2199-2204.

ANEXO

PROTOCOLO FINAL

A continuación, en la *Tabla 10. Protocolo de Inspección con Ultrasonido Phased Array para la superaleación Inconel 625*, se propone de manera resumida el protocolo de inspección con los parámetros a tener en cuenta a la hora de inspeccionar un material como la superaleación Inconel 625 y los cuales fueron utilizados para realizar la prueba en esta tesis.

PROTOCOLO DE INSPECCIÓN PHASED ARRAY						
<i>Equipo Usado y datos de inspección para el material</i>				Omnisca MX2		
Voltaje Emisor	Ancho del Pulso	Forma de la Onda	<i>Impedancia de Salida</i>	<i>Resolución Pulso</i>		
80	30 ns	Onda Cuadrada	25 Omnios	2.5 ns		
Receptor Ganancia	Resolución del Pulso	Ancho de Banda	Impedancia de Entrada			
25 Db	2.5 ns	5-7 MHz	65 Omnios			
Calibración Phased Array						
Zapata	%	Db	Nivel de Referencia	Ángulos de Ataque	Tipo de Escaneo	Numero de Elementos
1		25	80%	45 hasta 60	Sectorial	16
2		25	80%	30 hasta - 30	Sectorial	10
<i>Velocidad del Sonido Transversal</i>	2945 m/s		Medida Atenuación con curva DAC ajustada a un 80 % de la amplitud.			
<i>Velocidad del Longitudinal</i>	5800 m/s					
Características del Material de Inspección						
Superalación Inconel 625	Nota: Material de alta resistencia térmica.					
Microestructura Policristalina	Microestructura de granos equiaxiales.					
Campos de la Onda ultrasonica para Inconel 625						
<i>Campo cercano</i>	<i>Campo lejano</i>	<i>campo muerto</i>	campo de inspección real para Inconel 625 es el			
110 mm	después de 110 mm	0.3 mm	campo cercano			
PROBETA	<i>Plano de la probeta usada en la cual se especifica las dimensiones y la rugosidad que da el maquinado se anexa.</i>					
<i>Acoplante</i>	Sonagel	Gel De inspección libre de partículas.				
<i>Preparación</i>	Limpiar superficie del material a inspeccionar, eliminar cualquier tipo de partículas que alteren la prueba.					
<i>Velocidad de Inspección</i>	Inspección manual y requiere de la experiencia del operario del equipo de ultrasonido.					
<i>Presión</i>	Presion manual. En Inspección automatica seguir norma ASTM E164					

Tabla 10. Protocolo de Inspección con Ultrasonido Phased Array para la superaleación Inconel 625.