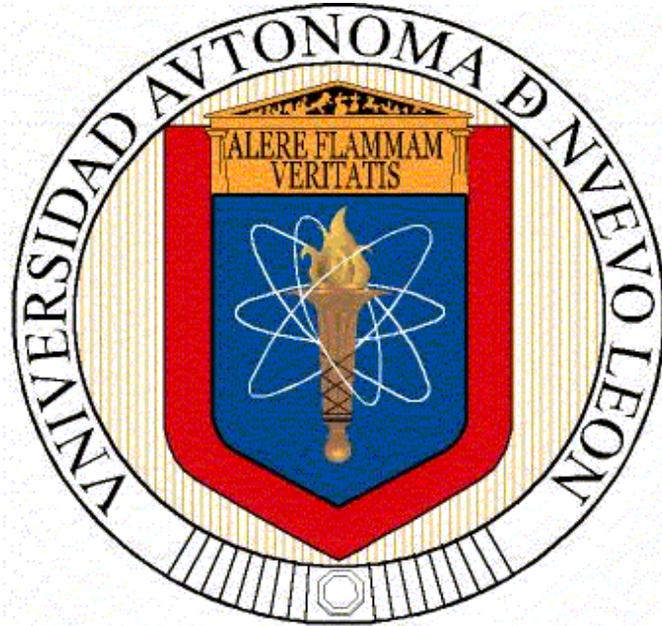


**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**



TESIS

**EFFECTO DE LA TEMPERATURA Y TIEMPO EN LA DISOLUCIÓN DE
LAS FASES γ' Y CARBUROS EN DOS ALEACIONES WASPALLOY**

POR

SARAÍ VILLALPANDO HERNÁNDEZ

**Como requisito parcial para obtener el Grado de Maestría en
Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en
Materiales.**

San Nicolás De Los Garza, Nuevo León, Julio 2014

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



TESIS

**EFFECTO DE LA TEMPERATURA Y TIEMPO EN LA DISOLUCIÓN DE
LAS FASES γ' Y CARBUROS EN DOS ALEACIONES WASPALLOY**

POR

SARAÍ VILLALPANDO HERNÁNDEZ

**Como requisito parcial para obtener el Grado de Maestría en
Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en
Materiales.**

San Nicolás De Los Garza, Nuevo León, Julio 2014

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

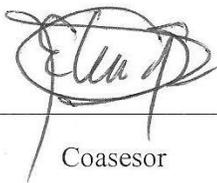
Los miembros del comité de la tesis recomendamos que la tesis **“Efecto de la temperatura y el tiempo en la disolución de fases γ' y carburos en dos aleaciones Waspaloy”** realizada por la Ing. Sarai Villalpando Hernández sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

El Comité de Tesis



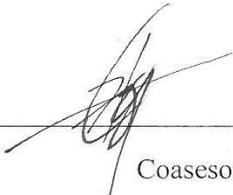
Asesor

Dr. Enrique López Cuellar



Coasesor

Dr. Edgar Reyes Melo



Coasesor

Dr. Hugo Guajardo Martínez

Vo. Bo

Dr. Simón Martínez Martínez

San Nicolás de los Garza, N.L., Julio 2014

A mis profesores:

Dr. Enrique López Cuellar y

Dr. Hugo Guajardo Martínez

Por creer en mí y guiarme en este proyecto.

A mis amigos:

Carlos, Javier, Erika, Paloma y Vicky

Por su apoyo, amistad y consejos.

A mis padres:

Alejandra Hernández y Martín Villalpando

Y a mis hermanos:

Alejandra, Martín y Oseas

Por su amor y apoyo incondicional.

RESUMEN

En la industria aeroespacial, las fases remanentes de las superaleaciones debidas a procesos previos de disolución pueden producir cambios en la microestructura de dichas aleaciones y en consecuencia, cambios en las propiedades de los productos, causando importantes costos para las compañías.

El objetivo de esta investigación es caracterizar las fases remanentes producidas después de determinados tratamientos térmicos a altas temperaturas de disolución para la superaleación de uso aeroespacial Waspaloy, esto con el objetivo de determinar el efecto de la temperatura y el tiempo sobre la solución total o parcial de éstas fases (γ' y carburos).

En la parte experimental de este trabajo de investigación, se utilizaron diversas técnicas de caracterización con el fin de poder elucidar la problemática aquí planteada. Estas técnicas son: metalografía óptica, difracción de rayos X, análisis térmico diferencial, microscopía electrónica de barrido, y pruebas de dureza Brinell y Vickers.

Los resultados obtenidos indican que una diferencia de temperatura de solamente 10°C a altas temperaturas (entre 1030°C y 1050°C) puede producir importantes cambios en las fases remanentes de las aleaciones estudiadas, lo que significa que se debe tener un control muy importante en la temperatura durante todo el proceso de fabricación, especialmente en piezas grandes (de más de 1m de diámetro).

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar a Dios, por demostrarme tantas veces su amor y con ello darme fuerza para salir adelante cada vez que tropecé.

A mis asesores el Dr. Enrique López Cuellar y Dr. Hugo Guajardo Martínez por compartir su experiencia y sus conocimientos invaluable, y por su paciencia durante la realización de este proyecto.

A mis padres quienes sin escatimar esfuerzo alguno se han sacrificado gran parte de su vida para ayudarme a salir adelante, por apoyarme e impulsarme siempre a llegar más lejos, por su determinación, entrega, y amor.

A mis hermanos, por ser mis mejores amigos, por esos momentos maravillosos a mi lado, gracias por su apoyo incondicional, por vivir a mi lado mis logros y mis fracasos, por ser mi hombro en todo momento.

A mis amigos y compañeros de generación, que se han convertido en una familia para mí durante estos años, porque todos han marcado de alguna forma mi vida.

A Pamela y Luis, que me ayudaron siempre en FRISA Aerospace, y compartieron sus conocimientos conmigo. A Reynaldo por toda su ayuda.

A Carlos por ser mi amigo y consejero, por ayudarme a elegir este posgrado, y por apoyarme incondicionalmente durante estos años que hemos estado juntos.

1. *Comportamiento general de las superaleaciones en pruebas de esfuerzo de tensión [4].*
.. 17

2. *Factores de los tamaños atómicos de elementos formadores de solución sólida con níquel.*
..... 19

3. *Elementos de aleación usados en superaleaciones base níquel.*
.. 20

4. *Estructura cristalina de Gamma (FCC).*
.. 21

5. *Estructura cristalina de Gamma prime Ni₃ (Al, Ti)*
. 22

6. *Composiciones químicas de varias superaleaciones [9]*
..24

7. *Propiedades tensiles de varias aleaciones Waspaloy a diferentes temperaturas [10].*
..... 25

8. *Esquema de enfriamiento en experimentos de DTA con Waspaloy*
..26

9. *Esquema del proceso de preforma*
. 79

10. *Esquema del proceso de forja*
. 28

11. *Esquema del crisol del proceso de fundición por inducción al vacío.*
.. 30

12. *Esquema del horno de Refundición de arco en vacío.*
.. 31

13. *Esquema del Proceso de Refundición Eléctrica por escoria.*
.. 32

14. Esquema del desarrollo experimental 34
15. Fotografía del enfriamiento 36
16. Fotografía de la Mufla marca Yamato 38
17. Fotografía de la cortadora marca Isomet40
18. Fotografía de la montadora marca Struers.40
19. Fotografía de la pulidora marca Struers41
20. Fotografía del microscopio óptico marca Zeuss42
21. Fotografía del Microdurómetro42
22. Fotografía del DTA marca Perkin Elmer 43
23. Fotografía de DRX marca Bruker43
24. Fotografía del SEM marca FEI44
25. Difractogramas por Rayos X de Proveedor B a distintos tratamientos térmicos	47
26. Típico escaneo de un espécimen Waspaloy [13] 48
27. Difractogramas por Rayos X de Proveedor A a distintos tratamientos térmicos.	49
28. Resultados de DTA del material de Proveedor B.52

29. Resultados de DTA del material de Proveedor A.51
30. Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B sin TT 53
31. Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1030°C por 30 minutos.54
32. Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1030°C por 60 minutos54
33. Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1030°C por 90 minutos.55
34. Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1030°C por 120 minutos.55
35. Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1030°C por 150 minutos 56
36. Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1030°C por 180 minutos. 56
37. Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1030°C por 210 minutos.57
38. Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1030°C por 240 minutos.57
39. Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1045°C por 30 minutos.58
40. Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1045°C por 60 minutos.59
41. Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1045°C por 90 minutos.59
42. Metalografía a 100X Proveedor B con un T de 1045°C por 120 minutos. 60
43. Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1045°C por 150 minutos.60

44. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1045°C por 180 minutos. . . .*
 . .61
45. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1045°C por 210 minutos. . . .*
 . .61
46. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1045°C por 240 minutos. . . .*
 . .62
47. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1060°C por 30 minutos.*
 . .63
48. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1060°C por 60 minutos.*
 . .63
49. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1060°C por 90 minutos.*
 . .64
50. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1060°C por 120 minutos. . . .*
 . 64
51. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1060°C por 150 minutos. . . .*
 . .65
52. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1060°C por 180 minutos. . . .*
 . .65
53. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1060°C por 210 minutos. . . .*
 . .66
54. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1060°C por 240 minutos. . . .*
 . .66
55. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1080°C por 30 minutos.*
 . .67
56. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1080°C por 60 minutos.*
 . .68
57. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1080°C por 90 minutos.*
 . .68
58. *Metalografía a 100X Proveedor B con un TT de 1080°C por 120 minutos. . . .*
 . .69

74. Gráfico de durezas Brinell del material de Proveedor B 82
75. Microdurezas de muestras del material de Proveedor B. 83
76. Microdurezas de muestras seleccionadas del material de Proveedor B 84
77. Microdurezas de muestras seleccionadas del material de Proveedor A. 85
78. Imagen SEM de la muestra A1 del material de Proveedor A a 1200 X86
79. Análisis EDS de un precipitado de la muestra A1 del material de Proveedor A.	87
80. Imagen SEM de la muestra G1 del material de Proveedor A a 250 X. 88
81. Análisis EDS de un precipitado de la muestra A1 del material de Proveedor A.	.88

RESUMEN..... II
AGRADECIMIENTOS..... III
INDICE DE FIGURAS..... IV

CAPÍTULOS

I. INTRODUCCIÓN..... 1
 1.1 Objetivo general.
 1.2 Hipótesis
 1.3 Objetivos particulares.

II. SUPERALEACIONES
 2.1 Superaleaciones.
 2.2 Superaleaciones base níquel.
 2.3 Waspaloy
 2.4 Proceso de forja
 2.5 Proceso VIM/VAR

III. EXPERIMENTACIÓN
 3.1 Introducción
 3.2 Experimentación
 3.2.1 Material
 3.2.1.1 Proveedor B
 3.2.1.2 Proveedor A
 3.2.2 Preparación de muestras.
 3.2.3 Tratamientos térmicos
 3.3 Técnicas experimentales.
 3.3.1 Difracción de rayos X (XRD).
 3.3.2 Análisis Térmico Diferencial (DTA).
 3.3.3 Microscopía óptica.
 3.3.4 Dureza.
 3.3.5 Microscopía electrónica de barrido (SEM).

IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN
 4.1 Introducción.
 4.2 Difracción de rayos X.

4.2.1 *Material de Proveedor B.*

4.2.2 *Material de Proveedor A.*

4.3 *DTA.*

4.3.1 *Material de Proveedor B.*

4.3.2 *Material de Proveedor A.*

4.4 *Metalografías.*

4.4.1 *Material de Proveedor B*

4.4.1.1 *1030°C*

4.4.1.2 *1045°C*

4.4.1.3 *1060°C*

4.4.1.4 *1080°C*

4.4.2 *Material de Proveedor A*

4.4.2.1 *1030°C*

4.4.2.2 *1045°C*

4.4.2.3 *1060°C*

4.4.2.4 *1080°C*

4.5 *Durezas.*

4.5.1 *Brinell*

4.5.1.1 *Material de Proveedor B*

4.5.2 *Vickers*

4.5.2.1 *Material de Proveedor B*

4.5.2.2 *Material de Proveedor A*

4.6 *SEM.*

4.6.1 *Material de Proveedor B*

4.6.1.1 *A1 (1030°C por 30 minutos)*

4.6.1.2 *G1 (1080°C por 30 minutos)*

V. *CONCLUSIONES*

VI. *BIBLIOGRAFÍA*

INTRODUCCIÓN

En la industria aeroespacial se emplean superaleaciones base Ni debido a la estabilidad de sus propiedades, a temperaturas entre 870 °C y 980 °C se utilizan para conseguir la máxima resistencia mecánica y a temperaturas entre 1120 °C y 1200 °C, se utilizan para conseguir una buena resistencia a la fatiga y al creep [23], además de su resistencia a la fractura. Una de las aleaciones más empleadas para la elaboración de piezas de motores a reacción es la denominada Waspaloy, la cual debe sus propiedades principalmente al endurecimiento por precipitación de la fase γ' en una matriz de fase γ . Esta aleación posee una excelente resistencia a temperaturas de hasta 870°C la cual permite aplicaciones en zonas de alta temperatura del motor, tal como la turbina de baja presión. Por otra parte se ha reportado que adiciones de aluminio y titanio le dan alta resistencia, además de que tiene una buena resistencia a la oxidación por encima de los 1000°C. [21]

En lo referente a la industria aeroespacial regional, específicamente para el proceso de forjado a alta temperatura de piezas para turbinas, muy a menudo se reciben como materia prima barras de distintos proveedores con ligeras variaciones en la composición química de esta aleación. Estos cambios en composición son el origen de cambios importantes en las propiedades mecánicas dependiendo de los procesos termomecánicos en combinación con tratamientos térmicos específicos que provocan que, los productos finales no cumplan con los requerimientos y especificaciones que piden los clientes, generándose problemas para la aprobación de éstos productos. Lo anterior puede traer como consecuencia pérdidas económicas importantes si no se realizan ajustes en el proceso.

Es por esto que en este trabajo se estudian las fases remanentes de dos aleaciones de distintos proveedores de Waspaloy después de haber sido sometidas a distintos tratamientos térmicos en los que se variaron tanto la temperatura como los tiempos. Esto con el fin de determinar una temperatura de partida que asegure un estado homogéneo y libre de fases remanentes para poder partir del mismo punto en el proceso de forjado y evitar cambios en los productos finales.

En el capítulo dos se describe lo que es una superaleación, su importancia en la industria actual, su clasificación, y dentro de ésta, se describen las superaleaciones base níquel, a las cuales pertenece la aleación estudiada. Finalmente se describe la composición de la aleación y sus principales propiedades, así como el proceso de forja que se utiliza para la elaboración de las piezas estudiadas.

En el capítulo tres se explica el proceso que se siguió para este trabajo, primeramente se presenta la diferencia en la composición química entre ambas aleaciones, después se describe cómo se prepararon las muestras y los tratamientos térmicos de solución que se le aplicaron a cada probeta. Finalmente se detallan las técnicas y equipos utilizados para la caracterización de las probetas.

El capítulo cuatro corresponde a los resultados obtenidos y discusiones, se analizan y discuten los resultados de difracción de rayos X, análisis térmico diferencial (DTA, por sus siglas en inglés), microscopía óptica, dureza Brinell y Vickers y microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés).

El análisis de resultados nos lleva al último capítulo, el de conclusiones, en el que se redactan las conclusiones de este trabajo. Esperando que la lectura de este trabajo resulte de interés para profesores, investigadores, alumnos y que tenga una utilidad para cualquier persona interesada en el ramo de las materiales, especialmente en los empleados en la industria aeroespacial.

OBJETIVO GENERAL

Determinar el efecto de fases remanentes en las propiedades mecánicas y en las temperaturas de disolución en dos aleaciones de Waspaloy después de diversos tratamientos térmicos de disolución a altas temperaturas, así como discutir las posibles causas de la remanencia de las fases γ' y el impacto que estas pueden tener en los procesos de fabricación de piezas aeroespaciales.

OBJETIVOS PARTICULARES

Determinar el efecto de las fases remanentes en las propiedades de Waspaloy.

Determinar el efecto de la temperatura de los tratamientos térmicos sobre la presencia de las fases remanentes en Waspaloy originadas por cambios en la composición química.

Existen cambios en la composición química y en el proceso de manufactura de Waspaloy que cambian la temperatura de la disolución de fases, lo que origina mayor presencia de fases remanentes en condiciones similares en los procesos de forja.

SUPERALEACIONES

Cómo dice Matthew J. Donachie en su libro "Superaleaciones: una guía técnica", las superaleaciones son en efecto, súper. Por más de 6 décadas, han proporcionado los medios más fiables y rentables para alcanzar altas temperaturas de operación (870 °C) y condiciones extremas de esfuerzo mecánico en la industria aeroespacial y en la industria de las turbinas de gas [1].

El término "superaleación" fue utilizado por primera vez poco después de la Segunda Guerra Mundial para describir a un grupo de aleaciones desarrolladas para su uso en turbinas y motores de aeronaves de alto rendimiento que requiere su uso a temperaturas elevadas. La gama de aplicaciones para las que se utilizan las superaleaciones se ha extendido a muchas otras áreas y ahora incluye aviones y turbinas de gas, motores de cohetes, plantas químicas y de petróleo. Son especialmente adecuadas para estas aplicaciones exigentes debido a su capacidad de conservar sus propiedades mecánicas, incluso después de largos tiempos de exposición por encima de los 650 ° C (1.200 ° F). Su versatilidad se atribuye al hecho de que combinan esta alta resistencia con buena ductilidad a baja temperatura y excelente estabilidad superficial [2].

La composición química de las superaleaciones se basan en el Grupo VIII B de la tabla de elementos químicos y por lo general consisten de varias combinaciones de Fe, Ni, Co y Cr, así como de cantidades menores de W, Mo, Ta, Nb, Ti y Al. Las superaleaciones se clasifican en 3 familias principales: superaleaciones base níquel, superaleaciones base hierro-níquel y superaleaciones base cobalto [3]. Por otra parte, debido a que el material de estudio en este trabajo forma parte de las superaleaciones base níquel, la discusión se centrará en esta familia.

Las propiedades de las superaleaciones pueden ser controladas por ajustes en la composición química y en el proceso de fabricación (incluyendo tratamientos térmicos), obteniendo productos finales con un excelente desempeño a elevadas

temperaturas. La siguiente figura compara el comportamiento de las tres familias de superaleaciones bajo pruebas de tensión [4]:

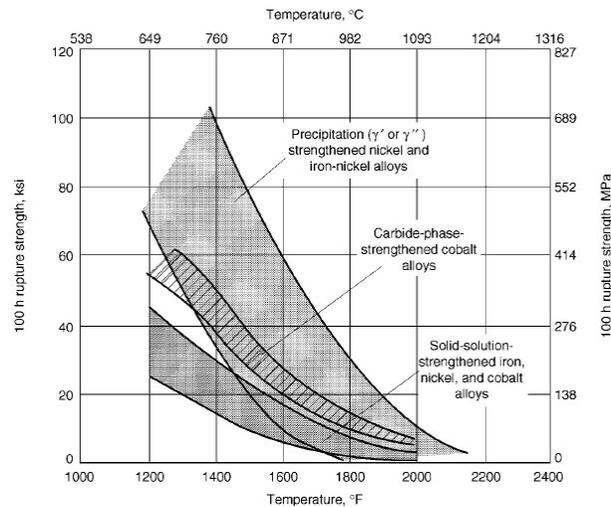


Figura 1. Comportamiento general de las superaleaciones en pruebas de esfuerzo de tensión

Superaleaciones base níquel

Las superaleaciones base níquel son una clase de materiales metálicos con una excepcional combinación de resistencia mecánica a altas temperaturas, tenacidad, y resistencia a la degradación en ambientes corrosivos u oxidantes. Estos materiales son ampliamente usados en la fabricación de turbinas para los aviones, para la industria de generación de energía, motores de cohetes y productos para otros entornos complejos que incluyen energía nuclear y plantas de procesos químicos, requiriendo éstos últimos mayor resistencia a la corrosión que estabilidad mecánica a alta temperatura [5].

El proceso industrial para el endurecimiento de superaleaciones se da por tres rutas distintas: por solución sólida (átomos sustitucionales que interfieren con la deformación), por endurecimiento de procesado (energía almacenada por deformación traducida en dislocaciones) y por endurecimiento por precipitación (precipitados que interfieren con la deformación). Además, la producción de carburos en una distribución favorable de fases secundarias que interfieren con la deformación, aumenta la dureza del material, especialmente en superaleaciones base cobalto, así mismo el tamaño de grano también afecta las propiedades mecánicas, por ejemplo, la dureza se incrementa al disminuir el tamaño de grano.

Cuando hablamos de resistencia en las superaleaciones, podemos decir que es un término relativo, definido por el tipo de resistencia que se requiera. Por ejemplo, muchas piezas requieren resistencia a la tensión a alta temperatura o resistencia a la ruptura a alta temperatura (propiedades a corto plazo), mientras que otras requieren resistencia a la termofluencia (propiedades a largo plazo). Siendo más específicos, para algunas aplicaciones que sólo requieren resistencia a la tensión, con un endurecimiento por solución sólida se pueden alcanzar las propiedades requeridas, en cambio, en aplicaciones más exigentes como las secciones que se encuentran a altas temperaturas en las turbinas de los aviones, se requiere fortalecer la aleación por precipitación [2].

La mayoría de las aleaciones base níquel contienen entre un 10-20% Cr, hasta 8% de Al y Ti, Co 5-10%, y pequeñas cantidades de B, Zr, y C. Otras adiciones comunes son Mo, W, Ta, Hf, y Nb.

En términos generales, los elementos adicionados en las superaleaciones de base Ni se pueden clasificar como

- i) Formadores de γ .
- ii) Formadores de γ' .
- iii) Formadores de carburo
- iv) Elementos que separan a los límites de grano.

La solubilidad de varios elementos en níquel puede evaluarse al graficar una función de factor de tamaño $[d_{Ni}[100(d_i-d_{Ni})/d_{Ni}]]$ de un elemento i , con un diámetro D_i , contra su número atómico [6]. En la expresión de la función de factor de tamaño, la expresión d_{Ni} es el diámetro atómico del níquel. La Figura 2, muestra la gráfica para varios elementos [6].

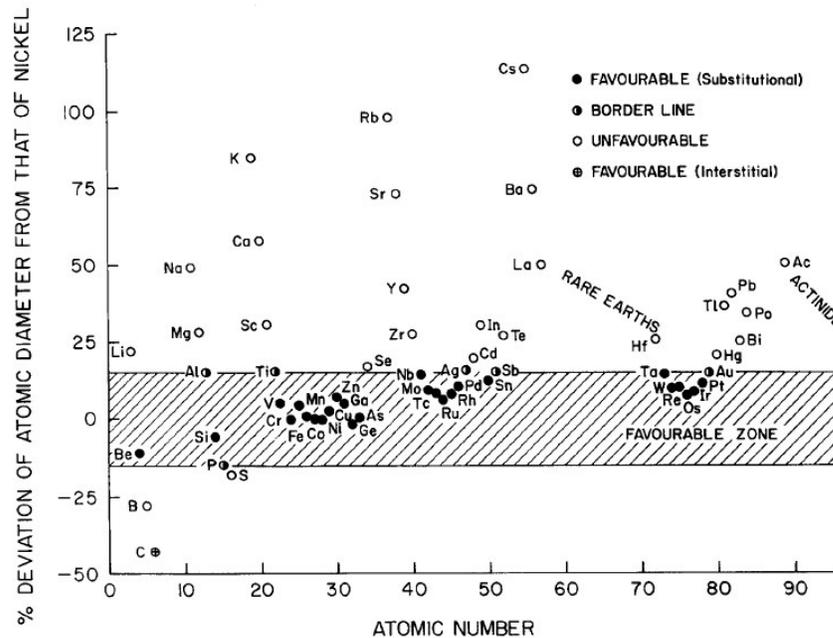


Figura 2. Factores de los tamaños atómicos de elementos formadores de solución sólida con níquel.

La zona sombreada contiene valores de la función entre +15 y -15. Si el tamaño del factor de la función cae dentro de este intervalo, se espera una apreciable solución sólida de ese elemento con el níquel.

Los elementos que se consideran formadores de γ son los del Grupo V, VI, VII y elementos tales como Co, Cr, Mo, W, Fe. Los diámetros atómicos en estas aleaciones son sólo 13.3% diferentes que las de Ni (el elemento de la matriz primaria). Los elementos formadores de γ' , vienen del grupo III, IV, V y los elementos Al, Ti, Nb, Ta, Hf. Los diámetros atómicos de estos elementos difieren de Ni por 6.18%. Los principales formadores de carburos son: Cr, Mo, W, Nb, Ta, Ti. Los elementos

primarios de contorno de grano son B, C, y Zr. Sus diámetros atómicos son 21-27% diferentes que las de Ni.

En la siguiente figura (Figura 3) se muestran los elementos que comúnmente se utilizan en las superaleaciones base níquel, y los efectos que pueden producir en ésta familia de aleaciones:

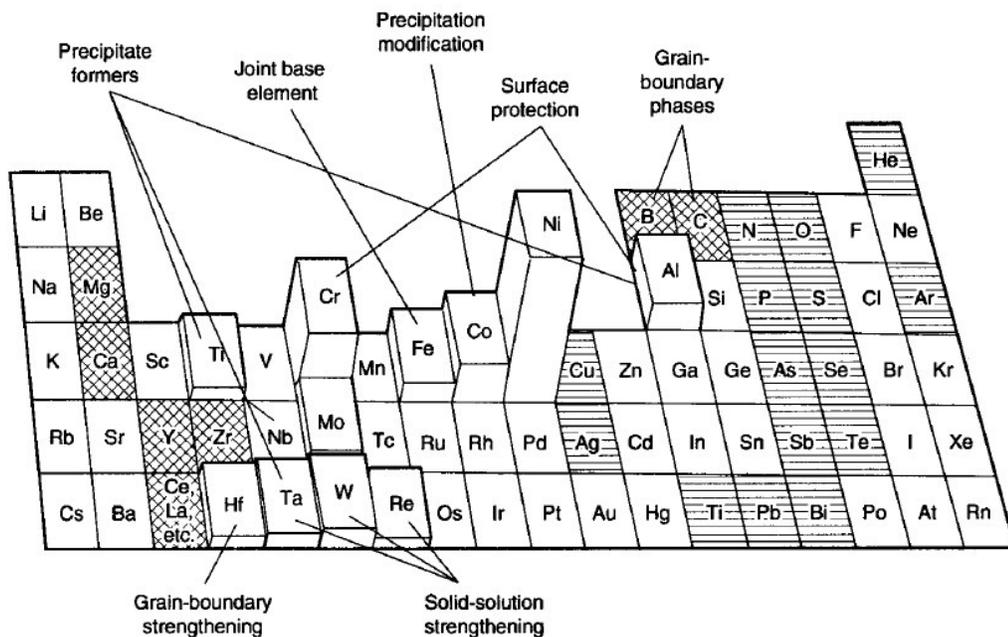


Figura 3. Elementos de aleación utilizados en superaleaciones base níquel. Elementos benéficos menores están marcados con líneas cruzadas, mientras que los elementos perjudiciales menores están marcados con líneas horizontales.[1].

Las principales fases presentes en la mayoría de las superaleaciones de níquel son los siguientes [4]:

- Gamma (γ):** La matriz continua (llamada gamma) es una fase base níquel con estructura cúbica centrada en las caras (FCC) que por lo

general contiene un alto porcentaje de elementos en solución sólida, tales como Co, Cr, Mo y W. Su estructura se muestra en la Figura 4.

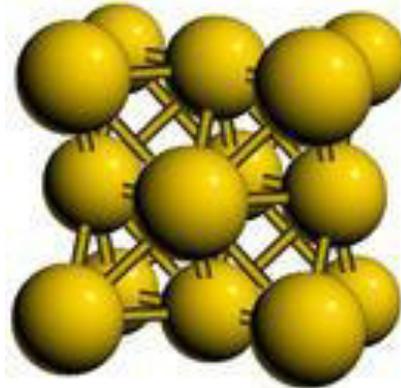


Figura 4. (FCC)Estructura cubica centrada en las caras que conforma la matriz gamma.

■ **Gamma Prime (γ'):** La principal fase responsable del endurecimiento de superaleaciones base níquel es la conformada por $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$, y se denomina gamma prima (γ'). Se trata de una fase de precipitación coherente (es decir, los planos cristalinos del precipitado están en equilibrio con la matriz gamma) con una estructura cristalina ordenada L1_2 (FCC), la cual se puede observar en la Figura 5. La extrema coincidencia del parámetro de red matriz/precipitado ($\sim 0-1\%$), combinado con la compatibilidad química permite que γ' precipite homogéneamente en toda la matriz y tenga estabilidad a largo plazo. Además, como γ' es muy dúctil, da fuerza a la matriz sin reducir la resistencia a la fractura de la aleación.

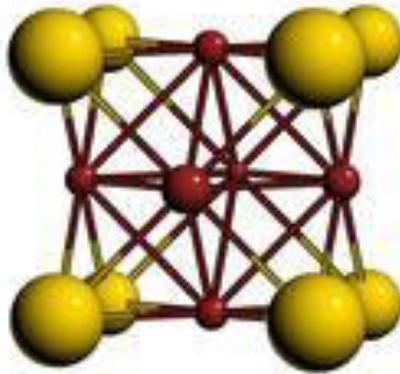


Figura 5. Celda cristalina FCC que constituye a la fase gamma prima.

- **Carburos:** El carbono, añadido en niveles de 0.05-0.2%, se combina con elementos reactivos y refractarios, como el titanio y el tantalio para formar carburos (por ejemplo, TiC o TaC). Durante el tratamiento térmico y el tiempo de servicio, éstos comienzan a descomponerse y forman carburos inferiores tales como $M_{23}C_6$ y M_6C , que tienden a formarse en los bordes de grano. Estos carburos comunes tienen una estructura cristalina FCC. El efecto que producen los carburos es variable, ya que algunos pueden ser perjudiciales pero en algunos casos también pueden ser ventajosos para las propiedades de la superaleación. La opinión general es que en superaleaciones, los carburos que se forman en los límites de grano, son benéficos ya que incrementan la resistencia a la fractura a temperaturas altas [2].

Las superaleaciones base níquel más empleadas son:

- **Hastelloy D** (Ni Bal., 20% Cr, 6% Fe, 5% Si, 2.5% Mo, 2% Cu). Es una aleación con alto grado de silicio para moldeo, fuerte, tenaz y extremadamente dura. Tiene una excelente resistencia a la corrosión al ácido sulfúrico. Difícil mecanización. Se emplea para evaporadores, reactores, canalizaciones y accesorios en la industria química. [7]

- **Hastelloy A** (57% Ni, 20% Mo, 20% Fe) y **Hastelloy B** (62% Ni, 28% Mo, 5% Fe). Forman carburos globulares en una matriz de solución sólida. Ninguna responde al proceso de envejecimiento. Gran resistencia a la corrosión por ácido clorhídrico, fosforito y otros ácidos no oxidantes. Se emplean en la industria química para manejar, transportar y almacenar ácidos y otros materiales corrosivos [8].

- **Inconel 600** (76% Ni, 16% Cr, 8% Fe). Combina la resistencia a la corrosión, resistencia mecánica y tenacidad características del Ni, con la resistencia a la oxidación a altas temperaturas, típica del Cr. Resiste la fatiga térmica sin hacerse frágil. Se utiliza en escapes y calentadores de motores de avión, en hornos y recipientes para tratamientos de nitruración y en tubos de protección de termopares.

- **Chromel A** (80% Ni, 20% Cr). Se emplea como elemento eléctrico de calefacción para aparatos caseros y hornos industriales.

- **Nichrome** (60% Ni, 16% Cr, 24% Fe) para resistencias de tostadores, cafeteras, planchas, secadores de pelo, calentadores eléctricos y reóstatos para equipos electrónicos.

- **Inconel B** (50%Ni, 28%Cr, 8.5%Mo, 5.5%Cu) y el **Inconel G** (56%Ni, 22.5%Cr, 6.5%Mo, 6.5%Cu) proporcionan superior resistencia a la corrosión en aleaciones de fundición maquinables de alta resistencia. Se utilizan en cojinetes de impulso y rotatorios y las piezas de bombas y válvulas en las que se requiere alta dureza a medios corrosivos. Fueron diseñados principalmente como materiales resistentes a los ácidos sulfúricos y nítricos.

- **Nimonic 90** (53%Ni, 20%Cr, 18%Co, 2.5%Ti, 1.5%Al, 1.5%Fe). Principalmente utilizada por su resistencia a la fluencia (creep), su alta tenacidad y estabilidad a temperaturas elevadas. Es la aleación básica para los motores a reacción.

Incoloy 825 (38% Ni, 20 % Cr, 15 % Mo, 22% Fe) se caracteriza por una buena resistencia a la corrosión en ambientes acuosos y por su excelente resistencia a la oxidación en atmósferas a altas temperaturas. Sus aplicaciones incluyen hornos y equipos de tratamiento térmico, generadores de vapor, etc. (*)

Y Waspaloy, que se detalla a continuación.

WASPALOY

Waspaloy es uno de los materiales más extensamente utilizados en la industria de las turbinas de gas y la industria aeroespacial. Se trata de una superaleación base níquel endurecida por partículas γ' y una pequeña cantidad de carburos MC y $M_{23}C_6$. La composición química del material en porcentaje de peso se presenta al final de la siguiente Tabla [9]:

Alloy	Cr	Ni	Co	Mo	W	Nb	Ti	Al	Fe	C	B	Other
A286	15	26	—	1.25	—	—	2	0.2	55.2	0.04	0.005	0.3 V
AF115	10.7	56	15	2.8	5.9	1.7	3.9	3.8	—	0.05	0.02	0.75 Hf; 0.05 Zr
AF2-IDA	12	59	10	3	6	—	3	4.6	<0.5	0.35	0.015	1.5 Ta, 0.1 Zr
AF2-IDA6	12	59.5	10	2.75	6.5	—	2.8	4.6	<0.5	0.04	0.015	1.5 Ta, 0.1 Zr
Alloy 706	16	41.5	—	—	—	—	1.75	0.2	37.5	0.03	—	2.9 (Nb+Ta), 0.15 Cu
Alloy 718	19	52.5	—	3	—	5.1	0.9	0.5	18.5	0.08	—	0.15 Cu
APK12	18	55	15	3	1.25	—	5	2.5	—	0.03	0.035	0.035 Zr
Astroloy	15	56.5	15	5.25	—	—	3.5	4.4	<0.3	0.06	0.03	0.06 Zr
Discaloy	14	26	—	3	—	—	1.7	0.25	55	0.06	—	—
IN100	10	60	15	3	—	—	4.7	5.5	<0.6	0.15	0.015	0.06 Zr, 1.0 V
KM-4	12	56	18	4	—	2	4	4	—	0.03	0.03	0.03 Zr
MERL-76	12.4	54.4	18.6	3.3	—	1.4	4.3	5.1	—	0.02	0.03	0.35 Hf; 0.06 Zr
N18	11.5	57	15.7	6.5	—	—	4.35	4.35	—	0.015	0.015	0.45 Hf; 0.03 Zr
PA101	12.5	59	9	2	4	—	4	3.5	—	0.15	0.015	4.0 Ta; 1.0 Hf; 0.1 Zr
René 41	19	55	11	10	—	—	3.1	1.5	<0.3	0.09	0.01	—
René 88	16	56.4	13.0	4	4	0.7	3.7	2.1	—	0.03	0.015	0.03 Zr
René 95	14	61	8	3.5	3.5	3.5	2.5	3.5	<0.3	0.16	0.01	0.05 Zr
Udimet 500	19	52	19	4	—	—	3	3	<4.0	0.08	0.005	—
Udimet 520	19	57	12	6	1	—	3	2	—	0.08	0.005	—
Udimet 700	15	55	17	5	—	—	3.5	4	<1.0	0.07	0.02	0.02 Zr
Udimet 710	18	55	14.8	3	1.5	—	5	2.5	—	0.07	0.01	—
Udimet 720	18	55	14.8	3	1.25	—	5	2.5	—	0.035	0.033	0.03 Zr
Udimet 720LI	16	57	15.0	3	1.25	—	5	2.5	—	0.025	0.018	0.03 Zr
V57	14.8	27	—	1.25	—	—	3	0.25	48.6	0.08	0.01	0.5 V
Waspaloy	19.5	57	13.5	4.3	—	—	3	1.4	<2.0	0.07	0.006	0.09 Zr

Figura 6. Composiciones químicas de varias superaleaciones (wt. %)

La mayor ventaja de Waspaloy es el alto valor de termofluencia que posee, por ejemplo, puede trabajar por encima de 300MPa por 10,000 horas a 700°C cuando para la aplicación como material en la turbina de un motor tan sólo requiere 100MPa a 700°C.

A continuación se presenta una gráfica que muestra los resultados de pruebas de tensión realizadas a unas probetas de Waspaloy a diferentes temperaturas. La gráfica muestra que a 760°C la resistencia de la aleación se mantiene y que posteriormente se pierde debido a la disolución de la fase γ' [10]. Éste es un ejemplo de la gran estabilidad que muestra la aleación a altas temperaturas.

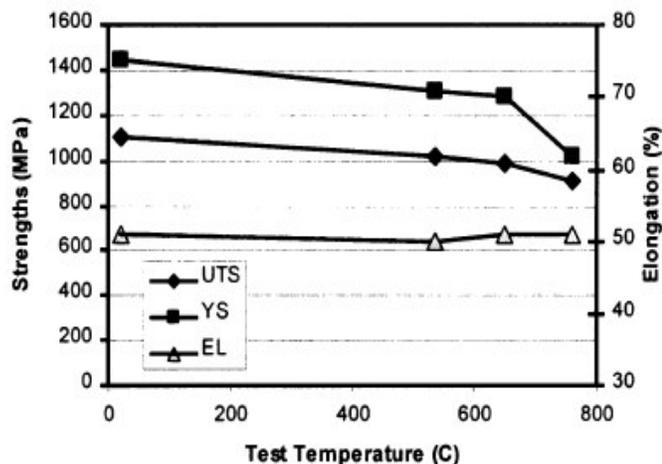


Figura 7. Propiedades de tensión de una superaleación Waspaloy a diferentes temperaturas

Por otra parte, es un factor muy importante determinar las temperaturas necesarias para que se desarrolle el proceso de precipitación o de formación de fases. Penkalla H. J et al reportaron el diagrama TTT que se muestra en la figura 8 [11]. Este diagrama fue obtenido mediante pruebas de enfriamiento lento de DTA y cabe señalar que es de los pocos diagramas de este tipo que se pueden encontrar en la literatura. Esto se debe probablemente al uso comercial que guardan los fabricantes de estas aleaciones.

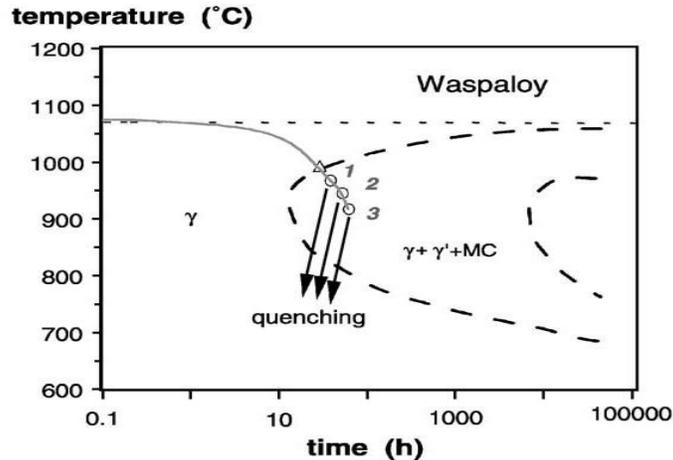


Figura 8. Esquema de enfriamiento en experimentos de DTA con Waspaloy

En este diagrama TTT se aprecia que las fases presentes en la aleación Waspaloy son sólo la γ , γ' y los MC. Además, el diagrama sugiere que la disolución de fases se puede alcanzar después de los 1075°C aproximadamente. Y que los tiempos de precipitación se dan después de 10 horas, por lo que la rapidez del enfriamiento según este TTT, no debe ser un factor para la presencia de las fases remanentes.

Finalmente, una desventaja de éste material, es la tendencia a formar macro segregaciones, o los llamados “freckles” durante la solidificación después de la refundición o “remelting”, los cuales influyen en la facilidad de vaciado en una forma negativa. Este hecho puede crear grietas durante los subsecuentes procesos de forja. Otro efecto negativo en la forjabilidad, es la rápida precipitación de γ' a temperaturas de forja, lo cual incrementa las fuerzas requeridas para la forja [12] y por lo tanto el costo del proceso.

Una parte del proceso de forja para la manufactura de los **anillos rolados** sin costura, que es el utilizado para fabricar las piezas con las que se trabaja en este trabajo de investigación se detalla en la Figura 9.

Primeramente se mide y se pesa la materia prima de acuerdo a las especificaciones de la pieza, posteriormente se corta el material seleccionado, una vez que se tiene el corte, éste se introduce a un horno para poder alcanzar la temperatura requerida para poder cambiarle la forma sin fracturarlo.

Una vez que alcanza la temperatura requerida, el billet se pone en la prensa para llevar a cabo el proceso de bajado de altura, posteriormente se regresa al horno para que recupere temperatura y finalmente se corta el centro como lo muestran las imágenes (c) y (d) de la Figura 9.

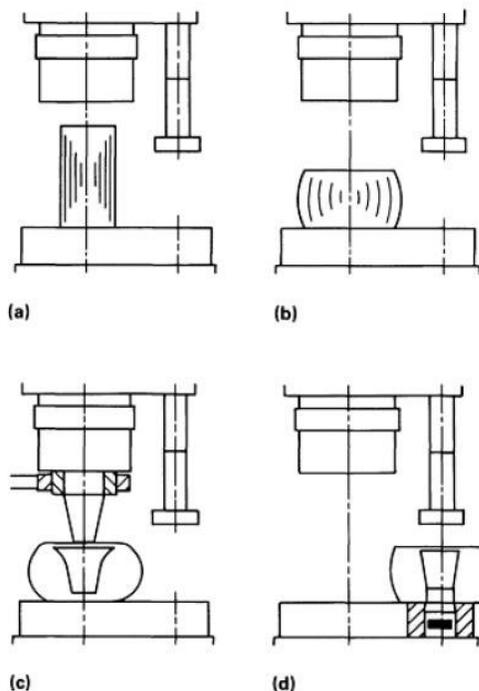


Figura 9 . Esquema del proceso de preforma. (a) Billet centrado en la mesa de prensa. (b) Billet prensado. (c) El billet es indentado y formado por extrusión hacia abajo. (d) El billet es perforado y está listo para la extracción [5].

Después de haber obtenido la preforma, la pieza se somete a un proceso de rolado, el cual se muestra en la Figura 10. El rodillo principal (radial) gira a una velocidad controlada que se preselecciona de acuerdo a las características particulares de esa operación. El anillo comienza a girar y el mandril comprime la pared del anillo contra el radial. Éste a su vez, hace que el mandril gire. Una unidad separada que sostiene un par de rodillos cónicos (axial), avanzan hasta cubrir las dos caras (superior e inferior) del anillo. Ambos rodillos cónicos son accionados, y el rodillo superior se mueve hidráulicamente y se desliza hacia el rodillo inferior para causar una reducción en la altura axial del anillo. Los rodillos axiales se retiran a medida que aumenta el diámetro del anillo; este procedimiento se sigue para cada operación de apertura, después de cada cual es necesario regresar el anillo al horno para que recupere temperatura y en casos específicos existe ajuste de la misma. Finalmente se les da el tratamiento térmico que requiera la pieza.

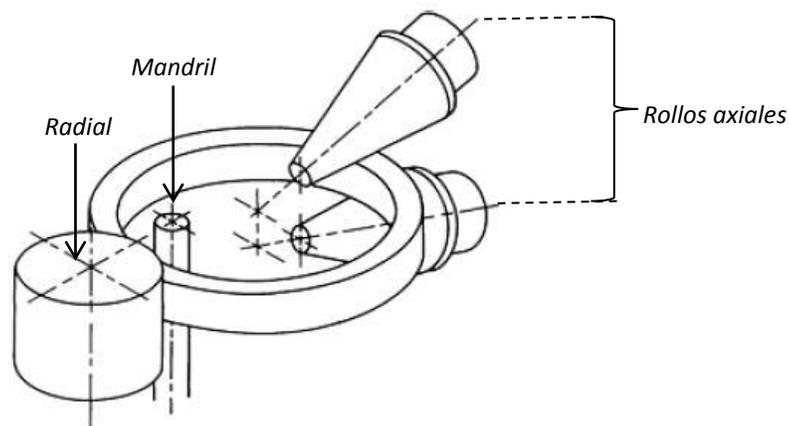


Figura 10. Esquema del proceso forja [5].

Aún después de los tratamientos térmicos, y a pesar de seguir el mismo proceso, se ha reportado que algunas piezas no alcanzan las condiciones deseadas de microestructura y propiedades mecánicas, esto parece deberse a que las barras a

veces vienen con distintos cambios en la composición química, los cuales pueden ser el origen de variaciones en las propiedades mecánicas finales, es por ello que es necesario partir de un estado homogéneo y libre de fases remanentes, estado que se puede alcanzar al hacer un tratamiento térmico a una temperatura que disuelva todas las fases.

Proceso VIM/VAR

En comparación con las fundiciones hechas en otros procesos, las aleaciones en VIM (Vacuum Induction Melting = Fundición en Vacío por Inducción) contienen mucho menos oxígeno y nitrógeno, lo que mejora la resistencia a la fatiga y las propiedades de ruptura por esfuerzo. Además de que se tiene un mejor control de elementos. Este proceso es más caro, pero se obtienen mejores resultados. Además, en la industria aeroespacial el estándar es llevar a cabo doble fundición para piezas estructurales y hasta triples en el caso de las rotatorias.

Descripción del proceso VIM

Para este proceso en particular la carga consiste de 3 tipos de materiales a procesar:

- Material virgen: Material que nunca ha sido fundido al vacío.
- Elementos refractarios: Son elementos vírgenes cuya función primordial es ser formadores de óxidos, además tienen la tendencia a incrementar la solubilidad de los óxidos y nitruros en la carga virgen.
- “Revert” o chatarra: Chatarra interna o externa que previamente ha sido fundida al vacío.

Durante el proceso, la parte virgen se coloca dentro del horno (Figura 11), puede ser abriendo el horno, o más comúnmente, a través de tolvas que atraviesan un vacío, posteriormente, el material virgen se funde mediante la aplicación de una corriente a las bobinas de inducción que rodea el crisol refractario, cuando el material se ha fundido por completo se procede a su desgasificación. La desgasificación se controla hasta que se haya completado. En ese momento, los reactivos y la chatarra se

adicionan, con lo que la carga adquiere el peso deseado. Se toma una muestra después de que todas las adiciones hayan sido hechas, y se vierte en moldes.

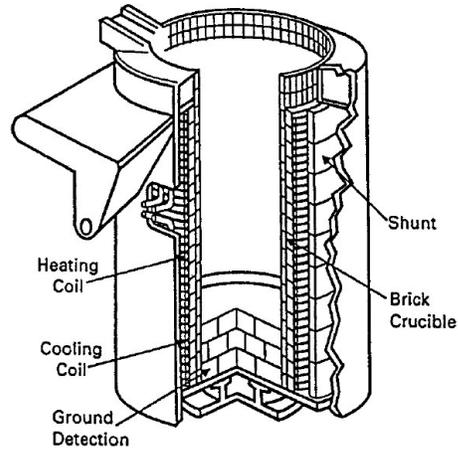


Figura 11. Esquema del crisol del proceso de fundición por inducción al vacío.

Las superaleaciones hechas por VIM rara vez son utilizadas para forja como cast, regularmente se destinan a operaciones de refundición con el fin de mejorar la estructura del material y mejorar la pureza, por lo que los lingotes suelen ser altos y cilíndricos, ya que serán refundidos por VAR (Vacuum Arc Remelting = Refundición por Arco en Vacío) o ESR (Electro Slag Remelting = Refundición Eléctrica por Escoria).

Descripción del proceso VAR

Durante éste proceso el electrodo es refundido en una cámara de vacío, en la cual, la refrigeración mediante agua del crisol es una parte muy importante. El horno se muestra en la siguiente Figura:

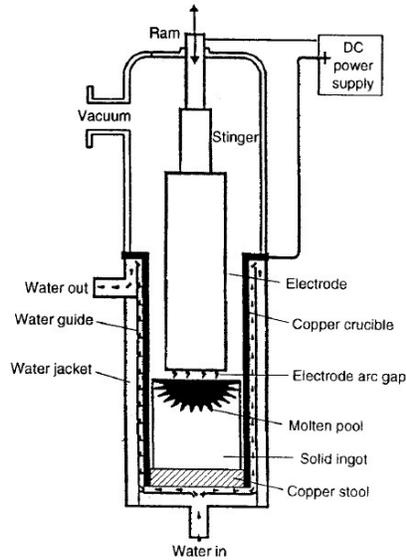


Figura 12. Esquema del horno de Refundición de arco en vacío.

Una corriente eléctrica directa se hace pasar a través de un electrodo al fondo del crisol y el electrodo se retira de modo que se forma un arco eléctrico entre la cara del electrodo y el crisol. El calor generado por el arco funde la cara del electrodo y comienza la transferencia de gotas de metal fundido en el crisol y se solidifica. A medida que el metal se acumula, se alcanza un estado de equilibrio en el que hay un lingote sólido, una zona pastosa que tiene tanto líquido como sólido y luego una zona totalmente líquida.

Debido a que la extracción de calor en el estado estacionario es más rápido a través de las paredes laterales y más lentas a través del crisol, las zonas blandas y líquidas son más superficiales en las paredes laterales y más profundas en el centro del lingote. El espesor de la zona blanda en el centro del lingote VAR es controlado por la eficiencia de extracción de calor, el tamaño del diámetro del crisol, y la tasa de fundición de la cara del electrodo. La tasa de derretimiento es controlada por la corriente que pasa a través del electrodo.

Descripción del proceso ESR

El proceso de Refundición Eléctrica por escoria (ESR) no se realiza en el vacío. La fuente de calor que provoca la fundición de la capa del electrodo es una escoria fundida. El proceso consiste en hacer pasar una corriente alterna a través del electrodo, a continuación a una capa de escoria, después por el lingote en solidificación y finalmente al “stool”.

La escoria fundida proporciona la fuente de calor para la fundición de la cara del electrodo. Las gotas fundidas pasan a través de la escoria, lo cual permite una reacción con la escoria, que reduce óxidos y contenidos de azufre. La profundidad de inmersión de los electrodos en la escoria que es muy superficial, es el control análogo del arco eléctrico en VAR.

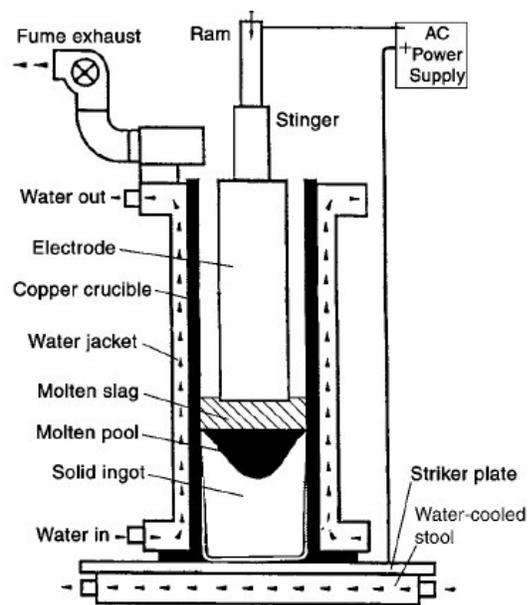


Figura 13. Esquema del Proceso de refundición Eléctrica por escoria.

EXPERIMENTACIÓN.

Para este trabajo de investigación se siguió el esquema de trabajo que se muestra en la figura 13. Dos versiones distintas de aleaciones Waspaloy fueron sometidas a distintos tratamientos térmicos, posteriormente se les hicieron pruebas de XRD, dureza Vickers y Brinell, Microscopía óptica, DTA y SEM. Los resultados fueron analizados y discutidos con el fin de lograr los objetivos de la tesis.

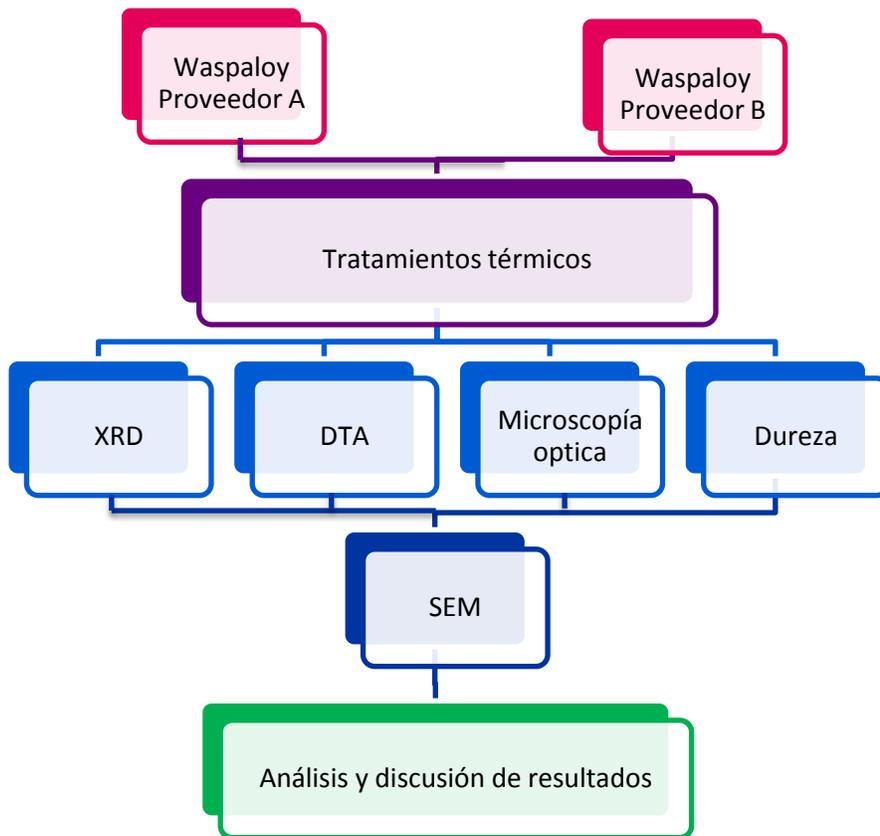


Figura 14. Esquema del desarrollo experimental

En las siguientes secciones del capítulo se describen los materiales y las técnicas de preparación de las probetas usadas, las técnicas de caracterización y experimentación que se utilizaron para la realización de ésta investigación y el equipo usado.

MATERIAL

Se utilizaron 2 billets de 8 pulgadas de diámetro de aleaciones Waspaloy provenientes del Proveedor A y del Proveedor B. Ambos materiales fueron producidos por el proceso VIM/VAR que se explicó en la introducción y, se cortó el billet en una proporción 3:1, posteriormente se forjaron 2 anillos por cada proveedor de material (terminando con 4 forjas, las cuales se muestran en la Figura 14) siguiendo el proceso ya descrito en el capítulo anterior, con las siguientes temperaturas:

- Preforma a γ' solvus +110°C
- Seguido de un rolado en 3 etapas:
 - γ' solvus +50°C
 - γ' solvus + 10°C
 - γ' solvus -10°C
- Finalmente se le hicieron los siguientes tratamientos térmicos:
 - Solubilizado: γ' solvus -30°C por 4 horas, posteriormente enfriado en polímero a 20% de concentración para dar una velocidad de enfriamiento máxima de 200°C/seg.
 - Envejecido:
 - 840°C por 4 horas, posteriormente enfriado en aire.
 - 760°C por 16 horas, posteriormente enfriado en aire.

A continuación se muestra una Figura de las muestras al enfriarse en aire.



Figura 15. Enfriamiento en aire

El análisis químico de los materiales dado en porcentaje de peso (según el certificado de calidad de cada lingote elaborado por cada proveedor) se muestra en las Tablas 1 y 2, y en la Tabla 3 se muestra la composición química según la norma AMS 5707:

Proveedor A

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu
	0.043	0.02	0.02	0.002	0.005	19.47	57.43	4.21	0.01
Elemento	Co	Sn	Al	N	Ti	Zr	Mg	O	B
	12.86	0.001	1.42	0.0029	3.03	0.03	0.003	0.001	0.005
Elemento	Ag	Fe	Se	Bi	Pb				
	.0002	1.20	0.0003	.00003	0.0003				

Tabla 1 . Composición química del material del proveedor A.

Proveedor B

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu
	0.037	0.03	0.04	0.005	<0.0003	19.39	57.08	4.26	0.01
Elemento	Co	Cb	Al	W	Ti	Zr	Mg	O	B
	13.35	0.05	1.35	0.04	3.06	0.061	0.0006	<0.0005	0.005
Elemento	Ag	Fe	Se	Bi	Pb	Ta			
	<.0001	1.22	<0.00005	<.00001	<0.0001	<0.01			

Tabla 2. Composición química del material del Proveedor B.

AMS 5707

Elemento	Min	Max
C	0.02	0.1
Mn	--	0.1
Si	--	0.15
P	--	0.015
S	--	0.015
Cr	18	21
Co	12	15
Mo	3.5	5
Ti	2.75	3.25
Al	1.2	1.6
Zr	0.02	0.08
B	0.003	0.01
Fe	--	2
Cu	--	0.1
Pb	--	0.0005 (5 ppm)
Bi	--	0.00003 (0.3 ppm)
Se	--	0.0003 (3 ppm)
Ni		restante

Tabla 3. Composición química según la AMS 5707[24]

Al realizar una comparación entre ambos materiales, se identifica que la principal diferencia en cuanto a composición química se da en la concentración de carbón, cobalto, níquel y aluminio. Y que la composición del material del proveedor B se aproxima más a la reportada en la tabla de la figura 6. Por otra parte, al comparar la composición con la reportada por Penkalla H.J *et al* [1] se observa una diferencia mayor en los porcentajes que se ve reflejada en la cantidad de Co, siendo la aleación reportada por Penkalla H.J *et al* [1] la que tiene mayor porcentaje (14%) contra el 13.35% que reporta el Proveedor B y el 12.86% que reporta el proveedor A, lo anterior es un factor muy importante ya que según lo reportado en la literatura, el Co favorece la formación de la fase γ .

PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Una vez que se tuvieron los anillos, se cortaron 37 probetas del material del Proveedor B de un tamaño de 1cm x 1cm x 2 cm y se les hicieron los tratamientos térmicos reportados en la tabla 3. Éstos se realizaron en una mufla marca Yamato. Para tener un mayor control de la temperatura se colocó un termopar que tocaba una pieza, dejándola 30 minutos para que las piezas alcanzaran la temperatura deseada y posteriormente se contabilizaba el tiempo reportado en la tabla 3. Debido a la cantidad de muestras a analizar, para el material del Proveedor A, sólo se seleccionaron algunos tratamientos clave para poder comparar con los resultados del Proveedor B. En este caso sólo se hicieron 10 láminas del material del Proveedor A. Éstos están reportados en la Tabla 4.

TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Los tratamientos térmicos se iniciaron con una temperatura de 1030°C, y de ahí se fue aumentando 15°C para la segunda, otros 15°C para la tercera y finalmente 20°C para la última, siendo esta de 1080°C. El procedimiento fue el mismo para cada temperatura y para cada proveedor y se detalla a continuación. Los tratamientos se iniciaron con el material del Proveedor B, y se hicieron 4 tiempos diferentes por cada

temperatura, Una vez que la mufla (figura 15) alcanzaba la temperatura deseada se introducían 4 probetas y a los 30 minutos se comenzaba a contar el tiempo. La primera se sacó cuando cumplió sus 30 minutos de tratamiento y se enfrió en agua, en cuanto el horno volvía a alcanzar la temperatura, se contaban otros 30 minutos y se sacaba la segunda pieza, y así sucesivamente hasta que se completaban los 4 tratamientos. Los tiempos de recuperación de temperatura del horno variaban entre 1 minuto y 2 minutos, y la temperatura bajaba aproximadamente 100°C.



Figura 16 .Mufla marca Yamato

Temperatura	1030°C								1045°C							
Tiempo	30	60	90	120	150	180	210	240	30	60	90	120	150	180	210	240
Probeta	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	D1	D2	D3	D4	D5	D6	D7	D8
Temperatura	1060°C								1080°C							
Tiempo	30	60	90	120	150	180	210	240	30	60	90	120	150	180	210	240
Probeta	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7	E8	G1	G2	G3	G4	G5	G5	G6	G8

Tabla 3 . Tratamientos térmicos aplicados al material de Proveedor A

Temperatura	1030°C			1045		106°C		1080°C		S/T
Tiempo	30	150	240	30	240	30	240	30	240	0
Probeta	A1	A5	A8	D1	D8	E1	E8	G1	G8	Z0

Tabla 4. Tratamientos térmicos aplicados al material de Proveedor B.

TECNICAS EXPERIMENTALES

Para la preparación de las muestras primero se cortaron láminas de 2mm aproximadamente con un disco de diamante en una cortadora Isomet 1000 (figura 16) enfriada con agua.



Figura 17. Cortadora Isomet

Después las láminas se montaron utilizando para tal efecto un dispositivo STRUERS (figura 17) con baquelita EXTEC black phenolic powder (resina fenólica), con una presión de 30-35 Pa, a una temperatura de 180°C manteniendo estas condiciones durante 5 minutos



Figura 18 .Montadora Struers

Una vez montadas las muestras, se hicieron metalografías para observar la evolución de la microestructura. La preparación metalográfica de las muestras montadas se llevó a cabo en una pulidora Struers (figura 18) utilizando lijas de SiC de los siguientes tamaños de grano: 120, 240, 500 y 800, girando las piezas en un ángulo de 90° para cada cambio de lija y utilizando agua como sistema de enfriamiento del proceso de pulido.



Figura 19 Pulidora marca Struers

Para el acabado final del proceso de pulido (acabado espejo) se utilizaron 2 paños con pasta de diamante de 6- μm y 1- μm y se atacaron con Kallings (2 gr CuCl_2 , 40 ml HCl y 40-80ml metanol). Las metalografías se llevaron a cabo en un microscopio óptico marca Zeuss (figura 19) con una amplificación de 100X.



Figura 20. Microscopio óptico marca Zeuss

Ya con las piezas pulidas en acabado espejo, se procedió a hacer el análisis de dureza Vickers, las mediciones experimentales se llevaron a cabo en un microdurómetro marca Shimadzu (figura 20) con una carga de 2.92 N durante 15 segundos.



Figura 21. Microdurómetro marca Shimadzu

Para el análisis de DTA, las muestras obtenidas se volvieron a cortar en trozos de 1 mm^3 aproximadamente con el fin de poder analizar muestras de 30 mg. El análisis se hizo en un DTA marca Perkin Elmer (figura 21), con una temperatura inicial de 100°C y utilizando una rampa de calentamiento de 10°C por minuto hasta alcanzar una temperatura de 950°C , se eligió este rango porque en las muestras que se analizaron por metalografía se pudo apreciar el precipitado por debajo de los 850°C , así que dentro de este rango se espera ver el cambio de fase.



Figura 22. DTA marca Perkin Elmer

Para el análisis mediante Rayos X se utilizó un equipo D8 Advance marca Bruker (figura 22) con los siguientes parámetros: rango de ángulos ($^\circ$): 20° - 160° , paso ($^\circ$): 0.02 y tiempo de paso (seg): 5 s.



Figura 23. DRX marca Bruker

Para complementar el análisis microestructural de las muestras se utilizó un microscopio electrónico de barrido (scanning electron microscopy SEM) con un EDX (por sus siglas en inglés energía dispersiva de rayos x) para detectar las fases remanentes de gamma prima y su composición química. El equipo que se utilizó es marca FEI, modelo NovaNanoSEM 200, con un alto voltaje de 18 a 30 kV y un alcance del haz de 3.5 a 4.5 (véase Figura 24).



Figura 24. SEM marca FEI

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se detallan los resultados de la experimentación llevada a cabo durante esta investigación, por medio de la cual se caracterizó el material bajo estudio.

Los resultados mostrados a continuación se presentan de la siguiente manera; primeramente se encuentran los obtenidos por difracción de rayos X, posteriormente se presentarán los resultados obtenidos por pruebas de DTA, donde se alcanzan a apreciar pequeños picos a 680°C y 750°C, temperaturas que corresponden a la formación de la fase γ' , lo que sugiere su presencia. Y finalmente se presentan los resultados obtenidos de las metalografías, seguidos por los resultados de dureza y SEM.

Los resultados obtenidos serán analizados y discutidos a lo largo del presente capítulo.

Proveedor B

En la figura 24, se presentan los difractogramas obtenidos para el material del proveedor B correspondientes a los estados Z0, A1, A8, D1 y G8 reportados en la Tabla 3. Estos estados fueron elegidos con el fin de explorar temperaturas bajas y altas a tiempos cortos y largos, y así analizar sólo muestras representativas y no realizar el análisis de difracción a los 32 estados, a menos de ser necesario.

Como se puede observar, los resultados de difracción de los 5 estados presentados en la Figura 24, corresponden en su totalidad a la fase γ' , lo que es totalmente acorde a los que se encuentran en la literatura [2]. Por lo que por ser éstos los extremos de los TT se espera que el resto de los estados faltantes tengan el mismo comportamiento en cuanto a su difracción.

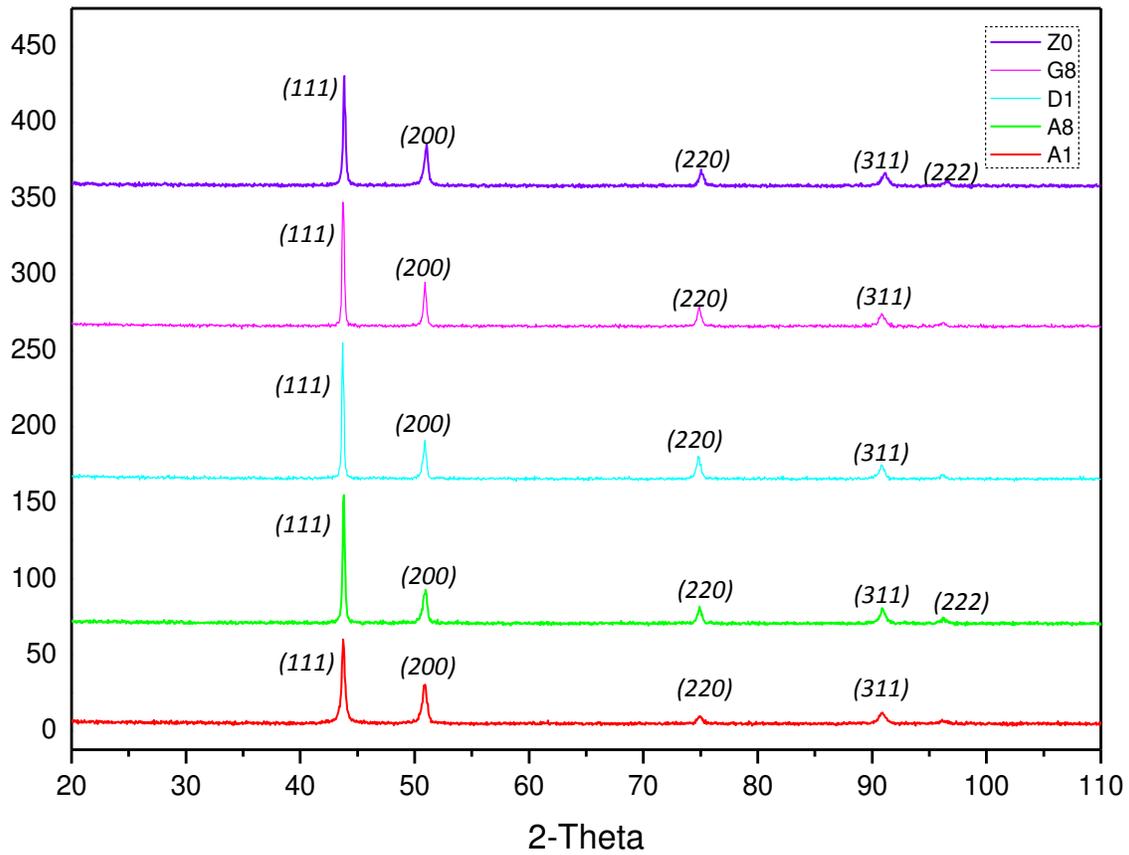


Figura 25. Difractogramas por Rayos X de Proveedor B a distintos tratamientos térmicos.

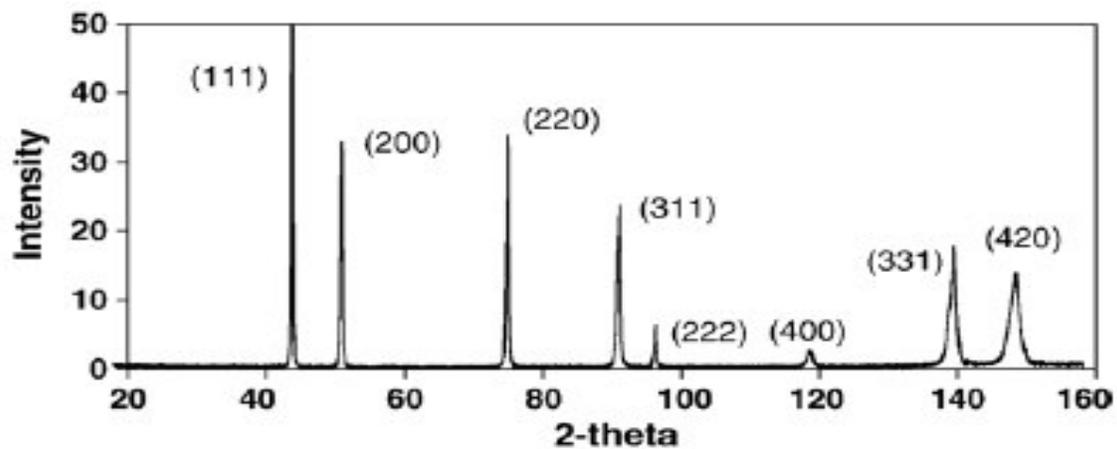


Figura 26. Típico escaneo de un espécimen Waspaloy [13]

Proveedor A

A continuación se observan los difractogramas del material del Proveedor A correspondientes a los estados A1, A8, D1, G1 y G8 reportados en la tabla 4, que son los mismos estudiados para el material del Proveedor B. Como se puede observar, los resultados son equivalentes en ambas muestras, es decir, sólo se identificó la presencia de la fase γ .

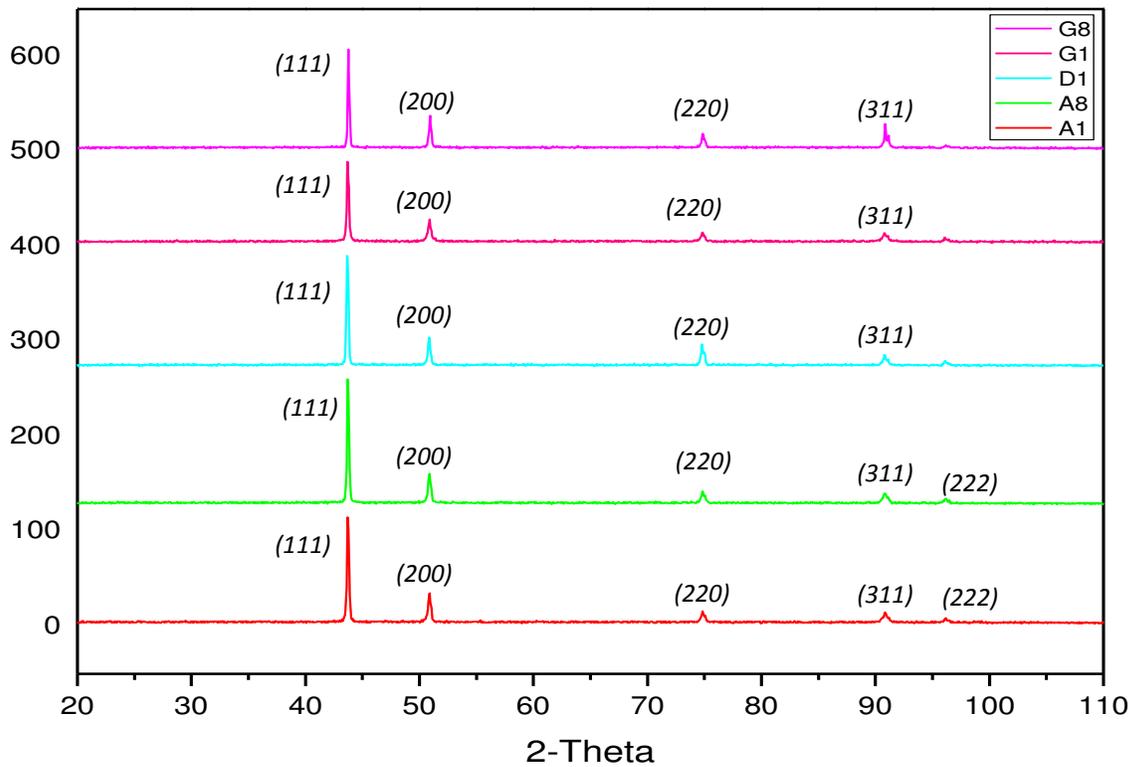


Figura 27. Difractogramas por Rayos X de Proveedor A a distintos tratamientos térmicos.

Es importante resaltar que, en ambos casos, mediante esta técnica no se puede descartar la presencia de fases remanentes en pequeñas cantidades. Por esta razón es necesario realizar pruebas mediante otras técnicas y es por ello que se prosiguió a caracterizar los materiales mediante DTA.

DTA DEL MATERIAL DE PROVEEDOR B

En la figura 26 se presentan los resultados obtenidos mediante DTA para algunas muestras seleccionadas del material del Proveedor B que también corresponden a los extremos de los tratamientos térmicos en tiempos. Las gráficas corresponden a los estados A1, A8, D1, D8, G8, E1 y E8.

Es evidente, que a partir de los 500°C se comienza a dar un cambio importante en la pendiente cuando la temperatura aumenta, y que a los 680°C y 760°C aproximadamente [3], se detectan unos pequeños y estrechos picos. Estas temperaturas son del orden de magnitud de las temperaturas de precipitación de la fase γ' , tal y como se muestra en el diagrama TTT de la figura 8, la presencia de estos picos sugiere que estamos precipitando γ' , pero posiblemente se encuentra en cantidades muy pequeñas por la forma y la intensidad de los picos, y es por esta razón que mediante difracción de Rayos X no es posible observarla.

Los resultados de DTA también nos sirven para detectar la temperatura exacta a la que se disuelve la fase γ' , pero ya que el DTA utilizado en este trabajo sólo llega hasta 1000°C, no es posible ver el cambio en el comportamiento de la gráfica que nos permita observar dicha temperatura según el TTT de la figura 8.

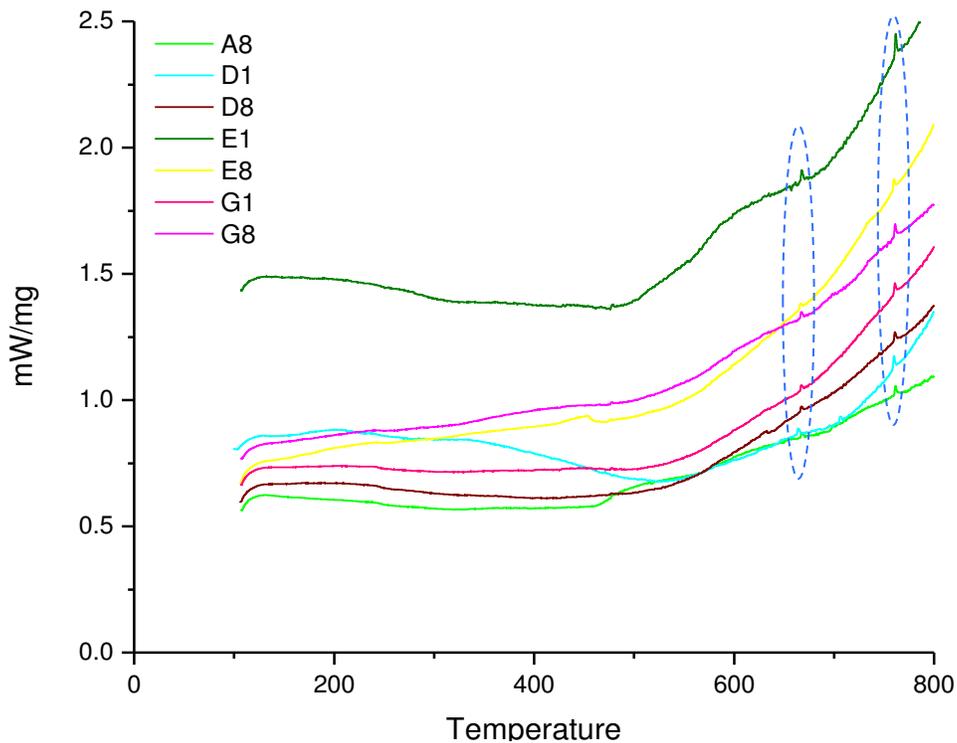


Figura 28. Resultados de DTA del material del Proveedor B.

DTA DEL MATERIAL DEL PROVEEDOR A

En la Figura 27 que se muestra a continuación, se pueden observar los resultados de DTA de algunas muestras seleccionadas del material del Proveedor A que nuevamente corresponden a los extremos de los tratamientos térmicos en tiempos. Las gráficas corresponden a los estados A1, A4, A5, A8, E8 y G8.

Es evidente, que a partir de los 600°C se comienza a dar un cambio importante en la pendiente, en este caso no se alcanzan a apreciar picos tan evidentes como en el material anterior, lo que nos sugiere que en este caso no tenemos fases remanentes

después de los TT o que se encuentran en cantidades mucho más pequeñas que para el material del Proveedor B.

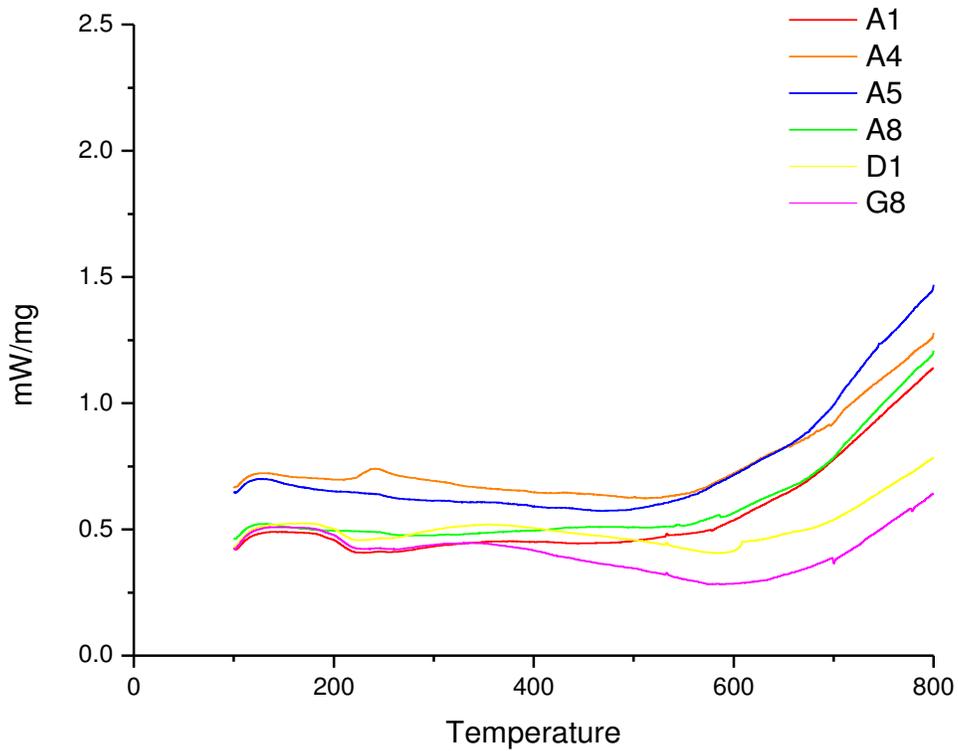


Figura 29. Resultados de DTA del material del Proveedor A.

METALOGRAFÍAS

.....

MATERIAL DEL PROVEEDOR B

.....

Con el fin de analizar la evolución de las microestructuras y observar la presencia de posibles fases remanentes en pequeñas cantidades, se realizaron observaciones metalográficas de todos los estados.

En la figura 28 se muestra la metalografía de la muestra original (a la que no se le hizo ningún TT) del material de del Proveedor B, con un tamaño de grano uniforme ASTM #5.

REFERENCIA

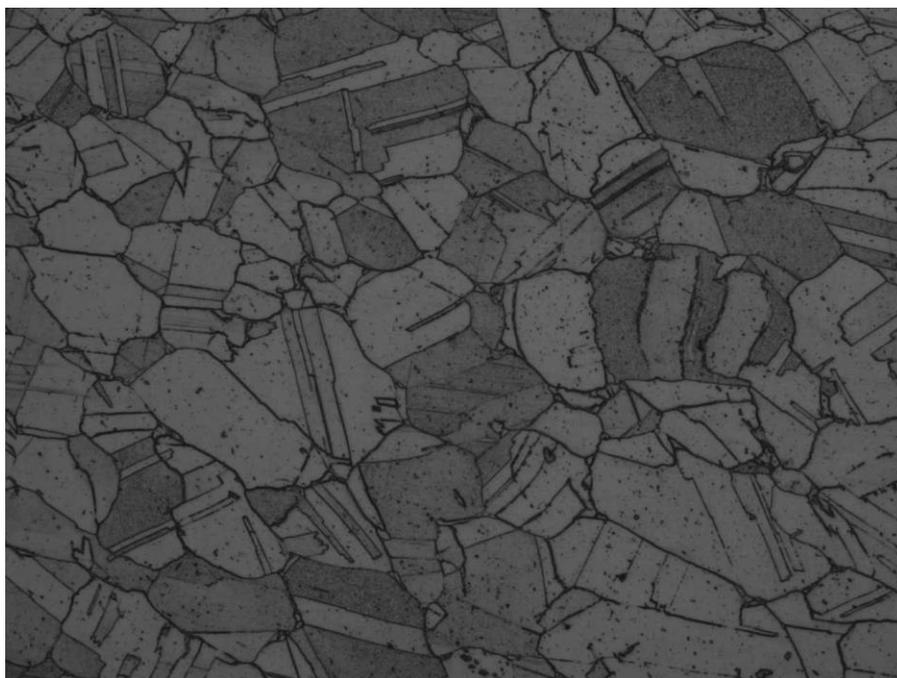


Fig. 30 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B sin TT.

En las figuras 29-36 se muestran las metalografías correspondientes a los estados A1, A2, A3, A4, A5, A6, A7 y A8, es decir, todos los tiempos de la temperatura más baja (1030°C). En las metalografías primeramente se puede apreciar un aumento del tamaño de grano conforme se incrementa el tiempo, lo cual es un resultado esperado. Así mismo con el incremento en el tiempo, se pueden observar metalografías más limpias o con menos puntos oscuros, lo cual posiblemente se deba a la presencia de carburos. Algo que es importante resaltar, es que a partir de los 90 minutos, algunos de los granos (encerrados en círculos rojos) comienzan a presentar un cambio intergranular en su tonalidad haciéndose cada vez más oscuros e incrementando su número a medida que el tiempo aumenta. Por lo que aparentemente

que a esta temperatura de 1030°C, en algunos de los granos, se facilita la disolución de la fase γ' , lo cual parece confirmar la discusión de los resultados del DTA.

1030° C

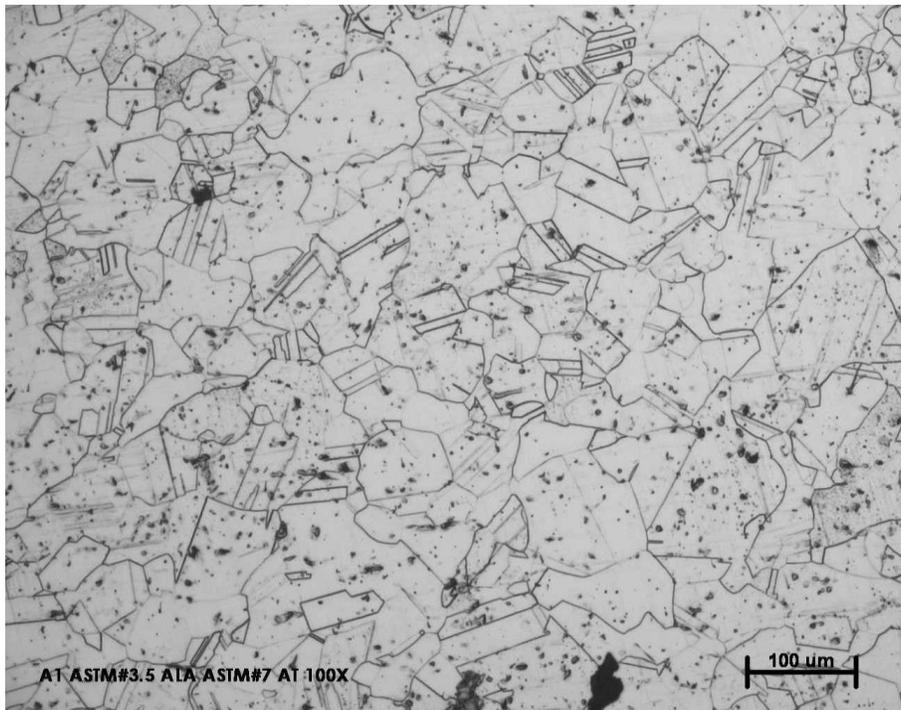


Fig. 31 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1030°C por 30 minutos

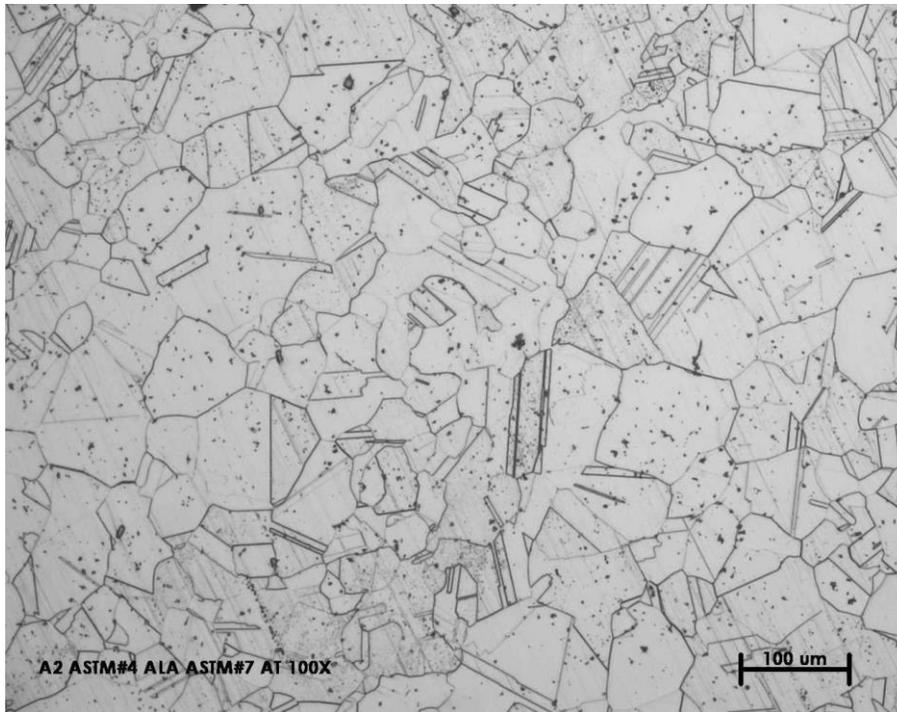


Fig. 32 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1030°C por 60 minutos

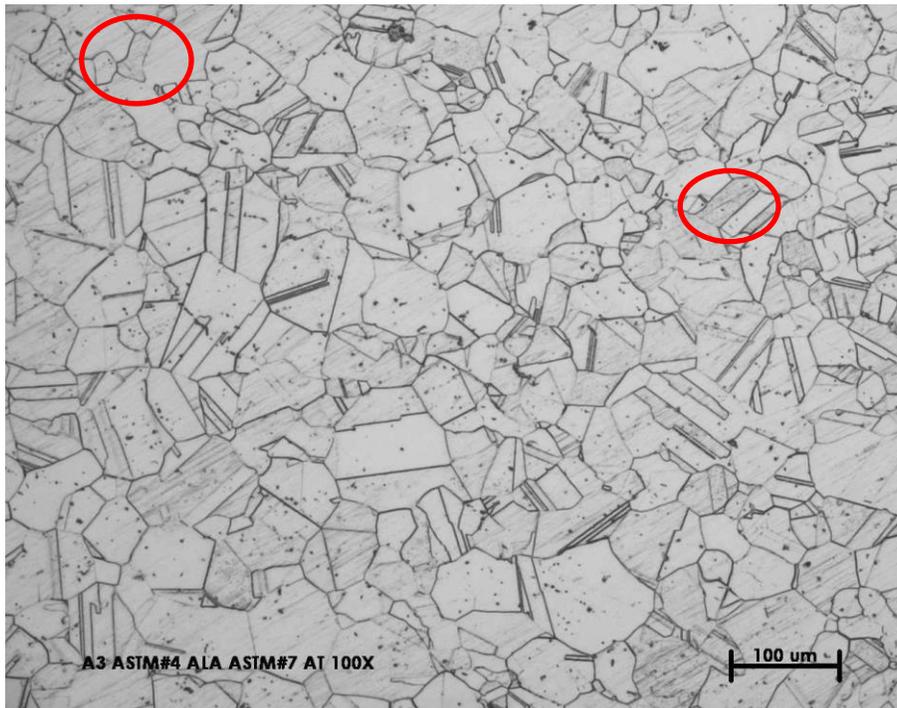


Fig. 33 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1030°C por 90 minutos

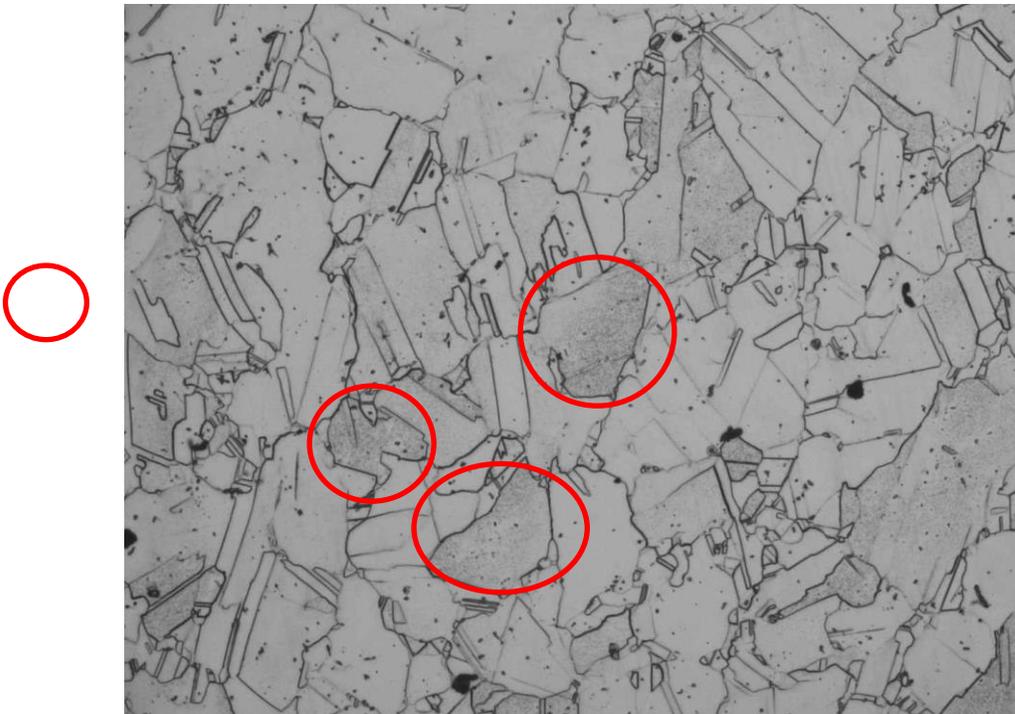


Fig. 34 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1030°C por 120 minutos

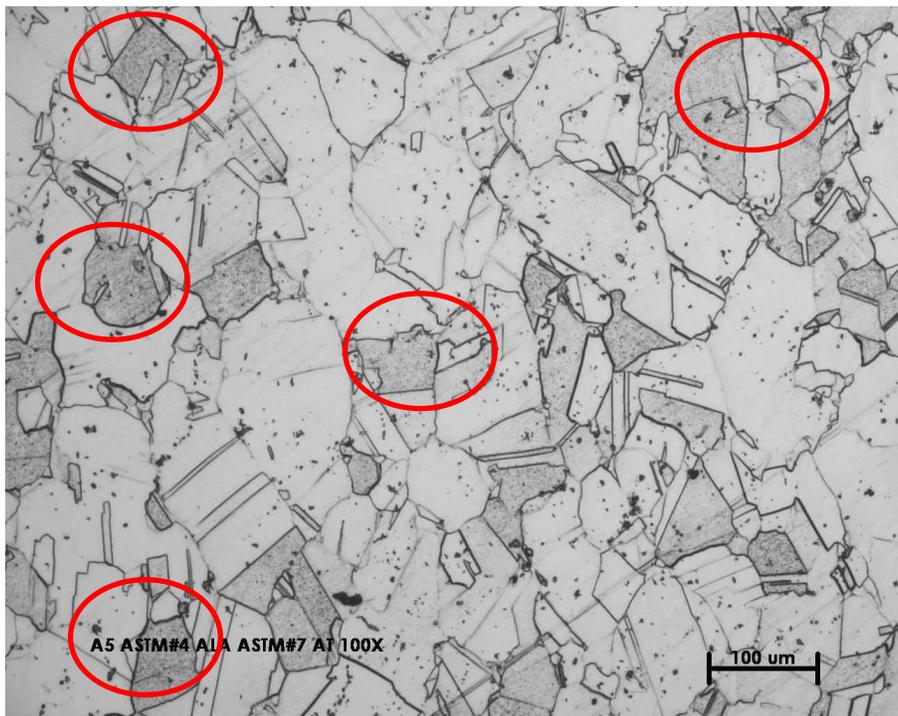


Fig. 35 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1030°C por 150 minutos

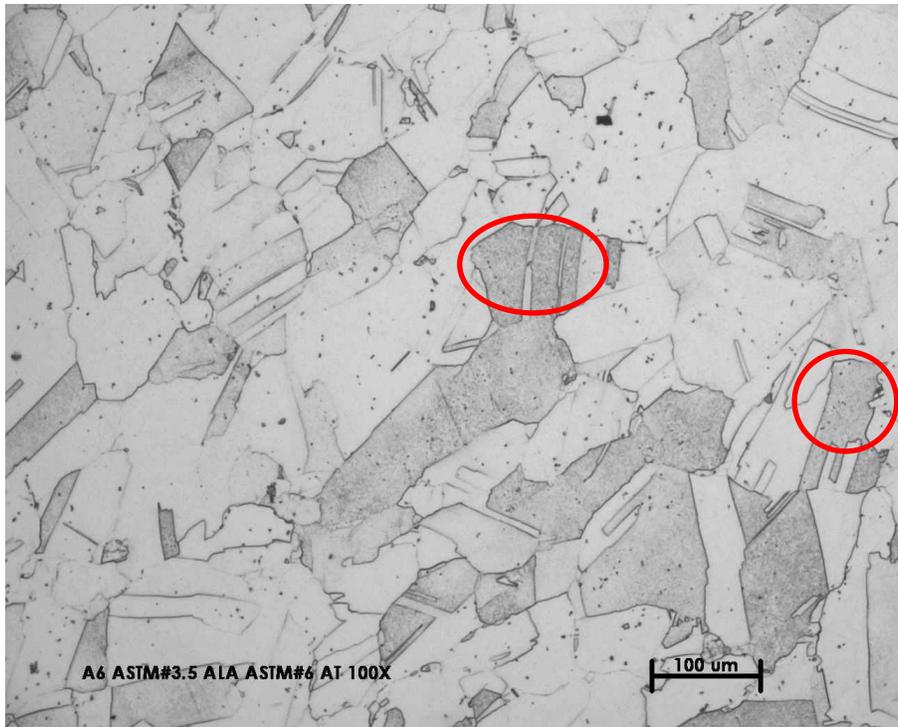


Fig. 36 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1030°C por 180 minutos

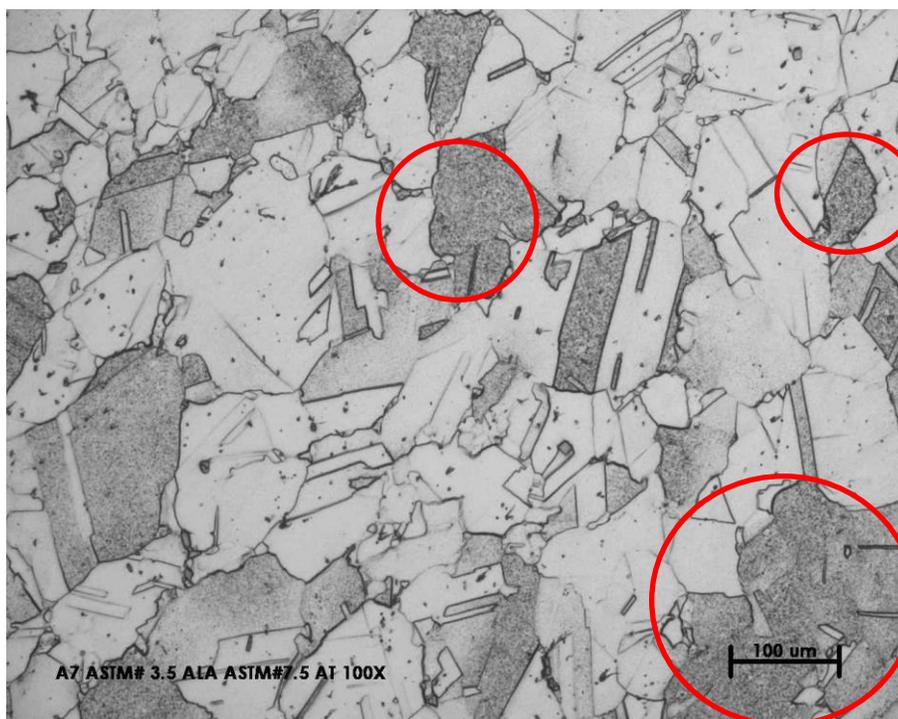


Fig. 37 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1030°C por 210 minutos

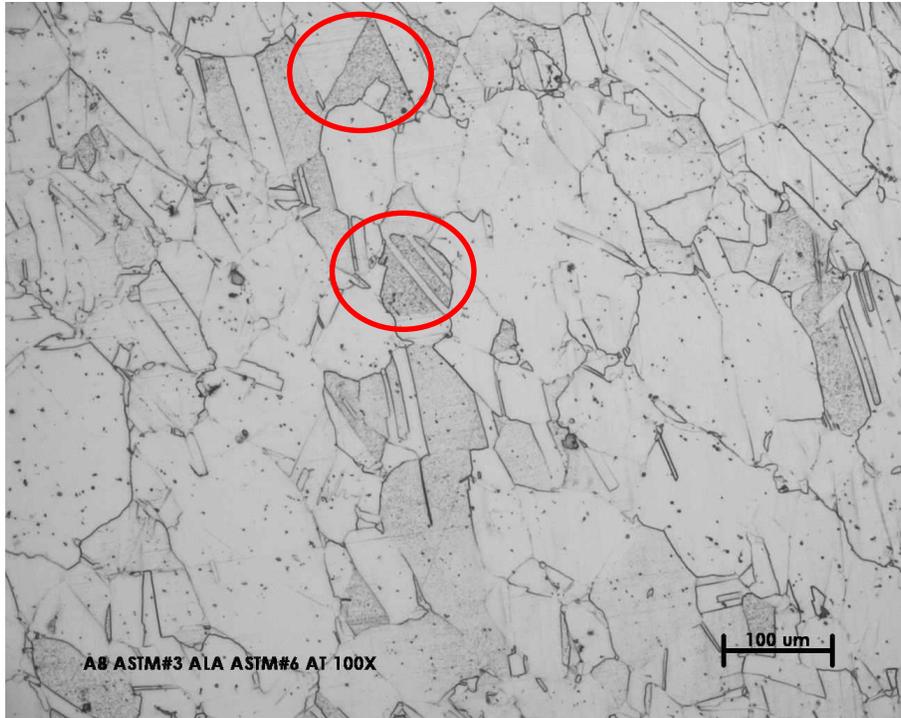


Fig. 38 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1030°C por 240 minutos

En las figuras 37-44 se muestran las metalografías correspondientes a los estados D1, D2, D3, D4, D5, D6, D7 y D8, correspondientes a todos los tiempos de la temperatura de 1045°C. En las metalografías se puede apreciar un aumento del tamaño de grano, así mismo conforme aumentamos el tiempo de tratamiento térmico, se pueden observar metalografías más limpias (con menos fases remanentes γ' y carburos). Por lo que se puede decir que la evidencia de las metalografías ópticas revela que a esta temperatura podemos observar muestras con menos fases remanentes que en la temperatura anterior.

1045°C

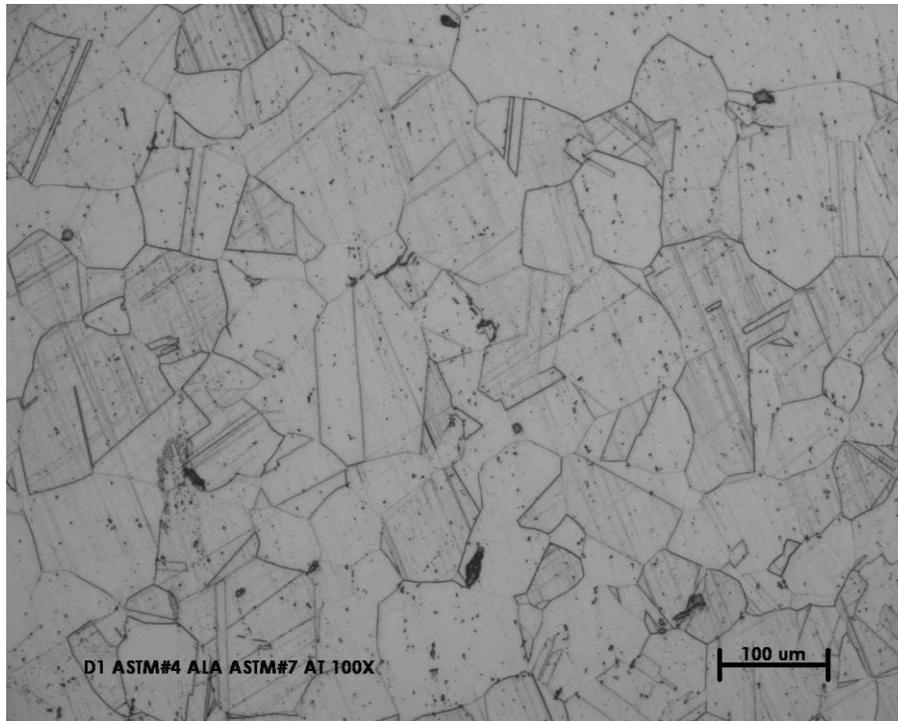


Fig. 39 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1045°C por 30 minutos

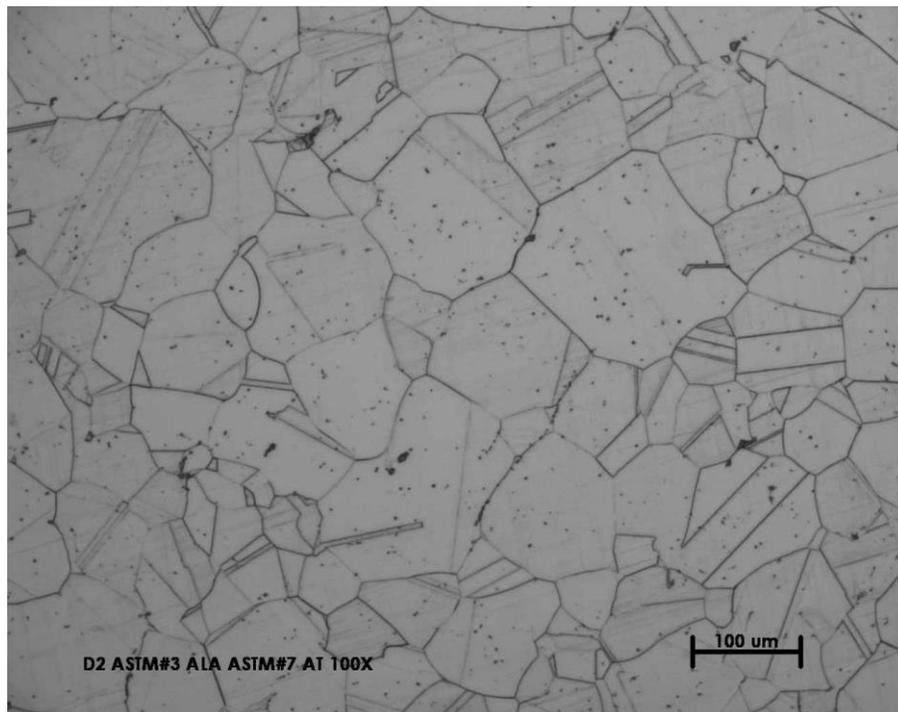


Fig. 40 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1045°C por 60 minutos

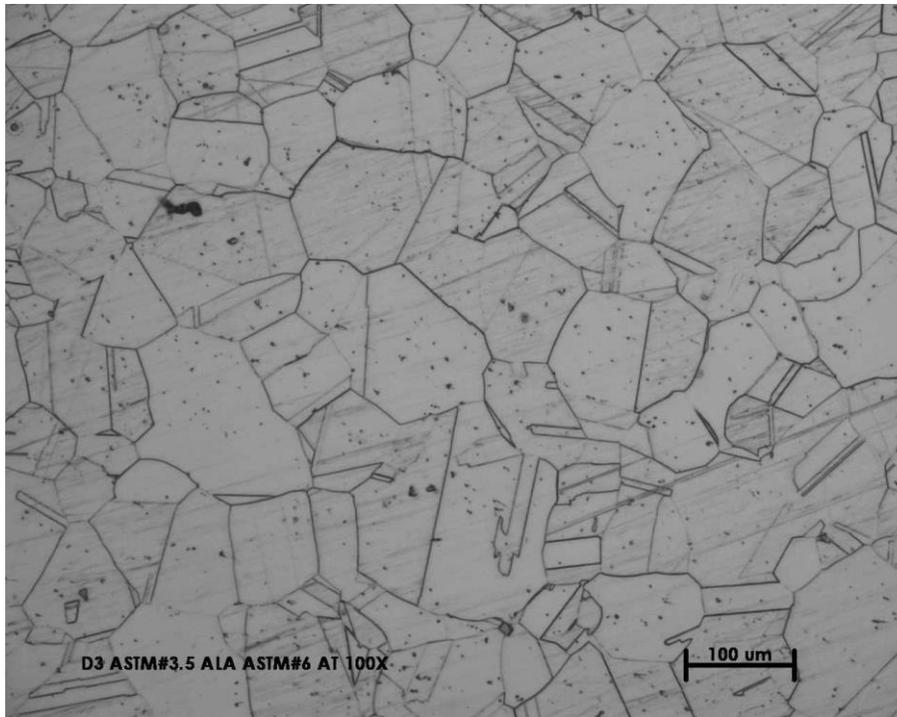


Fig. 41 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1045°C por 90 minutos

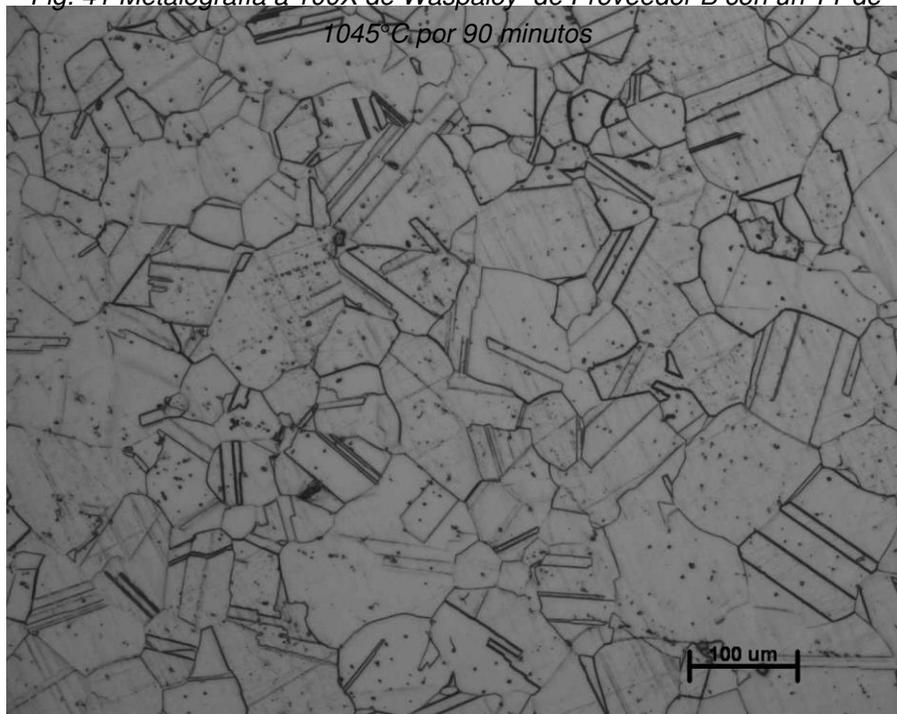


Fig. 42 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1045°C por 120 minutos

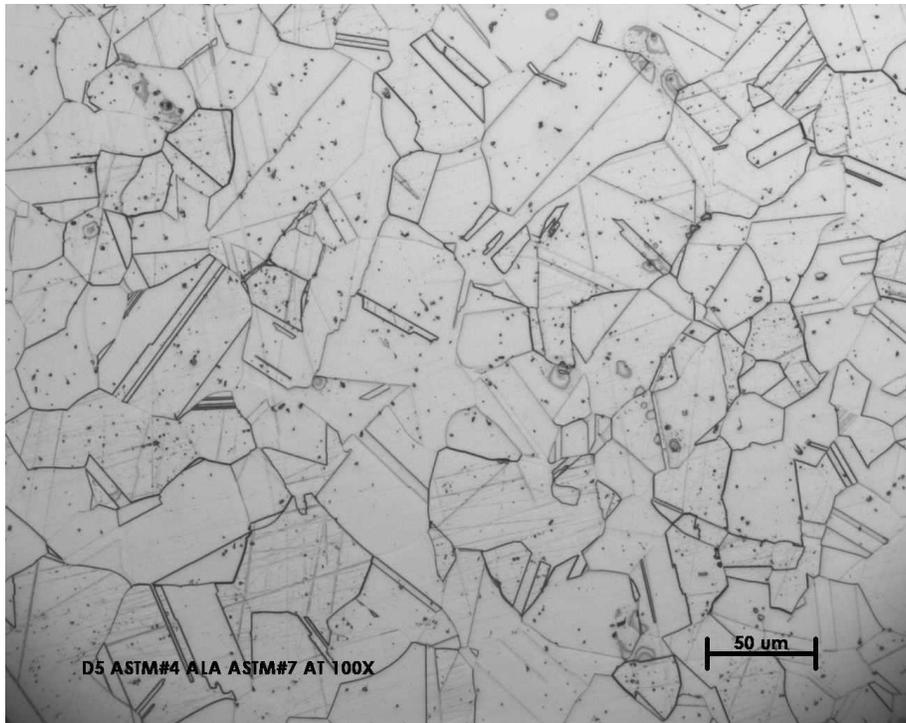


Fig. 43 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1045°C por 150 minutos

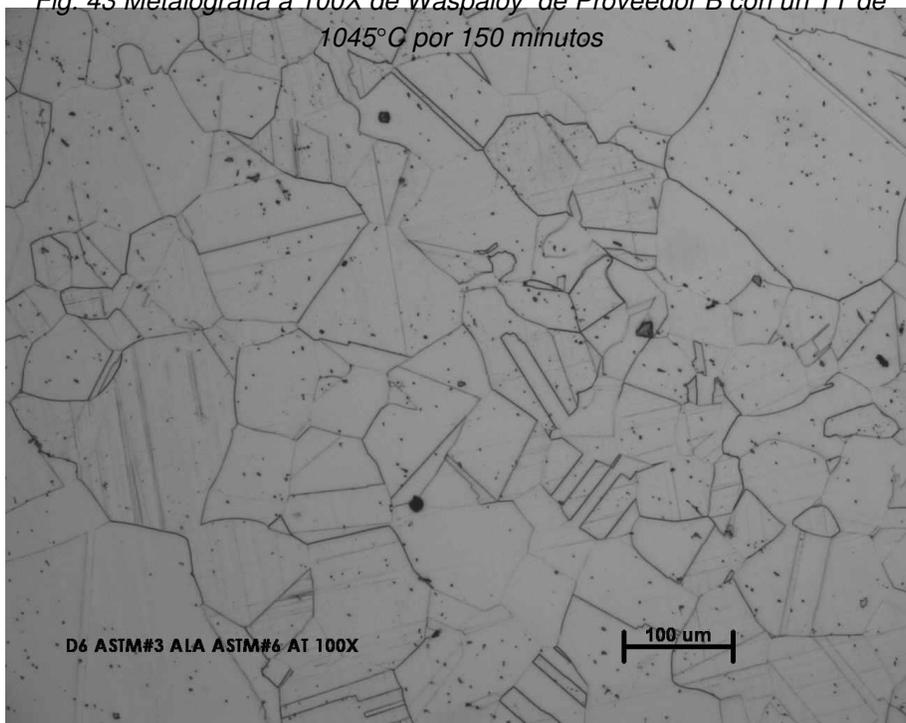


Fig. 44 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1045°C por 180 minutos

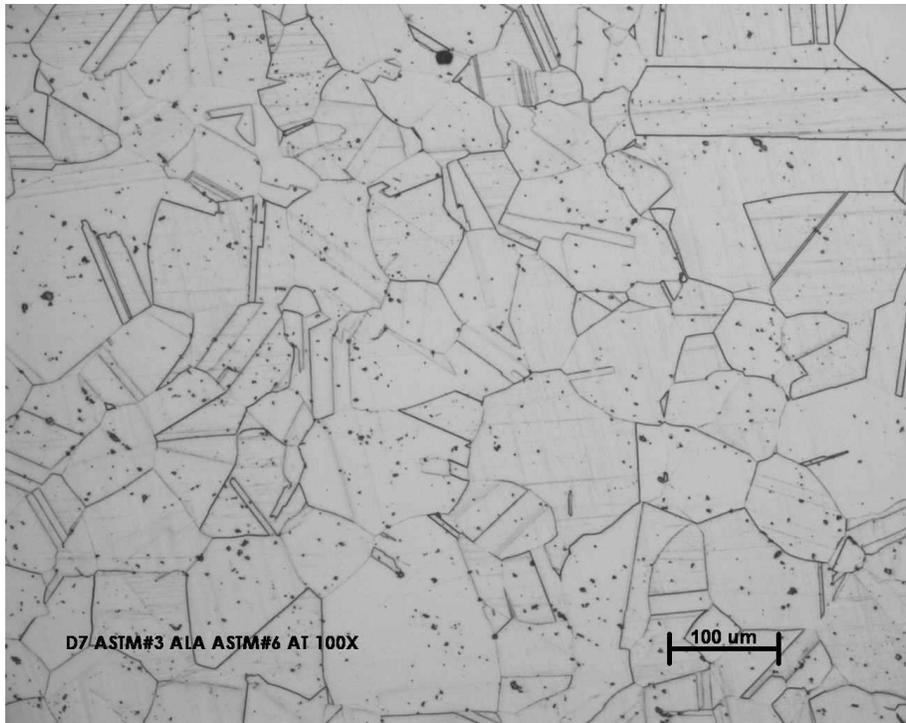


Fig.45 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1045°C por 210 minutos

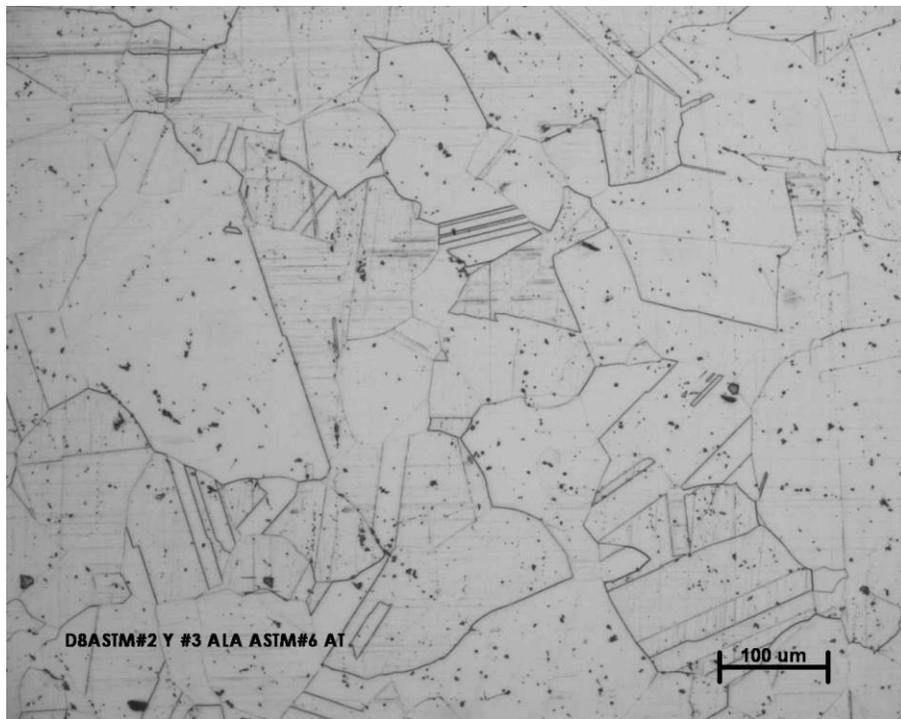


Fig. 46 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1030°C por 240 minutos

En las figuras 45-52 se muestran las metalografías correspondientes a los estados E1, E2, E3, E4, E5, E6, E7 y E8. En las metalografías se puede apreciar que el tamaño de grano ya no presenta grandes cambios conforme aumentamos el tiempo de TT. Y al igual que en la temperatura anterior, a esta temperatura podemos observar muestras con menos fases remanentes que en la temperatura anterior aún desde tiempos pequeños, esto es debido a que ya estamos por encima de la temperatura de gamma prime solvus [22]. Éste método nos ayuda a tener una idea de la temperatura de disolución de γ' del material.

1060°C

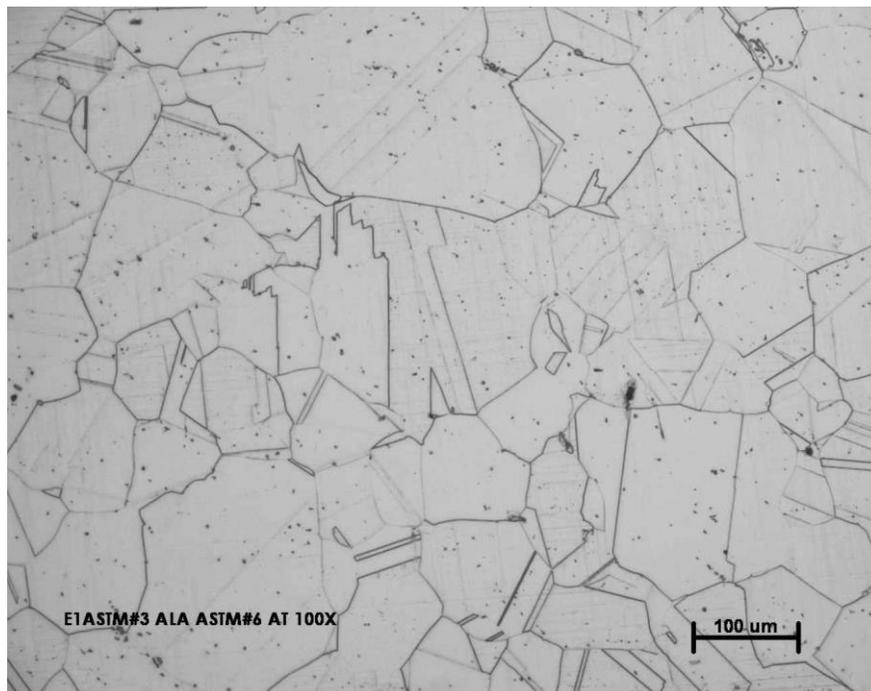


Fig. 47 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1060°C por 30 minutos

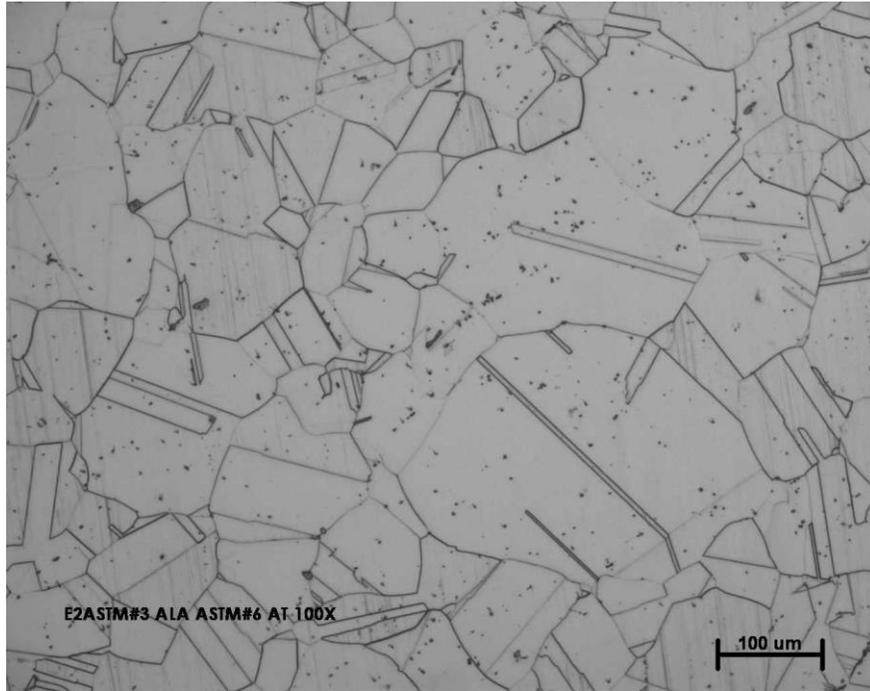


Fig. 48 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1060°C por 60 minutos

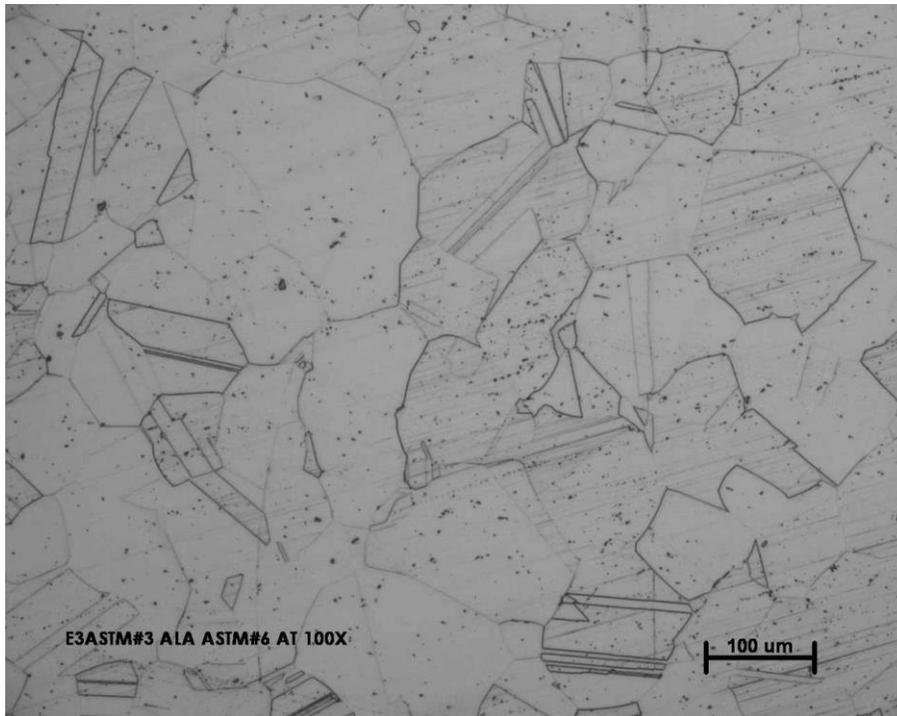


Fig. 49 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1060°C por 90 minutos

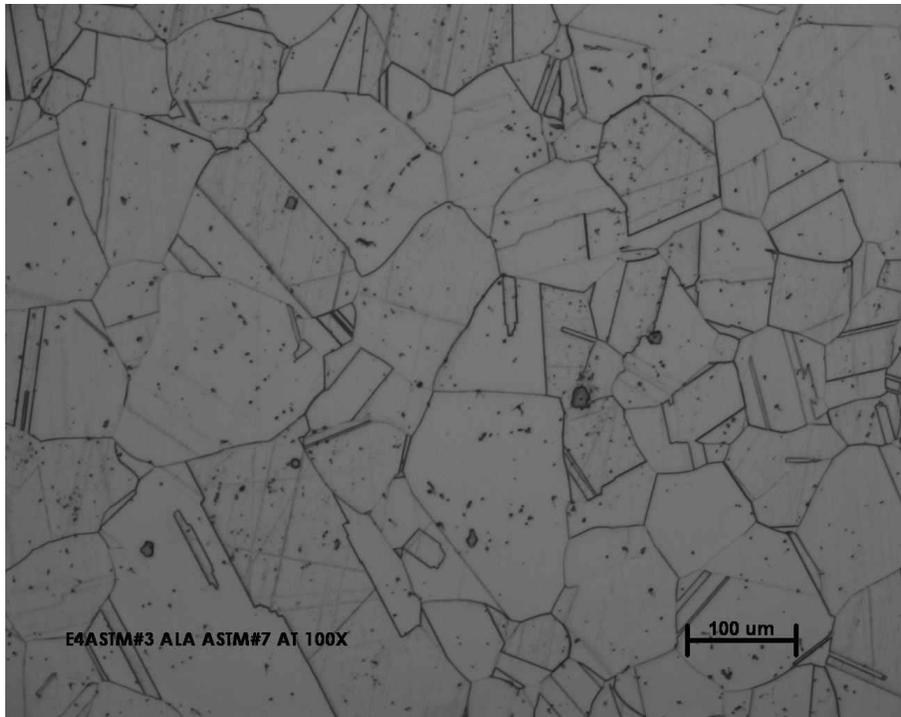


Fig. 50 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1060°C por 120 minutos

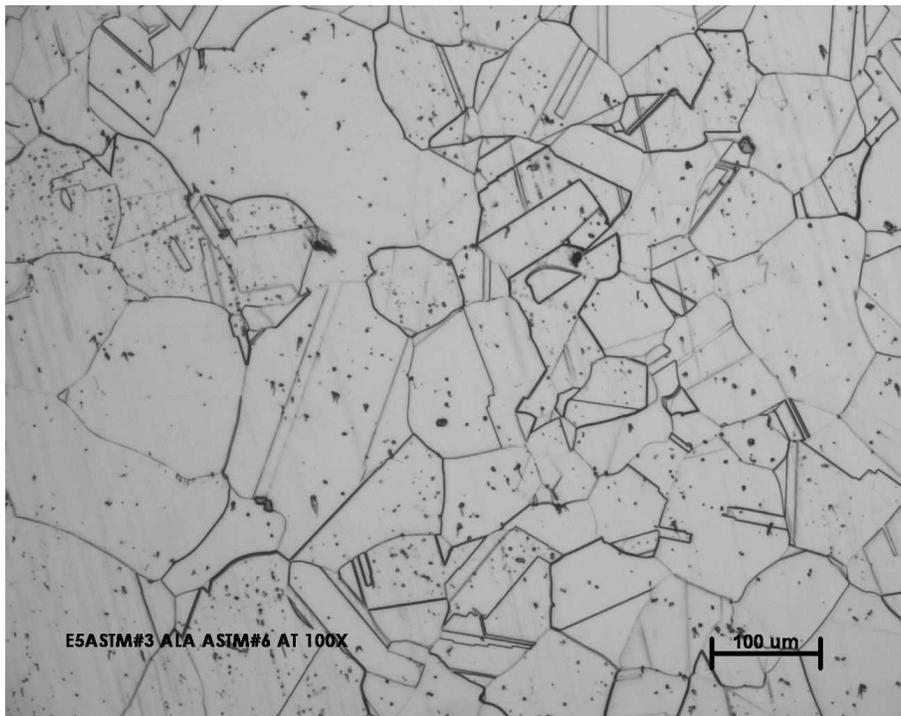


Fig. 51 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1060°C por 150 minutos

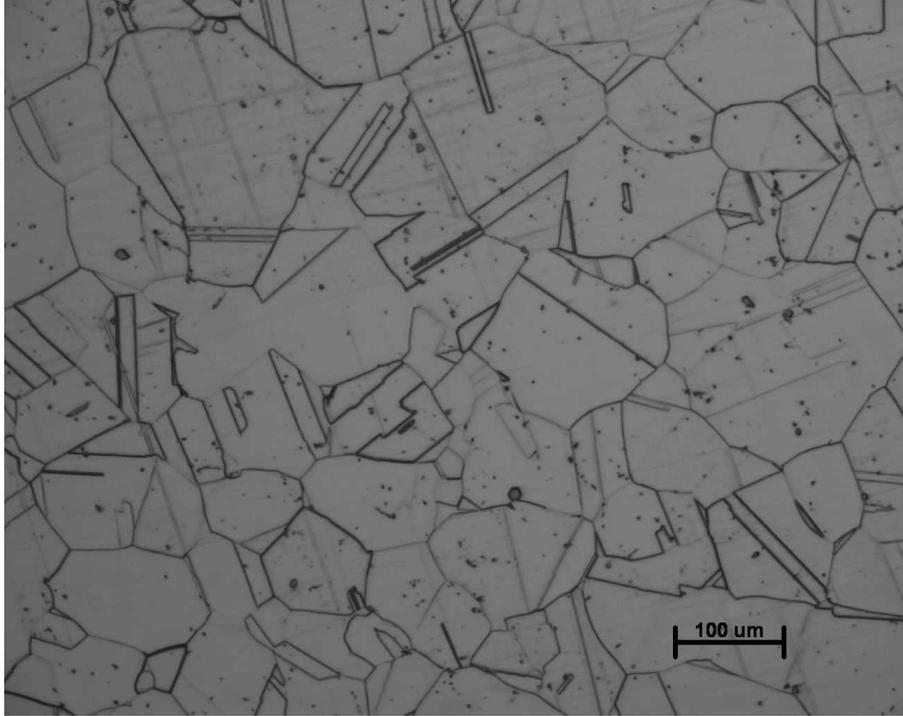


Fig. 52 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1060°C por 180 minutos

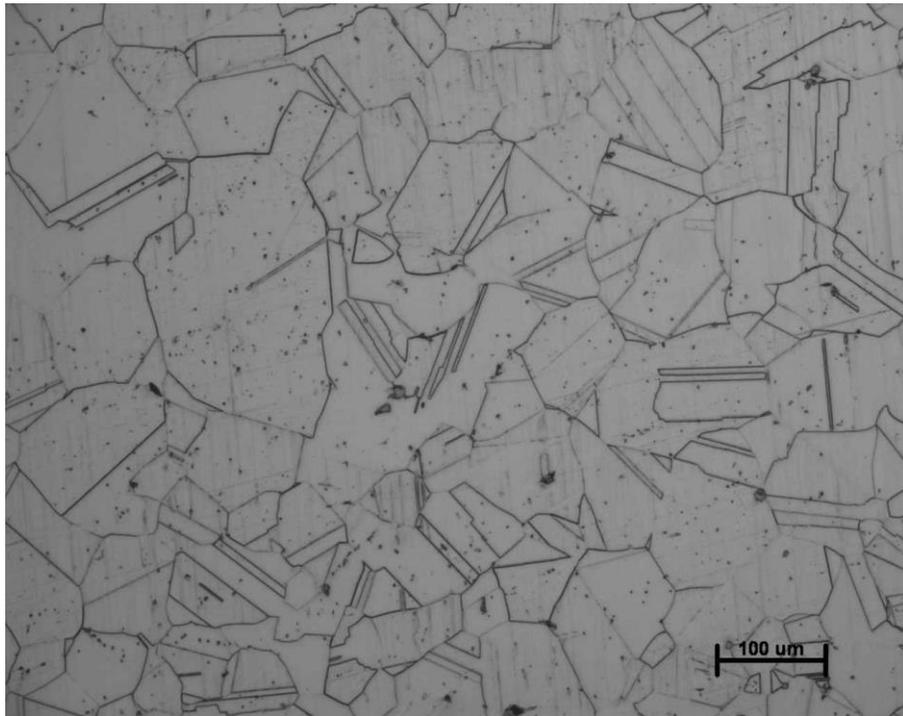


Fig. 53 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1060°C por 210 minutos

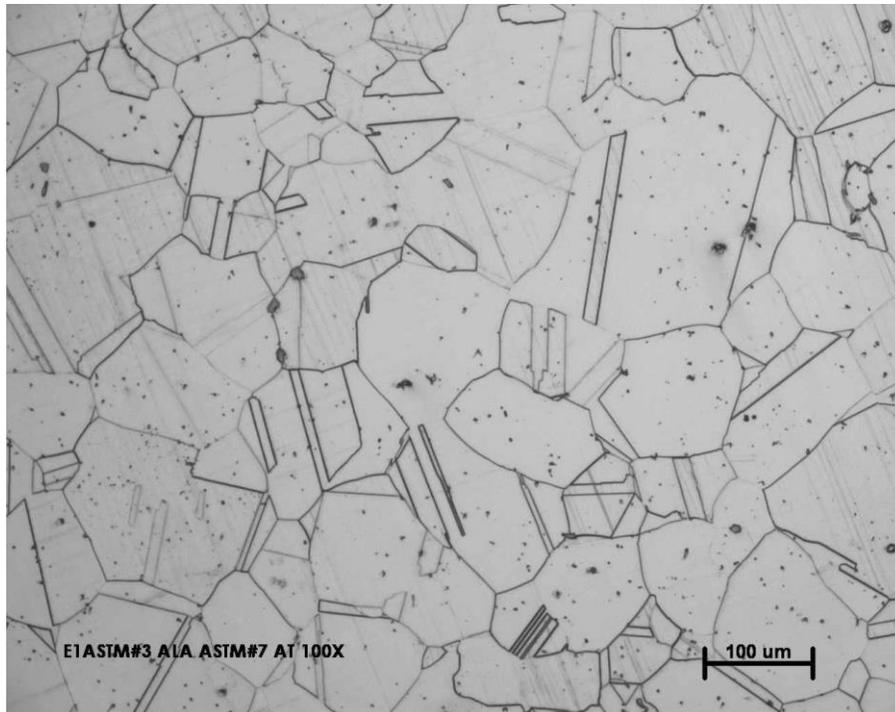


Fig. 54 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1060°C por 240 minutos

En las figuras 53-60 se muestran las metalografías correspondientes a los estados G1, G2, G3, G4, G5, G6, G7 y G8, correspondientes a todos los tiempos de la temperatura de 1080°C. Y se observa crecimiento de grano, debido a que estamos por encima de gamma prime solvus [22]. Y observamos metalografías más limpias.

1080°C

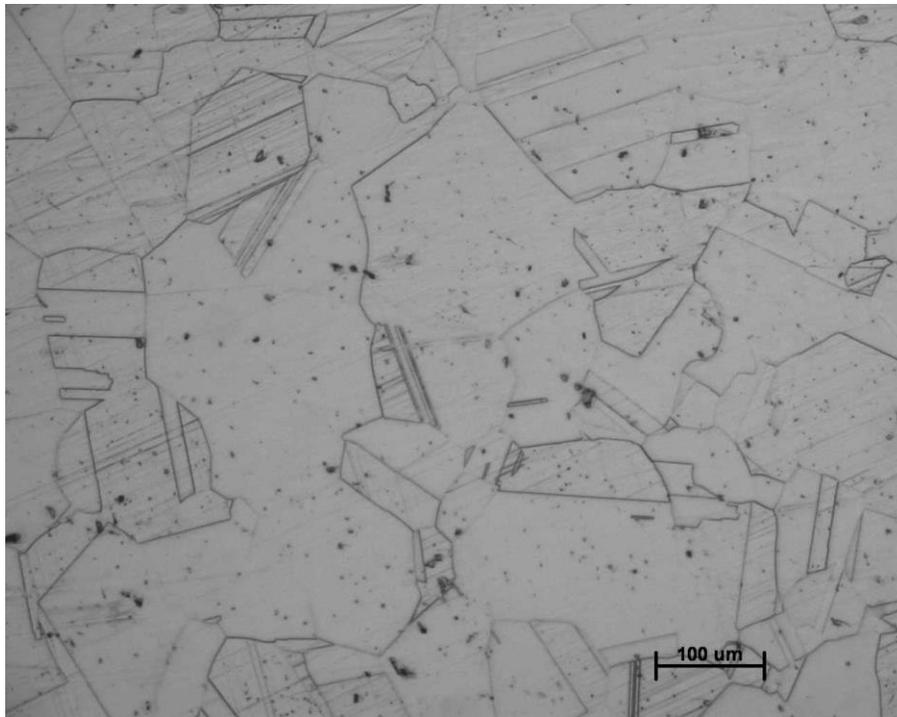


Fig. 55 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1080°C por 30 minutos

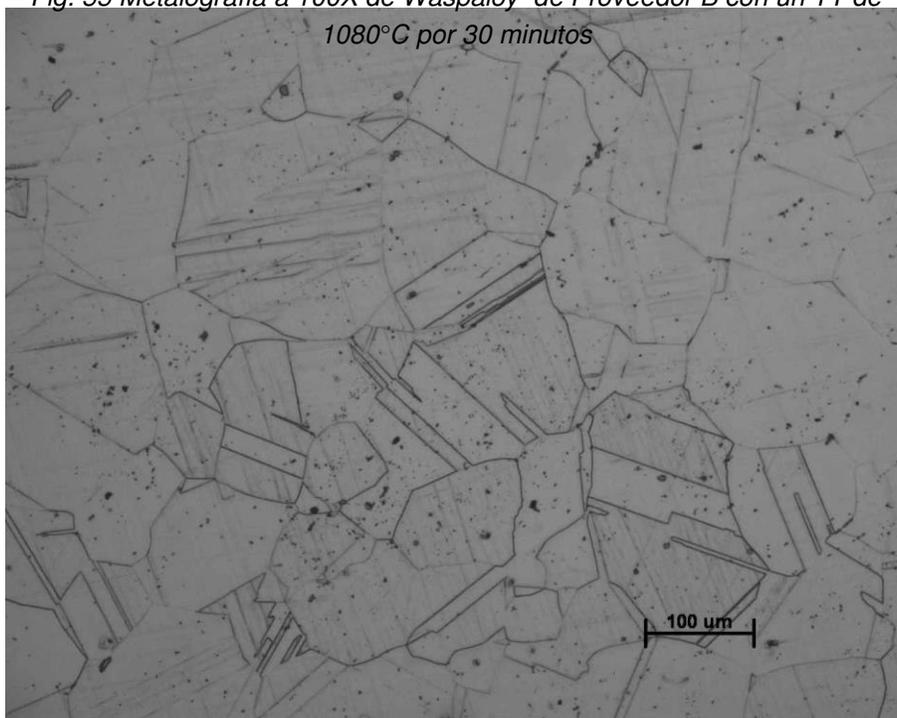


Fig. 56 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1080°C por 60 minutos

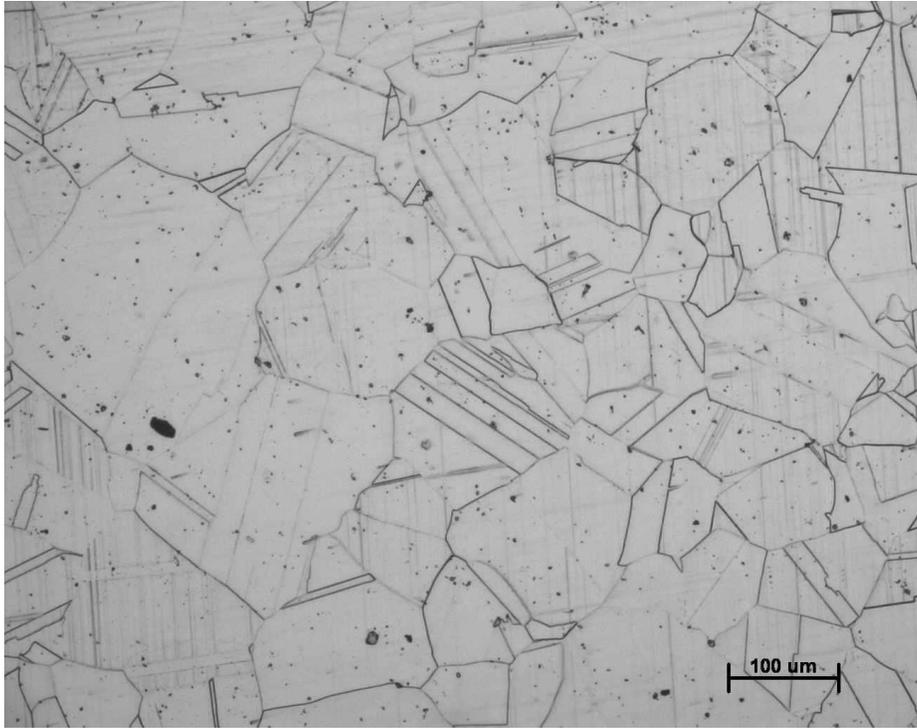


Fig. 57 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1080°C por 90 minutos

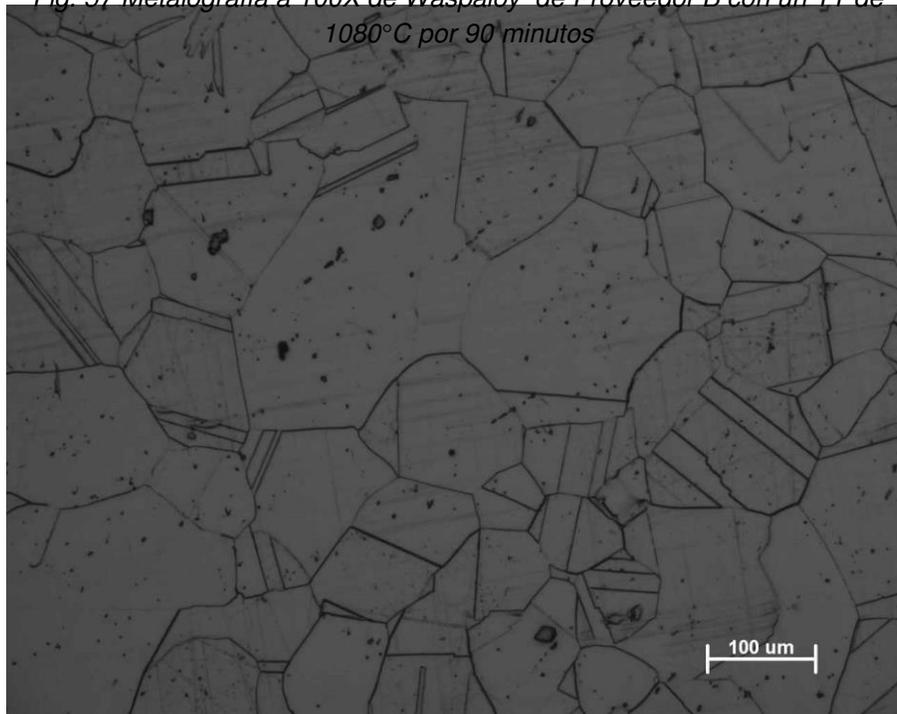


Fig. 58 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1080°C por 120 minutos

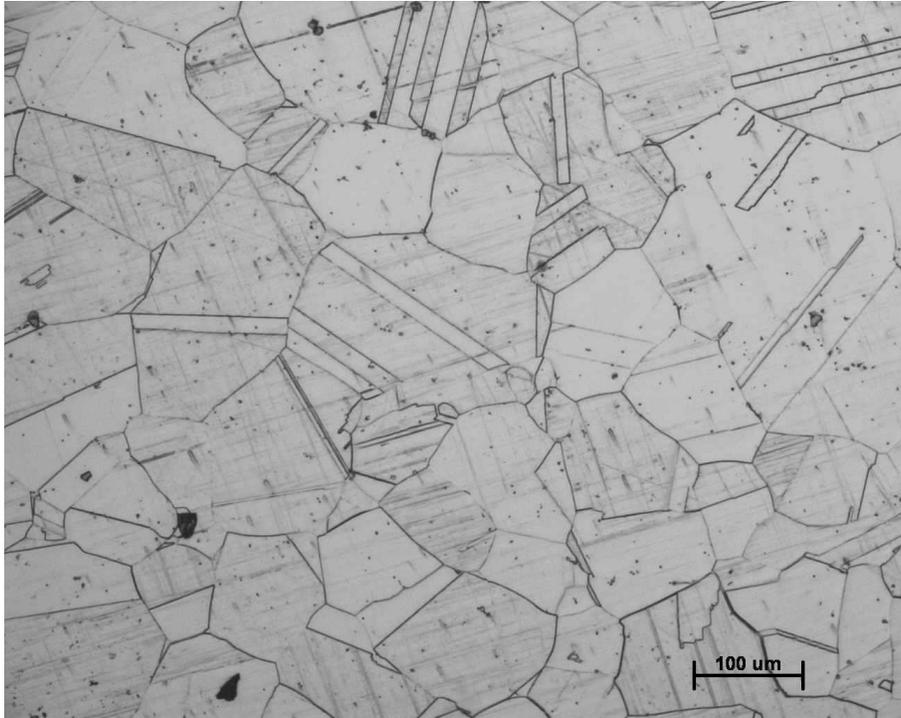


Fig. 59 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1080°C por 150 minutos

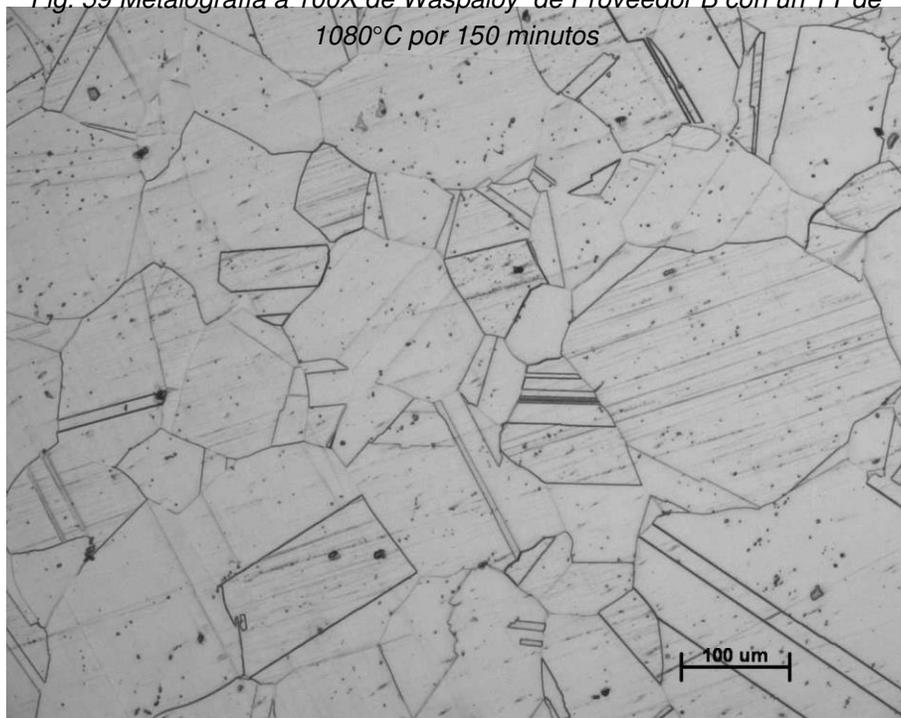


Fig. 60 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1080°C por 180 minutos

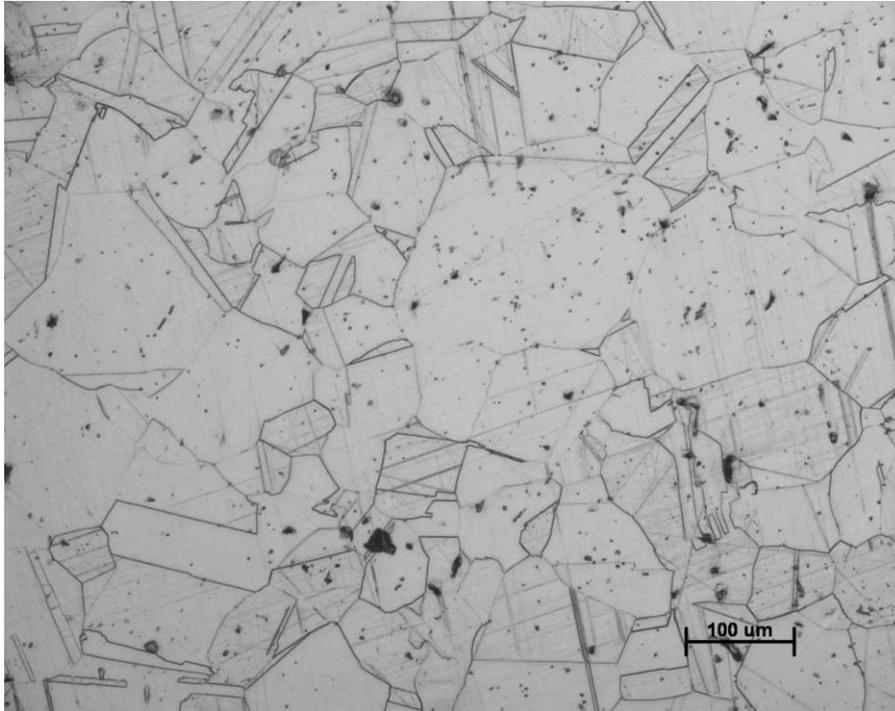


Fig. 61 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1080°C por 210 minutos

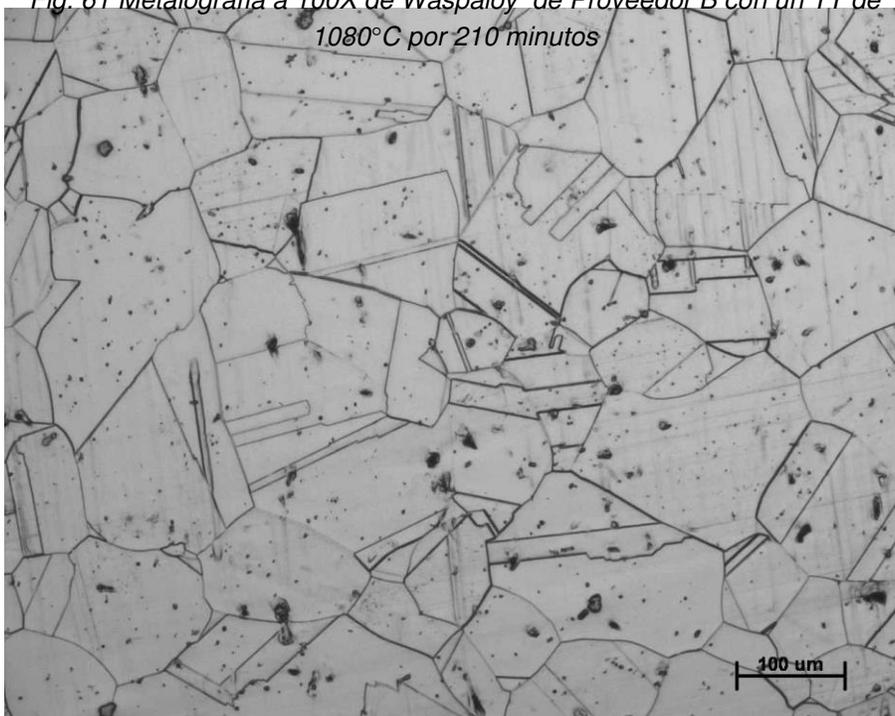


Fig. 62 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor B con un TT de 1080°C por 240 minutos

A continuación se muestra una tabla con los tamaños de grano de las metalografías mostradas anteriormente. Con esta tabla es más simple apreciar el

efecto de la temperatura y tiempo sobre el tamaño de grano y en qué momento se estabiliza. Es decir, estos resultados muestran que no es sino a partir de los 1060°C donde se aprecia una estabilización y esto se puede atribuir a que después de esta temperatura es cuando han desaparecido las fases remanentes que le daban cierta estabilidad a los granos.

Tabla 7. Tamaños de grano de las metalografías de Proveedor B

MATERIAL DE PROVEEDOR A

Para el caso del material de Proveedor B, con el fin de analizar la evolución de las microestructuras y observar la presencia de posibles fases remanentes en pequeñas cantidades, se realizaron observaciones metalográficas de todos los estados, debido a que era el material que presentaba mayor problemática en el

Tiempo (min)	1030°C	1045°C	1060°C	1080°C	Muestra sin TT
30	5.5 ALA 3.5	4 ALA 2	3 ALA 2	3 ALA 1.5	5
60	4.5	4 ALA 2	3 ALA 1	3 ALA 1.5	
90	5 ALA 3.5	3	3 ALA 1	3 ALA 2	
120	3.5	3 ALA 1.5	3.5 ALA 1	3	
150	4 ALA 2.5	4 ALA 2	3.5 ALA 1	3 ALA 2	
180	3.5	4 ALA 2	3.5 ALA 2	3 ALA 1	
210	3.5	4 ALA 2	3 ALA 2	3 ALA 2	
240	3 ALA 1.5	3.5 ALA 2	3 ALA 2	3 ALA 1	

proceso en planta.

El material de Proveedor A es un material mucho más noble en el proceso de fabricación de piezas, las cuales después del proceso de fabricación, son mucho más homogéneas. Es por esta razón que en el caso de este material, sólo se hicieron algunos tratamientos térmicos claves para poder compararlos con respecto al de Proveedor B. Los estados estudiados se muestran en la tabla 4.

En la figura 61 se muestra la metalografía obtenida para la muestra original del material de Proveedor A, tal y como es recibida en la empresa de forja, con un tamaño de grano uniforme ALA #6. Es claro que el tamaño de grano es esta muestra, es más chico que el de Proveedor B.

REFERENCIA

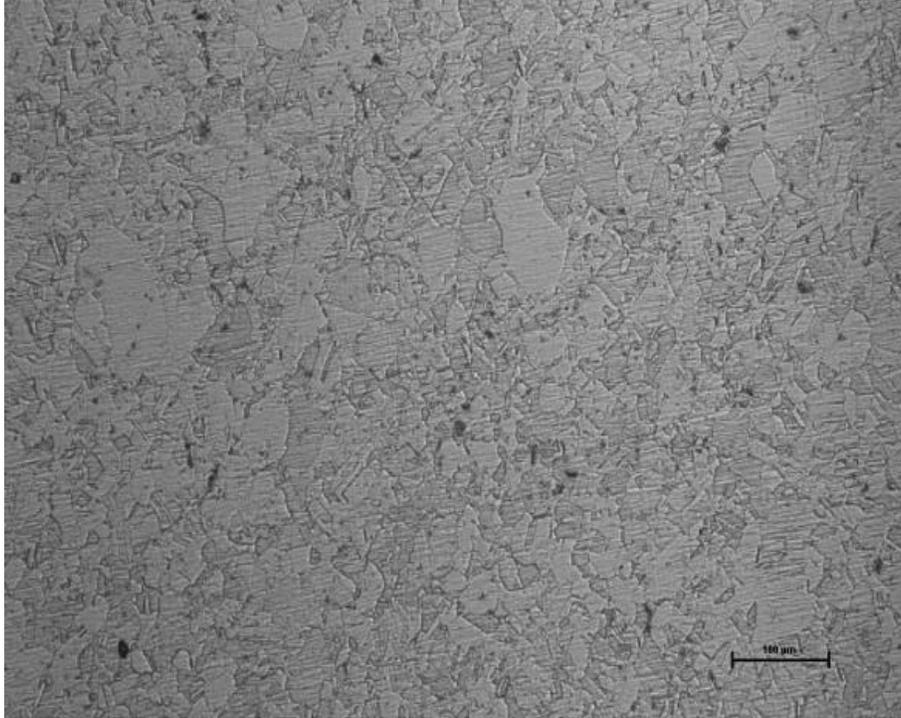


Fig. 63 Metalografía a 100X de Waspaloy de Proveedor A sin TT.

En las figuras 62-65 se muestran las metalografías de los estados A1, A4, A5, y A8, correspondientes a algunos tiempos de la temperatura de TT más baja (1030°C). En las metalografías se puede apreciar un pequeño aumento del tamaño de grano con respecto a la muestra original (figura 61), debido al fenómeno de difusión al disolverse las fases. Así mismo conforme aumentamos el tiempo del tratamiento térmico, se pueden observar metalografías más limpias (con menos fases remanentes γ' y carburos).

1030° C

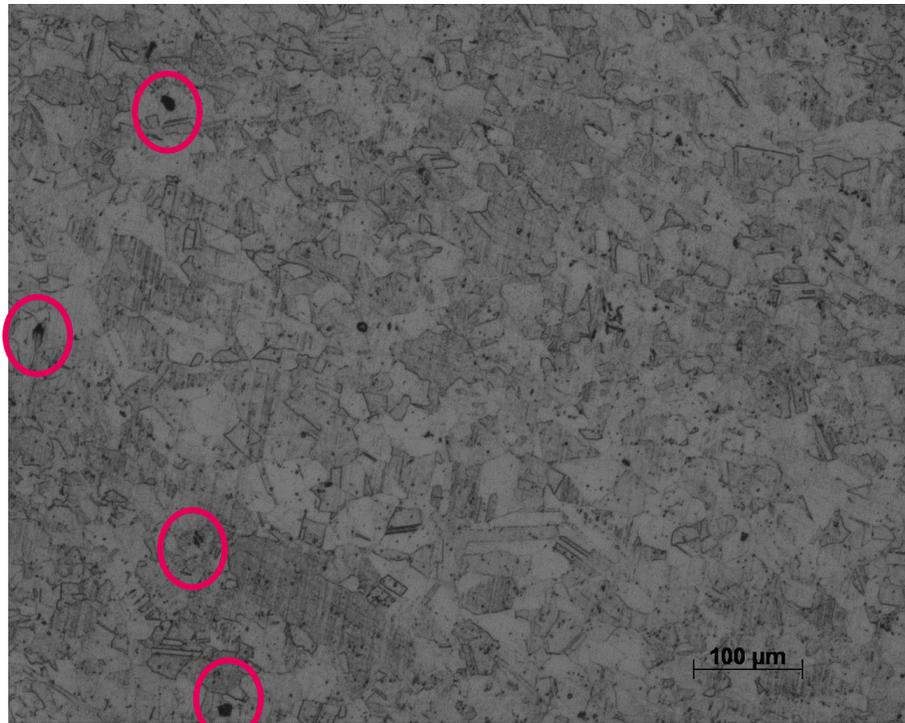


Fig. 64 Metalografía a 100X de Waspaloy del Proveedor A con un TT de 1030°C por 30 minutos

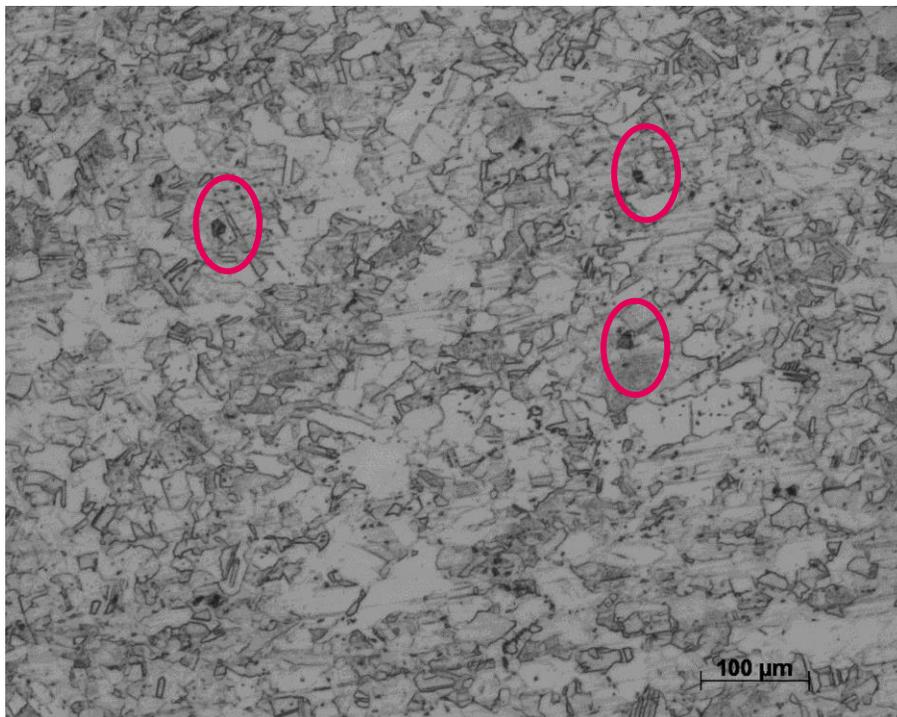


Fig. 65 Metalografía a 100X de Waspaloy del Proveedor A con un TT de 1030°C por 120 minutos

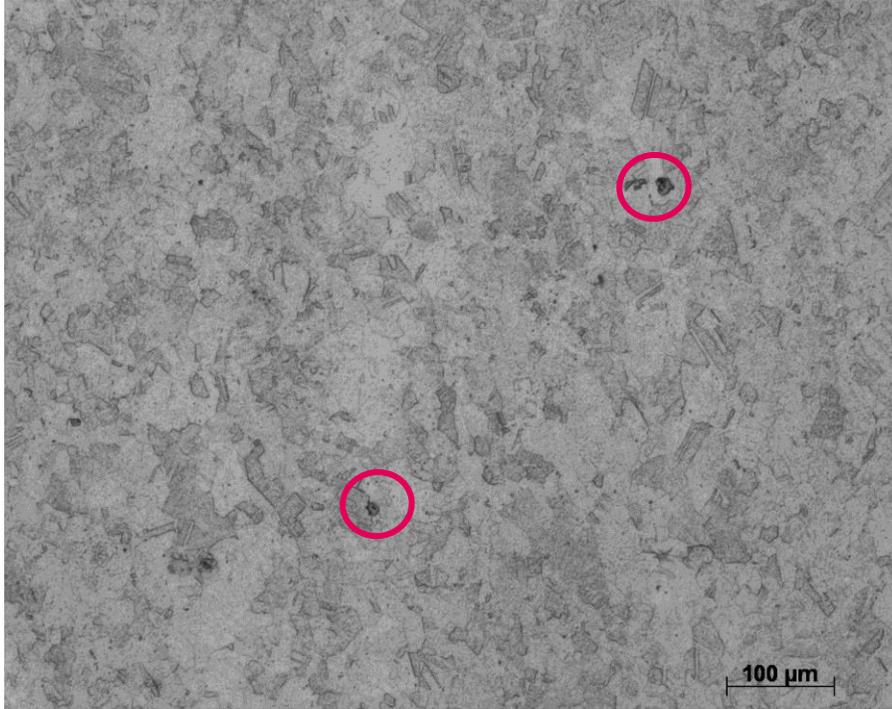


Fig. 66 Metalografía a 100X de Waspaloy del Proveedor A con un TT de 1030°C por 150 minutos

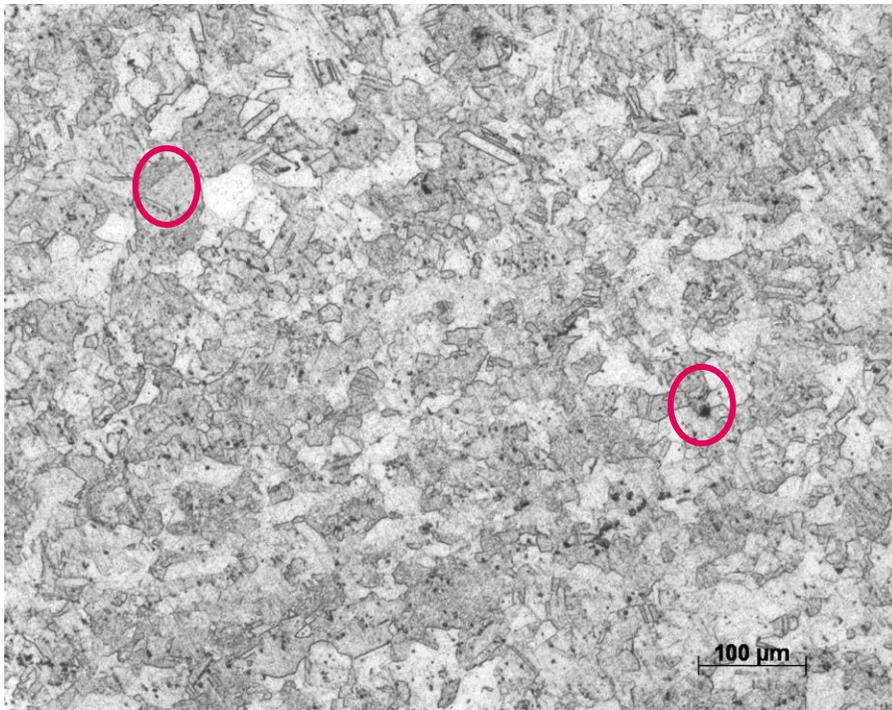


Fig. 67 Metalografía a 100X de Waspaloy del Proveedor A con un TT de 1030°C por 240 minutos

En las figuras 66 y 67 se muestran las metalografías correspondientes a los estados D1, y D8, correspondientes a los tiempos de los extremos (el más corto y el más largo) de la temperatura de TT de 1045°C. En éstas metalografías, ahora sí se puede apreciar un aumento claro del tamaño de grano respecto a la temperatura anterior y estados más limpios, debido al fenómeno de difusión al disolverse las fases, y a que la temperatura de gamma prime solvus se encuentra en este rango de temperaturas (1030°C – 1045°C). Es decir, los granos con tonalidades oscuras encerrados en rojo desaparecen, para convertirse en granos sin las fases que los oscurecen y comienzan a crecer en tamaño. Este crecimiento de grano, se identifica de una manera más clara en esta muestra que para el material de Proveedor B.

1045° C

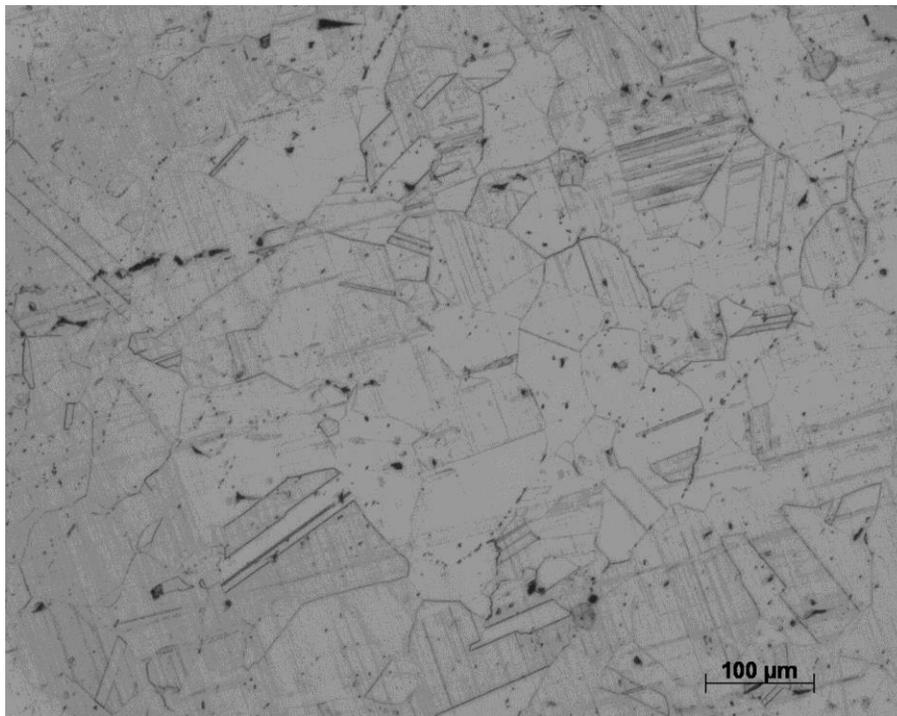


Fig. 68 Metalografía a 100X de Waspaloy del Proveedor A con un TT de 1045°C por 30 minutos

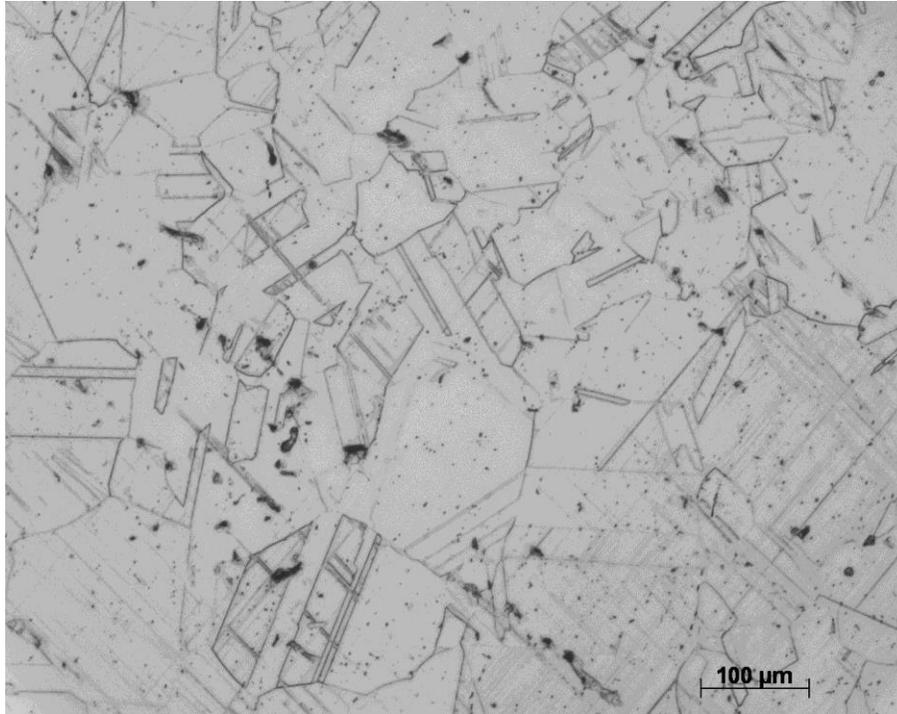


Fig. 69 Metalografía a 100X de Waspaloy del Proveedor A con un TT de 1045°C por 240 minutos

En las figuras 68 y 69 se muestran las metalografías correspondientes a los estados E1, y E8, correspondientes a los tiempos de los extremos (el más corto y el más largo) de la temperatura del TT de 1060°C. En estas metalografías se puede apreciar que el tamaño de grano respecto a la temperatura anterior sigue creciendo, debido a que ya sobrepasamos la temperatura de gamma prime solvus.

1060° C

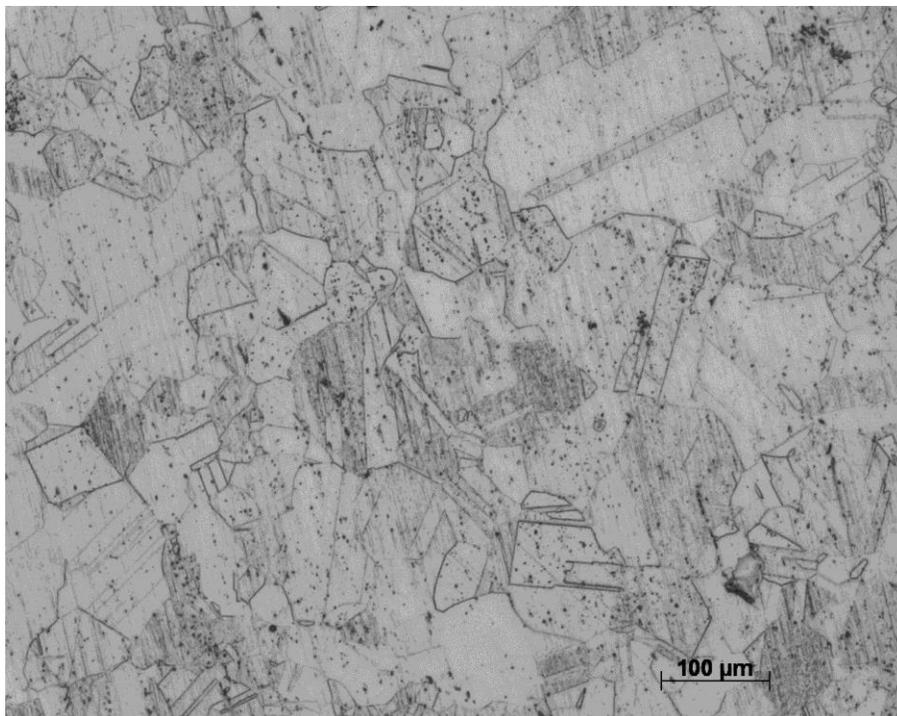


Fig. 70 Metalografía a 100X de Waspaloy del Proveedor A con un TT de 1060°C por 30 minutos

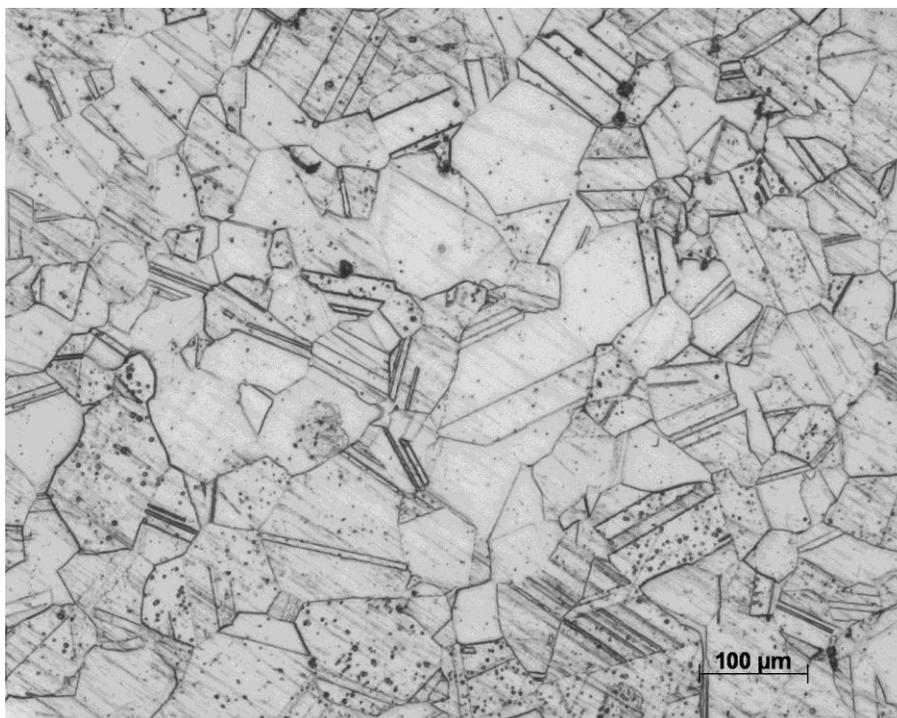


Fig. 71 Metalografía a 100X de Waspaloy del Proveedor A con un TT de 1060°C por 240 minutos

En las figuras 70 y 71 se muestran las metalografías correspondientes a los estados E1, y E8, correspondientes a los tiempos de los extremos (el más corto y el más largo) de la temperatura de 1080°C. Al igual que en la temperatura anterior, éstas metalografías presentan un tamaño de grano que sigue creciendo, debido a que ya sobrepasamos la temperatura de gamma prime solvus.

1080° C

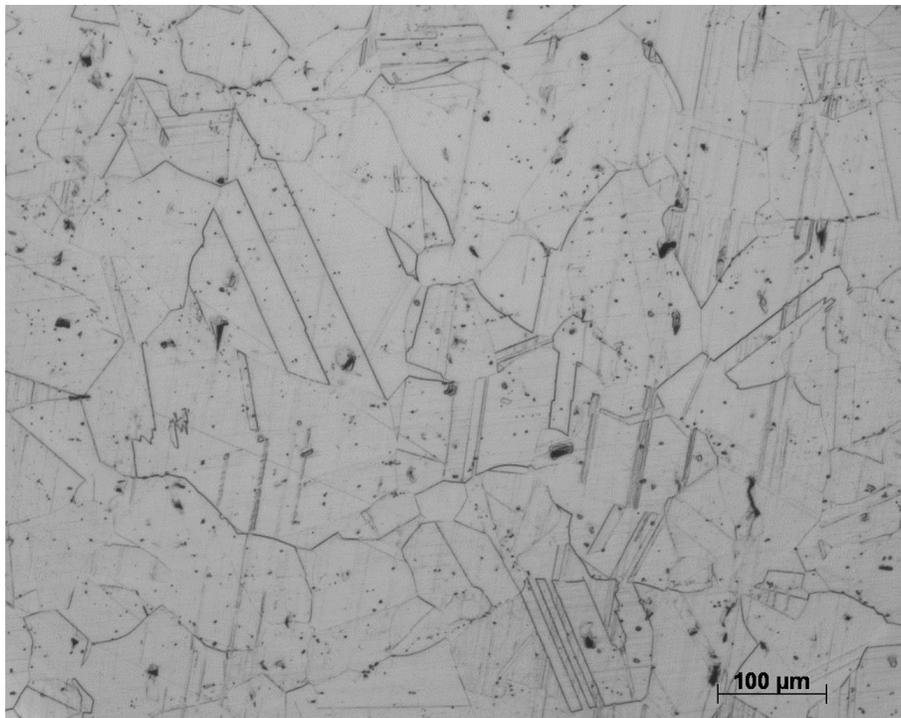


Fig. 72 Metalografía a 100X de Waspaloy del Proveedor A con un TT de 1080°C por 30 minutos

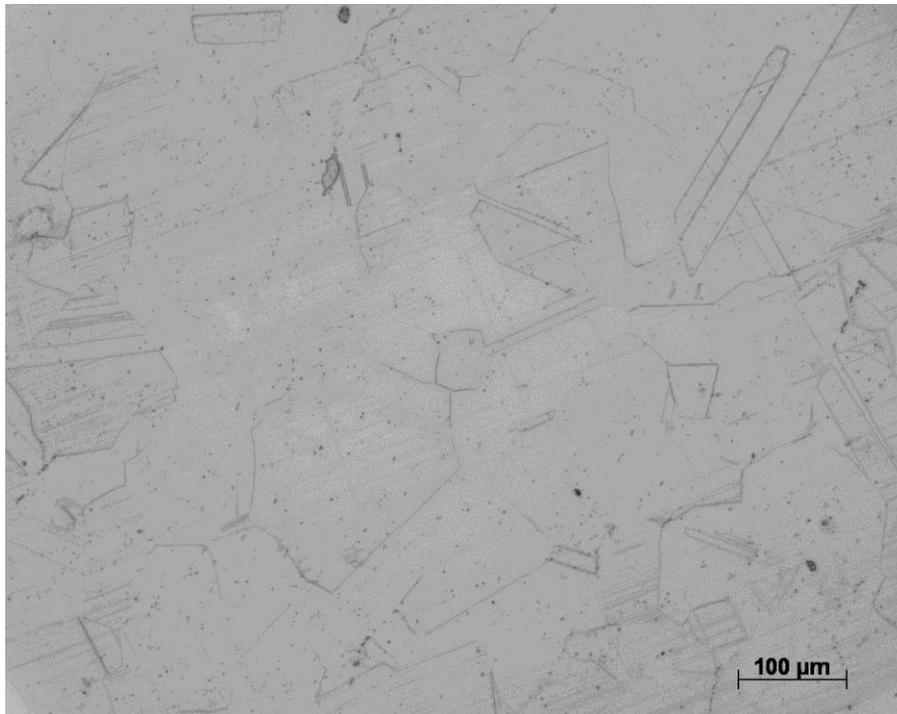


Fig. 73 Metalografía a 100X de Waspaloy del Proveedor A con un TT de 1080°C por 240 minutos

Tiempo (min)	1030°C	1045°C	1060°C	1080°C	Muestra sin TT
30	5	4	4 ALA 2	4 ALA 2	6
90	6.5 ALA 4.5				
120	6.5 ALA 4.5				
240	6.5 ALA 4.5	4 ALA 2	4 ALA 2	4 ALA 2	

Tabla 8. Tamaños de grano de las metalografías de Proveedor A

Finalmente también se muestra una tabla con los tamaños de grano de las metalografías mostradas anteriormente, aquí es más claro cómo aumenta el tamaño de grano y en qué momento se estabiliza, aunque en este caso se da a partir de los 1045 °C a diferencia del material de Proveedor B que se dio hasta los 1060 °C. Lo que nos da una idea de los intervalos de temperatura en los que se encuentra gamma prime solvus. Que para este caso, la temperatura es la de 1040°C, la cual coincide con la temperatura propuesta por el fabricante.

DUREZAS

Posteriormente, se procedió a realizar ensayos mecánicos a las muestras tratadas midiendo su dureza Brinell y Vickers para el material de Proveedor B y únicamente Vickers para el material de Proveedor A. Lo anterior se debió a que las pruebas Brinell requieren probetas más grandes y se contaba con menos material de Proveedor A.

DUREZA BRINELL MATERIAL DE PROVEEDOR B

En la figura 72, se pueden observar los resultados del ensayo de dureza Brinell aplicado a las 33 probetas de la muestra de Proveedor B. Es claro que el material sin tratamiento de solución tiene una dureza muy superior (del orden de 386 brinell), y que al aplicar los TT la dureza disminuye al irse disolviendo las fases que le dan las propiedades mecánicas características de estos materiales.

Resulta interesante resaltar cómo la dureza a medida que la temperatura aumenta, ésta va disminuyendo y que por encima de 1045°C, la dureza Brinell parece estabilizarse, lo que pareciera estar de acuerdo con los resultados del análisis de microscopía óptica.

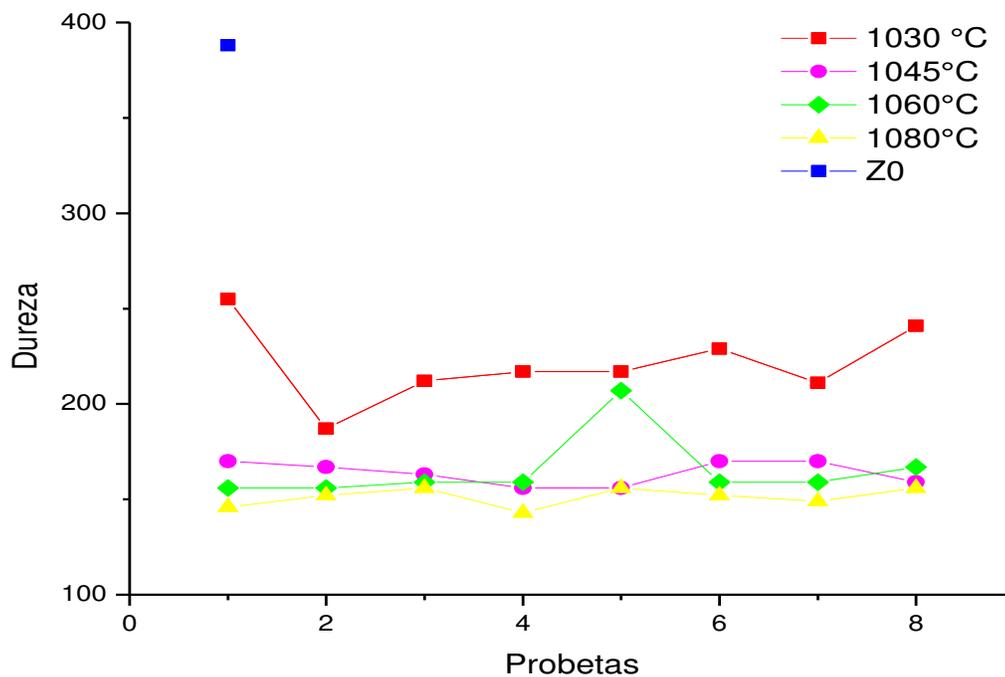


Fig. 74 Durezas Brinell del material de Proveedor B

**DUREZA VICKERS DEL MATERIAL DE
PROVEEDOR B**

En la siguiente figura 73, se pueden observar los resultados del ensayo de microdureza Vickers aplicado a las 32 probetas del material de Proveedor B. Aquí, los resultados muestran el comportamiento esperado, es decir, hay una tendencia clara de que al aumentar la temperatura disminuye significativamente la microdureza. Y por ejemplo, para los tratamientos a 1030 °C, la dureza tiene más variación. Por lo que la única manera de explicar este comportamiento, es que esta aleación Proveedor B, debe de presentar importantes heterogeneidades en composición, que ocasionan que las temperaturas de equilibrio de las fases cambien y por lo tanto sus propiedades

mecánicas. Provocando que existan en algunas ocasiones fases remanentes que hacen que la dureza se incremente.

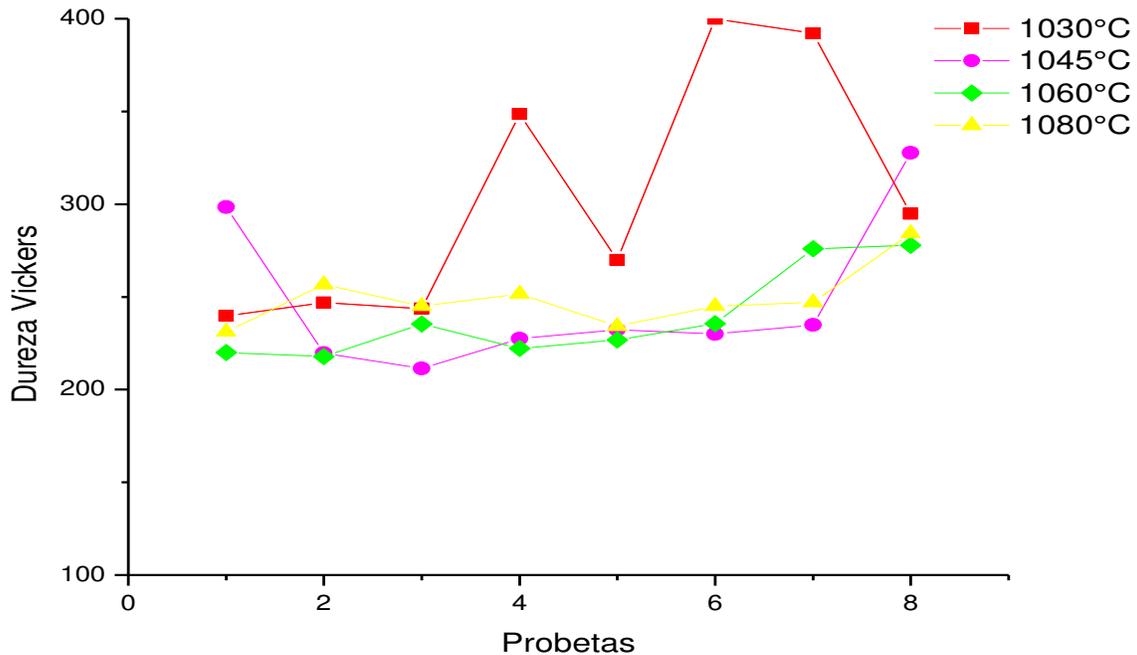


Fig. 75 Microdurezas de las muestras del material de Proveedor B

Finalmente, esto la puede convertir en una aleación mucho más difícil de trabajar y con mayor heterogeneidad, lo cual puede resultar un serio problema para sus aplicaciones. Y esto puede ser corroborado por los resultados de DTA, en donde los picos de la fase remanente que coinciden en este caso con los de la γ' , son muy claros para casi todos los tratamientos térmicos de las muestras del material de Proveedor B. Además, en microscopía óptica, también para los tratamientos más bajos, esta fase remanente, es claramente observada.

Para poder tener una mejor perspectiva de la diferencia que existe entre el comportamiento de Proveedor B y de Proveedor A en las gráficas de dureza pertenecientes a la prueba Vickers, a continuación se muestra una figura en donde sólo se observan las mismas muestras que fueron seleccionadas para el material de Proveedor B.

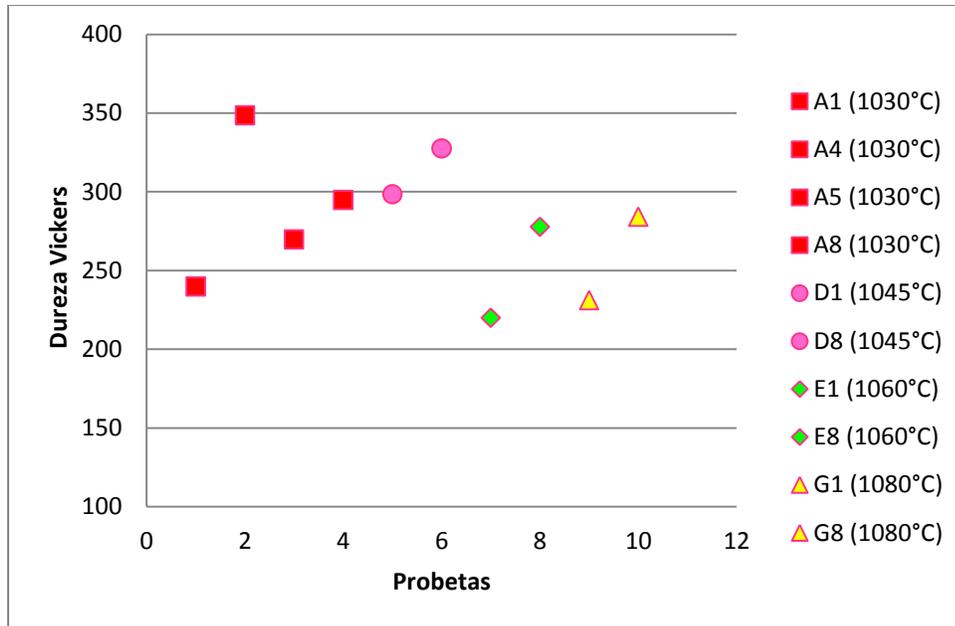


Fig. 76 Microdurezas de muestras seleccionadas del material de Proveedor B

**DUREZA VICKERS DEL MATERIAL DE
PROVEEDOR A**

En la figura 75 se muestran los resultados de dureza para algunas muestras seleccionadas del material de Proveedor A, donde resulta muy claro que éste material muestra un comportamiento más predecible y esperado según los TTT reportados. Es decir, en los resultados se observa claramente que los tratamientos A, que son a 1030 °C, todos muestran una dureza superior al resto de los tratamientos que son por encima de esta temperatura y que efectivamente, al aumentar el tiempo también se observa una disminución aunque muy ligera de la dureza.

Podemos decir entonces, que éste material es mucho más noble ya que con asegurarnos un incremento mínimo de 5 ° C por encima de lo sugerido por el fabricante, las fases remanentes desaparecen por completo según el comportamiento

mecánico del material. Lo cual también se confirma por los resultados de DTA y microscopía óptica.

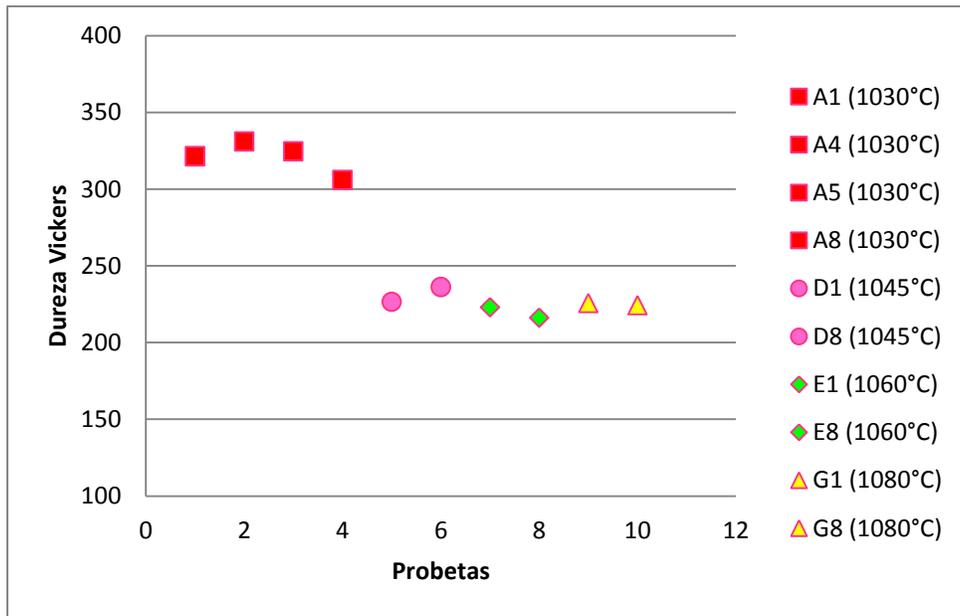


Fig. 77 Microdurezas de muestras seleccionadas del material de Proveedor A

En este apartado se presentan una serie de imágenes por SEM donde se muestran los análisis de composición por EDX (*energy dispersive X ray*). En los análisis de composición se presenten también los porcentajes de cada elemento para algunas muestras seleccionadas.

MATERIAL DE PROVEEDOR A

La figura 76 corresponde a una imagen de la muestra A1 del material de Proveedor A a una magnificación de 1200X. Esta imagen solamente confirma las observaciones hechas por microscopía óptica.

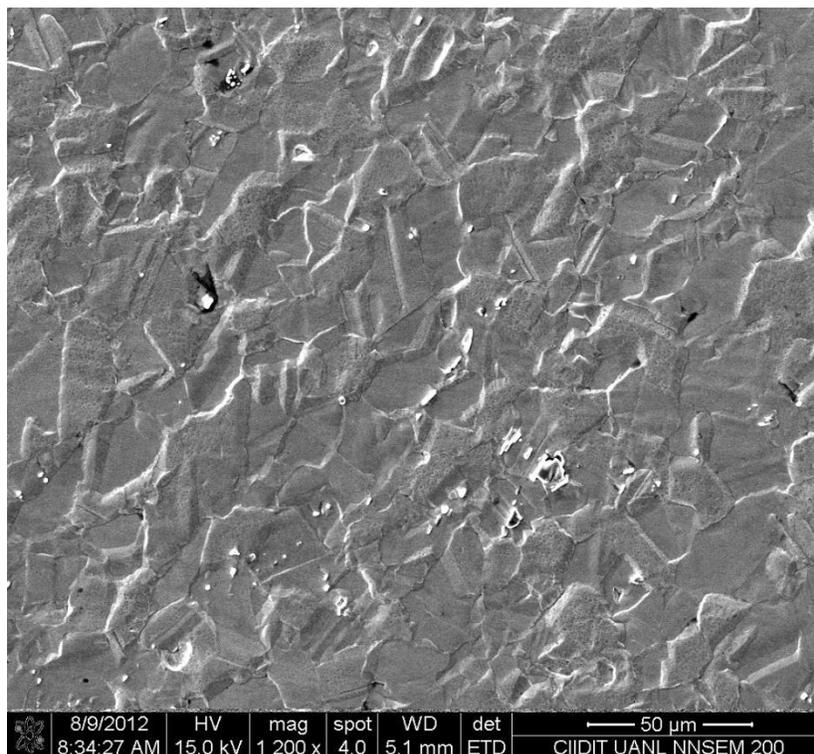


Fig. 78 Imagen SEM de la muestra A1 del material de Proveedor A a 1200 X

En la figura 77(a) se muestra una imagen de una zona con un precipitado y su análisis de composición por EDX que se muestra en la figura 77(b). Este precipitado según su composición de la tabla 9, es sin duda un precipitado rico en Ti.

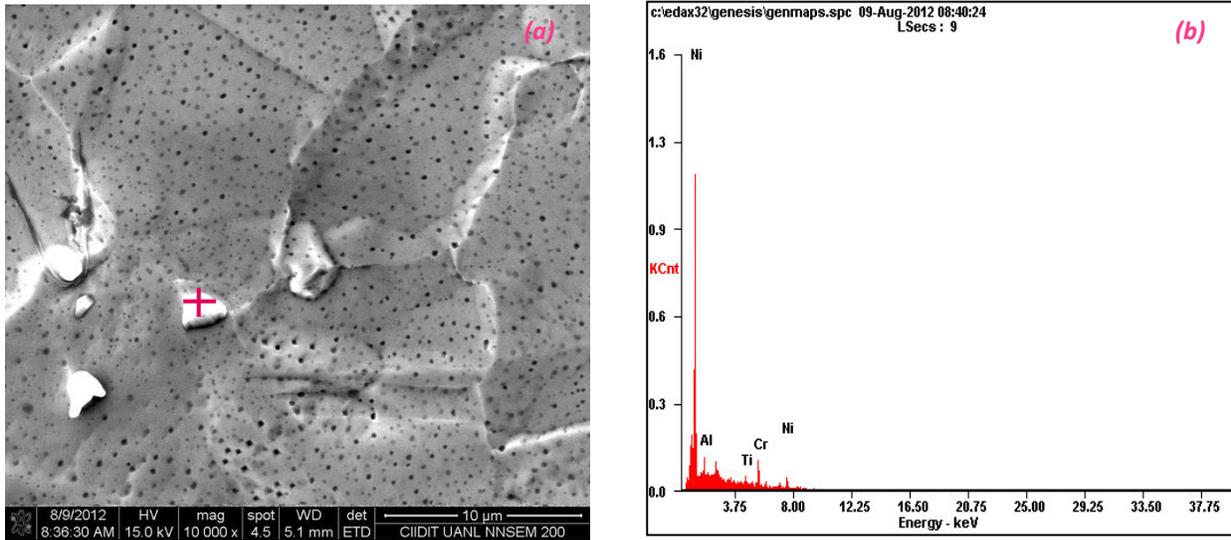


Fig. 79 Análisis EDS de un precipitado de la muestra A1 del material de Proveedor A.

Elemento	Wt%
NiL	69.10
TiK	30.90

Tabla 9. Análisis correspondientes a la figura 73

MATERIAL DE PROVEEDOR B

La figura 80 corresponde a una imagen de la muestra A1 del material de Proveedor B a una magnificación de 250X donde se pueden apreciar claramente los límites de grano y algunos precipitados granulares e intergranulares.

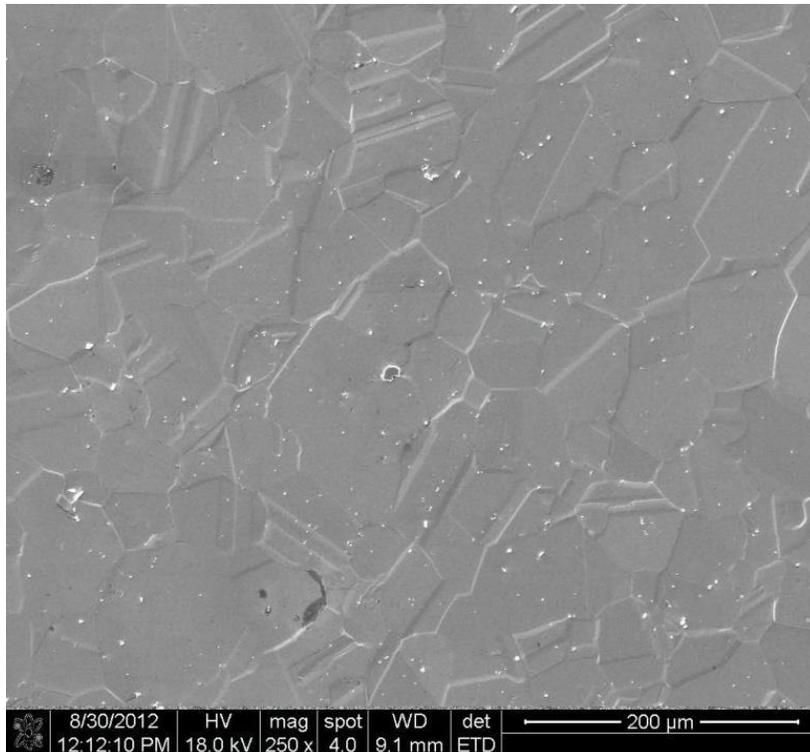


Fig. 80 Imagen SEM de la muestra A1 del material de Proveedor B a 250 X

En la figura 81(a) se muestra una imagen de una zona con un precipitado y su análisis de composición por EDX que se muestra en la figura 81(b). Se puede observar que efectivamente se trata de un precipitado de γ' al observar su composición en la tabla 11.

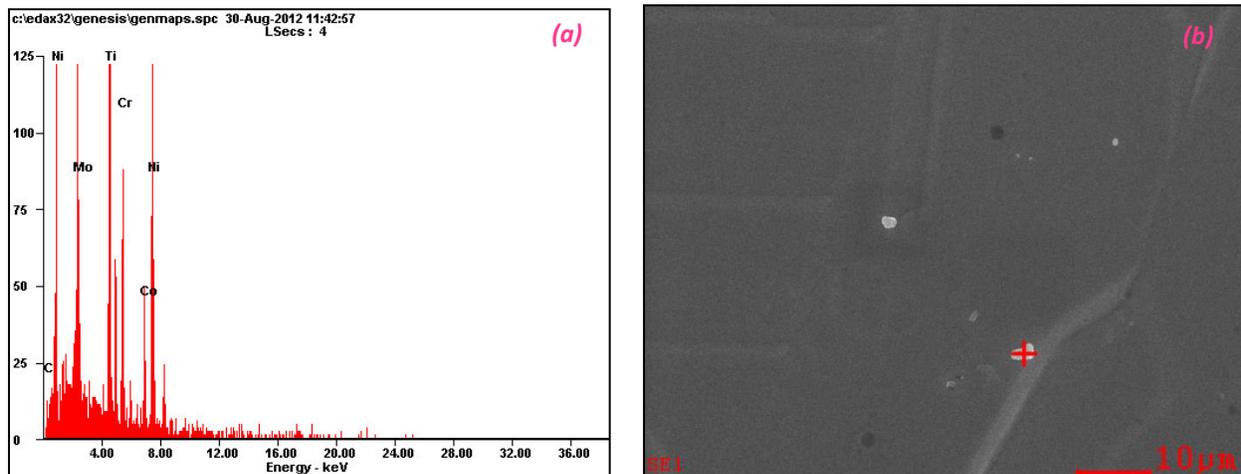


Fig. 81 Análisis EDS de un precipitado de la muestra A1 del material de Proveedor B

Elemento	Wt %
CK	06.18
MoL	30.47
TiK	32.51
CrK	11.70
CoK	04.17
NiK	14.97

Tabla 11. Análisis correspondientes a la figura 77.

Debido a que para alcanzar los objetivos de nuestro estudio, los análisis por SEM no contribuían de manera significativa, se optó por no continuar empleando esta técnica. No obstante, resulta altamente recomendable el emplearla en las aleaciones base Ni, debido a la facilidad con lo que las fases son reveladas, tal y como se puede observar en las imágenes aquí mostradas.

CONCLUSIONES

En la aleación de Proveedor B parecen existir fases remanentes incluso por encima de la temperatura de solubilidad de la fase γ' sugerida por los fabricantes. Mientras que en el caso del material de Proveedor A los resultados de dureza, microscopía óptica y DTA sugieren que no se presenta la γ' por encima de la temperatura de solubilidad. Esto podría deberse a un mayor control y homogeneidad de la composición química en la aleación de Proveedor A. Por lo que también se observa que el comportamiento del material de Proveedor A es más congruente con los tratamientos térmicos que se le hicieron.

Por otro lado, debido a que las fases remanentes se encuentran en muy bajas cantidades, la técnica de difracción de rayos X resulta inadecuada para su detección, mientras que por DTA, dureza, SEM y microscopía sí es posible detectarlas.

Así mismo, podemos decir que utilizar los TTT que se proponen en la literatura, como el de Penkalla H.J et al en 2003, al pie de la letra no resulta tan recomendable, ya que las temperaturas de transformación de las fases de esta aleación Waspaloy, son muy sensibles a cambios en la composición. Se recomienda entonces, usar la literatura solamente como una guía, y para aplicaciones industriales, se deberá de caracterizar a detalle, cada aleación de distinta procedencia, o cada aleación con una composición específica, tal y cómo se caracterizó en este trabajo.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Donachie M., Donachie S., **SUPERALLOYS: A Technical Guide**, Second Edition
- [2] **Superalloys: A primer history:**
<http://www.tms.org/meetings/specialty/superalloys2000/superalloyshistory.html>
- [3] Brian Cantor, Hazel Assender and Patrick Grant., “**Series in Materials Science and Engineering: Aerospace Materials**”, An Oxford–Kobe Materials Text, Edited by Department of Materials, University of Oxford, UK
- [4] ASM Specialty Handbook, Nickel, Cobalt, and Their Alloys
- [5] Pollock T., Tin S., “**Nickel-Based superalloys for advanced turbine engines: Chemistry, Microstructure and Properties**”, *Journal of Propulsion and power*, Vol. 22, No. 2, March-April 2006.
- [6] Jena A.K., Chaturvedi M.C., “**Review The role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys**”, *Journal of materials science* 19 (1984), 3121-3139.
- [7] <http://www.haynesintl.com/pdf/h2103.pdf>
- [8] <http://www.megamex.com/span/hastelloy-c-276-c276-nickel-alloy.htm>
- [9] Furrer D., Fecht H., “**Ni-Based superalloys for turbine discs**”, *JOM*, January 1999.
- [10] Chang Keh-Minn, Liu Xingbo., “**Effect of γ ’ content on the mechanical behavior of the Waspaloy alloy system**” *Materials Science and Engineering A308* (2001) 1–8
- [11] Penkalla H.J., Wosik J., “**Quantitative microstructural characterization of Ni-base superalloys**”, *Materials Chemistry and Physics* 81 (2003) 417-423.
- [12] R.E SMALLMAN AND A.H.W. NGAN, “**Physical Metallurgy and advanced materials**”, Seventh edition, Elsevier LTD, 2007.
- [13] V.S.K.G. Kelekanjeri, R.A. Gerhardt , “**Characterization of microstructural fluctuations in Waspaloy exposed to 760 °C for times up to 2500 h**”, *Electrochimica Acta* 51 (2006) 1873–1880.

- [14] Brogdon M.L., and Rosenberg A.H., “**Evaluation of the influence of grain structure on the fatigue variability of Waspaloy**”, *Superalloys 2008*, (TMS, 2008) pp. 583-587.
- [15] Salah N., Engin S., “**Machining conditions impact on the fatigue life of Waspaloy-Impact of grain size**”, *7th International Symposium on superalloy 718 and derivatives*, TMS, 2010.
- [16] Brogdon M.L., “**The effect of as-large-as grains on the high temperature fatigue life of Waspaloy**”, (MS thesis, University of Dayton, Dayton, OH, 2006).
- [17] Timothy P. G., Backman D.G., Wei D., Mourer D., Furrer D., Garg A. and Ellis D., “**γ’ formation in a nickel-base disk superalloy**”, *Superalloys 2000*, 405-414.
- [18] ASM Handbook, Volume 14, Forming and Forging
- [19] Vander Voort G., Manilova E., Lucas G., “**Metallographic techniques for superalloys**”,
http://www.georgevandervoort.com/met_papers/NickelandAlloys/MET_TECHS_FOR_SUPERALLOYS.pdf
- [20] Dempster I., Cao W., Kennedy R., Bond B., Aurrecoechea J., and Lipschutz M., “**Structure and property comparison of Allvar ® 718Plus™ alloy and Waspaloy forgings**”, *Superalloys 718, 625, 706 and Derivates 2005*, TMS, 2005
- [21] <http://www.maher.com/html/alloys/nickel/waspaloy.htm>
- [22] Certificate of tests. Proveedor A.
- [23] www.obtesol.es/index.php?option=com_content&task=view&id=152&Itemid=30
- [24] SAE AMS5707L
- [25] Houghton on Quenching.
- [26] E. López Cuellar, M. Morin, E. Reyes Melo, U. Ortiz Méndez, H. Guajardo Martínez, J. Yerenia Cortéz, “**In situ strained Inconel 718 studied by thermoelectric power technique**”, *Journal of Alloys and Compounds* 467 (2009) 572-577.

- [27] T. Schöberl, H.S Gupta, P. Fratzl, “**Measurements of mechanical properties in Ni-base superalloys using nanoindentation and atomic force microscopy**”, Material Science and Engineering, A363 (2003) 211-230.
- [28] M. Göken, and M. Kempf, “**Microstructural properties of superalloys investigated by nanoindentations in an atomic force microscope**”, Acta mater, Vol. 47, No. 3, pp. 1043-1052, 1999.
-