

## CHARACTERIZATION OF A SENSITIZED AISI 304H STEEL SUBJECTED TO DISSOLUTION TREATMENTS AT 900°C

F. Rodríguez, O. Rodríguez<sup>a</sup>, E. Rodríguez <sup>a\*</sup>

<sup>a</sup>Departamento de Ciencia de los Materiales, Universidad Simón Bolívar, Caracas, Venezuela

\* E-mail: eprato@usb.ve, +582129063930, +582129063932

Received: 15-07-2024  
Published: 27-03-2025

Accepted: 12-09-2024

### ABSTRACT

The objective of this study is to characterize the microstructure of a sensitized AISI 304H steel subjected to a dissolution treatment at 900°C and to evaluate it through ultrasonic techniques. The monitoring of microstructural evolution was carried out by Scanning Electron Microscopy (SEM) and the determination of acoustic variables by ultrasound, using the pulse-echo detection technique. The results demonstrated the characteristic microstructure of these grain steels, exhibiting polygonal morphologies and highly contrasted zones along the grain boundaries. This was attributed to the presence of the sigma phase and chromium carbides, which were preferentially located in these high-energy zones. However, as the dissolution treatment time increased, the presence of small precipitates of chromium carbides were observed along the entire surface. This could be due to the dissolution of the sigma phase and the chromium carbide nucleation process, which occurs after three hours of treatment. Ultrasonic measurements revealed a variation in velocity as the treatment time increased, attributed to the influence of the fraction of sigma phase and carbides presented in the microstructure, as well as the material's inherent anisotropy. Conversely, the attenuation coefficient exhibited a tendency primarily associated with dispersion losses, resulting from the microstructural alterations observed in the material during dissolution treatments of the precipitates.

**Keywords:** Austenitic stainless steel, sensitization, sigma phase, longitudinal velocity, attenuation.

### Caracterización de un Acero AISI 304H sensibilizado sometido a tratamientos de disolución a 900°C

### RESUMEN

El presente estudio tiene como objetivo la caracterización microestructural de un acero AISI 304H sensibilizado, sometido a un tratamiento de disolución a 900°C, y su evaluación por medio de técnicas ultrasónicas. El seguimiento de la evolución microestructural se realizó por Microscopía Electrónica de Barrido, y la determinación de las variables acústicas por medio de la técnica ultrasónica pulso eco de contacto. Los resultados evidenciaron la microestructura característica de estos aceros de granos con morfologías poligonales, y zonas altamente contrastadas a lo largo de los bordes de grano, por la presencia de la fase sigma y de carburos de cromo preferencialmente en estas zonas de alta energía. No obstante, a medida que aumentó el tiempo de tratamiento de disolución se observó la presencia de pequeños precipitados de carburos de cromo a lo largo de toda la matriz del acero, los cuales podrían deberse a la disolución de la fase sigma, y al proceso de nucleación de carburos de cromo, que se da lugar a partir de 3 h de tratamiento. Las mediciones ultrasónicas reportaron una variación de la velocidad a medida que aumentaba el tiempo de tratamiento debido al efecto de la fracción de la fase sigma y de los carburos presentes en la microestructura, así como también a anisotropía característica de este material. Por su parte, el coeficiente de atenuación mostró una tendencia relacionada principalmente a las pérdidas por dispersión, por los cambios microestructurales que se dan en el material durante los tratamientos de disolución de los precipitados presentes.

**Palabras claves:** Acero inoxidable austenítico, sensibilización, fase sigma, velocidad de la onda longitudinal, atenuación.

### INTRODUCCIÓN

El acero austenítico 304H posee una composición de 18% cromo, 8% níquel y un máximo de 0.08% de carbono. Este acero inoxidable es empleado en equipamiento de altos requerimientos ingenieriles y es uno de los más utilizados

en la industria química, petrolera y nuclear, por su excelente resistencia a la corrosión y propiedades mecánicas. No obstante, a pesar de que poseen una alta resistencia a diversas condiciones, son susceptibles a presentar ciertos daños generando pérdidas incalculables

en determinadas condiciones de servicio, principalmente por corrosión intergranular cuando el mismo se encuentra sensibilizado [1,2]. Cuando los aceros austeníticos están sometidos por algún tiempo a temperaturas entre los 450 y los 850 °C, los mismos están sujetos a la precipitación de carburos de cromo en sus bordes de granos, fenómeno conocido como sensibilización. La sensibilización se refiere a la pérdida de la resistencia a la corrosión, que puede ocurrir en los aceros inoxidable austeníticos si estos son enfriados lentamente desde la temperatura de austenización (1100 °C), o son calentados entre 500° y 850 °C. La sensibilización está asociada a la precipitación de carburos ricos en cromo, tales como el  $M_{23}C_6$  y el  $M_7C_3$  a lo largo del borde de grano durante el tratamiento. En la precipitación de carburos, el carbono difunde rápidamente hacia el borde de grano y como resultado se obtienen zonas empobrecidas de cromo alrededor de los mismos. Al ocurrir esto, se dice que el acero es susceptible a sufrir de corrosión intergranular [2,3]. La presencia de carburos de cromo en estos aceros, modifica significativamente la resistencia mecánica del material, puesto que su ubicación dificulta y frena la movilidad de los granos y la estructura cuando se genera una cierta deformación. Además, la poca adherencia que poseen con la matriz metálica genera una falta de cohesión localizada entre los diversos granos, ocasionando que cuando se le aplican altos esfuerzos se generan huecos por el desprendimiento de los mismos, y el agrupamiento de varios huecos o vacancias genera un crecimiento de la grieta que funcionara como concentrador de esfuerzos, aumentando paulatinamente el tamaño de la grieta hasta alcanzar el tamaño crítico y generar una fractura dúctil del material [2,3]. Por su parte, la fase sigma es una fase intermetálica no magnética compuesta por hierro, cromo y en algunos casos molibdeno, la cual aparece a lo largo de la austenita cuando se somete a temperaturas que oscilan entre los 560° y los 980°C. Su presencia genera una disminución en la proporción del cromo en la matriz de la aleación, causando que la capa protectora pierda su continuidad y coherencia, reduciendo

su capacidad protectora y convirtiendo estos lugares en sitios preferenciales para la corrosión localizada. Así mismo, esta fase se caracteriza por ser una estructura sumamente compleja, la cual involucra gran cantidad de enlaces covalente direccionales los cuales no poseen la capacidad de deformación, aumentando la rigidez del acero [4,5,6]. Por lo antes expuesto resulta imperativo mantener un alto control de las condiciones de servicio a las cuales puede encontrarse este tipo de aceros, para poder mantener las propiedades óptimas durante prolongados periodos de trabajo. La necesidad de poder evaluar los daños y los cambios microestructurales que se dan en este tipo de acero, constituirá una gran ventaja ya que su detección en el momento adecuado permitiría evitar una falla catastrófica y conocer el tiempo y vida remanente de las piezas sometidas servicio por prolongados periodos de tiempo.

Una de las técnicas que permite el estudio y caracterización de los materiales es el método ultrasónico, esto se debe a que las características microestructurales del material afectan la respuesta ultrasónica. Estos cambios se cuantifican a través de parámetros como son la velocidad de la onda propagada y las pérdidas de energía que se producen por la interacción con la microestructura. La determinación de los mismos se correlaciona con las respuestas obtenidas por la variación del tamaño de grano, por la presencia de fases en los bordes de grano, las texturas microestructurales, microestructuras bifásicas y propiedades mecánicas entre las cuales destacan el límite elástico y la dureza [7,8]. Diversos estudios han comprobado la eficiencia del método Araujo et al. [9], correlacionaron los parámetros ultrasónicos con los cambios microestructurales de diferentes tipos de acero al carbono, permitiendo así la caracterización no destructiva y la determinación de las propiedades elásticas de estos materiales. Por su parte, Kumar et al. [10], caracterizaron microestructuralmente aceros ferríticos indicando que la velocidad de la onda como parámetro ultrasónico puede ser utilizado efectivamente para estudiar la degradación de

estos materiales debido a procesos de envejecimiento y a creep. En aceros del tipo austenítico 304L, Sojiphan et al. [11] indicaron que este tipo de evaluación es capaz de detectar los cambios del tamaño de grano de la microestructura y de las propiedades mecánicas, especialmente en estructuras metálicas durante el servicio de forma cualitativa. Así mismo, Stella et al. [12], indicaron la influencia que tiene la presencia de carburos de cromo en el coeficiente de atenuación, evidenciando así la correlación de los parámetros con los cambios microestructurales.

En base a lo anterior el propósito de esta investigación es la caracterización microestructural del acero AISI 304H en condiciones de sensibilización y su evaluación por medio de técnicas ultrasónicas convencionales, esto con el fin de promover la disolución de carburos de cromo y de la fase sigma presentes en el material. La evolución microestructural se realizó a partir de la caracterización por microscopía electrónica de barrido (MEB), y la determinación de las variables acústicas por medio de la técnica ultrasónica pulso eco de contacto. Por medio de este análisis se comprobará la utilidad de la técnica ultrasónica como método de evaluación e inspección tan necesaria en condiciones de servicio.

## MATERIALES Y MÉTODOS

El material estudiado es un acero inoxidable austenítico AISI 304 en estado de sensibilización por condiciones de servicio. La composición química de la aleación estudiada, fue determinada a través de la técnica de fluorescencia de rayos X y está detallada en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Composición química del acero AISI 304H y el acero de estudio.

C	S	Cr	Cu	Mn	Ni	Si	Mo	Fe
0.09	0.021	19.36	0.31	0.91	7.68	0.17	0.32	71.22

En el estudio se sometió un grupo de muestras a un tratamiento térmico a 900°C por diferentes intervalos de tiempo entre 1 y 6 horas, seguido de un enfriamiento en

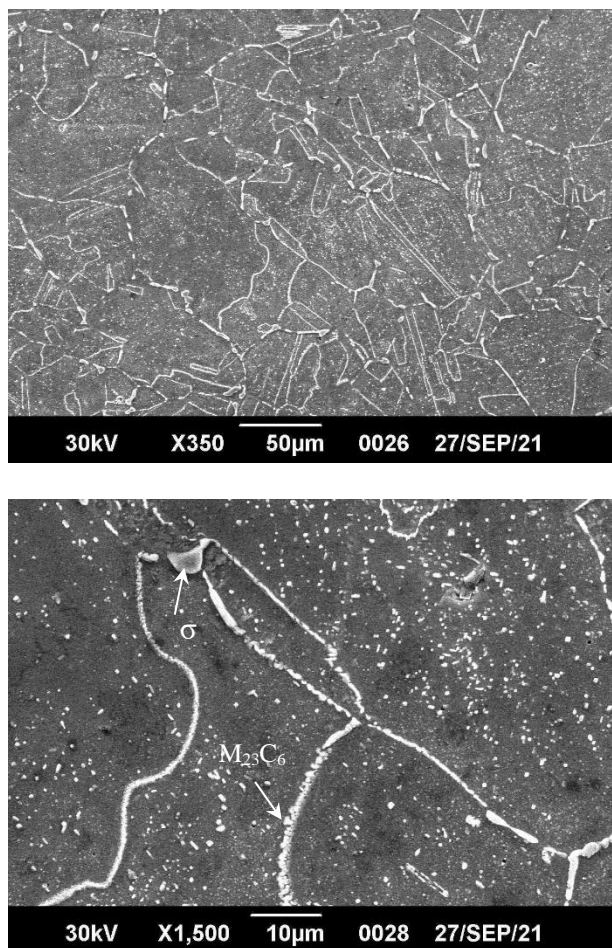
agua a temperatura ambiente, a fin de promover la disolución de las fases intermetálicas. El horno utilizado en cada una de estas etapas fue un horno marca Linn Elektro Therm. Todas las muestras fueron previamente preparadas metalográficamente de acuerdo con la norma ASTM E3-01 [13]. Para el ataque químico se utilizó una solución de etanol con ácido clorhídrico concentrado, en una proporción de 90%-10% respectivamente. El mismo se realizó vía electrolítica, utilizando un voltaje de 2.5 V por tiempos variables entre los 16-30 s. La caracterización microestructural en función de los tiempos de tratamiento se realizó por medio de microscopía electrónica de barrido (MEB), en un microscopio electrónico de barrido JEOL modelo JSM-6390, con un voltaje de 30 kV. Adicionalmente, se realizó el análisis químico de las muestras a través de Espectroscopía de Rayos X de Energía Dispersada (EDS), con el propósito de obtener información cuantitativa de la composición química de las fases presentes en las muestras. La evaluación ultrasónica por contacto directo, se llevó a cabo utilizando un detector de fallas Krautkramer USN-60, transductores de 0.25" de haz normal y frecuencias de 5 y 10 MHz. El estudio se realizó sobre la cara frontal de las probetas, utilizando petrolato como acoplante. La velocidad de propagación de la onda ultrasónica longitudinal se determinó por medio de la diferencia del tiempo de arribo de la señal registrada en el detector ultrasónico, considerando para ello dos ecos sucesivos en la evaluación de cada una de las probetas. El coeficiente de atenuación ( $\alpha$ ) en cada una de las probetas se determinó en base a la comparación de las amplitudes de los ecos de fondo, considerando la Ecuación 1. Donde  $A$  y  $A_0$  corresponden a las amplitudes del primero y segundo eco y  $L$  es igual a dos veces el espesor de la muestra en milímetros.

$$\alpha = \frac{20}{L} \text{Log} \frac{A}{A_0} \quad \text{Ecuación 1}$$

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

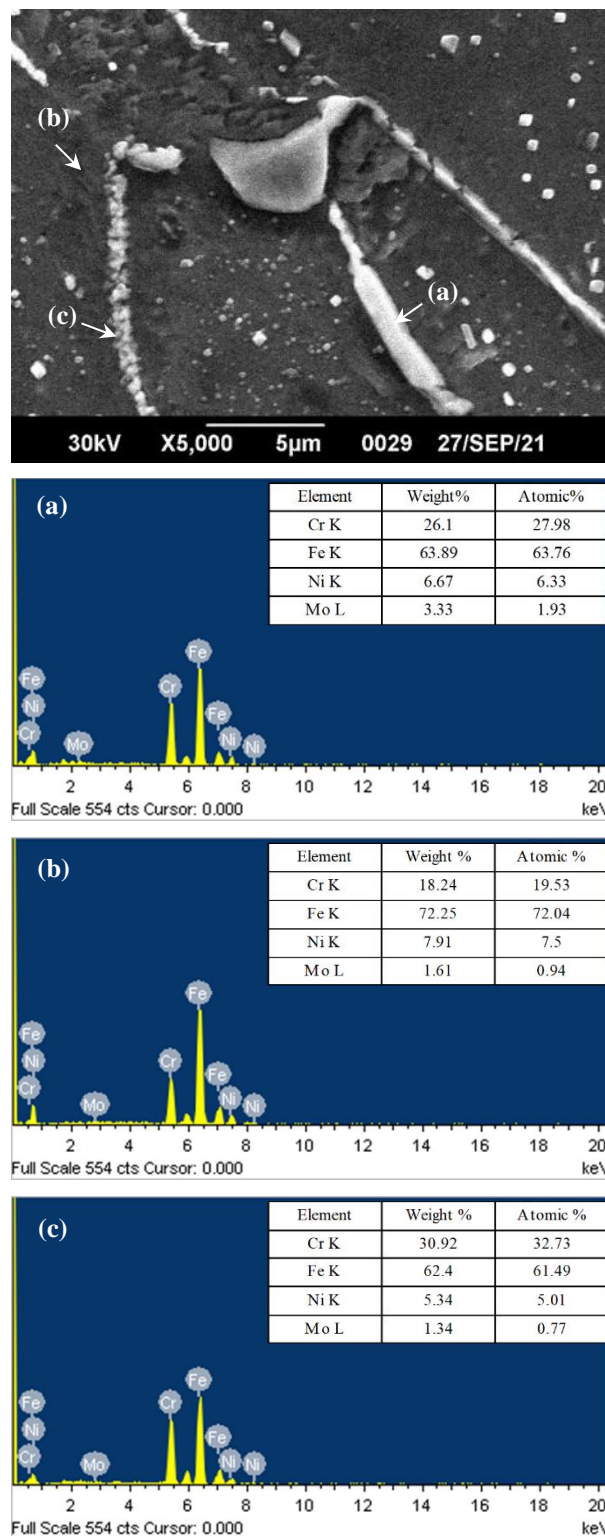
### Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

En la Figura 1 se presenta las micrografías obtenidas por MEB de la muestra de acero sensibilizado, evidenciándose tanto la matriz metálica como la de los precipitados con formas irregulares de tamaños de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$  y otros con una morfología en forma de agujas que corresponden a la fase sigma ( $\sigma$ ), por otro lado se distinguen pequeñas partículas a lo largo de los bordes de grano y en la matriz que de acuerdo a las condiciones de sensibilización, es muy probable que sean carburos de cromo del tipo  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  [12].



**Fig. 1.** Micrografía obtenida por MEB de la muestra de acero AISI 304 sensibilizado.

La Figura 2 visualiza la composición química de la matriz y de los precipitados presentes en el acero AISI 304H en condiciones de entrega. En las misma se evidencia partículas con altos contenidos de cromo que de acuerdo a su morfología corresponden a la fase sigma [6,14].



**Fig. 2.** Micrografía obtenida por MEB a 5000X de una muestra del acero 304H en estado sensibilizado y análisis EDX de las fases presentes.

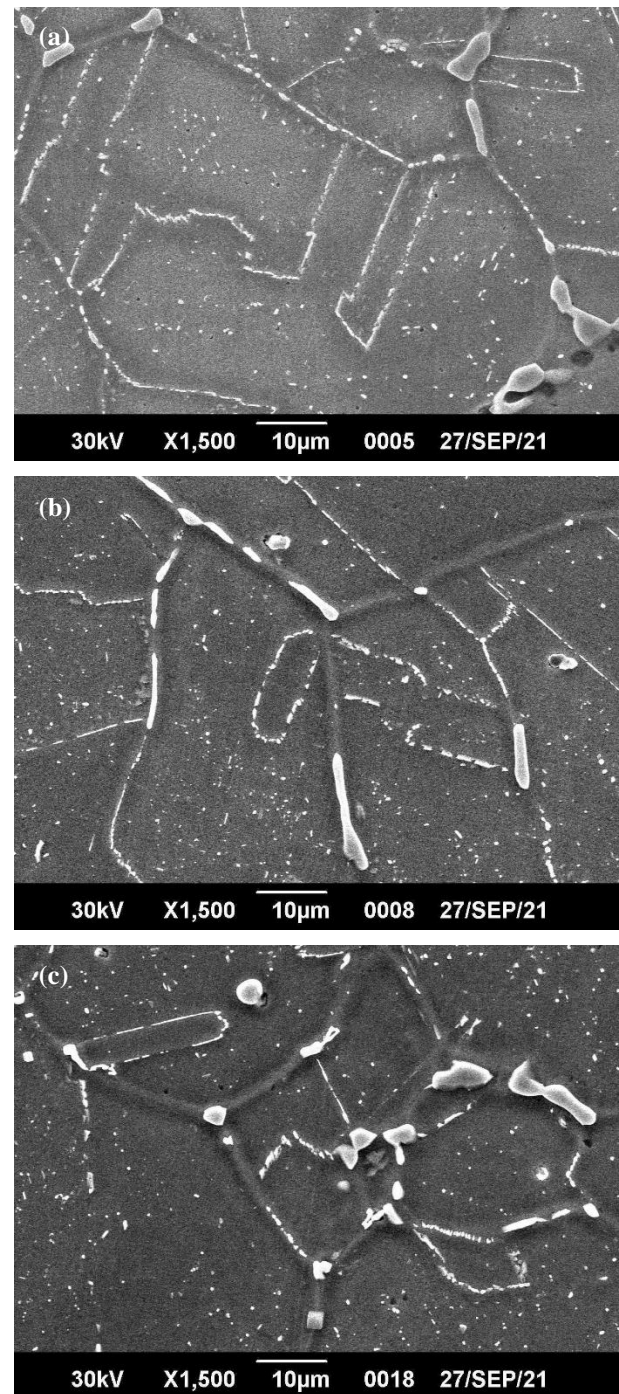
Por otro lado, se aprecian precipitados a lo largo de los bordes de grano con altos contenidos de cromo y con

mayores cantidades de hierro y níquel en su composición, los cuales según su morfología podrían estar relacionados con la coalescencia de carburos, tal como ha sido observado en estudios previos en este tipo de acero [14].

Las Figuras 3 y 4 muestran el aspecto de las probetas tratadas por 1, 2, 3, 4, 5 y 6 h a 900°C, con el fin de promover la disolución de las fases presentes. En las mismas se aprecia la microestructura característica de los aceros austeníticos de granos con morfologías poligonales, y la presencia de precipitados de forma irregular distribuidos heterogéneamente a lo largo de los bordes de grano que de acuerdo a su morfología corresponde a la fase sigma y de otros precipitados más pequeños de carburos de cromo a lo largo de la fase austenítica y de los bordes de grano. En general se observa que a medida que aumenta el tiempo de tratamiento, se aprecia una disminución de la fracción total de precipitados, pero una mayor aparición de pequeños precipitados de carburos de cromo a lo largo de toda la matriz, este incremento de su proporción podría deberse a la disolución de la fase sigma y, por lo tanto, al proceso de nucleación de carburos de cromo, que se da lugar a partir de 3 h de tratamiento.

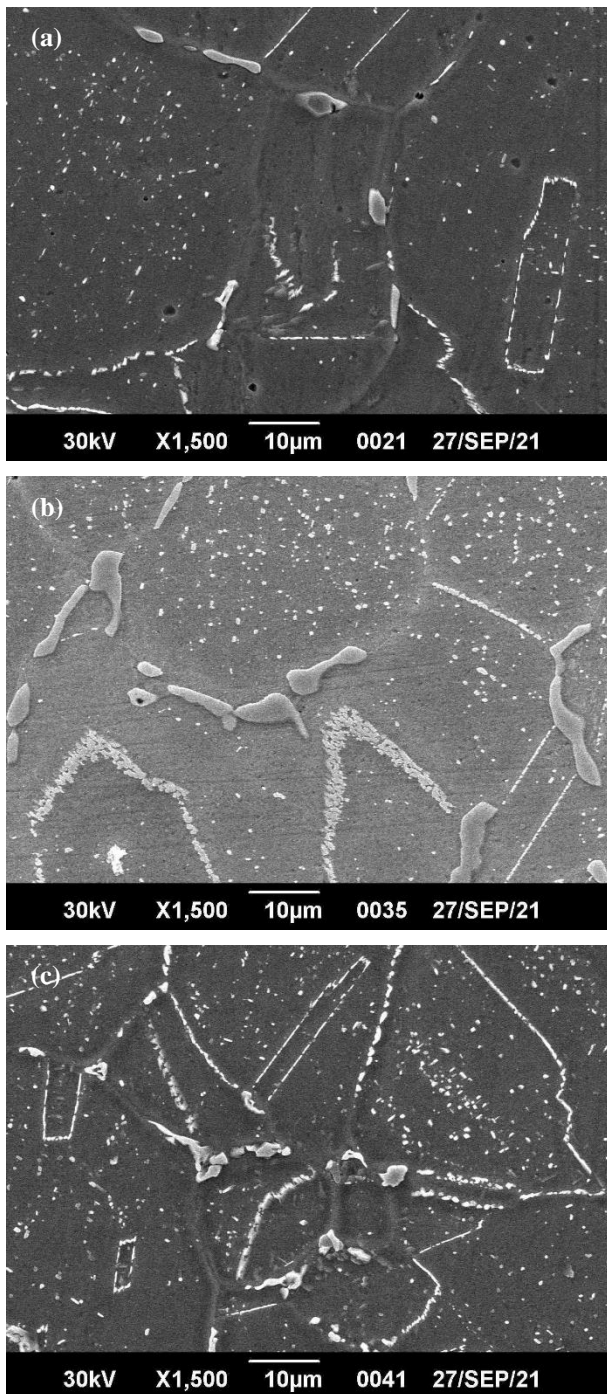
La fracción de área determinada mediante metalografía cuantitativa, reportó en la muestra en estado de entrega un total de precipitados de  $30.78 \pm 1.3\%$ , de los cuales  $3.99\%$  ( $12.96\%$  del total) corresponden a la fase sigma, mientras que el  $26.79\%$  restante ( $87.04\%$  del total), se tratan de precipitados con morfología típica de los carburos de cromo. A 3 h de tratamiento la fracción de área reportó un  $21.64 \pm 0.5\%$  de precipitados de los cuales  $3.89\%$  corresponden a la fase sigma ( $17.99\%$  del total) y un  $17.75\%$  a carburos de cromo ( $82.01\%$  del total). Así mismo, a medida que aumenta el tiempo de tratamiento, tal como se visualiza en la Figura 4 (c), los resultados revelan una disminución de la cantidad de fases precipitadas a un  $15.88\% \pm 0.8$ , de los cuales la fase sigma representa un  $1.05\%$  ( $6.63\%$  del total) y la fracción de carburos de cromo es de casi un  $14.83\%$  ( $93.37\%$  del

total). Corroborando así lo observado en las Figuras 4(b) y 4(c).



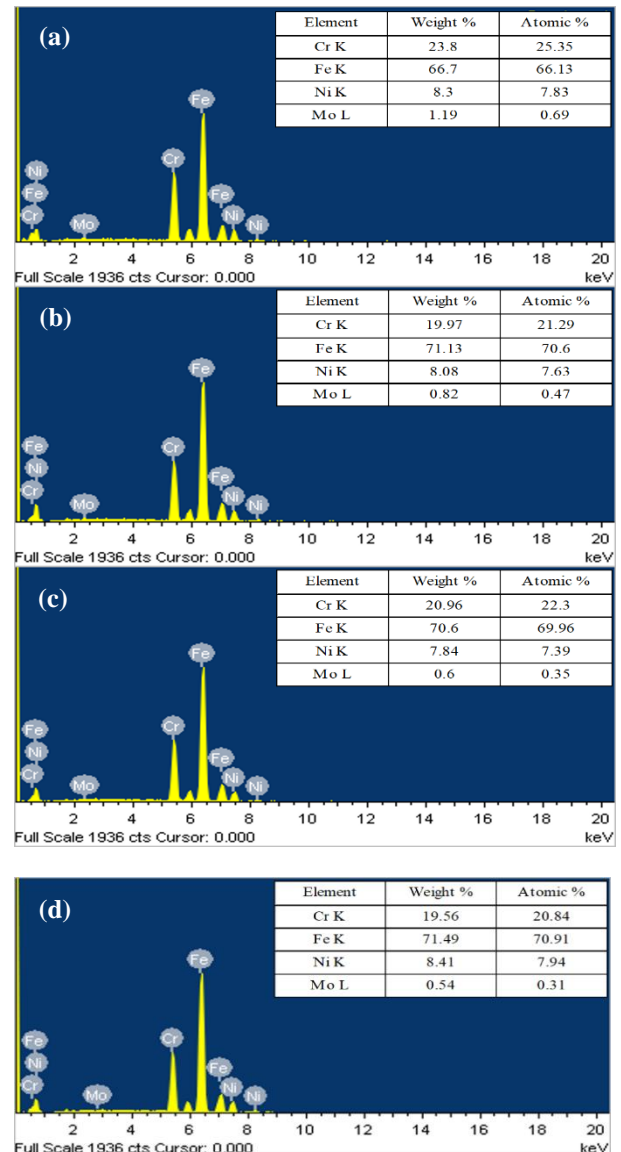
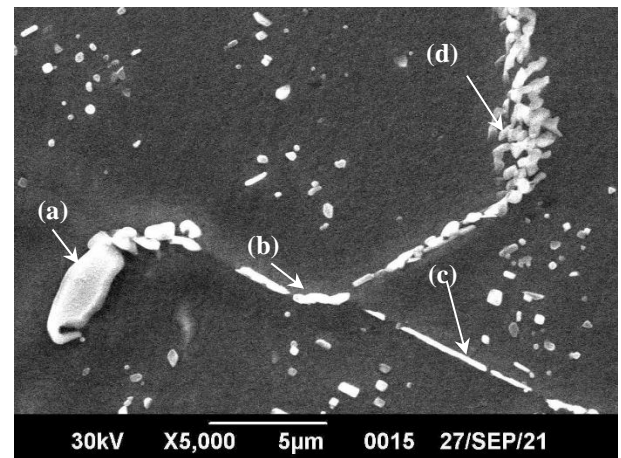
**Fig. 3.** Micrografía en MEB de las muestras tratadas a 900 °C (a) 1 h, (b) 2 h y (c) 3 h, visualizándose la presencia de la fase sigma y de carburos de cromo a lo largo de la matriz austenítica y bordes de grano.



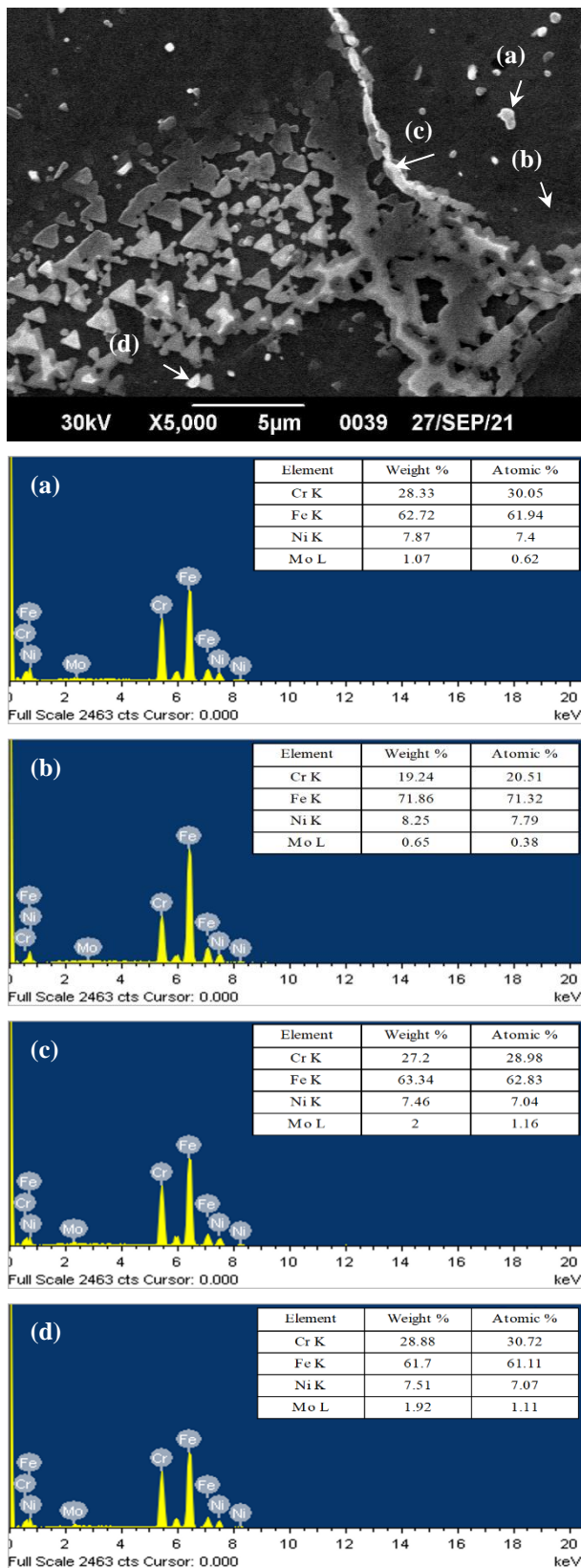


**Fig. 4.** Micrografía en MEB de las muestras tratadas a 900 °C (a) 4 h, (b) 5 h y (c) 6 h, visualizándose la presencia de la fase sigma a lo largo de los bordes de grano y de carburos de cromo a lo largo de la matriz austenítica.

En la Figura 5 se observa la microestructura del acero AISI 304H sensibilizado y tratado por 3 h, en la misma se distingue principalmente precipitados de gran tamaño que de acuerdo su morfología confirma la presencia de la fase



**Fig. 5.** Micrografía obtenida por MEB a 5000X de una muestra del acero 304H en estado sensibilizado tratado por 3 h a 900°C y análisis EDX de las fases presentes.



**Fig. 6.** Micrografía obtenida por MEB a 5000X de una muestra del acero 304H en estado sensibilizado tratado por 6 h a 900°C y análisis EDX de las fases presentes.

sigma y carburos que debido a las condiciones de sensibilización es muy probable que sean del tipo  $M_{23}C_6$ . Los sitios más favorables para la precipitación de los carburos del tipo  $M_{23}C_6$  son los límites de grano y tienen una orientación con un solo grano austenítico y crecen preferencialmente con otro con el cual no tengan una relación de orientación definida. Por otro lado, se aprecia que la cantidad de los mismos es significativa, por lo que se confirma que, en estos aceros austeníticos, la disolución parcial de este tipo de carburos ocurre durante tiempos más largos de envejecimiento [15]. En la Figura 6 se aprecia la microestructura del acero AISI 304H sensibilizado y tratado por 6 h, apreciándose la aparición de grandes cantidades de precipitados que según la alta concentración de carbono, tamaño y morfología se tratan de carburos de cromo, los cuales aparecen en toda la superficie, esto puede deberse a la disolución de la fase sigma. Durante la disolución la materia que conforma dicha fase difunde en la superficie del material y comienza el proceso de nucleación de carburos de cromo, lo cual explica por qué los carburos comienzan a presentarse en mayor proporción a partir de las 3 h de tratamiento térmico. Esto coincide con lo reportado por Young-Su. et al. [16], los cuales indican que cuando se realiza un proceso de disolución y la cantidad de cromo y carbono superan un umbral y el límite de solubilidad de dichos elementos en la aleación, se presenta la aparición en exceso de carburos del tipo  $Cr_{23}C_6$ . Por otro lado, al analizar proporciones de carburos de cromo entre las 5 h y 6 h de tratamiento puede apreciarse un aumento en la fracción de estos carburos alcanzando a 5h de tratamiento un 14.61% y a las 6 h una proporción de 14.83%.

**Evaluación ultrasónica: Mediciones de velocidad y coeficiente de atenuación.**

En la Figura 7 se aprecian los resultados obtenidos de la velocidad de onda longitudinal y del coeficiente de atenuación de las probetas tratadas térmicamente, durante los diferentes periodos de tiempo. En general los

resultados obtenidos de la velocidad de la onda longitudinal muestran un comportamiento similar para cada una de las frecuencias consideradas. Por otro lado, estas reportaron una variación de la velocidad a medida que aumenta el tiempo de tratamiento, lo cual se debe al efecto de la fracción de la fase sigma y de los carburos presentes en la microestructura, así como también a anisotropía característica de este material. Hasta 1 h de tratamiento el incremento observado sugiere que dicho comportamiento está correlacionado con la disolución principalmente de la fase sigma, facilitando el paso de la onda. No obstante, a 2 h disminuye lo que podría deberse no solo a la disolución de la fase sigma, sino también a su distribución y morfología, además del incremento de la fracción de carburos a lo largo de la matriz. A partir de 3 h la tendencia es al incremento debido a la disolución más significativa de la fase sigma, corroborando así el efecto de esta fase en la rigidez del material y cómo la velocidad de la onda está influenciada por la microestructura policristalina, fases intermetálicas y los cambios del módulo de elasticidad de los granos individuales. Estos resultados corroboran lo previamente reportado en otros estudios, los cuales han evaluado y correlacionado este parámetro ultrasónico con los cambios microestructurales principalmente por la presencia de precipitados de  $\text{Cr}_2\text{N}$  y  $\text{Fe}_2\text{Mo}$  en aceros ferríticos 9Cr-1Mo [10] y de la fase sigma en aceros inoxidables dúplex [7,8,17]. Por su parte, el coeficiente de atenuación muestra una tendencia que está relacionada principalmente a las pérdidas por dispersión por los cambios microestructurales que se dan en el material durante los tratamientos de disolución de los precipitados presentes. La Figura 7 muestra la variación de coeficiente de atenuación entre 1 h y 6 h y su relación con el porcentaje de fases. En general, se observa como muestras en estado de entrega sensibilizadas poseen bajos coeficientes de atenuación a pesar de altos valores de precipitación de fases, esta situación es atribuible a que la matriz austenítica y los precipitados habían conseguido un

equilibrio, logrando así obstaculizar en menor proporción el recorrido del haz ultrasónico, pasada una hora de tratamiento, la disolución de fases es muy lenta, y la energía suministrada al sistema ocasiona un incremento de las pérdidas que podría ser atribuible a una mayor dispersión de la señal por efecto de la disolución de la fase sigma. A 2 h de tratamiento térmico inicia una disminución apreciable en la fracción de área de las fases precipitadas, no obstante, los valores determinados del coeficiente de atenuación disminuyen, esto podría deberse a una mayor contribución de las pérdidas por mecanismos de absorción, a pesar de la alta dispersión en las mediciones obtenidas. Posteriormente el aumento en el coeficiente de atenuación para 3 h y 4 h podría relacionarse con los procesos de recuperación elástica del material y finalmente una disminución a partir de 5 h de tratamiento térmico el cual coincide con una mayor disolución de las fases intermetálicas y por lo tanto de una disminución de las pérdidas por efectos de dispersión.

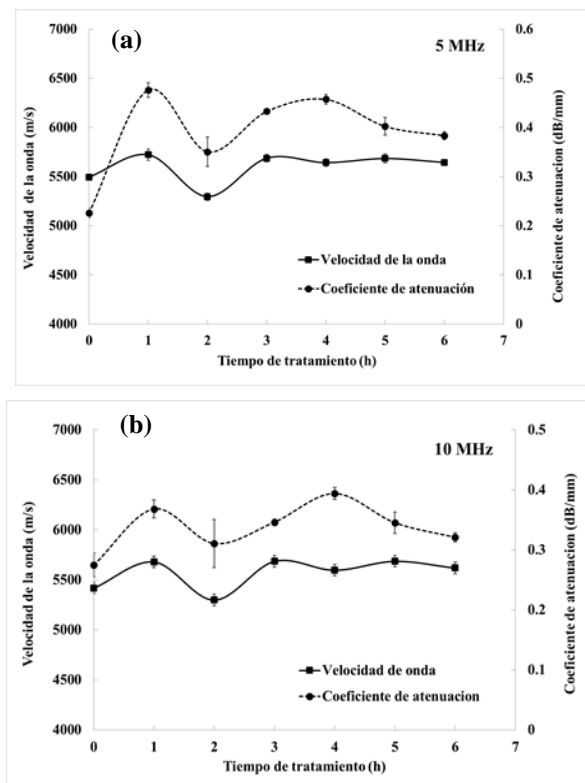


Fig. 7. Velocidad de la onda longitudinal y coeficiente de atenuación en función del tiempo de tratamiento a 900°C. (a) 5 MHz y (b) 10 MHz



## CONCLUSIONES

La evaluación microestructural evidenció en la muestra sensibilizada una fracción de fases precipitadas de hasta un 31.72%  $\pm 1$ . Así mismo, a través de MEB se visualizó la presencia de la fase sigma ( $\sigma$ ) y de carburos de cromo a lo largo de los bordes de grano de forma continua. Los tratamientos térmicos de disolución a 900°C generaron una disminución de la fracción de total de fases precipitadas de hasta un 15.88% a 6 h de tratamiento y los estudios por MEB revelaron una disminución del tamaño y fracción de los precipitados de fase sigma en comparación con los carburos de cromo, cuya proporción aumentó producto del proceso de recarburización, debido a la prolongada exposición a altas temperaturas y al incremento de la difusión por el enriquecimiento de la matriz austenítica generado por la paulatina disolución de los precipitados de fase sigma.

En lo que respecta a la evaluación ultrasónica, las mediciones de velocidad de onda longitudinal muestran un comportamiento estable, con variaciones leves atribuibles a la precipitación y disolución de los precipitados en el material y a la anisotropía del mismo. A 2 h de tratamiento se observa una disminución de la velocidad, lo cual puede explicarse a partir de los fenómenos de recuperación elástica y predominio de la fase austenítica.

El coeficiente de atenuación muestra un comportamiento que se ve influenciado por los cambios microestructurales que se presentan por efecto de los tratamientos térmicos atribuibles a los procesos de recuperación elástica del material y a una mayor disolución de las fases intermetálicas lo que origina una disminución de las pérdidas por efectos de dispersión.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la sección de Materiales y de Microscopía Electrónica del Laboratorio E de la Universidad Simón Bolívar y al Lic. Glen Rodríguez.

## REFERENCIAS

- [1] ASM International (2008), “*Stainless Steels for Design Engineers*”, Materials Park, Ohio 44073-0002.
- [2] González O, Santos G. (2003) “Evaluación del grado de sensibilización en el acero inoxidable AISI 304L” *Rev Metal* 39:80-85.  
<https://doi.org/10.3989/revmetalm.2003.v39.iExtra.1101>
- [3] Too C. (2002) “*Sensitization of austenitic stainless steels*”. Universidad de Cambridge. Department of Materials Science and Metallurgy. Pembroke Street.
- [4] El Wahabi M. (2003) “Caracterización termomecánica de aceros inoxidables austeníticos AISI 304” Universitat Politècnica de Catalunya. Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica.
- [5] Perron A., Toffolon-Masclat C., Ledoux X., Buy F., Guilbert T., Urvoy S., Bosonnet S., Marini B., Cortial F., Texier G., Harder C., Vignal V., Petit Ph. (2014) “Understanding sigma-phase precipitation in a stabilized austenitic stainless steel (316Nb) through complementary CALPHAD-based and experimental investigations” *Acta Mater* 79: 16-29, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.06.066>
- [6] Hau, J, Seijas, A (2006) “Sigma phase embrittlement of stainless steel in FCC service” International, Conference Corrosion 2006, San Diego- California.
- [7] Rodríguez E., Rivas A., Suárez M, González W (2021) “Caracterización de un acero inoxidable dúplex SAF 2205 tratado térmicamente a 475 °C utilizando técnicas ultrasónicas y electroquímicas” *Acta Microscópica* 30 (2):92-103.  
<https://acta-microscopica.org/acta/article/view/576/544>
- [8] Rodríguez, E., Stella, J., Ruiz, A., Fargas, G., Mateo, A. (2011) “Characterization of microstructural changes in a duplex stainless steel using spectral

- analysis and conventional ultrasonic techniques” *Mater. Test* 53:564–571
- [9] Araujo V.L., Albuquerque V.H., Macedo S.E., Almeida S. A., Tavares J.M. (2010) “Nondestructive characterization of microstructures and determination of elastic properties in plain carbon steel using ultrasonic measurements” *Mater. Sci. Eng. A* 525: 4431-4437.  
<http://doi:10.1016/j.msea.2010.03.090>.
- [10] Kumar A., Jayakumar T., Raj B. (2000). “Ultrasonic spectral analysis for microstructural characterization of austenitic and ferritic steels” *Philos. Mag. A* 80: 2469-2487.  
<http://dx.doi.org/10.1080/01418610008216486>.
- [11] Sojiphan K, Wangsupangkul P., Chailampangsuksakul T. (2019) “Application of Ultrasonic inspection for microstructure analysis of stainless-steel Grade 304L” *Key Eng. Mater* 798:32-37.  
<https://doi:10.13140/RG.2.2.16419.30246>
- [12] Stella. J., Cerezo. J., Rodríguez. E. (2009) “Characterization of the sensitization degree in the AISI 304 stainless steel using spectral analysis and conventional ultrasonic techniques” *NDT&E Int* 42:267–274.  
<https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2008.11.005>
- [13] ASTM Standard E3-01 (2007) “Standard Guide for Preparation of metallographic specimens” ASTM International, West Conshohocken, USA.
- [14] Hsieh C., Wu W. (2012) “Overview of Intermetallic Sigma ( $\sigma$ ) Phase Precipitation in Stainless Steels” *International Scholarly Research Network* 2012:1-16.  
<http://doi:10.5402/2012/732471>
- [15] Padilha A., Rios P.R.(2002) “Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels” *ISIJ Int.* 42:325.337.  
<http://doi:10.2355/isijinternational.42.325>
- [16] Young-Su. J., Jihye P., Seung-Yong L., Jae-Woong K., Sang-Mo. L, JIngak N., Byoungchul H., Jin-Yoo S., Jae-Hyeok S. (2017) “Long-term evolution of  $\sigma$  phase in 304H austenitic stainless steel: Experimental and computational investigation” *Mater. Charact.* 128: 23-29.  
<http://doi:10.1016/j.matchar.2017.03.030>
- [17] Rodríguez, E., Stella, J., Kryzanowskyj, A., Amorer, L., Mateo, A. (2011) “Caracterización de la respuesta ultrasónica de un acero dúplex durante la disolución de la fase sigma” *RevLatinAm Metal Mat* 32 (1): 49-60.  
<http://www.rlmm.org/ojs/index.php/rlmm/article/view/10.1016/j.matchar.2017.03.030>