

UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTÍN
COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA
“Prof. Jorge A. Sabato”

**Técnicas de ultrasonido para la determinación del
contenido de H en aleaciones de Zr (*)**

Por Ing. Diego A. Cowes

Directores

Dr. J. Ignacio Mieza

Dr. Martín P. Gómez

(*) Tesis para optar al título de *Magister en Ciencia y Tecnología de Materiales*

República Argentina

2018

AGRADECIMIENTOS

A mis tutores Ignacio Mieza y Martín Gómez por el incesante apoyo, la buena voluntad y la infinita paciencia.

A Juan Carricondo y Martín Iofrida por abrirme las puertas de CNEA y a Manuel Iribarren por mantenerlas abiertas.

A todo el grupo de Daño por Hidrógeno, en particular a Sandro Alcantar, Sebastián Müller y Gladys Domizzi por la ayuda durante el proceso de carga gaseosa.

A todo el grupo de Ondas Elásticas, en particular a Nicolás Núñez y Hernán Sánchez por los innumerables consejos de electrónica.

A Augusto Bonelli Toro por cebarme mates durante los meses de escritura.

A Pablo Areas, Ezequiel Salinas y Norma Mingolo de la división de Difracción de Rayos X por la caracterización del material.

A Julio Migliore por su mano experta en el mecanizado de las probetas.

Al Instituto Sabato por la oportunidad.

A mi familia y a mi novia por el apoyo incondicional.

RESUMEN

Las aleaciones de circonio, ampliamente utilizadas en la industria nuclear, son propensas a la incorporación de hidrógeno (deuterio) durante el servicio en los reactores. Cuando se excede la concentración de la solubilidad sólida terminal, el hidrógeno precipita en forma de hidruros de circonio, los cuales son menos dúctiles que la matriz que los rodea y pueden tener efectos nocivos sobre las propiedades mecánicas de los componentes. Usualmente la cuantificación de hidruros se realiza a través de técnicas destructivas que consisten en extraer pequeñas cantidades de material del componente instalado, pero este proceso no sirve para detectar distribuciones inhomogéneas ni para monitorear la evolución de un mismo punto en el transcurso del tiempo. Por lo tanto sería útil contar con una técnica no destructiva para la determinación del contenido de hidrógeno aplicable in situ.

En esta tesis se investigó la aplicación de ondas elásticas ultrasónicas mediante la técnica pulso-eco con el fin de determinar el contenido de hidrógeno en muestras de aleaciones de circonio (específicamente Zry4). Dado que el hidrógeno en exceso precipita como hidruro con distinta densidad y rigidez que la matriz, constituye una discontinuidad en el sólido modificando la propagación de las ondas elásticas que se observa a partir de cambios en la velocidad y la atenuación de las mismas. En particular se continuó la investigación iniciada por M.P. Gómez ya que mostró resultados prometedores. Se buscó reducir el error del método ultrasónico a partir del aumento de la resolución temporal, el aumento de la relación señal ruido, el control de la temperatura de medición entre otros. A su vez se evaluó la aplicabilidad del método para la aplicación in situ por lo que se agregaron dos variables: la textura cristalográfica y la morfología de los hidruros. Para esto se prepararon probetas cúbicas de Zry-4 que permiten la medición en distintas direcciones, a las cuales se les introdujo distintos contenidos de hidrógeno por un proceso de carga gaseosa. La distribución y morfología de los hidruros se manipuló a través de dos velocidades de enfriamiento distintas.

Si bien se observó la influencia de los hidruros en la propagación de ondas elásticas, los ensayos de pulso eco realizados en este trabajo no lograron la determinación del contenido de hidrógeno con la exactitud necesaria. Por otro lado se observó una fuerte dependencia

tanto de la atenuación como de la velocidad de ondas longitudinales con la textura del material. Dado que la textura cristalográfica es de relevancia tecnológica para los componentes de Zr, se estima que se pueden utilizar métodos ultrasónicos para su determinación.

Palabras clave: circonio, hidrógeno, hidruro, ultrasonido, textura.

ABSTRACT

Zirconium alloys are widely used in the nuclear industry due to the combination of good properties such as high yield strength, good corrosion resistance and low thermal neutron capture cross section. However, during the service life inside the reactors, hydrogen is incorporated in the material which, when the terminal solubility limit is exceeded, precipitates in the form of zirconium hydride. These are less ductile than the surrounding matrix potentially producing a detrimental effect in the component's mechanical properties. Hydrogen concentration is usually determined by a destructive technique in which small chips are scrapped from inside the component, but this process cannot detect inhomogeneous hydride distributions nor can it be used to monitor the development of a location during time. Thus, a nondestructive technique for the hydrogen concentration determination in situ would be desirable.

In this thesis elastic waves were applied by the pulse echo technique to determine the hydrogen concentration in zirconium alloy (Zr-4) samples. Zirconium hydrides have a lower density and a higher stiffness than the surrounding matrix, constituting an elastic discontinuity which modifies the propagation of elastic waves. This can be detected by small changes in the velocity and attenuation of the applied waves. The aim was to continue the work started by M. P. Gómez in which promising results were shown. The particular aim was to diminish the associated error by increasing the temporal resolution, increasing the signal to noise ratio, controlling the measurement temperature, etc. Moreover, the method was further studied by considering two other variables: the crystallographic texture and the hydride morphology. In order to do this, cubic specimen that allow measurements to be carried out in several directions were prepared. Then the hydrogen content was increased by a gaseous charge method and different hydride distributions were obtained by applying two different cooling rates.

Although the influence of the hydrides in the propagation of elastic waves was observed, the hydrogen content could not be successfully determined. On the other hand, a strong influence of the texture was observed on the velocity and attenuation of the applied waves.

Considering the technological relevance of this variable, ultrasonic methods might be successful in characterizing zirconium texture.

Keywords: zirconium, hydride, hydrogen, ultrasound, texture.

PRESENTACIONES EN CONGRESOS

Distintas investigaciones relacionadas con este trabajo se presentaron en congresos durante el año 2017. A continuación se listan las mismas.

- Diego A. Cowes, J. Ignacio Mieza, Martín P. Gómez, «Medición del efecto de la textura cristalina y el contenido de H en aleaciones de Zr sobre ondas ultrasónicas»», *AATN XLIV Reunión Anual 2017*, 23 al 27 de octubre de 2017, Cancillería Argentina en Palacio San Martín, Buenos Aires, Argentina.
- Diego A. Cowes, J. Ignacio Mieza, Martín P. Gómez, «Optimización de técnicas de ultrasonido para la caracterización de aleaciones de base circonio», *XI Congreso Regional de Ensayos No Destructivos y Estructurales (CORENDE)*, 04 al 06 de octubre de 2017, Museo Nacional de Bellas Artes, Neuquén, Argentina.
- Diego A. Cowes, J. Ignacio Mieza, Martín P. Gómez, «Aplicación de ultrasonido para la detección de hidruros en aleaciones base circonio», *E-GLEA 9 2017*, 29 al 31 de agosto de 2017, Facultad de Ingeniería UNaM, Oberá, Misiones, Argentina.
- Diego A. Cowes, J. Ignacio Mieza, Martín P. Gómez, «Técnicas de ultrasonido aplicada a la determinación de hidruros en aleaciones base circonio», *III Jornadas de Acústica, Audio y Sonido (JAAS) 2017*, Universidad Nacional de Tres de Febrero, Buenos Aires, Argentina.

PUBLICACIONES EN ACTAS CON REFERATO

- Diego A. Cowes, J. Ignacio Mieza, Martín P. Gómez, «Optimización de técnicas de ultrasonido para la caracterización de aleaciones base circonio», *Actas del XI Congreso Regional de Ensayos No Destructivos y Estructurales (CORENDE)*, T45, 11 pág., Compilado por Marta Ruch, 1a ed. AAENDE, San Martín, 2017. ISBN 978-987-23957-9-7.
- Diego A. Cowes, J. Ignacio Mieza, Martín P. Gómez, «Aplicación de ultrasonido para la detección de hidruros en aleaciones base circonio», *Actas del E-GLEA 9*, ed. M. I. López Pumarega, CNEA, en edición, ISBN en trámite.

ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN	1
1.1. OBJETIVOS.....	6
1.2. RESUMEN DE CAPÍTULOS	7
2. CIRCONIO.....	8
2.1. CRISTALOGRAFÍA.....	8
2.2. COMPORTAMIENTO ELÁSTICO Y ANISOTROPÍA.....	9
2.3. TEXTURA	12
2.3.1. <i>Figuras de polos</i>	13
2.3.2. <i>Factores de Kearns</i>	13
3. CIRCONIO E HIDRÓGENO.	15
3.1. INGRESO DEL HIDRÓGENO	15
3.2. DIAGRAMA Zr-H	16
3.3. SOLUBILIDAD DEL HIDRÓGENO.....	19
3.4. RELACIÓN DE ORIENTACIÓN DE HIDRUIROS.....	21
3.5. PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS HIDRUIROS	23
4. ONDAS ELÁSTICAS EN SÓLIDOS.....	24
4.1. CASO ISOTRÓPICO	24
4.2. CASO ANISOTRÓPICO	25
4.2.1. <i>Ecuación de Christoffel</i>	25

4.2.2. Ondas elásticas en cristales hexagonales	27
4.3. ATENUACIÓN DE LAS ONDAS ELÁSTICAS	30
4.3.1. Absorción	31
4.3.2. Dispersión.....	32
4.4. CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES POR ULTRASONIDO	34
4.4.1. Velocidad y atenuación.....	34
5. TÉCNICA DE PULSO ECO	37
5.1. ATENUACIÓN	38
5.1.1. Contacto directo.....	38
5.1.2. Línea de retardo.....	40
5.1.3. Fuentes de error	42
5.2. VELOCIDAD.....	47
5.2.1. PEO (Solapamiento Pulso-Eco).....	47
5.2.2. PE por Correlación Cruzada.....	48
5.2.3. Desfasaje por efecto de la capa acoplante y pulso correcto de solapamiento	49
6. MÉTODO EXPERIMENTAL.....	52
6.1. PREPARACIÓN DE PROBETAS.....	52
6.1.1. Carga de hidrógeno.....	55
6.1.2. Velocidad de enfriamiento y caracterización de hidruros.....	57
6.1.3. Caracterización de textura	62

6.1.4. Pulido a caras paralelas	63
6.1.5. Medición de espesor	64
6.1.6. Lista de probetas	66
6.2. ENSAYOS DE ULTRASONIDO. INSTRUMENTAL Y EQUIPOS	69
6.3. ADQUISICIÓN DE SEÑALES	73
6.3.1. Presencia de ruido en la señal	73
6.3.2. Influencia de la temperatura	76
6.4. PROCESAMIENTO DE LA SEÑAL	77
6.4.1. Determinación del tiempo de vuelo	77
6.4.2. Determinación del coeficiente de atenuación	82
6.4.3. Atenuación por espectroscopía ultrasónica	84
6.5. DETERMINACIÓN DEL ERROR	86
7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	88
7.1. MEDICIÓN DE VELOCIDAD EN PROBETAS CÚBICAS	88
7.2. MEDICIÓN DE ATENUACIÓN EN PROBETAS CÚBICAS	93
7.3. ESPECTROSCOPÍA EN PROBETAS PARALEPÍEDAS	102
8. CONCLUSIONES	104
9. BIBLIOGRAFÍA	106
10. ANEXO	116
10.1. RELACIÓN TENSORIAL ENTRE LA VELOCIDAD Y LAS CONSTANTES ELÁSTICAS	116

10.2. DEFINICIÓN DE PRECISIÓN Y EXACTITUD	119
10.2.1. <i>Definición clásica</i>	119
10.3. DESFASAJE γ ENTRE DOS ECOS SUCESIVOS.....	120
10.4. PROGRAMA DE ADQUISICIÓN DE TEMPERATURA	124
10.5. AUTOMATIZACIÓN DEL CONTROL DE FRECUENCIA	125
10.6. CÁMARA DE TEMPERATURA CONSTANTE.	126
10.7. DETECTOR DE ENVOLVENTE.....	128
10.8. CÁLCULO DE LOS EFECTOS DE DIFRACCIÓN	130
10.9. METALOGRAFÍAS	136

1. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones de circonio son ampliamente utilizadas en la industria nuclear debido a la combinación de una serie de buenas propiedades, entre las cuales se destacan la alta resistencia mecánica, la buena resistencia a la corrosión y la baja sección eficaz de captura de neutrones térmicos [1]. Desde su introducción en los años 50s para el uso en submarinos nucleares [2] las aleaciones de circonio han estado en constante desarrollo y hoy en día son utilizadas en reactores nucleares como separadores, tubos guías, tubos de calandria, tubos de presión, y vainas de elementos combustible entre otras aplicaciones. Dentro del reactor, estos componentes están sometidos a cambios de presión y temperatura, bombardeo de neutrones, tensiones mecánicas y corrosión, que deterioran sus propiedades.

En particular, la corrosión permite la incorporación de hidrógeno en las aleaciones de circonio originando mecanismos de degradación específicos. El ingreso del hidrógeno ocurre a partir de la formación de una capa superficial de óxido y la liberación de hidrógeno gaseoso. Aunque la capa de óxido es protectora, y actúa de barrera ante el ingreso de hidrógeno, una pequeña parte aún es absorbida por el material luego de descomponerse en hidrógeno atómico. Cuando la concentración de hidrógeno en el material excede la solubilidad sólida terminal, se forman hidruros de circonio, los cuales al ser menos dúctiles que la matriz que los rodea, pueden tener efectos nocivos sobre las propiedades mecánicas de los componentes, cuando están presentes a fracciones volumétricas suficientes.

Específicamente, se destacan tres mecanismos de degradación ligados a la presencia de hidruros en el circonio: fragilización por hidruros, formación de ampollas y Rotura Diferida Inducida por Hidruros.

La fragilización por hidruros ocurre dado que los hidruros son una fase de menor ductilidad que la matriz, y a partir de determinadas concentraciones, trae como consecuencia la reducción de la tenacidad de los componentes. Usualmente la fragilización por hidruros sólo resulta de interés para materiales que estén llegando al fin de su vida útil dónde el contenido de hidrógeno acumulado puede ser alto. Adicionalmente, este fenómeno se ve incrementado cuando los hidruros se encuentran orientados de forma normal al eje de

tensión aplicada [3], y por el grado de endurecimiento por irradiación [4]. La principal manifestación de fragilización por hidruros e irradiación es la pérdida de resistencia a la fractura por impacto.

El ampollado consiste en la difusión de hidrógeno en solución sólida hacia puntos fríos impulsado por gradientes térmicos [5]. Una vez que se alcanza la solubilidad sólida terminal en la región, precipita un hidruro frágil. En la medida en que haya disponibilidad de hidrógeno y tiempo de difusión, se formará un conglomerado de hidruros denominado ampolla. Dado que el hidruro al precipitar genera una expansión volumétrica, la ampolla genera deformación de la matriz, por lo que la interfaz ampolla-matriz puede ser núcleo de defectos puntuales. Por ejemplo, el ampollado se ha observado en los canales de combustibles tipo CANDU, cuando ocurre el contacto accidental entre el tubo de presión (a 350°C) con el tubo de calandria (a 70°C) o en las vainas de los combustibles cuya cara interior se encuentra en contacto con el combustible nuclear (a 400°C) y su cara externa con el moderador (a 350°C) [6].

La Rotura Diferida Inducida por Hidruros (RDIH) es un fenómeno de fragilización por hidruros localizada que se manifiesta como un proceso de crecimiento de una fisura subcrítica [7]. Dado que la difusión del hidrógeno se ve asistida por gradientes de tensión, ante la presencia de un defecto concentrador de tensiones, el hidrógeno en solución difundirá hacia el mismo hasta superar la solubilidad sólida terminal local nucleándose hidruros frágiles de forma normal al eje de tensión aplicada. Una vez que el hidruro alcanza la longitud crítica se fisura, incrementado la longitud del defecto y dando lugar a la precipitación de nuevos hidruros repitiendo el proceso (que puede llegar hasta la rotura catastrófica). El crecimiento de la fisura es diferido por el tiempo que tarda el hidrógeno en difundir hacia la punta de la fisura hasta alcanzar la longitud crítica de fractura.

En la Figura 1 (a) se observan metalografías típicas de hidruros precipitados [8], en (b) una ampolla de hidruro en matriz de circonio [5] y en (c) superficies de fractura luego de un proceso de rotura diferida inducida por hidruros [7].

destrutivo que pudiera ser aplicado in situ, sin las desventajas de las técnicas mencionadas. Entre estos métodos se destacan corrientes inducidas, emisión acústica y ultrasonido, pero la sensibilidad y confiabilidad de estos métodos aún debe ser demostrada.

El ultrasonido se emplea de forma periódica para las inspecciones durante las paradas programadas de los reactores nucleares. Estas resultan útiles para detectar el estado general de los componentes; por ejemplo, se pueden detectar roturas en las vainas de elementos combustibles [11], o evaluar la integridad del tubo de presión, en centrales tipo CANDU, utilizando la herramienta CIGAR (Channel Inspection Gauging Apparatus for Reactors) para medir el pandeo del tubo, el diámetro, el espesor de pared, el tamaño de defectos, el espacio entre tubo de presión y tubo de calandria [12] y la localización de los espaciadores [13]. También mediante ultrasonido se han podido detectar ampollas y fisuras producidas por RDIH. Sin embargo, la determinación del contenido de hidruros, si bien es teóricamente factible, según la búsqueda bibliográfica realizada, no está implementada como una técnica de rutina in situ.

Entre los antecedentes de la detección de hidruros en aleaciones de circonio puede mencionarse un estudio que se realizó en 2009 mediante una comparación entre distintos laboratorios del mundo [7] sobre tubos de presión de centrales tipo CANDU. Los resultados obtenidos mediante las técnicas de ultrasonido y de corrientes inducidas no demostraron tener la sensibilidad requerida para la aplicación. Otro método, la resistividad eléctrica medida sobre el espécimen sometido a ciclos térmicos, sí pudo determinar con suficiente exactitud la cantidad de hidrógeno. Sin embargo, los ciclos térmicos imposibilitan su aplicación in situ y sólo serían aplicables en laboratorio. Existen además otros trabajos que han aplicado técnicas ultrasónicas para detectar el contenido de hidrógeno en aleaciones de circonio, basadas en:

- el cambio en las constantes elásticas de tercer orden a través de ondas de Lamb generadas por arreglos de EMATs (ElectroMagnetic Acoustic Transducers) [14],
- la dispersión de ondas guiadas de propagación circunferencial generadas por LUT (Laser Ultrasound Technique) [15],

- la dispersión de ondas guiadas de propagación axial emitidas por microscopía acústica de baja frecuencias de tipo LFB (Line Focus Beam) [16],
- el cociente de velocidades usando ondas de Rayleigh-Lamb [17],
- el cambio en la temperatura de disolución del hidrógeno por ondas longitudinales y transversales de ultrasonido generadas por EMATs [18],
- el cambio en la temperatura de solubilidad sólida terminal de hidrógeno a partir de la medición de resonancia ultrasónica RUS (Resonant Ultrasound Spectroscopy) [19],
- el cambio del módulo de Young a la temperatura de operación a través de LRUS (Laser Resonant Ultrasound Spectroscopy) [20],
- el desvío en la frecuencia de resonancia de un tubo excitado por resonancia electromagnética acústica (EMAR) [21],
- la amplitud de armónicos generados por la interacción no lineal de ondas ultrasónicas [22],
- la pérdida de foco observada en un barrido C por Ultrasound Backscattering Technique [23],
- la espectroscopía ultrasónica de alta frecuencia [24],
- los cambios de magnitud en la velocidad y atenuación de ondas longitudinales de alta frecuencia a través del método de pulso eco por correlación cruzada [25], [26].

En general, las técnicas anteriores muestran ser sensibles a cambios en el contenido de hidrógeno pero ninguna demostró la capacidad de detectar cambios del orden de la millonésima parte en concentraciones menores a las 100 ppm de forma inequívoca. Por otro lado, algunas de las técnicas no podrían ser aplicables in situ por utilizar equipamiento no transportable o la necesidad de realizar ciclados térmicos. En [25] por ejemplo, se encontró que la velocidad en función del contenido de hidrógeno es oscilante, en particular para el rango de interés para las aplicaciones en reactores. Se estimó en este caso que la cristalografía del hidruro presente puede ser una de las causas de las oscilaciones detectadas. En otras mediciones similares [26] se encontró, con el mismo tipo de hidruro

precipitado, que la velocidad se incrementa de forma monótona con el aumento de hidrógeno dentro de las bandas de error del método, y se estimó una sensibilidad de detección de 60 ppm, la cual no sería suficiente para la aplicación. Sin embargo, se observa cierta tendencia de los resultados a mostrar iguales valores de velocidad para probetas con distintas cargas. Esto podría estar relacionado a una falta de resolución temporal en la obtención y procesamiento de las señales. La atenuación a su vez mostró un crecimiento con el contenido de hidrógeno pero de tipo logarítmico, y para 10 MHz mostró buena sensibilidad en la determinación del contenido de hidrógeno agregado.

Finalmente, se debe mencionar que las variables metalúrgicas (tamaño de grano, textura, estado de tensiones residuales, tamaño de precipitados, anisotropía, etc.) juegan un rol crítico en la interacción del ultrasonido con los materiales [27] [28] [29], y que en general no han sido consideradas en las mediciones para la determinación de la concentración de hidruros.

1.1. Objetivos

En esta tesis se investiga la aplicación de ondas elásticas ultrasónicas mediante la técnica pulso-eco con el fin de determinar el contenido de hidrógeno en muestras de aleaciones de circonio (específicamente Zry4). Dado que el hidrógeno en exceso precipita como hidruro con distinta densidad y rigidez que la matriz, la velocidad del sonido depende del contenido de hidrógeno. Por otro lado, los hidruros actúan como centros dispersores de la energía elástica, lo que implica un cambio en la atenuación de las ondas elásticas con el incremento de hidruros.

Se plantea continuar la investigación iniciada por M.P. Gómez [26] ya que mostró resultados prometedores. Se busca reducir el error del método ultrasónico a partir del aumento de la resolución temporal, el aumento de la relación señal ruido, el efecto de la variación de la temperatura de medición entre otros. A su vez se desea evaluar la el método

para la aplicación in situ por lo que se agregan dos variables: la textura y la morfología de los hidruros.

1.2. Resumen de capítulos

En el capítulo 2 se describen las características principales del zirconio entre las que se destacan su cristalografía, su comportamiento elástico y la textura típica de los componentes de Zr.

En el capítulo 3 se describe el sistema Zr-H haciendo hincapié en la precipitación y características de los hidruros de zirconio.

En el capítulo 4 se describe la ecuación de onda general para sólidos isotrópicos y la ecuación de Christoffel para sólidos anisotrópicos. Luego se aplica para el caso particular de un cristal hexagonal.

En el capítulo 5 se describe la técnica de pulso eco utilizada para caracterizar materiales a través de la atenuación y velocidad de ondas elásticas. Se describen las consideraciones generales y las posibles fuentes de error.

En el capítulo 6 se describe el método experimental. Primero se desarrolla la preparación de probetas y la caracterización de las mismas a partir de metalografía, y difracción de rayos X. Luego se describen los ensayos de ultrasonido, el instrumental utilizado y la aplicación particular en este trabajo.

En el capítulo 7 se presentan y analizan los resultados obtenidos y en el capítulo 8 se exponen las conclusiones finales.

En el anexo se incluye información complementaria sobre el trabajo desarrollado durante el período de investigación que puede resultar de interés para el lector.

2. CIRCONIO

2.1. Cristalografía

El circonio y sus aleaciones, como ya se dijo en la introducción, forman parte de muchos de los componentes principales de los reactores nucleares por la combinación de sus buenas propiedades mecánicas y su baja absorción de neutrones térmicos.

Cristalográficamente el Zr responde a una estructura hexagonal compacta (hcp) como se muestra en la Figura 2.a. La celda unitaria hexagonal, Figura 2.b, tiene dos ejes a_1 y a_2 de igual longitud, que forman un ángulo de 120° entre sí, y un eje c ortogonal. La relación de longitudes entre los ejes c/a es 1,59. El motivo de átomos que junto con la celda hexagonal representa al cristal de estructura hcp es $(0,0,0) (2/3,1/3,1/2)$.

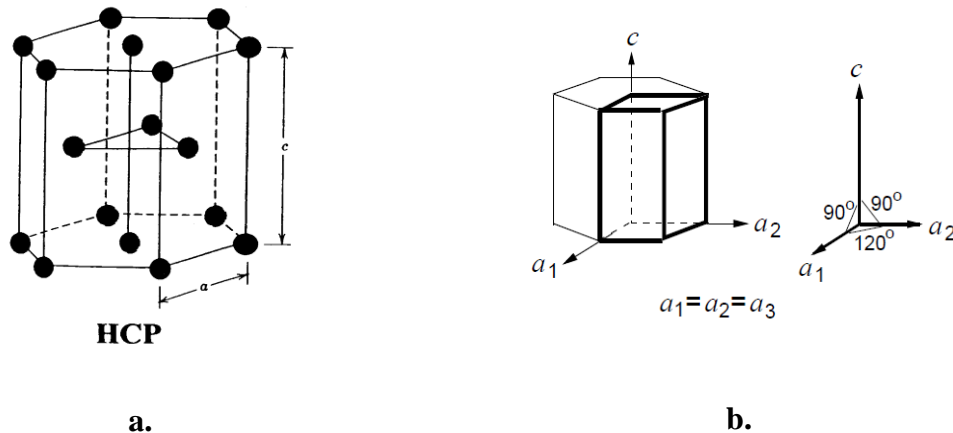


Figura 2. **a.** Celda hexagonal compacta. **b.** Detalle de los ejes de la celda hexagonal. [30].

Debido a la definición de los ejes de la celda hexagonal, utilizando la notación estándar de Miller para direcciones $[hkl]$ se encuentra que direcciones equivalentes no son permutaciones de índices como en otras estructuras (ej. Cúbica). Para mantener esta propiedad de direcciones e índices, en las estructuras hexagonales se utiliza la notación de Miller-Bravais, en la que se utilizan cuatro índices $[hkil]$, siendo el tercero el valor negativo de la suma de los dos primeros $i=-(h+k)$. En la Figura 3 se observan las direcciones

cristalográficas principales en el plano basal (0001) expresado en notación de Miller-Bravais.

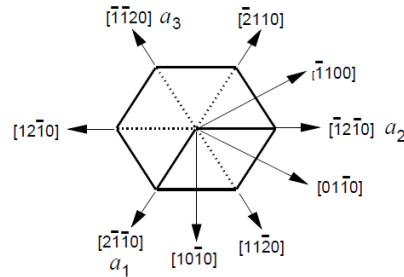


Figura 3. Direcciones principales en un plano basal (0001) de una celda hexagonal utilizando notación de cuatro índices [30].

Cuando se necesita de un sistema de referencia ortogonal en las estructuras hexagonales, como por ejemplo para definir las constantes elásticas, se eligen como ejes $X_1 = [2\bar{1}\bar{1}0]$, $X_2 = [01\bar{1}0]$, y $X_3 = [0001]$, como se muestran en la Figura 4.

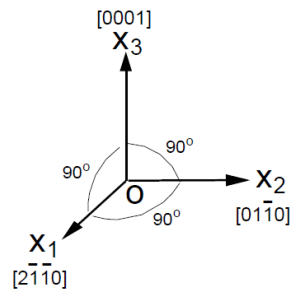


Figura 4. Sistema de referencia ortogonal utilizado en estructuras hexagonales utilizando notación Miller-Bravais [30].

2.2. Comportamiento elástico y anisotropía

Las diferencias cristalográficas observadas en las estructuras hexagonales traen consecuencias sobre la anisotropía de muchas propiedades físicas como la dilatación térmica, las constantes elásticas y la difusión. En particular, para esta tesis son de interés las

constantes elásticas que intervienen en la ecuación de onda y se relacionan con la velocidad y atenuación del sonido en el material.

El comportamiento elástico general se describe a través de la ecuación de Hooke generalizada, ver Ec. 1, que relaciona el tensor de constantes elásticas C_{ijkl} de cuarto orden (81 constantes), con los tensores de tensión σ_{ij} y deformación ϵ_{kl} , ambos tensores de segundo orden (9 componentes).

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}\epsilon_{kl} \quad \text{Ec. 1}$$

En la Figura 5 se muestra la convención de la notación para las tensiones y deformaciones en un cubo elemental.

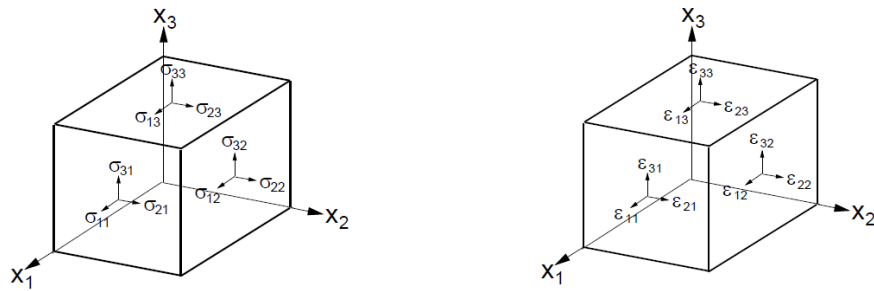


Figura 5. Componentes de tensión y deformación para un cubo elemental de material elástico [30].

Por las simetrías intrínsecas del tensor de constantes elásticas las 81 constantes se pueden reducir a 21 independientes. Estas 21 constantes se pueden representar en forma matricial utilizando la notación de Voigt. Se obtiene un sistema más compacto que se muestra en la Ec. 2.

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & c_{15} & c_{16} \\ c_{12} & c_{22} & c_{23} & c_{24} & c_{25} & c_{26} \\ c_{13} & c_{23} & c_{33} & c_{34} & c_{35} & c_{36} \\ c_{14} & c_{24} & c_{34} & c_{44} & c_{45} & c_{46} \\ c_{15} & c_{25} & c_{35} & c_{45} & c_{55} & c_{56} \\ c_{16} & c_{26} & c_{36} & c_{46} & c_{56} & c_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \epsilon_1 \\ \epsilon_2 \\ \epsilon_3 \\ \gamma_1 \\ \gamma_2 \\ \gamma_3 \end{bmatrix} \quad \text{Ec. 2}$$

Luego, la simetría propia de los cristales permite reducir aún más el número de constantes elásticas independientes. En el caso de un cristal cúbico, las direcciones que coinciden con las aristas de la celda son indistinguibles y además la diagonal del cubo (dirección [111]) es un eje de simetría, por lo que las 21 constantes se reducen a 3. En el caso hexagonal, la única operación de simetría consiste en una rotación axial de sexto orden y el grupo espacial más común es 6/m 2/m 2/m, por lo que sólo se puede reducir el tensor de constantes elásticas a 5 constantes independientes. Las matrices en notación de Voigt para los casos cúbico y hexagonal se muestran en la Ec. 3. En el caso de materiales policristalinos sin orientación cristalina preferencial suele considerarse que un tensor elásticamente isótropo es suficiente para representarlo; en este caso solamente alcanza con dos constantes elásticas independientes. La forma del tensor isótropo es como la del cristal cúbico pero la constante c_{44} es una combinación de las constantes c_{11} y c_{12} , siendo $c_{44}=(c_{11}-c_{12})/2$.

$$\begin{array}{cc}
 \text{Cúbico} & \text{Hexagonal} \\
 \left[\begin{array}{cccccc}
 c_{11} & c_{12} & c_{12} & - & - & - \\
 c_{12} & c_{11} & c_{12} & - & - & - \\
 c_{12} & c_{12} & c_{11} & - & - & - \\
 - & - & - & c_{44} & - & - \\
 - & - & - & - & c_{44} & - \\
 - & - & - & - & - & c_{44}
 \end{array} \right] & \left[\begin{array}{cccccc}
 c_{11} & c_{12} & c_{13} & - & - & - \\
 c_{12} & c_{11} & c_{13} & - & - & - \\
 c_{13} & c_{13} & c_{33} & - & - & - \\
 - & - & - & c_{44} & - & - \\
 - & - & - & - & c_{44} & - \\
 - & - & - & - & - & \frac{1}{2}(c_{11} - c_{12})
 \end{array} \right]
 \end{array} \quad \text{Ec. 3}$$

Es evidente, a partir de las formas que pueden tomar los tensores de constantes elásticas en función del tipo de simetría de los cristales, que pueden aparecer comportamientos altamente anisotrópicos. Entendiéndose por anisotropía a la cualidad de la materia de presentar distintas propiedades en función de la dirección. Cualquier propiedad representable mediante una magnitud tensorial es susceptible de presentar un comportamiento anisotrópico, en particular la anisotropía del tensor de constantes elásticas se traduce en anisotropía mecánica macroscópica en monocristales. Cuanto menor sea la simetría del cristal y mayor sea el número de constantes elásticas más susceptible es el cristal a presentar diferencias en las constantes elásticas independientes.

El Zr por ser hcp posee 5 constantes elásticas independientes que se incluyen en la Tabla 1, donde se observa una marcada anisotropía cristalina [31].

Tabla 1. Valores de las constantes elásticas de un cristal de Zr (hcp)

Constantes de rigidez Zr (GPa)				
c_{11}	c_{33}	c_{44}	c_{12}	c_{13}
144	166	33,4	74	67

2.3. Textura

En materiales policristalinos se define la textura cristalográfica como la distribución preferencial de orientaciones de los granos en función de una dirección de referencia de la muestra. Si la distribución es aleatoria, la anisotropía cristalina se promedia y se observa isotropía macroscópica. Si en cambio existe una orientación cristalina preferencial, la anisotropía cristalina se reflejará en las propiedades macroscópicas.

Los componentes de Zr poseen marcadas texturas cristalográficas como producto de los procesos termo-mecánicos llevados a cabo durante el proceso de fabricación. En general se observa que los planos basales de la celda hexagonal y la dirección $[10\bar{1}0]$ se alinean de forma paralela a la dirección de mayor deformación [32]. En procesos de laminado de placas se comprime en la dirección normal mientras está fija en la dirección transversal, de forma que los polos basales se ubican alrededor de la dirección normal entre $\pm 30^\circ$ a $\pm 40^\circ$ con una tendencia hacia la dirección transversal [33]. En el caso de trabajado de geometrías tubulares, el estado de tensión deformación depende de la relación entre fuerzas tangenciales y radiales, por lo que la textura dependerá de la relación entre reducción de espesor de pared y reducción de diámetro [34]. La textura final debe ser cuidada ya que influye sobre la termo-fluencia (creep), el crecimiento por irradiación, la corrosión nodular (stress corrosion cracking) y la precipitación de hidruros [28]. En particular para promover el crecimiento por irradiación en la dirección axial los polos basales deben estar orientados en el plano radial-tangencial. Por otro lado, con el fin de reducir el efecto de fragilización

por hidrógeno, los polos deben estar orientados en la dirección tangencial de forma que se favorezca la precipitación de hidruros circunferenciales [35].

2.3.1. Figuras de polos

Para representar la textura se utiliza la figura de polos directa, que mediante rayos X, permite describir de forma completa la distribución de intensidades difractadas por una familia de planos $\{hkil\}$ con respecto a una terna de ejes que representa las direcciones principales de un componente (barra, tubo) [36]. A partir de la intersección de la dirección normal de los planos difractados con una esfera virtual, se generan polos que mediante una proyección estereográfica bidimensional permiten leer la textura de una cara del espécimen. Las figuras de polos en componentes de Zr y la representación esquemática de los cristales en función de su geometría se incluyen en la Figura 6 para una barra laminada y en la Figura 7 para un tubo de presión. Para la barra laminada las direcciones principales se definen como RD: Rolling Direction/Dirección de Laminación, TD: Transversal Direction/Dirección Transversal, y ND: Normal Direction/Dirección Normal. Para la geometría de tubo las direcciones principales son L: Longitudinal, T: Transversal y R: Radial.

2.3.2. Factores de Kearns

Otra forma de representar la información de la textura es a través de los factores de Kearns (también denominado factor f) que son descriptores ingenieriles de la textura de metales hexagonales. Su uso es prevalente en la industria nuclear tanto para el Zr utilizado en componentes estructurales como para el Hf utilizado como veneno para neutrones térmicos [37]. Estos factores cuantifican la fracción volumétrica de cristales orientados con el plano basal perpendicular a una dirección dada del espécimen y en particular, para tres direcciones mutuamente ortogonales que necesariamente suman uno. Aunque sean simples e intuitivos, expresan información limitada sobre la textura, por lo que se han desarrollado otros descriptores de mayor complejidad que entregan una descripción más completa [38]. Igualmente, en este trabajo se optó por utilizar los factores de Kearns ya que permiten la comparación directa de los resultados obtenidos con los expuestos en la literatura.

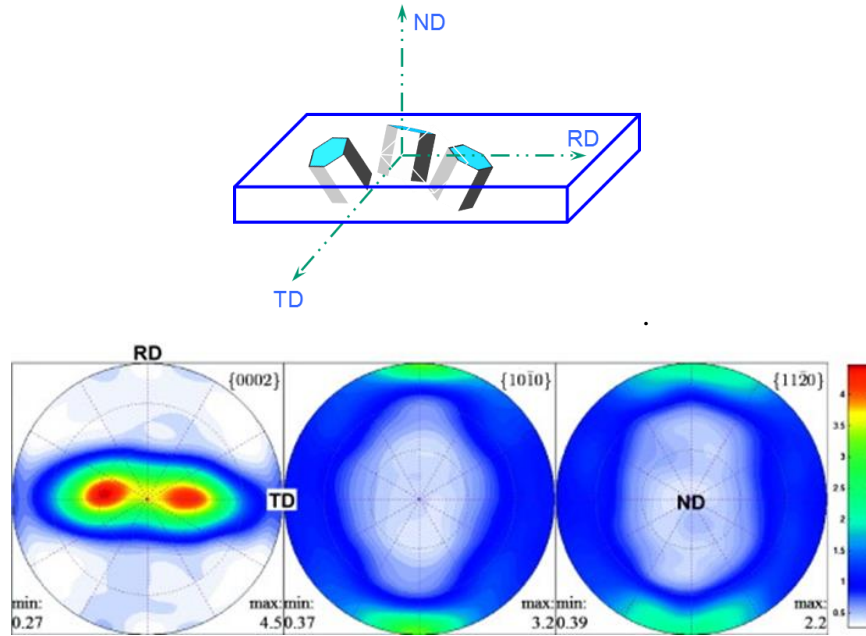


Figura 6. Superior. barra de Zr laminada con direcciones principales (RD, TD y ND). Inferior. mediciones de textura mediante rayos X de tres polos de una barra laminada de Zry4 [39].

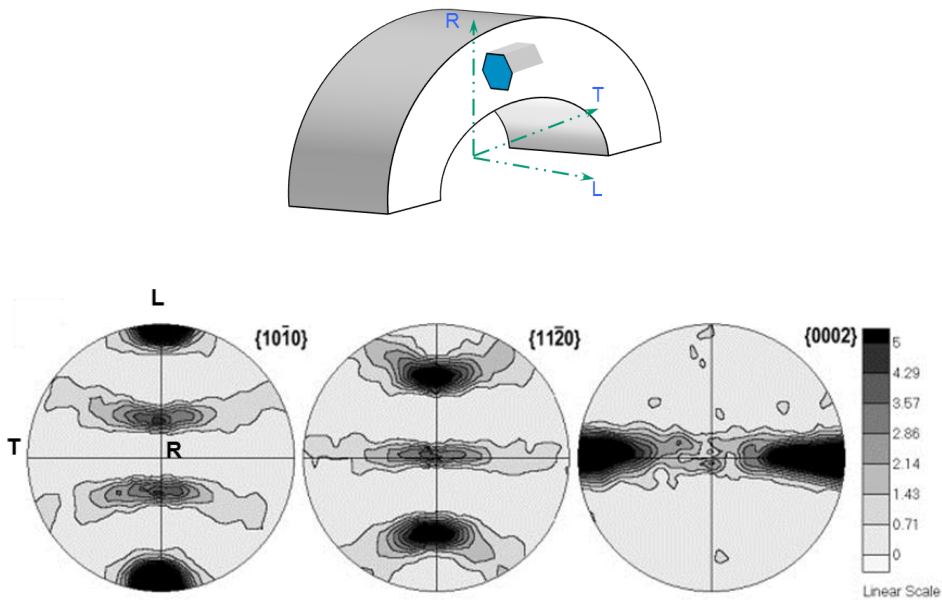


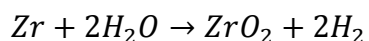
Figura 7. Superior. Esquema de un tubo de presión de Zr-2.5Nb con las direcciones principales (L, T y R). Inferior. Mediciones de textura mediante rayos X de tres polos de un tubo de presión de Zr-2.5Nb [40].

3. CIRCONIO E HIDRÓGENO.

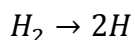
Las aleaciones de circonio, al igual que otras aleaciones de elementos del grupo IV de la tabla periódica son formadores de hidruros. Los hidruros son una fase mucho más frágil que la matriz que las contiene y pueden ocasionar una disminución en las propiedades mecánicas de las aleaciones, así como participar en otros mecanismos de degradación como son el ampollado y la rotura diferida inducida por hidruros [41]. En reactores nucleares de potencia refrigerados por agua, se utiliza agua pesada la cual está compuesta por dos átomos de deuterio y uno de oxígeno. Dado que el deuterio es isótopo del hidrógeno, de ahora en más, el término hidrógeno hace referencia a ambos isótopos.

3.1. Ingreso del Hidrógeno

Durante la fabricación de las aleaciones de circonio, a pesar de las precauciones tomadas, suele quedar una concentración inicial de hidrógeno menor o igual a 5 partes por millón en peso o ppm [42] (anteriormente esta concentración podía llegar a las 25 ppm). Luego, durante la operación de reactor, se produce el proceso de corrosión descrito por la Ec. 4, en donde el hidrógeno liberado en la reacción puede ingresar en la matriz incrementando el contenido del mismo.



Ec. 4



Además existen otras fuentes de hidrógeno como por ejemplo la reacción de radiólisis, o hidrógeno atómico disuelto en el refrigerante [43].

El proceso de absorción de un átomo de H en el Zr, se da en distintas etapas [44]:

- Transporte en fase gaseosa: la molécula de H_2 difunde en fase gaseosa hasta la superficie del metal. El movimiento en esta etapa es sólo difusivo.

- Fisisorción de H_2 en la superficie del metal: el H_2 se adsorbe en los centros activos de la superficie.
- Disociación de H_2 y quimisorción: la molécula de hidrógeno se disocia por efecto térmico y produce dos átomos de H, fuertemente ligados a la superficie metálica.
- Ingreso al interior del metal: en esta etapa los átomos quimisorbidos penetran al interior de la matriz metálica.
- Difusión de H en el metal: los átomos de hidrógeno absorbidos se mueven dentro de la matriz metálica, por gradientes concentración, de tensiones o de temperatura.
- Formación de Hidruros: cuando la concentración de H supera localmente la solubilidad sólida terminal a la temperatura de trabajo se produce la precipitación de hidruro.

Los componentes de Zr dentro del reactor se encuentran pasivados por una capa de óxido que desacelera el proceso de corrosión. Aun así se observa ingreso de H durante el servicio de los componentes. Los experimentos presentados en [45] sugieren que dicho proceso se da en fisuras que exponen al Zr por lo que queda en contacto con el moderador.

3.2. Diagrama Zr-H

El diagrama de fases del sistema Zr-H, que se muestra en Figura 8 [46], presenta dos fases alotrópicas de Zr (α -Zr y β -Zr) y tres fases de hidruro (δ , ϵ y γ).

Fase α : matriz de Zr de estructura hcp con H en solución sólida intersticial, donde los sitios ocupados son preferencialmente tetraédricos. Los parámetros de red son $a=3,227 \text{ \AA}$, y $c=5,137 \text{ \AA}$ para el Zr puro pero aumentan de forma lineal con el contenido de H [47]. La solubilidad de H es menor a 1 ppm a temperatura ambiente y se incrementa hasta aproximadamente 700 ppm a la temperatura eutectoide. En la Figura 9.a se observan una celda hcp y las posiciones de los intersticios en donde se aloja el H.

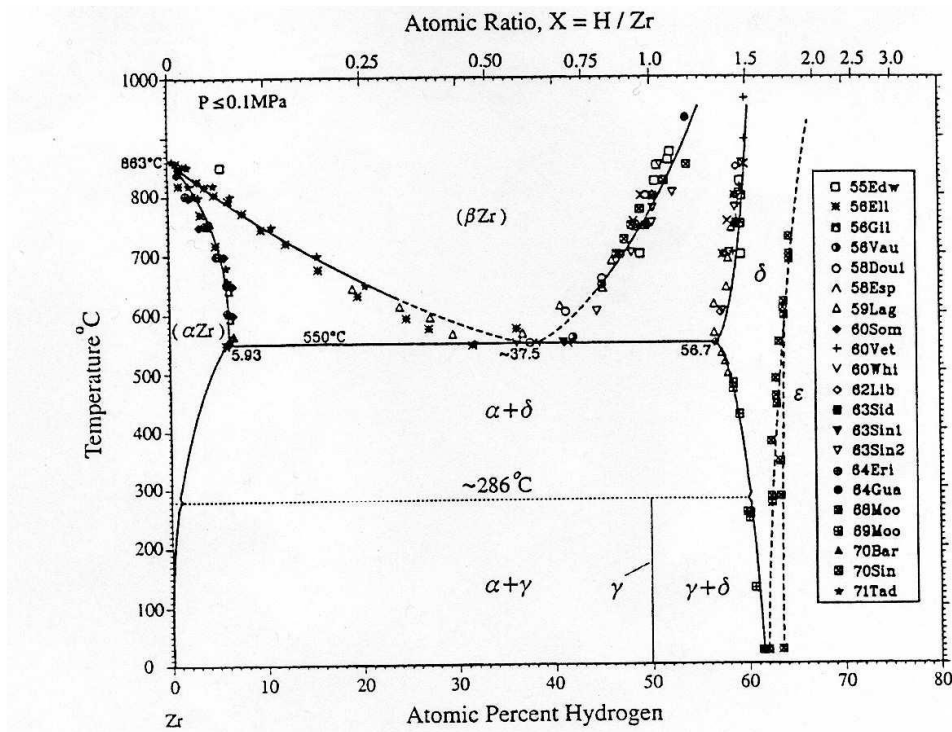


Figura 8. Diagrama de Fases del sistema Zr-H [46].

Fase β : matriz de Zr de estructura bcc con H en solución sólida intersticial, donde se asume que los sitios ocupados son octaédricos. La cantidad máxima de hidrógeno en solución sólida en la fase β es mayor que en la fase α , y puede exceder el 50% at. a 800 °C. El parámetro de red es $a=3,61 \text{ \AA}$ para Zr puro y crece hasta un 2% al incrementar el contenido de H.

Fase δ (Zr-H_{1.59-1.64}): hidruro de estructura fcc con los átomos de H ubicado al azar en los sitios intersticiales tetraédricos. El rango de composición de hidrógeno en dicha fase se encuentra entre los 56,7 y 66 % at dependiendo de la temperatura. Este tipo de hidruro es considerado de equilibrio, se observa a bajas velocidades de enfriamiento y es el que se encuentra más comúnmente en los componentes nucleares. En la Figura 9.b se muestra, en una celda representativa de este hidruro, uno de los sitios intersticiales tetraédricos donde se ubican los átomos de hidrógeno.

Fase γ (Zr-H): hidruro de estructura tetragonal centrada en las caras (fct) con átomos de H ubicados en sitios intersticiales tetraédricos en planos (110) alternados. Esto se traduce en una ocupación del 50% at. de H (relación 1:1). Se observa experimentalmente luego de altas velocidades de enfriamiento, en materiales de baja pureza y por transformación con tensiones aplicadas; está en plena discusión si es una fase estable o metaestable [48].

Fase ε (Zr-H₂): hidruro de estructura tetragonal centrada en las caras (fct) con el hidrógeno ubicado en los sitios tetraédricos, con una composición de 62.5 %at. de H.

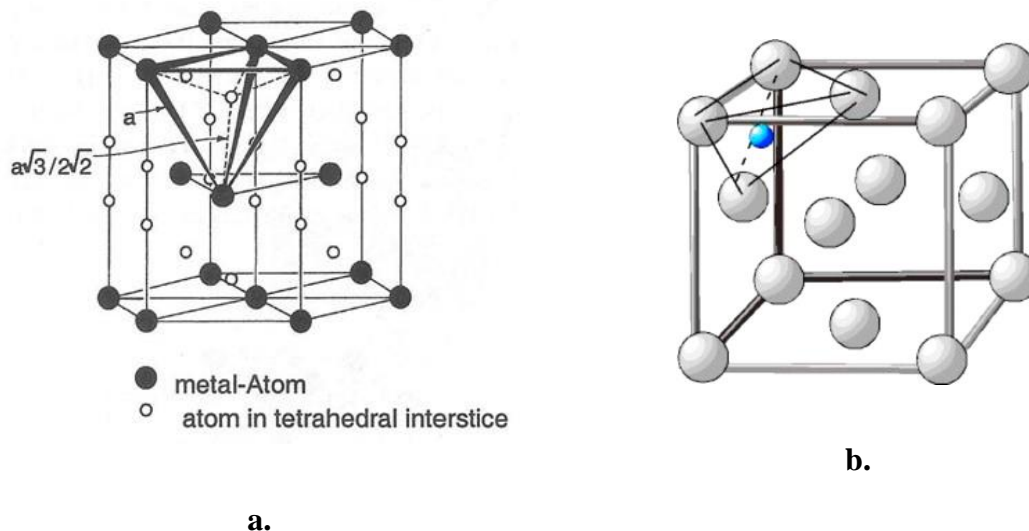


Figura 9. **a.** Celda hexagonal compacta y sus intersticios tetraédricos [49]. **b.** Celda fcc que representa al hidruro delta, en donde se observa uno de los intersticios tetraédricos [50].

Además de los hidruros que figuran el diagrama de fases, recientemente [51] se ha descubierto una nueva fase hidruro, Zr-H_{0.5} denominado ζ , que es una fase trigonal metaestable. A partir de cálculos utilizando primeros principios se han predicho nuevas estructuras de hidruros que hasta el momento no han sido verificadas experimentalmente [52].

En la Tabla 2 se listan las principales características de los hidruros. Cabe destacar que actualmente, para las aleaciones de circonio, los hidruros con mayor importancia tecnológica, son principalmente el hidruro δ y en menor medida el hidruro γ .

Tabla 2. Características de las fases hidruros de Zr.

Fase	Fórmula	Estructura	Grupo Espacial	Parámetro de red (nm)	
				a	c
δ	Zr-H _{1.59-1.64}	fcc	<i>Fm$\bar{3}m$</i>	0,47783	-
ε	Zr-H ₂	fct	<i>I4/mmm</i>	0,49689	0,4497
γ	Zr-H	fct	<i>P4₂/n</i>	0,4592	0,4970
ζ	Zr-H _{0,5}	trigonal	<i>P3m1</i>	0,3300	1,0290

3.3. Solubilidad del Hidrógeno

La solubilidad sólida terminal (SST) corresponde a la máxima concentración de hidrógeno que puede retenerse en solución sólida, y a partir de la cual se produce la precipitación de hidruros. Esta curva resulta de gran interés ya que describe la precipitación de hidruros que sucede durante el enfriamiento de los reactores.

En las aleaciones de Zr se ha observado que las curvas de solubilidad siguen un comportamiento de tipo Arrhenius $C_H = Ae^{(-\Delta H/RT)}$, en donde C_H es la concentración de hidrógeno, ΔH representa la entalpía de solvus, A una constante preexponencial, R la constante universal de los gases y T la temperatura. Existe una histéresis entre el calentamiento (disolución) y el enfriamiento (precipitación) relacionado con la energía plástica que se manifiesta en la precipitación que luego no se recupera en la etapa de disolución [53]. En la Figura 10 se muestran dos curvas típicas de solubilidad sólida terminal (SST) en disolución y en precipitación, donde se puede apreciar la histéresis entre las curvas.

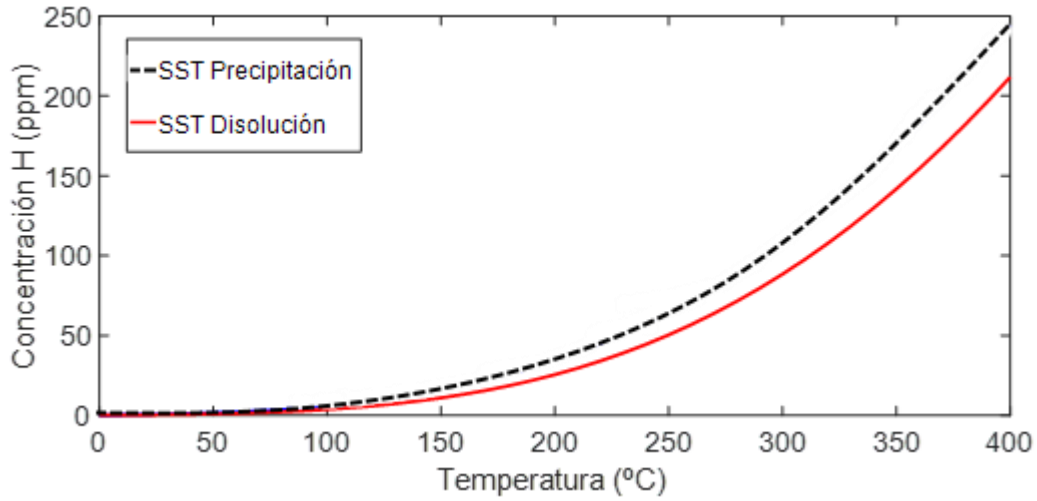


Figura 10. Curvas de disolución y precipitación de hidruros en aleaciones de Zr. Se observa una histérsis entre ambos ciclos.

Esta misma información está presente en los diagramas de fase, pero con los ejes invertidos. En la Figura 11 se muestra un detalle de la curva de solvus del diagrama Zr-H delimitando la zona del hidrógeno disuelto de la zona con hidrógeno ya precipitado. La ecuación particular K que describe la curva es la Ec. 5 [46].

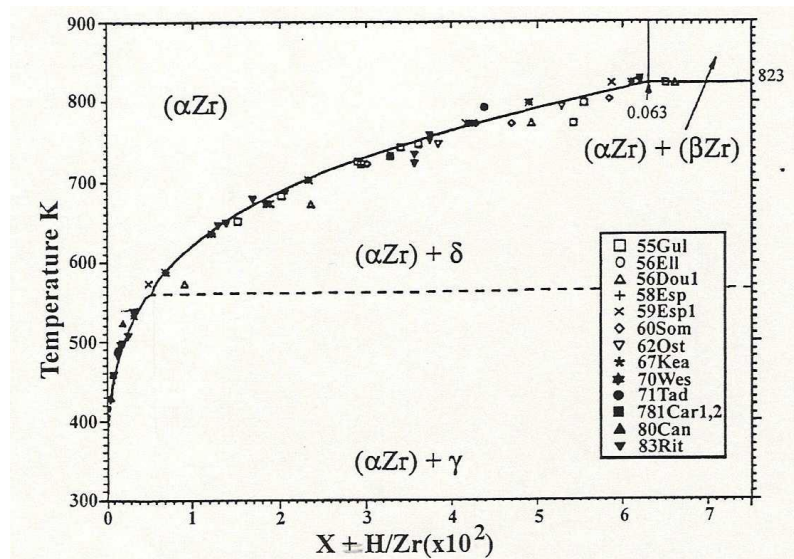


Figura 11. Detalle del diagrama de fase Zr-H en la zona de solvus entre α -Zr y el hidruro δ [46].

$$X = 16,075e^{\left(\frac{-4562}{T}\right)} \text{ para } 429K \leq T \leq 823K \quad \text{Ec. 5}$$

Se ha observado también que la SST depende de la microestructura [54], de la historia térmica del material y de las velocidades de enfriamiento y calentamiento, entre otros parámetros [55].

3.4. Relación de orientación de hidruros

En la mayoría de los componentes en donde el hidrógeno es potencialmente peligroso, como por ejemplo en los tubos de presión CANDU de Zr-2,5Nb o en las vainas de elementos combustibles de Zry-4, la mayoría de los hidruros precipitados son del tipo δ [56]. Estos precipitan en forma de placas, que por apilamiento conforman los hidruros macroscópicos. Pueden precipitar de manera intragranular o en borde de grano siendo la última la más frecuente [57]. Se ha observado que la relación de orientación entre la matriz α -Zr y la fase hidruro δ es próxima a $(111)\delta // (0001)\alpha : [110]\delta // [1120]\alpha$ y que el plano de hábito es paralelo al plano $(10\bar{1}7)\text{Zr}$, formando un ángulo $14,7^\circ$ con el plano $(0002)\text{Zr}$ [58] como se muestra en la Figura 12. La morfología y la orientación de los hidruros dependen de factores como las tensiones, la historia térmica, la velocidad de enfriamiento y el contenido de impurezas entre otros [59].

Se ha propuesto que el mecanismo de precipitación de las placas de hidruro se basa en un proceso autocatalítico [60], en donde el campo de tensiones de una placa precipitada ayuda a la precipitación de la siguiente. Durante la precipitación, la estructura hcp del Zr se transforma en la fcc del hidruro por corte a lo largo de planos próximos al $(0002)[101\ 2]$. La formación de estos hidruros lleva asociado un importante aumento en el volumen que se ha calculado del orden del 17% para el caso de los hidruros delta en estado libre de tensiones [61]. Este cambio de volumen implica un acomodamiento elasto-plástico de la matriz de Zr que se manifiesta como dislocaciones alrededor del hidruro.

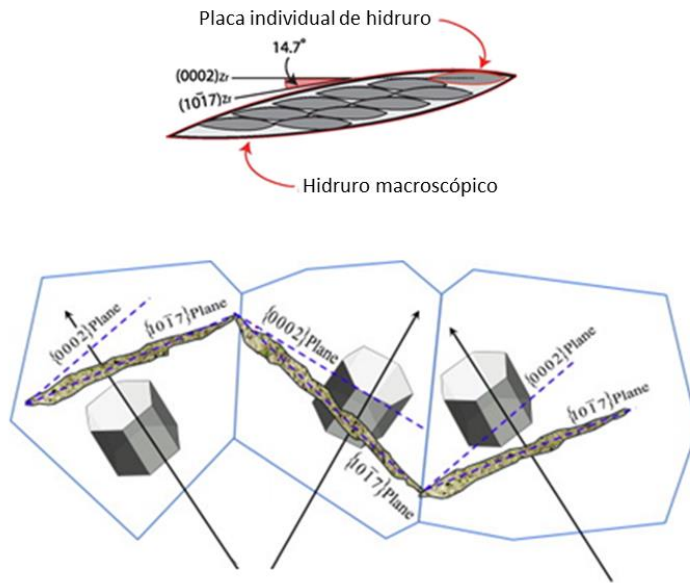
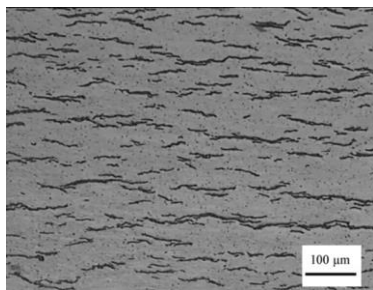
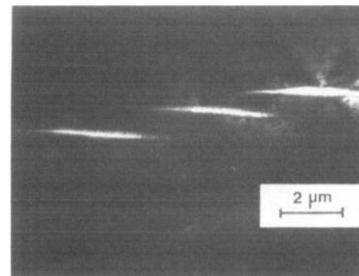


Figura 12. Superior. Hidruro macroscópico constituido por placas individuales. Inferior. Relación de orientación y plano de hábito de los hidruros microscópicos con respecto al plano basal de la celda hexagonal del α -Zr. Figura modificada de [44] y [62].

En la Figura 13, se puede observar una metalografía en donde se observan hidruros macroscópicos de Zr (líneas oscuras) y una imagen de microscopía electrónica de transmisión en donde se observan las placas individuales que conforman al hidruro macroscópico.



a.



b.

Figura 13. **a.** Hidruros macroscópicos (líneas oscuras) de un tubo de presión de Zr-2.5Nb. **b.** Placas de hidruros microscópicos en Zr-2.5Nb mediante microscopía electrónica de transmisión [60].

3.5. Propiedades físicas de los hidruros

Como ya se ha dicho, los hidruros son una fase frágil, tienen una tenacidad a la fractura muy baja, del orden de 1 a 2 MPa.m^{1/2} [41], mientras que el circonio y sus aleaciones tienen una tenacidad de al menos un orden de magnitud superior, con valores entre 20 y 70 MPa.m^{1/2} dependiendo de variables tales como los elementos aleantes, la irradiación, la textura y el contenido de hidrógeno entre los principales [63].

En los datos mostrados en la Tabla 3 se observa que con respecto a la matriz de Zr, el hidruro δ presenta una reducción en la densidad y un aumento en los módulos dinámicos [64]. Dichos parámetros influyen directamente en la velocidad del sonido, por lo que las velocidades de propagación son mayores para los hidruros que para la matriz. También se incluyen los mismos parámetros para el caso de los deuteruros, para los que la tendencia es análoga, pero las diferencias son aún más marcadas. En el presente trabajo se utilizaron hidruros considerándolos equivalentes a los deuteruros. Para la puesta a punto final en un método de ensayo no destructivo aplicable a reactores nucleares refrigerados con agua pesada, se tendría que utilizar deuterio ya que es el agente presente dentro de los mismos. Por otro lado, los parámetros mostrados en la Tabla 3 son obtenidos para especímenes policristalinos, por lo que se constituyen propiedades promedio. Es decir que los valores mostrados no son necesariamente representativos, y para un análisis más minucioso se requiere el tensor de constantes elásticas.

Tabla 3. Propiedades mecánicas de la fase α -Zr y los hidruros y deuteruros de fase δ

Fase	Composición (H/Zr)	ρ (kg/m ³)	G (GPa)	E (GPa)	β (GPa ⁻¹)	v	Velocidad longitudinal (m/s)	Velocidad transversal (m/s)
α -Zr	0	6,507x10 ³	35,80	95,49	1,045x10 ⁻²	0,334	4700	2348
δ -Zr (H ₂)	1,54	5,671x10 ³	52,33	137,8	7,997x10 ⁻³	0,316	5865	3040
δ -Zr (D ₂)	1,55	5,686x10 ³	63,26	157,2	9,478x10 ⁻³	0,250	5779	3335

4. Ondas Elásticas en Sólidos

4.1. Caso isotrópico

En medios elásticos sólidos isotrópicos e infinitos se pueden observar dos tipos de ondas, longitudinales y transversales. Se las puede describir a partir de un frente de ondas plano, que se caracteriza por un vector de onda \vec{K} y por un vector de movimiento de las partículas \vec{U} . En las ondas longitudinales, los vectores \vec{K} y \vec{U} son paralelos, mientras que en las transversales estos son perpendiculares (ver Figura 14).

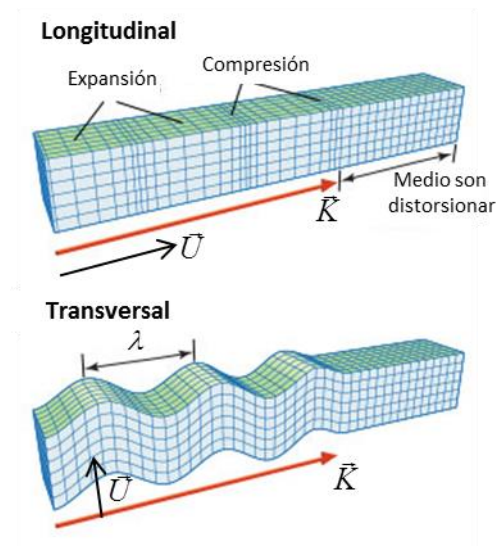


Figura 14. Ondas longitudinales y transversales en un medio isotrópico. Se muestran las direcciones relativas de los vectores K y U . Figura modificada de [65].

Para medios sólidos, elásticos, isotrópicos e infinitos, la ecuación que describe la propagación de ondas elásticas viajeras longitudinales y transversales, está dada por la solución a la Ec. 6 [66].

$$(\lambda + \mu)\nabla\nabla \cdot \vec{U} + \mu\nabla^2\vec{U} = \rho\ddot{\vec{U}} \quad \text{Ec. 6}$$

donde λ y μ son las constantes elásticas de Lamé, ρ es la densidad del material, \vec{U} es el vector desplazamiento de la partícula y ∇^2 es el laplaciano en tres dimensiones. En la resolución de la ecuación de ondas (Ec. 7) aparecen dos soluciones, una escalar y otra vectorial, la primera corresponde a las ondas longitudinales y la otra a las transversales, que se propagarán con velocidades diferentes según la relación entre las constantes λ y μ .

$$v = f\lambda = \sqrt{\frac{c}{\rho}} \quad \text{Ec. 7}$$

Dónde f es la frecuencia y v es la velocidad de propagación. Para las ondas longitudinales $c = (\lambda + 2\mu)$ y para las transversales $c = \mu$.

4.2. Caso anisotrópico

En sistemas anisótropos, como el caso del Zr y sus aleaciones, la propagación de la onda se puede descomponer en tres componentes u “ondas” distintas con el mismo vector de onda, una correspondiente al modo longitudinal y dos al transversal. El movimiento de la partícula para cada onda es perpendicular a las otras dos. La descripción matemática de las ondas elásticas en medios anisotrópicos está dada por la ecuación de Christoffel que incluye la información de la anisotropía a través de la ley de Hooke generalizada y los tensores de constantes elásticas.

4.2.1. Ecuación de Christoffel

La relación tensorial entre la velocidad y las constantes elásticas se deriva utilizando la Ley de Newton y el elemento volumétrico diferencial mostrado en la sección 10.1 del anexo.

La ecuación de movimiento es:

$$\rho \ddot{u}_i = \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial Z_j} \quad \text{Ec. 8}$$

Donde u_i es el desplazamiento de elemento volumétrico en la dirección i .

Las constantes elásticas c_{ijkl} se introducen en la ecuación de movimiento a través de la Ley de Hooke generalizada.

$$\sigma_{ij} = c_{ijkl}\varepsilon_{kl} \quad \text{Ec. 9}$$

Donde la relación de deformación es,

$$\varepsilon_{kl} = \frac{\partial u_k}{\partial Z_l} \quad \text{Ec. 10}$$

y sustituyendo ambas relaciones en la ecuación de movimiento,

$$\rho \ddot{u}_i = c_{ijkl} \frac{\partial}{\partial Z_j} \frac{\partial u_k}{\partial Z_l} \quad \text{Ec. 11}$$

La Ecuación de Christoffel se obtiene de la solución de ondas planas de la ecuación de movimiento. Una onda plana está representada matemáticamente como:

$$u_k = A_k e^{i(\omega t - \vec{k}\vec{Z})} = A_k e^{i(\omega t - k_i z_i)} \quad \text{Ec. 12}$$

en donde u_k es el k -ésimo componente de desplazamiento en el elemento volumétrico, A_k es la amplitud, ω es la frecuencia angular, \vec{k} es el vector de onda paralelo a la normal a la onda, y \vec{Z} es el vector de coordenadas. La magnitud de $|\vec{k}|$ es $2\pi/\lambda$, donde λ es la longitud de onda, y el producto escalar.

$$\vec{k}\vec{Z} = k_1 z_1 + k_2 z_2 + k_3 z_3 = k_i z_i \quad \text{Ec. 13}$$

Luego, ver el anexo 10.1, se llega a la ecuación de Christoffel (Ec. 14), la cual determina para cada dirección de propagación las velocidades de onda, las normales a la onda, las direcciones de polarización y las constantes elásticas.

$$\rho v^2 U_i = c_{ijkl} N_j U_k N_l \quad \text{Ec. 14}$$

Esta ecuación es general, y suele pensarse y resolverse como un problema de autovalores y autovectores, dando lugar a tres autovalores (tres velocidades de fase de las ondas) que

surgen para una propagación de un frente de onda particular dada por la normal N_j . Para hacer explícito algún tipo de anisotropía hay que especificar el tensor de constantes elásticas; a continuación se hará el reemplazo para los cristales hexagonales.

4.2.2. Ondas elásticas en cristales hexagonales

Partiendo del tensor de constantes elásticas para cristales hexagonales compuesto por cinco constantes elásticas independientes (Figura 15.a), se calcularán tres ondas de acuerdo a las direcciones que se muestran en la Figura 15.b. Las direcciones $Z_1=[100]$ y $Z_2=[120]$ en plano son ortogonales. La tercera dirección ortogonal $Z_3=[001]$ está en la dirección a_3 que sale del plano del dibujo.

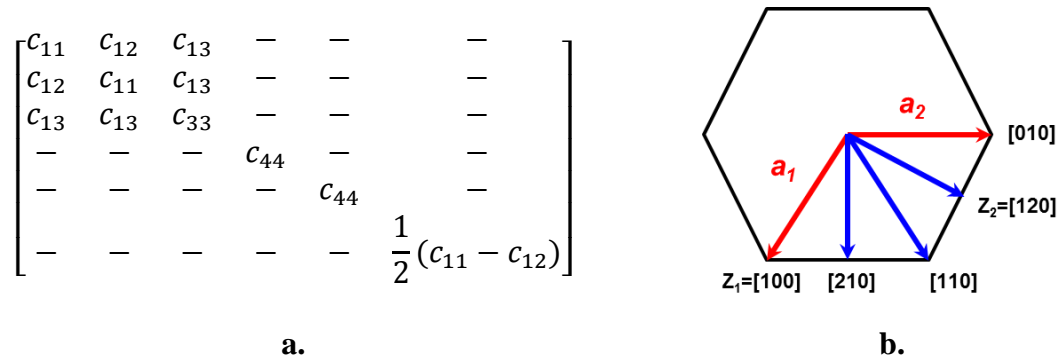


Figura 15. **a.** Tensor de constantes elásticas para un cristal hexagonal. **b.** Celda hexagonal en el plano con notación de tres índices.

Para ondas que viajan por el eje $Z_1 = [100]$, los cosenos directores de la normal a la onda son $N_1 = 1, N_2 = N_3 = 0$. Por lo tanto, en la ecuación de Christoffel $j = l = 1$, para $i = 1$

$$\begin{aligned} \rho v^2 U_1 &= c_{11k1} U_k \\ &= c_{1111} U_1 + c_{1121} U_2 + c_{1131} U_3 \\ &= c_{11} U_1 + c_{16} U_2 + c_{15} U_3 \\ &= c_{11} U_1 \end{aligned} \tag{Ec. 15}$$

Para cristales hexagonales, dado que $c_{15} = c_{16} = 0$, el movimiento de la partícula para esta onda es paralelo a la normal a la onda Z_1 haciéndola onda longitudinal. La velocidad de esta onda es $v = \sqrt{c_{11}/\rho}$.

La segunda solución para $i = 2$ es

$$\begin{aligned}
 \rho v^2 U_2 &= c_{21k1} U_k \\
 &= c_{2111} U_1 + c_{2121} U_2 + c_{2131} U_3 \\
 &= c_{61} U_1 + c_{66} U_2 + c_{65} U_3 \\
 &= c_{66} U_2 = \frac{1}{2} (c_{11} - c_{12}) U_2
 \end{aligned}
 \tag{Ec. 16}$$

que representa una onda transversal polarizada en $Z_2 = [120]$, perpendicular a la normal a la onda de $Z_1 = [100]$. La velocidad es $v = \sqrt{(c_{11} - c_{12})/2\rho}$.

La tercera solución $i = 3$ es

$$\rho v^2 U_3 = c_{3111} U_1 + c_{3121} U_2 + c_{3131} U_3 = c_{44} U_3
 \tag{Ec. 17}$$

Para el caso hexagonal, la tercera onda es transversal polarizada en $Z_3 = [001]$, y su velocidad es $v = \sqrt{c_{44}/\rho}$.

En resumen, hay tres ondas acústicas que se propagan en la dirección $[100]$: una longitudinal polarizada paralela a $[100]$, una transversal polarizada paralela a $[120]$ y otra transversal polarizada paralela a $[001]$. La onda longitudinal se desplaza más rápido porque generalmente c_{11} es más grande que c_{44} y que c_{66} .

Analizando otro caso, con la normal a la onda $Z_2 = [120]$ ($N_2 = 1, N_1 = N_3 = 0$), la Ecuación de Christoffel deviene en:

$$\rho v^2 U_i = c_{i2k2} U_k
 \tag{Ec. 18}$$

Para cristales hexagonales, esta lleva a tres ondas similares con direcciones de polarización análogas y las mismas velocidades que las ondas que viajan en $Z_1 = [100]$.

Las ondas que viajan en $Z_3 = [001]$ ($N_3 = 1, N_1 = N_2 = 0$) se describen en la ecuación

$$\rho v^2 U_i = c_{i3k3} U_k \quad \text{Ec. 19}$$

Para cristales hexagonales las tres soluciones son

$$i = 1 \quad \rho v^2 U_1 = c_{44} U_1 \quad \text{Ec. 20}$$

$$i = 2 \quad \rho v^2 U_2 = c_{44} U_2 \quad \text{Ec. 21}$$

$$i = 3 \quad \rho v^2 U_3 = c_{33} U_3 \quad \text{Ec. 22}$$

La primera y la segunda son ondas polarizadas transversalmente en $Z_1 = [100]$ y $Z_2 = [120]$. Son denominadas como modos degenerativos ya que viajan con la misma velocidad $v = \sqrt{c_{44}/\rho}$.

La tercera es un onda longitudinalmente polarizada con movimiento de partícula en $Z_3 = [001]$. Su velocidad es $v = \sqrt{c_{33}/\rho}$.

Para los cristales hexagonales, de las cinco constantes elásticas independientes, cuatro pueden ser medidas por ondas que viajan en Z_1 y Z_3 . Sólo el coeficiente c_{13} se mantiene indeterminado. Pero se puede lograr a través de una dirección inclinada como por ejemplo ($N_1 = 1/\sqrt{2}, N_2 = 0, N_3 = 1/\sqrt{2}$).

La ecuación de Christoffel deviene en

$$2\rho v^2 U_i = c_{ilk1} U_k + c_{i1k3} U_k + c_{i3k1} U_k + c_{i3k3} U_k \quad \text{Ec. 23}$$

Nuevamente habrá tres ondas

$$i = 1 \quad 2\rho v^2 U_1 = (c_{11} + c_{44})U_1 + (c_{13} + c_{44})U_3 \quad \text{Ec. 24}$$

$$i = 2 \quad 2\rho v^2 U_2 = (c_{66} + c_{44})U_2 + \left(\frac{1}{2}c_{11} - \frac{1}{2}c_{12} + c_{44}\right)U_2 \quad \text{Ec. 25}$$

$$i = 3 \quad 2\rho v^2 U_3 = (c_{44} + c_{13})U_1 + (c_{44} + c_{33})U_3 \quad \text{Ec. 26}$$

La segunda raíz es una onda de corte puro polarizada paralela a $Z_2 = [120]$. El coeficiente c_{13} puede determinarse a partir de las otras raíces $i = 1$ e $i = 3$. Al multiplicar ambas ecuaciones

$$(2\rho v^2 - c_{11} - c_{44}) \times (2\rho v^2 - c_{33} - c_{44}) = (c_{13} + c_{44})^2 \quad \text{Ec. 27}$$

$$c_{13} = \sqrt{(2\rho v^2 - c_{11} - c_{44})(2\rho v^2 - c_{33} - c_{44})} - c_{44} \quad \text{Ec. 28}$$

Para determinar las direcciones de polarización para estas ondas se resuelven las dos ecuaciones para

$$\frac{U_3}{U_1} = -\frac{1}{2} \left[\frac{c_{11} - c_{33}}{c_{13} + c_{44}} \right] \pm \sqrt{\frac{(c_{11} - c_{33})^2}{4(c_{13} + c_{44})^2} + 1} \quad \text{Ec. 29}$$

4.3. Atenuación de las ondas elásticas

El término atenuación se utiliza para describir el promedio de las pérdidas de energía (reflejadas por el decaimiento de amplitud) que sucede cuando se propagan ondas ultrasónicas en un medio. Estas pérdidas pueden ser clasificadas en líneas generales como dispersión y absorción que se deben a propiedades intrínsecas del material y difracción, pérdidas por acople o pérdidas geométricas que se deben a causas externas (situación experimental).

4.3.1. Absorción

La absorción consiste en la pérdida de energía de la onda a través de la disipación de calor u otra forma de energía. Se conocen más de una docena de mecanismos [66], entre los cuales se pueden mencionar:

- Efectos termoelásticos.
- Amortiguación por dislocaciones.
- Interacción con la conducción de electrones en metales.
- Efectos de pérdidas magnetoelásticas en materiales ferromagnéticos.
- Interacción con vibraciones de red (fonón-fonón).
- Interacción con sistemas de spin nuclear.
- Interacción con Spin de electrones de centro paramagnético.
- Interacción con portadores de carga en materiales piezoeléctricos.
- Efectos acusto-eléctricos en semiconductores.

Generalmente actúan en conjunto más de un mecanismo a la vez por lo que su identificación resulta difícil. La absorción es la principal causa de atenuación en medios homogéneos como líquidos o monocristales de alta pureza, pero en materiales policristalinos se observa que la dispersión por borde de grano es el mecanismo de atenuación dominante [67]. En estos casos se puede observar absorción por histéresis elástica de acuerdo a la Ec. 30 y absorción por pérdidas termoelásticas de acuerdo a la Ec. 31.

$$\lambda \gg 2\pi\bar{D} \quad \alpha_h = C_h f \quad \text{Ec. 30}$$

$$\lambda \ll \bar{D} \quad \alpha_t = C_t f^2 \quad \text{Ec. 31}$$

en donde:

λ =longitud de onda [m]

α_h =coeficiente de absorción por histéresis [dB/cm]

α_t =coeficiente de absorción por pérdidas termoelásticas [dB/cm]

\bar{D} = tamaño de grano medio [cm]

C_h, C_t = constantes del material

4.3.2. Dispersión

El fenómeno de dispersión es consecuencia de la interacción entre una onda elástica y los contornos de partículas (inhomogeneidades) siempre que sus interfaces impliquen un cambio en las propiedades físicas del continuo como por ejemplo en la densidad o la elasticidad (rigidez). En estos casos, el movimiento oscilatorio en el dispersor es diferente que en el medio circundante, provocando la emisión de una onda secundaria denominada onda dispersada.

Un medio policristalino está formado por granos de diversos tamaños y diversas formas (elongada, aplanada, esférica, etc.). Cada grano difiere del otro por su anisotropía elástica y por la desorientación relativa entre sus respectivos ejes cristalográficos. Esto da lugar a interfaces dónde existe un cambio de módulo elástico. A su vez un cambio de densidad es posible en los casos en los que se trate de aleaciones bifásicas o con precipitados. Todas estas consideraciones hacen que la atenuación en materiales policristalinos sea principalmente determinada por la dispersión en las discontinuidades elásticas (cambio de módulo y densidad) a través de reflexiones, cambios de modo y ondas dispersas.

El régimen de dispersión de una única partícula depende de la relación entre su dimensión y la longitud de onda λ . Si λ es mucho más pequeña que el tamaño de la heterogeneidad, se produce la reflexión especular siguiendo las leyes usuales de reflexión. A este régimen se lo denomina dispersión difusiva. Si por otro lado, si las dimensiones de la heterogeneidad son comparables o menores a λ , entonces se genera una onda dispersa. La teoría de dispersión en metales fue desarrollada por Mason y McSkimin [68] como una extensión de la teoría de Rayleigh [69] sobre la dispersión de esferas en fluidos cuando la longitud de onda es mucho mayor al diámetro promedio \bar{D} de las esferas. Otros trabajos continuaron el estudio de dispersión por granos en la región de Rayleigh ($\lambda/\bar{D} \gg 1$) y en la región estocástica ($\lambda/\bar{D} \sim 1$) [70]. Posteriormente esta teoría fue especializada para metales hexagonales por Merkulov [71]. Los distintos regímenes se describen por las ecuaciones 32, 33 y 34 [67].

$$\text{Dispersión de Rayleigh } \lambda > 2\pi\bar{D} \quad \alpha_r = C_r\bar{D}^3 f^4 \quad \text{Ec. 32}$$

$$\text{Dispersión Estocástica } \lambda \approx \bar{D} \quad \alpha_s = C_s\bar{D} f^2 \quad \text{Ec. 33}$$

$$\text{Dispersión Difusiva } \lambda < \bar{D} \quad \alpha_d = \frac{C_d}{\bar{D}} \quad \text{Ec. 34}$$

en donde:

λ =longitud de onda [m]

α_r =coeficiente de atenuación de Rayleigh [dB/cm]

α_s =coeficiente de atenuación Estocástica [dB/cm]

α_d =coeficiente de atenuación Difusiva [dB/cm]

\bar{D} =tamaño de grano medio [cm]

C_r, C_s, C_d = constantes del material

Estos modelos tienen numerosas restricciones por lo que sólo son aplicables para materiales con granos equiaxiados, de pequeña anisotropía cristalográfica, y sin orientaciones preferenciales. La orientación preferencial afecta la dispersión a través de la interacción del módulo elástico entre granos anisótropos. Si la orientación incrementa la probabilidad de que direcciones con alto módulo coincidan con direcciones de bajo módulo, entonces la dispersión aumentaría. Por otro lado si la orientación incrementa la probabilidad de alineación de direcciones con módulo similar en granos adyacentes, entonces la dispersión disminuiría. El modelo explícito para la dispersión en metales hexagonales texturados no fue resuelto hasta 2006 [72] el cual se calcula a partir de una textura representada en una función de distribución de orientación y los productos internos de la covarianza de las fluctuaciones de módulo (tensor de orden 8). Dada su alta complejidad matemática no se incluyen ecuaciones del mismo.

En este trabajo en particular se estima que la atenuación del Zr y de sus aleaciones estará dada por su microestructura y su textura ambas en función de su anisotropía cristalográfica.

Además, como se mencionó en la sección 3.5, la precipitación de hidruros representa un cambio en la densidad y en los módulos elásticos, por lo constituyen dispersores de las ondas elásticas. De esta manera se espera que la cantidad de hidruros se vea reflejada en el coeficiente de atenuación.

4.4. Caracterización de materiales por ultrasonido

La propagación de ondas elásticas en sólidos depende fuertemente de las características del medio. Por esta razón el ultrasonido es ampliamente utilizado para la caracterización de materiales. A partir de la velocidad de fase y la atenuación de las ondas se pueden determinar propiedades de interés como por ejemplo los módulos elásticos dinámicos, o la fricción interna del material. En estos casos se busca un valor absoluto. También se pueden correlacionar con características microestructurales, como tamaño de grano, relación de fases, textura, cantidad de precipitados, etc.; siendo útil como control de calidad en procesos productivos o durante el servicio de un componente; siendo en estos casos cambios relativos de los valores.

Si se busca el valor absoluto, se debe maximizar la exactitud experimental. Si en cambio, se buscan valores relativos se debe maximizar la precisión, de forma que la variabilidad entre mediciones sea despreciable en comparación al cambio buscado. En este trabajo se busca determinar el cambio de los parámetros ultrasónicos en función del contenido de hidrógeno, la textura y la morfología de hidruros, por lo que se hace énfasis en la precisión más que en la exactitud. Dado que existen distintas definiciones de precisión y exactitud se incluye la variante utilizada en este trabajo en la sección 10.2 del anexo.

4.4.1. Velocidad y atenuación

Dado un transductor que produce una onda elástica plana de tensión en el medio,

$$\sigma(x, t) = \sigma_0 e^{i(\omega t - kx)} \quad \text{Ec. 35}$$

Dónde ω es la frecuencia angular y k es el vector de propagación.

La velocidad de fase v se define como:

$$v = \frac{\lambda}{T} = \frac{\omega}{k} \quad \text{Ec. 36}$$

Dicha velocidad será constante para cualquier frecuencia ω , siempre y cuando k sea independiente de la frecuencia. De otra forma el material se lo denomina dispersivo y v dependerá de la frecuencia. En ese caso se define a la velocidad de grupo $\partial\omega/\partial k$, siendo aquella que representa la velocidad a la que se desplaza el paquete de ondas sin tener en cuenta la fase.

Si se asume que el vector de onda es complejo:

$$k = k_1 - i\alpha \quad \text{Ec. 37}$$

Se obtiene la ecuación de onda plana atenuada en donde se define α como el coeficiente de atenuación y constituye la parte imaginaria del vector de propagación

$$\sigma(x, t) = \sigma_0 e^{-\alpha x} e^{i(\omega t - k_1 x)} \quad \text{Ec. 38}$$

Dado que la atenuación de la onda es la parte exponencial real (módulo de la expresión anterior) se tiene:

$$\sigma(x, t) = \sigma_0 e^{-\alpha x} \quad \text{Ec. 39}$$

Si α es independiente de x entonces

$$\alpha = -\frac{1}{\sigma(x)} \frac{d\sigma(x)}{dx} = -\frac{d}{dx} (\ln(\sigma(x))) \quad \text{Ec. 40}$$

Analizando la ecuación para para dos posiciones x_1 y x_2 donde $x_1 < x_2$:

$$\alpha = \frac{1}{x_2 - x_1} \ln \left(\frac{\sigma(x_1)}{\sigma(x_2)} \right) \text{ [neper/unidad de longitud]} \quad \text{Ec. 41}$$

$$\alpha = \left(\frac{1}{x_2 - x_1} \right) 20 \log_{10} \left(\frac{\sigma(x_1)}{\sigma(x_2)} \right) \text{ [dB/unidad de longitud]} \quad \text{Ec. 42}$$

5. TÉCNICA DE PULSO ECO

Dentro de las técnicas ultrasónicas utilizadas para la caracterización de materiales se destacan las de resonancia, las de transmisión y la de pulso eco. Esta última se considera como la más precisa para la caracterización de materiales cristalinos (como metales y cerámicos), mientras que la transmisión es preferida para caracterizar materiales muy atenuantes o dispersivos como rocas o compuestos [71]. En este trabajo se utilizó exclusivamente pulso eco.

En la técnica de pulso eco un transductor actúa tanto de emisor como receptor de ondas elásticas ultrasónicas como se observa en la Figura 16. El mismo puede estar adherido a la probeta o separado por una línea de retardo. Al alimentarlo con un pulso eléctrico genera una perturbación elástica que viaja y se refleja entre las caras paralelas de la probeta hasta atenuarse; y cada vez que el pulso llega al transductor se convierte en señal eléctrica que es enviada a un equipo receptor.

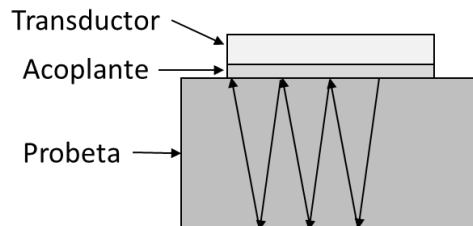


Figura 16. Esquema de una medición ultrasónica del método de pulso-eco.

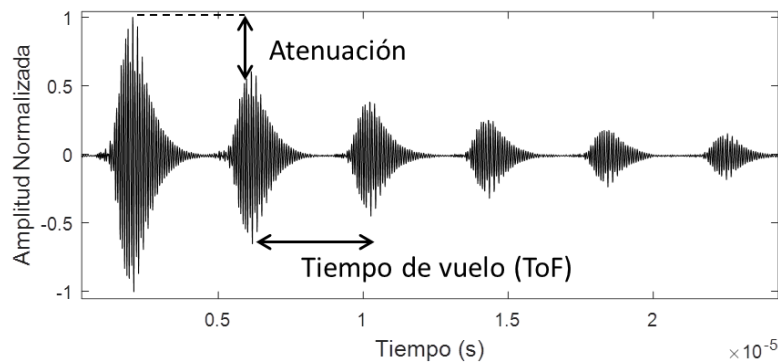


Figura 17 Señales eléctricas obtenidas en una medición ultrasónica mediante el método pulso eco.

Como resultado se obtiene una señal que consiste en un tren de pulsos distanciados por el tiempo que tarda la onda en viajar ida y vuelta dentro de la probeta (tiempo de vuelo o *Time of Flight, ToF*) y donde cada eco posee menor amplitud que el anterior como consecuencia de la atenuación del medio. Una imagen de esto se observa en la Figura 17. La velocidad de las ondas se calcula a partir del tiempo de vuelo y del espesor de la probeta (distancia de vuelo) y la atenuación se extrae del decaimiento de amplitud.

5.1. Atenuación

5.1.1. Contacto directo

El método para determinar el coeficiente de atenuación utilizado en este trabajo fue introducido por Roderick y Truell [73] el cual consiste en una implementación particular de pulso eco. El mismo sistema también es útil para realizar mediciones de velocidad, las cuales serán descritas en la sección 5.2.

Se utiliza un transductor de cuarzo (*X-cut* para ondas longitudinales e *Y-cut* para ondas transversales) ya que tiene coeficiente de acoplamiento electromecánico débil. Gracias a esto sólo una pequeña parte de la energía de cada eco es transformada en energía eléctrica. Además este material tiene un alto Q mecánico, es decir de baja absorción propia.

El transductor se acopla al espécimen a través de una capa adhesiva delgada de baja atenuación. Si sólo se propagan ondas longitudinales, se utiliza un líquido que no se evapore como aceite, vaselina o acoplante comercial. Por otro lado, si se desean propagar ondas transversales, la capa debe resistir esfuerzos de corte, por lo que se utiliza salol (salicilato de fenilo), cianocrilato u otros.

Además se busca que el transductor esté desacoplado electrónicamente para minimizar la transferencia de energía. Como el transductor de cuarzo es un dispositivo de alta impedancia, el desacoplamiento se logra utilizando líneas de baja impedancia (50 Ohm) en la electrónica asociada (emisor y receptor).

El sistema electrónico, desarrollado para esta aplicación en la universidad de Brown en la década del 50 [73] consiste en un receptor superheterodino sintonizado y un generador de pulsos sintonizado. El generador excita al transductor en su frecuencia de resonancia y armónicos impares con pulsos ultrasónicos gaussianos. Tiene períodos de ascenso y descenso (*rise time, fall time*) lentos para lograr un ancho de banda mínimo. Dado que el acoplamiento electromecánico del cuarzo es débil, los pulsos son de alta tensión (1000 V) para llegar a una relación señal ruido deseable. Esto puede saturar el amplificador receptor, por lo que fue diseñado para tener una recuperación rápida ante sobrecargas. Los ecos ultrasónicos (de radiofrecuencias o r.f.) son rectificadores y filtrados (señal envolvente o de video) para ser observados en un osciloscopio. A la vez se conecta un oscilador externo con un atenuador exponencial calibrado cuyo perfil puede ser variado, así la señal de referencia se compara con el tren de ecos en la pantalla de un osciloscopio como se muestra en la Figura 18. Una vez que la señal de referencia tiene el mismo perfil de atenuación que la muestra, se almacena dicho valor. En la actualidad la disponibilidad de conversión, almacenamiento y procesamiento digital, permiten determinar el coeficiente de atenuación a partir de un ajuste matemático el cual no implica la subjetividad del operador. En este trabajo se utilizó esta variante en conjunto con el control automático de la frecuencia como se explica en la sección 6.4.2.

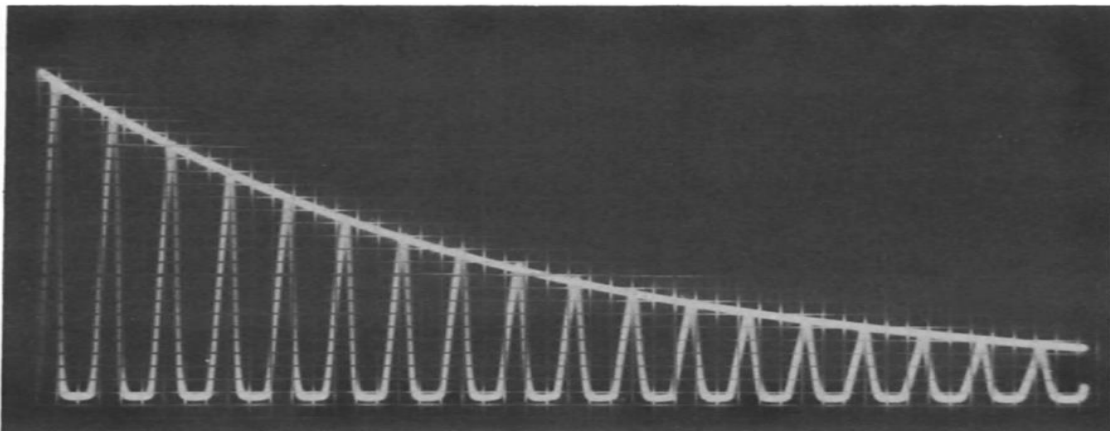


Figura 18. Envolvente de los pulsos ultrasónicos y su decaimiento exponencial debido a la atenuación [66].

Este método experimental es incompatible con transductores de ensayos no destructivos comerciales ya que los mismos presentan una serie de desventajas. Poseen un alto acoplamiento electromecánico por lo que extraen energía cada vez que interactúan con la onda. Utilizan placas de protección que generan una serie de reflexiones cuya interferencia aumenta la atenuación aparente. Al ser de banda ancha poseen un sustrato (*backing*) que posee la misma impedancia que el transductor por lo que gran parte de la energía de la onda se transmite hacia este y no vuelve al material [74].

5.1.2. Línea de retardo

Utilizar un transductor directamente acoplado a la probeta impone una restricción de uso en la frecuencia de resonancia y sus armónicos impares como se muestra en la Figura 19. Cuando el pulso llega a la interfaz probeta-acoplante-transductor, parte de la onda se refleja y parte de la onda se transmite. Una vez dentro del transductor el pulso se refleja nuevamente y vuelve a ingresar al material donde interactúa con la onda original dando lugar a interferencias. Si la frecuencia utilizada no corresponde a la de resonancia se darán

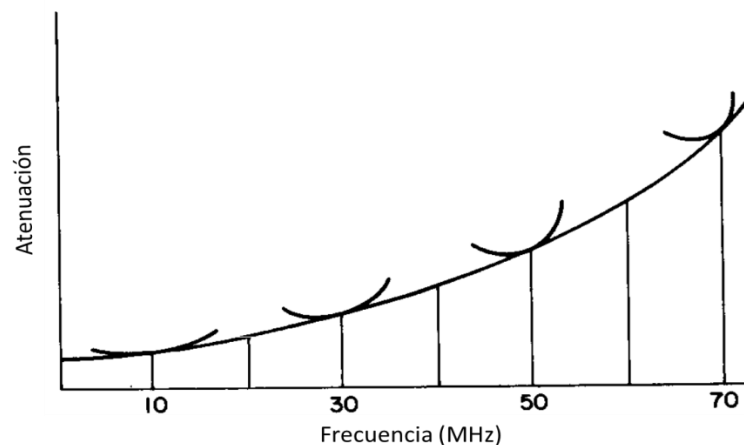


Figura 19. Efecto de la frecuencia de resonancia sobre la atenuación en el método por contacto directo. Se muestra un ejemplo para una resonancia de 10 MHz y sus armónicos impares [66].

interferencias destructivas que mostraran una atenuación mayor a la real, en cambio si la longitud de onda es igual al doble del espesor de transductor (resonancia), el pulso se desfazará un período dando lugar a una interferencia aditiva, minimizando el efecto sobre la atenuación. Lo mismo sucede para armónicos impares de la fundamental.

Si en cambio, se interpone una línea de retardo entre el transductor y el espécimen, se elimina la restricción de utilizar al transductor en la frecuencia de resonancia. Dada una línea de retardo cuyo tiempo de vuelo de ida y vuelta es mayor que la duración del pulso y que varios tiempos de vuelo de ida y vuelta en el espécimen, entonces el pulso enviado por el transductor puede realizar varias reverberaciones dentro del espécimen. De esta forma entre cada eco de la línea de retardo se observa el tren de pulsos correspondiente al material como se muestra en la Figura 20. En esta configuración el tren de pulsos es convertido en señal eléctrica antes que ocurra interferencia, de forma que se puede medir en todo el rango útil del transductor. Por esta razón para esta aplicación se suelen utilizar transductores amortiguados y de alto acoplamiento mecánico que permiten extender el ancho de banda alrededor de la resonancia.

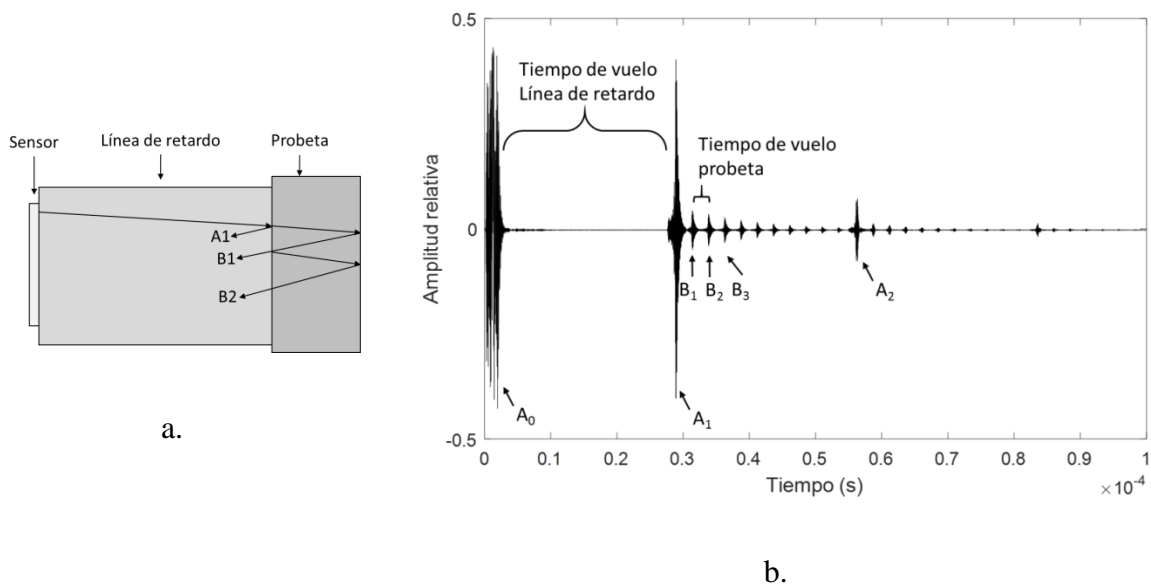


Figura 20. **a.** Esquema de un transductor con línea de retardo. **b.** Pulsos ultrasónicos obtenidos con una línea de retardo, de esta manera se pueden medir los pulsos de la probeta sin interferencia.

La desventaja de este método reside en que, a diferencia del cuarzo, la línea de retardo extrae energía de la onda en cada reflexión, produciendo una atenuación medida mayor a la real. Esto requiere que se considere el coeficiente de reflexión a partir de la reflexión A1 (interfaz línea de retardo probeta) para poder corregir las pérdidas aparentes. La amplitud de los ecos A_1 , B_1 y B_2 se describen por:

$$A_1 = R \quad \text{Ec. 43}$$

$$B_1 = (1 - R^2)e^{-2\alpha l} \quad \text{Ec. 44}$$

$$B_2 = R(1 - R^2)e^{-4\alpha l} \quad \text{Ec. 45}$$

Las ecuaciones para encontrar el coeficiente de atenuación descritas en la sección 6.4.3 se aplican a este caso particular a través de la siguiente forma:

$$R = \sqrt{\frac{\frac{A_1 B_2}{B_1}}{1 + \frac{A_1 B_2}{B_1}}} \quad \text{Ec. 46}$$

$$\alpha = \frac{\ln\left(\frac{R A_1}{B_2}\right)}{2l} \quad \text{Ec. 47}$$

Se observa que el coeficiente de atenuación debe ser corregido por el coeficiente de reflexión en la interfaz.

5.1.3. Fuentes de error

El método experimental tiene diversas fuentes de ‘pérdidas’ que generan una atenuación mayor a la intrínseca del material y deben ser minimizadas en cuanto se pueda. Entre ellas se destacan las siguientes.

- No paralelismo de la probeta

Si las caras de la probeta no son perfectamente paralelas, la onda se refleja con un ángulo y luego ingresa al transductor con el mismo ángulo. Dado que el transductor es un sensor sensible a la fase, se producirá interferencias que modificarán la señal deformando el decaimiento de los ecos. En la Figura 21 se observa el efecto de la inclinación de una cara en su reflexión especular.

Para disminuir este fenómeno, todas las probetas deben ser pulidas de forma de que sus caras sean lo más paralelas posibles. En este trabajo se utilizó un tornillo de pulido desarrollado en [26] el cual permite obtener paralelismos mejores que $0,03^\circ$. Se incluye mayor detalle de este paso en la sección 6.1.4.

La atenuación en exceso β (dB/s) puede ser estimada a partir de la Ec. 48 [66].

$$\beta = \frac{8,68\pi^2 f^2 \theta^2 a^2 n}{vL} \quad \text{Ec. 48}$$

Donde f es la frecuencia, θ es el ángulo entre las caras, a es el radio del transductor, n es la cantidad de ecos utilizada en la medición, v es la velocidad y L el espesor de la probeta.

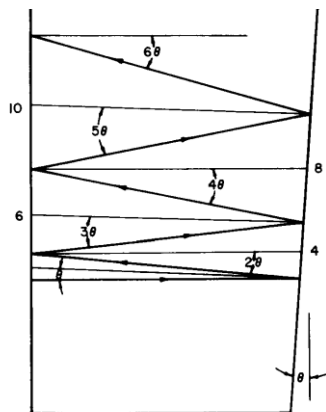


Figura 21. Efecto del no paralelismo en la reflexión de las ondas ultrasónicas [66].

- Efectos de borde de las paredes de la muestra

Si la onda interactúa con el borde de la probeta la onda puede sufrir conversión de modo de forma tal que parte de ella cambie su naturaleza de propagación produciendo interferencias indeseables (Ver Figura 22). De igual manera puede darse el fenómeno de onda guiada por el cual se propagan más de un modo en simultáneo. Para evitar esto se debe utilizar un transductor cuyo diámetro sea de varias veces superior a la longitud de onda requerida para la resonancia, pero también debe ser menor que un lado de la probeta. Además se deben utilizar geometrías distintas; en este trabajo se utilizaron transductores circulares y probetas de sección cuadrada.

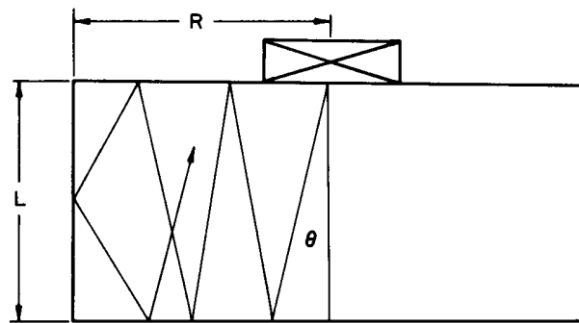


Figura 22. Las reflexiones en las paredes laterales de la muestra pueden interferir en la medición directa.

- Pérdidas en la capa acoplante

La capa acoplante afecta directamente la medición de atenuación, y a diferencia del desfase que introduce en la medición de velocidad, no puede corregirse. La capa acoplante actúa como un filtro pasabanda y cuanto menor sea el espesor, mayor es su ancho de banda [66]. Por esta razón se debe tener especial cuidado en la adhesión del transductor a la probeta, buscando minimizar el espesor dicha capa.

- Difracción

A partir del principio de Fresnel-Huygens cualquier frente de onda puede describirse como la superposición de infinitas fuentes puntuales. Cuando un frente de onda plano atraviesa una apertura de tamaño comparable a la longitud de onda, se generan nuevas fuentes puntuales en los bordes que interactúan con la onda original modificando la propagación de la misma. El campo acústico producido por un transductor ultrasónico, se puede aproximar por la sumatoria de infinitas fuentes puntuales en una superficie finita, por lo que producirá un patrón de difracción.

Una onda plana que se transmite en un medio sin pérdidas entrega igual potencia por unidad de área (intensidad) en todo su recorrido. Si, por el contrario la onda tiene un patrón de difracción, la intensidad decae con la distancia a medida que crece la superficie del frente. En conclusión, la difracción en las mediciones de ultrasonido trae como resultado la disminución de la intensidad acústica y el incremento de la atenuación aparente.

En la Figura 23 se muestra el cálculo de un patrón de difracción para un transductor finito en un medio semi-infinito, isotrópico y homogéneo. Se observa un campo cercano (zona de Fresnel) donde existen picos y valles producidos por la difracción y un campo lejano (zona de Fraunhofer) donde el decaimiento es monótono. Más detalles sobre el cálculo del mismo se incluyen en la sección 10.8 del anexo.

Si se desea conocer el valor absoluto de atenuación en un medio, como por ejemplo en la caracterización de monocristales, es necesario corregir la atenuación agregada por difracción. Si por otro lado el experimento es comparativo, es decir que se buscan cambios de atenuación en función de otra variable, entonces la corrección puede ser obviada [75]. En este caso, dada la naturaleza geométrica del fenómeno, todos los parámetros geométricos (espesor y diámetro del transductor y espesor de la probeta, etc.) deben mantenerse constantes.

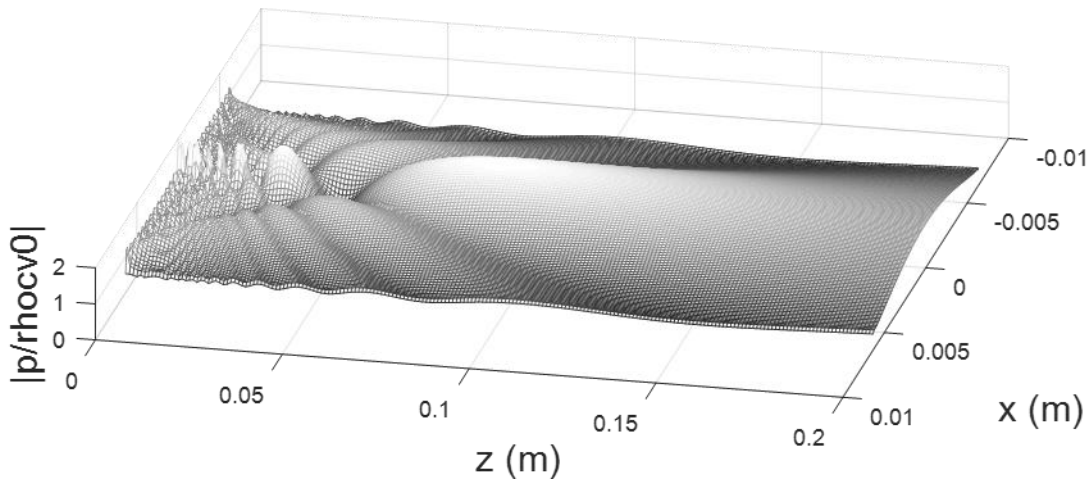


Figura 23. Cálculo de un patrón de difracción para un transductor finito en un medio semi-infinito, isotrópico y homogéneo.

El modelo de difracción para ondas acústicas en medios isotrópicos e infinitos fue resuelto en [76]. Posteriormente se extendieron los resultados para monocristales anisotrópicos con simetría de tercer, cuarto y sexto orden [77]. Sin embargo, no existen modelos de difracción para medios policristalinos anisótropos, por lo que dicha corrección no es directamente aplicable en el presente trabajo.

Igualmente, con el fin de estimar el orden de magnitud del error introducido, se realizó la corrección de difracción haciendo la suposición de que el medio policristalino es isótropo de acuerdo a [76] (ver Figura 24).

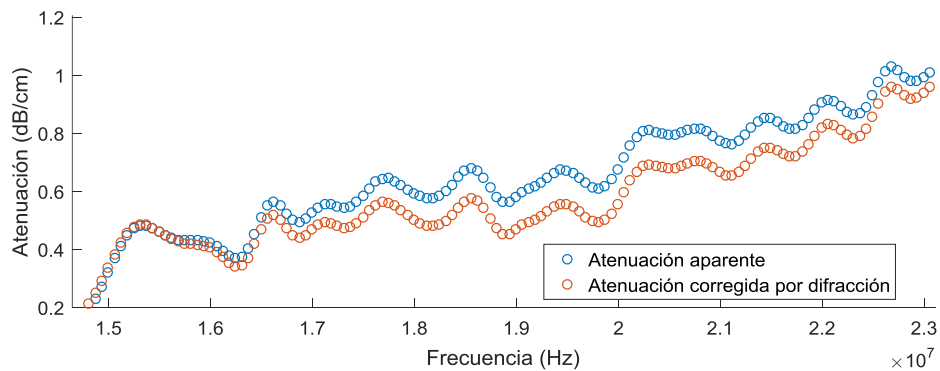


Figura 24. Corrección de la difracción considerando un medio isotrópico.

5.2. Velocidad

El fundamento de estos métodos radica en medir el tiempo de vuelo de una onda plana ultrasónica a través de una probeta (espécimen, muestra) de espesor conocido y a partir de estos datos calcular la velocidad de fase de la onda emitida. Luego, utilizando la ecuación de ondas se puede relacionar la velocidad calculada con las constantes elásticas del medio donde ocurre la propagación como se mostró en la sección 4.2.2.

Partiendo del tren de pulsos obtenido con el sistema de pulso eco descrito en 5.1, se debe buscar el tiempo de vuelo entre ecos sucesivos. Para ello existen diversos métodos que se describen a continuación.

5.2.1. PEO (Solapamiento Pulso-Eco)

La técnica de solapamiento de pulso (Pulse Echo Overlap Method PEO) ([78] [79], [80]) busca encontrar el tiempo de vuelo aparente a partir de solapar dos ecos sucesivos electrónicamente (pantalla del osciloscopio o en formato digital) es decir sin interacción de pulsos en el material. Para esto se alimenta el disparo del eje x con una onda cuadrada cuyo período sea aproximadamente el tiempo de vuelo buscado. La frecuencia de disparo del pulsador es una fracción de la frecuencia de barrido y están sincronizadas. De esta manera, el primer eco se muestra en el primer barrido de la pantalla y el segundo eco con el siguiente barrido de forma que se observan superpuestos, ver Figura 25. El ajuste fino de la frecuencia del barrido logra la superposición exacta de dos ecos consecutivos, pero nuevamente hay casos en los que esto no resulta sencillo ya que no siempre se evidencia cuál es el ciclo correcto de solapamiento. Dado que este ajuste es manual, el proceso no es automatizable. La precisión del método es de aproximadamente 0.01 el período de la frecuencia de medición. Para 30MHz es de 0,33 ns. Para una probeta de 5 mm y velocidad longitudinal de 5000 m/s significaría un error de 0,75 m/s. La exactitud del método es de aproximadamente 0,015 el período de la frecuencia de trabajo habiendo corregido los efectos de la difracción y de la capa acoplante [81].

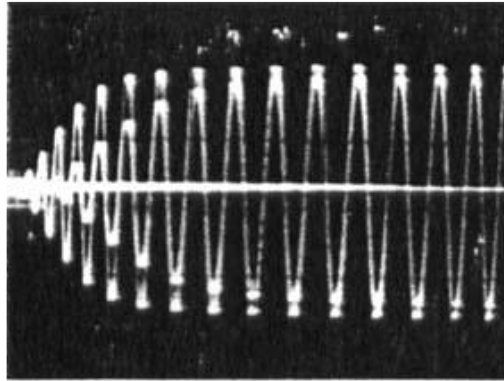


Figura 25. Ejemplo de solapamiento de ondas en la pantalla del osciloscopio [79].

5.2.2. PE por Correlación Cruzada

La capacidad de digitalizar y almacenar señales ha permitido la introducción de métodos de procesamiento digital de señales para determinar el tiempo de vuelo entre dos pulsos. Ejemplos de esto son la transformada de Hilbert, la correlación cruzada, el método de pendiente de fase (*phase slope method*), el Cepstrum y onditas entre otros. En este trabajo se utilizó la correlación cruzada por que ha demostrado excelente precisión [82] [83].

El procedimiento es similar al PEO, en donde un generador de pulsos alimenta un transductor el cual emite un pulso en una probeta y a su vez recibe los ecos y los transforma en una señal eléctrica. Dicha señal eléctrica es pre-amplificada y enviada a un dispositivo digital (osciloscopio, placa de pc) el cual pueda almacenar señales. Esto da como resultado una señal digital en la cual se observa un tren de pulsos separados en la distancia temporal correspondiente al tiempo de vuelo aparente (ToFa). Mediante un programa que permita manipular datos se seleccionan dos ecos sucesivos para realizar la correlación cruzada entre los mismos.

La correlación cruzada para señales discretas R_{xy} ¹, descrita en la Ec. 49, mide la similitud entre las señales $x[n]$ (pulso ultrasónico) e $y[n]$ (el pulso luego de una o más reflexiones dentro de la probeta) en función del parámetro de desplazamiento m (proporcional al tiempo de vuelo). Para aquel valor de m en que el producto de x e y sea mayor (mayor correlación) corresponderá al solapamiento de los pulsos, y por lo tanto al tiempo de vuelo (ToF).

$$R_{xy}[m] = \sum_{n=-\infty}^{\infty} x[n]y[m+n] \quad \text{Ec. 49}$$

Si bien este método elimina la subjetividad del operador para decidir el solapamiento exacto entre pulsos que ocurre con el PEO, se ha observado que en algunos experimentos la correlación cruzada tampoco logra determinar unívocamente el solapamiento correcto [84]. Es decir que tanto con el PEO como con la correlación cruzada se pueden cometer errores al seleccionar el período correcto de solapamiento. Para esta determinación existe otro criterio denominado “ Δt ” de McSkimin [85] que permite solucionar los problemas previamente planteados, el cual se detalla en una próxima sección.

5.2.3. Desfasaje por efecto de la capa acoplante y pulso correcto de solapamiento

La capa acoplante introduce un desfasaje temporal en el tiempo de vuelo medido. Este error depende del espesor de la capa, el cual cambia cada vez que se prepara la medición, disminuyendo la repetitividad del experimento. El “criterio Δt ” de McSkimin permite determinar de forma inequívoca el ciclo correcto de solapamiento de ecos sucesivo y además permite corregir el desfasaje introducido por la capa acoplante.

¹ Podría pensarse que la correlación corresponde a la señal (pulso de ultrasonido) con si misma luego de una o más reflexiones dentro del material, en cuyo caso la definición correcta sería la autocorrelación. Por el uso que se da en la literatura específica de la técnica Pulso –Eco se mantendrá el término correlación cruzada o simplemente correlación.

Dado un transductor cuyo espesor es de media longitud de onda en su frecuencia de resonancia, una capa acoplante de espesor finito, y una probeta con una cara libre, el tiempo de vuelo medido se separa del tiempo de vuelo real en función de la frecuencia:

$$ToFa = ToF - \frac{p\gamma}{360f} + \frac{n}{f} \quad \text{Ec. 50}$$

donde:

ToFa: tiempo de vuelo aparente [s]

ToF: tiempo de vuelo real entre ecos sucesivos [s]

p: cantidad de ecos (viajes de ida y vuelta que realiza la onda)

γ : ángulo de fase introducido al atravesar la capa de acoplante

f: frecuencia de la medición [Hz]

n: cantidad de ciclos de error de solapamiento

Estimando el espesor de acoplante se debe calcular el desfase γ para la frecuencia de resonancia y para una frecuencia de 0,9 veces la de resonancia. Luego se realiza una medición a estas frecuencias y se introducen los valores en la Ec. 50. Si el ciclo de solapamiento seleccionado es correcto, entonces el cambio de tiempo de vuelo medido *T* debe ser cercano al valor calculado, si no lo es, entonces se debe sumar o restar *n* períodos de la frecuencia de resonancia hasta minimizar el error. De esta manera el ciclo de solapamiento que mejor ajuste al cálculo servirá para determinar el solapamiento perfecto (*n* =0). Además, si se conocen con exactitud los parámetros del modelo es posible determinar el espesor de acoplante, lo que permite conocer el tiempo de vuelo real *ToF*. En resumen, este método permite determinar el ciclo correcto de solapamiento y permite corregir el desfase producido por la capa acoplante.

En este trabajo se aplicó este criterio, pero utilizando un mayor número de mediciones en el entorno de la resonancia a partir del control automático de la frecuencia. Además, en lugar

de realizar el cálculo de forma manual se ajustó el modelo de línea de transmisión a partir de un ajuste no lineal. Estas medidas fueron tomadas para optimizar la corrección del desfase introducido por la capa acoplante y reducir la variabilidad que introduce este fenómeno [84]. Mayor detalle sobre este procedimiento se incluye en la sección 10.3 del Anexo.

6. MÉTODO EXPERIMENTAL

6.1. Preparación de probetas

Para la preparación de las probetas se utilizó una barra de una aleación Zry-4 laminada en frío y recocida a 700°C producida por Wah Chang. Su sección es de 23x10 mm y su composición es de Sn 1,55, Fe 0,21, Cr 0,11, O 1180 ppm (mg/Kg). Su contenido inicial de hidrógeno es de 15 ± 5 ppm. Su microestructura es de granos equiaxiales uniformemente distribuidos y de tamaño ASTM 10, o 11 μm de diámetro, como se muestra en la Figura 26. Las direcciones principales de la barra se indican como R o RD que significa la dirección de laminación (Rolling Direction), la dirección T o TD que es una dirección transversal a la de laminación, y la dirección N o ND que corresponde a la normal a la barra.

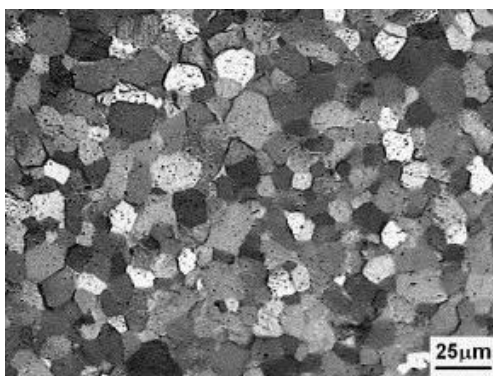


Figura 26. Microestructura de la barra de Zry4 tal como se recibió [26].

Se utilizaron dos tipos de probetas extraídas de la misma barra, unas ya preparadas, provenientes de un trabajo previo [26] y otras preparadas para este trabajo en particular. En la Figura 27 se muestran las imágenes de los dos tipos de probetas a las que llamaremos paralelepípedos (las ya preparadas) y cubos (las nuevas), con sus respectivas dimensiones.

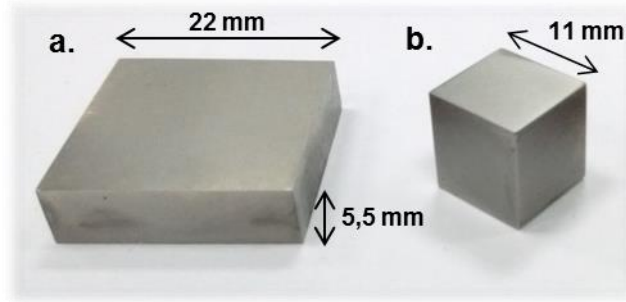


Figura 27. Probetas de Zry4 utilizadas en el trabajo. **a.** Paralelepípedo de sección cuadrada, previamente preparadas [26]. **b.** Cubos, preparados para este trabajo.

Las nuevas probetas fabricadas se pensaron para poder medir en tres direcciones ortogonales de la barra y poder evaluar en forma independiente el efecto del contenido de hidrógeno, de la textura y de la morfología de hidruros, sin afectar otras características del material como tamaño de grano, cristalografía de hidruros y composición química.

Se prepararon 10 probetas cúbicas de aproximadamente 11 mm de lado con cinco contenidos de hidrógeno diferente, dos morfologías de hidruros y tres direcciones de medición (cada dirección con distinta textura), dando un total de treinta combinaciones de medición.

La preparación de los cubos se hizo de acuerdo a los siguientes pasos:

- Se realizaron 5 cortes consecutivos de la barra con los que se obtuvieron cinco paralelepípedos rectangulares con la misma sección que la barra y un espesor de 11 mm. Se ha observado que durante el proceso de laminado la textura puede variar a lo largo de la barra. Por esta razón se tuvo la precaución de utilizar material del mismo sector de la barra evitando cortar probetas de sectores alejados entre sí, y también de los extremos.
- Se realizaron cargas de H (más detalles en la siguiente sección) para cuatro de los paralelepípedos, dejando una probeta sin H agregado, es decir sólo con el contenido de H inicial. Igualmente se le realizó un tratamiento térmico equivalente a la probeta

sin H agregado para evitar variar el estado de tensiones. De esta forma se obtuvieron 5 contenidos distintos de H agregado (0, 46, 76, 97 y 195 ppm).

- Luego se cortó cada paralelepípedo en dos obteniendo 10 cubos de 11mm de lado.
- Se realizó un tratamiento térmico de enfriamiento rápido mediante el cual se buscó precipitar hidruros más pequeños que en el tratamiento usual. De las diez probetas sólo se trataron cinco, de forma de tener todos los contenidos de H con ambos tratamientos.
- Se caracterizaron los resultados mediante metalografías ópticas y difracción de rayos X.
- Por último se pulieron las probetas a caras paralelas y hasta una granulometría 2500 ANSI o grano $< 1 \mu\text{m}$. Para esto se utilizó un tornillo de pulido que logra paralelismos mejores a 0.03° .

La nomenclatura de las probetas responde a la forma US-X-Y, en donde US responde a UltraSonido, la X va de 0 hasta 4 y corresponde a distintos valores de hidrógeno agregado y la posición Y puede ser N o T, siendo N el enfriamiento lento en la formación de los hidruros, y T el enfriamiento rápido. En la Figura 28 se resume esquemáticamente el proceso de preparación de las probetas cúbicas.

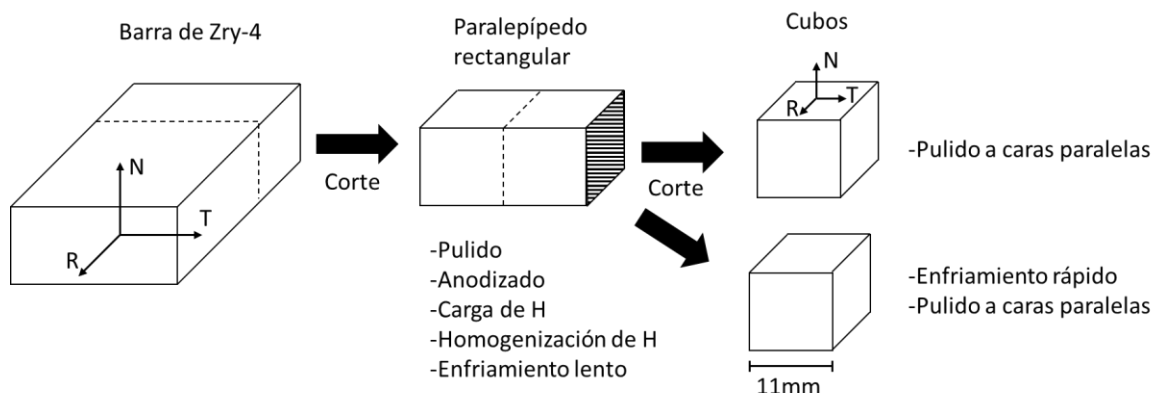


Figura 28. Proceso de preparación de las probetas cúbicas para las mediciones de ultrasonido.

6.1.1. Carga de hidrógeno

En ensayos de laboratorio, los métodos de hidruración más comunes son por carga gaseosa o por carga catódica. En este trabajo se utilizó carga gaseosa, por ser una técnica que permite medir con precisión la concentración del hidrógeno ingresado en la muestra, tal como lo demostraron los resultados obtenidos durante una intercomparación liderada por la Agencia Internacional de Energía Atómica (AIEA) [53]. Dicha precisión de carga permite independizarse de la medición posterior de hidrógeno.

La carga gaseosa se realizó en un equipo tipo Sievert, que consta de una cámara tubular de cuarzo conectada a un sistema de vacío y una fuente de hidrógeno, dentro de la cual se introducen las muestras a cargar. Estas son calentadas mediante un horno eléctrico deslizable. El vacío dentro de la cámara se obtiene mediante una bomba mecánica y una turbomolecular (de 10^{-3} y 10^{-7} Torr, respectivamente) y el hidrógeno a partir de un tubo de gas de 99,999% de pureza. La temperatura dentro de la cámara es medida mediante una termocupla tipo K, mientras que la presión de gases con un medidor de rango 0-500 Torr. Los datos de temperatura y presión son registrados en forma digital o bien gráfica en papel. La Figura 29 muestra un esquema del equipo empleado.

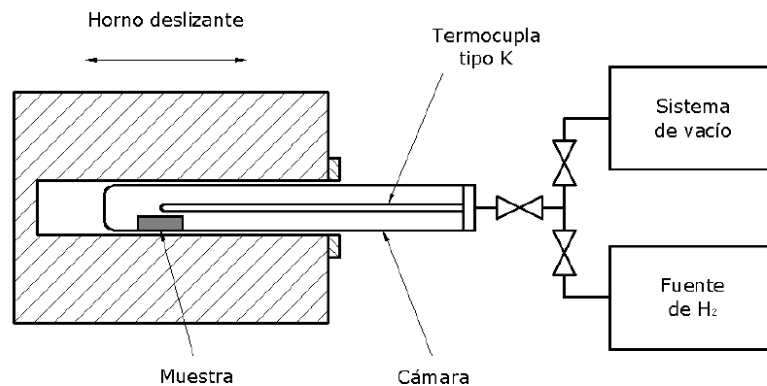


Figura 29. Esquema del sistema tipo Sievert para realizar la carga gaseosa de H a las muestras.

Los pasos consecutivos para realizar una carga son los siguientes:

- Se pule la probeta (paralelepípedo rectangular de la Figura 28) para eliminar rayas que modificando la energía superficial pudieran provocar adsorción inhomogénea de hidrógeno.
- Se le realiza un anodizado a las superficies, sumergiendo a la probeta en una solución 3% de ácido sulfúrico en agua y aplicándole un potencial de +30V con respecto al cátodo. De esta forma se crece una capa de óxido superficial que actúa como barrera al ingreso de H. Luego se quita el óxido en las caras normales a la dirección tangencial para favorecer el ingreso de hidrógeno preferencialmente por dichas caras y lograr una distribución más homogénea del hidrógeno.
- Se limpia la probeta con tricloroetileno, se pesa en una balanza de precisión y finalmente se introduce al tubo de cuarzo.
- Se introduce la muestra a cargar en la cámara y se realiza vacío dinámico a aproximadamente 400 °C durante 10 minutos para evacuar la mayor cantidad de impurezas que pudieran existir dentro de la misma.
- Se llena la cámara con hidrógeno en forma estanca a temperatura ambiente y a una presión del orden de los 400 Torr.
- Se introduce el tubo en el horno y se calienta la muestra hasta una temperatura cercana a los 400 °C. Durante este calentamiento el hidrógeno comienza a ingresar a la muestra.
- Una vez alcanza la presión deseada, la muestra se enfría en el tubo, fuera del horno, hasta temperatura ambiente.
- Considerando al hidrógeno como un gas ideal y conociendo la presión del gas en la cámara, el volumen de la cámara y de la muestra a temperatura ambiente antes y después del proceso de carga, se calcula la cantidad de hidrógeno que ingresó en el material a partir de la ecuación de los gases ideales [86].

El hidrógeno introducido a la muestra no logra difundir y homogeneizarse durante el proceso de la carga por lo que es necesario un tratamiento de difusión posterior que genere su homogenización en toda la muestra. Para esto se vuelve a generar vacío en la cámara y se introduce nuevamente en el horno por un tiempo que se calcula a partir del coeficiente de

difusión de hidrógeno en la aleación y del camino cuadrático medio de penetración deseado. Se tuvo en cuenta además que la temperatura de difusión no generara la recristalización de los granos de la muestra. Se seleccionó un tratamiento de 450°C durante 24 hs para la homogeneización del hidrógeno en las probetas. Por otro lado, la posibilidad de desorción de hidrógeno de la muestra es despreciable, debido a que las presiones de equilibrio a esas temperaturas son muy bajas ($\sim 1 \times 10^{-3}$ Torr) [87].

6.1.2. Velocidad de enfriamiento y caracterización de hidruros

Luego del tratamiento de homogeneización la probeta se enfría dentro del horno. Esto implica una velocidad de enfriamiento lenta (aproximadamente 1°C/min) que da lugar a la precipitación de hidruros delta y que se observan macroscópicamente como líneas oscuras en las metalografías, estos son los hidruros típicos que se observan en los componentes de los reactores nucleares. Con el objetivo de modificar la morfología macroscópica de los hidruros precipitados, se corta a la mitad a la probeta paralelepípeda de forma de obtener dos cubos con el mismo contenido de hidrógeno. Luego se reintroduce uno de ellos a la cámara, se genera vacío y se vuelve a llevar a una temperatura tal que los hidruros se disuelvan su totalidad. Posteriormente se retira la cámara del horno y se hace un enfriamiento asistido (rociando agua en el exterior del tubo) que hace aumentar la velocidad de enfriamiento. Los cálculos de la velocidad de enfriamiento se hicieron aproximando una recta (línea punteada en el gráfico) a las curvas medidas, en el rango de temperaturas en donde se sabe que estará la temperatura de precipitación según las curvas de SST en enfriamiento (Ver capítulo 3). Se obtuvo una velocidad de 1°C/min para el enfriamiento lento y una de 300°C/min para el enfriamiento rápido. Los registros digitalizados fueron tomados por un adquisidor de datos y un programa realizado ad-hoc en Visual Basic. Más detalles se incluyen en la sección 10.4 del anexo. Dichos registros se incluyen en la Figura 30.

El resultado que se observa luego del enfriamiento rápido (muestra T), es que los hidruros macroscópicos están distribuidos más homogéneamente y pierden la alineación respecto de

una muestra con el mismo contenido de H pero enfriada más lentamente (muestra N), como se puede observar en la Figura 31.

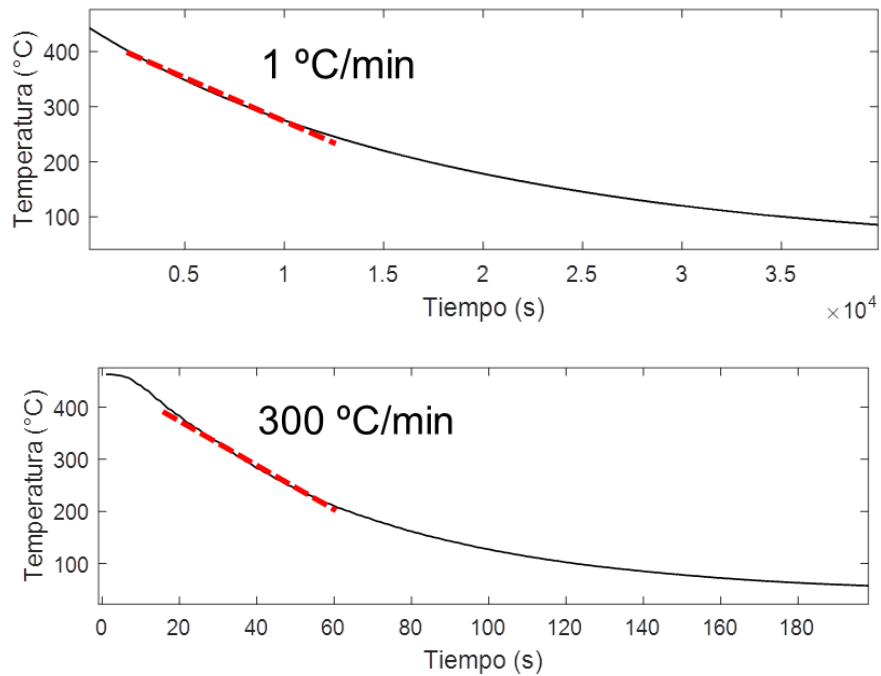


Figura 30. Curvas de enfriamiento. Superior. Enfriamiento “lento” (1 °/min) denominado tratamiento N. Inferior. Enfriamiento “rápido” (300 °/min) denominado tratamiento T.

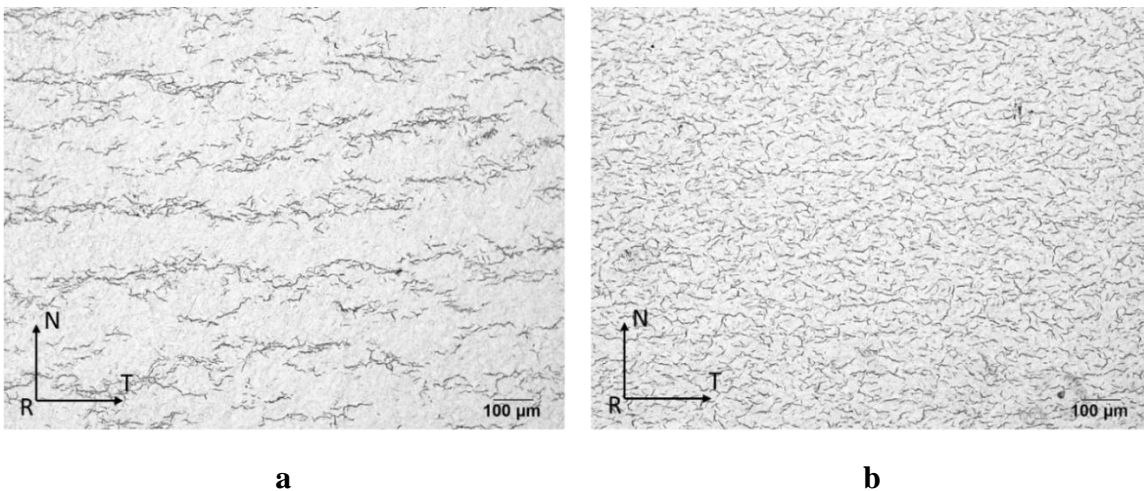


Figura 31. Metalografías para distintos enfriamientos. **a.** enfriamiento lento N (~1 °C/min). **b.** enfriamiento rápido T (~300 °C/min).

Otro aspecto a tener en cuenta con la velocidad de enfriamiento es el efecto sobre la cristalografía de los hidruros precipitados. Se sabe que aumentando la velocidad de enfriamiento hay una tendencia a precipitar hidruro γ en lugar de δ [88]. Para evaluar si la velocidad de enfriamiento modifica al tipo de hidruro precipitado se hicieron dos difractogramas de rayos-X, uno sobre una muestra enfriada lentamente y otro sobre la misma enfriada rápidamente. Los difractogramas se muestran en la Figura 32, y se observa que no cambia el tipo de hidruro precipitado, en los dos casos es de tipo δ . Las mediciones de difracción de rayos-X se hicieron en un difractómetro de la División Difracción de Rayos X, Gerencia Materiales-GAEN-CAC, marca Empréan Modelo PANalytical con ánodo de Cu, pasos de $0,01^\circ$ de 2θ , 10 s de conteo por paso en un plano cuya normal coincide con la dirección normal (N) de la barra original.

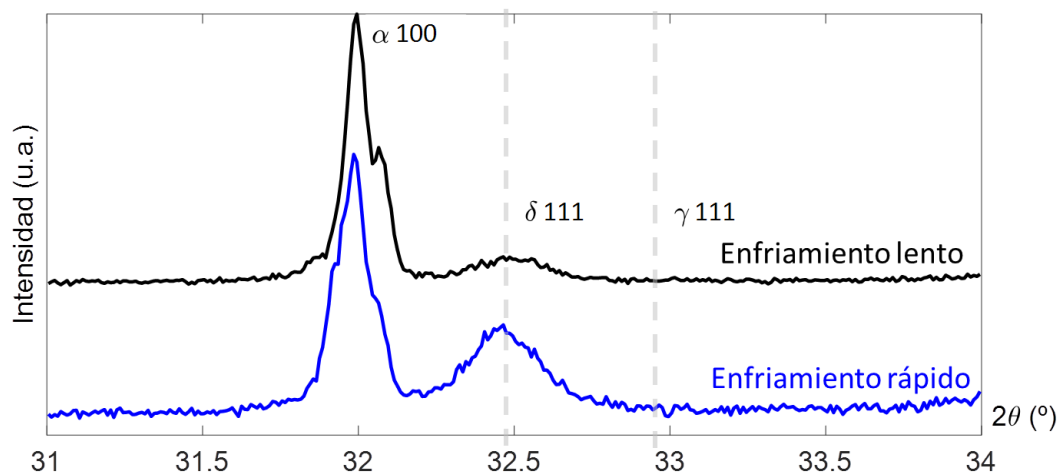


Figura 32. Difractogramas de una probeta enfriada con dos velocidades distintas.

Para completar la caracterización de las probetas con hidrógeno y los distintos enfriamientos se muestra en la Figura 33 un esquema de la barra con las direcciones principales y una metalografía por cara para una carga de hidrógeno de aproximadamente 100 ppm enfriada lentamente (US-3-N). Como se expresó en la sección 3.4 (ver Figura 12), los hidruros macroscópicos se precipitan como placas casi paralelas al plano basal del Zr,

y en este caso debido a las tensiones de la barra mantienen la orientación respecto de los planos basales.

A su vez, se observa en la Figura 34, que los hidruros macroscópicos precipitan siguiendo los bordes de grano, en las dos modalidades de enfriamiento.

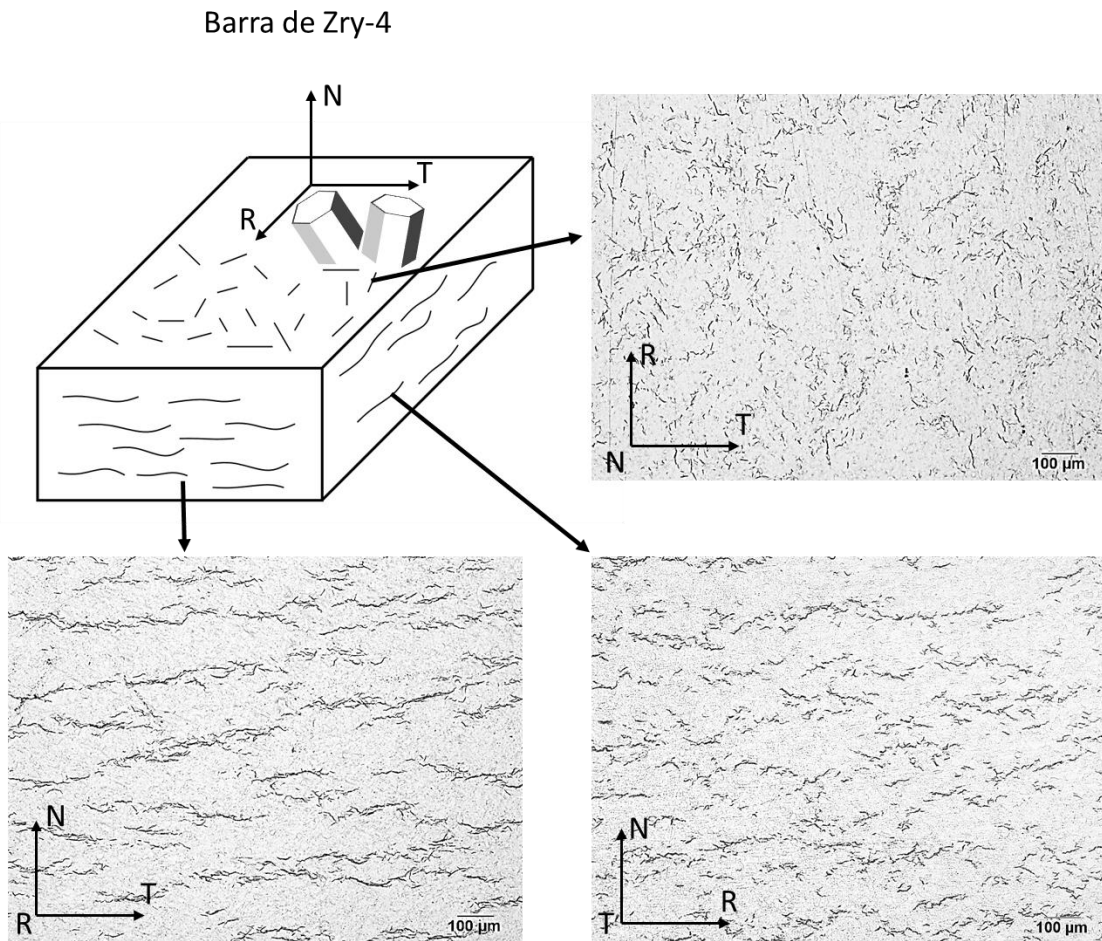
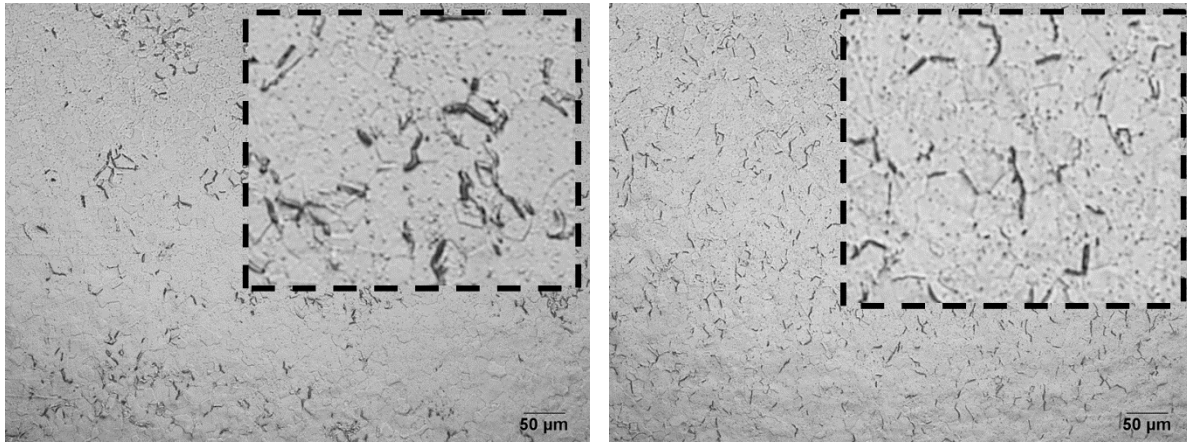


Figura 33. Metalografías de hidruros precipitados luego de enfriamiento lento en una muestra con una carga de aproximadamente 100 ppm (US-3-N), en tres caras ortogonales coincidentes con las direcciones principales de la barra laminada.

En la Figura 35 se muestra, con el objeto de comparar cualitativamente, dos metalografías de dos probetas con cargas de hidrógeno diferentes, en el mismo plano de observación y con la misma velocidad de enfriamiento. Las imágenes corresponden a la probeta US-1-N

con 46 ppm de H y la probeta US-4-N con 195 ppm de H agregado. Es fácilmente identificable la probeta con mayor contenido de hidrógeno con la simple observación de la metalografía.

Todas las metalografías tomadas a las probetas cúbicas, las tres direcciones y los dos enfriamientos se pueden consultar en la sección 10.9 del anexo.



US-3-N ND

US-3-T ND

Figura 34. Metalografías de hidruros precipitados en borde de grano en una muestra con una carga de aproximadamente 100 ppm (US-3), con las dos velocidades de enfriamiento.

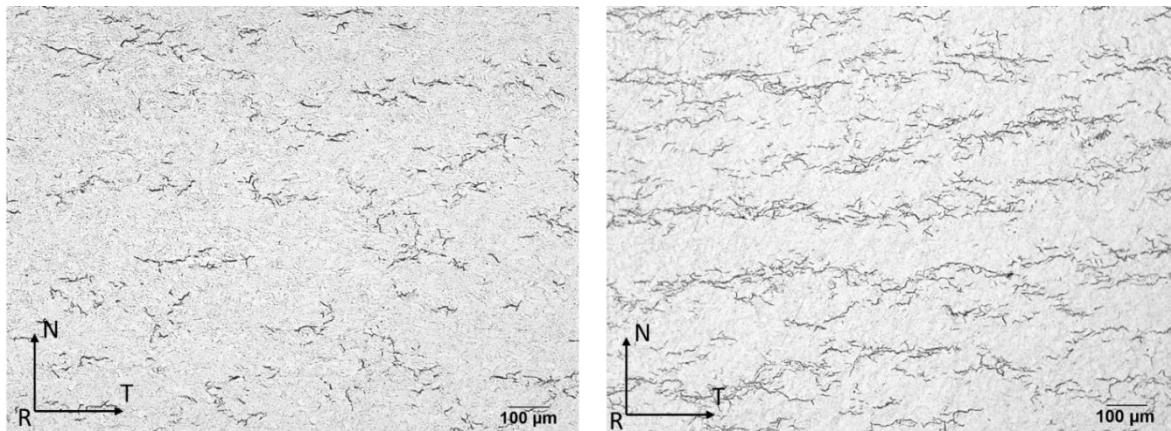


Figura 35. Metalografías de hidruros precipitados en dos probetas diferentes, US-1-N con 46 ppm a la izquierda y US-4-N con 195 ppm a la derecha, luego de enfriamiento lento.

6.1.3. Caracterización de textura

La última etapa de la caracterización consistió en la medición de la textura cristalográfica del material utilizado. Se evaluó el posible efecto de los distintos tratamientos térmicos a través de la medición de figuras de polos del plano basal 0002 de la matriz de Zr y del cálculo de los factores de Kearns. Todo se realizó en el difractor Empyrean de la División Difracción de Rayos X, Gerencia Materiales-GAEN-CAC.

En la Figura 36, se muestran dos figuras de polos, correspondientes al polo 0002 del Zr, para dos muestras con distinta velocidad de enfriamiento, idénticas a las realizadas para la precipitación de hidruros. Estas muestras no fueron hidruadas. Se observa que no hay cambio de textura apreciable entre una muestra y otra, y que la textura es la esperable para una barra laminada, es decir que los polos basales están orientados mayoritariamente hacia la dirección normal de la barra (ND), formando un ángulo de aproximadamente 30 ° tendientes a la dirección transversal (TD).

Finalmente se calcularon los factores de Kearns, ver Tabla 4, y el resultado reconfirma que la textura no cambia apreciablemente con los diferentes enfriamientos.

Tabla 4. Factores de Kearns de la barra de Zry-4 laminada con dos enfriamientos diferentes.

Barra Zry4 laminada	f_{ND}	f_{TD}	f_{RD}
Enfriada 1 °C/min desde 450 °C	0.693	0.232	0.076
Enfriada 300 °C/min desde 450 °C	0.669	0.262	0.070

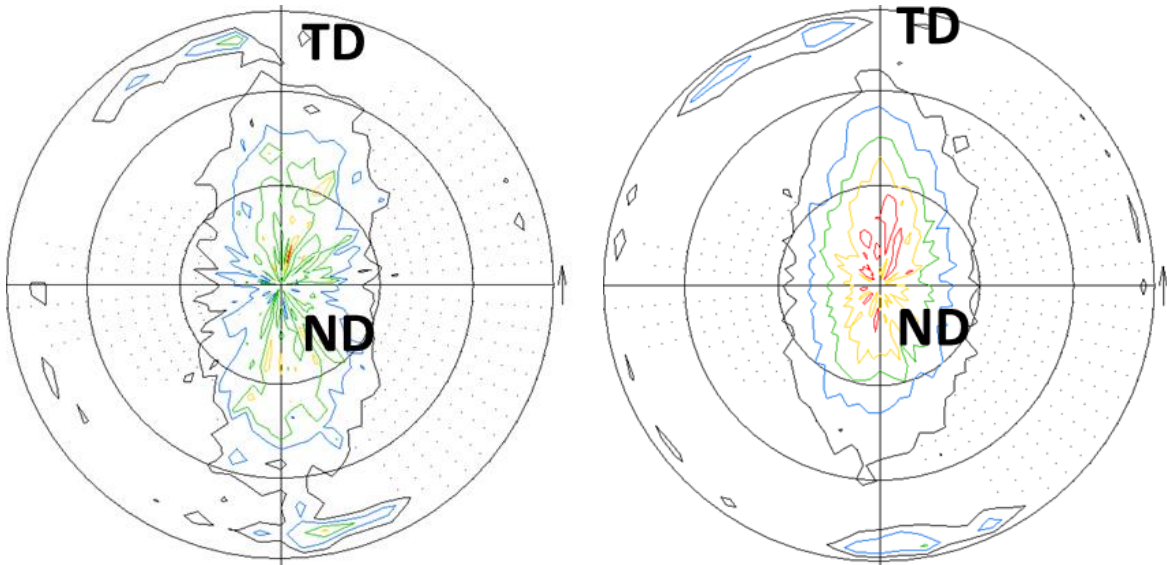


Figura 36. Figuras de polos 0002 de Zr para los dos tratamientos térmicos. Izquierda. Enfriamiento lento. Derecha. Enfriamiento rápido. No se observa cambio en la textura.

6.1.4. Pulido a caras paralelas

El paralelismo debe ser cuidado ya que puede incrementar la atenuación medida apartándola de la real, como se mencionó en la sección 5.1.3. En este trabajo se utilizó un tornillo de pulido desarrollado en [26] el cual posee dos caras paralelas una de las cuales es regulable. En esta se adhiere la probeta utilizando una pequeña gota de cianocrilato y luego se procede al pulido mecánico. Este dispositivo permite obtener paralelismos mejores que 0.03° . Una imagen del mismo se incluye en la Figura 37.

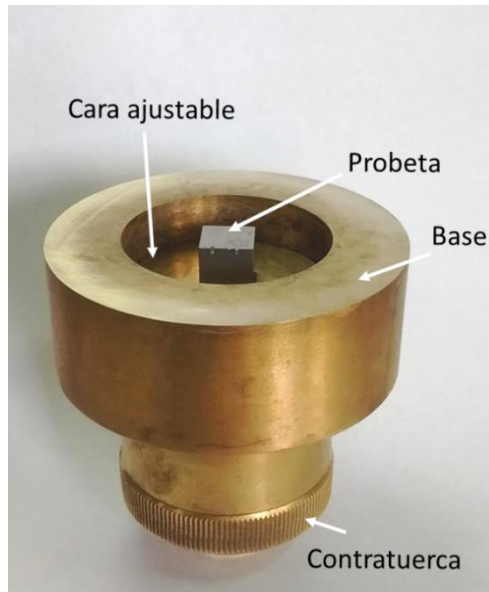


Figura 37. Tornillo de pulido a caras paralelas.

6.1.5. Medición de espesor

La medición de espesor de las probetas debe realizarse con detenimiento ya que repercute directamente en los resultados de velocidad y atenuación. Es decir que la incertidumbre de esta medición se propaga a todas las demás.

Se utilizó un micrómetro Mitutoyo 293-821 calibrado por el Laboratorio de Calibración de Instrumentos de Medición de la Comisión Nacional de Energía Atómica que cuenta con el aval del Organismo Argentino de Acreditación. En el informe de calibración se detalla que el instrumento no presenta errores de indicación en todo su rango útil, y que su incertidumbre expandida es de $1\ \mu\text{m}$, (obtenida a partir de multiplicar la incertidumbre estándar combinada por el factor de cobertura $k=2$, el cual corresponde a una cobertura aproximada del 95%).

Sin embargo, al medir el espesor de forma manual se observó variabilidad en los valores obtenidos, que podrían ser resultado de: no colocar el instrumento en la misma posición, perder la referencia de escala del instrumento por la manipulación, partículas no deseadas,

etc. Por esta razón se colocó el instrumento fijo sobre una pieza de acrílico para facilitar la operación, se adosó un tope de acrílico para asegurar que el punto de medición siempre fuera el mismo, y además se mantuvieron limpias todas las superficies. Esta disposición se muestra en la Figura 38. De esta manera no se observó variabilidad de las mediciones por lo que la incertidumbre en la medición de espesor viene dada por la calibración del instrumento y es de $1\ \mu\text{m}$.

Por otro lado, las mediciones de ultrasonido se realizaron en una cámara térmica que mantiene la temperatura constante pero a mayor temperatura que la ambiente. Dado que dicha cámara funciona cerrada y no tiene acceso manual, las mediciones de espesor se realizaron a temperatura ambiente. Esta diferencia de temperatura trae aparejada una diferencia de espesor debido al fenómeno de expansión térmica. Dado el coeficiente de expansión térmica lineal del Zr de $5,9 \times 10^{-6}$ en el rango de 0 a $100\ ^\circ\text{C}$ [89], una temperatura inicial de $25\ ^\circ\text{C}$, una temperatura final de $35\ ^\circ\text{C}$ y un espesor promedio de 10 mm, la expansión lineal aproximada es de $0,6\ \mu\text{m}$. Se realizó el cálculo para cada probeta y se obtuvo el espesor a 35°C . En este cálculo se comete un error debido al hecho de que el coeficiente de expansión térmica depende de la textura [37], es decir que cada dirección tendrá una expansión diferente.



Figura 38. Esquema de medición de espesor.

6.1.6. Lista de probetas

A continuación, en las Tablas 5 y 6, se listan las probetas utilizadas en la medición, tanto las paralelepípedas como los cubos. En todas se informa el contenido de hidrógeno agregado y el espesor considerado para la medición de velocidad de fase.

Tabla 5. Probetas paralelepípedos de Zry4 preparadas en [26].

Identificación	Hidrógeno agregado (ppm)	Espesor (μm) $\pm 1 \mu\text{m}$
N1	0	5723
N2	0	5544
H1	13.6 ± 0.6	5773
H2	31.5 ± 1.4	5864
H3	60.5 ± 2.7	5819
H4	88.9 ± 4.0	5553
H5	107.0 ± 4.8	5872
H6	140.4 ± 6.3	5887
H7	170.6 ± 7.7	5544
H8	199.7 ± 9.0	5816
H9	304.5 ± 13.7	5915
H10	516.7 ± 23.3	5811

Tabla 6. Probetas cúbicas de Zry4.

Identificación		Hidrógeno agregado (ppm)	Espesor (μm) $\pm 1 \mu\text{m}$		
			ND	TD	RD
US-0	N	0	10103	10353	10307
	T		10084	10284	10265
US-1	N	46 \pm 4.3	9826	9905	10520
	T		9861	10406	10472
US-2	N	76 \pm 4.2	9848	10109	10429
	T		9921	10416	10384
US-3*	N	97 \pm 9	9853	10538	10374
	T		9794	10498	10283
US-4 ⁺	N	195 \pm 4.2	9735	10214	10173
	T		9865	10170	9849

*La carga de la probeta US-3 se realizó en dos etapas lo que explica que la incertidumbre en su contenido de H agregado sea de aproximadamente el doble que en las otras probetas.

⁺En la probeta US-4 se detectó luego del tratamiento de homogeneización que dos esquinas se habían roto, ver Figura 39. Luego de una observación metalográfica se observó que todavía quedaban hidruros masivos que no se llegaron a homogeneizar completamente. Esto implica que el valor informado en la tabla es menor en el volumen de la muestra, pero no se puede cuantificar metalográficamente. Aún así comparativamente se observa que las probetas US-4 tienen mucho más hidruro que el resto.

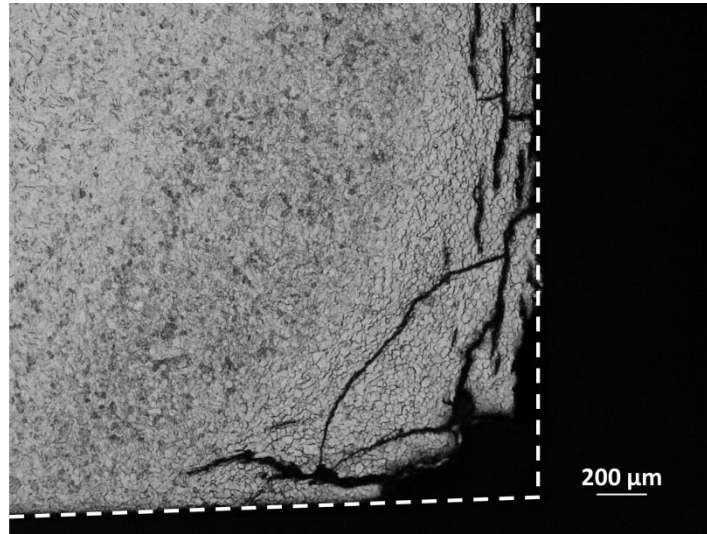


Figura 39. Metalografía de la probeta US-4, en donde se observa una esquina rota por la presencia de hidruros que fueron completamente homogeneizados.

6.2. Ensayos de ultrasonido. Instrumental y equipos

En la Figura 40 se observa el diagrama en bloques y la fotografía del equipamiento usado para realizar las medidas.

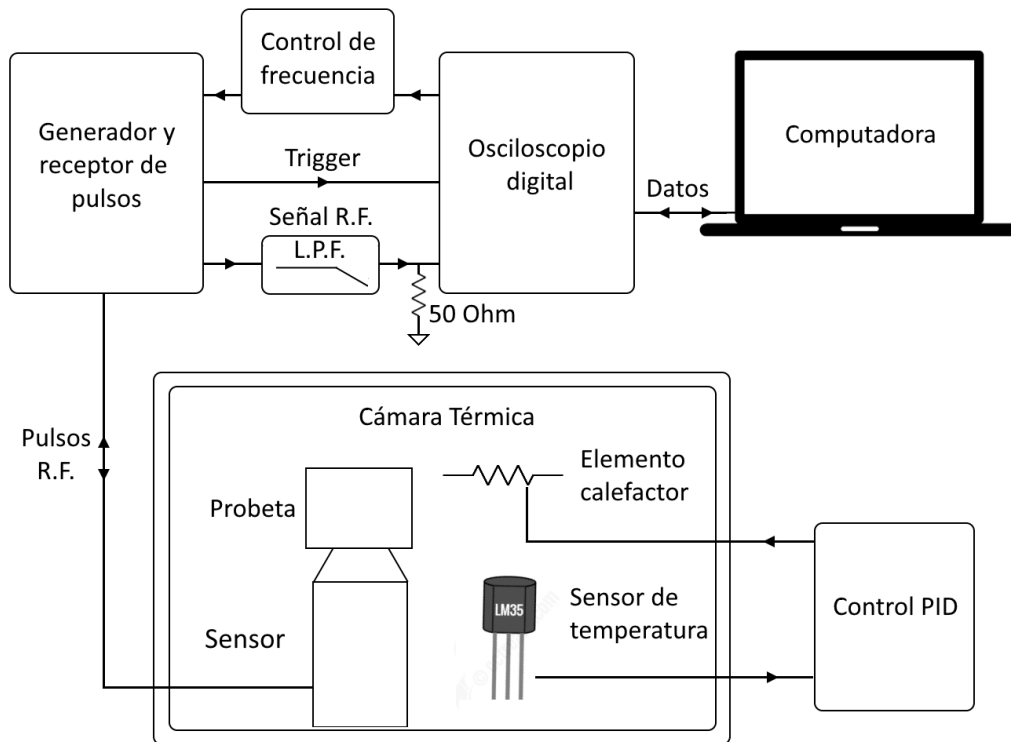


Figura 40. Esquema del sistema de medición. 1a. Generador pulsos cuadrados. 1b. Oscilador de alta frecuencia. 2. Osciloscopio Digital. 3. Computadora. 4. Microcontrolador. 5. Cámara de temperatura.

Consta de los siguientes elementos:

- El generador y receptor de pulsos es la parte del sistema que genera pulsos de tensión senoidales modulados por una ventana cuadrada para excitar al cristal piezoeléctrico. Otorga flexibilidad para definir ancho, frecuencia, frecuencia de repetición, amplitud y otros parámetros de los pulsos ultrasónicos. Además, funciona como receptor ya que pre-amplifica la señal y genera la envolvente (señal de video) a partir del rectificado y filtrado de la señal de alta frecuencia (r.f.) .A su vez está compuesto por dos módulos:
 - Matec 7700: Es el que genera los pulsos cuadrados y se le puede regular, la amplitud (0 a 800V), el ancho (1 a 100 μ s) y la frecuencia de repetición (5-500Hz). Además emite una señal de sincronía con cada pulso emitido que se utiliza como señal de disparo para el osciloscopio. Ver Figura 40 (número 1a).
 - Matec 760v: El pulso cuadrado alimenta un oscilador de alta frecuencia. De la modulación entre el pulso cuadrado con el oscilador se obtienen aproximadamente pulsos gaussianos eléctricos que son aquellos que alimentan al transductor. También funciona como receptor amplificando 32 dB a partir de un amplificador sintonizado en serie con un amplificador de banda ancha. Esta unidad posee sintonía de recepción, selección de rango y sintonía de emisión entre 10 y 90 MHz. Ver Figura 40 (número 1b).

Dado que los pulsos surgen de una modulación se puede considerar a la frecuencia de repetición como moduladora y a la frecuencia de oscilación como portadora.
- Osciloscopio digital controlado por computadora, para la adquisición digital de las señales. Es un equipo PicoScope 4227, el cual cuenta con un ancho de banda de 100 MHz, una frecuencia de muestro máxima de 125 MHz, una resolución vertical de 12 bits y generador de funciones. El software de computadora permite operar con las señales antes de su almacenamiento. Ver Figura 40 (número 2).
- La computadora personal ejecuta el programa del osciloscopio y almacena las señales para su posterior procesamiento. Ver Figura 40(número 3).

- El control de frecuencia consiste en un motor paso a paso adosado al dial de sintonía manual del generador de pulsos. Cuando el osciloscopio genera una señal de control, un microcontrolador mueve el motor modificando la frecuencia de oscilación. Esta modificación se realizó ad-hoc y su descripción se incluye en la sección 10.5 del anexo. Ver Figura 40 (número 4).
- Cámara de temperatura constante: mantiene la temperatura dentro del entorno de medición mediante un control PID. Se seleccionó una temperatura de 35°C a la que se observó una desviación estándar de 0,03 °C y una incertidumbre de $\pm 0.1^\circ\text{C}$. Más detalles del diseño y construcción de la cámara se incluyen en la sección 10.6 del anexo. Ver Figura 40 (número 5).
- El filtro Matec lpf-100 es un filtro pasabajo cuya función es eliminar ruidos de alta frecuencia como aquellos producidos por inducción electromagnética (EMI o RFI).
- La resistencia de 50 Ohm termina la impedancia de la línea para evitar reflexiones que pudieran producir errores en la medición [90].
- Cristal de cuarzo de ondas longitudinales (*X-cut*) de 10 MHz: Permite la medición en su frecuencia de resonancia y en armónicos impares, por lo que se utilizó en 10, 30 y 50 MHz. En la Figura 41 se incluye una imagen de la disposición de medición. Dado que el disco no posee contactos eléctricos se lo polariza con un electrodo de bronce y con la probeta metálica la cual cierra el circuito a través de una base de aluminio. El diámetro del transductor debe ser varias veces menor que un lado de la probeta para evitar que la probeta actúe como guía de onda y así lograr que sólo se propague un modo [69]. Dado que el lado de las probetas cúbicas es de 10mm se redujo el diámetro de un cristal desde 12,7 a 4mm por devastado mecánico. A su vez se desea que el diámetro del cristal sea varias veces menor a la longitud de onda en resonancia para que el frente de onda sea aproximadamente plano [75]. En este caso resulta ser siete veces mayor.

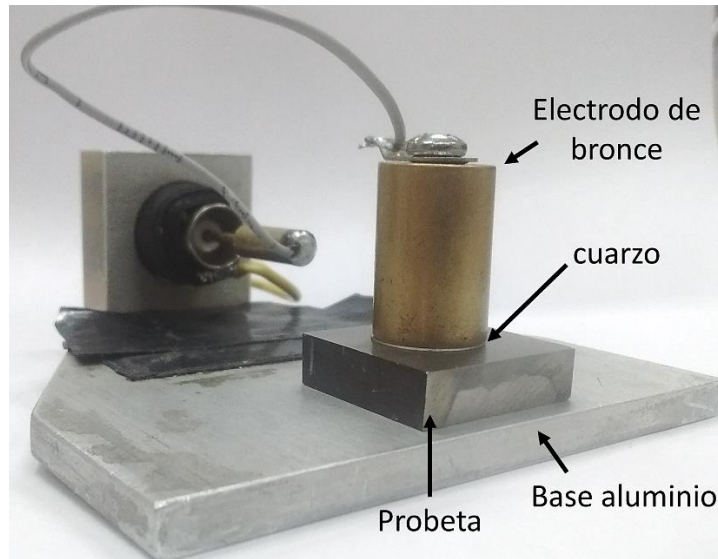


Figura 41. Montaje del cristal de cuarzo sobre la probeta y entre los electrodos de polarización.

- Sensor Matec AD-30c utilizado para medir la atenuación en función de la frecuencia por el método de espectroscopía. Consiste en un transductor de titanato zirconato de plomo (PZT) adosado a una línea de retardo de cuarzo fundido. Permite la medición en un rango de frecuencias de 14 a 262 MHz. En la Figura 42 se incluye una imagen de este sensor.

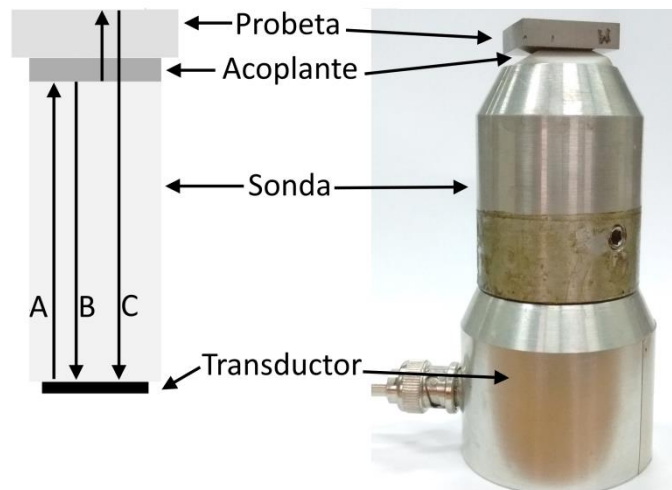


Figura 42 Imagen del sensor Matec AD-30c que consiste en un cristal PZT y una línea de retardo de cuarzo fundido.

- Acoplante soluble al agua AC-WS. Se utiliza como medio entre el sensor y la probeta y evita un salto abrupto de impedancias acústicas y que las ondas pasen del sensor a la probeta. Se lo caracterizó a través de medidas ultrasónicas y de densidad. Su velocidad es de 1570 m/s y su impedancia acústica de 1762 kg/m²s.

6.3. Adquisición de señales

En primer lugar se coloca una pequeña gota de acoplante sobre la cara de la probeta a medir y se le adosa el sensor haciendo presión para desplazar y homogeneizar el líquido. Luego se cierra la cámara de temperatura y se enciende la unidad de control PID. Se espera (alrededor de 10 minutos) hasta asegurar la estabilidad térmica dentro de la cámara.

Se seleccionan los parámetros adecuados del módulo generador y receptor de pulsos y se inicia la medición a través del software controlador del osciloscopio. El disparo del osciloscopio está sincronizado con el disparo del generador de pulsos de forma tal que cuando se emite el pulso comienza el barrido del osciloscopio. Se obtiene un tren de pulsos completo en cada barrido de pantalla. El osciloscopio realiza 100 barridos de la misma frecuencia y las promedia buscando reducir los errores asociados al ruido aleatorio. Luego almacena la señal promediada en la computadora y genera un pulso de salida el cual es enviado al control de frecuencia dónde el microcontrolador hace mover el motor paso a paso para rotar el dial de frecuencia. De esta manera se obtiene la medición de pulso eco para todo el rango de frecuencias disponible en forma automática.

6.3.1. Presencia de ruido en la señal

La señal ultrasónica presenta ruido por fenómenos estocásticos que pueden provenir de diferentes fuentes como por ejemplo interferencia electromagnética o ruido de línea y se manifiestan como elementos espurios en la señal, y como errores de tiempo en el proceso de muestreo (*jitter*) entre otros.

Dado que este error es aleatorio cambia en cada digitalización (toma de muestra de un ensamble), mientras que la señal de interés es determinística por lo que mantiene su estructura. Al realizar promedios (promedio en un ensamble [91]) sobre varias adquisiciones, la parte de la señal determinística permanece constante, mientras que el error estocástico tiende a cero. Se realizó una medición para estudiar la disminución de ruido por promediado. Se tomó la definición de relación señal-ruido (*SNR: Signal to Noise Ratio*) que consiste en tomar el valor máximo de la amplitud de la señal de interés $A_{\text{señal}}$ y dividirlo la desviación estándar del ruido σ_{ruido}^2 .

$$\text{SNR} = \frac{A_{\text{señal}}}{\sigma_{\text{ruido}}^2} \quad \text{Ec. 51}$$

Para el valor de la amplitud máxima se utilizó el máximo de la envolvente de un eco y la desviación estándar del ruido presente entre dos ecos. Los resultados se muestran en la Figura 43 se observa que la relación señal ruido crece rápidamente hasta llegar a una asíntota de 270. El 90% de este valor, que corresponde aproximadamente a 100 señales promediadas, es el que se tomó como número de señales a promediar en todas las mediciones.

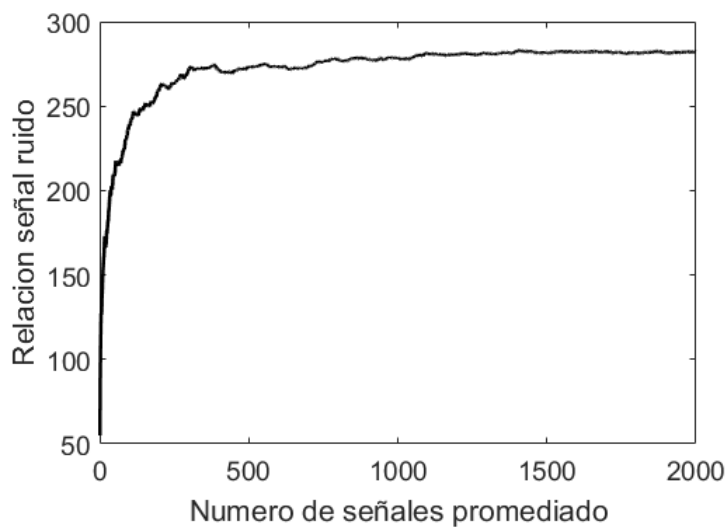


Figura 43 Efecto de la cantidad de promedios sobre la relación señal-ruido (SNR)

En la Figura 44 se observa un ejemplo de cómo para una medición dada va mejorando la relación señal ruido al ir promediando un número mayor de señales medidas para ese mismo caso. Cabe destacar que este es un caso particular seleccionado por su baja relación señal ruido, y que no es representativo de todas las señales adquiridas; en general presentan un mayor nivel de SNR.

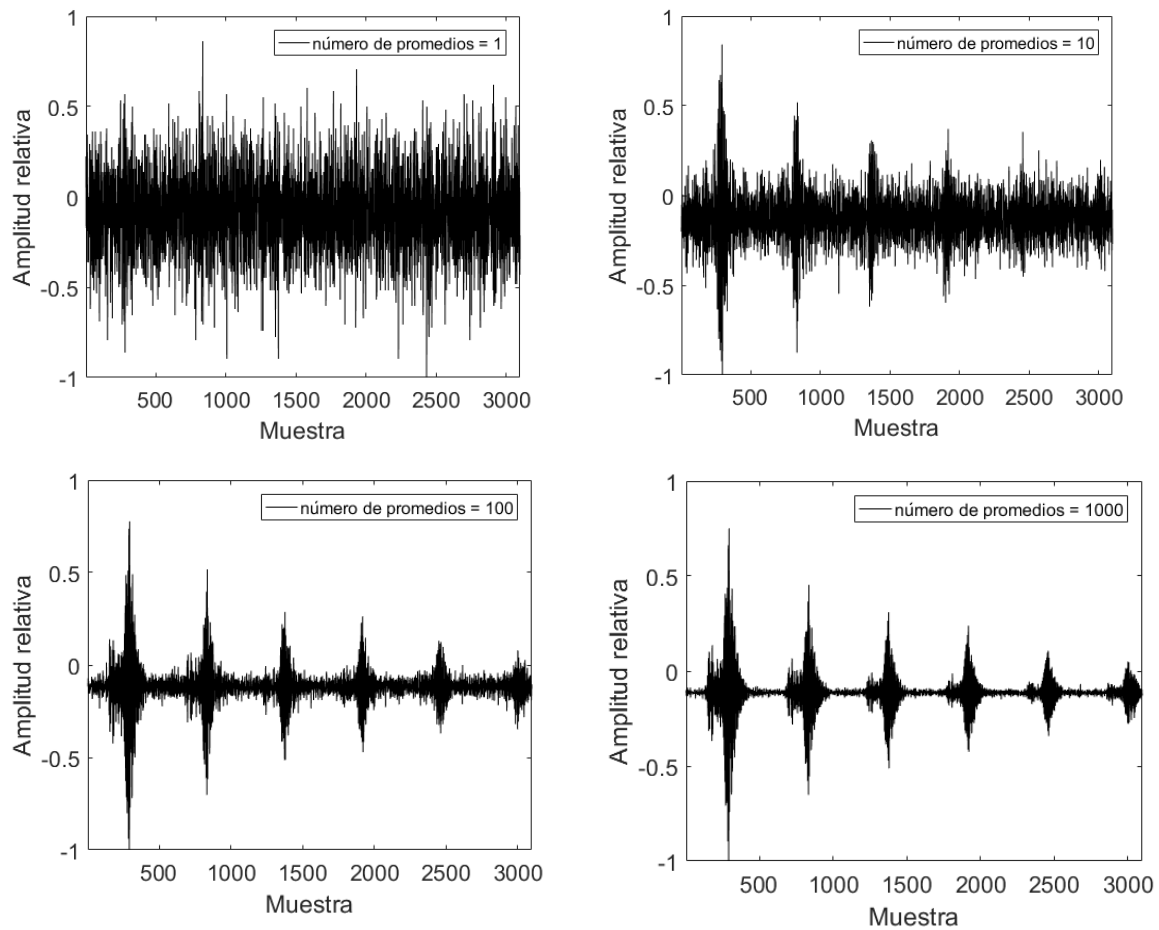


Figura 44. Evolución de la disminución del ruido estocástico sobre los pulsos de ultrasonido en función de la cantidad de promedios para 1, 10, 100 y 1000 señales.

6.3.2. Influencia de la temperatura

Se observó que el cambio de la temperatura ambiente del laboratorio influía en la velocidad del sonido medida comprometiendo la precisión del método. Por esto se realizó una medición cualitativa para conocer de manera aproximada la dependencia de la velocidad de fase con la temperatura. Se colocó una probeta de Zry-4 en un recipiente de plástico y se colocó la sonda en contacto con la misma. Además se colocó el medidor de temperatura (descrito en la sección 10.4) con la termocupla en contacto con la probeta. Luego se llenó el recipiente con agua a 80 °C y se midió el tiempo de vuelo de ondas longitudinales. El resultado se muestra en la Figura 45. El mismo es aproximado ya que el enfriamiento no fue controlado por lo que no se aseguró homogeneidad de la temperatura en la probeta, tampoco se contempló la expansión térmica del material, y no se realizaron ajustes por capa acoplante. Se obtuvo una dependencia de 0,4 m/s°C la cual concuerda con otros resultados experimentales [92].

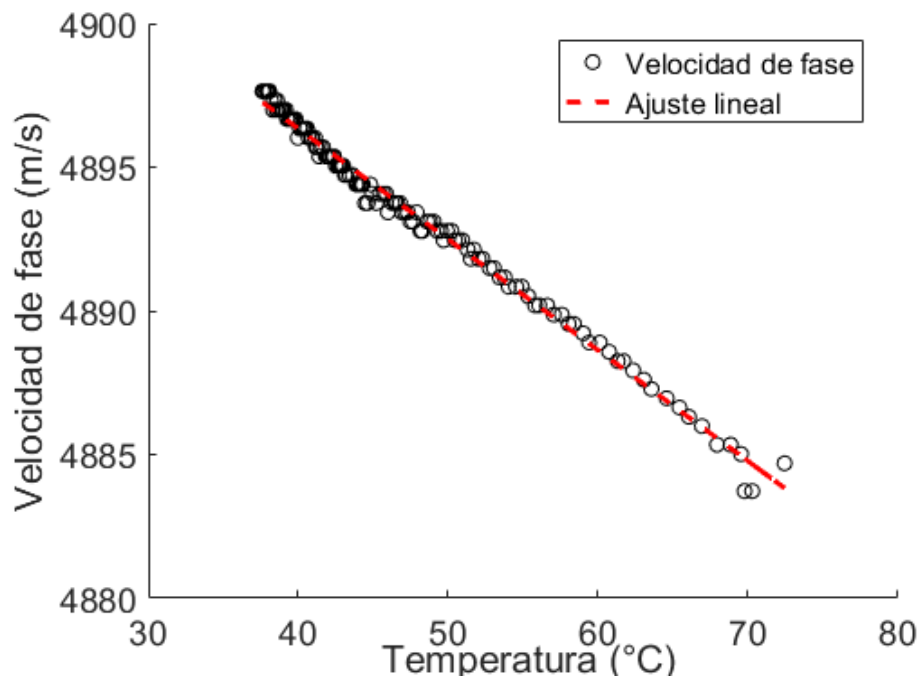


Figura 45. Dependencia de la velocidad de propagación de ondas longitudinales con la temperatura.

Para controlar esta fuente de error se diseñó y construyó una cámara de temperatura constante por control PID (Proporcional Integral y Derivativo), la cual posee un elemento calefactor por lo que debe trabajar a una temperatura mayor que la ambiente. Se seleccionó una temperatura de 35°C a la que se observó una desviación estándar de $\pm 0,03$ °C y una incertidumbre de ± 0.1 °C. Más detalles de la cámara se incluyen en la sección 10.6 del anexo.

6.4. Procesamiento de la señal

6.4.1. Determinación del tiempo de vuelo

Todo el procesamiento de señales se llevó a cabo en MATLAB. Para cada frecuencia de medición se obtiene una señal constituida por un tren de pulsos aproximadamente gaussianos como se muestra en la Figura 46.

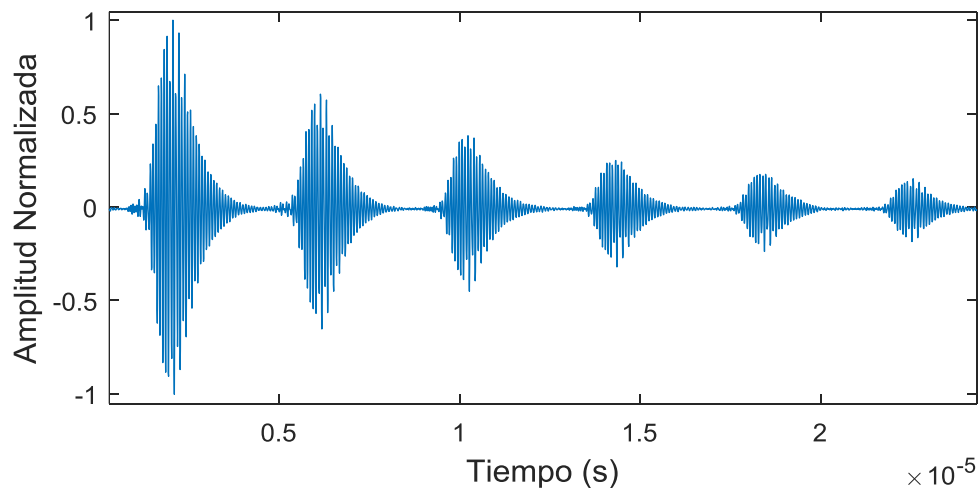


Figura 46. Tren de pulsos obtenidos en una medición de la técnica pulso-eco.

Como se mencionó en la sección 5.2.2, el tiempo de vuelo se extrae del máximo de la correlación cruzada entre dos ecos, o de un ajuste de distintos máximos obtenidos por correlación a distintas frecuencias. Dado que la función de correlación cruzada tiene la

misma frecuencia de muestreo que las señales a correlacionar, la resolución temporal del método estará delimitada por esta magnitud. La máxima frecuencia de muestreo que posee el osciloscopio utilizado es de 125 MHz, lo que significa un período de 8 ns. En estas condiciones, con una probeta de 5 mm de espesor con velocidad de 5000 m/s, se obtiene una resolución de 20 m/s, la cual no es suficiente para la presente aplicación.

El teorema de muestreo de Nyquist [93] establece que la reconstrucción exacta de una señal continua a partir de sus muestras, es matemáticamente posible si la señal está limitada en banda y la tasa de muestreo es superior al doble de su ancho de banda. Bajo este punto de vista, mientras que la señal de interés no supere los 62,5 MHz, teóricamente puede ser reconstruida de forma exacta (despreciando el proceso de cuantificación que se puede entender como una fuente más de ruido). Entonces, para mejorar la resolución temporal, se aumenta la tasa o frecuencia de muestreo artificialmente (función *interp* de Matlab [94]) introduciendo nuevas muestras que toman su valor de una función de interpolación construida a partir de las muestras originales tomadas a 62,5 MHz. El resultado de este proceso se observa en la Figura 47.

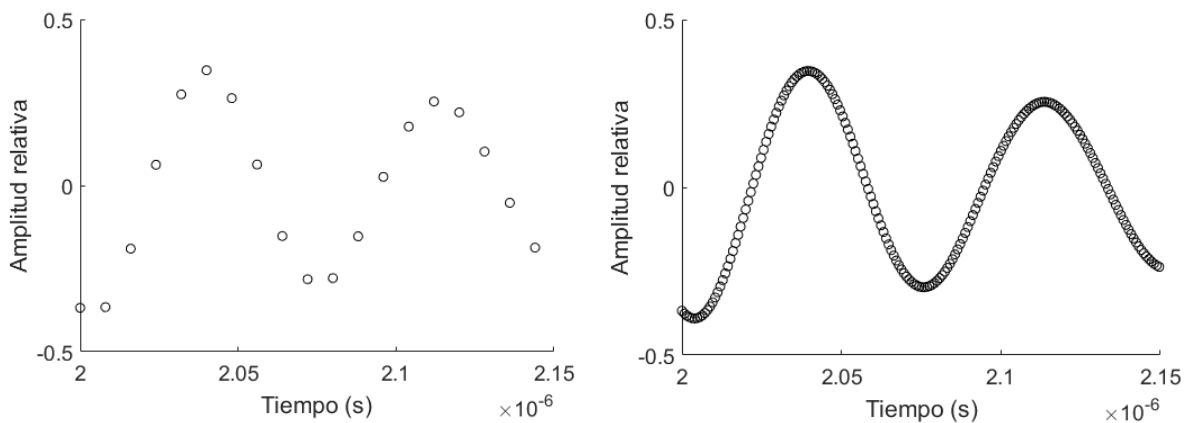


Figura 47. Efecto de aumentar los puntos muestreados a partir de interpolar la medición original

Posteriormente se calcula la envolvente de todo el tren de pulsos mediante un detector de envolvente asincrónico (más detalles en la sección 10.7 del anexo) a partir de la cual se calculan los máximos de cada pico y luego se determinan los mínimos entre cada pico. De

esta manera la señal queda dividida en tramos dónde cada uno incluye un pulso. Si bien estas cotas podrían seleccionarse de forma manual, se observó que la posición de los pulsos cambia levemente con la frecuencia de modo que los mínimos buscados se desplazan de señal a señal, por esta razón se implementó este método adaptativo. La señal procesada se puede observar en la Figura 48.

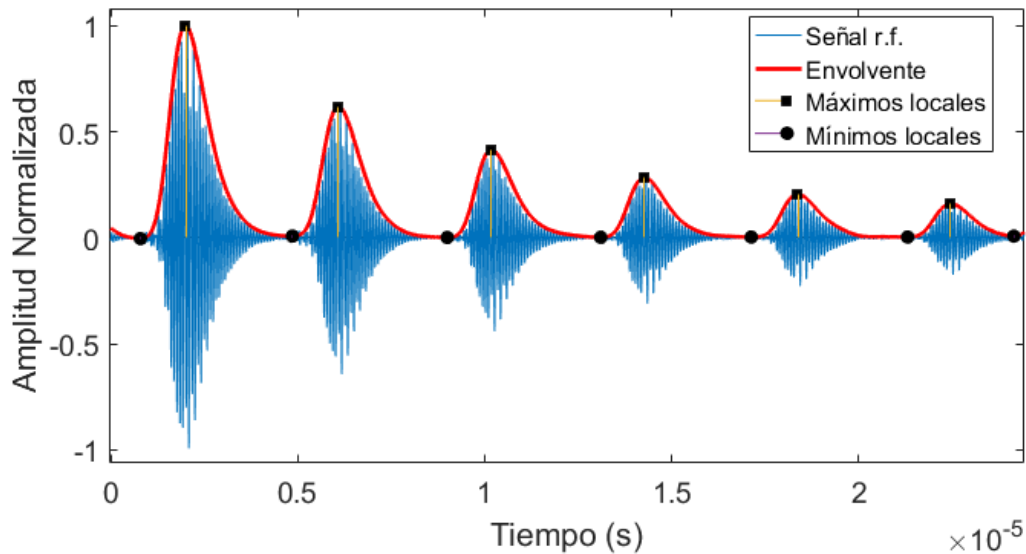


Figura 48. Señal del tren de pulsos procesada para identificar cada pulso individualmente.

Luego se realiza la transformada rápida de Fourier sobre el primer pulso para determinar la frecuencia fundamental de la señal y a continuación se seleccionan dos pulsos consecutivos y se generan dos señales (vectores) una con cada pulso. El primer vector contiene al primer pulso seguido por un arreglo de ceros y el segundo vector contiene a un arreglo de ceros seguido por el segundo pulso. De esta forma ambos vectores tienen el mismo largo (ya que así lo requiere el algoritmo de correlación cruzada) y mantienen su ubicación temporal relativa como se observa en la Figura 49. Después se realiza la correlación cruzada entre ambos vectores.

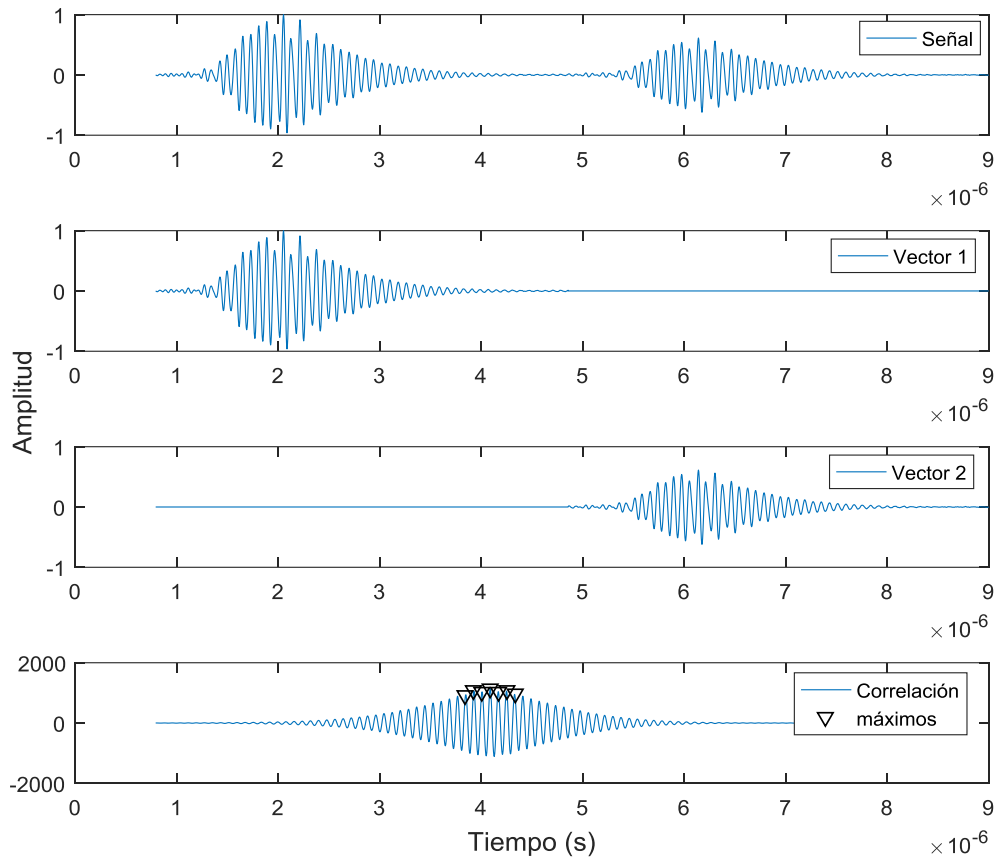


Figura 49. Esquema de la selección de los pulsos individuales para realizar la correlación. En la imagen inferior se observa la señal luego de calcular la correlación con las señales (vector 1 y vector 2) y se indica la posición del máximo y sus vecinos próximos.

El máximo de la correlación debería coincidir con el tiempo de vuelo, sin embargo este no es siempre el caso [84]. Por esa razón se toma la posición temporal del máximo y de seis máximos aledaños. Este proceso se repite para todas las señales que constituyen el rango de frecuencias de interés obteniendo de cada señal una frecuencia y siete posiciones temporales. Luego se grafican todos los tiempos de vuelo en función de la frecuencia como se observa en la Figura 50. En esta se pueden observar los distintos ciclos de solapamiento en el entorno de la resonancia (10 MHz) y el primer armónico impar del disco de cuarzo (30 MHz). Una línea corresponde al solapamiento correcto mientras que las demás líneas

corresponden a un error de solapamiento de uno o más períodos. Además se observa que la posición temporal del máximo de la correlación no está siempre sobre la misma línea, lo que muestra que la correlación cruzada no siempre determina exactamente el ciclo correcto de solapamiento.

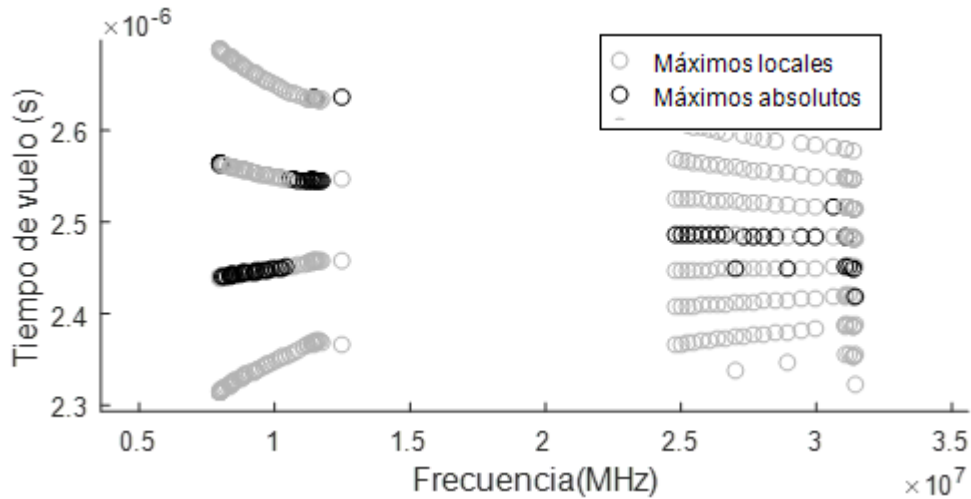


Figura 50. Tiempos de vuelo en función de la frecuencia. Se observa que los máximos absolutos obtenidos por correlación no siempre determinan exactamente el tiempo de vuelo.

Luego se aplica el criterio de McSkimin modificado a partir del cual se puede determinar el ciclo correcto de solapamiento y se puede corregir el desfase introducido por el acoplante como se explicó en la sección 5.2.3. Conociendo las impedancias y velocidades de los tres medios (transductor, acoplante, probeta) se realiza un ajuste no lineal y mediante un método tipo búsqueda en grilla (*grid-search*) se buscan los valores de espesor de la capa acoplante y el tiempo de vuelo real ToF que minimizan el error entre los datos y el modelo. Una vez ajustado se almacena el tiempo de vuelo real resultante. Este paso se observa en la Figura 51.

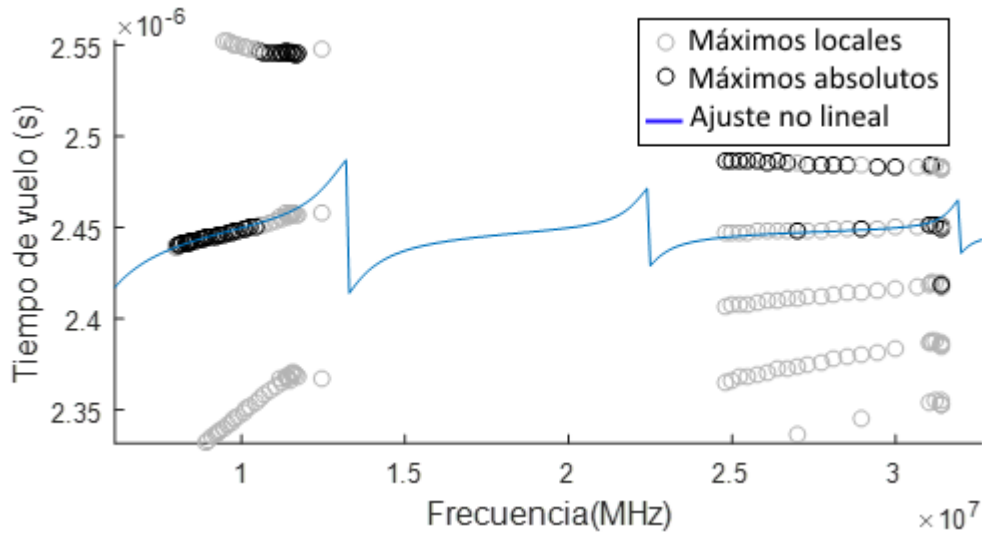


Figura 51. Ajuste del modelo no lineal del tiempo de vuelo en función de la frecuencia.

6.4.2. Determinación del coeficiente de atenuación

Para determinar el coeficiente de atenuación se parte de los máximos de la señal envolvente antes calculados. Luego se realiza un ajuste exponencial utilizando una función como la de la Ec. 52.

$$y = e^{-at} \tag{Ec. 52}$$

Dado que se ajusta a la señal temporal este coeficiente tendrá unidades de neper/s donde el neper es una unidad de medida logarítmica que se utiliza para expresar relaciones entre cantidades. Sin embargo, las unidades utilizadas suelen ser dB/cm por lo que el coeficiente se debe dividir por la velocidad medida y multiplicar por una constante de 8,686. En la Figura 52, se puede observar el ajuste de la función exponencial a la envolvente del tren de pulsos.

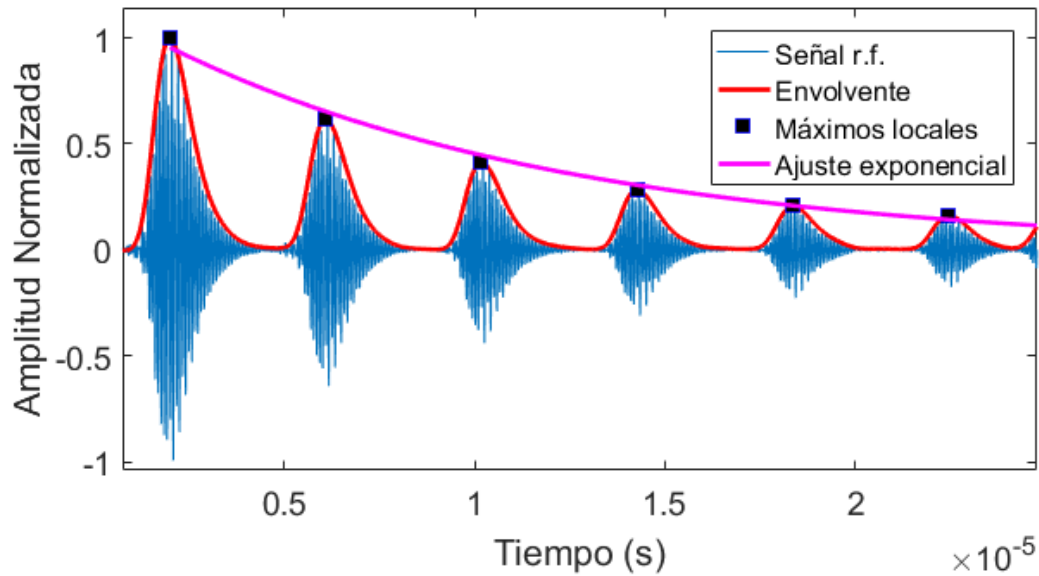


Figura 52. Ajuste exponencial a la envolvente del tren de pulsos ultrasónicos medidos.

A continuación se grafican los coeficientes obtenidos en función de la frecuencia como se muestra en la Figura 53. En este se observan parábolas en torno a la frecuencia de medición donde el mínimo corresponde al coeficiente buscado. Este comportamiento se debe a que cuando la onda se encuentra con el transductor, parte de la energía se refleja hacia la probeta y otra parte se transmite al transductor, en donde se refleja y nuevamente ingresa a la probeta. Dado que esta última realiza un camino más largo que la anterior, se produce un desfase que producirá interferencias con la propagación original. Si la frecuencia no es de resonancia se producirán interferencias destructivas generando un aumento en la atenuación observada. En el caso de resonancia, el espesor del cristal es el doble que la longitud de onda, por lo que el desfase corresponde con un período de forma que la interferencia será constructiva y la atenuación observada será la real.

Por último se selecciona el mínimo de la parábola y se almacena como coeficiente de atenuación medido.

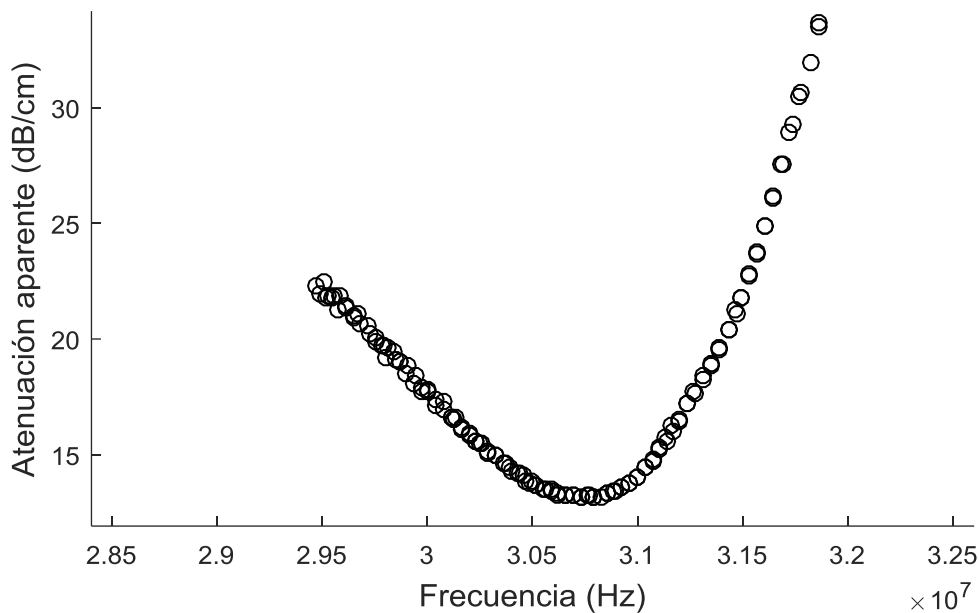


Figura 53. Atenuación en función de la frecuencia. La determinación se debe realizar en los mínimos de las parábolas que es donde ocurre la resonancia.

6.4.3. Atenuación por espectroscopía ultrasónica

Para el caso de la espectroscopía, de una medición sola se obtienen todas las frecuencias de interés. Para esto se minimizó el ancho del pulso con el fin de aumentar al ancho de banda de su espectro. A partir de un tren de pulsos, se aplica la transformada de Fourier para cada eco de forma que se obtienen los espectros mostrados la Figura 54. Luego se aplica la Ec. 47 incluida en la sección 5.1.2 para la determinación del coeficiente de atenuación en cada una de las frecuencias presentes en el espectro. Se obtienen curvas de atenuación en función de la frecuencia como la que se incluye en la Figura 55, donde se muestra la medición de una de las probetas con un ajuste a la curva.

Idealmente la excitación se debe hacer con una señal eléctrica impulsiva y no con una señal senoidal gaussiana de corta duración. Esto puede ser una fuente de error por los que los resultados obtenidos por esta técnica deben ser tomados con precaución.

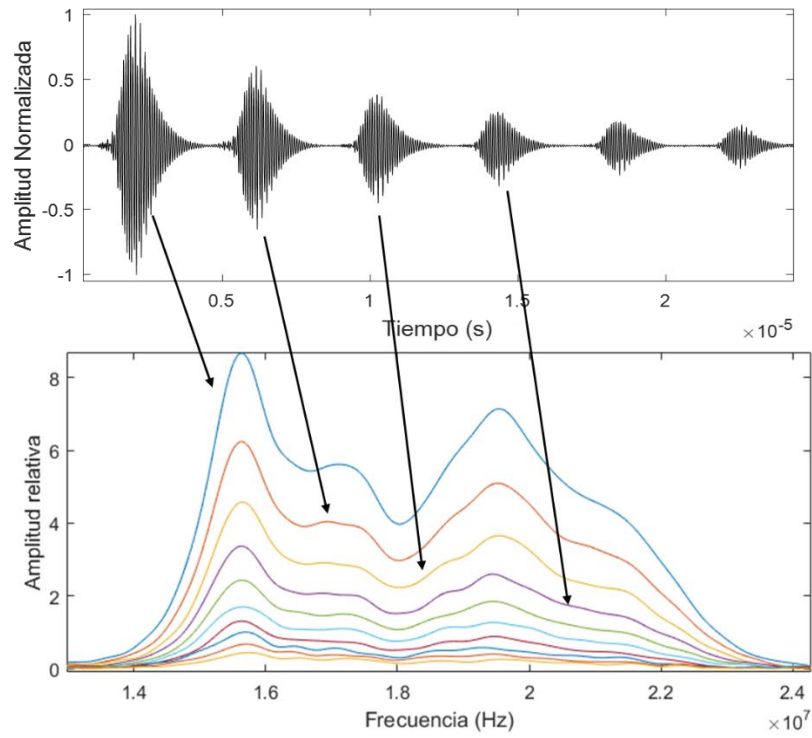


Figura 54. Espectro de los sucesivos ecos en la espectroscopía ultrasónica.

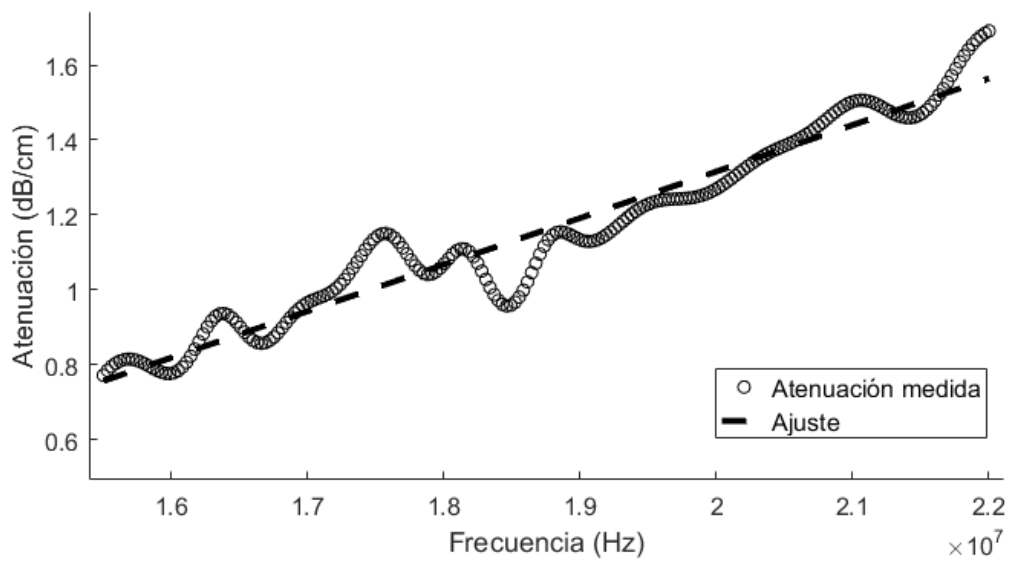


Figura 55. Atenuación en función de la frecuencia obtenida por espectroscopía.

6.5. Determinación del error

Dado que se buscan cambios en los parámetros ultrasónicos en función de las variables de interés, se calcularon los errores del método considerando la variabilidad entre mediciones (precisión) pero sin abarcar errores absolutos que afectarían a todas las probetas por igual.

Se realizaron 10 mediciones consecutivas de una sola probeta para determinar la desviación estándar en la determinación del tiempo de vuelo y la atenuación. Este valor incluye variaciones por temperatura, espesor de la capa acoplante, variaciones en la posición del transductor, pequeñas variaciones en el ajuste de los controles del generador-receptor de pulsos, errores temporales del osciloscopio, etc. No incluye los efectos de difracción ni el error por no paralelismo.

La difracción no se puede corregir de forma satisfactoria dado que no se cuenta con un modelo de difracción para sólidos policristalinos texturados. Se asume que es igual para todas las probetas porque los parámetros que la determinan (frecuencia, radio del transductor, velocidad en el medio, etc.) se mantienen razonablemente constantes para las distintas probetas. Por eso se la considera un error absoluto y no se incluye en el error calculado.

El no paralelismo introduce un aumento de la atenuación observada y dado que puede variar entre probetas debe ser considerado. Se calculó a partir de la Ec. 48 incluida en la sección 5.1.3

Para la medición de espesor la incertidumbre es de 1 μm de acuerdo al informe de calibración del instrumento. Dado que las mediciones se calculan en base al recorrido de ida y vuelta, la variable utilizada es d que equivale a dos espesores. Por lo tanto el error de distancia utilizado en la propagación es de 2 μm .

La atenuación obtenida α' en dB/eco se lleva a α dB/cm a partir del espesor L de acuerdo a la Ec. 53 y el tiempo de vuelo ToF en segundos se lleva a velocidad v en m/s a partir de la distancia recorrida d de acuerdo a la Ec. 54.

$$\alpha = \frac{\alpha'}{d} \quad \text{Ec. 53}$$

$$v = \frac{d}{ToF} \quad \text{Ec. 54}$$

La propagación de los errores se realiza de acuerdo a las fórmulas incluidas en las ecuaciones 55 y 56. Los resultados se incluyen en las Tablas 7 y 8. El error $\Delta\alpha'$ surge de la raíz de la suma de los cuadrados del desvío estándar en la atenuación y el error por no paralelismo.

$$\Delta\alpha = \left[\left(\frac{\partial\alpha}{\partial d} \right)^2 (\Delta d)^2 + \left(\frac{\partial\alpha}{\partial\alpha'} \right)^2 (\Delta\alpha')^2 \right]^{0.5} \quad \text{Ec. 55}$$

$$\Delta v = \left[\left(\frac{\partial v}{\partial d} \right)^2 (\Delta d)^2 + \left(\frac{\partial v}{\partial t} \right)^2 (\Delta t)^2 \right]^{0.5} \quad \text{Ec. 56}$$

Tabla 7. Error de atenuación.

	Frecuencia [MHz]		
	10	30	50
Desvío estándar de atenuación [dB/eco]	0.005	0.043	0.131
Error por no-paralelismo [dB/eco]	0.038	0.032	0.095
Error de distancia Δd [μm]	2	2	2
Error propagado a la atenuación $\Delta\alpha$ [dB/cm]	0.02	0.03	0.08

Tabla 8. Error de velocidad.

Desvío estándar de tiempo de vuelo Δt [s]	5E-10
Error de distancia Δd [μm]	2
Error propagado a la velocidad Δv [m/s]	0.7

7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

7.1. Medición de velocidad en probetas cúbicas

Como se mencionó en la sección 6.1 se prepararon diez probetas cúbicas a partir de una barra laminada de Zry-4, a las cuales se le realizaron distintas cargas de entre 0 y 196 ppm de H agregado. Para variar la distribución de hidruros se utilizaron dos tipos de enfriamientos: uno en horno denominado N (1°C/min) y otro asistido denominado T (300°C/min); esto produjo dos distribuciones y morfologías de hidruros como se observa en la Figura 31 de la sección 6.1.2 sin modificar la cristalografía de los mismos. En ambos casos se obtuvieron hidruros conglomerados de tamaño similar. En el primer caso, ordenados en bandas localizadas, y para el segundo uniformemente distribuidos. Además el material posee una marcada textura cristalográfica que se manifiesta como factores de Kearns (factores f) disímiles en función de su dirección. Se obtuvo un factor de 0,67 para la dirección normal (ND), uno de 0,26 para la dirección tangencial (TD) y uno de 0.07 para la dirección radial (RD).

La velocidad de fase de ondas longitudinales medida en función del contenido de hidrógeno agregado para las distintas direcciones se incluye en la Tabla 9, y se grafica en la Figura 56.a para las muestras enfriadas en horno y en la Figura 56.b para las muestras enfriadas en aire. Las líneas punteadas se colocan para ayudar en la visualización pero no tienen significado más allá de esto. El error vertical sólo es visible cuando la escala así lo permite. En ambos casos se observa una marcada correlación entre los valores de velocidad y la dirección de medición. La velocidad se ordena de mayor a menor como ND, TD, y RD de igual manera que los factores de Kearns. Se concluye que la velocidad depende de la textura expresada en dichos factores, lo cual se condice con los resultados mostrados en [27] y [28]. En la Figura 57 se comparan los valores medidos en este trabajo con los presentados por Konishi y Honji [27] en ambos casos en Zry-4 sin hidrógeno agregado, pero con distinto tamaño de grano y tratamiento térmico.

Esta correlación se puede explicar de forma cualitativa aplicando la ecuación de onda de Christoffel en monocristales hexagonales, como se mostró en la sección 4.2.2. Una onda

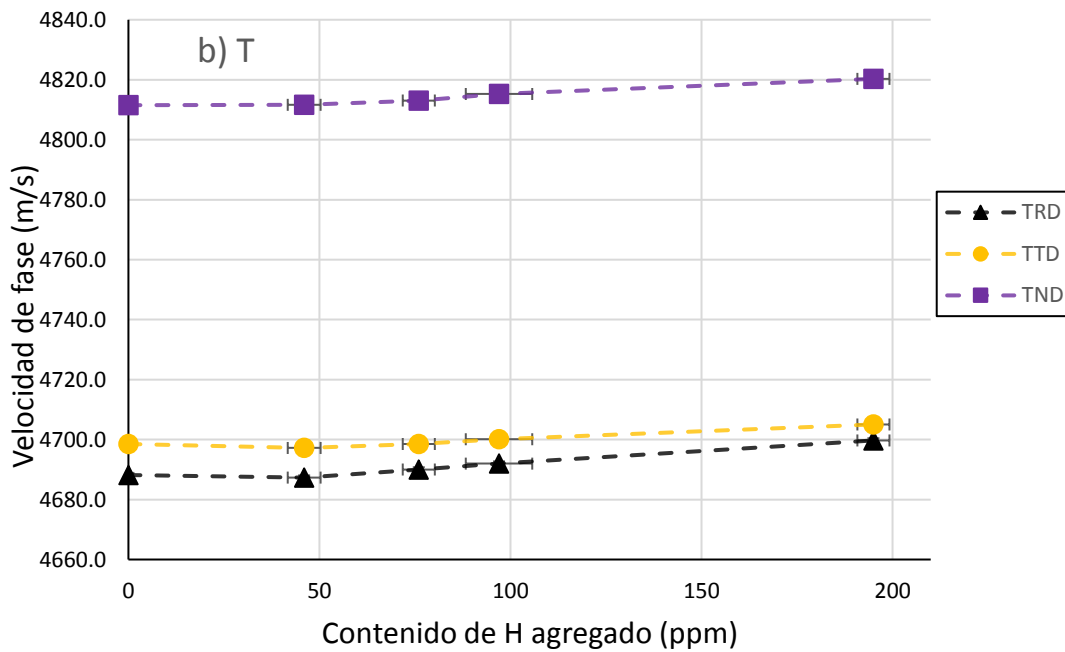
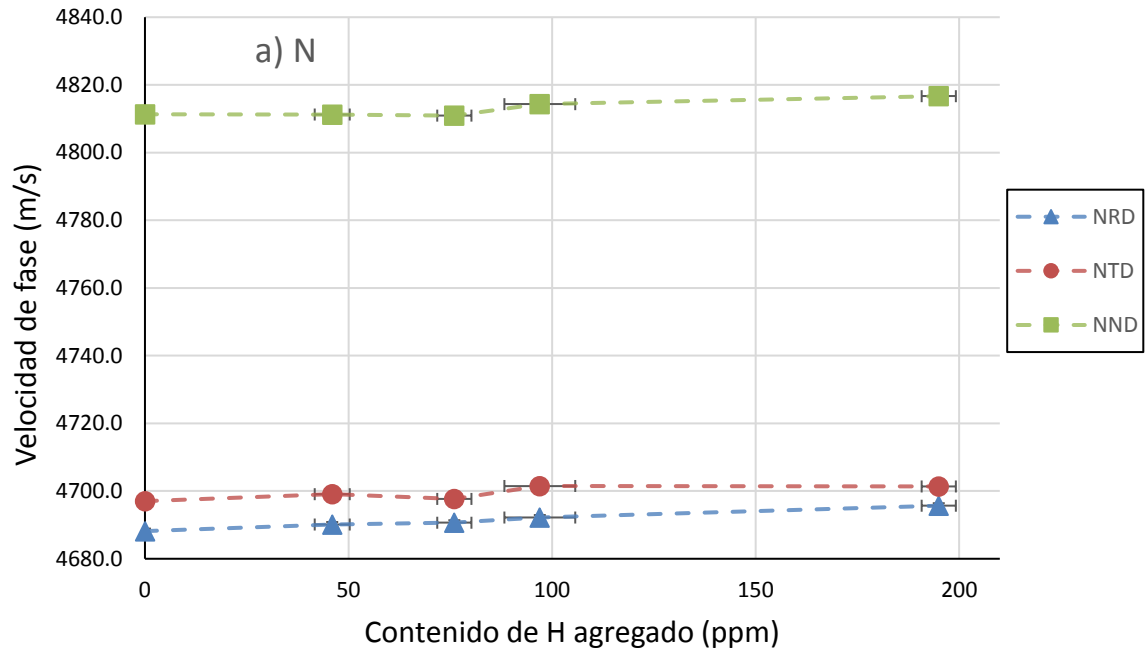


Figura 56. Velocidad de fase en función del contenido de H. **a.** Enfriamiento lento N. **b.** Enfriamiento rápido T.

longitudinal que viaja en la dirección [100] (comúnmente denominada a) tiene una velocidad que responde a $v = \sqrt{c_{11}/\rho}$ que al aplicarla en el Zr es de aproximadamente 4700 m/s. Por otro lado una onda longitudinal que viaja en la dirección [001] (comunmente denominada c) tiene una velocidad que responde a $v = \sqrt{c_{33}/\rho}$ que al aplicarla en Zr es de aproximadamente 5000 m/s. En policristales, el factor de Kearns mide de forma cuantitativa la fracción de planos basales orientados hacia la dirección de medición. Un factor de Kearns igual a uno es análogo a la propagación en la dirección [001], mientras si es igual a 0 es análogo a la propagación en la dirección [100] u otras similares. Haciendo un promedio lineal entre ambas propagaciones pesado por el factor de Kearns se obtiene una velocidad de 4901 m/s para ND, 4769 m/s para TD y 4724 m/s para RD. Este es un cálculo aproximado que evidencia la dependencia de la velocidad con la textura.

Por otro lado, en la Figura 56, no se observan tendencias claras de la velocidad con respecto al tipo de enfriamiento o del contenido de hidrógeno. Por esta razón se grafica la velocidad en función del contenido de hidrógeno para cada dirección por separado en la Figura 58

En primer lugar, se observa un aumento generalizado de la velocidad en función del contenido de hidrógeno corroborando los resultados presentados en [26]. Este aumento se explica a partir de que la velocidad de ondas longitudinales depende de la densidad y la rigidez de la forma $v = \sqrt{c/\rho}$. Dado que los hidruros presentan una mayor rigidez y una menor densidad que la matriz [64] la velocidad a través de ellos será mayor que a través de la matriz. Además, la precipitación de hidruros produce un campo de tensiones locales producto de la expansión volumétrica del proceso [95]. Estas tensiones también influyen en la velocidad del sonido [96].

Sin embargo, las funciones que describirían los resultados sólo son biyectivas para dos casos: TND y NRD. Este es un requisito necesario para la determinación del contenido de hidrógeno ya que sin esta propiedad no existen correspondencias únicas. Además el cambio en velocidad es pequeño en relación al valor absoluto de aproximadamente 10 m/s en 4800 m/s (0,2%) en un rango 200 ppm, por lo que se requiere una sensibilidad de detección elevada.

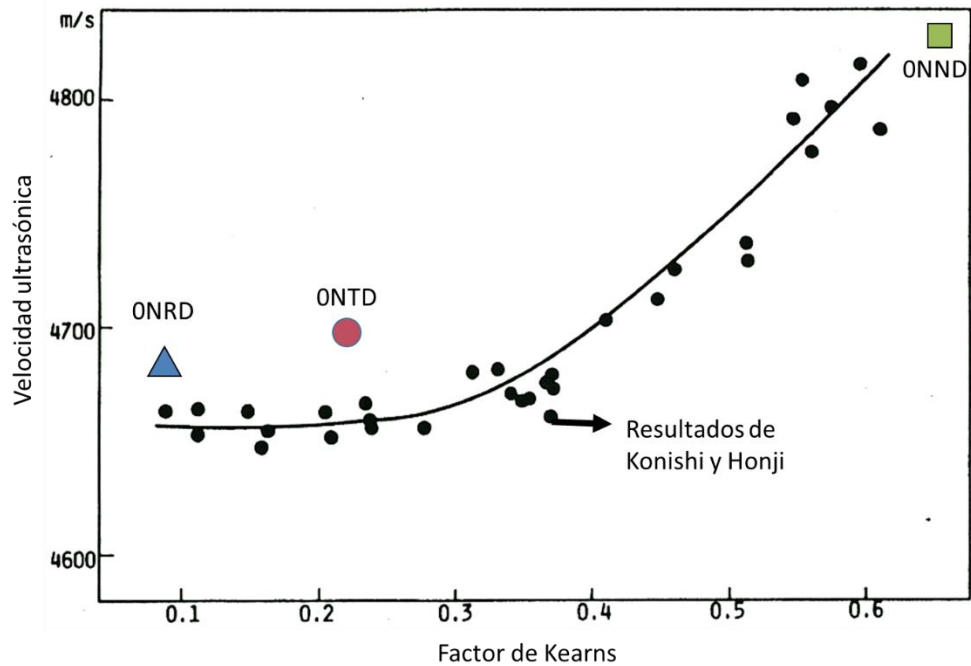


Figura 57. Comparación de los resultados obtenidos con la literatura [27] sin H agregado.

Por otro lado, el ajuste lineal de los datos (incluidos en la Tabla 10) muestra que la pendiente que relaciona velocidad con el contenido de hidrógeno es mayor para las probetas de enfriamiento rápido (T) que para las de enfriamiento lento (N). De esta forma se estima que la morfología de hidruro influye en la velocidad del sonido, siendo aquella obtenida por enfriamiento rápido la que mayor efecto produce. Esto se puede deber dos hechos. En primer lugar, la distribución más homogénea de los hidruros puede significar una mayor interacción de hidruros con la onda ultrasónica. Por otro lado, el enfriamiento rápido no permite la difusión de H hacia sitios preferenciales de baja energía por lo que su precipitación implica una mayor deformación de la red que durante el enfriamiento lento [97]. Esto puede producir un campo de tensiones residuales que modifique la velocidad de propagación.

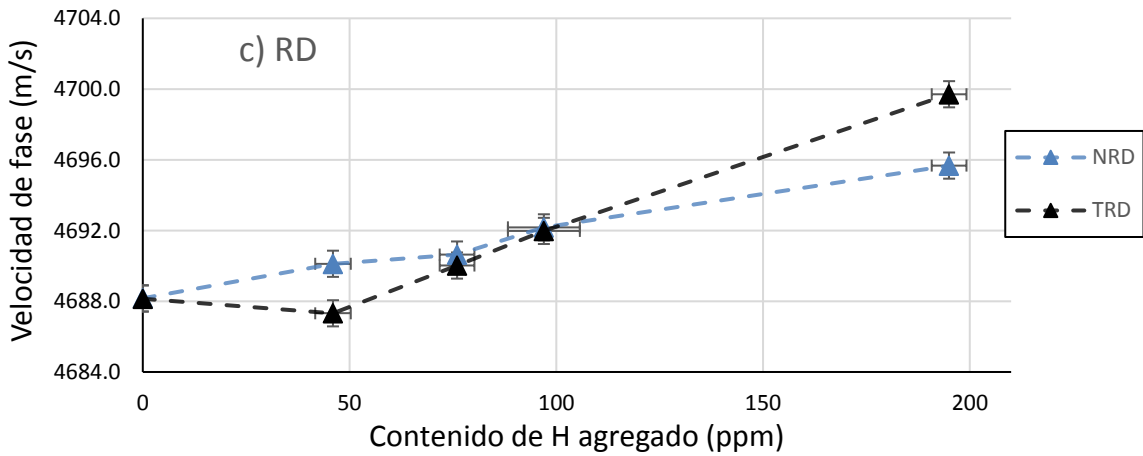
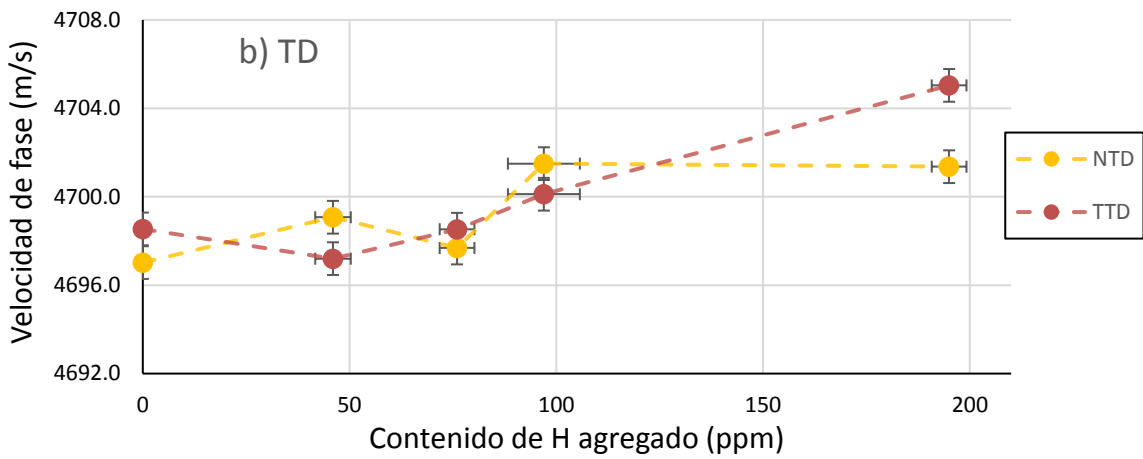
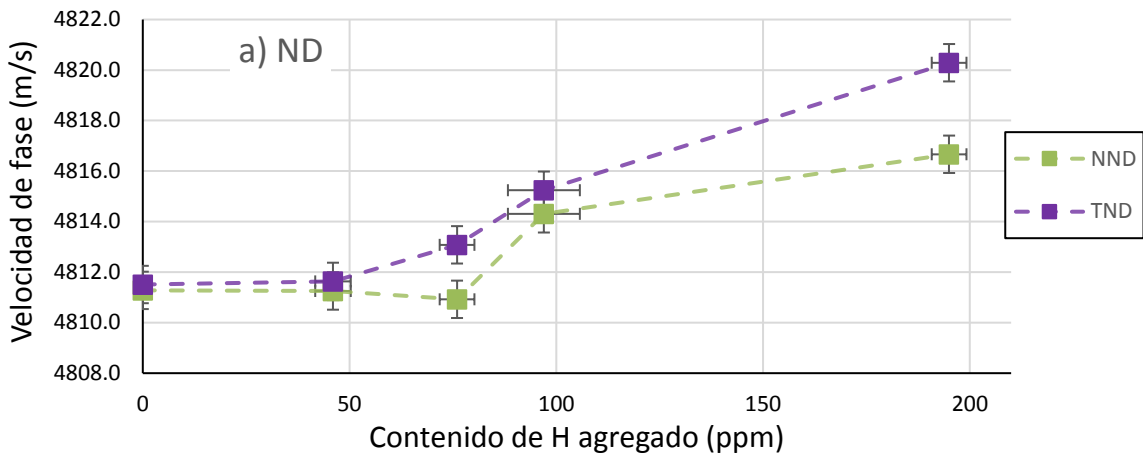


Figura 58. Velocidad de fase en función del contenido de H para las distintas direcciones.
a. ND . b. TD. c. RD.

7.2. Medición de atenuación en probetas cúbicas

En las Figuras 59 y 60 se incluyen las mediciones de atenuación en función del contenido de hidrógeno para 10, 30 y 50 MHz.

Al igual que con la velocidad, se observa que en función del factor de Kearns la atenuación presenta un comportamiento creciente. Entonces, en líneas generales la atenuación se ordena de mayor a menor de la forma ND, TD, RD, al igual que los factores de Kearns. Esta relación se mantiene en la mayoría de los casos salvo en dos puntos a 10 MHz dónde se observa que la atenuación para RD es mayor que para TD.

De acuerdo a lo explicado en la sección 4.3 la atenuación se debe fundamentalmente a la dispersión de las ondas producida por los granos del material, dónde cada interfaz produce un cambio en las constantes elásticas debido a la desorientación relativa de los granos. En primer lugar, dado que se observaron granos equiaxiales la cantidad de interfaces por unidad de distancia es indistinta según la dirección, por lo que la forma de los granos no tendría influencia. Por otro lado la textura sí influye en la dispersión ya que la orientación preferencial puede generar bordes de granos elásticamente coherentes o elásticamente disímiles provocando una disminución o un aumento de la dispersión con respecto a la orientación aleatoria. Bajo esta hipótesis la dirección ND ($f = 0,67$), por tener la mayor atenuación, presenta bordes de grano elásticamente disímiles, mientras que las direcciones TD ($f = 0,26$) y RD ($f = 0,07$) por tener menor atenuación presentan bordes de grano con mayor coherencia elástica. Esta conclusión no se puede corroborar en el diagrama de polos porque no incluyen la información completa de la orientación cristalográfica [36]. Para esto se debe utilizar la función de distribución de orientaciones a partir de la cual se puede aplicar el modelo para el cálculo de dispersión en materiales policristalinos texturados de estructura hexagonal [29] y así corroborar dicha hipótesis.

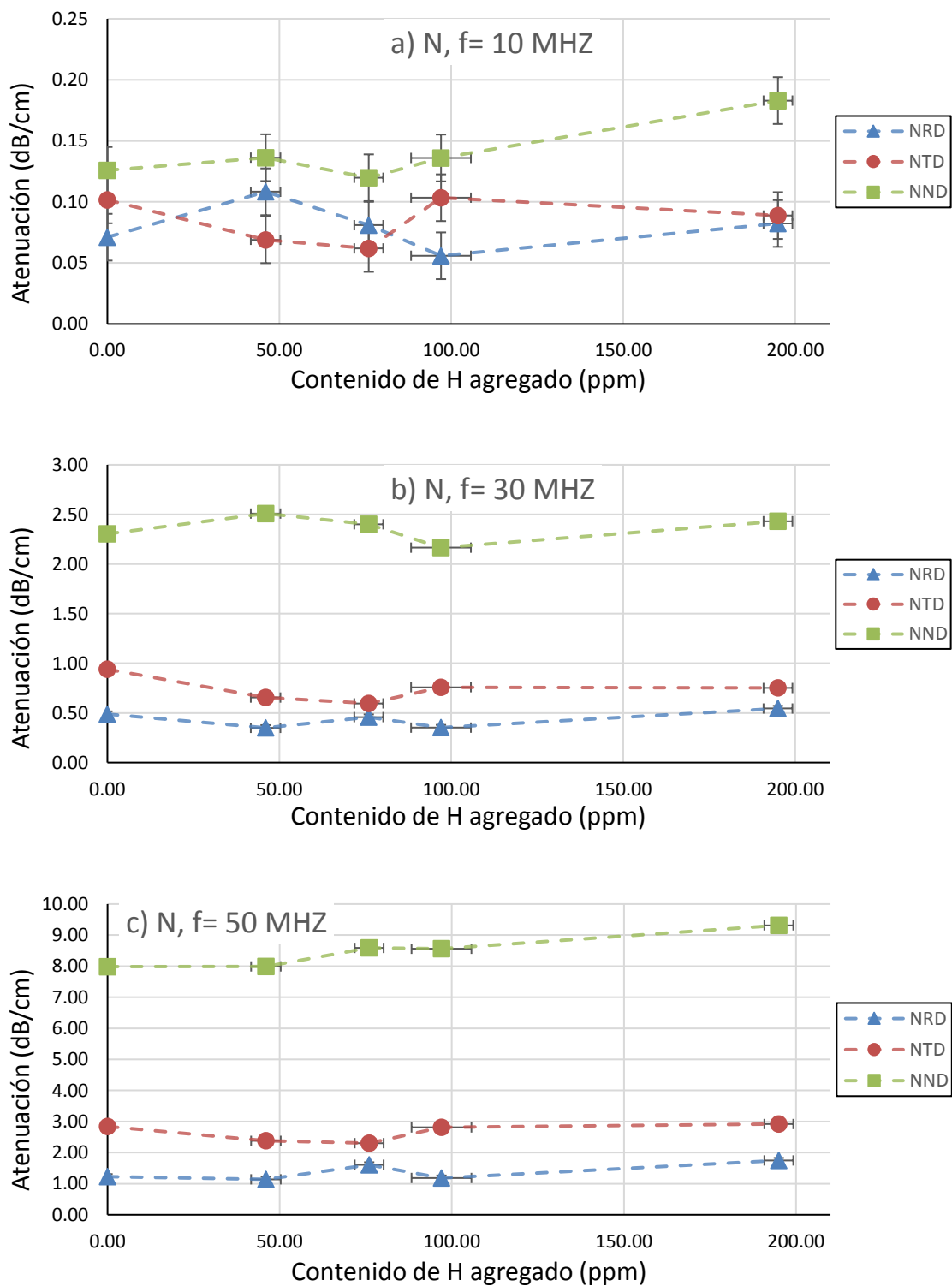


Figura 59. Atenuación en función del contenido de H agregado a diferentes frecuencias para las probetas de enfriamiento lento N. **a.** 10 MHz. **b.** 30 MHz. **c.** 50 MHz.

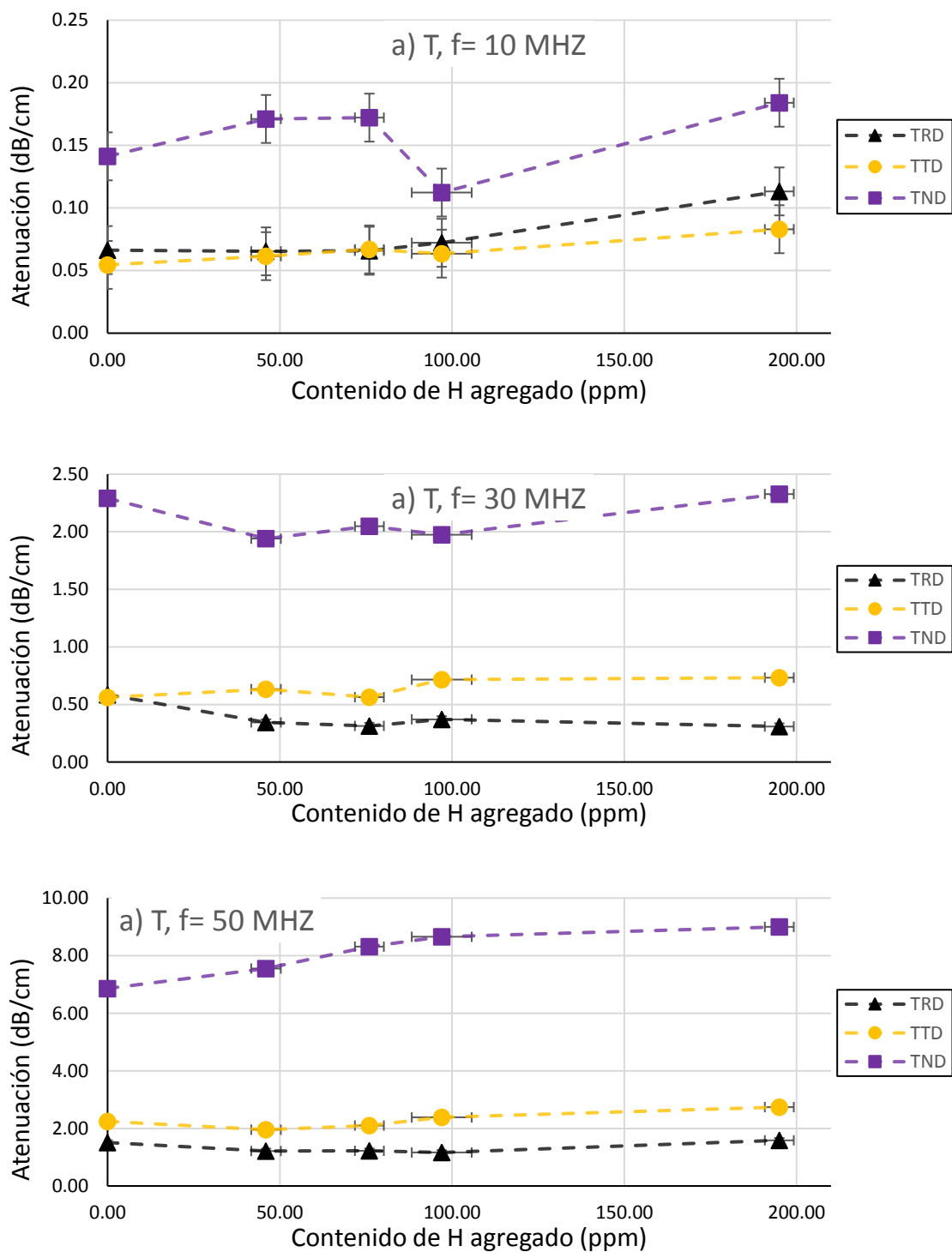


Figura 60. Atenuación en función del contenido de H agregado a diferentes frecuencias para las probetas de enfriamiento rápido T. **a.** 10 MHz. **b.** 30 MHz. **c.** 50 MHz.

Por otro lado se observa que la atenuación aumenta con la frecuencia. Esta tendencia se aprecia mejor al graficar la atenuación para las probetas sin hidrógeno (0N 0T) en las distintas direcciones (ND, TD y RD) y en función de la frecuencia como se muestra en la Figura 61. La atenuación para la dirección ND ($f=0,67$) muestra la dependencia más fuerte con la frecuencia, seguido por la TD ($f=0,26$) y luego por la RD ($f=0,07$). Esto parecería indicar que la dependencia de la atenuación con la frecuencia también es función de la textura.

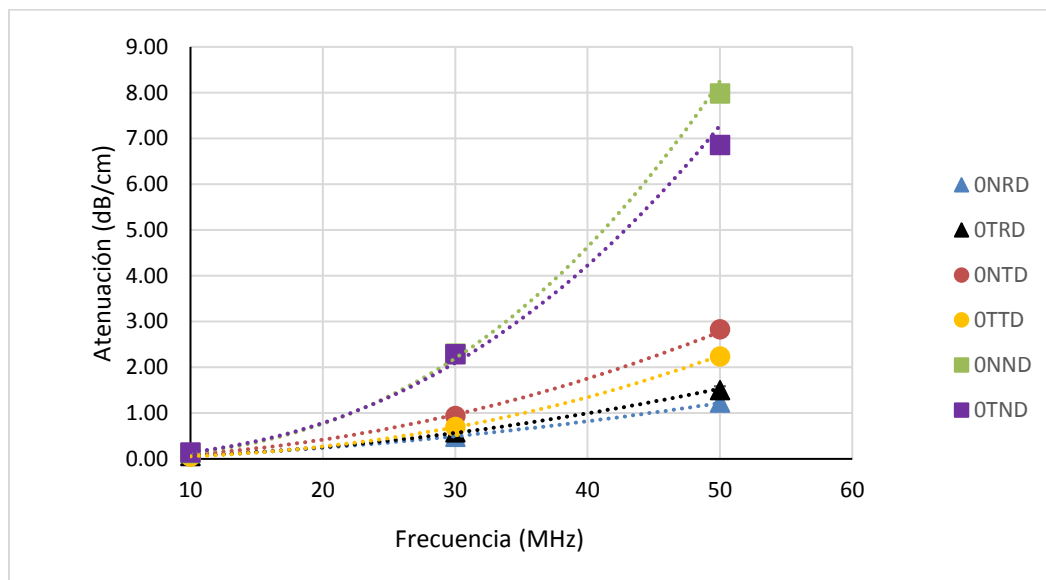


Figura 61. Atenuación en función de la frecuencia para las probetas sin carga de H.

Tomando una velocidad promedio de 4750 m/s, las longitudes de onda para 10, 30 y 50 MHz son de 475, 158 y 95 μm respectivamente. Por otro lado, el tamaño de grano es ASTM 10 o de 11 μm de diámetro. Esta relación corresponde a un régimen de dispersión de Rayleigh ($\lambda > D$) donde la atenuación crece con la cuarta potencia de la frecuencia. Un ajuste lineal de los logaritmos de los datos permite encontrar la potencia de crecimiento de la atenuación en función de la frecuencia representado por las líneas punteadas en la Figura 61. Se obtuvieron potencias de 1.7 a 2.5, por lo que no cumple con el régimen de Rayleigh. Esto puede deberse a que dicha teoría se desarrolló para medios homogéneos e isotrópicos por lo que su aplicación en este contexto no es directa.

En las Figuras 62, 63 y 64 se grafican las direcciones por separado para poder observar mejor la influencia del hidrógeno agregado y de los tratamientos térmicos. En primer lugar, no se observa una tendencia clara de la atenuación en función del contenido de hidrógeno y sólo se aprecia biyectividad para las probetas T en la dirección ND (TND) a 50 MHz.

Los hidruros tienen dos tamaños representativos siendo el del hidruro microscópico con forma de placa del orden del μm que conforma conglomerados lineales del orden de los 50 μm . La frecuencia necesaria para obtener una longitud de onda comparable con las placas micrométricas es del orden de los 5 GHz por lo que no se puede propagar en materiales policristalinos. Por otro lado las frecuencias utilizadas de 10, 30 y 50 MHz con longitudes de onda 475, 158 y 95 μm sí son comparables al tamaño de los conglomerados de hidruros (50 μm) por lo que se debería producir dispersión observable en régimen de Rayleigh ($\lambda > D$) o estocástico ($\lambda \sim D$).

La textura observada en el material posee una distribución en la que la mayoría de los planos basales se encuentran orientados hacia la dirección normal de las probetas (ND) como se observa en la Figura 6 de la sección 2.3.1. Además los hidruros precipitan en un plano casi paralelo a los planos basales (0002) del Zr como se expuso en la sección 3.4. A partir de esto se presume que la sección eficaz de interacción entre el hidruro y la onda elástica se maximiza en la dirección ND y para longitudes de onda comparables al tamaño de dichos hidruros. Por esta razón se estipula que estas condiciones son las que evidencian una mayor influencia del contenido de hidrógeno sobre la atenuación como se observa para TND a 50 MHz.

En cuanto a las distintas velocidades de enfriamiento N (1°C/min) y T (300°C/min), las metalografías indican que el enfriamiento lento produce el ordenamiento de los conglomerados en bandas lineales, mientras que con el enfriamiento rápido se ordenan de forma aleatoria. Esto se muestra en la Figura 31 de la sección 6.1.2. No se observa un cambio apreciable de tamaño pero sí de distribución. En las mediciones de ultrasonido se observa que en la mayoría de los casos las probetas T presentan menor atenuación que las probetas N, lo que indicaría que la distribución en bandas de los conglomerados produce mayor dispersión que la distribución aleatoria.

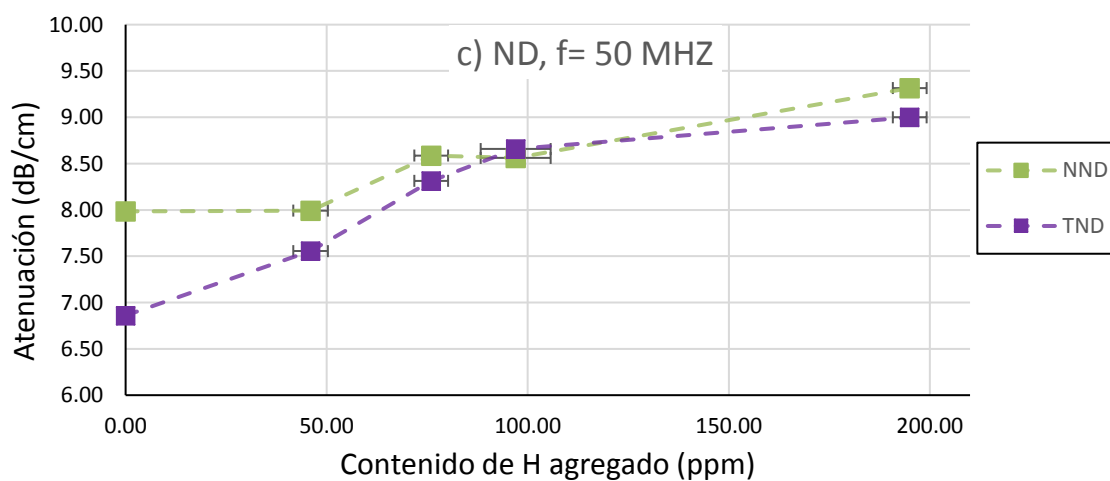
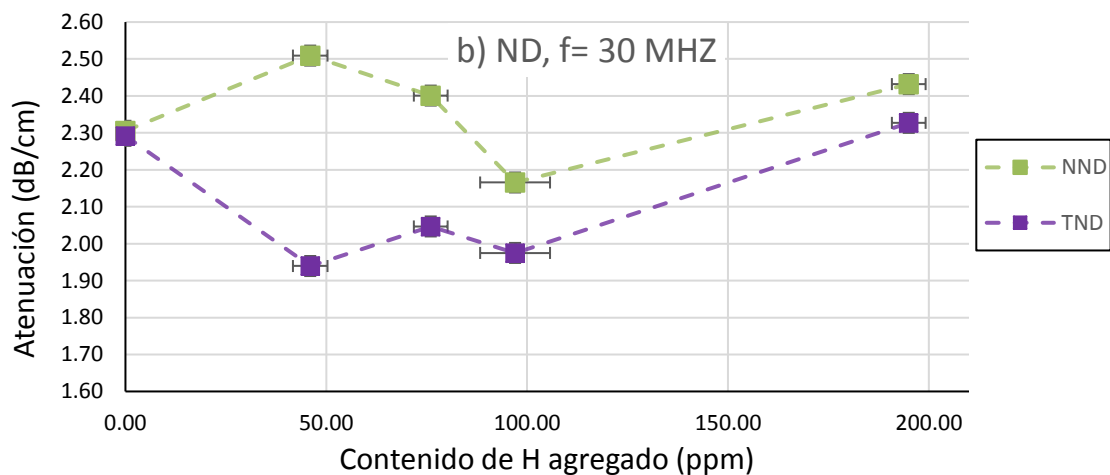
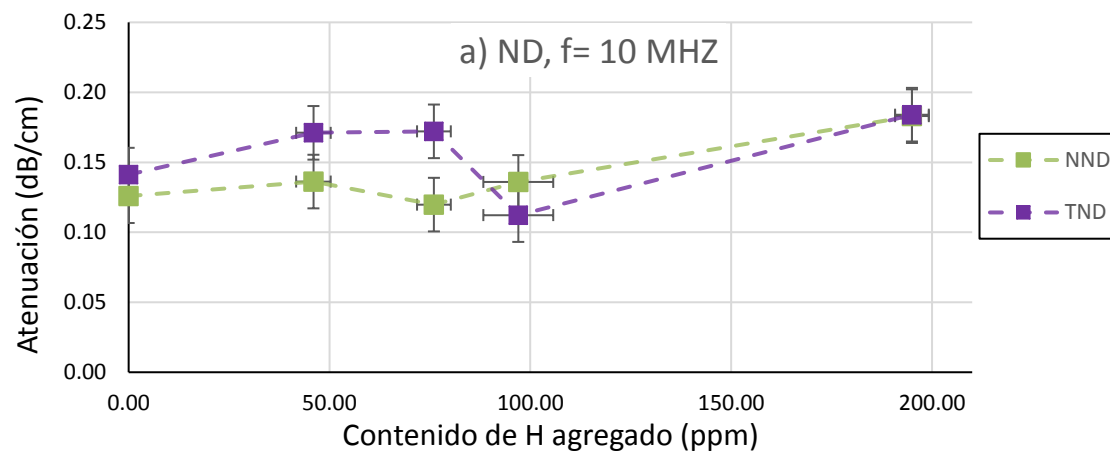


Figura 62. Atenuación en función del contenido de H para la dirección ND a distintas frecuencias. **a.** 10 MHz. **b.** 30 MHz. **c.** 50 MHz.

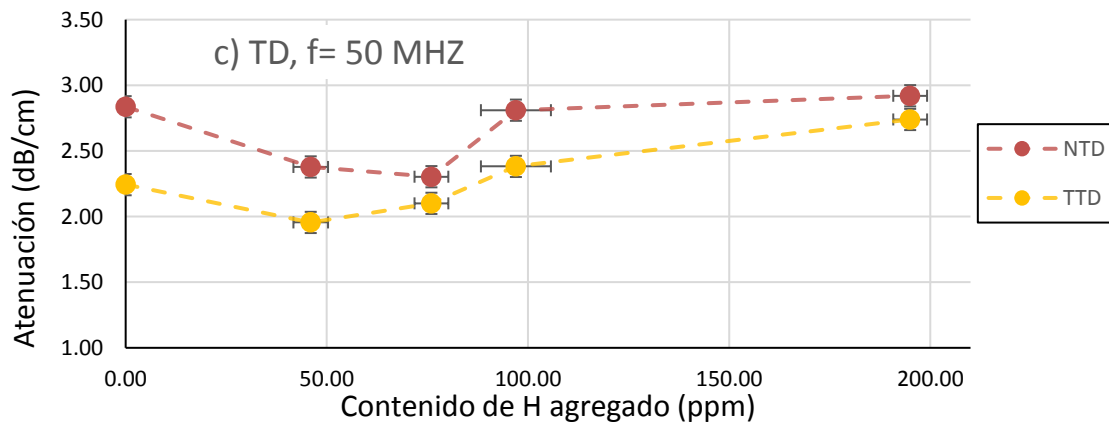
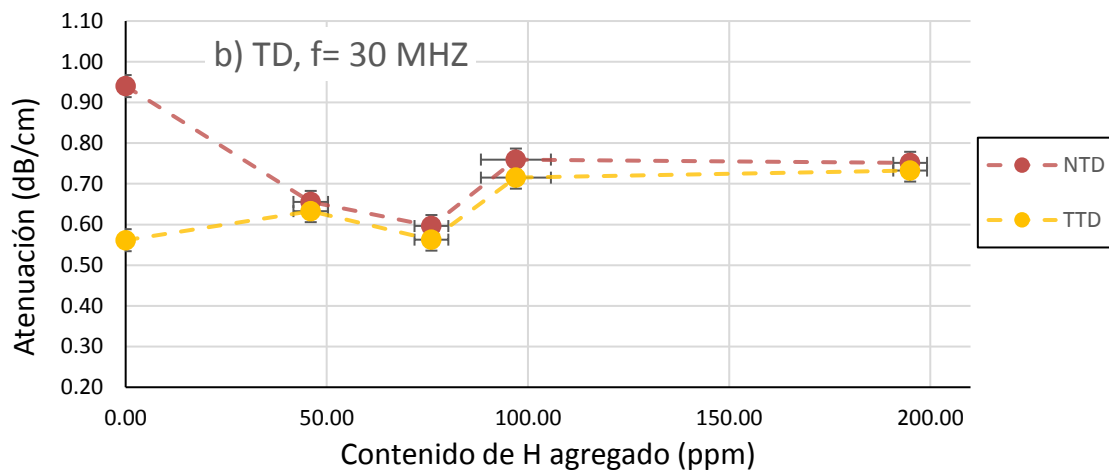
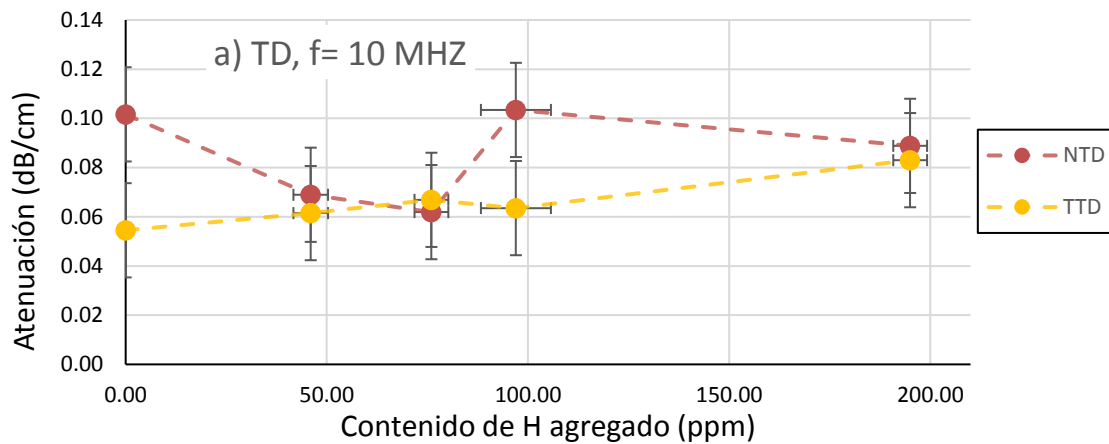


Figura 63. Atenuación en función del contenido de H para la dirección TD a distintas frecuencias. **a.** 10 MHz. **b.** 30 MHz. **c.** 50 MHz.

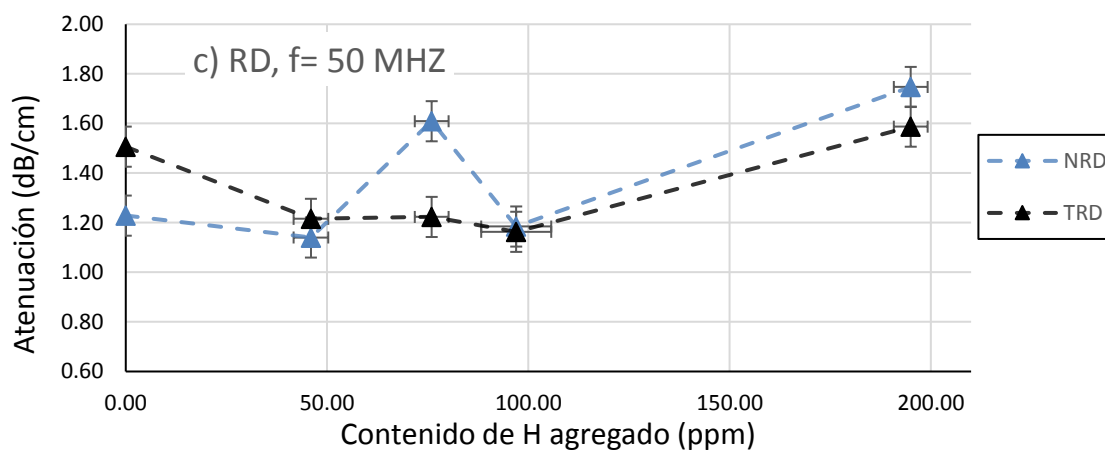
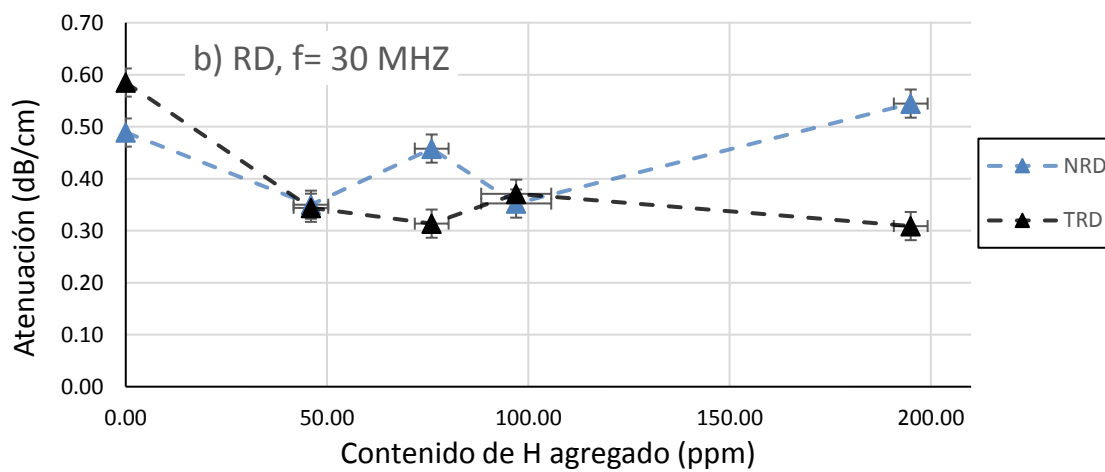
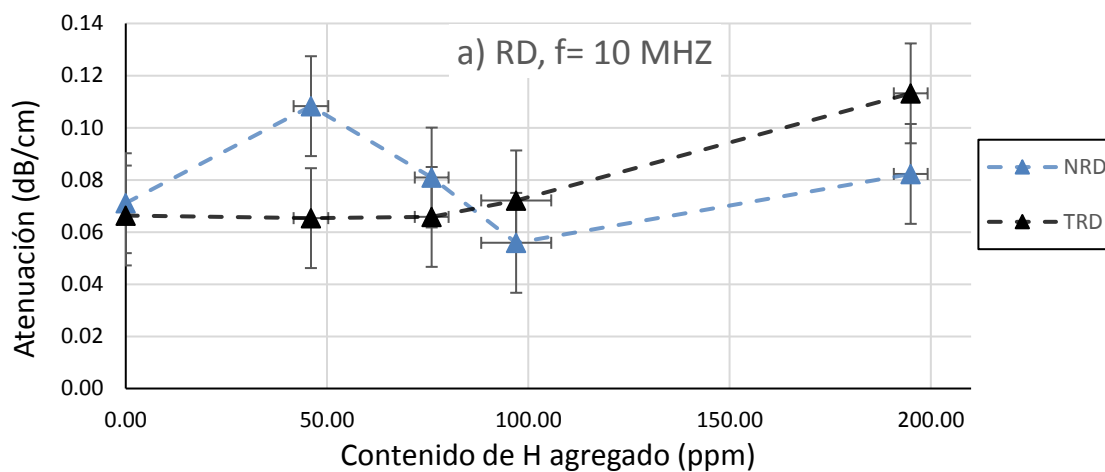


Figura 64. Atenuación en función del contenido de H para la dirección RD a distintas frecuencias. **a.** 10 MHz. **b.** 30 MHz. **c.** 50 MHz.

Tabla 9. Resultados de la medición de pulso eco en probetas cúbicas.

Probeta	Tratamiento térmico	Dirección	Velocidad de fase [m/s]	Atenuación [dB/cm]			H agregado (ppm)	error (ppm)
				10 MHz	30 MHz	50 MHz		
0	N	ND	4811.3	0.126	2.31	7.98	0	0
		TD	4697.0	0.102	0.94	2.84		
		RD	4688.2	0.071	0.49	1.23		
	T	ND	4811.5	0.141	2.29	6.86		
		TD	4698.5	0.055	0.56	2.24		
		RD	4688.1	0.066	0.58	1.51		
1	N	ND	4811.3	0.136	2.51	7.99	46	4.3
		TD	4699.1	0.069	0.66	2.38		
		RD	4690.1	0.108	0.35	1.14		
	T	ND	4811.6	0.171	1.94	7.55		
		TD	4697.2	0.061	0.63	1.96		
		RD	4687.3	0.065	0.34	1.22		
2	N	ND	4810.9	0.120	2.40	8.59	76	4.2
		TD	4697.7	0.062	0.60	2.30		
		RD	4690.6	0.081	0.46	1.61		
	T	ND	4813.1	0.172	2.05	8.31		
		TD	4698.5	0.067	0.56	2.10		
		RD	4690.0	0.066	0.31	1.22		
3	N	ND	4814.3	0.136	2.17	8.56	97	8.7
		TD	4701.5	0.103	0.76	2.81		
		RD	4692.2	0.056	0.35	1.18		
	T	ND	4815.2	0.112	1.97	8.66		
		TD	4700.1	0.064	0.72	2.38		
		RD	4692.0	0.072	0.37	1.16		
4	N	ND	4816.7	0.183	2.43	9.32	195	4.2
		TD	4701.4	0.089	0.75	2.92		
		RD	4695.7	0.082	0.54	1.75		
	T	ND	4820.3	0.184	2.33	9.00		
		TD	4705.0	0.083	0.73	2.74		
		RD	4699.7	0.113	0.31	1.59		
error asociado			0.7	0.02	0.03	0.08		

Tabla 10. Ajuste lineal a los resultados de velocidad para probetas cúbicas.

Dirección	Tratamiento térmico	Pendiente [m/(s*ppm)]	Ordenada al origen (m/s)
ND	T	0.049	4810.3
	N	0.031	4810.3
TD	T	0.038	4696.7
	N	0.022	4697.5
RD	T	0.065	4686.0
	N	0.039	4688.2

7.3. Espectroscopía en probetas paralelepípedas

En [24] se mostró que la dependencia de la atenuación con la frecuencia en probetas de base Zr depende del contenido de hidrógeno agregado. Para probar esto se obtuvo la atenuación en función de la frecuencia para las probetas paralelepípedas por medio del método de espectroscopía ultrasónica mostrado en la sección 6.4.3. A diferencia del pulso eco por contacto directo, este método permite observar la atenuación en rangos de frecuencia continuos por lo que permitiría analizar mejor la dependencia con la frecuencia. Se realizó un ajuste lineal a los logaritmos de la señal, lo que equivale a ajustar la función descrita por la Ec. 57.

$$y = ax^b \quad \text{Ec. 57}$$

Los coeficientes ajustados se grafican en la Figura 65 en conjunto con un ajuste lineal para mostrar la tendencia. Se observa una dependencia decreciente para el coeficiente b y una creciente para el a en función del contenido de hidrógeno agregado. Además se observa que la atenuación depende de la frecuencia como una potencia de 2 para la probeta sin carga y en la medida en que incrementa el contenido de hidrógeno dicha potencia decrece. Esto indicaría una relación entre el mecanismo de dispersión y el contenido de hidrógeno.

Las condiciones para esta medición no fueron ideales por limitaciones en el equipamiento. Se utilizó un pulso de tipo senoidal de corta duración en lugar de uno impulsivo de banda ancha. Además, el ancho de banda del transductor es acotado (15-22 MHz) por lo que para analizar la tendencia de la atenuación en función de la frecuencia sería deseable abarcar un mayor rango de frecuencias. Estos resultados resultan prometedores por lo que sería deseable continuar la investigación para este tipo de técnicas.

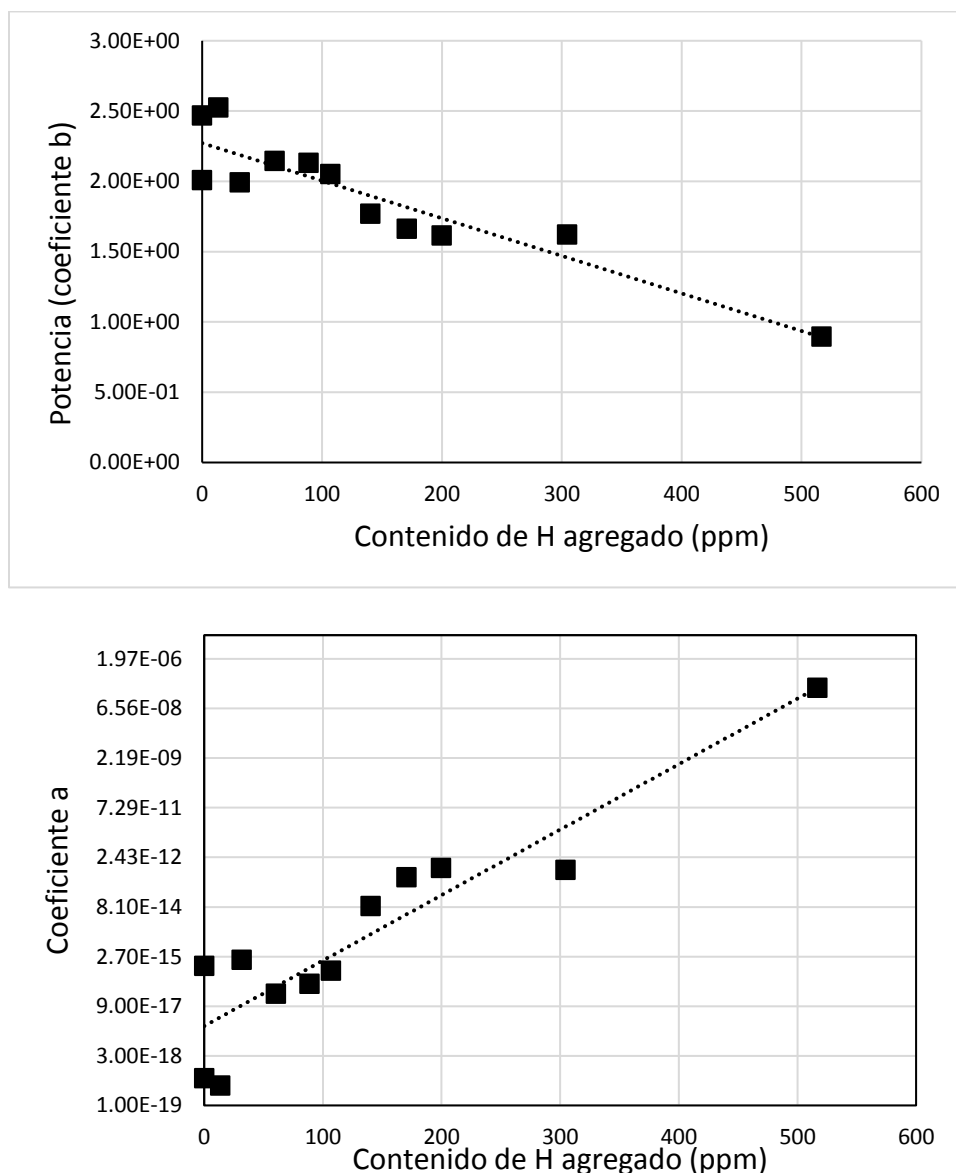


Figura 65. Ajuste de coeficientes para la atenuación en función de la frecuencia medida por espectroscopía ultrasónica.

8. CONCLUSIONES

Considerando el método de ultrasonido por pulso eco para la detección de hidruros en piezas de Zry-4, se observa que la velocidad de fase de ondas longitudinales para las frecuencias de 10, 30 y 50 MHz tiende a crecer de acuerdo con el ajuste lineal de los resultados pero que dicho crecimiento no es siempre monótono. La biyectividad (requisito necesario para la detección) solo se observa para 2 condiciones de medición. Además la variación de velocidad es pequeña en relación al valor absoluto ($<0.2\%$) por lo que se requiere una precisión tal que no enmascare los cambios buscados la cual puede ser difícil de obtener en condiciones distintas a las de laboratorio. Por ejemplo, se observó una fuerte dependencia de la velocidad con la temperatura de forma que, si esta no es considerada, la precisión del método podría no ser suficiente.

Por otro lado, la atenuación de las ondas longitudinales para las frecuencias de 10, 30 y 50 MHz no muestra una tendencia clara en función del contenido de hidrógeno agregado. Sólo se observan funciones monótonas para frecuencias de 50 MHz en la dirección normal (ND) donde se estima que se maximiza el fenómeno de dispersión. La medición a frecuencias de este orden es difícil de aplicar en campo por la gran atenuación de las ondas a lo que se suma el requisito de una alta frecuencia de muestreo y la complejidad de la electrónica asociada.

La velocidad de enfriamiento utilizada para precipitar hidruros mostró cambios leves en los parámetros medidos. En líneas generales se observa que los hidruros precipitados a una velocidad de enfriamiento de $300^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (N) provocan un mayor cambio de velocidad de fase que los precipitados a $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (T) posiblemente asociado a los campos de tensiones térmicos y/o de los hidruros precipitados. Por otro lado, en la atenuación se observa una tendencia inversa donde las probetas T presentan menor atenuación que para las probetas N. Los cambios observados son pequeños pero comparables con los provocados por el hidrógeno.

Tanto para la velocidad de fase como para la atenuación se observó una fuerte dependencia con la textura cristalográfica expresada a través del factor de Kearns. En la mayoría de las

mediciones se observa que en la medida en que crece dicho factor aumenta la velocidad y la atenuación. La dependencia con esta variable (textura) es mucho mayor que con las otras dos (contenido de hidrógeno agregado y distribución de hidruros). Considerando que la textura puede variar a lo largo de los componentes de Zr, como es el caso de los tubos de presión por gradientes térmicos presentes en la extrusión [97], se estima que este fenómeno podría enmascarar los cambios en los parámetros de atenuación y velocidad producidos por el ingreso de hidrógeno.

Otros mecanismos que pueden provocar la modificación de la propagación de las ondas dentro del reactor son la corrosión, fragilización y crecimiento por irradiación, termofluencia, tensiones residuales, etc. Todos estos son propensos a enmascarar los cambios producidos por el ingreso de hidrógeno.

En conclusión, si bien se observó la influencia de los hidruros en la propagación de ondas elásticas, los ensayos de pulso eco realizados en este trabajo no lograron la determinación satisfactoria del contenido de hidrógeno en piezas de Zr. Por otro lado se observó una fuerte dependencia tanto de la atenuación como de la velocidad de ondas longitudinales con la textura del material. Dado que esta es de relevancia tecnológica para los componentes de Zr, se estima que se pueden utilizar métodos ultrasónicos para su determinación. Estos serían preferibles a métodos convencionales como la difracción de rayos X ya que pueden ser aplicados sobre componentes enteros y de forma no destructiva.

9. BIBLIOGRAFÍA

- [1] O. D. Northwood, «The Development and Applications of Zirconium Alloys,» *Material & Design*, vol. 6, pp. 58-70, 1985.
- [2] R. Krishnan y M. K. Asundi, «Zirconium alloys in nuclear technology,» *Proceedings of the Indian Academy Of Science*, vol. 4, nº 1, pp. 41-56, 1981.
- [3] D. Hardie y M. W. Shanahan, «Stress reorientation of hydrides in zirconium-2.5% niobium,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 55, pp. 1-13, 1975.
- [4] F. Onimus y J. L. Béchade , «Radiation Effects in Zirconium Alloys,» de *Comprehensive Nuclear Materials*, Elsevier, 2012, pp. 1-31.
- [5] G. Domizzi, R. A. Enrique, J. Ovejero García y G. C. Buscaglia, «Blister growth in zirconium alloys: experimentation and modeling,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 229, pp. 36-47, 1996.
- [6] C. Lemaignan y A. T. Motta, «Zirconium Alloys in Nuclear Applications,» de *Materials Science and Technology, A Comprehensive Treatment*, Wiley-VCH, 1997.
- [7] IAEA, «TECDOC 1410, Delayed hydride cracking in zirconium alloys in pressure tube nuclear reactors, Final report of a coordinated research project,» 2004.
- [8] E. De las Heras y M. I. Luppo, *comunicación personal*.
- [9] Ontario Power Generation, «Darlington Fuel Channel Fitness for Service,» 2015.
- [10] R. Yasuda, M. Matsubayashi, M. Nakata y K. Harada, «Application of neutron radiography for estimating concentration and distribution of hydrogen in Zircaloy cladding tubes,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 302, pp. 156-164, 2002.
- [11] W. H. Huang, T. W. Krause y B. J. Lewis, «Ultrasonic Inspection of CANDU fuel bundles for water ingress in compromised fuel element sheaths,» de *Flexible fuel for the future. 11th international conference on CANDU fuel*, Ontario, 2010.
- [12] R. S. Porter, «Design of Fuel Channels,» de *Reactor Mechanical Design, Course 3.6*, Chulalongkorn University, 1997.

- [13] Ontario Power Generation, «Pickering Fuel Channel Fitness for Service,» 2014.
- [14] G. A. Alers y M. Moles, «Measurement of the hydride content in Zr-Nb pressure tubes by third order elastic constants,» *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, vol. 10, n° B, pp. 1655-1662, 1991.
- [15] I. Liu y C. Yang, «A novel procedure employing laser ultrasound technique and simplex algorithm for the characterization of mechanical and geometrical properties in Zircaloy tubes with different levels of hydrogen charging,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 408, pp. 96-101, 2011.
- [16] C. Yang y M. Huang, «Characterization of hydrogen concentration in Zircaloy claddings using a low-frequency acoustic microscope with a PVDF/LFB transducer,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 335, pp. 359-365, 2004.
- [17] M. Soare, F. Petriu, V. Toma, V. Revenco, A. Calinescu, R. Ciocan, C. Iordache, L. Popescu, M. Mihalache y C. Murgescu, «Research on nondestructive examination methods for CANDU fuel channel inspection,» de *CANDU Maintenance Conference 1995 - Ultraacoustics R&D*, 1995.
- [18] D. R. Billson, D. A. Hutchins, H. D. Mair y M. D. C. Moles, «Ultrasonic evaluation of hydride concentration in zirconium-niobium alloys,» *Ultrasonics*, vol. 35, pp. 241-249, 1997.
- [19] Y. Cheong y Y. Kim, «Determination of the Hydrogen Concentration in Zr-2.5Nb Alloy by a Resonant Ultrasound Spectroscopy,» *Key Engineering Materials*, vol. 321, pp. 1576-1579, 2006.
- [20] J. A. Poncelow, J. Morrell, A. Lasseigne-Jackson y G. Solbrekken, «Rapid Nondestructive Detection and Measurement of Nuclear Fuels and Core Structural Materials,» de *Fifth International Symposium on Material Testing Reactors*, Columbia, 2012.
- [21] M. Nakatsuka, «Method of measuring hydrogen concentration of radioactive metallic material using electromagnetic acoustic resonance». Europe Patente EP 1 215 493 A1, 2002.
- [22] C. Georgescu, *Determination of Hydrogen Concentration in Zr-2.5 % Nb Pressure*

Tube Material by High Frequency Nonlinear Ultrasonics, University of Toronto, 1997.

- [23] R. Kazys, R. Sliteris, L. Mazeika y A. Voleisis, «Ultrasonic Estimation of Hydride Degradation of Zirconium Pressure Tubes of RBMK Fuel Channel,» de *European NDT Conference*, Berlín, 2006.
- [24] V. Ionescu, M. Mihalache y S. Florea, «Investigation of the Zr-2.5%Nb alloy structure by Ultrasonic Spectral Analysis,» *Romanian Reports in Physics*, vol. 62, n° 2, pp. 341-349, 2009.
- [25] P. K. De, J. T. John, S. Banerjee, T. Jayakumar, M. Thavasimuthu y B. Raj, «Assessment of hydrogen levels in Zircaloy-2 by non-destructive testing,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 252, pp. 43-54, 1998.
- [26] M. P. Gómez, G. Domizzi, M. I. López Pumarega y J. E. Ruzzante, «Characterization of hydrogen concentration in Zircaloy-4 using ultrasonic techniques,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 353, pp. 167-176, 2006.
- [27] T. Konishi y M. Honji, «Texture effect of Zircaloy on ultrasonic velocity,» de *Zirconium in the Nuclear Industry: Sixth International Symposium, ASTM STP 824*, 1984.
- [28] A. J. Anderson, R. B. Thompson y C. S. Cook, «Ultrasonic Measurement of the Kearns Texture Factors in Zircaloy, Zirconium, and Titanium,» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 30, n° A, pp. 1981-1988, 1999.
- [29] L. Yang, J. A. Turner y Z. Li, «Ultrasonic characterization of microstructure evolution during processing,» *Journal of the Acoustic Society of America*, vol. 121, pp. 50-59, 2007.
- [30] D. Tromans, «Elastic Anisotropy of HCP metal crystals and polycrystals,» *International Journal of Recent Research and Applied Studies*, vol. 6, n° 4, pp. 462-483, 2011.
- [31] R. F. Hearmon , «The elastic constants of anisotropic materials,» *Advances in physics*, vol. 5, n° 19, pp. 323-382, 1956.
- [32] B. A. Cheadle, C. E. Ells y W. Evans, «The development of texture in zirconium

- alloy tubes,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 23, pp. 199-206, 1967.
- [33] P. L. Rittenhouse y M. L. Picklesimer, «Research on the Mechanical Anisotropy of Zircaloy- 2,» *Electrochemical Technology*, vol. 4, n° 7, pp. 322-329, 1966.
- [34] E. Tenckhoff y P. L. Rittenhouse, «Texture Development and Texture Gradients in Zircaloy Tubing. Applications- Related Phenomena for Zirconium and Its Alloys, ASTM STP 458,» ASTM, 1969.
- [35] M. R. Louthan y R. P. Marshall, «Control of hydride orientation in zircaloy,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 9, n° 2, pp. 170-184, 1963.
- [36] S. Suwas y R. K. Ray, «Representation of Texture,» de *Crystallographic Texture of Materials*, Springer, 2014, pp. 11-38.
- [37] J. J. Kearns, «Thermal expansion and preferred orientation in Zircaloy,» Bettis Atomic Power Lab, Pittsburgh, 1965.
- [38] J. A. Gruber, S. A. Brown y G. A. Lucadamo, «Generalized Kearns texture factors and orientation texture measurement,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 408, pp. 175-182, 2011.
- [39] Z. Wang, U. Garbe, H. Li, R. P. Harrison, K. Toppler, A. J. Atuder, T. Palmer y G. Planchenault, «Hydride precipitation and its influence on mechanical properties of notched and unnotched Zircaloy-4 plates,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 436, n° 1, pp. 84-92, 2013.
- [40] M. R. Daymond , R. A. Holt , S. Cai , P. Mosbrucker y S. C. Vogel , «Texture inheritance and variant selection through an hcp–bcc–hcp phase transformation,» *Acta Materialia*, vol. 58, n° 11, pp. 4053-4066, 2010.
- [41] C. E. Coleman, «Cracking of Hydride-forming Metals and Alloys,» *Comprehensive Structural Integrity*, vol. 6, pp. 103-161, 2003.
- [42] J. R. Theaker, R. Choubey, G. D. Moan, S. A. Aldridge, L. Davis, R. A. Graham y C. E. Coleman, «Fabrication of Zr-2.5Nb Pressure Tubes to Minimize the Harmful Effects of Trace Elements,» de *Zirconium in the Nuclear Industry - STP1245 - ASTM*, 1994.
- [43] L. Van Swam, «Zirconium in the Nuclear Industry: Eighth International Symposium,

Número 1023,» de *ASTM*, 1989.

- [44] S. Suman, M. K. Khan y M. Pat, «Hydrogen in Zircaloy Mechanism and its impacts,» *International journal of hydrogen energy*, vol. 40, pp. 5976-5994, 2015.
- [45] B. Cox y Y. M. Wong, «A hydrogen uptake micro-mechanism for Zr alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 270, pp. 134-146, 1999.
- [46] E. Zuzek, J. P. Abriata, . A. San Martín y F. D. Manc, «H-Zr (Hydrogen – Zirconium),» de *Phase Diagrams of Binary Hydrogen Alloys*, ASM International , 2000, pp. 309-322.
- [47] R. C. Bowman Jr y B. D. Craft, «R.C. Bowman Jr., B.D. Craft, Effects of Thermal Treatments on Lattice Properties and Electronic Structure of ZrH, Phys. Rev. B, 31 (1985) pp 5604-5615.(2),» *Physical Review B*, vol. 31, pp. 5604-5615, 1985.
- [48] J. Bair, M. A. Zaeem y M. Tonks, «A review on hydride precipitation in zirconium alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 466, pp. 12-20, 2015.
- [49] C. S. Barrett y T. B. Massalski , *Structure of Metals*, Pergamon Press, 1980.
- [50] D. Olander, E. Greenspan, H. D. Garkisch y B. Petrovic, «Uranium–zirconium hydride fuel properties,» *Nuclear Engineering and Design*, vol. 239, p. 1406–1424, 2009.
- [51] Z. Zhao, J. P. Morniroli, A. Legris, A. Ambard, Y. Khin, L. Legras y M. Blat-Yrieix, «Identification and characterization of a new zirconium hydride,» *Journal of Microscopy*, vol. 232, pp. 410-421, 2008.
- [52] X. Zhua, D. Lin, J. Fang, X. Gao, Y. Zhao y H. Song, «New zirconium hydrides predicted by structure search method based on first principles calculations,» vol. arXiv:1703.01154 , 2017.
- [53] IAEA, «IAEA-TECDOC-1410. Delayed Hydride Cracking Testing – State of Art. Delayed hydride cracking in zirconium alloys in pressure tube nuclear reactors,» 2004.
- [54] D. Khatamian , «Effect of β -Zr decomposition on the solubility limits for H in Zr-2.5Nb,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 22, pp. 356-357, 2003.
- [55] Z. L. Pan , I. G. Ritchie y M. P. Puls, «The terminal solid solubility of hydrogen and

- deuterium in Zr-2.5Nb alloys.,» *Journal of Nuclear Materials* , vol. 228, pp. 227-237, 1996.
- [56] D. O. Northwood y R. W. Gilbert, «Hydrides in zirconium-2.5 wt. % niobium alloy pressure tube,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 78, pp. 112-116, 1978.
- [57] N. A. Kiran Kumar, *Hydride formation in Zirconium alloys*, Montreal : McGill University, 2011.
- [58] D. G. Westlake, «The habit planes of zirconium hydride in zirconium and Zircaloy,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 26, pp. 208-216, 1968.
- [59] M. P. Puls, *The Effect of Hydrogen and Hydrides on the Integrity of Zirconium Alloy Components*, London: Springer-Verlag, 2012.
- [60] V. Perovic, G. C. Weatherly y C. J. Simpson, «The role of elastic strains in the formation of stacks of hydride precipitates in zirconium alloys,» *Scripta Metall*, vol. 16, pp. 409-412, 1982.
- [61] G. J. C. Carpenter, «The Precipitation of Zirconium Hydride in Zirconium,» *Acta Materialia*, vol. 26, pp. 1225-1235, 1978.
- [62] H. E. Weekes, V. A. Vorontsov, I. P. Dolbnya y J. D. Plu, «In situ micropillar deformation of hydrides in Zircaloy-4,» *Acta Materialia*, vol. 92, p. 81–96, 2015.
- [63] A. Machiels , «Fracture Toughness Data for Zirconium Alloys,» Electric Power Research Institute, California, 2001.
- [64] S. Yamanaka, K. Yamada, K. Kurosaki, M. Uno, K. Takeda, H. Anada, T. Matsuda y S. Kobayashi, «Characteristics of zirconium hydride and deuteride,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 330, pp. 99-104, 2002.
- [65] Encyclopædia Britannica, [En línea]. Available: <https://www.britannica.com/science/seismic-wave>. [Último acceso: enero 2018].
- [66] R. Truell, C. Elbaum y B. Chick, *Ultrasonic Methods in Solid State Physics*, New York: Academic Press, 1969.
- [67] E. P. Papadakis, «Ultrasonic Attenuation Caused by Scattering in Polycrystalline Media,» de *Physical Acoustics Volume IV-B*, Nueva York- Londres, Academic Press, 1968, p. 269.

- [68] W. P. Mason y H. J. McSkimin, «Attenuation and scattering of high frequency sound waves in metals and glasses,» *Journal of the Acoustic Society of America*, vol. 19, pp. 464-473, 1947.
- [69] L. Rayleigh, *The Theory of Sound*, New York: Dover Publications, 1945.
- [70] I. M. Lifshits y G. D. Parkhomovskii, *Journal of Experimental and Theoretical Physics*, vol. 20, pp. 175-182, 1950.
- [71] Z. Merkulov, *Soviet physics : technical physics* , vol. 2, p. 1282, 1957.
- [72] L. Yang, J. A. Turner y Z. Li, «Ultrasonic characterization of microstructure evolution during processing,» *Journal of the Acoustic Society of America*, vol. 121, n° 1, pp. 50-59, 2007.
- [73] R. L. Roderick y R. Truell, «The Measurement of Ultrasonic Attenuation in Solids by the Pulse Technique and Some Results in Steel,» *Journal of Applied Physics*, vol. 23, p. 267, 1952.
- [74] E. P. Papadakis, «The measurement of ultrasonic attenuation,» de *Physical Acoustics-Ultrasonic measurement methods*, Academic Press, 1990, pp. 107-154.
- [75] E. P. Papadakis, «The measurement of small changes in ultrasonic velocity and attenuation,» *C R C Critical Reviews in Solid State Sciences*, vol. 3:4, pp. 373-418, 1973.
- [76] H. Seiki, A. Granato y R. Truell, «Diffraction Effects in the Ultrasonic Field of a Piston Source and Their Importance in the Accurate Measurement of Attenuation,» *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 28, p. 230, 1956.
- [77] E. P. Papadakis, «Ultrasonic Diffraction Loss and Phase Chanfle in Anisotropic Materials,» *Journal of the Acoustic Society of America*, vol. 40, pp. 863-874, 1966.
- [78] J. E. May Jr, *IRE National Convention Record*, vol. 6, p. 134, 1958.
- [79] E. P. Papadakis, «Ultrasonic Phase Velocity by the Pulse-Echo-Overlap Method Incorporating Diffraction Phase Corrections,» *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 42, p. 1045, 1967.
- [80] D. H. Chung, D. J. Silversmith y B. B. Chick, «A Modified Ultrasonic Pulse-Echo-Overlap Method for Determining Sound Velocities and Attenuation of Solids,» *The*

- Review of Scientific Instruments*, vol. 40, p. 718, 1969.
- [81] E. P. Papadakis, «Absolute Accuracy of the Pulse-Echo Overlap Method and the Pulse-Superposition Method for Ultrasonic Velocity,» *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 52, p. 843, 1972.
- [82] I. Fujii y K. Kawashima, «Digital measurement of ultrasonic velocity,» *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, vol. 14, p. 203, 1995.
- [83] D. R. Hull, H. E. Kautz y A. Vary, «Ultrasonic Velocity Measurement Using Phase-Slope and Cross-Correlation Methods,» de *Spring Conference of the American Society for Nondestructive Testing*, Denver, 1984.
- [84] B. T. Sturtevant, C. Pantea y D. N. Sinha, «Evaluation of the Transmission Line Model for Couplant Layer Corrections in Pulse-Echo Measurements,» *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, vol. 60, p. 943, 2013.
- [85] H. J. McSkimin, «Pulse Superposition Method for Measuring Ultrasonic Wave Velocities in Solids,» *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 33, p. 12, 1961.
- [86] G. Domizzi, *Influencia del H sobre las aleaciones base zirconio*, Tesis Doctoral, 2000.
- [87] E. A. Gulbransen y K. F. Andrew, *Journal of Metal Transactions*, vol. 203, n° 89 E.A. Gulbransen y K.F. Andrew., AIME 203 (1955) pp 136, p. 136, 1955.
- [88] B. J. Gill , P. Cotterill y J. E. Bailey , «Aspects of the constitution of zirconium-hydrogen alloys,» *Journal of the Less Common Metals*, vol. 39, pp. 189-193, 1975.
- [89] G. W. C. Kaye y T. H. Laby, «Tables of physical and chemical constants,» Longman , 1993, p. London.
- [90] MATEC inc., *MATEC 760v application note, AN 104.*, USA.
- [91] T. O'Haver, «A Pragmatic Introduction to Signal Processing,» [En línea]. Available: <https://terpconnect.umd.edu/~toh/spectrum/>. [Último acceso: 2018].
- [92] I. I. Novikov, «Investigation of the Acoustic Properties of Zirconium,» *Inorganic Materials: Applied Research*, vol. 5, n° 2, p. 184, 2014.

- [93] H. Nyquist, «Certain Topics in Telegraph Transmission Theory,» *Transactions of the A. I. E. E.*, vol. 47, pp. 617-644, 1928.
- [94] IEEE, «Digital Signal Processing Committee of the IEEE Acoustics, Speech, and Signal Processing Society, eds. Programs for Digital Signal Processing.,» de *Capítulo 8*, New York:, IEEE Press, 1979.
- [95] M. L. Vanderglas y Y. J. Kim, «Stresses due to volumetric expansion of zirconium hydride inclusions,» *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol. 22, pp. 177-196, 1986.
- [96] G. Tottoen, *Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel*, ASM international, 2002.
- [97] B. Nath, G. W. Lorimer y N. Ridley, «Effect of hydrogen concentration and cooling rate on hydride precipitation in α -zirconium,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 58, pp. 153-162, 1975.
- [98] J. Williams y J. Lamb, «On the Measurement of Ultrasonic Velocity in Solids,» *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 30, p. 308, 1958.
- [99] W. P. Mason, *Bell System Technical Journal*, vol. 34, p. 903, 1955.
- [100] «Arduino.cc,» Arduino, 01 2018. [En línea]. Available: <https://www.arduino.cc/en/Reference/Stepper>.
- [101] B. Beaugard, «arduino.cc,» Arduino, 01 2018. [En línea]. Available: <https://playground.arduino.cc/Code/PIDLibrary>.
- [102] R. G. Lyons, *Understanding Digital Signal Processing*, Prentice Hall.
- [103] L. W. Schmerr Jr., *Fundamentals of Ultrasonic Nondestructive Evaluation a Modeling Approach*, Springer, 2016.
- [104] A. Zielinski y S. Sobieszczyk, «Hydrogen-enhanced degradation and oxide effects in zirconium alloys for nuclear applications,» *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 36, pp. 8619-8629, 2011.
- [105] E. R. Bradley, J. H. Schemel y A. L. Nystro, «Influence of Alloy Composition and Processing on the Nodular Corrosion Resistance of Zircaloy-2,» de *Zirconium in the Nuclear Industry: 9th Int. Symp., ASTM STP 1132*, Philadelphia, 1991.

- [106] J. D. Bass y J. S. Zhang, «Theory and Practice: Techniques for Measuring High-P-T Elasticity,» de *Treatise on Geophysics*, Urbana, Elsevier, 2015, pp. 293-300.
- [107] Y. Li, R. Rogge y R. A. Holt, «Development of local microstructure and crystallographic texture in extruded Zr–2.5Nb tubes,» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 437, pp. 10-20, 2006.

10. Anexo

10.1. Relación tensorial entre la velocidad y las constantes elásticas

Se considera un sólido elástico y un elemento de volumen $(\delta Z_1)(\delta Z_2)(\delta Z_3)$ como el mostrado en la Figura 66.a. Las ondas acústicas están caracterizadas por regiones de compresión y rarefacción debido a los desplazamientos periódicos de la partícula asociados con la onda. Estos desplazamientos están causados por las tensiones inhomogéneas que emite la fuente sonora. En la forma tensorial los componentes del gradiente de tensión son $\partial\sigma_{ij}/\partial Z_k$ e incluyen tanto gradientes de esfuerzos de tracción como de esfuerzos de corte, como se muestra en la Figura 66.b.

La fuerza F actuando en el elemento volumétrico es calculada multiplicando los componentes de tensión por el área de las caras en las que actúa la fuerza.

F_1 , la componente de fuerza en Z_1 está dada por

$$F_1 = \frac{\partial\sigma_{11}}{\partial Z_1} \left(\frac{1}{2}\delta Z_1 + \frac{1}{2}\delta Z_1 \right) (\delta Z_2\delta Z_3) + \frac{\partial\sigma_{12}}{\partial Z_2} \left(\frac{1}{2}\delta Z_2 + \frac{1}{2}\delta Z_2 \right) (\delta Z_1\delta Z_3) + \frac{\partial\sigma_{13}}{\partial Z_3} \left(\frac{1}{2}\delta Z_3 + \frac{1}{2}\delta Z_3 \right) (\delta Z_1\delta Z_2) = \frac{\partial\sigma_{1j}}{\partial Z_j} (\delta Z_1\delta Z_2\delta Z_3) \quad \text{Ec. 58}$$

Generalizando este resultado para las tres componentes

$$F_i = \frac{\partial\sigma_{ij}}{\partial Z_j} \delta V = \frac{\partial\sigma_{ij}}{\partial Z_j} \frac{\delta m}{\rho} \quad \text{Ec. 59}$$

Donde δV es el volumen del elemento diferencial, δm es la masa y ρ es la densidad.

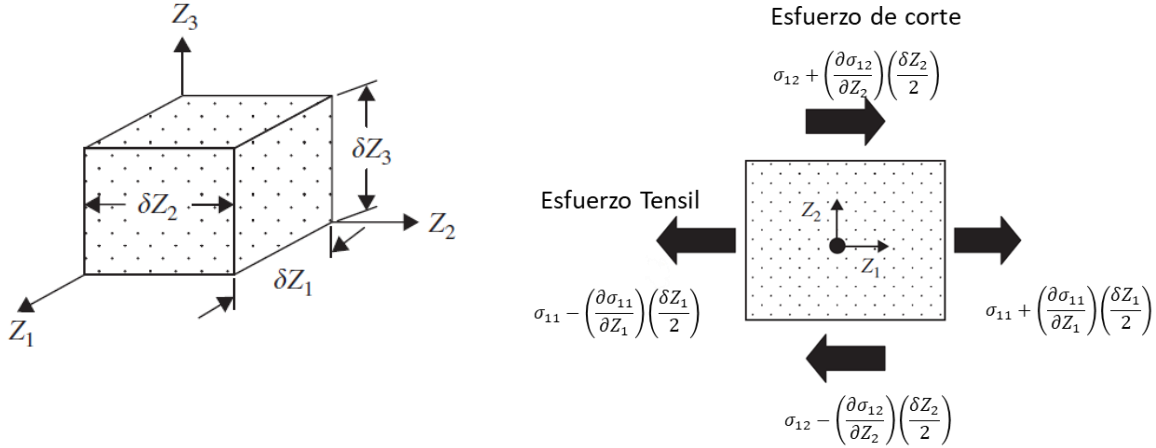


Figura 66. Elemento de volumen considerado para la obtención de la ecuación de Christoffel.

A partir de la Segunda Ley de Newton, la fuerza es igual al producto de la masa por la aceleración de la partícula \ddot{u}_i .

$$F_i = (\delta m)\ddot{u}_i = \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial Z_j} \frac{\delta m}{\rho} \quad \text{Ec. 60}$$

De aquí se obtiene la ecuación de movimiento:

$$\rho \ddot{u}_i = \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial Z_j} \quad \text{Ec. 61}$$

La Ecuación de Christoffel se obtiene de la solución de ondas planas de la ecuación de movimiento. Una onda plana está representada por

$$u_k = A_k e^{i(\omega t - \vec{k} \cdot \vec{Z})} = A_k e^{i(\omega t - k_i z_i)} \quad \text{Ec. 62}$$

En donde u_k es el k -ésimo componente de desplazamiento en el elemento volumétrico, A_k es la amplitud, ω es la frecuencia angular, \vec{k} es el vector de onda paralelo a la normal a la onda, y \vec{Z} es el vector de coordenadas. La magnitud de $|\vec{k}|$ es $2\pi/\lambda$, donde λ es la longitud de onda, y el producto escalar.

$$\vec{k}\vec{Z} = k_1z_1 + k_2z_2 + k_3z_3 = k_iZ_i \quad \text{Ec. 63}$$

Tomando las derivadas de u con respecto al tiempo y al espacio se obtiene la aceleración

$$\ddot{u}_i = \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = -\omega^2 u_i \quad \text{Ec. 64}$$

La deformación

$$\varepsilon_{kl} = \frac{\partial u_k}{\partial Z_l} = -ik_l u_k \quad \text{Ec. 65}$$

Y el gradiente de deformación

$$\frac{\partial x_{kl}}{\partial Z_j} = \frac{\partial^2 u_k}{\partial Z_l \partial Z_j} = -k_l k_j u_k \quad \text{Ec. 66}$$

La ecuación de movimiento deviene en

$$\rho \ddot{u}_i = -\rho \omega^2 u_i = c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial Z_j \partial Z_l} = -c_{ijkl} k_l k_j u_k \quad \text{Ec. 67}$$

Para simplificar aún más, $U_k = A_k/A$ donde \vec{U} es el vector unitario que denota la orientación del movimiento de la partícula relativo a los ejes de coordenadas. U_k es el coseno director de \vec{U} con el k -ésimo eje, A es la amplitud de la onda y A_k es su proyección sobre el k -ésimo eje.

De forma similar, \vec{N} se define como el vector unitario paralelo a la normal a la onda. Su proyección en el eje de referencia Z_j está dada por

$$N_j = \frac{k_j}{k} \quad \text{Ec. 68}$$

Donde $k = 2\pi/\lambda$ es el vector de onda y k_j su j -ésimo componente.

U_k y N_j son las proyecciones según los cosenos directores del movimiento de la partícula y de la normal a la onda. Substituyendo estos términos en la ecuación de movimiento,

$$\rho \ddot{u}_i = c_{ijkl} k_l k_j u_k \quad \text{Ec. 69}$$

$$\rho \omega^2 A_i e^{i(\omega t - k_i z_i)} = c_{ijkl} k_l k_j A_k e^{i(\omega t - k_i z_i)} \quad \text{Ec. 70}$$

$$\rho \omega^2 A U_i = c_{ijkl} N_l N_j k^2 U_k A \quad \text{Ec. 71}$$

La velocidad de onda se introduce a partir de la relación

$$v^2 = \frac{(2\pi v)^2}{(2\pi/\lambda)^2} = \frac{\omega^2}{k^2} \quad \text{Ec. 72}$$

Dando la Ecuación de Cristoffel, la cual relaciona las velocidad de onda, las normales a la onda, las direcciones de polarización y las constantes elásticas.

$$\rho v^2 U_i = c_{ijkl} N_j U_k N_l \quad \text{Ec. 73}$$

10.2. Definición de precisión y exactitud

10.2.1. Definición clásica

En este trabajo se utilizaron las definiciones clásicas de precisión y exactitud para utilizar términos congruentes con la literatura. Se describen a continuación y se incluye una descripción gráfica en la Figura 67.

Precisión se refiere a la dispersión del conjunto de valores obtenidos de mediciones repetidas de una magnitud. Cuanto menor es la dispersión mayor la precisión. Una medida común de la variabilidad es la desviación estándar de las mediciones y la precisión se puede estimar como una función de ella. Es importante resaltar que la automatización de diferentes pruebas o técnicas puede producir un aumento de la precisión. Esto se debe a que con dicha automatización, lo que logramos es una disminución de los errores manuales o su corrección inmediata. No hay que confundir resolución con precisión.

Exactitud se refiere a cuán cerca del valor real se encuentra el valor medido. En términos estadísticos, la exactitud está relacionada con el sesgo de una estimación. Cuanto menor es el sesgo, más exacta es una estimación. Cuando se expresa la exactitud de un resultado, se expresa mediante el error absoluto que es la diferencia entre el valor experimental y el valor verdadero.

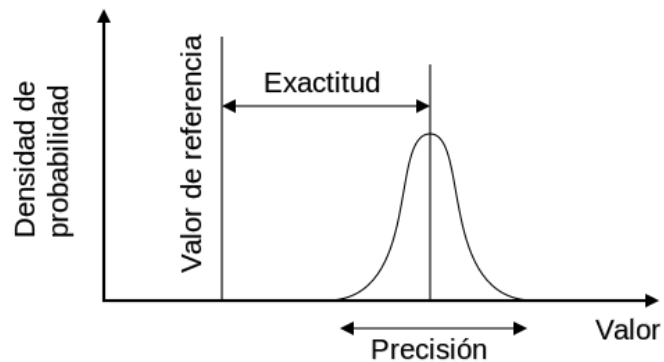


Figura 67 Descripción gráfica de precisión y exactitud.

10.3. Desfasaje γ entre dos ecos sucesivos

Dada una onda viajera que se propaga en una sola dimensión por un medio sin atenuación,

$$f(x, t) = Ae^{i(\omega t - k_i x)} \quad \text{Ec. 74}$$

Si hay un cambio de impedancia en el medio, cuando la onda llega a la interfaz parte de la energía de la onda se transmite y otra parte se refleja, dando como resultado dos ondas viajeras como se observa en la Figura 68.

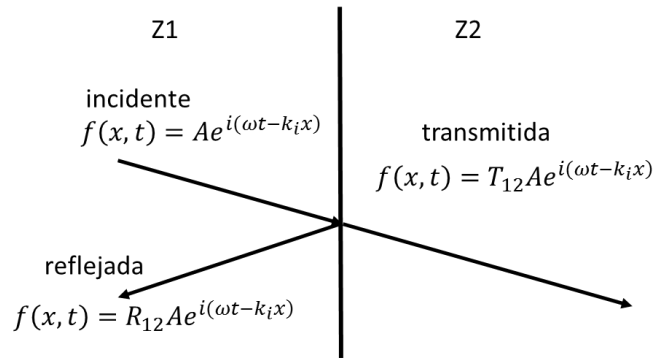


Figura 68. Reflexión y transmisión ante una cambio de impedancia.

La onda transmitida será la onda inicial en la interface multiplicada por el coeficiente de transmisión que viene dado por la Ec. 75. La onda reflejada será la onda inicial en la interface multiplicada por el coeficiente de reflexión que viene dado por la Ec. 77 y el cambio de sentido de la variable x que expresa el cambio de sentido en la propagación. Se considera a partir de acá que $A=1$.

$$T_{12} = \frac{2Z_2}{Z_1 + Z_2} \quad \text{Ec. 75}$$

$$f_t(x, t) = T_{12} e^{i(\omega t - k_2 x)} \quad \text{Ec. 76}$$

$$R_{12} = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_1 + Z_2} \quad \text{Ec. 77}$$

$$f_r(x, t) = R_{12} e^{i(\omega t + k_1 x)} \quad \text{Ec. 78}$$

Para calcular el desfase γ entre dos ecos consecutivos se realiza el siguiente análisis aplicado a un sistema de medición compuesto por un transductor una capa acoplante y la probeta como se muestra en la Figura 69.

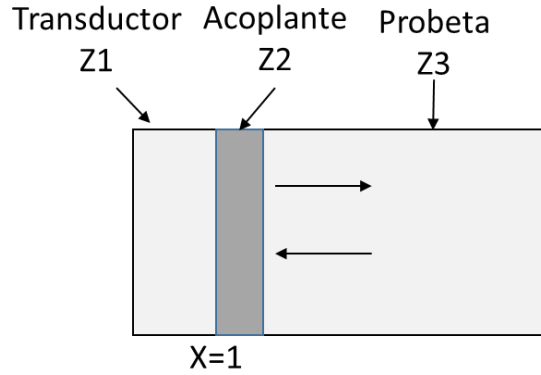


Figura 69. Impedancias acústicas en la configuración de pulso eco.

Se considera una onda plana proveniente del transductor:

$$A(x = 1, t) = A_0 e^{i(\omega t - k_1 x)} \quad \text{Ec. 79}$$

Cuando esta se transmite al material, viaja a la cara opuesta, se refleja, vuelve, y se transmite al transductor será:

$$A_1(x = 1, t) = A_0 T_{13} e^{ik_3 l_3} R_{34} e^{ik_3 l_3} T_{31} e^{-i(\omega t - k_2 x)} \quad \text{Ec. 80}$$

De igual manera el segundo eco, que realiza dos tránsitos por el material:

$$A_2(x = 1, t) = A_0 T_{13} e^{ik_3 l_3} R_{34} e^{ik_3 l_3} R_{31} e^{ik_3 l_3} R_{34} e^{ik_3 l_3} T_{31} e^{-i(\omega t - k_2 x)} \quad \text{Ec. 81}$$

Si se comparan dos ecos sucesivos como es el caso más usual en el pulso eco entonces

$$\frac{A_2}{A_1} = e^{2ik_3 l_3} R_{31} \quad \text{Ec. 82}$$

Se observa que la única diferencia analítica está dada por el tiempo de vuelo real

$$TOF = e^{2ik_3 l_3} \quad \text{Ec. 83}$$

Y por el cambio de fase producido en la capa acoplante por el coeficiente de reflexión complejo

$$\tan(\gamma) = R_{31} \quad \text{Ec. 84}$$

Este coeficiente es complejo e introduce un desfase dependiente de la frecuencia. Su cálculo se puede realizar de diversas maneras, como por ejemplo a partir de sumatorias hasta el infinito de las sucesivas reflexiones. Otra forma es aquella descrita por Lamb [98]. A partir del circuito equivalente desarrollado por Mason [99] el cual se observa en la Figura 70, se obtiene la impedancia equivalente vista desde el espécimen y a partir de esta se calcula el desfase.

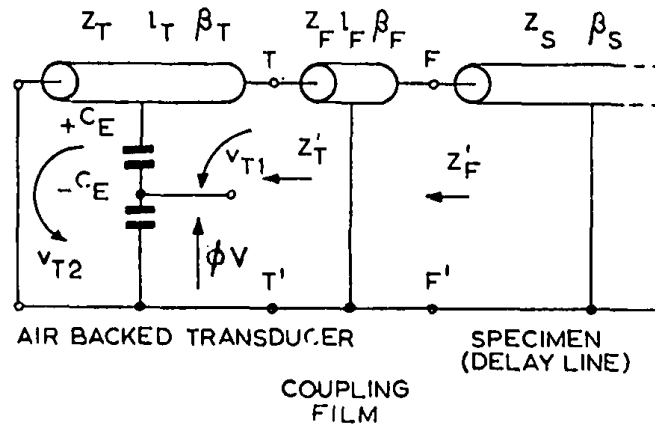


Figura 70. Modelo equivalente de línea de transmisión [98].

$$R_{31} = \frac{Z_{eq} - Z_3}{Z_{eq} + Z_3} \quad \text{Ec. 85}$$

$$Z_{eq} = Z_2 \frac{jZ_1 \tan(\theta_1) + jZ_2 \tan(\theta_2)}{Z_2 - Z_2 \tan(\theta_2) \tan(\theta_2)} \quad \text{Ec. 86}$$

En la Figura 71 se muestra el desfase γ para un transductor de 10 MHz y para distintos espesores de capa acoplante. Se observa que el desfase es mínimo en resonancia y que su módulo incrementa en la medida en que la medición se separa de la resonancia. También se deduce que cuanto más fina es la capa acoplante, menor es el desfase.

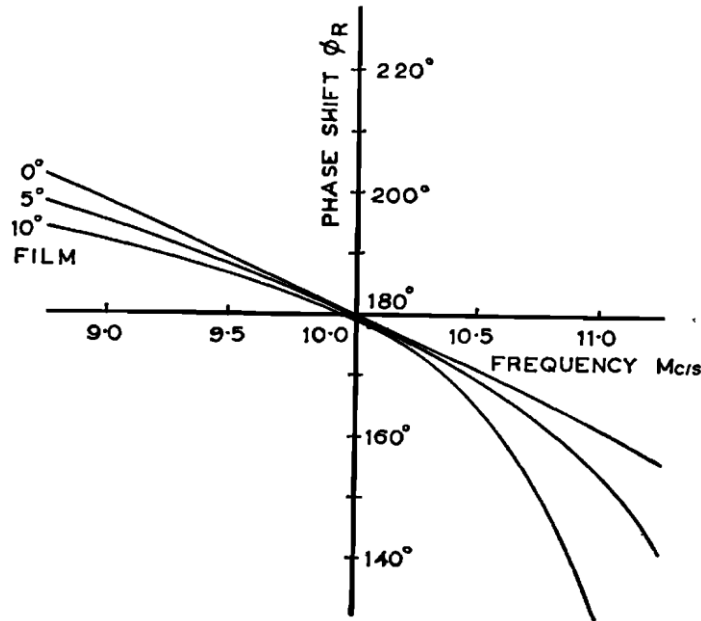


Figura 71. Desfasaje calculado para distintos espesores de acoplante [98].

10.4. Programa de adquisición de temperatura

Se desarrolló una herramienta para la adquisición de temperatura con el fin de caracterizar la velocidad de enfriamiento de los distintos tratamientos térmicos. Se utilizó un conversor analógico digital comercial Measurement Computer USB-TEMP de 24 bit de resolución. El mismo adecua la señal entregada por una termocupla y permite su calibración interna a través de la compensación de unión fría. Se escribió un programa en Visual Basic para la visualización en tiempo real y almacenamiento de los datos adquiridos. Se incluye una captura de la interfaz gráfica de usuario luego de medir un enfriamiento en la Figura 72.

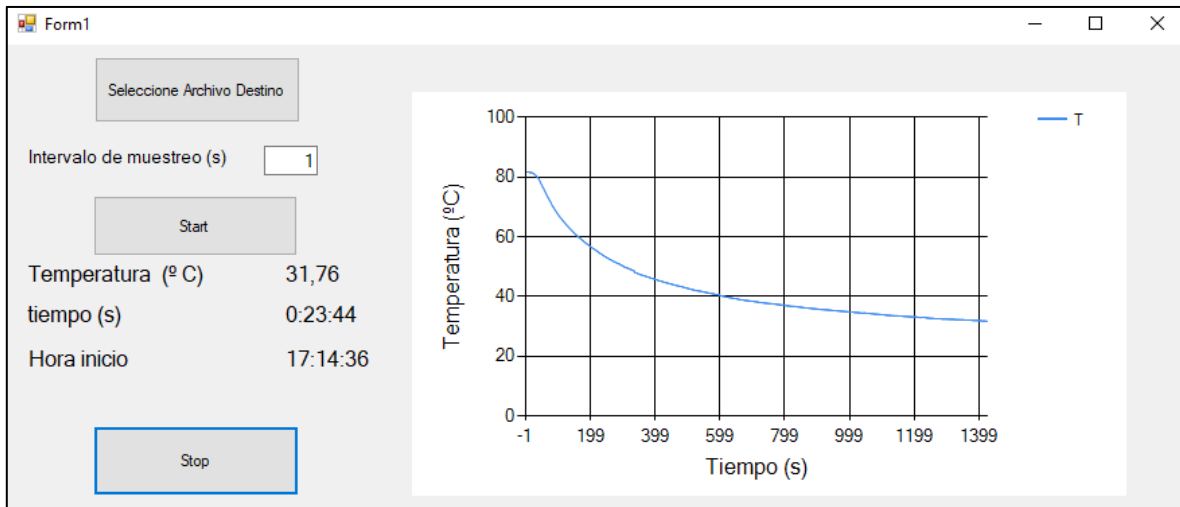


Figura 72. Interfaz gráfica de usuario para el registro de temperatura

10.5. Automatización del control de frecuencia

El equipo MATEC 760v posee un control de frecuencia manual de tipo capacitivo, por lo que no puede ser reemplazado por resistencias electrónicas. Para automatizarlo se lo adhirió a un motor paso a paso a través de un engranaje reductor. Esto permite ajustar el dial en 900 puntos distintos de toda la vuelta. El motor paso a paso es alimentado por un circuito amplificador basado en el circuito integrado lb1845 que permite el control de corriente por medio de una modulación por ancho de pulso (PWM). La señal de control la produce un microcontrolador Arduino UNO cada vez que recibe la señal de disparo proveniente del osciloscopio. Para esto se utilizó la librería “Stepper” [100]. El motor acoplado al dial se muestra en la Figura 73.

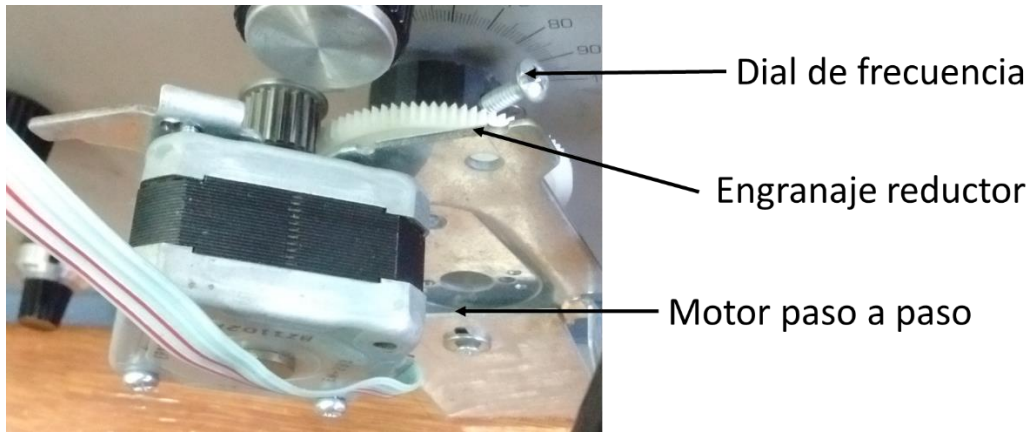


Figura 73. Motor paso a paso acoplado a control de frecuencia a través de un engranaje reductor.

10.6. Cámara de temperatura constante.

Se diseñó y construyó una cámara de temperatura constante para evitar la influencia de los cambios de la temperatura ambiente sobre las mediciones ultrasónicas. Se utilizó una conservadora de poliestireno expandido de alta densidad (telgopor) como recipiente aislante. Se construyó un elemento calefactor a través de una resistencia de alambre de Kanthal (Fe, Cr, Al) la cual se conecta una fuente de computadora a través de un transistor IRF-540 de tipo MOSFET. Se implementó un control de temperatura de tipo PID (proporcional, integral, derivativo) en un microcontrolador Arduino UNO realimentado por un sensor de temperatura analógico LM35. Se utilizó la librería “PID” de Brett Beauregard [101]. La misma permite la modalidad proporcional a la medición la cual hace que los procesos integrativos no presenten excesos en la temperatura. Además permite la determinación automática de los parámetros k_p , k_i , y k_d . Además se utilizó un ventilador de computadora para la homogenización de la temperatura dentro de la cámara. Se obtuvieron resultados satisfactorios ya que se observó una desviación estándar de $0,03\text{ }^{\circ}\text{C}$ y una incertidumbre de $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ dada por la resolución del conversor analógico digital para adquirir la temperatura. En la Figura 74 se incluyen fotos de la cámara y en la Figura 75 se incluyen un ciclado térmico dónde se observa el buen control de temperatura obtenido



Figura 74. Cámara de temperatura constante.

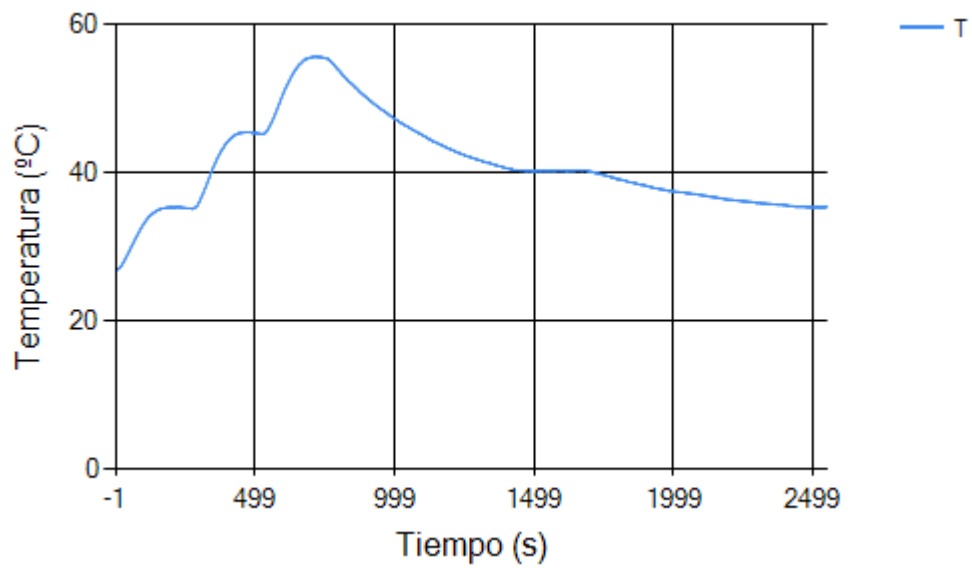


Figura 75. Ciclado térmico dentro de la cámara.

10.7. Detector de envolvente

Se implementó un detector de envolvente asincrónico complejo en MATLAB. El mismo está basado en la transformada de Hilbert la cual se define a partir de:

$$X_{ht}(\omega) = H(\omega)X_r(\omega) \quad \text{Ec. 87}$$

Donde

$$H(\omega) = 0 - j1 \text{ para } \omega > 0$$

$$H(\omega) = 0 + j1 \text{ para } \omega < 0$$

Esta transformada permite generar una señal analítica (o secuencia helicoidal compleja) a partir de una señal real, llevando una señal de dos dimensiones a tres dimensiones. Esta resulta útil para medir características instantáneas de la señal como frecuencia, fase, amplitud, etc. La representación compleja de la misma se puede observar en Figura 76.

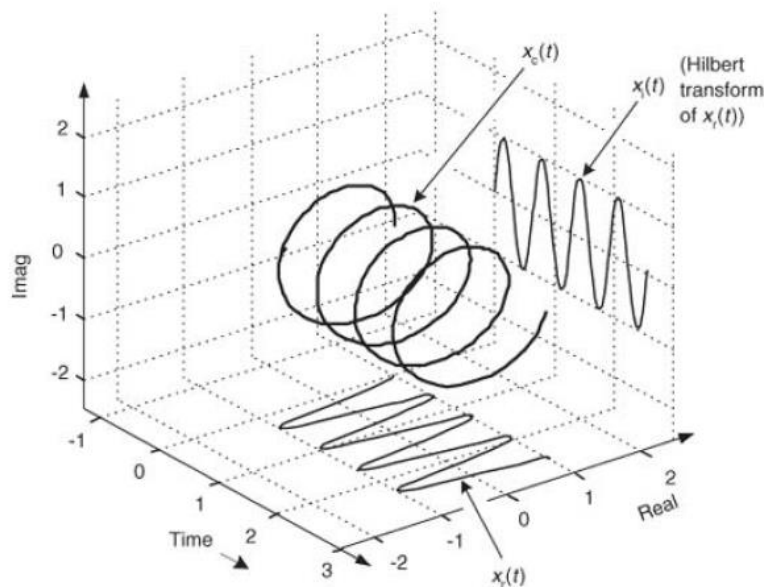


Figura 76. Señal Helicoidal compleja [102].

En el caso de una señal R.F. de ultrasonido dónde se desea obtener la envolvente de la señal, se observa que utilizar el valor absoluto de la señal analítica permite obtener un mejor resultado que solamente rectificar y filtrar la señal original.

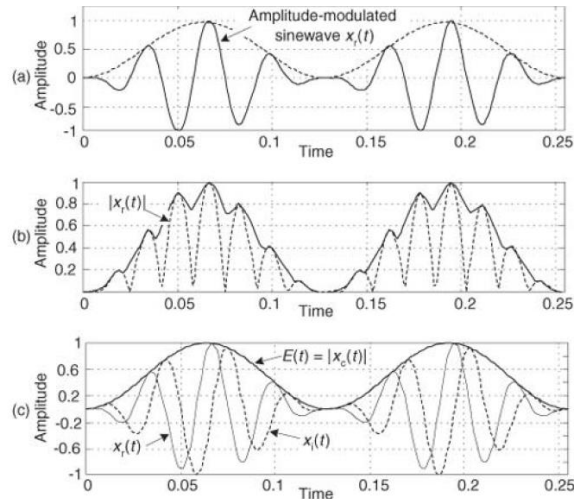


Figura 77. Distintos tipos de envolvente. **a.** Señal modulada. **b.** Por rectificado. **c.** Por transformada de Hilbert [102].

Se implementó el detector de envolvente complejo asincrónico mostrado en la Figura 78 ya que el mismo posee excelente relación señal ruido [102].

Para esto se utilizaron las funciones de Matlab 'hilbert' que computa la transformada de Hilbert, 'butter' que encuentra los coeficientes para un filtro IIR de tipo Butterworth y la función 'filtfilt' que aplica el filtro calculado compensado el retardo de fase. Esto es necesario ya que la señal envolvente se utiliza para encontrar máximos y mínimos de la señal de R.F., y si la primera se encuentra retardada respecto de la segunda produciría un error sistemático. La frecuencia de corte del filtro se eligió de forma tal que no sea tan alta como para dejar pasar transitorios de la señal, ni tan baja como para reducir la energía de la misma. Si bien el equipo generador y receptor de pulsos genera una señal envolvente, se prefirió generar una por software ya que permite ajustar los parámetros y obtener un envolvente acorde a la señal.

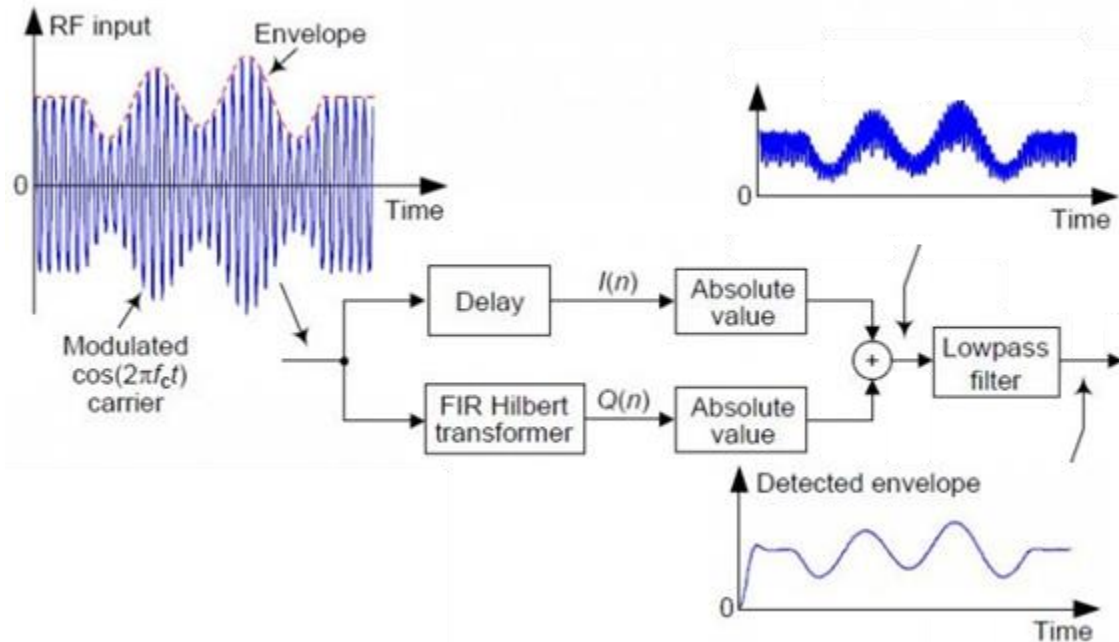


Figura 78. Diagrama en bloque de detector de envolvente asincrónico [102].

10.8. Cálculo de los efectos de difracción

Para poder medir la atenuación que se produce en el material, es necesario poder compensar los efectos de la difracción, por lo que resulta necesario utilizar un modelo capaz de predecirlos. A continuación se describe las ecuaciones y procedimientos para el cálculo de la difracción como se describe en [103].

Partiendo de la ecuación de Rayleigh-Sommerfeld:

$$p(x, \omega) = \frac{-i\omega\rho v_0(\omega)}{2\pi} \int_{S_p} v_z(y, \omega) \frac{\exp(ikr)}{r} dS(y) \quad \text{Ec. 88}$$

Y en el caso particular en el que la velocidad es constante en toda la cara del transductor y cero en cualquier punto de $z=0$:

$$p(x, \omega) = \frac{-i\omega\rho v_0(\omega)}{2\pi} \int_S \frac{\exp(ikr)}{r} dS \quad \text{Ec. 89}$$

Esta integral es válida para un transductor radiando ondas longitudinales en un fluido. Dado que se desea predecir el comportamiento en el material para poder compensarlo, es necesario encontrar una solución a la ecuación de Rayleigh-Sommerfeld para todo el hemiespacio. Para esto se plantea un sistema de coordenadas a través de una recta que una el punto de interés con el plano $z=0$ como se muestra en la Figura 79.

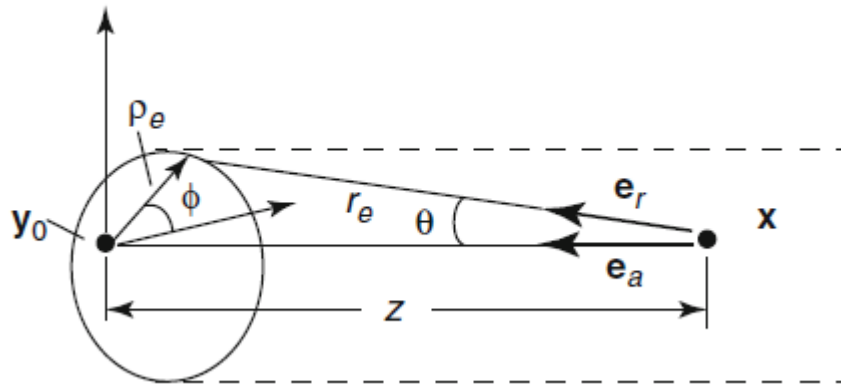


Figura 79. Sistema de coordenadas para la resolución de la ecuación de Rayleigh-Sommerfeld [103].

De esta forma el eje Z pasa por el punto de interés y se definen las variables cilíndricas ρ_e y φ desde el nuevo origen. ρ_e une el origen de coordenadas con el borde del círculo por lo que su longitud dependerá del ángulo φ . El vector r_e une el punto de interés con cada punto fuente.

$$r_e = \sqrt{z^2 + \rho_e^2} \quad \text{Ec. 90}$$

En este sistema el diferencial de superficie pasa a ser:

$$dS = r dr d\varphi \quad \text{Ec. 91}$$

Por lo que la integral de Raleigh-Sommerfeld se reduce a

$$p(x, \omega) = \frac{-i\omega\rho v_0(\omega)}{2\pi} \int_S \exp(ikr) dr d\varphi \quad \text{Ec. 92}$$

$$p(x, \omega) = \rho c v_0(\omega) \left\{ \exp(ikz) - \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} \exp(ikr_e) d\varphi \right\} \quad \text{Ec. 93}$$

Se observa que la presión para cualquier punto está dada por una onda que viaja desde el origen de coordenadas y por la integral de las ondas que provienen del borde del pistón. Esta solución es válida solo para puntos en el espacio dentro del haz principal.

Como esta expresión no tiene una solución analítica sencilla se debe aproximar de forma numérica y para esto se convierte la integral en una sumatoria de ondas proveniente desde el borde. Por lo que es necesario aproximar el círculo por una serie de segmentos rectos como se muestra en la Figura 80.

$$\frac{p(\rho_0, z, \omega)}{\rho c v_0} = \exp(ikz) - \frac{1}{2\pi} \sum_{n=1}^N \exp(ikr_{en}) \Delta\varphi_n \quad \text{Ec. 94}$$

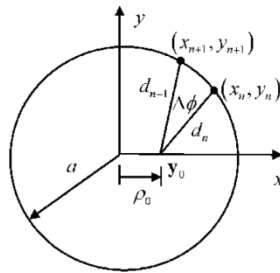


Figura 80. Aproximación discreta de la superficie del transductor [103].

Para conocer el $\Delta\varphi_n$ se utiliza la regla de los cocenos

$$d_n = \sqrt{(x_n - \rho_0)^2 + y_n^2} \quad \text{Ec. 95}$$

$$d_{n+1} = \sqrt{(x_{n+1} - \rho_o)^2 + y_{n+1}^2} \quad \text{Ec. 96}$$

$$l_n = \sqrt{(x_{n+1} - x_n)^2 + (y_{n+1} - y_n)^2} \quad \text{Ec. 97}$$

$$\Delta\varphi_n = \cos^{-1} \left[\frac{d_{n+1}^2 + d_n^2 - l_n^2}{2d_n d_{n+1}} \right] \quad \text{Ec. 98}$$

Y para calcular r_{en} se debe conocer ρ_{en} que se obtiene a partir de las distancias del origen de coordenadas hasta el centro de cada segmento

$$x_{cn} = \frac{x_{n+1} + x_n}{2} \quad \text{Ec. 99}$$

$$y_{cn} = \frac{y_{n+1} + y_n}{2} \quad \text{Ec. 100}$$

$$\rho_{en} = \sqrt{(x_{cn} - \rho_o)^2 + y_{cn}^2} \quad \text{Ec. 101}$$

$$r_{en} = \sqrt{\rho_{en}^2 + z^2} \quad \text{Ec. 102}$$

A partir de esto se calculó el campo normalizado en el plano $y=0$ para un transductor de radio $a=6.35\text{mm}$, a una frecuencia $f=10\text{ MHz}$ y con una velocidad en el material $c=4750\text{ m/s}$. Se graficó la presión normalizada como se muestra en la Figura 81 .

Se puede observar que a medida que aumenta la distancia z , el perfil de presión tiende a suavizarse y tiende a una forma de tipo gaussiana.

Por otro lado, el patrón de difracción afecta al proceso de recepción que lo realiza el mismo transductor. Dado que existe una divergencia del haz, la fase sobre la cara del elemento varía, por lo que habrá interferencia aditiva y sustractiva. Entonces, para conocer la presión en cada punto luego de la recepción es necesario integrar todo el campo sobre la cara del receptor. Para esto se asume que dicha magnitud es proporcional a la señal eléctrica que entrega el piezoeléctrico.

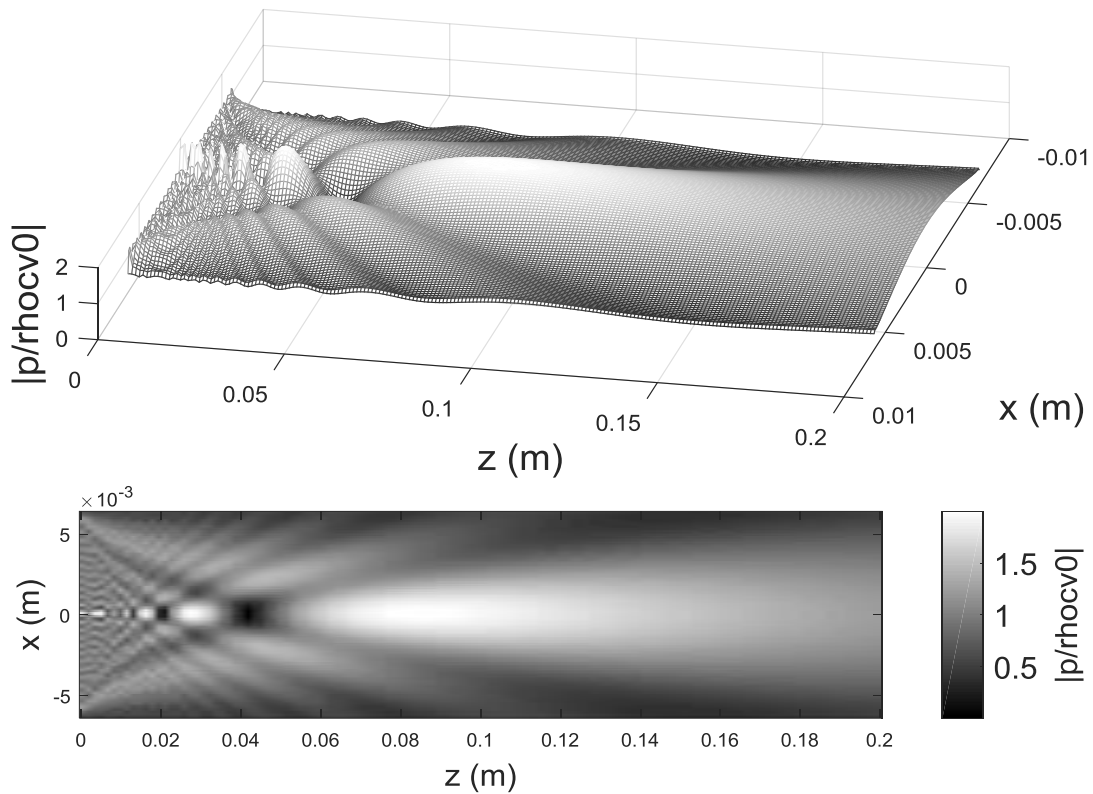


Figura 81. Campos de difracción modelados.

Dicha integral fue programada de forma numérica a través de la regla de trapecios. Se considera un círculo virtual de radio a ubicado a una distancia z del origen al cual se lo divide en discos de igual superficie. Luego se calcula la presión para los distintas longitudes de ρ , se realiza el promedio de dos valores consecutivos y se los multiplica por el área de cada disco. Finalmente se realiza la suma compleja de todos los trapecios. Luego se repite el cálculo para todas las distancias z de interés. En la Figura 82 se grafica el patrón de difracción luego de la recepción para un transductor de radio $a=6.35\text{mm}$, a una frecuencia $f=10\text{ MHz}$ y con una velocidad en el material $c=4750\text{ m/s}$. Luego se muestra una imagen de la misma función graficada sobre los resultados obtenido por Truell [76], en donde se observa buen acuerdo en los resultados.

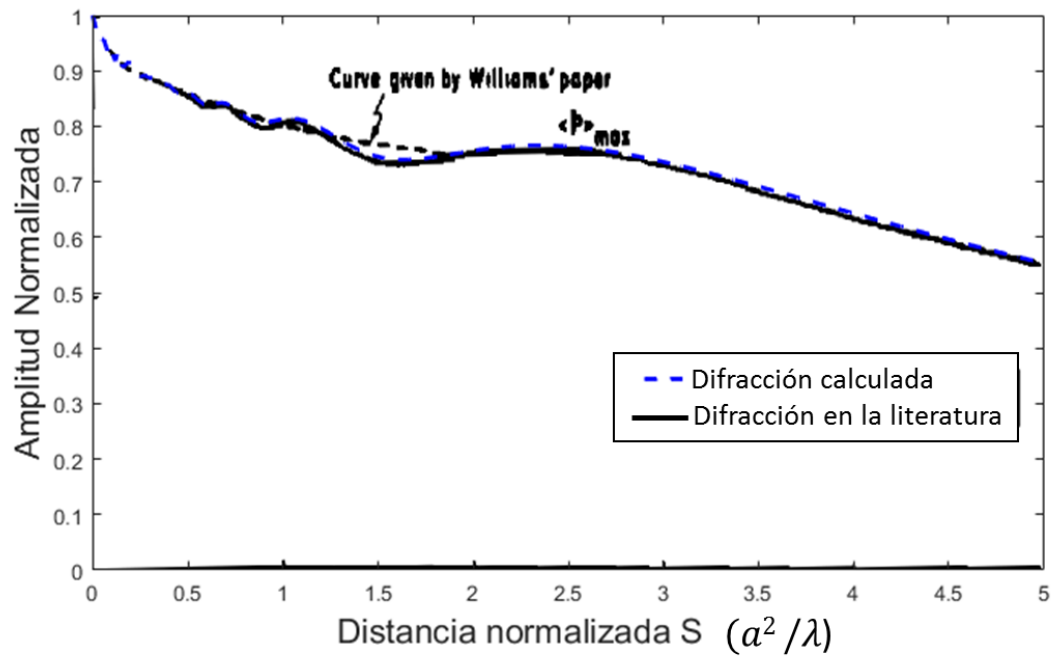
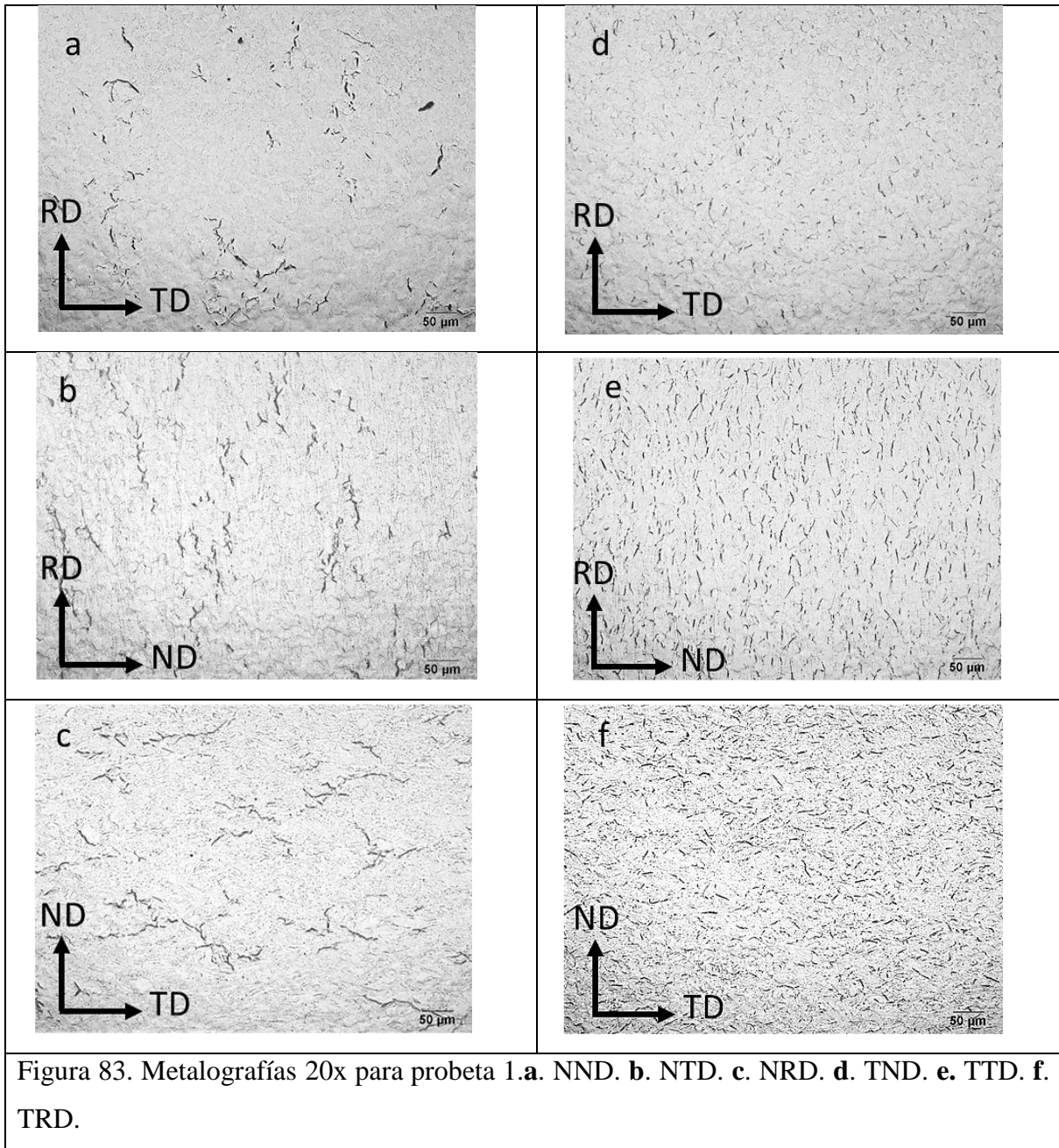


Figura 82. Cálculo de difracción para distancias normalizadas comparado con la literatura.

10.9. Metalografías



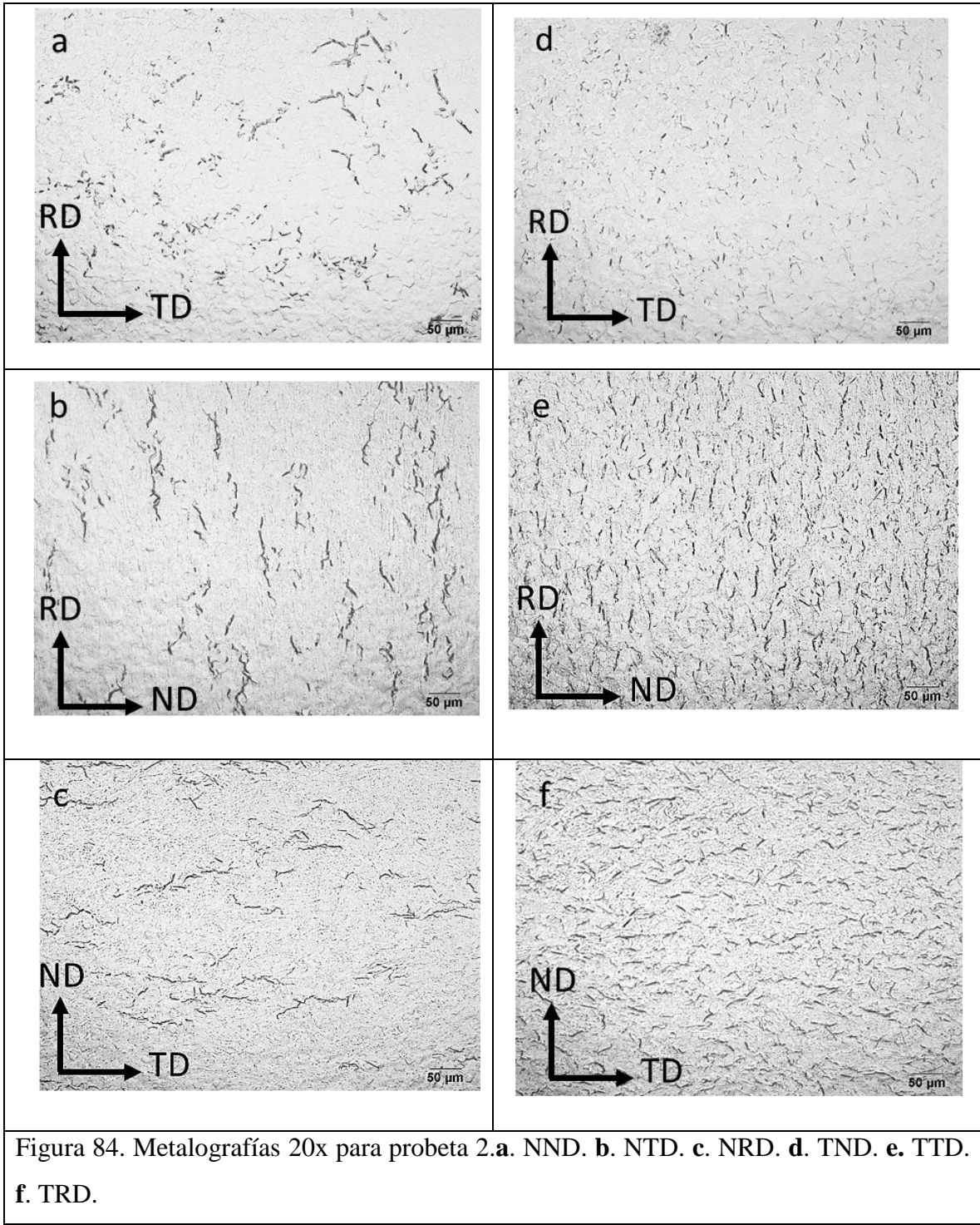


Figura 84. Metalografías 20x para probeta 2. **a.** NND. **b.** NTD. **c.** NRD. **d.** TND. **e.** TTD. **f.** TRD.

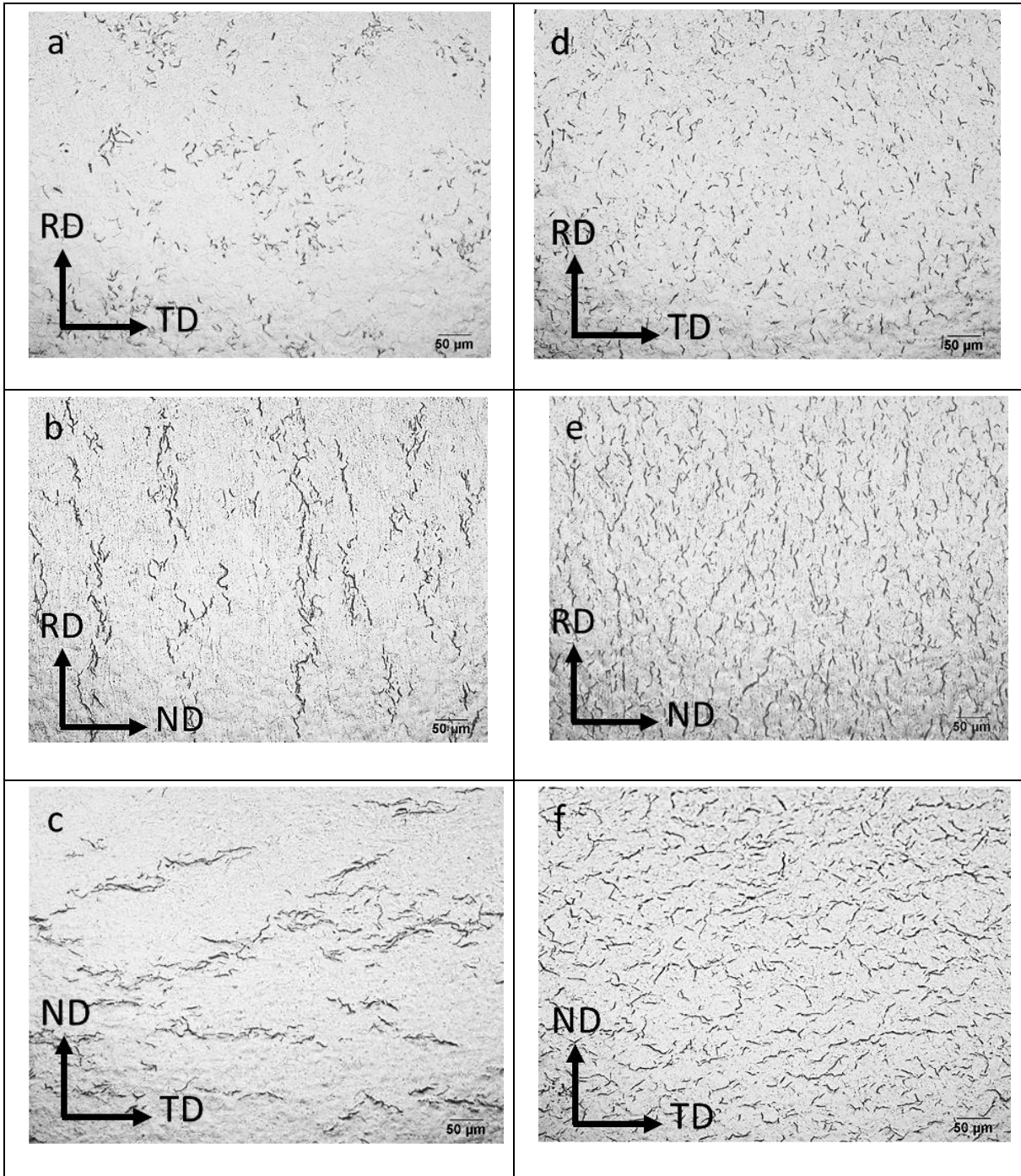


Figura 85. Metalografías 20x para probeta 3. **a.** NND. **b.** NTD. **c.** NRD. **d.** TND. **e.** TTD. **f.** TRD.

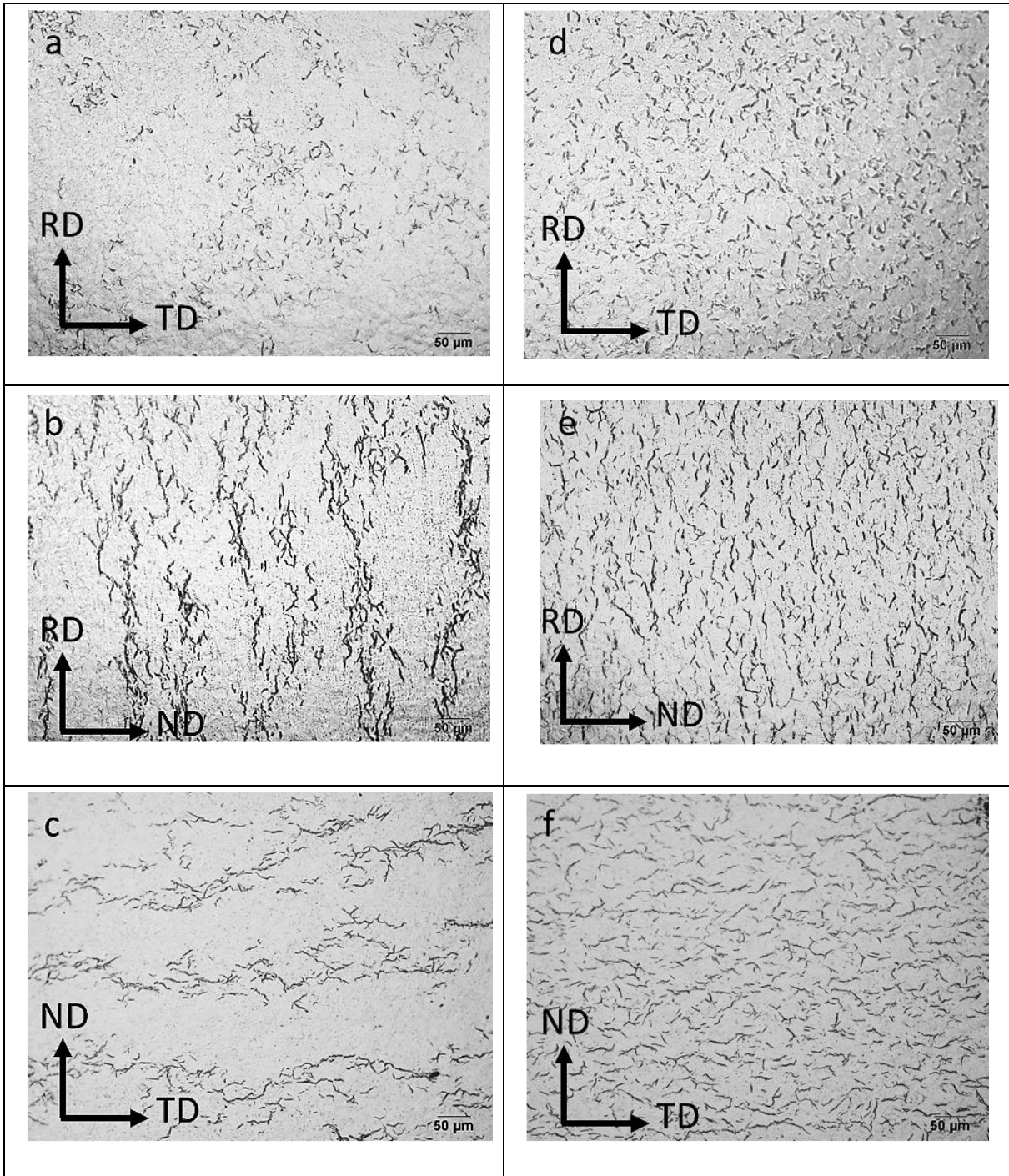


Figura 86. Metalografías 20x para probeta 4. **a.** NND. **b.** NTD. **c.** NRD. **d.** TND. **e.** TTD. **f.** TRD.