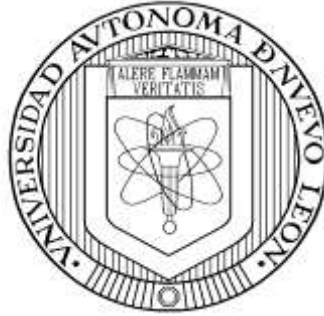


**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO**



**INFLUENCIA DEL PROCESAMIENTO TERMOMECÁNICO EN EL  
CRECIMIENTO DE GRANO DE LA SUPERALEACIÓN HAYNES 230**

**POR**

**JORGE GERARDO RANGEL MEJÍA**

**TESIS**

**EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA  
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

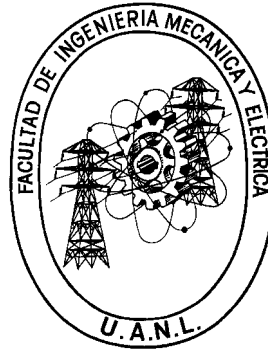
**CD. UNIVERSITARIA**

**DICIEMBRE 2007**

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**

**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO**



**INFLUENCIA DEL PROCESAMIENTO TERMOMECÁNICO EN EL  
CRECIMIENTO DE GRANO DE LA SUPERALEACIÓN HAYNES 230**

**POR**

**JORGE GERARDO RANGEL MEJÍA**

**TESIS**

**EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA  
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

**CD. UNIVERSITARIA**

**DICIEMBRE 2007**

## RESUMEN

El fenómeno de crecimiento anormal de grano en superaleaciones está relacionado a una combinación de una determinada cantidad de deformación (en frío o a una temperatura inferior al 0.5 de su temperatura de fusión) y tratamiento térmico. Esta problemática aunada a otras características de las superaleaciones base níquel hacen compleja su forja. Un recurso empleado para controlar el crecimiento de grano es el tratamiento térmico a por debajo de la temperatura solvus de gamma prima ( $\gamma'$ ). La superaleación H-230 es endurecida por solución sólida, entonces el recurso anterior no es una opción al método de manufactura. Sin embargo, al iniciar este proyecto se consideró que, un tratamiento a una temperatura menor a la recomendada por el fabricante (1170°C) posterior a una deformación en frío en el intervalo de 2.5 a 10% de reducción podría evitar que el crecimiento anormal de grano para esta aleación. Por medio de microscopía óptica se efectuó un análisis inicial del crecimiento de grano presentado por cada condición de deformación y de tratamiento térmico, para posteriormente realizar un análisis profundo por microscopía electrónica de las condiciones que resultaron más representativas. También se realizaron análisis de difracción de rayos X y durezas para correlacionarlos con el crecimiento de grano. Con los resultados obtenidos con el presente trabajo, se establece que la morfología de las fronteras de grano y de las maclas, aunado a la disolución de carburos  $M_7C_3$  presentes en la frontera de granos son determinantes para que se presente un crecimiento anormal del tamaño de grano. Los difractogramas de rayos X indican que la solución sólida del material no sufre cambios importantes en los diferentes tratamientos térmicos realizados. Así mismo, la correlación de dureza y tamaño de grano indica que una disminución del tamaño de grano dentro de una temperatura de prueba ocasiona un incremento en la dureza.

# Universidad Autónoma de Nuevo León

Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica

División de Estudios de Postgrado

Los miembros del Comité de Tesis recomendamos que la Tesis **“Influencia del procesamiento termomecánico en el crecimiento de grano en la superaleación Haynes 230”**, realizada por el alumno Ing. Jorge Gerardo Rangel Mejía sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería con especialidad en Materiales.

## El Comité de Tesis

---

Asesor

Dra. Dora Irma Martínez Delgado

---

Revisor

Dr. Alberto Javier Pérez Unzueta

---

Revisor

Dr. Octavio Covarrubias Alvarado

Vo. Bo.

---

Dr. Guadalupe Alan Castillo Rodrigez

División de Estudios de Postgrado

Ciudad Universitaria, a 1 diciembre de 2007

# RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

Jorge Gerardo Rangel Mejía

Candidato al grado de Maestro en Ingeniería de Materiales

**Tesis:** Efecto de deformación mecánica y tratamiento térmico en el crecimiento de grano de la aleación HAYNES 230.

El Ingeniero Jorge Gerardo Rangel Mejía nació el 20 de septiembre de 1979 en la ciudad de Monterrey Nuevo León, sus padres son el Ing. Jorge Rangel Sobrevilla y la Sra. Marisela Mejía de Rangel. Obtuvo el grado de Ingeniero Mecánico Electricista en el Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey en el año 2003.

Se desempeñó como ingeniero de servicios en la Asociación Nacional de Certificación AC, durante el periodo comprendido de mayo 2004 a agosto 2005.

En agosto de 2005 inicia la Maestría en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales en la Facultad de Ingeniería Mecánica Eléctrica en la Universidad Autónoma de Nuevo León.

Ha trabajado en proyectos de investigación para la industria de la forja de superaleaciones en Frisa Aerospace S.A. de C.V.

A mis padres y hermanas

# AGRADECIMIENTOS

Al gobierno mexicano que por medio del Consejo de Ciencia y Tecnología me brindó el apoyo económico para continuar mis estudios.

A la Universidad Autónoma de Nuevo León y a la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, las cuales me cobijaron durante la realización de este proyecto.

A todos los maestros que creyeron en mí y me dieron la oportunidad de aprender de ellos.

A Frisa Aerospace A.C. de C.V. y al Dr. Octavio Covarrubias Alvarado, los cuales me otorgaron su confianza y recursos para realizar este proyecto.

Al Dr. Rodrigo González López, por toda su valiosa ayuda y tiempo.

A todos mis compañeros de generación por brindarme su amistad.

A toda la gente que de alguna manera me ayudó para concluir mi formación y este proyecto

Un agradecimiento especial a la doctora Dora Irma Martínez Delgado, quien confió en mí desde mi entrada al DIMAT. Por su guía, por su ayuda en sobre manera para concluir este proyecto y por su amistad.

# ÍNDICE

Resumen	1
Capítulo 1. Introducción.	2
1.1 Planteamiento del problema.	2
1.2 Objetivo e hipótesis.	6
1.3 Justificación.	6
1.4 Términos y definiciones.	7
1.5 Retos de la investigación.	9
Capítulo 2. Superaleaciones base níquel.	10
2.1 Historia.	10
2.2 Situación actual de turbinas para la generación de energía.	14
2.3 Progreso de las superaleaciones.	16
2.3.1 El siglo XXI.	17
2.3.2 Modelado de procesos.	18
2.3.3 Predicciones para el futuro.	19
Capítulo 3. Tratamiento termomecánico de superaleaciones base Níquel.	22
3.1 Tratamientos térmicos.	22
3.1.1 Relevado de esfuerzos.	23
3.1.2 Recocido.	25
3.1.3 Solución u homogenización.	26
3.1.4 Envejecido.	28



3.2 Forja de superaleaciones.	32
3.2.1 Variables importantes del proceso de forja de superaleaciones.	34
3.3 Relación entre fabricación y tratamiento térmico.	38
Capítulo 4. Microestructura de superaleaciones.	41
4.1 Microestructura típica.	41
4.2 Evolución de la microestructura.	43
4.3 Efecto de la microestructura en las propiedades.	47
4.4 Teorías de crecimiento de grano anormal.	54
4.4.1 Teoría de partículas de segundas fases que actúan en forma de ancla.	55
4.4.2 Teoría de inhibición de textura.	57
4.4.3 Teoría de transición encaramiento-rugosidad de las fronteras de grano.	58
Capítulo 5. Metodología experimental.	61
5.1 Características de la muestra.	61
5.2 Pruebas mecánicas.	63
5.3 Pruebas térmicas.	64
5.4 Preparación metalográfica.	66
5.5 Análisis microestructural.	68
5.6 Dureza.	70
5.7 Pruebas de difracción de rayos X.	72
5.8 Microscopía electrónica de barrido.	72
Capítulo 6. Resultados y Discusión	74
6.1 Introducción.	74
6.2 Resultados.	75

6.2.1 Pruebas mecánicas.	75
6.2.2 Pruebas térmicas.	75
6.2.3 Análisis microestructural.	76
6.2.3.1 Tamaño de grano máximo.	89
6.2.4 Durezas.	91
6.2.5 Análisis de difracción de Rayos X	92
6.2.6 Análisis microestructural por microscopía electrónica de barrido.	94
6.3 Discusión.	101
Capítulo 7. Recomendaciones y conclusiones.	105
7.1 Conclusiones.	105
7.2 Recomendaciones.	106
Bibliografía.	108
Apéndice A.	112
Apéndice B.	124
Apéndice C.	127
Apéndice D.	142
Apéndice E.	152
Resumen Autobiográfico	155

# CAPÍTULO 1

## INTRODUCCIÓN

### 1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.

Una aplicación importante de las superaleaciones base níquel es la fabricación de turbinas para la generación de energía, debido a que dentro de los requerimientos están la resistencia a altas temperaturas (termofluencia), alta resistencia a la ruptura y alta resistencia a ambientes corrosivos.

Por especificación se debe hacer una validación para que el producto de forja cumpla con los requerimientos mecánicos y metalúrgicos de su aplicación. Para esto se corta una sección del anillo con la finalidad de realizar un análisis de los resultados de las pruebas mecánicas y metalúrgicas.

La pieza en cuestión se fabrica por pares, es decir una forja produce 2 anillos como se muestra en la Figura 1.1, la sección que es analizada se puede apreciar en el dibujo como el círculo debajo de la sección más gruesa de la pieza maquinada.

Anillos forjados hechos con la superaleación Haynes 230 mostraron una microestructura que no cumplía los requerimientos del cliente puesto que presentaban un

tamaño promedio de grano con un diámetro de 254.0  $\mu\text{m}$  y un tamaño máximo de 508.0  $\mu\text{m}$  (ASTM No. 1 ALA\* 00) cuando el diámetro límite especificado es de 127.0  $\mu\text{m}$  (ASTM No. 3) o más fino. Se realizó un corte transversal para observar el tamaño de grano al interior de la pieza, los resultados se muestran en la Figura 1.2

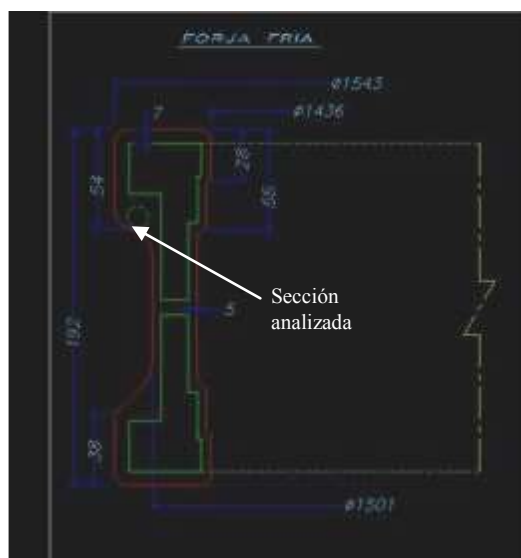


Figura 1.1. Dibujo de la sección transversal del anillo de forja

Este problema no se había presentado anteriormente y se consideró que se debió a que estas piezas se les corrigió dimensionalmente mediante una expansión en frío aproximadamente de 10% de reducción de área a la cual le siguió un tratamiento para quitar esfuerzos residuales a una temperatura de 1177°C la cual es más alta que la temperatura de rolado.

---

\* ALA Significa Tan Grande Como (As Large As)

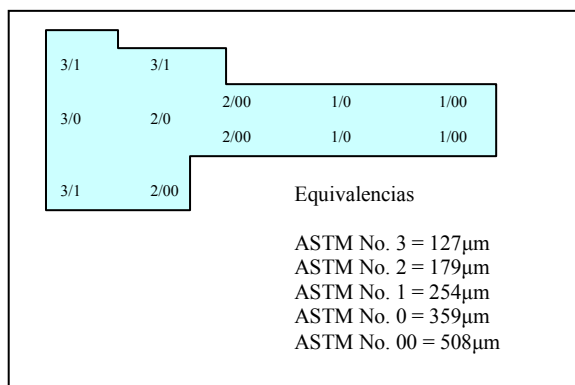


Figura 1.2 Dibujo que representa los tamaños de grano encontrados en la sección transversal de la pieza con el problema de crecimiento anormal

Se considera que esta deformación provocó una mayor densidad de dislocaciones la cual al momento de ser tratada a altas temperatura resultó en una excesiva recrystalización y crecimiento de grano [1]. Lo anterior se propone debido a que un anillo de prueba fue sometido a corrección dimensional y posteriormente fue analizada sin realizar el tratamiento térmico para reducir esfuerzos residuales, en este se obtuvo una microestructura uniforme con un diámetro de grano de 63.5μm (ASTM No. 5). La Figura 1.3 muestra el diagrama de flujo del proceso y microestructura donde se aprecia el refinamiento de grano.

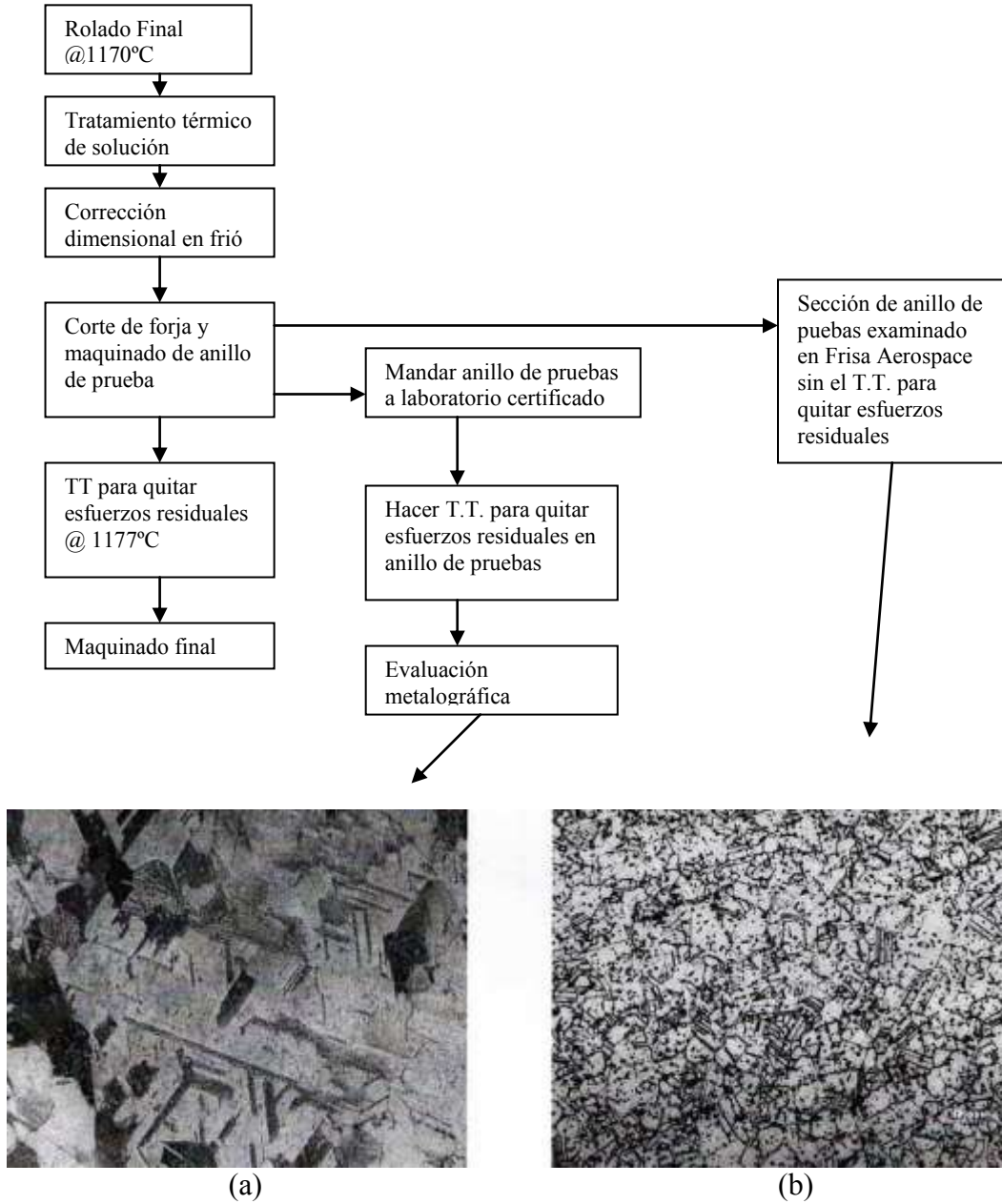


Figura 1.3 Diagrama de flujo de la parte del proceso que se cree que provocó el crecimiento anormal de grano. Microestructura de pieza con tamaño de grano anormal (a). Microestructura con diámetro promedio de grano de  $63.5 \mu\text{m}$  (b).

## 1.2 OBJETIVO e HIPÓTESIS.

Ampliar el conocimiento del comportamiento microestructural de la superaleación H-230 y realizar una evaluación inicial que permita ayudar a determinar el mecanismo de crecimiento anormal de grano.

Determinar si una vez realizado el trabajo mecánico a temperatura ambiente se puede tratar térmicamente al material a temperaturas por debajo de 1170°C para evitar que el tamaño de grano no cumpla la especificación.

HIPÓTESIS: La presencia y morfología de los precipitados de carburo en la frontera de grano, son determinantes para evitar el crecimiento anormal de grano en la superaleación H-230.

## 1.3 JUSTIFICACIÓN.

El énfasis del gobierno federal para atraer nuevas empresas del ramo aeroespacial y que las ya existentes en México cumplan con regulaciones internacionales, obedece a que se desea convertir al país en un productor y exportador para esta industria a escala mundial. El estado de Nuevo León desea desarrollar este campo en la entidad, para esto es necesario, entre otras cosas un impulso en el conocimiento de este. En la medida en que el país y las entidades federativas sean capaces de ofrecer conocimiento tecnológico en la manufactura y comportamiento de los materiales utilizados para esta industria, estas empresas podrán consolidarse en el territorio nacional.

En cuanto a los beneficios que le aportará este estudio a la industria fabricante de componentes para turbinas se cuentan: conocer el intervalo de temperatura más adecuada para trabajar la aleación H-230, configurar el proceso de manufactura para reducir los tiempos de entrega, aumentar la capacidad de producción y finalmente; al

conocer el mecanismo por el cual se da un crecimiento de grano excesivo se puede extrapolar este conocimiento a aleaciones de características similares.

#### 1.4 TERMINOS Y DEFINICIONES.

CGDS	Grano columnar producido por solidificación direccional. ( <i>Columnar grain directional solidification</i> )
DTA	Análisis térmico diferencial. ( <i>Differential thermal analysis</i> )
EDS	Espectrometría de dispersión de electrones. ( <i>Energy dispersive spectroscopy</i> )
Fases secundarias o dispersores	Fase constituyente que evoluciona a partir de la precipitación de una solución sólida [2].
FCC	Estructura cristalina cúbica centrada en las caras. ( <i>Face cubic centered</i> )
Liquidus	Línea (en sistemas binarios) o plano (en ternarios) de temperaturas de solidificación de una composición química determinada de una fase líquida en equilibrio con fases sólidas en un sistema [2].
Maclas	Parte de un grano o un monocristal en el cual la orientación de la celda unitaria se puede describir como un reflejo de espejo de la celda unitaria de otra celda unitaria en un plano definido [2].



ODS	Endurecimiento por óxidos dispersos. ( <i>Oxide dispersed strengthen</i> )
P/M	Metalurgia de polvos. ( <i>Powder Metallurgy</i> )
SEM	Microscopía electrónica de barrido. ( <i>Scanning electronic microscopy</i> )
SCDS	Monocristal producido por solidificación direccional. ( <i>Single crystal directional solidification</i> )
Solidus	Línea (en sistemas binarios) o plano (en ternarios) de temperaturas de fundición de una composición química determinada de una fase sólida en equilibrio con la fase líquida en un sistema [2].
Solución sólida	Fase en la cual el rango de concentración incluye al menos un componente puro. Puede ser sustitucional, intersticial y también aleatoria o ordenada [2].
Solvus	Línea (en sistemas binarios) o plano (en ternarios) de composiciones químicas de una solución sólida en equilibrio con otra solución sólida [2].
TEM	Microscopía electrónica de transmisión. ( <i>Transmission electron microscopy</i> )
Termofluencia	Deformación plástica resultante de un esfuerzo mecánico inferior al de cedencia a

	una temperatura constante durante un periodo de tiempo [2].
VAR	Segunda fusión por arco eléctrico al vacío ( <i>Vacuum arc re-melting</i> )
$\gamma$	Fase austenítica gama
$\gamma'$	Fase gama prima $\text{Ni}_3\text{Al}$ o $\text{Ni}_3\text{Ti}$

## 1.5 RETOS DE LA INVESTIGACIÓN.

El crecimiento anormal de grano en las superaleaciones base níquel es un problema de producción común. En la literatura no se reporta una forma concreta y efectiva para resolverlo. Hasta el momento existen algunas teorías que tratan de explicar este fenómeno, pero ninguna ha sido realmente comprobada.

Una limitante de este estudio es la poca información de procesos de fabricación de estas superaleaciones; los fabricantes de estas aleaciones y las empresas dedicadas a la transformación de estos materiales en productos para la industria aeronáutica guardan “el secreto” para tener una ventaja con respecto a sus competidores.

En esta investigación se simulará la corrección dimensional del proceso mediante ensayos de compresión a probetas cilíndricas. Los porcentajes de deformación serán similares a los que se llevan a cabo en la práctica. También se explorarán diferentes temperaturas a las cuales se pueda realizar el tratamiento térmico y lograr la microestructura deseada. Se hace uso de la microscopía óptica con la finalidad de estudiar y analizar el comportamiento del tamaño de grano y la evolución de la microestructura a lo largo de las diferentes condiciones de trabajo. También se presenta un monitoreo y análisis de las durezas Vickers. Se hace uso de la microscopía electrónica de barrido para tratar de explicar de forma detallada los cambios microestructurales que se están presentando en el material expuesto a experimentación.

# CAPÍTULO 2

## SUPERALEACIONES BASE NIQUEL.

### 2.1 HISTORIA

La historia de las superaleaciones esta íntimamente ligada con la de las turbinas a gas y la necesidad de hacerlas más eficientes por medio del incremento en la temperatura de operación. Las primeras turbinas de vapor aparecieron en el siglo XVII; para 1904 se usaban turbinas a gas para la generación de energía en Europa.

En 1905 los Estados Unidos comenzó a trabajar en los turbo-super-cargadores antes de que se dieran cuenta del desarrollo que estos tendrían en la aviación, este trabajo (en super cargadores impulsados por gases de combustión) exigía una mejora en las aleaciones utilizadas.

El desarrollo de la turbina a gas para aviones se dio por tres factores decisivos: el primero de esos factores fue que en esa época los avances en la teoría aerodinámica permitieron a los diseñadores darse cuenta que el arrastre turbulento desaprovechado era de dos tercios de la potencia que se generaba en la flecha de un avión que se impulsaba

en forma convencional; el segundo está relacionado con la teoría de alabes de Prandtl que incorporaba el concepto de empuje aplicado a los compresores axiales y turbinas; por último, el tercer factor se debió al entendimiento de que una fuerza supersónica no permitiría a un avión impulsado por hélices viajar a 640 kilómetros por hora. Desde ese momento hasta ahora el progreso en la propulsión de aviones y también de turbinas de potencia ha crecido en importancia y con esto también la necesidad de incrementar la resistencia a la alta temperatura de las aleaciones.

Con el descubrimiento del acero inoxidable austenítico entre 1910 y 1915, la fase  $\gamma$  (FCC) se convirtió en la base en donde las superaleaciones se desarrollaron. Sin embargo, en ese tiempo las aleaciones para los tubo-super-cargadores se realizaba mediante el endurecimiento de aceros.

De manera simultanea en 1929 Bedford y Pilling (juntos) y Merica (en forma autónoma) adicionaron titanio y aluminio a la muy bien conocida aleación 80% Ni-20% Cr (para ese entonces), el resultado fue el incremento en las propiedades de termofluencia. Casualmente el desarrollo de las superaleaciones iba a la par del desarrollo de la turbina a gas, fue hasta 1940 que Bradley y Taylor se dieron cuenta de los precipitados  $\gamma'$  [3].

Durante el periodo comprendido entre las décadas de los cuarentas y los sesentas se realizaron avances substanciales en el campo de las superaleaciones; con la aparición de las turbinas para aviones también se presentó la necesidad de metales que soportaran altas temperaturas y tuvieran una resistencia adecuada.

Las superaleaciones base Hierro-Níquel fueron desarrolladas en gran medida como forjas, se inventaron nuevas superaleaciones base Cobalto mientras las de Níquel, tanto las forjadas como vaciadas, dominaron el mercado para las aplicaciones críticas en donde la resistencia mecánica fue el principal objetivo.

El desarrollo de la tecnología de vacío para fundición de superaleaciones limitó la presencia de oxígeno y nitrógeno que a su vez promovió la adición del Titanio y Aluminio los cuales tienen un efecto endurecedor. Fue el desarrollo de esta tecnología lo que permitió a la aleación Waspaloy ya existente en el mercado (1953) obtener una considerable resistencia mecánica. Este comportamiento se observa en la Figura 2.1

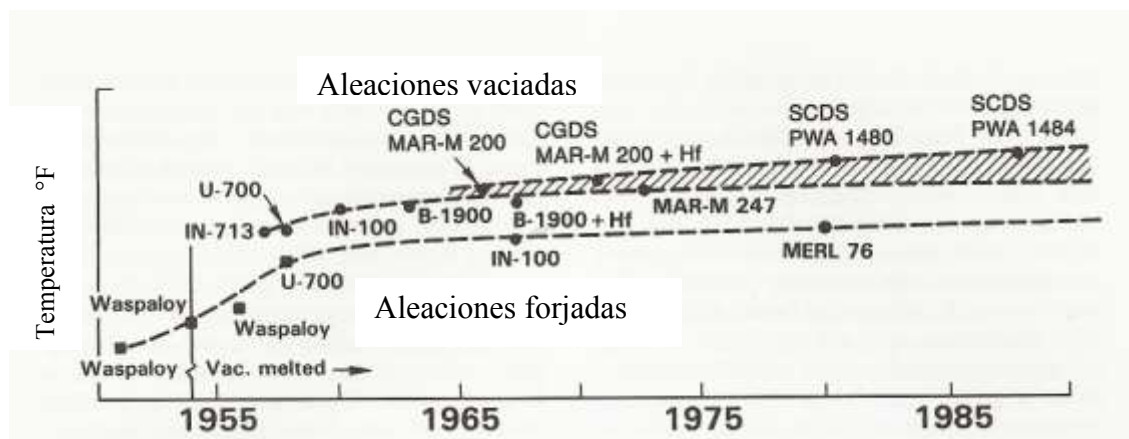


Figura 2.1 Capacidad de termo-resistencia de súper-aleaciones base níquel en función de su año de aparición [3]

A mediados de la década de los años cincuenta las superaleaciones base cobalto se seguían utilizando en las turbinas como propelas y las placas de este mismo material estaban disponibles pero para esos años ya era claro que las superaleaciones base níquel superaban las capacidades de termofluencia en comparación a las de cobalto, la investigación del endurecimiento por los precipitados  $\gamma'$  (Al, Ti) $\text{Ni}_3$  en las superaleaciones base níquel se volvieron muy intensas lo que permitió avances importantes en esa época.

En la Figura 2.1 se observa que la curva de crecimiento la superaleación U-700 llegó a un máximo y a partir de este momento la pendiente ascendente de termo-resistencia se nivela. También se aprecia que las aleaciones vaciadas como IN-713 y U-700 dieron un salto discreto en su capacidad; para mediados de la década de los sesenta las superaleaciones base níquel se establecieron como el material ideal para la

fabricación de propelas para la cámara de alta compresión de la turbina a gas en donde están sometidas a altas presiones y altas temperaturas.

Mientras que a principios 1960 las piezas fundidas con IN-100 y MARM-200 ya estaban disponibles, la tendencia de utilizar las superaleaciones base níquel en propelas de alta presión ya tenía algunos años llevándose a cabo en turbinas a gas. Paralelamente a este desarrollo comercial, la tecnología de solidificación direccionada empezaba a producir granos columnares *CGDS* (estructura columnar por solidificación asistida) para motores militares. Cientos de aleaciones con diferentes composiciones fueron probadas y traídas al mercado. El desarrollo de aleaciones comerciales fue sostenido por el gobierno de los Estados Unidos a través de la milicia, la agencia espacial y los fabricantes de turbinas. Para finales del periodo comprendido por la década de los sesenta a los ochenta, no solo existía solidificación columnar operando en turbinas si no también se producían mono cristales con la técnica de solidificación direccional *SCDS*. La Figura 2.2 ilustra la capacidad en el intervalo de termo-resistencia que dio con esta nueva tecnología

Un punto esencial que hay que notar en la Figura 2.1 es que el crecimiento de la línea para aleaciones fundidas se volvió mucho menos pronunciado de lo que se preveía inicialmente. De hecho, el crecimiento de la línea para fundiciones no es muy diferente al de las piezas forjadas, con el incremento inicial y sustancial de la termo-resistencia pero que tenía un tenue incremento entre ellas.

Otra característica del periodo comprendido entre los 60's y 80's fue la tendencia a convertir aleaciones usadas para fundiciones en productos forjados. El IN-100 que era inicialmente para procesos de fundición fue adaptado para forja usando metalurgia de polvos (*P/M*) para producir discos para cámaras de alta presión de turbinas. Variaciones de la aleación B-1900 (para fundición) fueron forjadas a principios de los 60's para producir alabes que remplazaran los fabricados por fundición, pero esta práctica fue abandonada debido a que las propiedades de un alabe forjado son mucho menores que las de uno fabricado en forma de mono cristal.

En el comienzo de los 20 años finales del siglo pasado la segunda generación de superaleaciones para producir mono-cristales empezaron a estar disponibles para desafiar a las aleaciones de primera generación. Para 1990 la segunda generación de *SCDS* ya eran comúnmente usadas en turbinas. La descripción de la tercera generación de estas *SCDS* es muy tenue debido a que el comportamiento de la aleación es modificado por un incremento abrupto de Renio el cual pasó de 0% en la primera generación a 3% en la segunda y 6% en la tercera de superaleaciones base níquel. Esta última generación de *SCDS* tienen algunas ventajas pero la capacidad de soportar altas temperaturas no es muy grande comparada con la de la primera y segunda generación.

Desde los años sesentas a la actualidad se ha visto la necesidad de proteger la superficie de los componentes de la degradación de ambientes gaseosos y corrosivos; se han aplicado películas de compuestos de aluminio (Fe, Ni, Co) AlY mediante difusión y se han producido recubrimientos para uso comercial. Una ventaja de la aplicación de estos recubrimientos es el incremento de la vida útil de algunos componentes a la temperatura de operación de la turbina, así como la minimización del ataque oxidante en caliente.

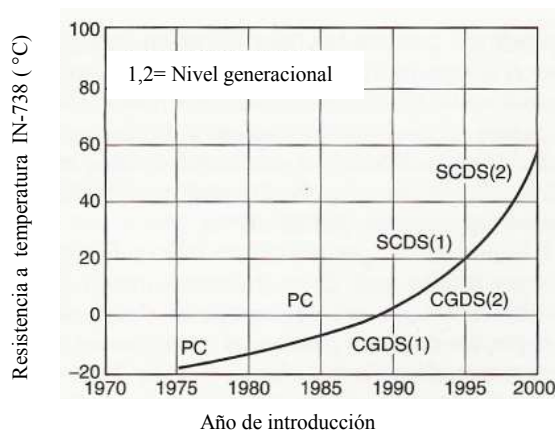
Desafortunadamente, es difícil graficar el incremento en las propiedades termomecánicas debido a que los recubrimientos dependen del sustrato al que se adhieren, el proceso de recubrimiento y el ambiente al cual operan.

## 2.2 SITUACIÓN ACTUAL DE LAS TURBINAS PARA LA GENERACIÓN DE ENERGÍA.

Durante los pasados 20 años se hicieron esfuerzos en la segunda generación de aleaciones *SCSD* que desembocaron en su introducción en el mercado de las turbinas para aviones. Actualmente la tecnología de vaciado a la cera perdida utilizada en la industria aeroespacial para producir propelas más resistentes al calor y a la oxidación,

las cuales son usadas en las turbinas para aviones se está utilizando ahora en piezas en las turbinas en tierra para la generación de energía.

Las turbinas para generación de energía utilizan alabes y discos marcadamente más grandes que los que se usan en la industria aeroespacial. Así, el tamaño de estos componentes desafía los métodos de producción existentes. Tomando como referencia el año de 1980 y la superaleación IN-738, los avances para las turbinas terrestres a gas fueron obtenidos mediante la aplicación de superaleaciones base níquel procesadas mediante la tecnología de solidificación direccional. Por ejemplo, primero se produjeron alabes de IN-792 por *CGDS* y después en forma monocristalina en los tamaños requeridos para las turbinas de generación de energía. La Figura 2.2 muestra una representación del incremento en la resistencia termomecánica para las turbinas en tierra con respecto a su aparición.



**Figura 2.2** Incremento en resistencia termo-mecánica de la fundición de súper-aleación base níquel IN-738 utilizada para la fabricación de propelas en turbinas para la generación de energía eléctrica. Se muestran los avances en fundiciones policristalinas (PC), Solidificación columnar direccional (CGDS) y Solidificación de mono cristal Direccional (SCDS) [3].

Se deseaba producir anillos y flechas forjadas de la súper-aleación IN-718 (la más utilizada para fabricar turbinas de avión) pero solo se pudieron fabricar piezas con un tamaño máximo de 20 pulgadas de diámetro. Es de esta manera que las turbinas grandes para generación de energía siguen usando flechas de acero en muchos de los casos, en algunos casos la aleación IN-706 (la cual tiene un menor problema de segregación que la



IN-718) puede ser más fácilmente producida en diámetros más grandes. A comienzos de este siglo las técnicas mejoradas de segunda fusión por arco eléctrico al vacío *VAR* y un control estricto en la composición química de las aleaciones han hecho posible producir lingotes de materia prima de IN-718 de un diámetro de hasta 30 pulgadas dando como resultado la capacidad de fabricar los discos a los tamaños requeridos para la industria de generación de energía. Aún en nuestros días se buscan superaleaciones avanzadas para turbinas de generación de energía. Nuevas aleaciones con mejores propiedades están siendo desarrolladas, por ejemplo la superaleación base níquel U-720 la cual se utilizaba para fabricar piezas fundidas y forjadas evolucionó como un material para la fabricación de discos.

Las reducciones en el contenido de cromo (para evitar la formación de fases  $\sigma$ ) y en los elementos que usualmente se encuentran en poca cantidad (carbono y boro para reducir la formación de aglomerados de carburos, boruros o carbonitruros) dieron lugar a la aleación conocida como U-720LI, esta última y la U-720 han sido de especial interés para la fabricación de turbinas de generación de energía.

## 2.3 PROGRESO DE LAS SUPERALEACIONES

A continuación se hace un listado de la evolución hechos a los componentes fabricados con estos materiales:

- Las súper-aleaciones base níquel pueden utilizarse a una fracción mayor de su punto absoluto de fusión comparado con otras aleaciones.
- Incremento en las propiedades termo-mecánicas (basándose en el criterio de la termofluencia) en 250° C desde 1940, estas propiedades incrementan entre 15 y 30° C por cada nueva aleación que es puesta en el mercado.
- Se ha incrementado el uso de materiales críticos (y costosos) como el Rutenio y Tántalo.
- Se ha reducido la facilidad de forjar y/o formar estos materiales.

- Se ha incrementado la resistencia a la oxidación.
- Se ha reducido la resistencia a la corrosión en caliente.
- Se ha incrementado la dependencia en recubrimientos para proteger de la corrosión.
- Dependencia parcial en recubrimientos que funciones como barreras protectoras contra las altas temperatura.
- Se ha incrementado la complejidad de manufactura debido en parte a la complejidad de la pieza.
- Incremento de costos.
- Mejor tecnología de fundición al vacío, muy buena tecnología de vaciado a la cera perdida, tecnología de recubrimiento por plasma y deposición de haz de electrones y fabricación de piezas por metalurgia de polvos.

La mayoría de estas evoluciones en las superaleaciones representan bondades para el diseñador, pero algunos factores especialmente el mayor costo y la mayor complejidad de manufactura no son deseables.

### 2.3.1 EL SIGLO XXI

Dejando a un lado las superaleaciones fabricadas por fundición, forja o metalurgia de polvos, se han explorado nuevas clases de superaleaciones; estos nuevos materiales han tenido poco éxito, a continuación algunos de estos casos.

Hace años se anunciaba que las superaleaciones reforzadas con fibras serían un gran avance tecnológico pero estas no han tenido un gran desarrollo comercial. Las superaleaciones endurecidas por dispersión de óxidos *ODS* han alcanzado una aplicación muy limitada en turbinas aéreas, el problema principal de estas aleaciones es que son complejas de fabricar y son difíciles para la manufactura de alabes que tengan la suficiente fuerza en el área de sujeción. También las *ODS* tienen una resistencia mecánica que no es duradera, lo que las hacen inadecuadas para aplicaciones en alabes.

Las ventajas de estas aleaciones es que tienen muy altos puntos de fusión, excelente resistencia a la termo-fluencia a altas temperaturas y una muy buena resistencia a la oxidación. Entonces las aleaciones endurecidas por dispersión de óxidos encuentran aplicaciones en ventiladores para turbinas de aviones militares en donde las propiedades de resistencia mecánica de corta duración no importan demasiado. En resumen; los altos costos, la anisotropía inducida al material al momento de proceso y la incapacidad de manufacturar formas complejas (requeridas para bajar las temperaturas en algunas piezas) hacen difícil la implementación generalizada de las superaleaciones *ODS*.

### 2.3.2 MODELADO DE PROCESOS.

Uno de los desarrollos más importantes de los años noventas y que sin duda seguirá tomando importancia en la actualidad es el modelado de procesos en computadora. Sus aplicaciones comprenden el comportamiento de solidificación de lingotes masivos (70cm de diámetro), modelaciones de manufactura de alabes para turbinas de alta presión, procesos de forja y consolidación de metalurgia de polvos entre otras aplicaciones. Por ejemplo se ha simulado el comportamiento de solidificación y de deformación de lingotes de segunda fusión de IN-718, para esto se ha tenido que obtener los parámetros adecuados del material y del proceso. Mediante estas modelaciones de puede obtener:

- Estructura del grano
- Tamaño de grano
- Espaciamiento entre fases
- Transiciones estructurales
- Defectos de micro segregación
- Fases secundarias (Laves,  $\sigma$ ,  $\mu$ )

También se han obtenido resultados del modelado de vaciado a la cera perdida de superaleaciones base níquel, desarrollos parecidos se han hecho con modelación en

elemento finito para predecir la variación en el tamaño de grano en los procesos de laminación de los lingotes. Se han desarrollado programas para predecir las características de las aleaciones base níquel, como predecir las temperaturas de *liquidus* y *solidus* y del precipitado  $\gamma'$ .

La habilidad de determinar con gran exactitud el rango de temperatura en las cuales una alta fracción volumétrica de  $\gamma'$  se puede tratar térmicamente, es una importante aplicación para las superaleaciones destinadas a la fabricación de piezas monocristalinas. La modelación de la cinética de solidificación y la respuesta micro estructural a procesos termomecánicos es muy probable.

Aún se necesita desarrollar mejores modelos, y se necesita invertir en la investigación de las propiedades de los materiales base, especialmente en la evaluación de las secciones transversales de los lingotes y componentes. De cumplir estos requerimientos, ellos podrían actuar de manera poderosa para la expansión de la modelación de procesos. Los diseñadores del programa que predice el tamaño de grano resultante en el laminado del IN-718 sugieren que las simulaciones pueden permitir desarrollos futuros para un proceso de producción más confiable y más económico.

### 2.3.3 PREDICCIONES PARA EL FUTURO.

El desarrollo de nuevos procesos es esencial para el mejoramiento y crecimiento de las superaleaciones. En retrospectiva, el éxito de las empresas de forja y fundición de este tipo de metales y el crecimiento en el uso de alabes para turbinas de alta compresión se ha debido, casi en su totalidad, a mejoras en los procesos. Es cierto que muchas aleaciones se han inventado durante los últimos 40 años, pero la capacidad de desarrollar superaleaciones con mayor resistencia ha sido el resultado de la aplicación de mejores técnicas de procesamiento.

La adición de nuevos elementos y el aumento en sus porcentajes no es muy factible, pero el desarrollo en el proceso de *investment-casting* seguirá aumentando la calidad del producto y la velocidad de fabricación, los costos de este método se verán disminuidos por el mayor uso de la técnica de prototipos rápidos. Se incrementará la atención a la fabricación de secciones vaciadas ultra delgadas y con formas con muchos detalles. Las piezas de tamaño mediano que para finales del siglo pasado se fabricaban de combinaciones de partes forjadas y fundidas, se fabricarán de una sola unidad fundida, lo que permitirá disminuir los costos en un 50 u 80 por ciento. También existe la posibilidad de la aceptación comercial del concepto de estructuras  $\gamma'$  entrelazadas, aquí una pequeña explicación: en las aleaciones mono cristalinas los precipitados  $\gamma'$  se alinean dentro del grano cuando son sometidos a esfuerzos, cuando se aplican fuerzas a temperaturas elevadas los precipitados  $\gamma'$  (cubos o esferas) tienden a formar estructuras parecidas a una balsa plana hecha con troncos entrelazados. Durante la deformación por termofluencia se pueden promover varias morfologías de los precipitados  $\gamma'$  los cuales pueden tener la forma de barras o placas dependiendo de la orientación cristalográfica, la diferencia de uniones de los parámetros de red, el módulo elástico y el modo de esfuerzos (compresión o tensión).

La mayoría de las fundiciones de aleaciones *SCDS* tienen una orientación  $\langle 001 \rangle$ , esta orientación sumada a altas temperaturas cuando ocurre la termofluencia (*creep*) promueve que los precipitados  $\gamma'$  formen placas perpendiculares al eje del esfuerzo de tensión o paralelos al eje del esfuerzo de compresión. El entrelazamiento ocurre como producto de un proceso de aglomeración y una vez formado, parece ser estable durante toda la duración de la prueba de *creep*. Este entrelazamiento y su interfase se opone a la deformación por termofluencia porque hace que las dislocaciones tengan una mayor dificultad para pasar. La dificultad en la aplicación de esta técnica recae en la geometría del componente y en los largos tiempos de pre-tratamientos necesarios para un entrelazamiento efectivo. Para la aceptación comercial de esta técnica se debe efectuar una metodología de tratamiento térmico bajo carga que ofrezca una mejor relación costo-beneficio que las técnicas comerciales actuales.

Los fabricantes de superaleaciones continuarán con la tendencia de hacer lingotes con mayor calidad y de mayores dimensiones para la fabricación de discos forjados utilizados para turbinas de generación de potencia. A diferencia de las aleaciones vaciadas policristalinas y de las columnares, algunas aleaciones mono cristalinas fabricadas por solidificación direccional han incrementado su temperatura máxima de operación pero esta no se estima que sea muy diferente a las que se tenían en los años ochentas; tampoco se estima que la temperatura de operación de los discos cambie drásticamente, pero se espera que las propiedades mecánicas se incrementen en la medida en que los defectos desaparecen y se desarrollen microestructuras tolerantes a daños.

Los vaciados estructurales grandes continuarán pero es poco probable que otras aleaciones sean usadas para este motivo, el IN-718 seguirá siendo la aleación más usada para la fabricación de forjas y para piezas fundidas grandes. Se continuarán evaluando nuevas aleaciones para alabes de turbinas aéreas en turbinas terrestres, especialmente las base níquel. Sin embargo el costo de evaluar una aleación y traerla a producción para turbinas de generación de potencia seguirá costando millones de dólares por cada aleación y no será redituable adoptar nuevas aleaciones debido al costo de invención y desarrollo de procesos para esa aleación. Como muestra de esto, actualmente las aleaciones usadas para ventiladores y alabes de turbinas se pueden contar con los dedos de la mano.

Para ciertas aplicaciones la degradación de la superficie de los alabes continuará siendo un problema, un potencial de solución se encuentra en el mejoramiento de los recubrimientos. Una mejora en el proceso de deposición existente de recubrimientos haría bajar los costos y mejorar las propiedades. Recubrimientos a la medida para diferentes substratos de superaleación podrían traer mejoras. Debido a la preocupación de ahorro de energía se harán más esfuerzos para reciclar e incrementar que el porcentaje de desperdicios de una aleación vaya a la fundición de su misma aleación, esto pondrá más presión en los fabricantes de aleaciones los cuales se verán forzados a incrementar la calidad de sus productos [3].

## CAPÍTULO 3

# TRATAMIENTO TERMOMECAÁNICO DE SUPERALECCIONES BASE NÍQUEL.

### 3.1 TRATAMIENTOS TÉRMICOS.

Una definición general de tratamiento térmico puede enunciarse como: el calentamiento y enfriamiento de un material con el propósito de mejorar su desempeño en circunstancias dadas y obtener las propiedades mecánicas deseadas. Esto se logra mediante un cambio en el estado de esfuerzos residuales o mediante un cambio en su microestructura. Este proceso térmico se divide en dos; para endurecer o para no endurecer el material. Dentro de los tratamientos térmicos para no endurecer más comunes se encuentran el tratamiento de relevado de esfuerzos o también llamado recuperación y el recocido [4].

Como sucede con otras aleaciones, algunas superaleaciones también se pueden endurecer y en ocasiones se les hacen tratamientos para liberación de esfuerzos residuales y homogenizar la microestructura.

### 3.1.1 RELEVADO DE ESFUERZOS.

Los esfuerzos residuales ocurren como resultado de deformación heterogénea o no uniforme del material, esta deformación se puede deber a procesos mecánicos como rolado, forjado, doblado, maquinado; también se pueden formar como resultado de efectos térmicos como corte con soplete, tratamiento para endurecer, soldado, templado, etc.

Los esfuerzos residuales son dañinos para el correcto desempeño del material, si estos esfuerzos son lo suficientemente grandes pueden provocar grietas en el momento en que se generan o después de otro método de manufactura; también pueden disminuir la cantidad de esfuerzo que se puede aplicar a una pieza y propagar grietas que disminuirían la vida de servicio de un componente u estructura.

El tratamiento de relevado de estos esfuerzos consiste en el calentamiento uniforme de una estructura o componente a una temperatura adecuada por debajo de la temperatura de recristalización, sosteniendo esta temperatura por cierto tiempo y enfriando uniformemente pues si este último paso no es uniforme para todas las secciones de la pieza, entonces se formarán nuevos esfuerzos residuales. El proceso debe ser diseñado para quitar estos esfuerzos sin que ocurran cambios mayores en la estructura ni en las propiedades del material. A este proceso también se le conoce como recuperación, ya que hace alusión a la recuperación que ocurre después que un material ha sido deformado en frío y sometido a cierta temperatura en tratamiento térmico. Cuando el material ha sido deformado (especialmente en frío) la densidad de dislocaciones aumenta; cuando se dice que un metal se ha recuperado, esta densidad de dislocaciones disminuye debido a que estas se reacomodan para formar subgranos, en



este reacondicionado las propiedades mecánicas de dureza y esfuerzo a la cedencia no experimentan cambios significativos [4].

Si hablamos de este tratamiento en superaleaciones base níquel, generalmente se tratan las piezas forjadas de aleaciones que son endurecidas por solución sólida, es decir que no son endurecidas por precipitados  $\gamma'$  y  $\gamma''$ .

Los materiales resistentes a la termofluencia, como las superaleaciones base níquel que contienen segundas fases  $\gamma'$  y  $\gamma''$  intencionalmente para retardar el movimiento de las dislocaciones necesitan, temperaturas más altas para lograr eliminar los esfuerzos residuales puesto que estos precipitados requieren altas temperaturas para ser disueltos. En la literatura se encuentra que para algunas superaleaciones el tratamiento de relevación de esfuerzos se hace a la misma temperatura que el recocido, esto debido a que algunas aleaciones envejecen con temperaturas más bajas.

Generalmente las superaleaciones se tienen que enfriar de una manera muy rápida (después del tratamiento de recocido o de relevado de esfuerzos) para lograr una dureza mínima, pues de esta manera se previene la precipitación de las fases que endurecen al material y dificultan su procesamiento subsiguiente. Algo que también se recomienda en la literatura [5] es que el tiempo de duración del tratamiento debe ser mínimo para evitar el crecimiento de grano.

El fabricante Haynes Int. menciona en su ficha técnica [6] para la aleación H-230 que todas las partes trabajadas en caliente o en frío deben someterse a un tratamiento de recocido seguido de un enfriamiento rápido para restablecer el mejor balance en las propiedades del material, también recomienda que la temperatura de recocido sea la misma que la de solución la cual es de 1177°C y mencionan que bajar esta temperatura produciría la precipitación de carburos que afectarían la resistencia mecánica del material y su ductilidad. En su ficha, el fabricante no menciona nada del tratamiento de relevado de esfuerzos, de la temperatura a la cual se recomienda hacer este tratamiento ni del tiempo necesario.

### 3.1.2 RECOCIDO.

Este tratamiento térmico está diseñado para incrementar la ductilidad con la finalidad de facilitar la deformación y el maquinado, también se usa para preparar al material para ser soldado o para ser tratado después de que ha sido soldado y para producir algunas micro estructuras deseadas.

Para los aceros convencionales existen varios tipos de recocido dependiendo de la temperatura a la cual se llevan a cabo; recocido subcrítico, intercrítico y total. Cuando hablamos de superaleaciones el tratamiento de recocido se refiere a mantener la aleación a una temperatura más alta que la crítica para obtener una austenización máxima y poner en solución sólida el mayor porcentaje de elementos aleantes.

Este tratamiento provoca la recrystalización de los granos que fueron sometidos a deformación. Si el material ha sido sometido a una deformación en frío la probabilidad de este cambio en morfología de granos alargados a equiaxiales es mucho mayor comparada con la que se esperaría cuando el material fue deformado en caliente, pero sin duda, la dureza al final el tratamiento será menor a la inicial.

En las superaleaciones base níquel que se comercializan para ser forjadas, como el caso de la H-230, se agrega boro y carbono en poco porcentaje para lograr un reforzamiento de la frontera de grano. Se ha observado que el efecto de anclaje de estas partículas es benéfico para evitar el crecimiento excesivo del grano recrystalizado [7].

También durante el recocido existe el riesgo de que los precipitados que estén presentes en el material crezcan en tamaño siempre y cuando la temperatura en la que estos se disuelven sea mayor a la que se aplica en el tratamiento. Este crecimiento se debe a que el gradiente de potencial químico asociado con una interfase curva es tal que, debido a fluctuaciones térmicas los precipitados grandes tienden a crecer mientras los más pequeños se disuelven; esto provoca una disminución en el número de partículas. En el caso de las superaleaciones, el crecimiento de  $\gamma'$  tiene que ver con el intercambio

entre los átomos en solución de los precipitados y los de la matriz. Esta difusión puede ser retardada por aglomeraciones de precipitados o su ordenamiento y puede ser acelerada por dislocaciones. Estas dislocaciones también tienden a orientar el crecimiento de  $\gamma'$  debido a que participan como rutas cortas de difusión.

Mientras se mantiene el material a cierta temperatura no solo ocurre un crecimiento en el tamaño de las partículas precipitadas sino que también en su morfología. Los precipitados en forma cúbica tienden a agruparse en cadenas cortas de aproximadamente 10, los cuales seguirán creciendo juntos. Si las condiciones de temperatura y tiempo son suficientemente extensas se puede perder la coherencia distintiva de los precipitados con la matriz austenítica de las superaleaciones [8].

### 3.1.3 SOLUCIÓN u HOMOGENIZACIÓN

Este tratamiento tiene como propósito uniformizar al material y disolver fases secundarias. También se usa como preparación al proceso de envejecimiento con el cual se logra una mayor dureza en aleaciones tratables térmicamente. Debe llevarse a cabo por encima de la temperatura de solvus de los precipitados  $\gamma'$  para que estos se puedan poner en solución. Este tratamiento también ayuda a disolver la fase eutéctica  $\gamma/\gamma'$ , la cual disminuye la resistencia mecánica y la ductilidad del material y disminuye la segregación de elementos químicos en la aleación.

En muchos casos la temperatura de solidus en superaleaciones policristalinas está por debajo de la temperatura de solvus de  $\gamma'$  lo que impide la completa disolución de estos precipitados durante los tratamientos de solución.

La superaleación Haynes 230 tiene un valor nominal 14 % en peso de tungsteno y 2% de molibdeno. Estos elementos confieren propiedades de alta resistencia a la temperatura, alta resistencia al *creep*, lo endurece por medio de solución sólida y

disminuye las velocidades de difusión. Las aleaciones con estos elementos requieren temperaturas y tiempos mayores en los tratamientos térmicos de solución [9].

Cabe mencionar que el fabricante Haynes Int., en su folleto informativo menciona que tratamiento de solución-recocido de la H-230 se debe llevar a cabo a una temperatura entre 1177°C a 1246°C y que el material funde en un rango de 1301°C a 1371°C [6].

En la aleación de tercera generación base níquel CMSX-10 con la cual se fabrican alabes monocristalinos por solidificación direccional y la cual tiene un alto contenido (20% en peso) de elementos resistentes al calor, tales como tungsteno, renio, molibdeno y tántalo; se han realizado investigaciones para intentar reducir los tiempos y temperaturas de tratamiento térmico de solución, puesto que para lograr una estructura homogénea estos procesos pueden requerir hasta 45 horas. Se ha encontrado que la temperatura de  $\gamma'$ -solvus se encuentra a un valor teórico obtenido por análisis térmico diferencial (DTA) de 1330°C mientras que experimentalmente, es decir por análisis metalográfico de fases se determinó que dicha temperatura era de 1340°C. Una permanencia de 2 horas era suficiente para disolver casi en su totalidad los precipitados  $\gamma'$  y la fase eutéctica  $\gamma/\gamma'$ . Otra conclusión fue que el tungsteno y el renio no parecen homogenizarse hasta que se alcanza una temperatura mayor a 1360°C, el problema con estos elementos es que una segregación residual provoca inestabilidad de la microestructura que posteriormente origina la formación de fases  $\sigma$  y P, las cuales tienen un efecto negativo en las propiedades del material [9].

En un experimento similar pero realizado solamente para conocer la temperatura  $\gamma'$ -solvus [10] en la aleación NIMONIC 80A y la muy popular Waspaloy (las cuales se usan principalmente para fabricación de forjas) se encontró que por medio de análisis termo diferencial DTA estas temperaturas fueron de 1050°C para Waspaloy y de 995°C para la NIMONIC 80A. En esta misma investigación se determinó por medio de metalografías convencionales realizadas en microscopio electrónico de barrido que la temperatura en la cual se observaba completa solubilidad de los precipitados  $\gamma'$  para las

súper-aleaciones Waspaloy y NIMONIC 80A resultaron ser 1047°C y 981°C respectivamente.

### 3.1.4 ENVEJECIDO

En las superaleaciones el objetivo de este tratamiento es incrementar la resistencia mecánica y a la termofluencia del material mediante la precipitación de  $\gamma'$  a partir de la solución súper saturada  $\gamma$ . Esta solución súper saturada se logra mediante el enfriamiento rápido del material cuando se ha sometido al tratamiento de solución. Usualmente el medio empleado en la industria para el enfriamiento rápido es el agua. Este enfriamiento permite lograr en el tratamiento de envejecido un tamaño más fino de precipitados  $\gamma'$ .

En la Figura 3.1 se muestra un diagrama tiempo-temperatura-transformación (TTT) simplificado para el Waspaloy. En este diagrama se puede observar que, para evitar que se precipite gamma prima y carburos MC es necesario enfriar al material desde una temperatura de 1100°C sin que se toque la primera nariz del diagrama. En este diagrama podemos ver que el enfriamiento no es tan crítico puesto que la punta de la nariz se encuentra a un tiempo de 10 horas, sin embargo cada aleación tiene sus propias curvas y estas podrían encontrarse a un tiempo mucho menor que para la Waspaloy requiriendo así un enfriamiento más crítico. Recordemos que el fabricante de la aleación H-230 recomienda un enfriamiento rápido o en agua después del tratamiento de solución pero no menciona algún intervalo.

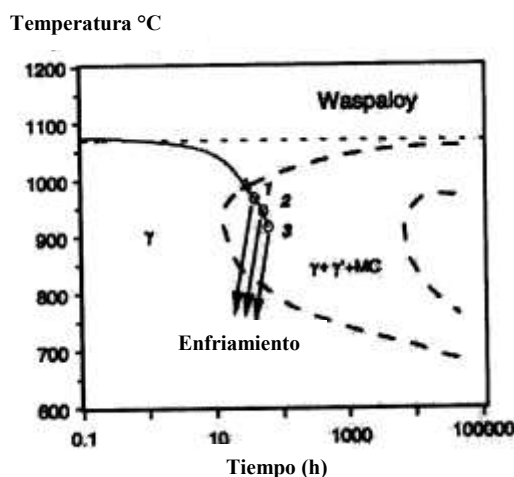
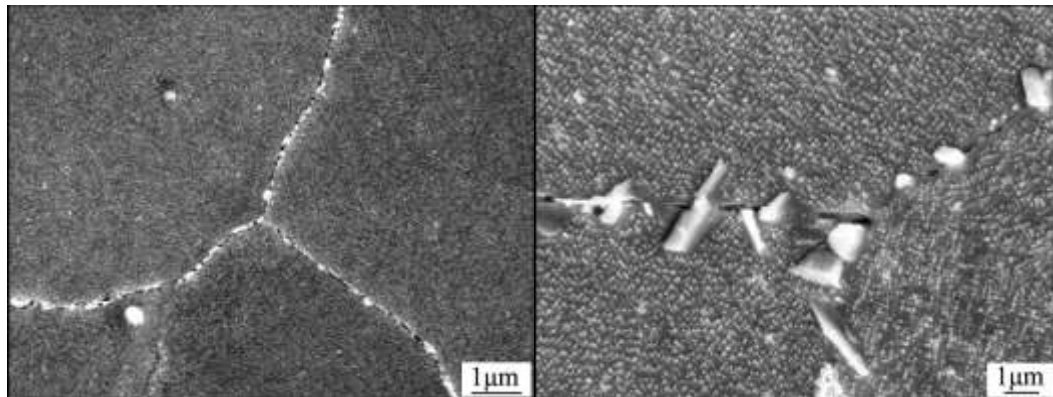


Figura 3.1 Diagrama de transformación isotérmica simplificado para la aleación Waspaloy [3].

Cuando más de una fase puede precipitar a partir de la matriz, se debe seleccionar una temperatura única adecuada para obtener cantidades óptimas de las diferentes fases. También se puede usar alternativamente otro tratamiento de envejecido a otra temperatura con la finalidad de producir diferentes tamaños y tipos de precipitados. La principal razón para la realización de diferentes pasos de este tratamiento térmico es para que, aparte de tener un control de los precipitados  $\gamma'$ , también se precipiten carburos en la frontera de grano y para controlar la morfología de estos últimos. La temperatura de envejecido no solo determina el tipo de precipitado sino también su tamaño y distribución [5].

En un estudio realizado para el desarrollo de una nueva aleación base níquel (Ni-Cr-Co-Mo-Nb-Ti-Al) [12], que serviría para tubos de calentadores sometidos a temperaturas de entre 700 y 750°C y esfuerzos de termofluencia mayores a 100MPa/10<sup>5</sup> h, se hicieron pruebas sometiendo al material a diferentes ciclos de envejecimiento para observar su estabilidad térmica. Después de un tratamiento de solución, varios especímenes fueron sometidos a temperaturas de 704, 725 y 760°C por periodos de tiempo de 500, 1000, 2000 y 4000 horas, la identificación de fases fue llevada a cabo por medio de SEM.

En los diferentes periodos de tratamientos que se llevaron a cabo a 704°C no se presentaron muchos cambios en la morfología y la distribución de los precipitados  $\gamma'$  ni en los carburos que se encontraban en la frontera de grano. Para el tratamiento a 725°C en los periodos de 500, 1000 y 2000 horas la micro estructura es muy parecida a la de los especímenes tratados a 704°C pero se puede apreciar un ligero aumento en el tamaño de los precipitados  $\gamma'$  y los carburos, pero en el periodo de 4000 horas se comienzan a distinguir una pequeña cantidad de precipitados en forma de agujas y bloques. La Figura 3.2 muestra la estructura típica de los precipitados en la frontera de grano de estas condiciones.

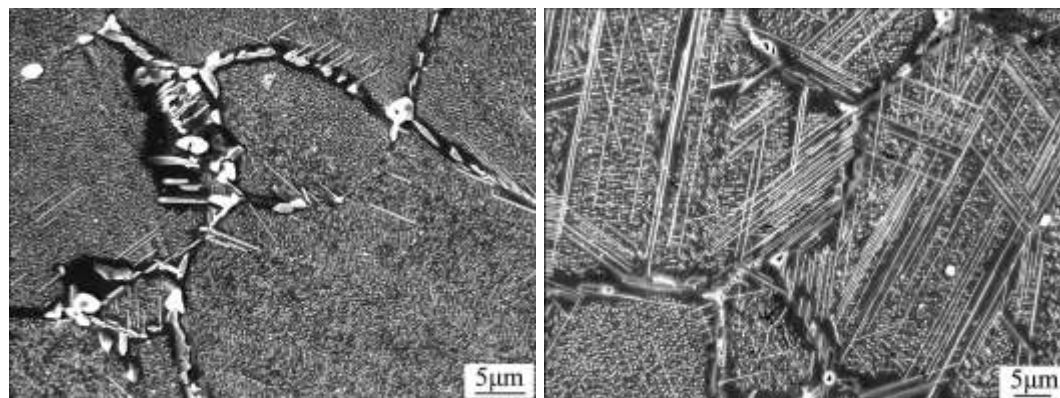


(a)

(b)

Figura 3.2 Imagen de SEM de la microestructura típica después de un envejecido a 704°C (a) y para la temperatura de 725°C por 4000 horas (b) [12].

En los especímenes tratados a 760°C se puede ver el crecimiento de los precipitados  $\gamma'$  intragranulares (Figura 3.3) Después que se ha expuesto el material a 500 horas se puede observar poca cantidad de la fase  $\eta$  (Ni, Cr, Co)<sub>3</sub>(Ti, Nb) en forma de agujas, a medida que el tiempo de exposición se hace más largo la cantidad y el tamaño de esta fase se hace más grande y no solo se forma en las fronteras de grano sino que lo atraviesa, lo que indica que crece a expensas de  $\gamma'$ .



(a)

(b)

Figura 3.3 Imágenes de SEM de especímenes tratados a 760°C. Después de 500 h (a). Después de 4000 h (b) [12].

En la Figura 3.4 se muestra la relación entre el radio efectivo de los precipitados  $\gamma'$  y el tiempo de envejecido a las diferentes temperaturas de prueba. Se puede observar que para esta aleación, que no contiene una fracción volumétrica de  $\gamma'$  alta (puesto que  $Ti+Al = 2.6\%$ ) sigue una relación lineal, lo cual sugiere que el agrandamiento sigue una cinética de difusión típica de crecimiento de partícula directamente proporcional al tiempo.

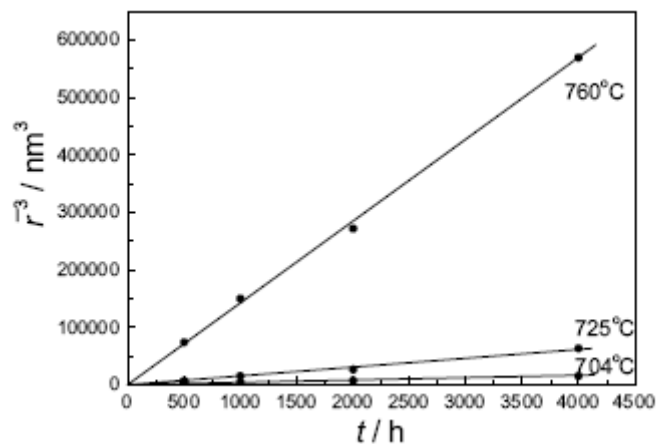


Figura 3.4 Relación en el tamaño  $\gamma'$  y el tiempo de envejecido a las tres temperaturas de prueba para la aleación en desarrollo (gráfica obtenida por medio de SAXS) [12].

Esta investigación nos demuestra que el crecimiento de los precipitados puede resultar en una consecuencia dañina para el material si se hace una mala selección de una temperatura de envejecido o de las condiciones de trabajo reales del componente,



puesto que la aparición de fases no deseadas aunadas a precipitados más grandes y localizados disminuyen la vida útil del componente cuando la temperatura de operación es más alta.

Algunas superaleaciones base níquel que son endurecidas por precipitación de  $\gamma'$  y  $\gamma''$  tienen tendencia a experimentar contracción después de que se han sometido a tratamiento térmico de envejecimiento: por ejemplo en un estudio realizado a la aleación Rene'41, previamente solubilizada, se observó una contracción en ambas direcciones (longitudinal y transversal) de 0.033 mm/mm cuando se sometió a un tratamiento 760°C por 16h o cuando se sometió a 900°C por 1h seguido de 10h a 760°C. Mediciones en dilatómetro mostraron que la contracción es completada en un periodo de 6 horas.

### 3.2 FORJA DE SUPERALEACIONES

Cuando las superaleaciones son forjadas las dos características que influyen en mayor manera el comportamiento de estos materiales son el esfuerzo de fluencia y la ductilidad del material; esto debido a que estas aleaciones están diseñadas para resistir la deformación a altas temperaturas, por lo tanto, el esfuerzo de fluencia es alto y la ductilidad es baja.

Las superaleaciones son difíciles de deformar a altas temperaturas, además en la búsqueda de aleaciones con propiedades mecánicas mejoradas, cualquier adición orientada a este último fin hace que también se incremente la dificultad de deformación. Las propiedades de las superaleaciones básicamente son función de la fracción volumétrica de los precipitados  $\gamma'$  y en menor medida de los carburos y boruros. Un incremento en los precipitados requiere también un aumento en la temperatura de deformación debido a que estas aleaciones son trabajadas en su condición más suave posible. A mayor concentración de elementos aleantes disueltos (40 a 50% en total) se elevan el esfuerzo de fluencia, la temperatura de recristalización, mientras la temperatura

del solidus baja. Estas últimas tres consecuencias originan que se estreche el intervalo de temperaturas en las cuales se pueden forjar las superaleaciones [13].

En este capítulo se menciona que el comportamiento de forja de las superaleaciones está influenciado en forma importante por la ductilidad. Esta propiedad a su vez se ve influenciada por otras variables del proceso como es; la temperatura de deformación, la velocidad de deformación, la historia termo-mecánica del material, la composición, el grado de segregación y el estado de esfuerzos impuestos al material por el proceso.

Los límites de temperatura para la forja de las superaleaciones base níquel son determinadas principalmente por el punto de fusión y las reacciones de los precipitados. La región de baja ductilidad se encuentra a temperaturas aproximadas a la mitad de la temperatura de fusión del material (en escala Kelvin). Estas aleaciones se trabajan a altas temperaturas cuando las velocidades de difusión propias del material son lo suficientemente altas para provocar la recuperación y la recristalización dinámica. Este último fenómeno atenúa los efectos del endurecimiento por deformación.

Es importante mencionar que para mejorar la resistencia al esfuerzo a alta temperatura de las superaleaciones base níquel se ha incrementado el porcentaje de aluminio y titanio mientras que se disminuye el porcentaje de cromo. Mientras menos cromo esté presente en la aleación, la temperatura a la cual los precipitados  $\gamma'$  entran en solución sólida aumenta y como consecuencia de este aumento en la temperatura la facilidad para forjarlas disminuye [5].

Un mejor entendimiento y control de los procesos de manufactura ha hecho posible mejorar las propiedades de las superaleaciones: por citar dos ejemplos, algunos de estos procesos han podido mejorar la respuesta de un componente a la fatiga y/o a la termo fluencia.

Algunas veces, cambios en la secuencia del procesamiento termo-mecánico para una aleación específica, también puede llevar a mejorar las propiedades mecánicas del

material. La idea de trabajar una aleación de determinada manera para obtener las propiedades deseadas ofrece algunas ventajas, debido a que el desarrollo de nuevas aleaciones es muy costoso y demanda mucho tiempo. Otra ventaja es que se minimizan los cambios en el diseño de la aleación y el del ensamble, además de que las aleaciones existentes ya se han probado en producción y operación.

Para optimizar las propiedades mecánicas mediante el procesamiento termo-mecánico es necesario considerar las interacciones entre las siguientes variables:

- El grado de deformación
- La temperatura a la cual se lleva a cabo la deformación
- El tratamiento de solubilizado (tiempo para disolver fases e homogenizar)
- Los tiempos de precipitación y temperaturas ( $\gamma'$  y carburos)

Se debe prestar atención a la morfología, distribución y tamaño de los precipitados  $\gamma'$  y de los carburos, la presencia y morfología de compuestos intermetálicos como  $\eta$ ,  $\mu$ ,  $\delta$ ,  $\sigma$  o Laves y la condición de la matriz (si esta recristalizada, recuperada o mixta).

### 3.2.1 VARIABLES IMPORTANTES DEL PROCESO DE FORJA DE SUPERALEACIONES

Cuando se procesan las superaleaciones, la temperatura de forja y el porcentaje de reducción son las variables que se deben determinar primero. Sin embargo la medida de capacidad de trabajo en caliente debe ser tomada en cuenta cuando se habla de trabajo termo-mecánico. El objetivo es medir la relación que existe entre la deformación a la fractura, temperatura y la velocidad de deformación, para determinar la ductilidad máxima a cierta temperatura. Si se emplea el procesamiento termo-mecánico esta última información es importante, pero la selección de la temperatura esta en base a su efecto en las propiedades de la aleación y no a la máxima deformación alcanzable.

La selección de la velocidad de deformación es importante pues influye en el porcentaje de calor retenido por la pieza durante el trabajado en caliente, además esta variable del proceso también influye en la velocidad en que la pieza pierde el calor debido a la conducción y radiación. En otras palabras, si se forjan dos piezas idénticas del mismo material y a la misma temperatura pero con la diferencia que a una de las piezas se le forja con una mayor velocidad que a otra, la que fue forjada a alta velocidad retendrá más calor por más tiempo que la que fue forjada a menor velocidad esto es debido a que a la que es forjada a una velocidad menor tendrá menor energía almacenada en forma de calor pues se le dio mayor tiempo para disipar el trabajo realizado en ella. Recordemos que la recristalización dinámica que sufre el material depende mucho de la temperatura a la cual se lleva a cabo la deformación, por lo tanto la selección de una velocidad de deformación mayor tenderá a provocar un mayor porcentaje de recristalización en el material.

Otro aspecto importante a considerar es la estabilidad de las fases o su temperatura de disolución, principalmente de los carburos. Por ejemplo en la aleación René 41 la temperatura de disolución de los carburos  $M_6C$  esta en el rango de 1120-1150°C y se sabe que estos carburos se precipitan generalmente en las fronteras de grano. Ahora supongamos que queremos hacer dos anillos de una barra solubilizada de este material. Al primer anillo se calienta a 1200°C por 2 horas y lo rolamos a esa temperatura, al otro lo calentamos a 1080°C por 2 horas y lo rolamos a esa temperatura, lo que obtendríamos se muestra en la Figura 3.5.



Figura 3.5 Microestructura de Rene 41 a 385X. Rolada a 1120°C (a), rolada a 1080°C (b) [13].

En la Figura 3.5 podemos observar que la microestructura del anillo rolado a la temperatura de disolución de los carburos  $M_6C$  tiene una microestructura más limpia pues los carburos disueltos se precipitaron en las fronteras de grano y las maclas, mientras que en el anillo rolado a 1080°C no se alcanzaron a disolver y reagrupar.

Una vez que ya se ha definido el procesamiento de una superaleación es importante que los resultados obtenidos sean reproducibles para otras piezas con las mismas características. Para esto se tienen que controlar bien dos aspectos de la producción. El primero tiene que ver con los tiempos de proceso, y dentro de estos se encuentra el tiempo que las piezas son sometidas a tratamiento térmico, el tiempo que se emplea en deformarlas y los tiempos muertos de espera o transporte del material de un proceso a otro. Dentro de este aspecto un proceso automático o semiautomático podría ser de gran ayuda. El segundo está relacionado con el control de la temperatura de los hornos. Debido sus características, algunas superaleaciones tienen bien establecidas las condiciones de temperatura a la cuales deben ser trabajadas o tratadas térmicamente. Por ejemplo tenemos una aleación que recrystaliza con un tratamiento térmico a 1000°C debido a que a menor temperatura los precipitados  $\gamma'$  son muy estables y no se disuelven.

Ahora supongamos que esa aleación es sometida a una deformación en frío y se mete a un horno, del cual se sabe que tiene una variabilidad de +/- 15°C. Entonces para

asegurar que las piezas recristalicen se programa el horno a una temperatura de 1015°C pero también se corre el riesgo que la temperatura suba hasta 1030°C con lo cual se pueden promover generar que la fracción volumétrica de  $\gamma'$  disminuya considerablemente y la menor presencia de estos precipitados no impida que el tamaño de grano aumente y se salga de especificaciones. En la aleación René 95 se ha comprobado que una variación de 8°C en la temperatura de recocido produce diferencias considerables en la microestructura de este material [13].

Al momento de forjar una superaleación es muy importante tener claras las características deseadas para el producto terminado. Por ejemplo, aleación Waspaloy que se usa para fabricar discos, anillos y alabes de turbinas tiene una temperatura de solvus de sus precipitados  $\gamma'$  de aproximadamente de 1040°C. La reacción de precipitación de los carburos  $M_{23}C_6$  (en la frontera de grano) ocurre en esta aleación en el rango de 1060-1080°C. Ahora, se sabe que por su aplicación los discos forjados deben tener una buena resistencia a la tensión y a la fatiga de bajo ciclos, entonces un método de producción para esta aleación generalmente consistiría en forjar en un rango de temperaturas entre 1000-1100°C para posteriormente someter a la pieza a un tratamiento a una temperatura sub-solvus de entre 1000-1030°C para que la microestructura retenga el tamaño de grano fino producido por la forja [14].

De esto podemos inferir que en el proceso de forja intervienen muchas variables pues depende mucho de la aleación con la que se trabaje, las características que se quieran lograr y de la capacidad que se tenga para lograr las deformaciones y mantener las temperaturas adecuadas del proceso. Recordemos que para lograr un grano fino en el proceso de forja generalmente se requiere de una temperatura relativamente baja (caso de Waspaloy y algunas otras superaleaciones) pero entre más baja esta temperatura hay una mayor dificultad para lograr deformarla.

### 3.3 RELACIÓN ENTRE FABRICACIÓN Y TRATAMIENTO TÉRMICO.

En la industria de las turbinas para aviones y para la generación de energía eléctrica, los fabricantes de anillos de superaleaciones tienen que cumplir con rigurosas normas que les exigen una microestructura con características especiales según la aplicación de estos componentes. Estas normas suelen pedir cierta resistencia del material a la termofluencia, a la tensión, dureza y también hacen énfasis en la uniformidad y el número ASTM máximo que puede tener el grano del componente. Las propiedades mecánicas que tiene el anillo están íntimamente relacionadas a la forma en la que se deformó y se trató térmicamente.

En la mayoría de los componentes forjados se busca una microestructura con un tamaño de grano fino con distribución uniforme, esto se puede lograr cuando a una superaleación que se endurece por precipitación se le da una deformación final a la temperatura más baja en su rango de deformación en caliente y este tipo de microestructura puede ser llevada a un tamaño uniforme en el tratamiento térmico de solución. Si la temperatura final de trabajo es baja o si el metal no ha sido lo suficientemente deformado en su último paso, se generará una microestructura no homogénea en el tratamiento de solubilizado. Las aleaciones que fueron deformadas a la temperatura más alta en el rango de temperaturas de deformación en caliente, tienen una estructura más grande que no puede ser refinada en tratamientos térmicos subsecuentes [5].

Otro proceso de fabricación en los anillos para turbinas es el trabajo en frío, el cual se lleva a cabo cuando la aleación es dúctil, o cuando se le ha aplicado un tratamiento de solución al material. El trabajo en frío influye en las propiedades mecánicas puesto que en algunas aleaciones un porcentaje pequeño en la reducción anterior a un tratamiento térmico de solubilizado puede generar un crecimiento excesivo en el tamaño de grano o lo que se conoce como crecimiento anormal de grano. El trabajo en frío también altera la cinética en el envejecido puesto que la reacción se acelera si la aleación es deformada lo suficiente y mantenida un cierto periodo, esto origina la aparición prematura de

precipitados a temperaturas a las cuales normalmente estos no deberían aparecer [5]. En otras palabras el trabajo en frío hace más propenso el material a un sobre envejecido.

En el momento que se generan un mayor número de dislocaciones, ya sea por deformación a alta temperatura o a temperatura ambiente, también alteran el flujo de difusión de los átomos puesto que estas dislocaciones actúan como trayectorias cortas de movilidad para los átomos [8]. Entonces, en piezas sometidas a deformación en frío o en caliente y que serán tratadas térmicamente se debe sobre pasar un porcentaje mínimo de deformación (6% para trabajo en frío y 10% en caliente) en todas sus áreas para evitar el crecimiento anormal de los granos, esta regla aplica para piezas como remaches, placas formadas por estiramiento y partes formadas por doblez [5].

La Figura 3.6 muestra el efecto del trabajo mecánico en el tamaño de grano final de una aleación Nimonic 90 después que fue sometida a un tratamiento térmico de recocido, recordemos que para muchas aleaciones base níquel la temperatura de recocido es la misma que se recomienda para el tratamiento de relevado de esfuerzos residuales. En la gráfica se puede observar que una reducción de aproximadamente 4% a las temperaturas más altas ocasiona un crecimiento excesivo del tamaño de grano, mientras que cuando se ha logrado una deformación de 15% el grano tiende a estabilizarse aún cuando la temperatura es alta.

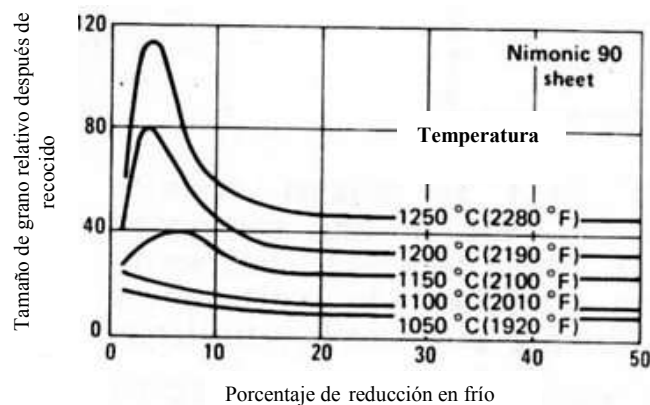


Figura 3.6 Nimonic 90 placa rolada en frío en pasos desde un espesor de 1.8mm a 0.9mm y recosida a 5 temperaturas diferentes [5].



Algunas aleaciones como la A-286, Nimonic 75 y Hastelloy X pueden ser reducidas en frío hasta un 90% sin que se presente fractura. En cambio, otras aleaciones como Rene´41 y Udimet 500 se tiene que realizar un tratamiento de recocido cada vez que se deforma de un 35 a 40% para evitar fracturas. La propiedad que gobierna esta deformación máxima es la relación entre el esfuerzo de fluencia real del material y su tasa de endurecimiento por deformación; en general se puede decir que a mayor tasa de endurecimiento por trabajo mecánico, menor porcentaje de reducción permitido sin que exista la necesidad de realizar un recocido [4].

# CAPÍTULO 4

## MICROESTRUCTURA DE SUPERALEACIONES.

### 4.1 MICROESTRUCTURA TÍPICA

Como se mencionó antes, las superaleaciones empezaron con el desarrollo del acero inoxidable austenítico (1910-1915), después en la medida que se fue desarrollando la turbina a gas y gracias a descubrimientos casi sin intención se encontró que el níquel también tenía propiedades parecidas al acero inoxidable. Debido a que presenta la fase austenítica  $\gamma$  con estructura cúbica centrada en las caras FCC y también como en el acero austenítico con contenido de níquel, titanio y aluminio se precipita la fase  $\gamma'$   $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$  la cual es coherente con la matriz austenítica puesto que también tiene estructura FCC y el parámetro de red es ligeramente más grande que el de  $\gamma$ . Debido a esta distorsión inducida se obtiene gran resistencia mecánica y a la termofluencia con las superaleaciones base níquel.

Las superaleaciones deben su resistencia a elementos endurecedores que se ponen en solución (intersticiales o sustitucionales) en la matriz austenítica y/o segundas fases de precipitados.

Las fases que precipitan y tienen un efecto marginal en el endurecimiento son los carburos MC,  $M_{23}C_6$ ,  $M_6C$  y  $M_7C_3$  puesto que no son coherentes con la matriz. El efecto endurecedor que tienen estos carburos es debido a que estabilizan las fronteras de grano cuando se presenta un esfuerzo cortante excesivo y son necesarios para el control del tamaño de grano en las aleaciones diseñadas para ser forjadas.

Además de los elementos que producen endurecimiento por solución sólida, por la precipitación de  $\gamma'$  y por la formación de carburos; hay otros elementos como boro, zirconio y cerio que se adicionan para mejorar las propiedades mecánicas o químicas del material [5]. Algunos elementos que ayudan a la formación de carburos y  $\gamma'$  también contribuyen significativamente a mejorar también las propiedades químicas.

Las propiedades mecánicas de las superaleaciones base níquel y hierro están influenciadas por tres características en su microestructura, las cuales son:

- La cantidad de precipitados y su morfología.
- El tamaño de grano y su forma.
- La distribución de los carburos.

El control de la microestructura es realizado mediante la selección de la composición química y por el procesamiento, así para una composición dada existen ventajas y desventajas en las estructuras creadas por medio de deformación y por vaciado. Por ejemplo en las piezas fundidas se tienen granos más grandes, mayor segregación y por lo tanto mejores capacidades de resistencia a la termofluencia y la ruptura, mientras las piezas forjadas suelen tener granos con tamaño más fino y una estructura más uniforme por lo que tienen mejores resistencia a tensión y a la fatiga.

Las superaleaciones base níquel consisten típicamente de precipitados  $\gamma'$  en una matriz  $\gamma$ , a medida que la fracción volumétrica de  $\gamma'$  aumenta también se aumenta la dureza de este material. Cuando hay poca fracción volumétrica precipitada de  $\gamma'$ , este tiende a tener forma de esfera pero a medida en que se incrementa la fracción volumétrica los precipitados toman una forma cúbica, estos precipitados se desarrollan dentro del grano, sin embargo la resistencia mecánica es determinada por la condición de las fronteras de grano y particularmente por la distribución y morfología de los carburos precipitados.

Cuando se optimiza la fracción volumétrica y la morfología de  $\gamma'$  (las cuales no son necesariamente independientes entre si) en conjunto con una dispersión de partículas globulares de carburo en la frontera de grano en forma de collar se logran las propiedades óptimas del material. Una distribución discontinua de carburos o de  $\gamma'$  en las fronteras de grano disminuye drásticamente la resistencia a la ruptura aún cuando la resistencia mecánica y termofluencia no se vean afectadas [5].

## 4.2 EVOLUCIÓN DE LA MICROESTRUCTURA.

A las superaleaciones se les adicionan diversos elementos en cantidades determinadas para producir ciertos efectos, algunos de estos elementos se ponen en solución sólida; por ejemplo el molibdeno, tántalo, tungsteno y renio sirven para incrementar la resistencia mecánica; el aluminio y cromo sirven para incrementar la resistencia a la oxidación y para incrementar la fracción volumétrica de segundas fases se agrega cobalto; el cerio y el manganeso se agregan para atrapar ciertos elementos. Pero algunos elementos también pueden causar fases perjudiciales para el desempeño del material, debido a que bajo ciertas circunstancias (mal tratamiento termomecánico o térmico) pueden causar la formación de  $\sigma$ ,  $\mu$ ,  $\eta$ , Laves, entre otras.

Algunos de estos elementos producen cambios sustanciales en la microestructura, mientras otros tienen un efecto más discreto, la forma en que estos elementos influyen

en el material son funciones del procesamiento y del tratamiento térmico. Incluso cuando la fase está establecida esta puede variar en su morfología, por ejemplo: carburos en forma de líneas o de bloques; precipitados  $\gamma'$  en forma de esferas o de cubos;  $\sigma$  en forma de ovalada o en bloques. Los precipitados como  $\sigma$   $\text{Cr}_{46}\text{Fe}_{54}$ ,  $\{\text{Ni}_8(\text{Cr},\text{Mo})_4(\text{Cr},\text{Mo},\text{Ni})_{18}\}$ ; las Laves (con fórmula general  $\text{A}_2\text{B}$  en donde B es el elemento pesado); las fases  $\mu$  como  $(\text{Fe},\text{Co})_7(\text{Mo},\text{W})_6$ ; las fases P como por ejemplo  $\text{Mo}_{42}\text{Cr}_{18}\text{Ni}_{40}$ ; las fases  $\delta$  como  $\text{NiMo}$  y por último las fases R ( $\text{Mo}_{31}\text{Cr}_{18}\text{Co}_{50}$ ) pertenecen a la familia de las fases llamada TCP (topologically Close-Packed), las cuales son compuestos intermetálicos que existen en sistemas con varios componentes que tienen elementos de transición [8].

Un ejemplo de las morfologías que pueden tener los precipitados  $\gamma'$  la podemos observar cuando a la superaleación se le enfría después de un tratamiento de solución, estos precipitados pasan de tener una forma esférica inicial a una forma perfectamente cúbica, la cual evoluciona a una forma cúbica con las esquinas alargadas con otros cubos en los vértices y por último esta forma pasa a tener forma de estrella como se muestra en la Figura 4.1

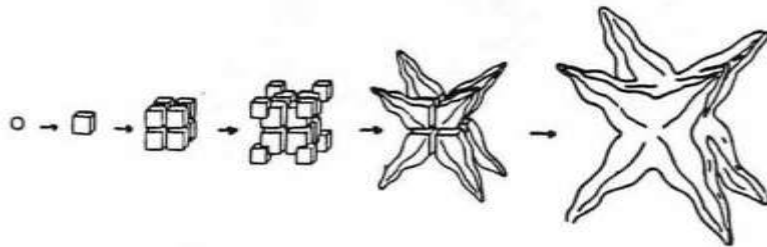


Figura 4.1 Dibujo esquemático de la evolución de los precipitados  $\gamma'$  durante el enfriamiento continuo. Esfera-cubo-cubo con cubo en vértice-octodendrita-dendrita.[8]

Es importante señalar que los precipitados  $\gamma'$  en las súper aleaciones de primera generación tendían a tener una morfología esférica, mientras que las aleaciones más recientes tienen una morfología cúbica. [5]

En una investigación conducida en una superaleación base níquel GTD 111 [15] se encontró que la velocidad de enfriamiento posterior a un tratamiento de solubilizado en

una secuencia de tratamientos térmicos para precipitar  $\gamma'$  era determinante para la homogeneidad de estos precipitados en la aleación.

En la secuencia de tratamientos térmicos se hizo primero un tratamiento de solubilizado total es decir a una temperatura superior a la de solvus  $\gamma'$ , uno de solubilizado parcial y finalmente un envejecido. Todos los especímenes fueron sometidos a los tres tratamientos y cada tratamiento tubo una sola temperatura para todos los especímenes, lo único que cambió fue el tiempo de permanencia en el horno en el paso del solubilizado total que varió de 4 a 2 horas (lo cual no tubo gran importancia en el grado de homogenizado para este material) y la razón de enfriamiento después de los tratamientos de solubilizado total y el parcial; los cuales variaron de 18°C/min a 5°C/min y de 25°C/min a 32°C/min respectivamente.

Una vez realizados todos lo pasos se hicieron observaciones en el microscopio electrónico de barrido para analizar la microestructura del material. Uno de los resultados que se obtuvo de esta investigación es que a mayor velocidad de enfriamiento la fracción volumétrica y el tamaño de los precipitados  $\gamma'$  decrece, también se encontró que esta mayor velocidad de enfriamiento produce una distribución no homogénea de  $\gamma'$  en la matriz  $\gamma$  como se muestra en la Figura 4.2

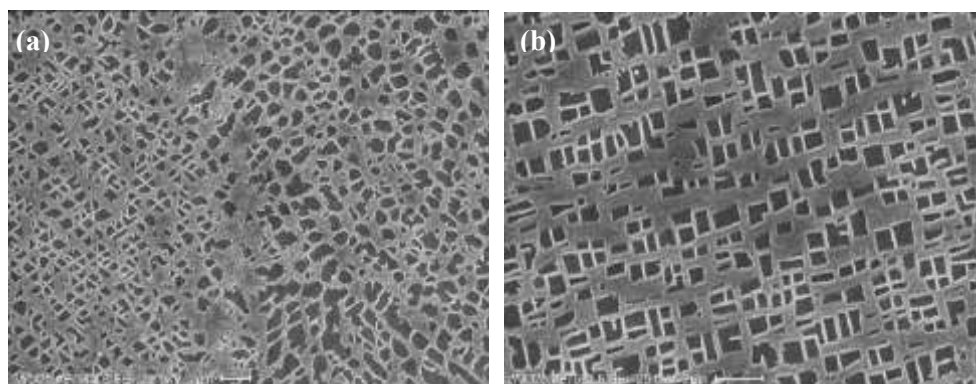


Figura 4.2 Micro estructuras de especímenes al finalizar los tres tratamientos térmicos. (a) enfriamiento a 18°C/min, mientras la microestructura (b) corresponde al enfriamiento a 5°C/min. Se observa la no homogeneidad en el espécimen que corresponde a una mayor tasa de enfriamiento [15].

En el estudio hubo un espécimen que fue tratado en forma más crítica puesto que en él se aplicó un enfriamiento de 18°C/min al terminar el tratamiento de solución y también se aplicó un enfriamiento de 32°C/min al finalizar el solubilizado parcial, la microestructura se observa en la Figura 4.3 y se puede distinguir una mayor inhomogeneidad que en la microestructura enfriada a 18°C/min en solución total y 25°C/min en solución parcial.

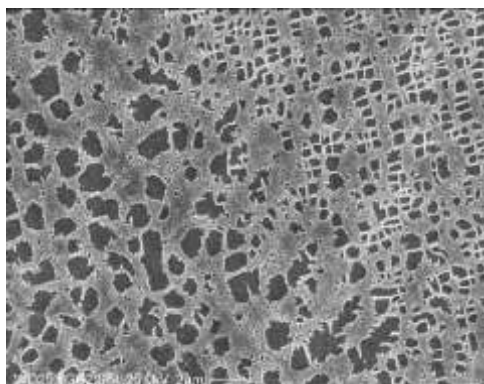


Figura 4.3 Microestructura de espécimen sometido a la condición más crítica de enfriamiento [15].

Recordemos que los precipitados  $\gamma'$  tiene una formula  $\text{Ni}_3\text{Al}$  ó  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  y una estructura FCC, pero hay otra fase relacionada, la fase eta  $\eta$  con formula  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  la cual tiene estructura hexagonal y que puede existir en una forma metaestable de  $\gamma'$  antes de transformarse en  $\eta$ .

Dependiendo de la composición química de la superaleación y de su procesamiento se pueden formar algunos carburos; mientras hay unos que son relativamente insensibles al tratamiento térmico, pues requieren altas temperaturas para disolverlos hay otros que si requieren un tratamiento térmico para controlar sus características. En muchas ocasiones los carburos están unidos, sin embargo se forman de manera secuencial; por ejemplo, la secuencia de reacción en muchas superaleaciones es pasar de MC a  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  en donde los elementos formadores de carburos son: cromo, titanio, molibdeno y tungsteno.

El boro puede participar de una manera intercambiable con el carbono y producir fases  $\text{MB}_{12}$ ,  $\text{M}_3\text{B}_2$  entre otras. Una propiedad que se le adjudica a boro es que los

boruros primarios formados por un ajuste en la relación carbono/boro son mas fáciles de modificar en su morfología mediante tratamiento térmico que los carburos.

Para mejorar la resistencia a la degradación ambiental todas las superaleaciones contienen cierta cantidad de cromo y otros elementos. El rol del cromo es producir la formación de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  en la superficie externa de la aleación, sin embargo cuando hay oxidación el aluminio se promueve una capa de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  que da mayor protección que la formada por cromo, pero recordemos que el aluminio se agrega a las superaleaciones con el propósito de la formación de  $\gamma'$ . En las aleaciones base níquel una adición de un 6 a un 22% en peso de Cr es común.

Hay algunos elementos que tienen un efecto negativo en algunas de las propiedades que se desean en la superaleaciones, aún cuando su presencia este en el intervalo de las partes por millón y no puedan detectarse por medio de microscopía óptica o electrónica. Entre estos elementos están: el silicio, fósforo, plomo, bismuto, selenio, telurio y la plata. Es entonces que se deben agregar elementos que los atrapen y neutralicen, por ejemplo el magnesio y el cerio tienden a atrapar el sulfuro en la forma de compuesto; el titanio tiende a atrapar al nitrógeno para formar TiN y es entonces cuando estos compuestos se hacen visibles.

#### 4.3 EFECTO DE LA MICROESTRUCTURA EN LAS PROPIEDADES

En general se puede decir que las propiedades de las superaleaciones dependen principalmente de la microestructura formada por la precipitación de  $\gamma'$  y/o  $\gamma''$ , la precipitación de carburos y los efectos del boro, zirconio y hafnio.

El endurecimiento por  $\gamma'$  está relacionado con muchos factores pero los que tienen una influencia más directa son: la fracción volumétrica y el tamaño de estos precipitados. Las superaleaciones que son destinadas a ser forjadas contienen generalmente una fracción volumétrica de  $\gamma'$  de alrededor a un 20% puesto que más de



un 45% hace impracticable su manufactura por este método y se deben fundir. Con el transcurso del tiempo se ha aumentado el porcentaje de  $\gamma'$  lo cual ha resultado en una mayor resistencia de las superaleaciones base níquel. Las aleaciones modernas para la fabricación de alabes monocristalinos contienen un porcentaje máximo de entre un 70% y un 80%, puesto que un mayor fracción volumétrica conlleva una caída significativa en la resistencia mecánica del material [8].

El tamaño de los precipitados  $\gamma'$  también tiene un comportamiento similar al de la fracción volumétrica, es decir la dureza del material se incrementa hasta cierto punto a medida que el diámetro de la partícula se incrementa, pero si crece más de este punto esta propiedad disminuye. El aumento en la dureza se debe a que en el inicio las partículas son cortadas por las dislocaciones, lo que retarda el movimiento de estas últimas pero cuando se llega a cierto límite las dislocaciones ya no cortan a las partículas, sino que las envuelven y esto provoca la disminución en dureza. Este comportamiento se ha comprobado para superaleaciones base níquel con una fracción volumétrica relativamente baja (hasta un 30%) pero no es muy evidente en aleaciones con una mayor fracción. El efecto del tamaño de partícula en la resistencia a la termofluencia está menos definido pero se prefiere que el diámetro varíe de 0.25 a 0.5  $\mu\text{m}$ , lo cual se considera un tamaño de fino a moderado [5]. En general las aleaciones que endurecen por precipitación de  $\gamma'$  tienen una mayor resistencia a la termofluencia que las superaleaciones endurecidas por solución sólida, puesto que estas últimas están diseñadas para tener una resistencia mecánica menor a altas temperaturas pero una resistencia superior a la oxidación [16].

En las aleaciones forjadas la fase  $\gamma'$  normalmente se encuentra en una distribución de dos tamaños de partículas finas y toda la cantidad de Al + Ti contribuye efectivamente a endurecer al material. En las aleaciones vaciadas las características de esta fase son demasiado variables debido a los efectos de segregación y velocidad de enfriamiento. Por ejemplo en el proceso de solidificación se pueden encontrar grandes cantidades de fase eutéctica  $\gamma$ - $\gamma'$  y grandes partículas de  $\gamma'$ , en este caso se pueden emplear tratamientos térmicos de solubilizado para homogenizar y disolver estas fases

para después hacer un envejecido y volver a precipitar  $\gamma'$  pero ahora en forma más fina y así mejorar las resistencia a la termofluencia.

Aún cuando los precipitados  $\gamma'$  son muy importantes, no es posible determinar el desempeño de una aleación considerando sólo esta fase puesto que debe haber un balance entre la fuerza dentro de los granos y la fuerza en sus fronteras. Si la matriz endurecida por  $\gamma'$  se vuelve mas fuerte en relación a la frontera de grano, entonces una falla prematura ocurre debido a que la relajación de esfuerzos se vuelve muy difícil [5].

Debido a su precipitación en las fronteras de grano, los carburos ejercen una profunda influencia en las propiedades de las superaleaciones. En muchas superaleaciones los precipitados  $M_{23}C_6$  precipitan después del envejecido: se ha encontrado que una cadena globular de estos precipitados en forma discreta (sin coalescencia) optimizan la vida útil del componente cuando es sometido a condiciones de termo fluencia. Esto es debido a que estos carburos previenen el deslizamiento provocado por termofluencia mientras proveen la ductilidad suficiente en el grano para la relajar los esfuerzos. Si no hay precipitación de carburos ocurre una falla prematura debido a que las fronteras de grano tienen libertad de movimiento y esta origina que los espacios en el punto en donde se unen tres granos crezca y se de lo que se conoce como ruptura de tres puntos, ver Figura 4.4.

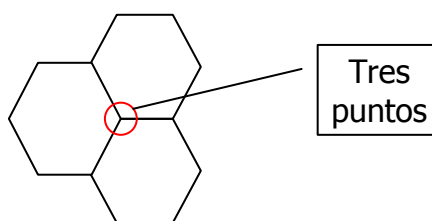


Figura 4.4 Esquema del modo de fractura de tres puntos donde se unen las fronteras de grano.

Si por el contrario los carburos precipitan en forma de película continua las propiedades se degradan severamente, por ejemplo se ha reportado que en la aleación M252 una envoltura continua de  $M_{23}C_6$  disminuye la resistencia al impacto; también se

considera que las películas de precipitados MC son responsables de reducir la vida de la superaleación Waspaloy forjada cuando es sometida a fatiga. Cuando los precipitados  $M_{23}C_6$  precipitan en forma celular en superaleaciones base níquel, hay una disminución en las propiedades mecánicas; se ha encontrado que esta morfología ocurre cuando un tratamiento de solución produce una alta saturación de carbono que no es precipitada inmediatamente por un tratamiento térmico anterior al envejecido en el intervalo de 705 a 760°C. Otra precipitación que disminuye la ductilidad de este tipo de aleaciones es la llamada Widmanstätten  $M_6C$ , cuando esta se localiza en las fronteras de grano o en las fronteras de las maclas [5].

Un efecto producido por la precipitación de carburos  $M_{23}C_6$  es la ausencia de precipitados  $\gamma'$  en cualquier zona del grano, estas zonas libres de  $\gamma'$  pueden disminuir la vida útil de un componente sometido a fatiga porque los esfuerzos se pueden concentrar en estos lugares que son relativamente más débiles que las zonas en donde se da una precipitación de  $\gamma'$  continua. Las aleaciones con una mayor fracción volumétrica de  $\gamma'$  no tienen una cantidad importante de zonas libres de estos precipitados, este comportamiento se puede deber a su alta saturación con respecto a los elementos formadores de  $\gamma'$ .

Como se mencionó con anterioridad, los carburos en las aleaciones base níquel se forman por medio de reacciones secundarias, por ejemplo los MC se descomponen para formar  $M_{23}C_6$  a temperaturas inferiores al rango de 815 a 870°C o se pueden formar  $M_6C$  a temperaturas en el intervalo de 980 a 1040°C si la aleación tiene suficiente molibdeno y tungsteno. En las superaleaciones base níquel la contribución en el aumento de la dureza debida a los precipitados de carbono que se encuentran dentro del grano es poca, es por eso que en las aleaciones de piezas monocristalinas el carbono es excluido en su composición.

Pero los carburos, tanto los que se encuentran en las fronteras de grano como lo que se encuentran dentro de él también tienen un efecto negativo en las aleaciones: pues pueden participar en una fractura prematura por fatiga o también pueden actuar como

concentradores de esfuerzos por medio de su oxidación. Los carburos oxidados o prefracturados derivados de procesos como maquinado o tratamientos térmicos pueden iniciar las grietas cuando el componente es sometido a esfuerzos cíclicos; es por eso que controlar su tamaño es importante. Por ejemplo los alabes monocristalinos para turbinas con contenidos reducidos de carbono han resultado tener significativas mejoras en la resistencia a la fatiga comparados con alabes con granos columnares fabricados con aleaciones con contenidos de carbono típicos para esta aplicación.

Con adiciones de boro, hafnio, zirconio y tántalo también se pueden mejorar las propiedades mecánicas de las superaleaciones. Por ejemplo, en un estudio realizado para ver los efectos que tenían la adición de algunos de estos elementos en las propiedades mecánicas de varias aleaciones fabricadas por metalurgia de polvos, se encontró que el boro fue el elemento que tuvo una mayor influencia [17].

En ese estudio básicamente se varió la composición química del boro, carbono, hafnio y tántalo a varias aleaciones (en particular a una) fabricadas por metalurgia de polvos. En las diferentes variaciones de la aleación se tenían ciertas concentraciones de estos elementos. Todos estos elementos podían estar presentes en dos cantidades de porcentaje en peso; el boro en una cantidad de 0.01 ó 0.04, el hafnio 0 ó 0.3, el tántalo 0.8 ó 2.4 y el carbono 0.02 ó 0.06. Después que los polvos fueron consolidados, estos fueron forjados y cortados en rodajas para ser tratados térmicamente. Se les sometió a un tratamiento de solubizado (por arriba de la temperatura  $\gamma'$ -solvus) por 4 horas, se les estabilizó y se les dio dos tratamientos de envejecido a una temperatura 843 y 760°C, ambos tratamientos por una duración de 4 horas cada uno y después de cada tratamiento se les enfrió con aire. De estas rodajas tratadas se maquinaron probetas para las diferentes pruebas mecánicas.

Cabe mencionar que los autores mencionan que los resultados fueron analizados por simple comparación para visualizar las tendencias y con un detallado análisis estadístico para determinar si los cambios en composición tenían un efecto real y no simples variaciones sin relación.

Dentro de las observaciones que hicieron mediante análisis microestructural fue que el boro tiene un efecto notable en las fronteras de grano pues a medida que se incrementa su porcentaje en peso se promueven películas alrededor del grano y también se generan porosidades en el vértice de la unión de tres granos. El hafnio provocó la formación de eutécticos y de carburos HfC, ver Figura 4.5.

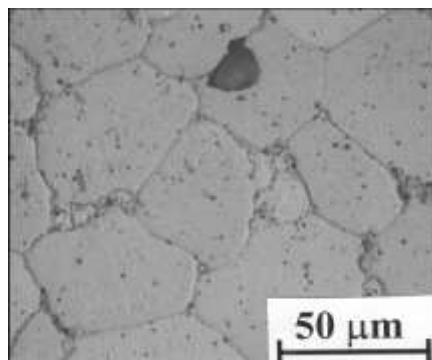


Figura 4.5 Microestructura de aleación con alto contenido de boro, carbono y hafnio [17].

Otra variable medida fue la porosidad térmica inducida, medida después de los tratamientos de envejecido. Esta porosidad se midió en una escala subjetiva por medio de comparación óptica y mediante la comparación en el cambio de la densidad del material. Nuevamente el boro tuvo el mayor impacto, pues al aumentar su porcentaje, también aumentó la porosidad inducida térmicamente. En las aleaciones con bajo porcentaje de boro la pérdida en densidad promedio fue de 0.09% mientras que las que contenían alto porcentaje de boro fue de 0.66%. En este estudio el boro también resultó bajar la temperatura de fusión incipiente del material, para esto se hicieron experimentos en los cuales se varió la temperatura desde 1135°C hasta 1246°C en incrementos de 14°C. Los autores consideraron que la temperatura de fusión incipiente se alcanzaba cuando en metalografías convencionales a 500X se apreciaba un considerable número de precipitados en las fronteras de grano y/o películas, o cuando la formación de porosidades en los vértices de tres granos era evidente. En las aleaciones con bajo contenido de boro el promedio de la temperatura incipiente de fusión fue de 1241°C mientras en las de alto contenido el promedio fue de 1191°C.

En cuanto a las pruebas mecánicas los especímenes fueron sometidos a pruebas de termofluencia a una temperatura de 704°C y 793MPa, a esfuerzo de ruptura a 649°C y 896MPa, esfuerzo en tensión a 649°C y prueba de crecimiento de la fractura en fatiga a 704°C.

El análisis estadístico mostró que el carbono y el boro tuvieron una influencia significativa en el tiempo de resistencia a la termofluencia, pues las aleaciones que contenían más porcentaje de ambos elementos mostraron las menores propiedades.

Por el contrario en la prueba de esfuerzo de ruptura, el aumento de boro tuvo una influencia positiva al incrementar el tiempo de ruptura y mejorar la elongación de las aleaciones. En las aleaciones con bajo porcentaje de boro la elongación promedio fue de 3.9% mientras las de mayor porcentaje tuvieron una elongación promedio de 14.3%. Los resultados indican que el menor crecimiento de fractura se dio en las aleaciones con menor concentración de boro y mayor concentración de hafnio. Las composición del las aleaciones no parecieron tener un impacto en la propiedad de esfuerzo último.

En esa investigación también se encontró que el tántalo mejoró la resistencia a la termofluencia y la resistencia mecánica, pero el efecto causado en el crecimiento de la fractura en la fatiga fue por mucho el mejor. Es decir, al incrementar el porcentaje de tántalo el crecimiento de la grieta en fatiga disminuyó notablemente.

Es por esta razón que se debe definir muy bien las prioridades del comportamiento de una aleación sometida a ciertas condiciones de trabajo y hacer un balance de los elementos aleantes que se requerirán para optimizar su desempeño.

#### 4.4 TEORÍAS DE CRECIMIENTO DE GRANO ANORMAL.

El crecimiento de grano normal se origina por la presión motriz en la frontera de grano debida a la curvatura inducida dentro de una frontera de grano de tres dimensiones [18]. Mientras el crecimiento anormal de grano puede ocurrir cuando se inhibe el crecimiento normal de alguna manera y la variación en esta inhibición permite que algunos granos crezcan más rápido que el promedio [19]. Se cree que este fenómeno de crecimiento anormal que presentan algunos materiales después de ser deformados se puede deber principalmente a las siguientes razones: al anclaje de dispersores o segundas fases y a la inhibición de textura deformada. Pero también tenemos la teoría de transición de fronteras escalonadas a rugosas en materiales de una sola fase y a la poco entendida teoría de arrastre de soluto.

Las superaleaciones base níquel fabricadas por medio de metalurgia de polvos presentan un fenómeno parecido al crecimiento anormal de grano llamado crecimiento crítico de grano. Este último se define como el crecimiento anormal de granos que crecen en una región de deformación o de velocidad de deformación crítica cuando el material es tratado térmicamente a una temperatura mayor a la de solución de  $\gamma'$ .

Existe la teoría que explica que el crecimiento crítico de grano se debe a un fenómeno de recrystalización en el cual el mecanismo de propagación está originado por la estructura de las dislocaciones en las fronteras después de la recuperación del material.

En un estudio realizado a la superaleación base níquel fabricada por metalurgia de polvos René 88DT [19], se ha demostrado por medio de observaciones de microscopía electrónica de transmisión y de mediciones de textura, que el material sometido a cierto intervalo de deformación, (3-10% que debería dar lugar a crecimiento crítico anormal) y a una temperatura supersolvus de  $\gamma'$  (1150°C) tiene los granos recrystalizados por completo antes que el problema de crecimiento anormal se presente. Entonces se puede concluir que la subestructura de las dislocaciones en los granos o en las fronteras de

grano no es el mecanismo promotor del crecimiento anormal. Una alternativa para evitar el crecimiento excesivo de grano en esta aleación, que fue comprobada por medio de ese estudio, es la de tratar térmicamente a esta aleación a una temperatura subsolvus para que de esta manera los precipitados  $\gamma'$  inhiban la recrystalización y sólo se presente la recuperación de la aleación.

#### 4.4.1 TEORÍA DE PARTÍCULAS DE SEGUNDAS FASE QUE ACTÚAN EN FORMA DE ANCLA

Como se mencionó con anterioridad, una de las teorías más populares para el crecimiento anormal de grano es la del “anclaje” que ejercen segundas fases. Humphreys [20] derivó límites de estabilidad para un determinado tamaño de grano, una determinada movilidad de grano y su energía de frontera con respecto a la del promedio de los granos. Fuera de estos límites la estructura del grano se vuelve inestable y se origina el crecimiento anormal, a continuación una breve explicación de esta teoría.

Este modelo explica el efecto de segundas fases de precipitados esféricos e incoherentes, incluyendo 8 parámetros fundamentales como son:

- $\bar{P}$  Energía media del total de los granos.
- $\gamma$  Energía del grano en particular.
- $\bar{M}$  Movilidad promedio de la totalidad de los granos.
- $M$  Movilidad de un grano en particular.
- $\bar{R}$  Radio equivalente promedio de la totalidad de los granos.
- $R$  Radio equivalente de un grano en particular.
- $F_v$  Fracción volumétrica de las partículas.
- $d$  Diámetro equivalente de las partículas

Se da una explicación de cómo cierta combinación de estos parámetros puede resultar en predicciones del crecimiento de grano.



Por conveniencia estos parámetros se reescriben de la siguiente manera:

$$X = \frac{R}{\bar{R}}, \quad Q = \frac{M}{\bar{M}}, \quad G = \frac{\gamma}{\bar{\gamma}}, \quad Z = \frac{\bar{P}_z \bar{R}}{\bar{\gamma}} = \frac{3F_v \bar{R}}{d}$$

La condición para el crecimiento estable/inestable es la siguiente:

$$X = \frac{2Q(GZ - 1)}{4Z - 1} \pm 2 \frac{[(Q - QGZ)^2 + (4Z - 1)QG]^{1/2}}{4Z - 1}$$

Donde el límite inferior  $X_{\min}$  es el la razón del grano más pequeño que puede crecer anormalmente y el límite  $X_{\max}$  superior es el máximo que esta razón puede tomar. Sustituyendo estos parámetros por valores encontrados experimentalmente en materiales reales se obtiene la Figura 4.6.

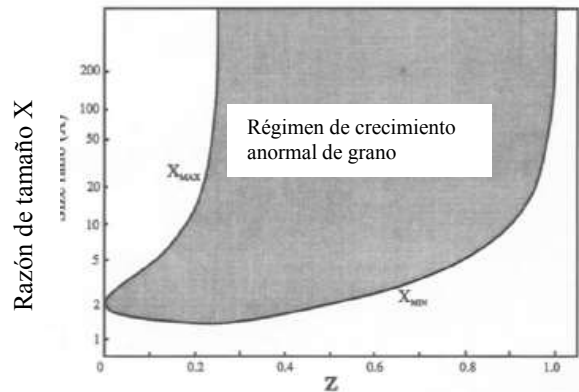


Figura 4.6 El efecto de partículas (expresadas en base al parámetro adimensional Z) en la razón  $X_{\min}$  de tamaño para iniciar el crecimiento anormal de grano y la razón máxima  $X_{\max}$  en la cual estos granos podían crecer.

De la Figura 4.6 se pueden obtener las siguientes conclusiones:

Si  $Z=0$  ocurrirá crecimiento normal.

Si  $0 < Z < 0.1$  Podemos tener un crecimiento grande pero no necesariamente anormal.

Si  $0.1 < Z < 0.25$  Ocurre crecimiento anormal y normal de grano.

Si  $0.25 < Z < 1$  Sólo existe crecimiento anormal.

Si  $Z > 1$  No se presenta crecimiento.

Aunque este modelo no fue directamente aplicado en níquel, si puede tener cierta validez pues aplica para muchas aleaciones de aluminio, aceros y para cobre sólo cuando este último ha sido deformado a temperaturas elevadas.

Sin embargo, se han realizado simulaciones [21, 22, 23] en las cuales se modeló solamente el efecto del anclaje ejercido por las partículas de segundas fases. Esto se logró por medio de diferencias finitas transitorias con formulaciones tipo Hillert y usando una distribución normal logarítmica de tamaño de grano. El resultado de estas simulaciones fue que no se pudo reproducir el crecimiento anormal de grano al menos que se añadiera un grano con una diferencia en el rango de tamaño de 10-100X. También se realizaron modelaciones tipo Monte Carlo [24, 25, 26] en las cuales los resultados fueron similares y donde se concluyó que el crecimiento anormal de grano de un material deformado críticamente no podía ser reproducido sólo por partículas distribuidas aleatoriamente en el material.

#### 4.4.2 TEORÍA DE LA INHIBICIÓN DE LA TEXTURA

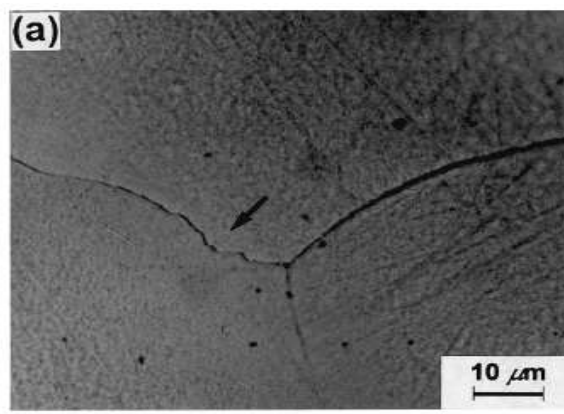
Otra teoría importante que trata de explicar este fenómeno es la inhibición de la textura, en esta se atribuye a una textura fuerte inducida al material por medio de la deformación como la responsable del crecimiento anormal de grano.

Contrario al hecho de las modelaciones del efecto partículas que actúan como anclas no concuerdan con lo predicho por Humphreys en esta ocasión sí se han reproducido resultados que concuerdan con la teoría. Estas simulaciones se realizaron por medio de modelos Monte Carlo [24-27] con crecimiento de grano similar al producido experimentalmente en aluminio [28] y cobre [29].

Esta teoría de textura no parece aplicarse a las superaleaciones base níquel pues en el estudio que se le hizo a una aleación R88DT [19] y que se mencionó con anterioridad en este capítulo, se concluyó que la textura inicial en el material deformado y la textura final después de tratamiento térmico son muy débiles. La textura encontrada fue la de  $\langle 111 \rangle$  en ambas situaciones, esta orientación corresponde a una fuerza de 1.03 en una escala donde el 1 es una fuerza similar al una textura desordenada mientras un 4 corresponde a una textura muy orientada.

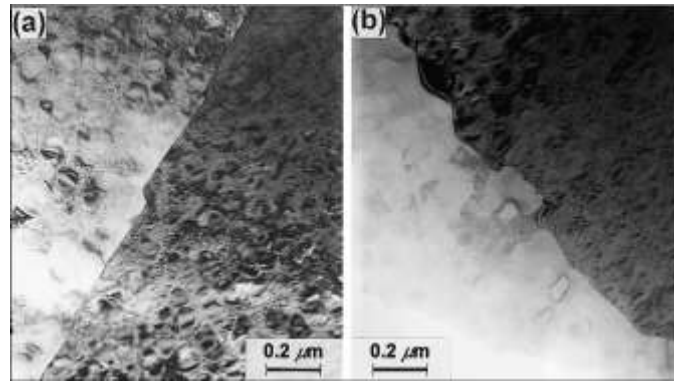
#### 4.4.3 TEORÍA DE TRANSICIÓN ENCARAMIENTO-RUGOSIDAD DE LAS FRONTERAS DE GRANO.

En esta teoría se maneja que los materiales puros y las soluciones sólidas presentan esta transición en la frontera de grano. Cuando el metal es sometido a un tratamiento térmico por debajo de la temperatura de transición las fronteras de grano se encontrarían encaradas como lo muestra la Figura 4.7 y la Figura 4.8 (a).



**Figura 4.7** Micrografía óptica en donde la flecha indica una frontera de grano encarada [30].

Pero al ser sometido a una temperatura mayor a la de transición, estas fronteras tomarían una morfología rugosa curvaada, en la figura 4.8 (b) se ilustra esta morfología.



**Figura 4.8** Micrografías TEM (a) fronteras de grano encaradas (b) fronteras de grano rugosas [30].

En esta teoría se considera que el crecimiento anormal se presenta cuando la temperatura de tratamiento es baja y por ende las fronteras de grano están encaradas. Por ejemplo en el aluminio esta transición se presenta a 0.54 su temperatura de fusión, es decir que hacemos un tratamiento en aluminio puro a una temperatura menor que 356.4°C se presentará un crecimiento anormal de grano y habrá encaramiento de las fronteras de grano. El oro tiene una temperatura de transición de 0,94 su temperatura de fusión [31].

En pasadas publicaciones [32, 33] se ha propuesto que el crecimiento grano se lleva a cabo por un mecanismo tipo escalera que opera en fronteras de grano singulares y hace que las fronteras encaradas se muevan “en forma de escalera” ya sea por dislocaciones o por la nucleación en dos dimensiones y que esto provoque el crecimiento anómalo. Pero este mecanismo tipo escalera aún necesita ser esclarecido por medio de más observaciones in-situ.

En el estudio realizado por Whitis [19] en la aleación R88DT por medio de TEM se encontró que no todas las fronteras de grano se encontraban encaradas, sino que las maclas y su variantes se encontraban como se muestra en la Figura 4.9.

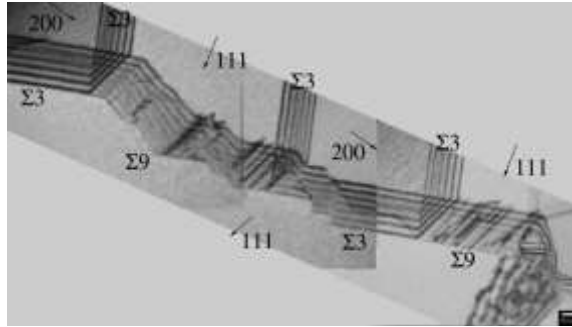


Figura 4.9 Condición de doble haz, mostrando encaramiento sobre las variantes de maclas en R88DT [19].

De esta manera Whitis menciona la posibilidad de que en la recrystalización los eventos de maclaje sean los responsables del crecimiento anormal. La teoría de transición de encaramiento-rugosidad se soporta debido a que se ha comprobado que en materiales con estructura cúbica centrada en las caras, el crecimiento de grano se lleva a cabo debido a que los átomos de los granos que están en proceso de desaparecer se están depositando en los escalones de los granos que están creciendo [32].

Para poder comprobar que realmente ocurre una transición encaramiento-rugosidad en las fronteras de grano y/o en las maclas de la superaleación H-230 se tendrían que hacer experimentos a altas temperaturas. La observación de microscopía electrónica de transmisión de estas fronteras debería mostrar micrografías parecidas a las mostradas en la Figura 4.8 para tratamientos térmicos realizados a temperaturas menores y mayores a la temperatura de transición.

## CAPÍTULO 5

# METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

### 5.1 CARACTERÍSTICAS DE LA MUESTRA.

Especímenes de H-230 fueron proporcionados por Frisa Aerospace S.A. de C.V. (FA) Se obtuvo una sección de aproximadamente 4.8 cm de espesor de una barra cuadrada de 254 x 254 mm redondeada en las esquinas.

La composición química de esta barra se presenta en la Tabla 5.1 y en el Apéndice A muestra el certificado de pruebas proporcionado por el fabricante, la barra que se utilizó tiene el número de colada 830567817-01. En las páginas subsecuentes de este mismo certificado se establece que la barra tiene un tamaño de grano promedio de 89.8  $\mu\text{m}$  (ASTM No. 4), una resistencia a la tensión de 352.49MPa (51000 PSI), una dureza 210 HV (95 HRB) y que estos resultados fueron obtenidos en su condición de forja; es decir sin tratamiento térmico de recocido.

Tabla 5.1 Composición química de la barra (porcentaje en peso)

Elemento	Ni	Cr	W	Fe	Mo	Al	Si	C	Mn	Co	Cu	Ti	B	P	La	S
Certificado de material	Balance	21.48	13.86	1.413	1.225	0.33	0.31	0.11	0.5001	0.218	0.0493	0.01	0.002	0.005	0.019	0.002

Esta sección de la barra se cortó en forma de cubos, los cuales se sometieron a un tratamiento de homogenizado a 1200°C por un periodo de 4 horas, este tratamiento fue llevado a cabo en los hornos de producción de FA. De estos especímenes se seleccionó uno al cual se le cortaron dos pedazos de aproximadamente 48X25X10 mm (extremos del cubo) para ser pulidos hasta paño y alúmina de 1  $\mu\text{m}$ , posteriormente fueron llevados a pruebas de difracción de rayos X para verificar homogeneidad de fases presentes. En el Apéndice A se muestran los difractogramas obtenidos.

Del material restante se cortaron por medio de contadora de sierra cinta barras cuadradas de 15 mm de lado por la longitud que permitían los cubos. De estas barras se maquinaron las probetas para los ensayos de compresión y tratamientos térmicos. Estas probetas cilíndricas tenían un diámetro inicial de 10 mm y una longitud de 15 mm. La Figura 5.1 se muestra un esquema de estas probetas.

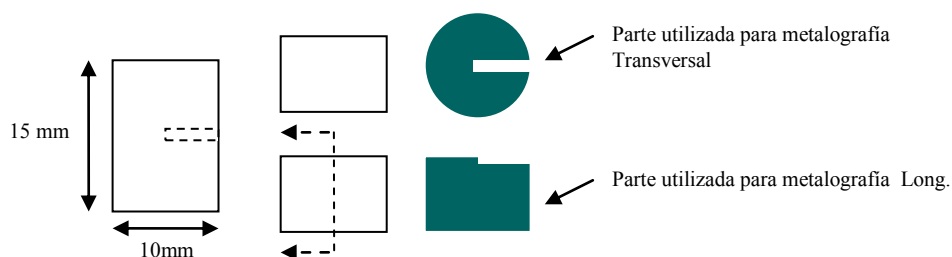


Figura 5.1 Esquema de probeta con su orificio para termopar e ilustración de los cortes realizados.

## 5.2 PRUEBAS MECÁNICAS.

Los ensayos de compresión fueron llevados a cabo en una máquina de ensayos universal marca SATEC INSTRON modelo 600X con una capacidad de carga máxima de 60 000 kg. Es importante mencionar que al momento de que se realizaron las compresiones el equipo contaba con certificado de calibración vigente avalado por la entidad mexicana de acreditación. En este certificado se establece que el error máximo de medición del aparato fue de -0.09 % y su incertidumbre expandida con un factor de cobertura de  $K=2$  fue de 0.14 %. La Figura 5.2 muestra la máquina y la configuración empleada.



Figura 5.2 Máquina para ensayos SANTEC 600X mostrando un esquema de la configuración empleada para la prueba de compresión.

Las pruebas se realizaron únicamente a probetas maquinadas a partir de material solubilizado y no se uso ningún tipo de lubricante. Al momento de hacer las deformaciones se controló la velocidad de cabezal y esta se estableció de 1mm/min para todas las pruebas.

Las deformaciones establecidas para este trabajo fueron de 2.5, 5.0, 7.5 y 10.0 % de reducción de longitud; esto debido a que se considera que dará lugar a crecimiento anormal de grano, según antecedente de producción [1]. Después de su reducción se



numeró a cada probeta y también se midió su longitud y su diámetro antes y después del ensayo, cabe mencionar que no siempre se logró alcanzar precisamente las condiciones de deformaciones pero sí se obtuvieron resultados cercanos. En la Tabla del Apéndice B se muestran los resultados de los porcentajes de reducción a temperatura ambiente obtenidos para los cilindros, estos se encuentran separados por las diferentes temperaturas a las que fueron tratados (de lo que se profundizará en la siguiente sección). Para simplificar el análisis y la discusión de los resultados a las probetas se les asignó una nomenclatura de acuerdo a su deformación y a la temperatura a la cual fueron tratadas, esta nomenclatura se describe en esta misma Tabla. Las graficas de esfuerzo vs. desplazamiento típicas obtenidas para las cuatro distintas deformaciones se encuentran en el Apéndice B.

### 5.3 PRUEBAS TÉRMICAS.

Una vez terminadas las compresiones las probetas fueron perforadas con una broca de carburo de tungsteno de 1/16 de pulgada en dirección paralela a la superficie plana del cilindro, a una distancia y profundidad aproximadas al centro, como lo muestra la Figura 5.1; esto con la finalidad de introducir un termopar de este mismo diámetro y monitorear la temperatura de cada prueba. También a todas las probetas se les remarcó su número con lápiz vibrador, esto con el fin de identificarlas fácilmente aún cuando ya se les hubiera realizado el tratamiento térmico.

En cada tratamiento térmico se introdujeron al horno cuatro probetas deformadas, cada una de las cuatro representaba una condición diferente. Antes de iniciar cada tratamiento térmico se introdujo una probeta testigo conectada a un termopar tipo K y se monitoreo la temperatura del horno hasta que esta se estabilizara a la temperatura de prueba deseada. Posteriormente se sacaba en forma rápida la probeta testigo y se introducían los cuatro cilindros deformados; en cada tratamiento uno de estos cilindros contaba con un termopar de monitoreo y una vez adentro se comenzaba a registrar la temperatura.

Una vez iniciado el tratamiento se verificaba que la probeta alcanzara la temperatura adecuada y se le daba una hora de permanencia. Después de este lapso se procedía a un enfriamiento en agua [6]. Las diferentes temperaturas de prueba fueron seleccionadas en base a que se deseaba observar, si se podía realizar un tratamiento que obtuviera buenos resultados (tamaño de grano) por debajo de la temperatura de 1170°C que recomienda el fabricante [6].

El registro de la temperatura se llevó a cabo por medio de dos interfaces diferentes y sus respectivos programas. En el caso de los tratamientos a 786, 908, 977 y 1038°C se empleó una tarjeta de adquisición de datos Novus modelo myPCLab la cual utilizó el paquete myPCLab V1.20, la tasa de captura de datos en estos cuatro casos fue de una lectura por segundo. En el caso de los tratamientos a 1000 y 1100°C se empleó la tarjeta de adquisición de datos marca National Instruments modelo USB-9211 la cual utilizó el paquete NI-DAQmx, en estos tratamientos se dividió la rapidez de captura de datos en dos; una de 0.1s por lectura para el calentamiento y enfriamiento y una de 1s por lectura para el grueso de la prueba. El tratamiento de 1170° se hizo en los hornos de producción de FA tomando la temperatura del termopar y de acuerdo a sus estándares de medición. Las gráficas resultantes de este monitoreo, salvo el caso del tratamiento térmico a 977°C se presentan en el Apéndice C.

Estas gráficas fueron reconstruidas en formato de EXCEL en base a los datos obtenidos de las lecturas realizadas por los programas. La razón por la cual no se incluye la gráfica del tratamiento a 977°C es debido a que se inhibió el programa al momento de hacer el enfriamiento, esto ocasionó la pérdida de la información. El establecimiento de 977°C como temperatura de tratamiento emerge por la observación del comportamiento de la gráfica de la prueba, la cual fue muy similar a las gráficas que se hicieron con el mismo equipo. En general la duración de los tratamientos fue de 73 minutos +/- 2.

Los tratamientos térmicos de 786, 908, 977 y 1038°C se llevaron a cabo en el horno tipo caja de marca Lindberg/Blue M de las instalaciones del laboratorio del Doctorado

en Ingeniería de Materiales de la FIME. La Figura 5.3 presenta un esquema de la configuración horno-tarjeta-monitoreo utilizada para las pruebas.

Con la finalidad de corroborar el comportamiento del material, los tratamientos a 1000 y 1100°C se realizaron en una mufla de investigación de FA.



Figura 5.3 Configuración del horno utilizado en conjunto con el programa de adquisición de datos y la captura de datos con la interfase National Instruments.

#### 5.4 PREPARACIÓN METALOGRÁFICA.

Una vez realizados los tratamientos térmicos las probetas fueron cortadas mediante una cortadora de precisión Struers Accutom-5 mediante disco de diamante 330 CA de la misma marca, ver figura 5.4, para evitar que la pieza se calentara se utilizó agua como refrigerante.



Figura 5.4 Cortadora de precisión Struers Accutom-5.

Con el fin de tener una mejor observación de la microestructura del material se hicieron dos cortes, uno longitudinal y otro transversal, es decir un corte en la dirección paralela a las caras del cilindro (transversal) y otro en dirección perpendicular a estas en una de las mitades restantes (longitudinal), tal como se muestra en la Figura 5.1.

Cada una de estas dos secciones fue nivelada mediante desbaste en pulidora manual con lija No. 320 y lubricada con agua. Con la pieza metálica plana, se procedió a montarla en resina fenólica termoendurecible y grabarla nuevamente con su número de probeta y la temperatura a la que fue sometida. Este procedimiento se aplicó a todos los especímenes.

El proceso de pulido grueso comenzó nuevamente con lija No. 320, 400, 500, 600, 800 y 1200; siempre cuidando de rotar la pieza  $90^\circ$  en cada cambio de papel, se utilizó agua como lubricante y refrigerante. Para el pulido fino se utilizó paño y alúmina de  $1\mu\text{m}$  y  $0.5\mu\text{m}$  cuidando que la pieza siempre estuviera húmeda pues de lo contrario esta se mancharía en el proceso de ataque químico [6]. Una vez pulida se limpiaba con algodón y flujo de agua.

La preparación del reactivo se llevo a cabo con 5g de ácido oxálico diluido en 95ml de ácido clorhídrico. El ataque fue electrolítico a 6V con ánodo hecho con una laminilla de acero inoxidable y un cátodo de grafito, el tiempo variaba de 5 a 10 segundos y se

cuidaba de que la pieza se introdujera húmeda para evitar que se manchase [6]. Para quitar el reactivo de la pieza, esta se puso en el flujo de agua y se limpió con alcohol; por último se secó con de aire caliente.

## 5.5 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL.

La determinación del tamaño de grano promedio se llevó a cabo por medio de microscopía óptica, para esto se utilizó un microscopio NIKON modelo EPIPHOT el cual estaba conectado a una cámara digital que enviaba la información a una computadora personal. Esta computadora contaba con el paquete de análisis de imágenes CLEMEX VISION 4.0 PE, esta configuración se presenta en la Figura 5.5. A pesar del uso de esta herramienta no se pudo realizar un estudio de las distribuciones de tamaño de grano debido a que la microestructura del material cuenta con una gran cantidad de granos maclados y carburos intragranulares y en las fronteras de grano. Estos carburos y maclas hacen que la edición de la imagen se convierta en un método inviable debido al gran consumo de tiempo que lleva editar una sola metalografía. Es importante destacar que se trataron otros reactivos y ninguno produjo tan buenos resultados en término de definición de fronteras como el recomendado por el fabricante.



Figura 5.5 Configuración de equipo para análisis microestructural.

Se optó por realizar la medición con el método de intercepción lineal de Heyn descrito en el estándar ASTM E112 [34]. Para esto se capturaba una imagen de la microestructura de la pieza por medio de la cámara digital y utilizando el paquete computacional se trazaba una línea recta tocara dos fronteras de grano, el paquete hacía la conversión automática de la longitud de la línea en  $\mu\text{m}$  dependiendo de la magnificación a la cual se había tomado la imagen. Debido a los tamaños de grano de las probetas, la magnificación más empleada fue de 50X y en ocasiones, cuando la imagen permitía que cupiesen más de 50 granos se cambiaba a 100X.

Por cada probeta se tomaron 10 campos de medición, 5 campos por corte transversal y 5 campos por corte longitudinal, además se procuró que se hicieran por lo menos 50 intercepciones por campo. Mediante la siguiente metodología: se tomarían 5 campos en la sección transversal y 5 campos en la sección longitudinal, de cada campo se obtiene la longitud promedio por intercepción, las 5 longitudes se promedian para sacar la longitud promedio total (transversal ó longitudinal). Con este dato se utiliza la Tabla 4 del estándar ASTM E112 y se interpola para sacar el diámetro promedio y el número ASTM correspondiente, de esta manera se obtiene el tamaño de grano de una sección, después se realiza la misma metodología con la sección restante. Para obtener el tamaño de grano total se promedian las dos longitudes promedio principales y se consulta de nuevo la Tabla 4.

Para asegurar que la medición de tamaño de grano es correcta se realiza el procedimiento de calcular el porcentaje de precisión relativa, descrito en el estándar ASTM E112 [34] y si este es mayor a 10% se toman campos adicionales hasta que se logre disminuir este porcentaje. Cabe mencionar que este porcentaje de precisión depende directamente de la desviación estándar que se tenga de todos los campos computados y que este valor sólo nos ayuda a visualizar que tan homogénea es la microestructura. Por lo tanto si al momento de incluir un número adecuado de campos el porcentaje crece, o no sufre un cambio significativo nos indica que el tamaño de grano tiene una gran variación y no significa que la medición de tamaño de grano es errónea.

El tamaño de grano máximo fue obtenido mediante inspección óptica de toda el área metalográfica de la muestra. Es decir, que primeramente se revisaba en el microscopio (generalmente a bajas magnificaciones) toda la microestructura para identificar la zona en donde podría estar el grano con mayor diámetro, después se pasaba a una magnificación mayor (100X generalmente) para identificar bien al grano mayor y delimitar sus fronteras de grano. Una vez identificado este grano se seleccionaba la magnificación del objetivo con el que se estuviera trabajando en el analizador de imágenes y se trazaban dos líneas en forma de cruz que fueran de extremo a extremo del grano. Se obtenía un promedio aritmético y este se tomó como el diámetro del grano.

## 5.6 DUREZA.

Para las mediciones de dureza se utilizó un microdurómetro Shimadzu tipo M con un indentador de dureza Vickers, ver Figura 5.6. Para la selección de la carga a la cual se harían las mediciones se hicieron tres pruebas para ver la longitud promedio de la huella, se probó con 50, 100 y 200gf en un bloque pulido de material solubilizado de H-230. Se consideró que la carga más adecuada fue la de 100gf. El tiempo de aplicación de la carga se tomó de 10 s según lo recomendado por el estándar ASTM E384-99 [35]. Estas condiciones fueron mantenidas para todas las indentaciones en las probetas.



Figura 5.6 Microdurómetro empleado para pruebas.

Con el objetivo de permitir una lectura clara el material fue indentado en su condición de pulido, conforme al procedimiento de preparación metalográfica descrito con anterioridad, pero no se llevó a cabo el proceso de ataque químico.

Se hicieron 5 impresiones por sección, es decir 10 por probeta. De cada impresión se hicieron dos lecturas una transversal y otra longitudinal; se saco el promedio de cada indentación para posteriormente obtener un promedio en cada sección. La lectura de la dureza de una probeta resultó de obtener un promedio de las longitudes promedio de las secciones transversal y longitudinal para después sustituir este valor en la fórmula  $HV = 1854.4 * P / d^2$  en donde P es la carga aplicada en gramos fuerza y  $d^2$  es la longitud promedio de la huella.

Las indentaciones en el material siguieron un patrón de línea para saber si la dureza variaba consistentemente del diámetro exterior al centro. La Figura 5.7 muestra el esquema de este procedimiento. Cabe mencionar que se buscó que el espaciamiento entre las indentaciones fuera el mismo; por consiguiente el espaciamiento promedio aproximado fue de 1 mm. Es importante mencionar que las indentaciones fueron realizadas en toda la superficie pulida, incluyendo carburos, algunos de los cuales son visibles aún sin ataque.

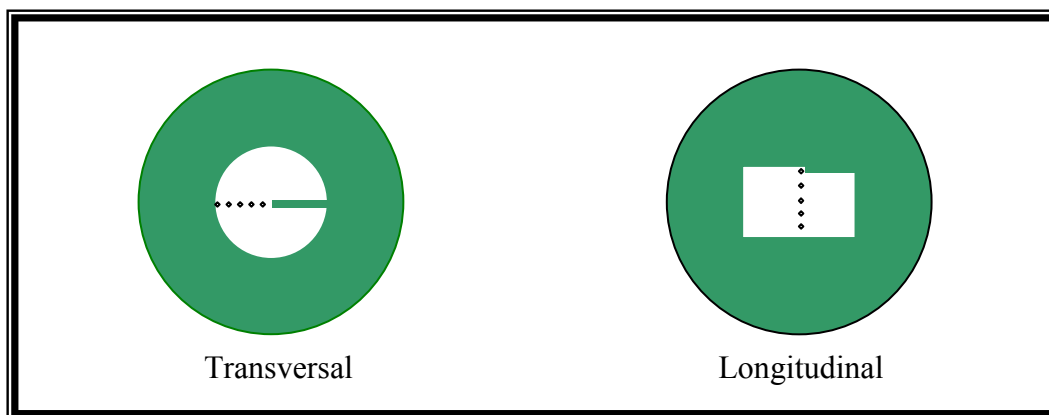


Figura 5.7 Esquema del patrón de realización de indentaciones en las secciones de probeta.



## 5.7 PRUEBAS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X.

Se realizó un análisis de fases por difracción de Rayos X en el material solubilizado. Este análisis se llevó a cabo en un difractómetro Bruker modelo D8 Advance el cual emplea un detector de alta velocidad Vantec-1. Una vez terminado el análisis de tamaño de grano se decidió volver a realizar estas pruebas en algunas de las probetas que resultaron con características de tamaño de grano o con presencia de características microestructurales peculiares. Esto con la finalidad de descartar algún cambio de fase importante durante el tratamiento térmico. Se seleccionaron 5 especímenes: para el tratamiento a 780°C se utilizó la probeta B-1, el tratamiento a 1000°C se evaluaron las probetas E-1 y E-2 debido a la considerable diferencia en el tamaño de grano entre la probeta E-2 y la E-3 y su poca diferencia en el porcentaje de deformación, para el tratamiento a 1100°C se analizó la G-2 pues presentó grano significativamente grande, también se evaluó la probeta H-4 para la condición del tratamiento a 1170°C.

Estas últimas cinco pruebas se realizaron en un difractómetro Siemens modelo D5000. Los parámetros de barrido fueron realizados en un intervalo de 10-90° con una rapidez de barrido de 0,05° y un tiempo de 91s por paso para el difractómetro Bruker y 2s por paso para los especímenes evaluados en el equipo Siemens. En ambos casos se utilizó radiación  $K\alpha$  de cobre.

## 5.8 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.

Una vez realizado el análisis de tamaño de grano se seleccionaron cuatro probetas las cuales habían sido sometidas a cierta deformación y tratamiento térmico; también se analizó el material solubilizado. En la Tabla 5.2 se menciona brevemente las razones por las cuales se seleccionaron.

Tabla 5.2 Cuadro que explica los motivos de selección de estas muestras

Número de probeta	Porcentaje de reducción	Temp.	Observación general
G-2 Trans.	5.67	1100°C	El tamaño de grano promedio era grande (160.7 $\mu$ m) y contenía algunos granos con un diámetro muy grande (804.2 $\mu$ m).
B-2 Trans.	5.3	786°C	Verificación de presencia de fase intergranular.
D-1 Trans.	2.5	977°C	El tamaño de grano era grande en general (149 $\mu$ m).
H-1 Trans.	2.06	1170°C	Aunque el tamaño de grano promedio era pequeño (81.9 $\mu$ m), en los costados de la muestra se encontraban granos grandes (470 $\mu$ m).
Solubilizado	N/A	1200°C	Se tomó como referencia.

Se buscó identificar los tipos de carburos presentes y sus componentes. Además se hizo énfasis en el tipo y la morfología de los carburos presentes en la frontera de grano grande, así como en observar las maclas de estos.

## CAPÍTULO 6

# RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 6.1 INTRODUCCIÓN.

En este capítulo se presentan los resultados conforme a la secuencia que se siguió para hacer las pruebas. Dentro de cada apartado se hará una discusión de los resultados del mismo tipo. Por ejemplo, cuando se esté tratando de los resultados de crecimiento de grano se discutirá los resultados de todas las pruebas. En el apartado de discusión se buscará establecer una relación global entre los resultados de todas las condiciones, se discutirá la relación entre tamaño de grano, dureza y resultados de microscopía electrónica de barrido.

## 6.2 RESULTADOS.

### 6.2.1 PRUEBAS MECÁNICAS.

Como se mencionó en el punto 5.2, las gráficas de esfuerzo vs. posición típicas se muestran en el Apéndice B. El esfuerzo de cedencia del material está entre los 340 y 350 MPa. Los valores de resistencia a la cedencia  $\sigma_c$  con un corrimiento de 2% y el módulo de elasticidad E, fueron obtenidos de la gráfica típica de 5% de reducción mediante el método gráfico y sus valores fueron de 346.83MPa y 30.5GPa respectivamente.

El valor de  $\sigma_c = 346.83\text{MPa}$  es muy similar al de 352.49 MPa que aparece en el certificado para la misma variable. Hay que recordar que en el certificado se establece que el material fue probado en su condición de forja y que las probetas fueron maquinadas de esta misma barra pero con 4 horas de tratamiento térmico de solubilizado. No se observa un cambio importante en esta variable. Las gráficas son muy similares durante todas las pruebas.

### 6.2.2 PRUEBAS TÉRMICAS.

En cuanto a las pruebas térmicas se puso atención en registrar el calentamiento y el enfriamiento para observar si ocurría alguna reacción térmica en el material y registrar algún cambio de fase, como lo que ocurre en el acero. En la gráfica de calentamiento, Figura 6.1 (a) se puede apreciar un pequeño escalón, esto parece ser una orden del controlador del horno para incrementar la temperatura puesto que en la gráfica de enfriamiento a esa misma temperatura no se observa ningún cambio importante. Se presentan sólo dos gráficas en la Figura 6.1 puesto que estas fueron las que se monitorearon con la tarjeta National Instruments y son las que tienen mejor resolución, además que no se presentó el problema que se inhibiera el programa al momento del enfriamiento.

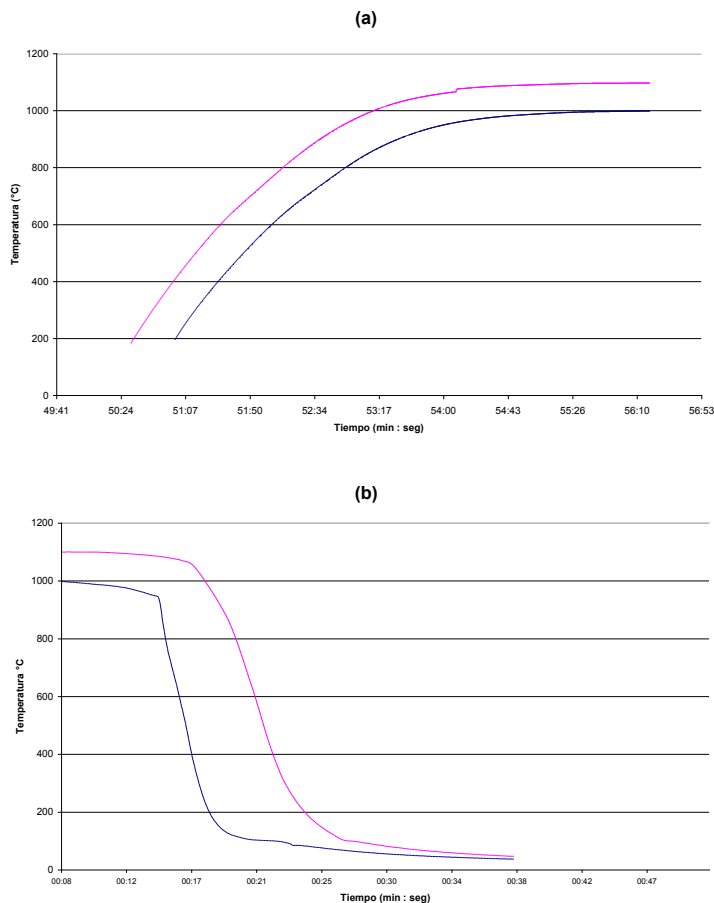


Figura 6.1 Gráficas de a) calentamiento y b) enfriamiento obtenidas al momento de realizar los tratamientos térmicos a 1000 y 1100°C

### 6.2.3 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL.

Como se mencionó en el Capítulo 5 la barra de materia prima se encontraba en un estado inicial de forja y el diámetro promedio del grano era de 89.8  $\mu\text{m}$ , en el certificado no se menciona el tamaño de grano máximo. Después del tratamiento de 4 horas de solubilizado el diámetro promedio llegó a ser de 149.9  $\mu\text{m}$  con un grano máximo de 430.9  $\mu\text{m}$ . No se obtienen los diámetros máximos de las probetas deformadas en frío pues estos tenderán a ser menores que el de la probeta solubilizada.

La Figura 6.2 muestra en forma gráfica una comparación de los resultados de la medición del tamaño de grano para las probetas en frío y las tratadas a 786, 908, 977, 1038 y 1170 °C. Las gráficas individuales y detalladas de los tamaños de grano de cada tratamiento se presentan en el Apéndice D.

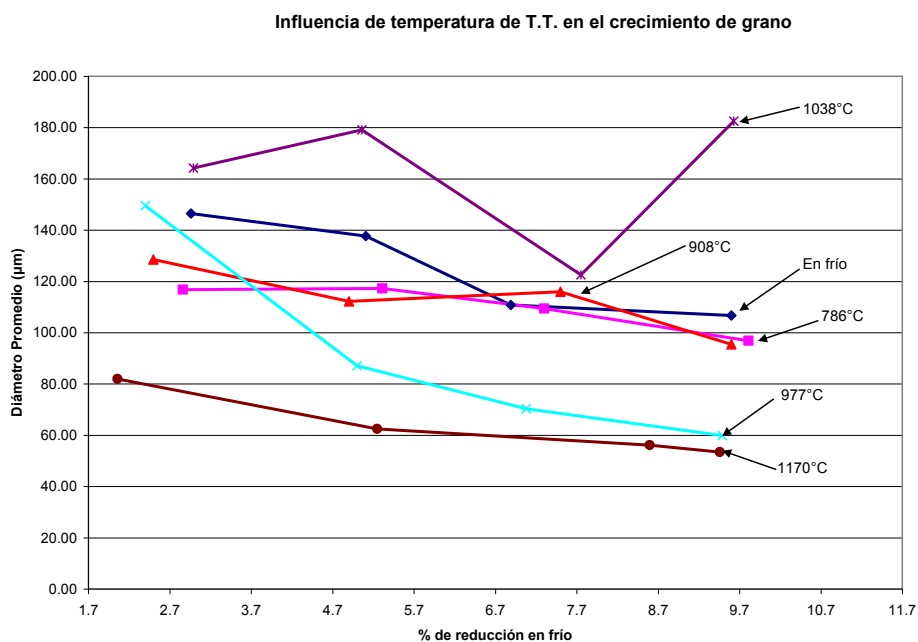


Figura 6.2 Comparación del tamaño de grano en las pruebas realizadas en el horno del laboratorio.

Si hacemos una comparación entre los tamaños de grano de los tratamientos de 786 y 908°C nos podemos dar cuenta que para el mismo porcentaje de deformación, los tamaños de grano son muy similares. Una posible explicación es que todas las probetas de ambos tratamientos resultaron contener lo que se cree que sea la presencia de algún tipo de segunda fase la cual precipitó durante el tratamiento y pudo haber inhibido el crecimiento del grano. Esta posible fase se presentaba en forma de líneas y se encontraba en diferentes orientaciones, ver la Figura 6.3. También en la gráfica de la Figura 6.2 podemos observar que el mayor cambio entre estas dos curvas (786 y 908°C) y la curva de material reducido en frío se encuentra a deformaciones alrededor de 2.5%. Una posible explicación de esto la podemos extraer de la comparación entre la micrografía de material solubilizado y la de la probeta B-1 mostrada en la Figura 6.3. Esta nos muestra que los granos de la probeta B-1 están altamente maclados en comparación con el

material solubilizado, estas maclas tienden a partir un grano en tres o cuatro granos más pequeños. Entonces es posible que el tamaño de grano se esté reduciendo por una combinación de recrystalización y maclaje, pareciendo ser la última la que tiene más influencia. En cuanto a las probetas con mayores deformaciones (a partir de 5%) se puede decir que su microestructura tiene menor cantidad de granos pequeños pero las maclas son más evidentes y numerosas.

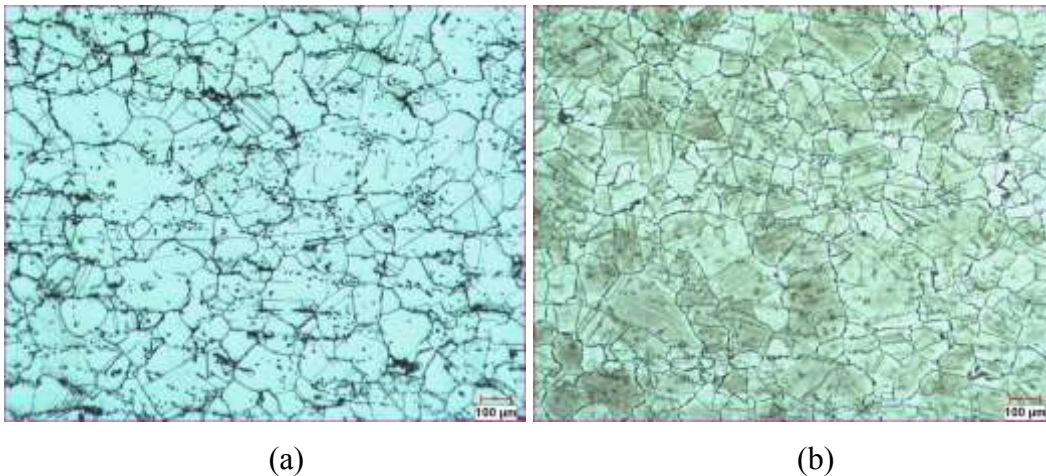


Figura 6.3 Microestructura típica de material solubilizado (a); microestructura típica de probeta B-1 deformada un 2.86% y tratada a 786°C (b). Se observa la microestructura con lo que parece ser la presencia de segundas fases (zonas oscuras).

En la curva del tratamiento a 977 °C podemos ver que existe una gran diferencia de tamaño de grano entre la probeta D-1, deformada 2.4 % y la probeta D-2, deformada 5 % y que el grano continúa disminuyendo a medida que se incrementa la deformación. Esto es debido a que la probeta D-1 (2.4%) en su corte transversal prácticamente no cambió si la comparamos con el tamaño de grano de la probeta reducida en frío un porcentaje similar, una observación importante es que el tamaño máximo del grano de este corte fue de 373.8 µm lo cual si lo comparamos con el tamaño máximo del grano solubilizado encontramos una ligera disminución de 57 µm. Caso contrario es el corte longitudinal de esta probeta pues en esta sí se presentó una ligera disminución del tamaño de grano promedio con respecto a la probeta reducida en frío, pero el tamaño de grano máximo si se incrementó considerablemente pues llegó a 594.5 µm. Esto nos indica un crecimiento anormal pues en lugar de bajar el tamaño máximo subió con respecto a la probeta solubilizada. A pesar de que se presentaron granos grandes en toda

el área de este corte longitudinal el grano máximo se encontró en la zona de menor deformación tal como se muestra en la Figura 6.4. La mayoría de probetas presentaron cambios en el tamaño de grano entre la zona central y la zona exterior (mayor tamaño de grano promedio) dentro del corte longitudinal, se discutirá cada condición cuando su presencia se considere relevante para este estudio.

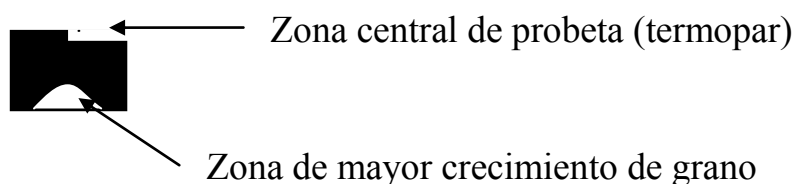


Figura 6.4 Zona típica de mayor crecimiento de grano en corte longitudinal.

También es importante mencionar que dentro de esta curva de  $977^{\circ}\text{C}$  la probeta D-2 (5%) presentó un tamaño de grano promedio considerablemente bajo comparado con el de la probeta D-1. El corte transversal presentó un tamaño de grano uniforme de  $69.76\ \mu\text{m}$ . Sin embargo, el corte longitudinal no presentó uniformidad en cuanto al tamaño de grano, esto provocó que la desviación estándar entre los diferentes campos fuera muy grande y la precisión relativa no pudo ser menor al 10% que recomienda el estándar ASTM E 112, aún cuando se evaluaron campos adicionales. Este corte presentó crecimiento anormal de grano pues el tamaño máximo alcanzado fue de  $680.4\ \mu\text{m}$  en la zona de menor deformación como se muestra en la Figura 6.5.



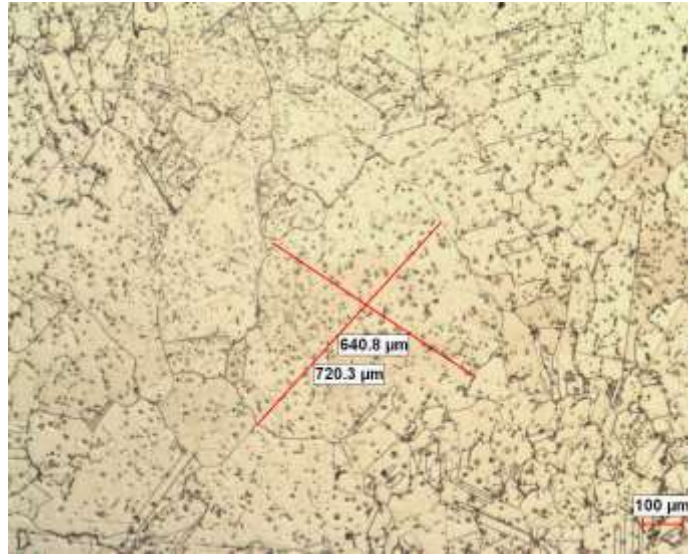
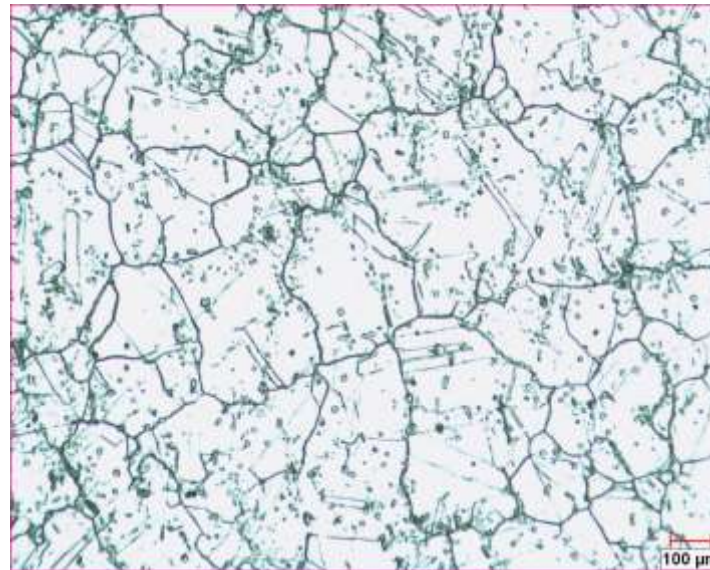


Figura 6.5 Micrografía de probeta D-2 longitudinal mostrando crecimiento anormal de grano.

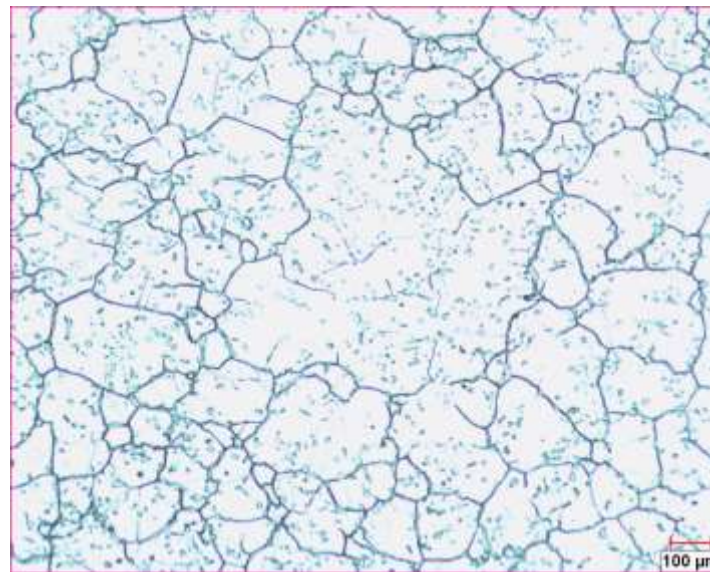
Las probetas tratadas a  $977^{\circ}\text{C}$  restantes (D-3 y D-4) tuvieron tamaños de grano relativamente uniformes. Sin embargo en ambos especímenes, las secciones longitudinales presentaron tamaños de grano mayores en la sección exterior que en la sección central. El diámetro promedio para los granos mayores en ambos casos fue de  $513\mu\text{m}$ .

En cuanto a la curva de  $1038^{\circ}\text{C}$ , en todas las probetas el tamaño de grano fue mayor comparado con las probetas deformadas en frío. La probeta que alcanzó mayor tamaño fue la F-4 deformada un 9.6%. Se puede decir que en esta probeta los granos son en general grandes, es decir que no existe gran diferencia entre los tamaños de grano encontrados en la microestructura. Pero esta probeta no solo tiene el mayor diámetro promedio de grano sino que también alcanzó los mayores diámetros máximos pues en su sección transversal este fue de  $819.7\mu\text{m}$ . En esta probeta no es tan evidente que en la sección longitudinal se encuentre un tamaño de grano promedio mayor en la zona de la cara exterior pues se encontraron granos grandes en toda la pieza. El diámetro máximo para esta deformación fue de  $819.7\mu\text{m}$  y se encontró en la sección transversal. Para las probetas restantes tratadas a esta temperatura se obtuvieron resultados similares, hablando en términos de la diferencia de tamaño de grano con respecto al grano promedio de cada una.

Las maclas en las probetas F-2, F-3 y F-4 tratadas a 1038°C tienden a ser finas en comparación con las encontradas en otros tratamientos térmicos como las de la probeta D-2 mostrada en la Figura 6.5. En la Figura 6.6 se muestra la microestructura típica de las maclas.



(a)



(b)

Figura 6.6 Micro estructura típica de la probeta F-4 sección transversal (a); Microestructura típica de probeta F-1 sección long (b).

En la probeta F-1 las maclas no se ven tan claras como en las probetas restantes tratadas a la misma temperatura (ver Figura 6.6). Al parecer en ninguna probeta se presenta recristalización puesto que sus granos son mayores a los iniciales. También en la Figura 6.6 podemos observar que la probeta F-1 parece que el grano está creciendo a expensas de otros más pequeños los cuales se encuentran en su interior. Esto se observa como fronteras de grano incompletas dentro del grano más grande. Una posible explicación de este crecimiento de grano podría ser que los carburos en la frontera de grano se pueden estar disolviendo y las maclas que generalmente van de un extremo a otro del grano siguen creciendo hasta encontrar otra frontera de grano ó línea de carburos que le impidan su avance. Cabe mencionar que esta posible explicación es una hipótesis, la cual habría que comprobar.

El tratamiento de 1170°C, el cual es el recomendado por el fabricante fue en el que se obtuvieron mejores resultados. Pues el tamaño de grano de las probetas deformadas a un bajo porcentaje fueron considerablemente menores a sus similares únicamente deformadas en frío y no solo eso sino que se mantuvo una tendencia a la baja con forme se aumentaba el porcentaje de deformación.

Los resultados de este tratamiento térmico no son tan buenos como parecen pues en la probeta H-1 (2.06%) en su sección transversal se encontró una especie de banda la cual alojaba granos grandes. Esta banda se encontraba cerca del extremo de la periferia de la probeta, diametralmente opuesta a esta banda se encontraba otra con granos similarmente grandes. El diámetro máximo del grano en esta sección fue de 470.45µm y fuera de estas bandas el grano se observó relativamente uniforme. Algo muy importante también encontrado en estos granos anormales, fue que en algunos parecían contener en su interior granos más pequeños, en los cuales se observa una eliminación de fronteras de grano. Ver Figura 6.7.

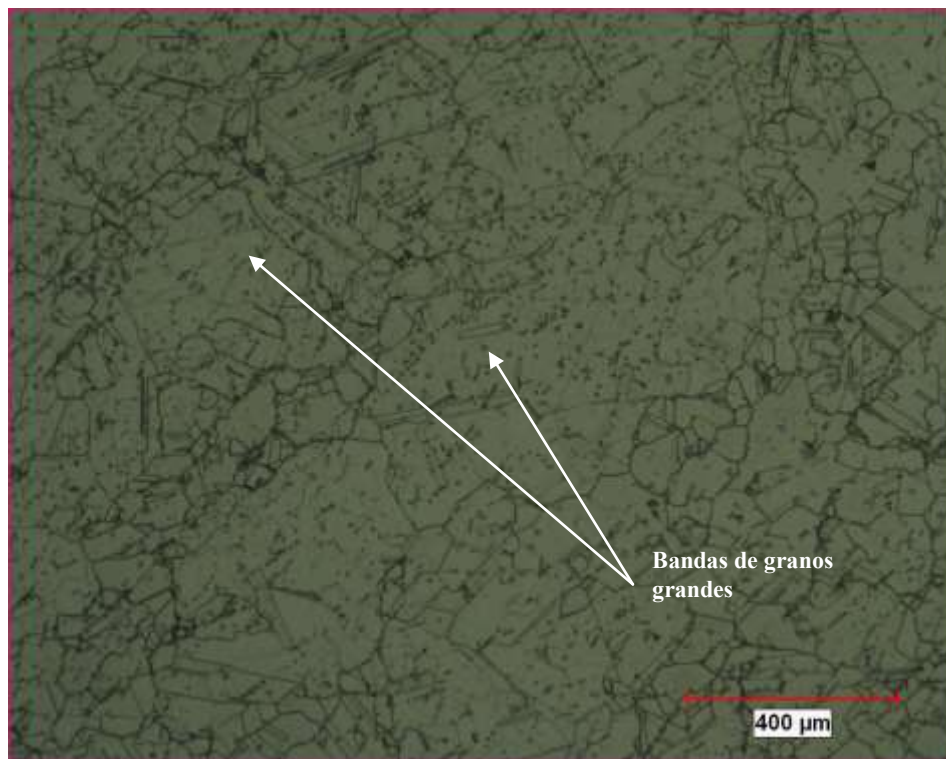


Figura 6.7. Micrografía de probeta H-1 sección transversal que muestra granos grandes con granos pequeños en su interior.

En cuanto al corte transversal de esta probeta, este muestra un tamaño de grano uniforme. Otro aspecto importante a analizar es la recristalización que ocurre a esta temperatura, la Figura 6.8 muestra las micrografías típicas de las cuatro diferentes deformaciones a 1170°C.

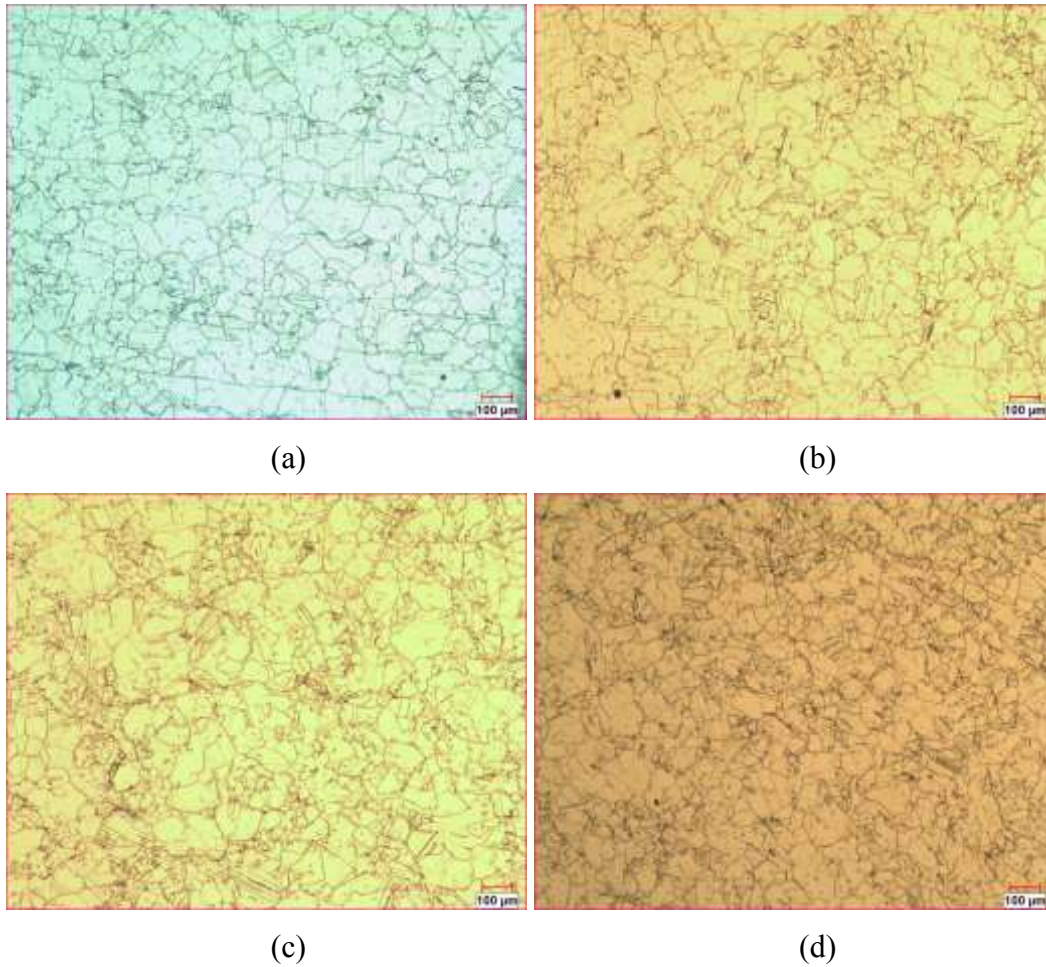


Figura 6.8 Micrografías típicas de probetas tratadas a 1170°C. H-1 2.06% de reducción (a) H-2 5.25% de reducción (b) H-3 8.6% de reducción (c) y H-4 9.46% de reducción (d)

Parece ser que en la probeta H-1 la disminución de tamaño de grano se debe a un aspecto combinado de división por medio de maclas y un poco de recristalización. En la probeta H-2 deformada 5.25% se pueden observar los granos previos más grandes rodeados por los más pequeños recristalizados, mientras que en las probetas H-3 y H-4 se hace más evidente la disminución del tamaño de grano.

Es importante mencionar que también se disminuyó el tamaño de grano máximo pues en la probeta H-2 (5.25%) fue de 363.8 $\mu\text{m}$  y se localizó también en la sección transversal, similar a la probeta H-1. Mientras en las probetas H 3 y H-4 este fue de 341.7 $\mu\text{m}$  y 204.7 $\mu\text{m}$  respectivamente y se encontraron en la sección longitudinal.

Los tratamientos a 1000 y 1100°C se llevaron a cabo en otro horno diferente a donde se hicieron los tratamientos descritos con anterioridad. Esto con la razón de verificar si el comportamiento del material en verdad no seguía una tendencia o el horno empleado había influenciado este comportamiento. La Figura 6.9 muestra los resultados obtenidos.

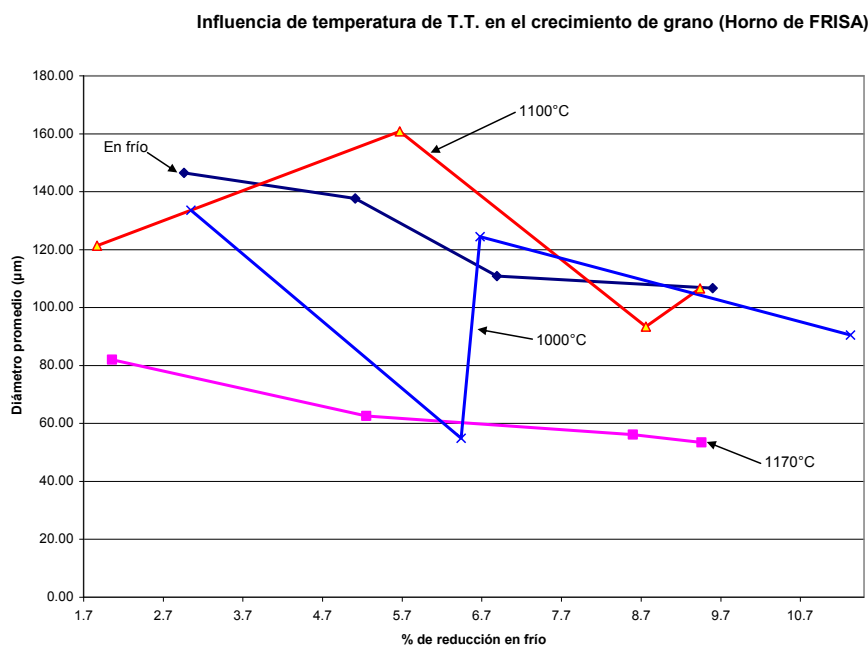


Figura 6.9 Tamaño de grano obtenido en tratamientos térmicos de 1000 y 1100°C

El tratamiento realizado a 1000°C arroja información de la inconsistencia que tiene este material a esta temperatura y quizás a temperaturas mejores a 1170°C. Al observar la curva a esta temperatura se encuentra una diferencia de 70 µm en el diámetro de grano promedio entre las probetas E-2 (6.44%) y la E-3 (6.68%) las cuales sólo difieren 0.24 % de deformación. La Figura 6.10 muestra las micrografías típicas de estas dos probetas. En esta figura se aprecia que la disminución de tamaño de grano en la probeta E-2 se debe a fenómenos de recristalización. Sin embargo, esto no se observa en la probeta E-3 que fue deformada 6.68%, pues se observa que el tamaño de grano aumentó respecto a la probeta A-3 deformada en frío y sin tratamiento térmico. Otro aspecto importante de este temperatura de tratamiento es que la pieza que presentó un tamaño de grano máximo fue la E-1 con un diámetro de 589.9 µm mientras que las restantes resultaron con granos máximos menores a este. En la probeta No. E-4 (11.33%) es difícil

determinar si recristalizó o no, pues en la gráfica se observa que sigue la misma tendencia de las piezas deformadas en frío y sin tratamiento térmico.

Respecto a las cuatro probetas deformadas y tratadas a  $1000^{\circ}\text{C}$ , en su sección transversal no se aprecia una diferencia considerable entre el tamaño de grano en la zona exterior y el de la zona interior, como ocurrió en las probetas D-2, D-3 y D-4 del tratamiento a  $977^{\circ}\text{C}$ .

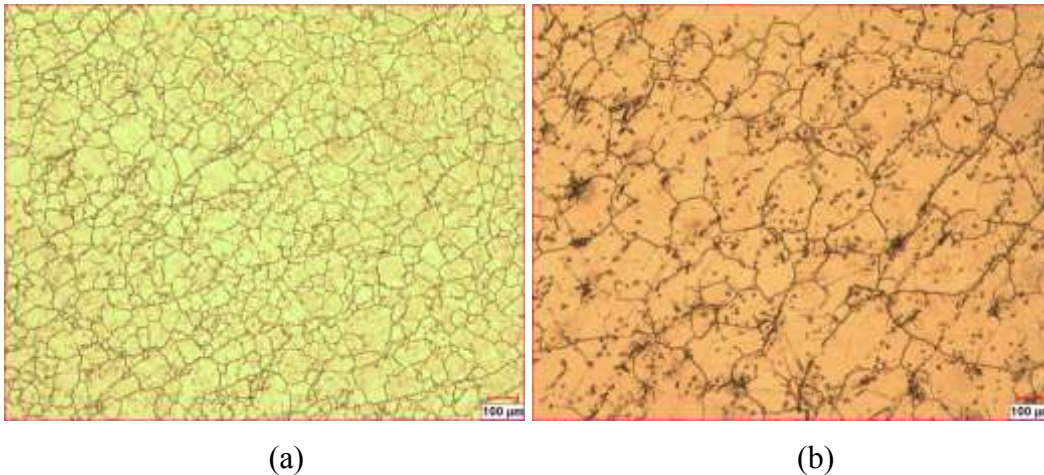


Figura 6.10 Micrografías típicas de probetas E-2 deformada un 6.44% (a) y E-3 deformada un 6.68% (b)

Por último tenemos el tratamiento realizado a  $1100^{\circ}\text{C}$  en el cual la probeta G-2 (5.67%) presentó germinación de grano. Como se observa en la figura 6.9 el grano promedio fue muy superior al del resto de las probetas tratadas a esta temperatura. Esto nos indica que el crecimiento fue generalizado y que no se presentó una zona preferencial de granos grandes, contrario a lo que ocurrió con la probeta D-2 sección longitudinal. Lo que sí se observa son algunos granos más pequeños con un grano promedio de  $100\ \mu\text{m}$  alrededor de estos granos grandes como se muestra en la figura 6.11.

La probeta G-1 (1.87%) presenta un tamaño de grano inferior al de la probeta reducida en frío y sin tratamiento térmico con un porcentaje parecido, pero esta diferencia no es considerable.

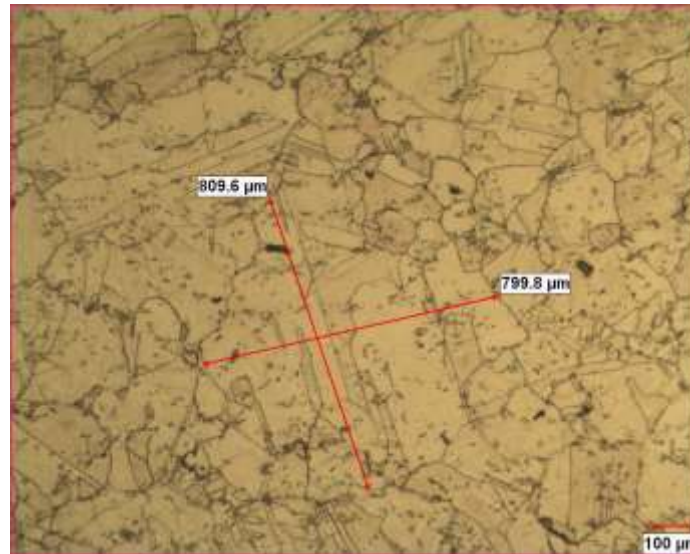
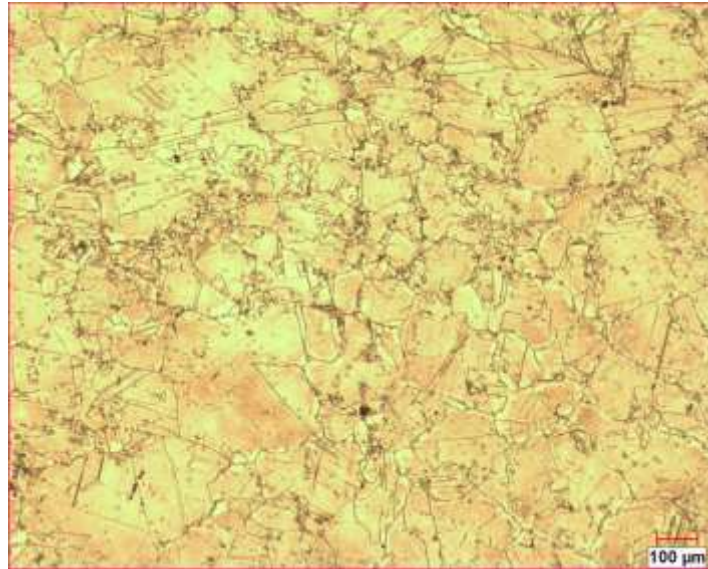


Figura 6.11 Metalografía de grano máximo encontrado en la probeta G-2 (5.67%) tratada a 1100°C

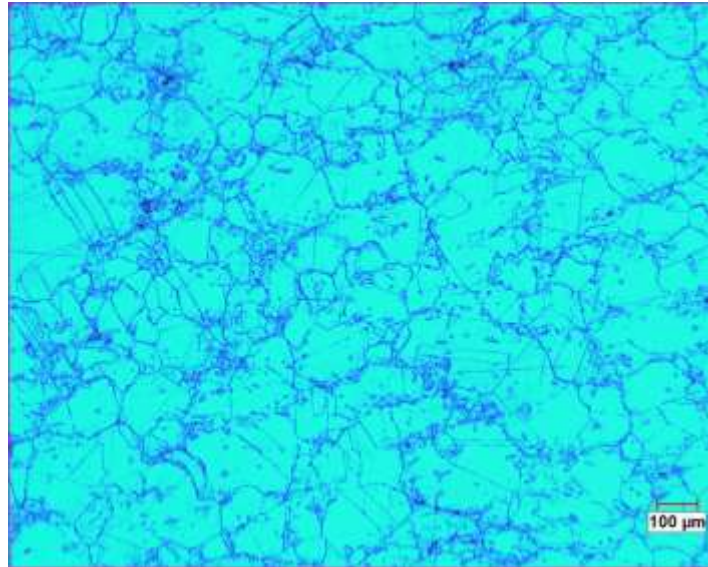
Las probetas G-3 y G-4 presentaron un caso similar al de las tres últimas probetas presentadas en la Figura 6.8 en donde la recristalización del material es evidente, aunque en menor grado, como se observa en la Figura 6.12.

En la Figura 6.12 también se aprecia que la cantidad de granos pequeños para la deformación de 8.76% es mayor que para la deformada 9.44%, esta disminución de tamaño de grano también es apreciable en la Figura 6.9 en donde se observa que la curva tiene un mínimo y después se recupera hasta tomar un valor cercano al de la probeta que sólo ha sido deformada en frío. Otro dato que confirma que el tamaño de grano es menor para la probeta G-3 es que el tamaño máximo de grano encontrado fue de 476.2  $\mu\text{m}$  y para la G-4 este fue de 535.3  $\mu\text{m}$ . Esto una vez más confirma la inconsistencia del material a estas temperaturas.





(a)



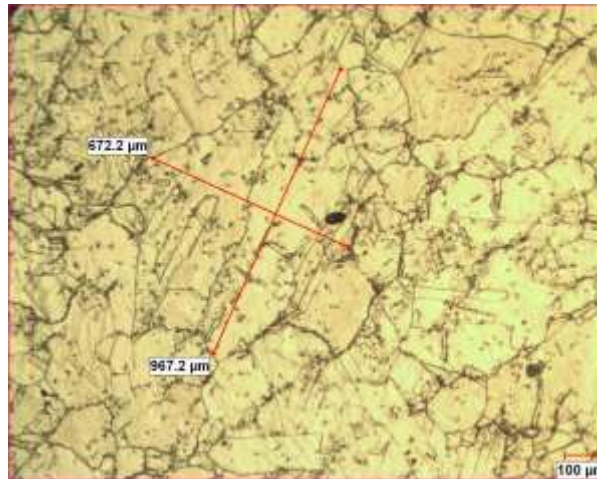
(b)

Figura 6.12 Metalografías típicas de probetas tratadas a 1100°C. G-3 deformada 8.76% (a) y G-4 deformada 9.44% (b)

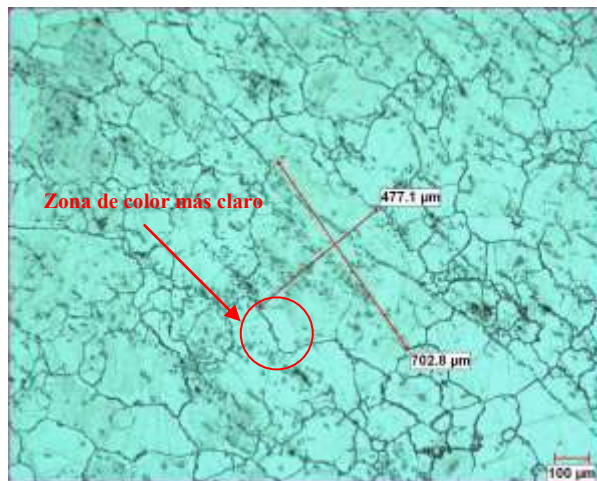
Para esta serie de probetas es importante mencionar que en la sección longitudinal de la probeta G-3 el porcentaje de grano recristalizado aumenta a medida que se incrementa la deformación de la parte exterior a la central. En las secciones longitudinales de las probetas restantes no es claro que la zona exterior tenga un tamaño de grano promedio mayor al de la zona central.

### 6.2.3.1 TAMAÑO DE GRANO MÁXIMO.

En el Apéndice D se presenta un cuadro comparativo en donde se muestran los diámetros máximos observados tanto en la sección transversal como en la longitudinal de las probetas. En este podemos ver que, para todas las temperaturas menores a 1170°C se encontró por lo menos una probeta con grano por arriba de 506  $\mu\text{m}$ . A este respecto, se consideraron granos que tuvieran sus maclas bien definidas para que no hubiera dudas del tamaño real del grano, pues como ya se mencionó hay granos que parecen tener subgranos en su interior. También se observaron granos grandes a los cuales no se les detectaron maclas que fueran de lado a lado del grano. La Figura 6.13 muestra algunos de estos ejemplos.



(a)



(b)

Figura 6.13 Granos con diámetros máximos. Probeta F-4 deformada 9.63% y tratada 1038°C (a)  
E-1 deformada 3.05% y tratada a 1000°C (b)

En la Figura 6.13 (a) se muestra la microestructura de la probeta F-4, la cual muestra maclas paralelas que atraviesan de lado a lado al grano; también se observa que estas maclas se ven de un tono más claro que otras. En la Figura 6.13 (b) se observa la microestructura de la probeta E-1, la macla no es tan evidente pero al observar la zona inferior izquierda del grano grande observamos que hay un pequeño espacio que se ve de un color más claro que el resto del grano. Entonces cabe la posibilidad que la macla abarcara casi todo el grano.

Es importante destacar que hay granos que se ven grandes y que en su interior no se veían subgranos en su interior y que su color era de un solo tono de claro. No es posible

asegurar que no tienen maclas pero al momento de enfocar se perciben las líneas de macla tal como si resaltaran en tercera dimensión. No se puede asegurar que todos los granos grandes tienen maclas pues bastaría el encontrar uno que no tiene; pero es probable que aún los que se ven limpios de maclas en realidad sí las tengan. Además, algunos granos presentan maclas sobre maclas como la que se observa en la parte superior derecha del grano grande en la Figura 6.11.

#### 6.2.4 DUREZAS.

Las durezas encontradas para las distintas deformaciones y tratamientos se muestran en la Figura 6.14. En esta se presentan las diferentes curvas de dureza a diferentes temperaturas.

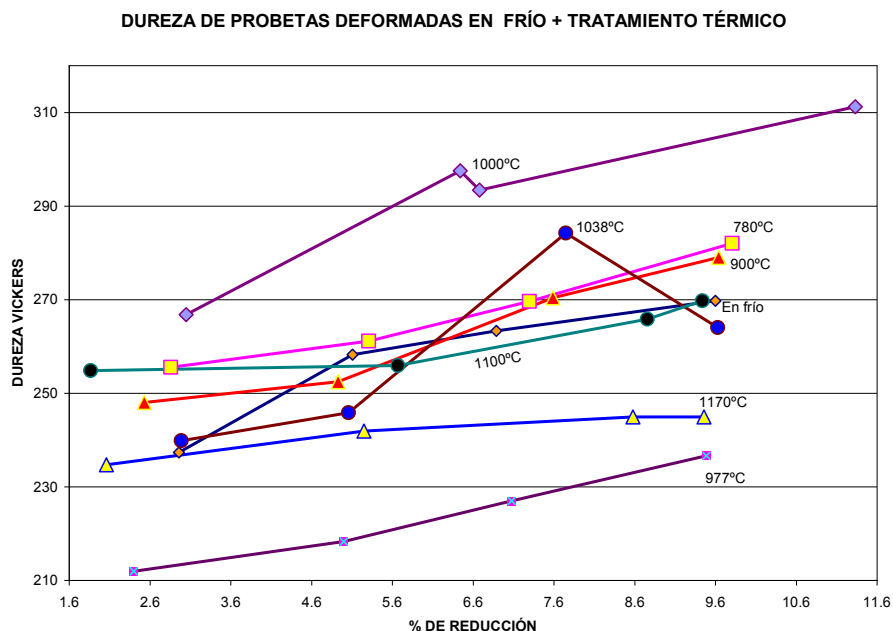


Figura 6.14 Durezas de material a diferentes temperaturas de tratamiento térmico.

Las gráficas individuales de cada tratamiento se pueden consultar en el Apéndice C. Un resultado interesante es que la dureza del material solubilizado por 4 horas fue de 220.9 HV, mientras la dureza de la materia prima la cual estaba en su condición forjada (seguramente por arriba de 1170°C) fue de 210.9 HV. Esto nos confirma que el material

no sufre cambios significativos en dureza cuando se trata a temperaturas de solubilizado, esto se puede observar en la curva de 1170°C de la Figura 6.14.

De la Figura 6.14 se puede indicar que, a excepción de las condiciones a 1000 y 1038°C la dureza se incrementa a medida que se incrementa el porcentaje de deformación en frío que experimenta el material anterior a un tratamiento térmico. A 1170°C la curva es muy horizontal puesto que esta temperatura se considera de solubilizado.

El caso especial de que en estas dos curvas (1000 y 1038°C) no sigan una tendencia o que esta se rompa se debe principalmente al tamaño de grano observado en la probeta, lo cual se discutirá mas adelante.

En la Figura 6.14 podemos ver que las durezas no siguen un patrón. Se podría pensar que las durezas máximas se encuentran al tratar el material a 786°C pues la mayoría de los puntos caen bajo de esta curva, exceptuando las probetas tratadas a 1000°C y la dureza de la probeta F-3 (7.75% a 1038°C). No está claro el porqué las probetas tratadas a 1100°C tienen una dureza mayor que las tratadas a 977°C: es de esperarse que a mayor temperatura de tratamiento menor dureza resulte. Al mismo tiempo, se desconoce el porqué las durezas del material tratado a 977°C son menores a las de las probetas tratadas a la mayor temperatura. Nuevamente los resultados de dureza del material solubilizado son consistentes con los resultados obtenidos en las probetas tratadas 1170°C.

### 6.2.5 ANÁLISIS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X.

Los difractogramas del material solubilizado y las probetas deformadas y tratadas térmicamente se muestran en el Apéndice A. En todos los difractogramas se distinguen tres picos particulares los cuales corresponden a la fase austenítica  $\gamma$ . Aún y que se sabe que estos picos pertenecen a la solución sólida no es posible identificar la estequiometría

de esta, pues no existe un difractograma estándar para este material. Es por esto que el material solubilizado aparece con una estequiometría de  $2.9\text{Ni}0.7\text{Cr}0.36\text{Fe}$  mientras la estequiometría  $0.11\text{Ni}0.7\text{Fe}0.19\text{Cr}$  de las probetas tratadas es de un acero inoxidable 304. Esta claro que el material no es un acero austenítico inoxidable debido a que no tiene un 70% atómico de Fe, el material real sólo tiene un 1.57% atómico de este elemento, pero los picos son los que más coinciden con los datos del software utilizado.

La estequiometría encontrada por el software en el material solubilizado es la que más se acerca a la de la aleación H-230 pues esta tiene 64.28% atómico de Ni, 25.77% atómico de Cr y 1.57% atómico de Fe; pero los ángulos  $2\theta$  no se encuentran exactamente alineados con los picos.

Debido a que no existen otros tres picos que estén bien definidos y que estén por arriba del ruido no es posible identificar con seguridad otra fase por este método. Es importante hacer la observación que si bien el material no sufre cambios drásticos de fase durante los tratamientos térmicos, esto no significa que no haya cambios de composición en los precipitados existentes o precipitación de alguno nuevo. Se puede considerar que este método no es útil para este fin, pues los elementos presentes están en tan baja proporción que sus difracciones no son lo suficientemente intensas. Lo que si podemos observar es que ocurre un corrimiento de los tres picos máximos entre los diferentes tratamientos. La Tabla 6.1 muestra los ángulos  $2\theta$  a los cuales ocurren estos picos de la solución sólida.

En esta tabla podemos observar que los valores del material solubilizado son los que tienen más desfaseamiento con respecto a las demás probetas. Mientras las probetas E-2 y E-1 las cuales fueron tratadas a la misma temperatura no tienen ningún desfaseamiento entre ellas. Hay que recordar que la probeta E-2 presentó un cambio en el tamaño de grano significativo con respecto a sus compañeras, con estos resultados podemos decir que un cambio de fase no fue el motivo de este fenómeno.



En la tabla 6.2 se observa que los porcentajes encontrados por los detectores son muy parecidos a los del material, el elemento que tiene más divergencia es el cromo con un 5.0%.

Por medio de EDS se pudo confirmar la presencia de carburos del tipo MC y  $M_7C_3$ . La Tabla 6.3 muestra la composición química típica de estos.

Tabla 6.3 Composición típica de carburos encontrados. Porcentajes atómicos.

TRATAMIENTO	CARBURO	C	Cr	Fe	Ni	Mo	W
Solubilizado	MC	50.61	15.24	X	18.68	X	15.24
	$M_7C_3$	36.92	16.5	X	43.52	X	3.05
1170°C / MC	MC	52.68	10.36	X	17.41	X	19.53
	$M_7C_3$	34.44	18.54	X	24.23	X	21.03
1100°C / MC	MC	53.27	13.74	0.35	16.82	2.2	13.62
	$M_7C_3$	34.97	17.7	0.95	43.15	0.31	2.94
977°C	MC	50.52	10.35	X	18.11	X	21.03
	$M_7C_3$	29.17	11.2	X	54.8	X	4.82

Esta tabla sólo muestra las composiciones típicas de los carburos, por ejemplo la mayoría de los carburos analizados mediante EDS en el material solubilizado y los tratados a 1170 y 977°C no contenían hierro salvo uno o dos, ninguno contenía molibdeno. Sin embargo todos los que se trataron a 1100°C si presentaban estos dos elementos.

Los carburos del tipo MC tienen generalmente una morfología globular y son los de mayor tamaño, estos se alojan dentro del grano generalmente. Sin embargo, algunos de ellos se encuentran en las fronteras de grano y generalmente son más pequeños. También es común encontrar formaciones lineales tipo cadenas de esta clase de carburos como los observados en la Figura 6.15.



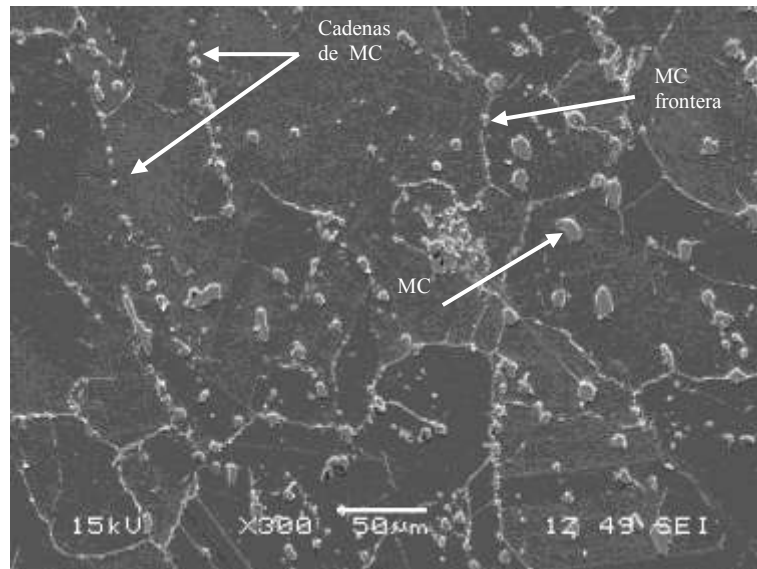
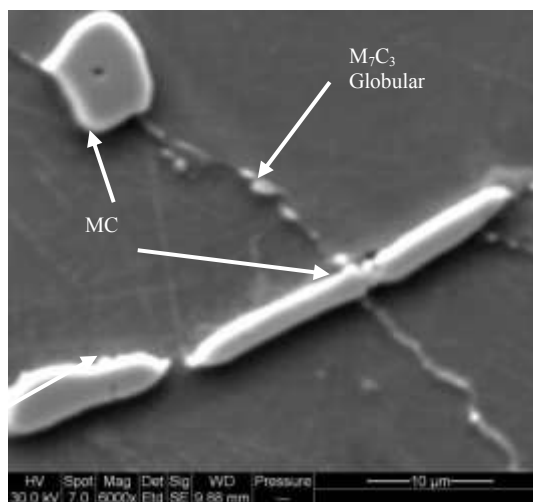
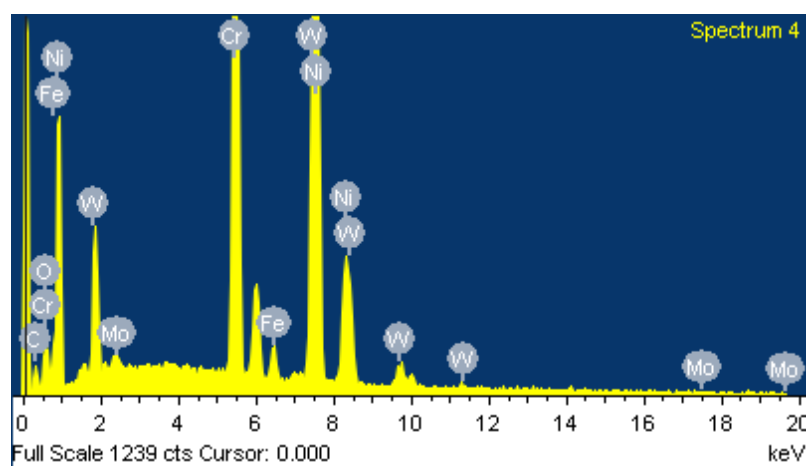


Figura 6.15 Micrografía de SEM de probeta H-1 (Deformada 2.06% a 1170°C)

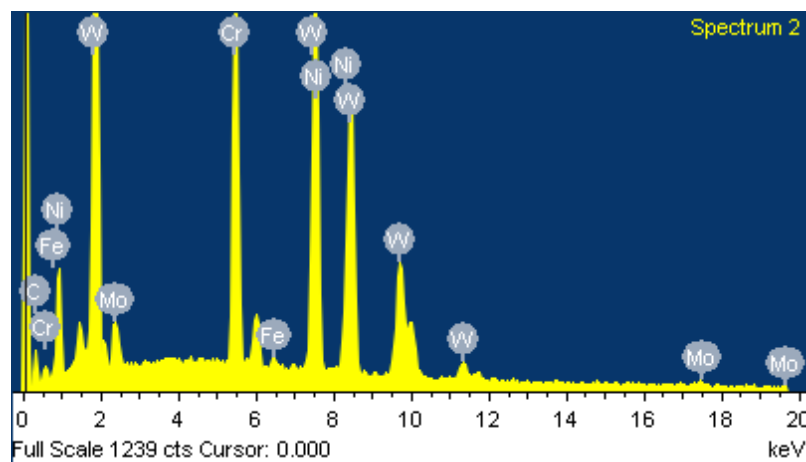
Los carburos del tipo  $M_7C_3$  tienen una morfología globular o en forma de película, tienen el tamaño más pequeño y se encuentran alojados en las fronteras de grano. La Figura 6.16 (a) muestra la morfología de los carburos  $M_7C_3$ , también muestra la forma alargada que presentaron algunos los precipitados MC.



(a)



(b)



(c)

Figura 6.16 Micrografía de SEM de la probeta No. G-2 deformada 5.67% y 1100°C (a). Espectro de carburo M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> (b). Espectro de carburo MC (c)

Se observó la banda de granos grandes que se presentó en los costados de la probeta H-1 (2.06% a 1170°C) sección transversal. Con la finalidad de estudiar el comportamiento de los subgranos al interior de granos más grandes se realizaron EDS para observar los carburos presentes. La Figura 6.17 muestra esta zona.

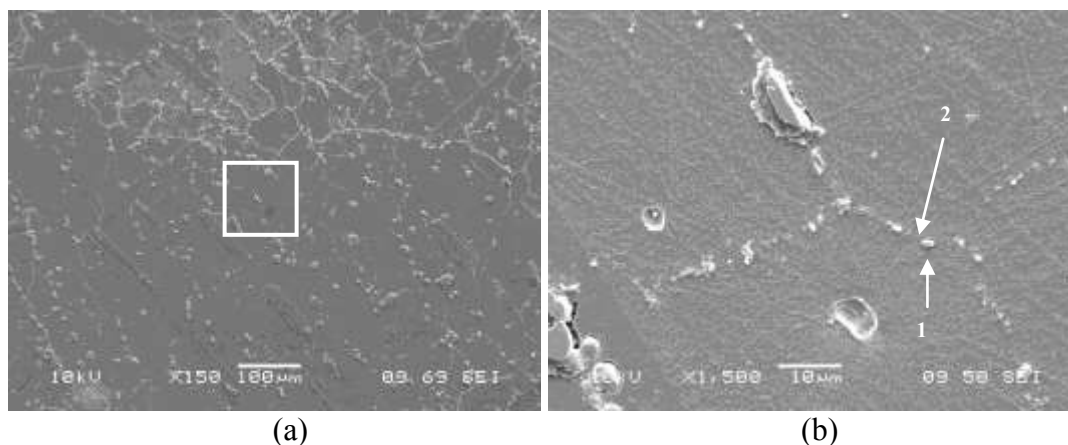


Figura 6.17 Micrografías de probeta H-1. Zona de crecimiento de grano (izquierda). Zona de estudio ampliación del recuadro blanco (derecha).

En la micrografía (a) de la Figura 6.17 se observa que en la parte superior de esta los granos están bien definidos por los carburos, mientras en la parte inferior es difícil encontrar un solo grano que se vea delimitado por estos.

Los EDS realizados en la micrografía de la Figura 6.17 (b), en los puntos 1 y 2 arrojaron que el carburo que se encuentra en la posición 1 se trata de un  $M_7C_3$ . Mientras en la posición 2, en donde no hay presencia de carburos, el resultado fue una composición química similar a la de la matriz. La Tabla 6.4 hace la comparación de estos tres puntos.

Tabla 6.4 Porcentajes atómicos de los puntos del carburo  $M_7C_3$  comparados con la matriz.

Elemento	Punto 1 (Carburo)	Punto 2	Material solubilizado
C	28.88	21.11	12.56
Cr	51.40	14.36	23.21
Fe	X	X	1.13
Ni	9.48	59.45	58.67
W	10.24	5	4.23

Cabe mencionar que el carbono aparecía con un porcentaje elevado cuando se hacía un EDS en la matriz, esto cuando se analizaban las probetas que se montaron en baquelita.

En el punto 2 no existe un precipitado de carburo pues no se cumple la estequiometría de algún tipo de estos, la diferencia en el porcentaje de carbono entre el punto 2 y el material solubilizado se puede deber a que el carbono se encuentra en proceso de difusión o que el haz de electrones del EDS tocó los carburos que se encuentran cercanos.

Al comparar las microestructuras de las probetas H-1 (2.06% a 1170°C) en la cual se está comenzando a dar el crecimiento de grano y la D-1 (2.40% a 977°C) en la cual la mayoría del grano ya germinó. Encontramos que en la probeta D-1 también se ven algunas fronteras que también se ven diluidas, ver Figura 6.18. La mayor diferencia entre estas dos microestructuras radica en la morfología de los carburos  $M_7C_3$  de la frontera de grano. En la probeta H-1 estos se ven mucho más marcados y tienen una forma mayormente globular, mientras en la probeta D-1 los carburos de la frontera tienen en su mayoría una morfología de película continua muy parecida a la mostrada en la de la Figura 6.16, la cual corresponde también a una probeta en la cual la mayoría de sus granos ya germinó.

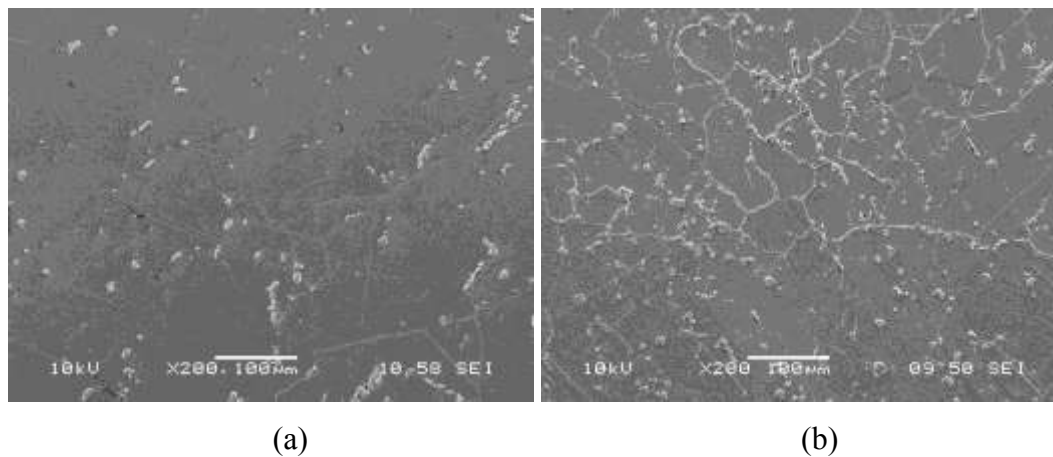


Figura 6.18 Comparación de probetas D-1 (a) y H-1 (b).

Otra observación importante es que en la probeta H-1 en la zona de crecimiento las maclas se están empezando a formar, en la micrografía de la Figura 6.19 se ven que están creciendo aún sobre algunos granos; los cuales tienen en su frontera carburos parecidos a los mostrados en el acercamiento a 1500X de la Figura 6.17.

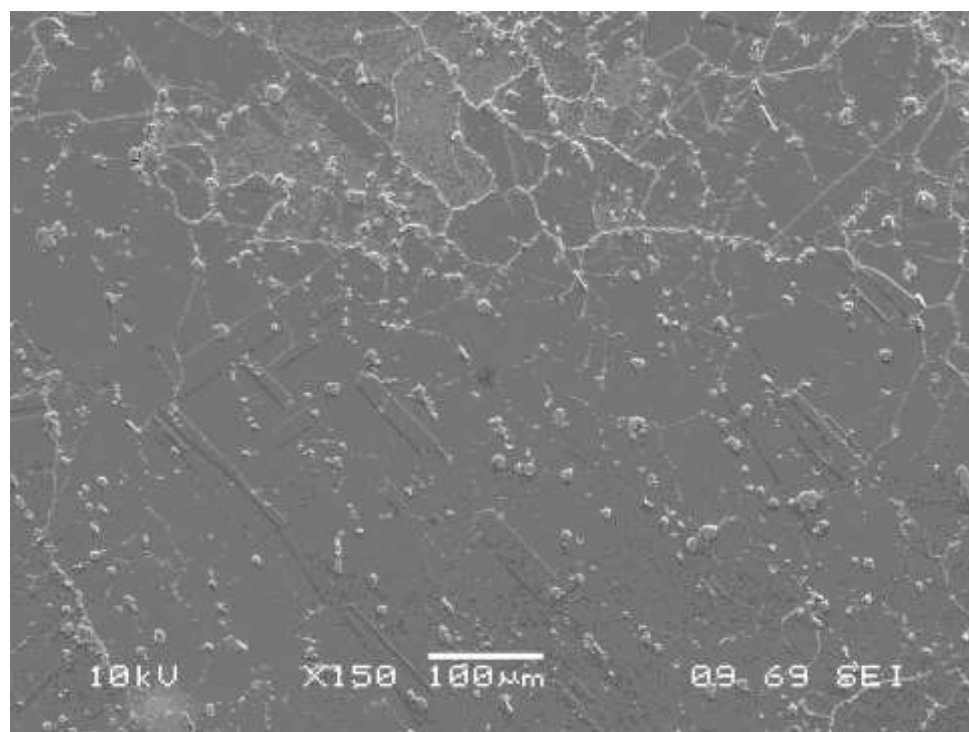


Figura 6.19 Micrografía de probeta H-1(2.06% a 1170°C) mostrando crecimiento de maclas.

Parece ser que estas maclas se detienen cuando se encuentran con algún obstáculo. Este obstáculo podría ser una frontera de grano la cual tiene una cantidad importante de carburos, un carburo lo suficientemente grande u otra macla.

### 6.3 DISCUSIÓN.

Si recordamos en el capítulo 4 se discutió la teoría de transición escalonamiento-rugosidad de las fronteras de grano. En la aleación H-230 se presentó el caso de fronteras en forma de sierra como lo muestra la Figura 6.20 la cual guarda similitud a la Figura 4.7. Sin embargo, la observación óptica reveló que no todas las fronteras de grano se encuentran serradas.



Figura 6.20 Micrografía de probeta G-2 (5.67% a 1170°C) a 400X mostrando dientes de sierra en frontera.

La observación de maclas escalonadas en TEM presentada por Whitis [19] se presenta en la superaleación H-230 en forma notable. Es decir, aunque no se realizó observación en el microscopio electrónico de transmisión en la H-230; si extrapolamos las micrografías óptica de la figura 4.7 y de TEM de la figura 4.8 las cuales fueron

presentadas por Yoon y compañeros [30], a nuestro estudio, podríamos decir que en TEM las fronteras de las maclas de la H-230 son similares a las de la Figura 4.9.

En todos los casos de crecimiento anormal de grano, las maclas parecen ser determinantes pues estas crecen primeramente en una dirección hasta llegar un cierto límite (el otro extremo del grano), para posteriormente crecer en la dirección perpendicular a la primera dirección de crecimiento hasta llegar al otro extremo del grano y ocuparlo en su totalidad. El Apéndice E muestra algunas micrografías de los granos más grandes encontrados y la morfología de sus maclas.

Otra prueba que puede soportar esta teoría es la Figura 6.19 que muestra los primeros pasos en el crecimiento de grano: las maclas crecen a expensas de los granos que no tienen carburos lo suficientemente unidos para evitar que sus átomos los abandonen y se unan a la red cristalina de la macla [36].

Gleiter [32] establece que los escalones de las fronteras de grano se forman en cristales cuando la línea de una dislocación encuentra la superficie del grano. Cuando el material no tiene dislocaciones, los escalones en la superficie se forman mediante la nucleación de planos compactos. En ese artículo también se hace la observación de que los átomos de los granos que disminuyen en su diámetro se depositan o migran a los escalones de los átomos que están creciendo.

Se propone que para el H-230 el crecimiento anormal de grano se puede estar dando por esta migración de átomos ya sea en las fronteras de los granos o en las las fronteras de las maclas ó una combinación de ambas. Entonces el factor determinante es que, al momento de deformar en frío lo que se está haciendo es creando escalones ya sea en las maclas o en las fronteras de grano. A favor a de esta teoría es que Gleiter [32] observó que varios grupos de líneas de escalones se mueven en dos direcciones diferentes, lo cual nos sugiere que las maclas no solo se pueden hacer más largas sino también más anchas.

Whitis determinó mediante estudios de TEM que la aleación René 88DT está totalmente recristalizada antes que se presente el fenómeno de crecimiento crítico de grano. Aunque en este estudio de la aleación H-230 no se realizó experimentación en TEM parece que el crecimiento de grano no se debe a un fenómeno de recristalización, pues si este fuera el caso las probetas con mayor deformación (7-11%) presentarían un tamaño de grano más grande puesto que son las que recristalizarían en mayor grado.

En el H-230 el tamaño de grano no está directamente relacionado con la dureza que tiene el material, pero si tiene cierta influencia. Esto lo vemos en las probetas que tuvieron más variación de tamaño de grano cuando fueron tratadas, es decir las que se trataron a 1000, 1038 y 1100°C. La influencia del tamaño de grano no fue distinta a la regla general: a menor tamaño de grano mayor dureza o viceversa. Como ya se mencionó para una temperatura dada, la dureza del material se incrementaba a medida que se incrementaba el porcentaje de deformación.

El caso de las probetas tratadas a 1038°C son de excelente ayuda para ejemplificar lo anterior. En estas probetas la tendencia del tamaño de grano con forme aumenta el porcentaje de deformación se incrementa, sin embargo las dureza aumentan conforme aumenta el porcentaje de deformación. Esto es una contradicción a la norma general pues a mayor tamaño de grano la dureza debería disminuir, pero si observamos la probeta deformada a 7.75% rompe la tendencia ascendente en tamaño de grano. Es entonces cuando se aplica la regla pues este tamaño de grano más chico provoca un incremento de la dureza.

En los difractogramas realizados, los que obtuvieron mayor diferencia en referente al corrimiento de los picos fue el de solubilizado y el de 1100°C. Como se mencionó este corrimiento se debe a que la composición química de la solución sólida esta cambiando. Esto explica que en los análisis de ESD realizados a los carburos de la probeta G-2 (5.67% a 1170°C) hayan cambiado con respecto a los de los demás tratamientos. El hierro y el molibdeno salieron de la solución sólida para formar parte de la composición de los carburos.



Otro aspecto a comparar son los resultados arrojados por los difractogramas y los EDS del material solubilizado. En los difractogramas no aparece el tungsteno en los datos de la ficha, pero en los EDS no menciona nada de su estructura cristalina. Ambas técnicas se complementan la una con la otra.

## CAPÍTULO 7

# RECOMENDACIONES Y CONCLUSIONES

### 7.1 CONCLUSIONES.

Cuando la aleación H-230 es deformada en frío y expuesta a tratamientos térmicos con temperaturas menores a 1170°C, pueden presentarse fenómenos de recristalización que no son consistentes en su comportamiento. Esto debido a que mostró grandes diferencias de tamaño de grano entre las diferentes temperaturas de tratamientos, e incluso presentó inconsistencias entre las probetas tratadas a una misma temperatura.

A bajas deformaciones en frío y a temperaturas diferentes a 1170°C el tamaño de grano parece disminuir debido a un efecto combinado de incremento en el número de maclas y a una recristalización incipiente. A mayor porcentaje de deformación y mayor temperatura ocurre una mayor recristalización, pero a temperaturas menores a 1170°C,

esta recristalización puede no ser directamente proporcional al porcentaje de deformación para un mismo tiempo.

El mecanismo de crecimiento de grano anormal parece estar ligado al crecimiento de las maclas en ciertos granos y parece comenzar una vez que el material ha recristalizado por completo.

El análisis en la probeta H-1 (2.06% a 1170°C) y el hecho que en las probetas con granos germinados tengan fronteras de grano con carburos tipo película continua, confirman que la distribución (y/o morfología) sumada a una alta presencia de carburos en la frontera de grano, determinan el promover o inhibir el crecimiento de las maclas y del grano. Fronteras con una alta cantidad de carburos próximos entre ellos parecen obstáculos efectivos para evitar el crecimiento de las maclas.

Se espera que los granos que han sufrido menos deformación se recuperen o recristalicen primero y comiencen a crecer antes que los demás.

## 7.2 RECOMENDACIONES.

Como se mencionó en las conclusiones las maclas parecen tener la mayor influencia en el crecimiento anormal de grano. Para confirmar esto se deben hacer estudios de microscopía electrónica de transmisión para determinar si las fronteras de las maclas en las probetas evaluadas están encaradas y tienen una forma similar a la que se muestra en la Figura 4.9. Se recomienda el realizar un estudio con TEM en las zonas en donde típicamente se presenta el fenómeno de crecimiento anormal, este estudio deberá comprender probetas deformadas entre un 2.5 y un 5% en frío para observar el sistema de dislocaciones antes y después del tratamiento térmico. Esto con el fin de determinar si el crecimiento anormal se debe a que al momento de deformar en frío se propicia que las dislocaciones generen el encaramiento de las maclas o de las fronteras de grano.

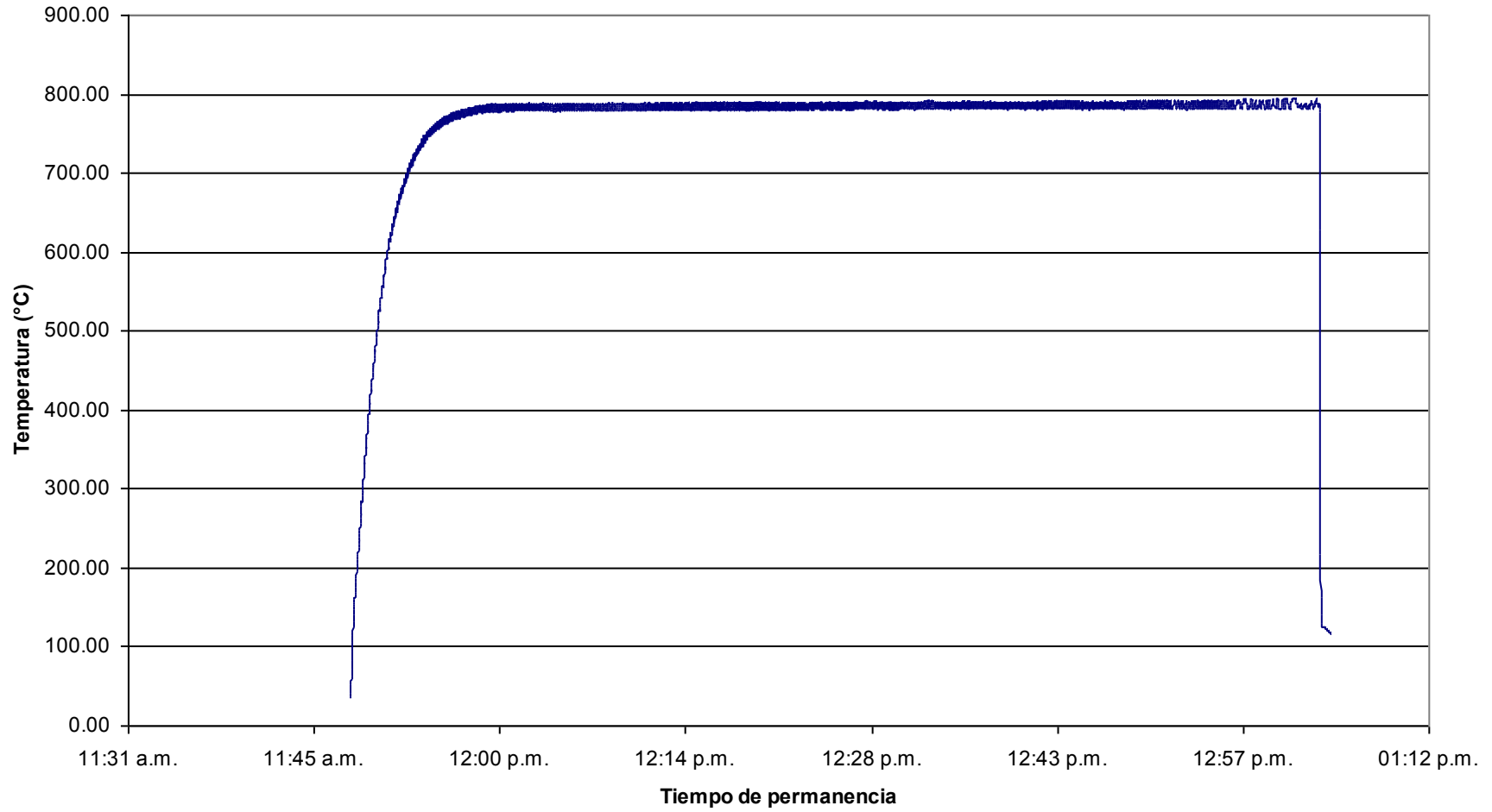
Un análisis de la estabilidad de los carburos  $MC$  y  $M_7C_3$  a las temperaturas de comportamiento anómalo puede ayudar a comprender el comportamiento del material.

Realizar tratamientos térmicos por arriba de  $1170^{\circ}\text{C}$  en incrementos de  $20^{\circ}\text{C}$  hasta llegar cerca de la temperatura de fusión del material, que para este caso es de  $1300^{\circ}\text{C}$ . Esto en probetas deformadas en frío un rango de 2.5 a 10%, la finalidad de esto es observar si se presenta una temperatura de transición escalonamiento-rugosidad.

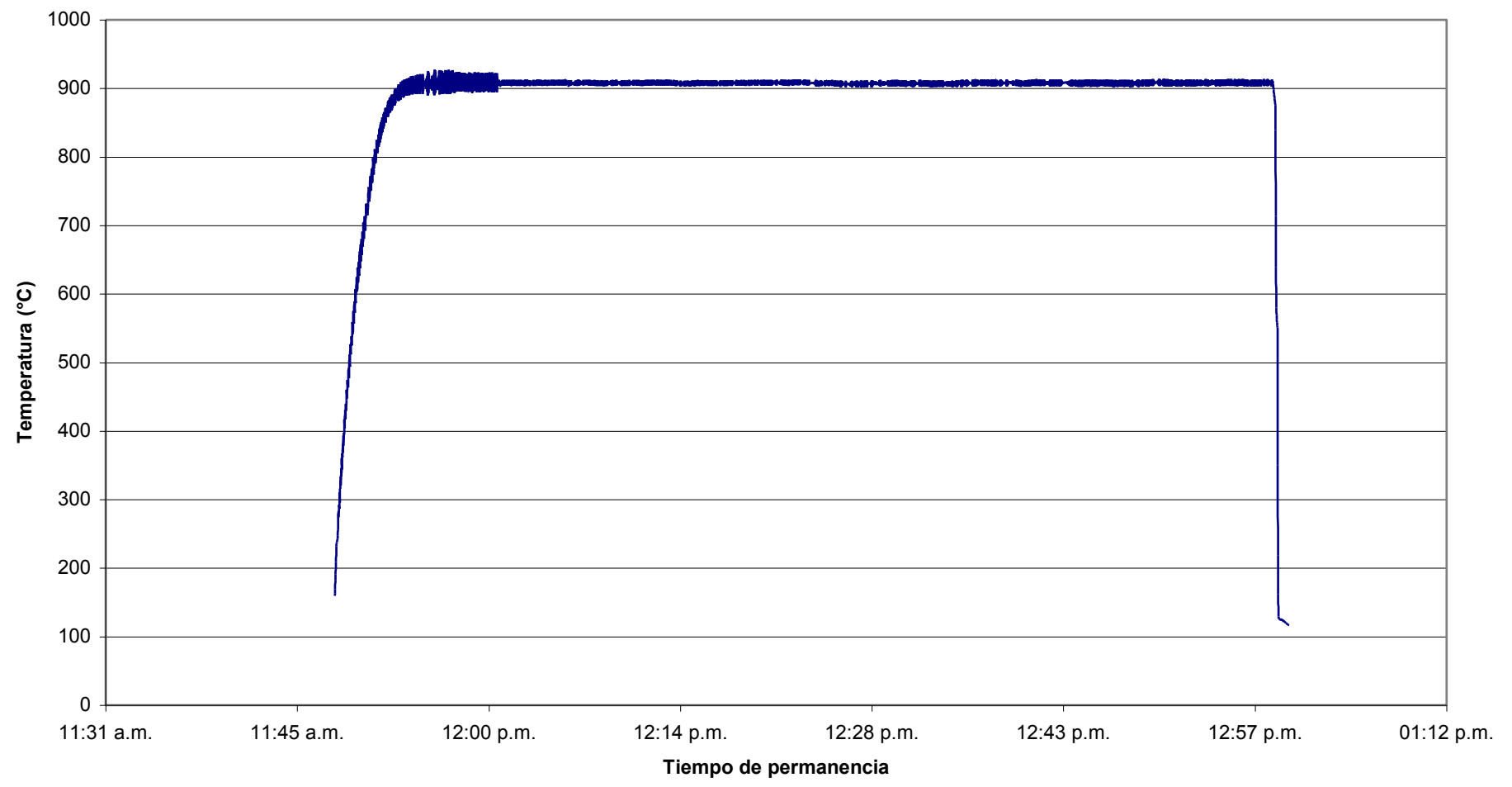
## APÉNDICE C

Gráficas de monitoreo térmico y Gráficas  
individuales de dureza

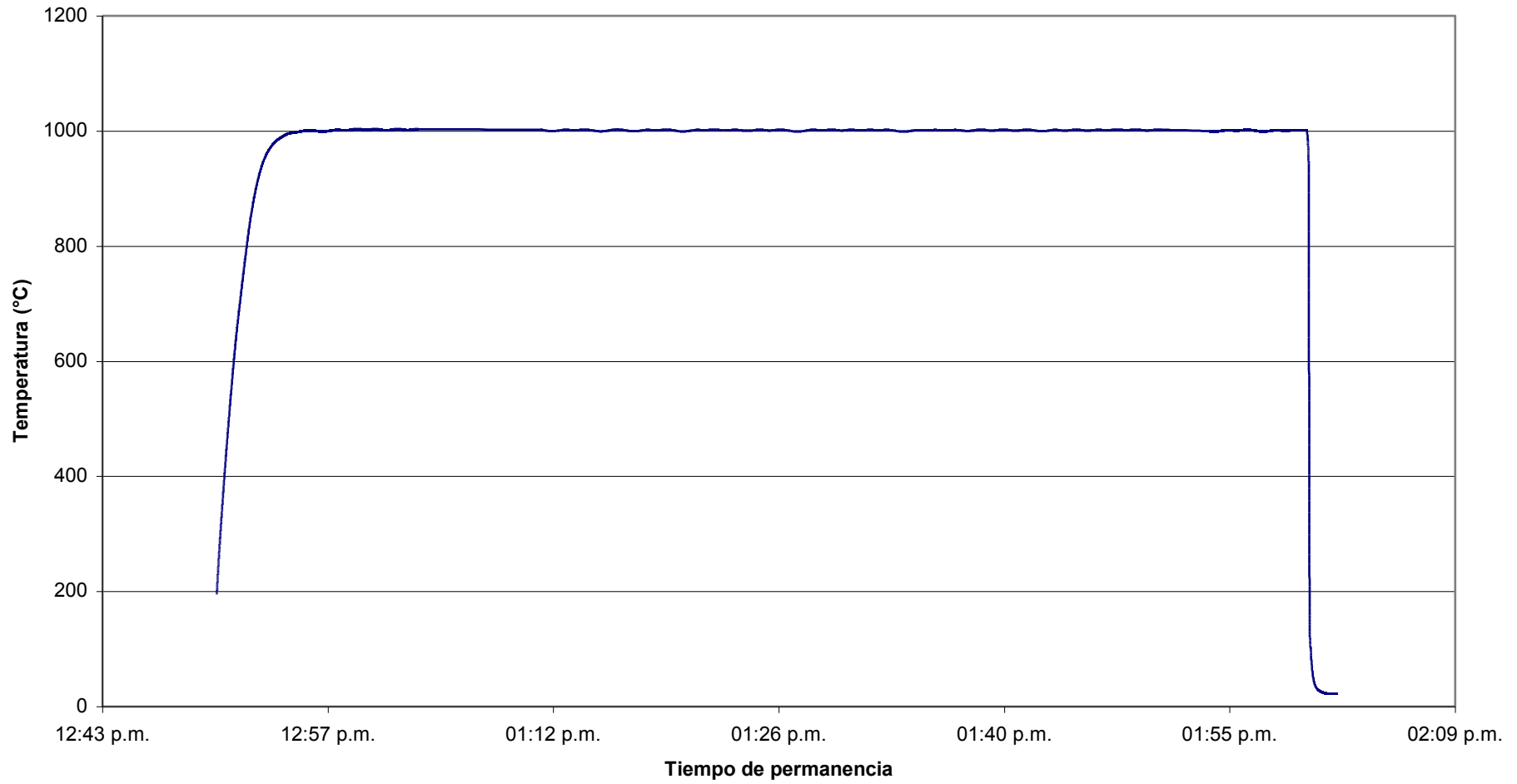
GRÁFICA DE TEMPERATURA vs. TIEMPO DE TRATAMIENTO A 786°C



GRÁFICA DE TEMPERATURA vs. TIEMPO DE TRATAMIENTO A 908°C

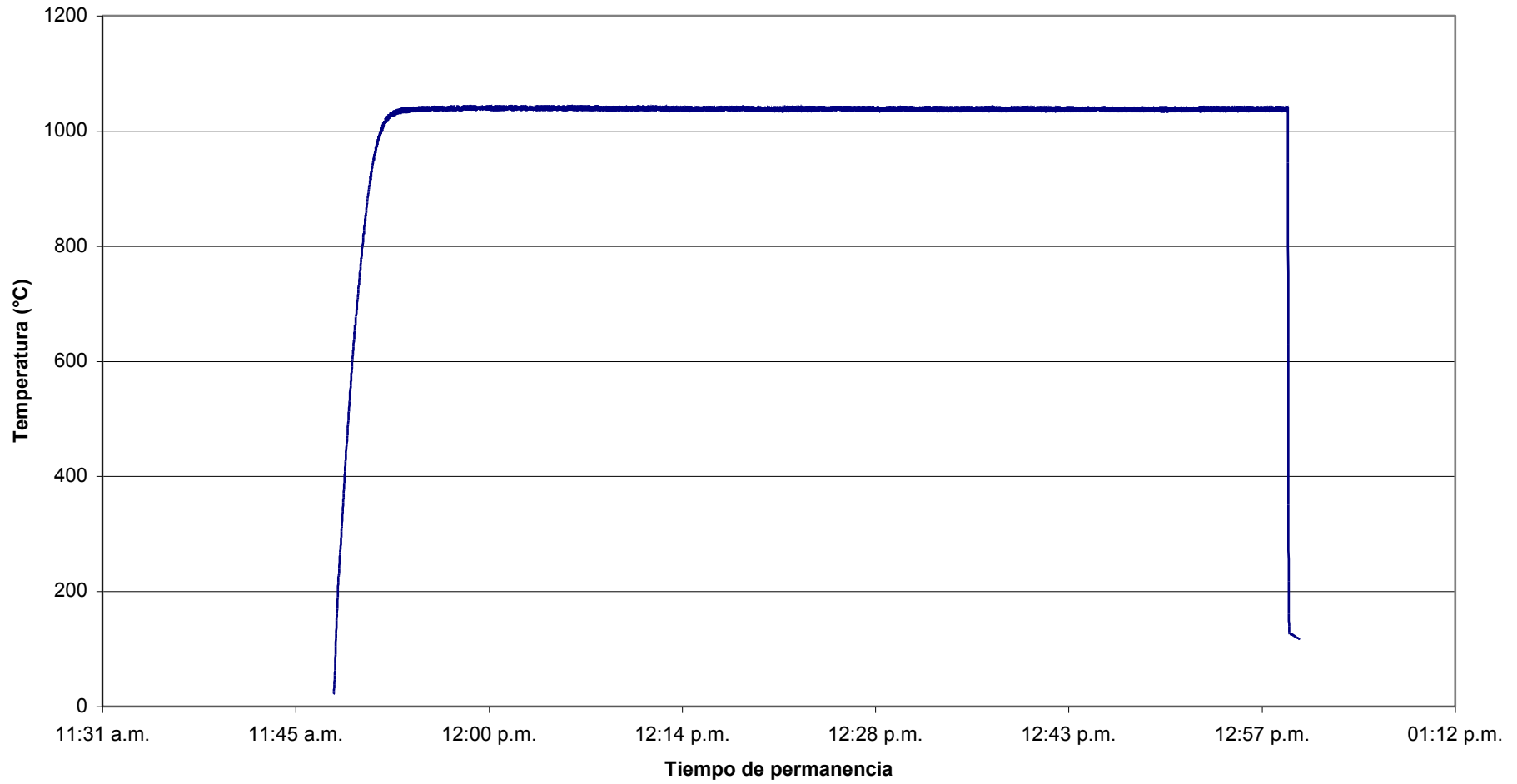


GRAFICA DE TEMPERATURA vs. TIEMPO DE TRATAMIENTO A 1000°C

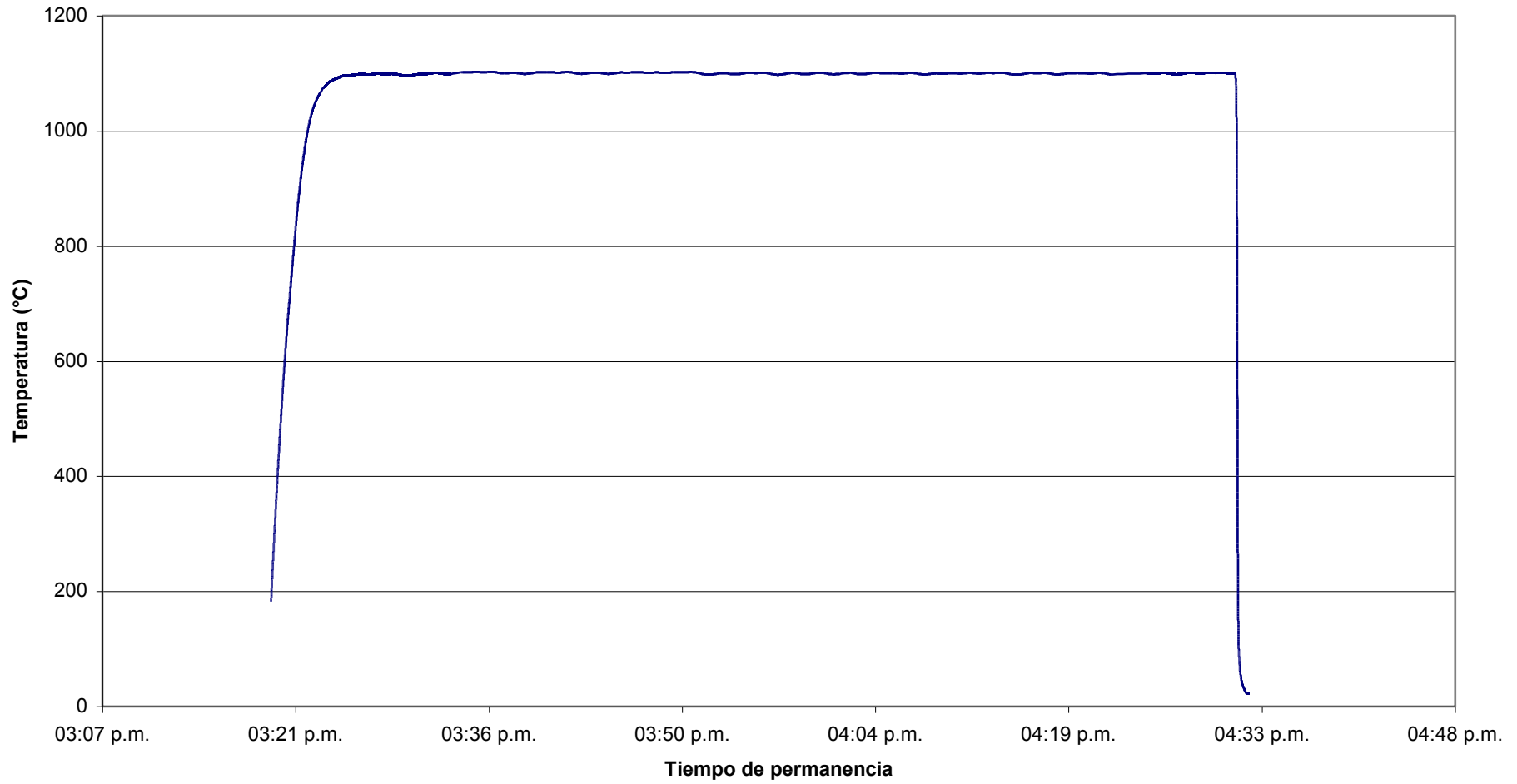




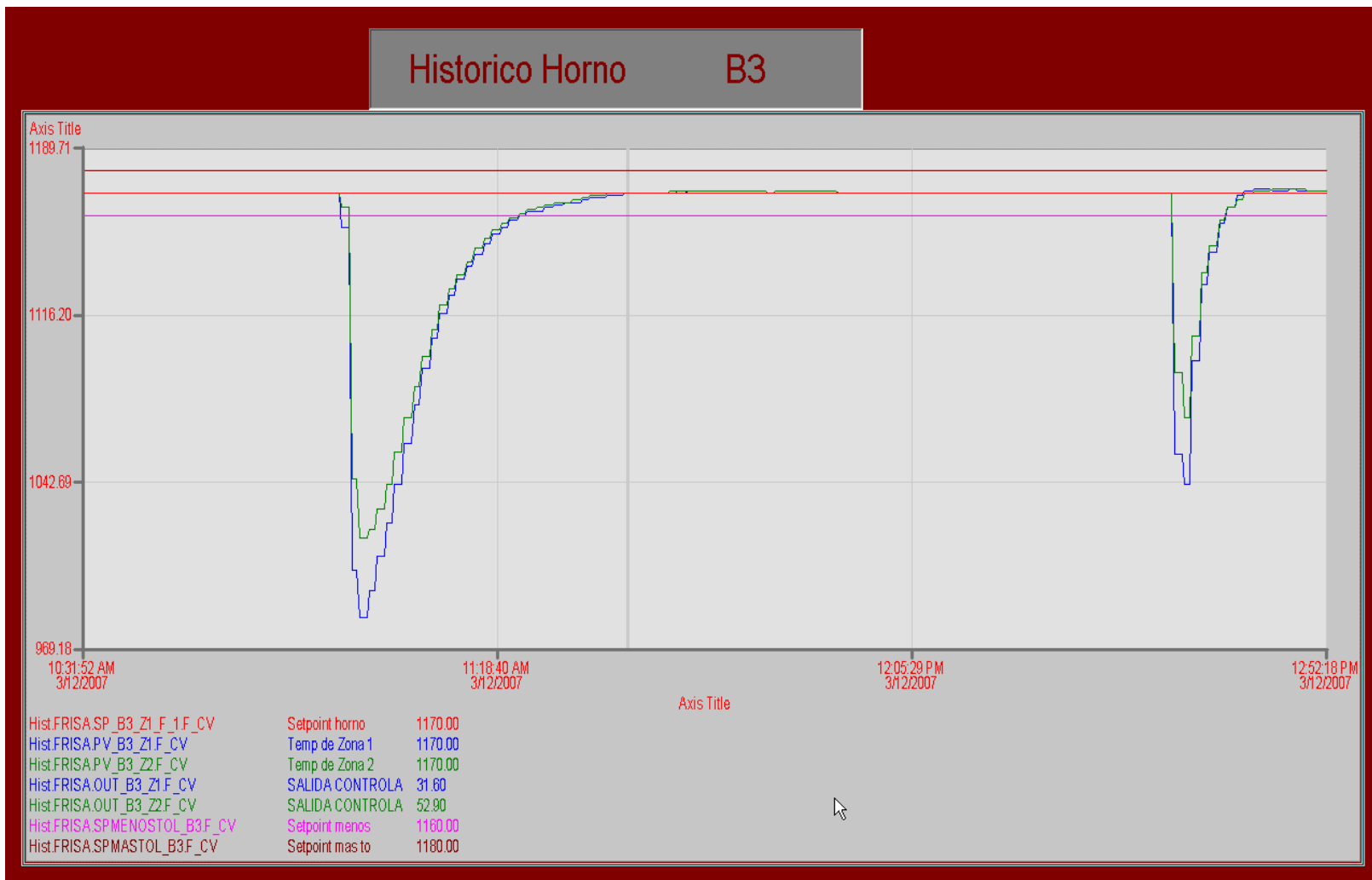
GRÁFICA DE TEMPERATURA vs. TIEMPO DE TRATAMIENTO A 1038°C



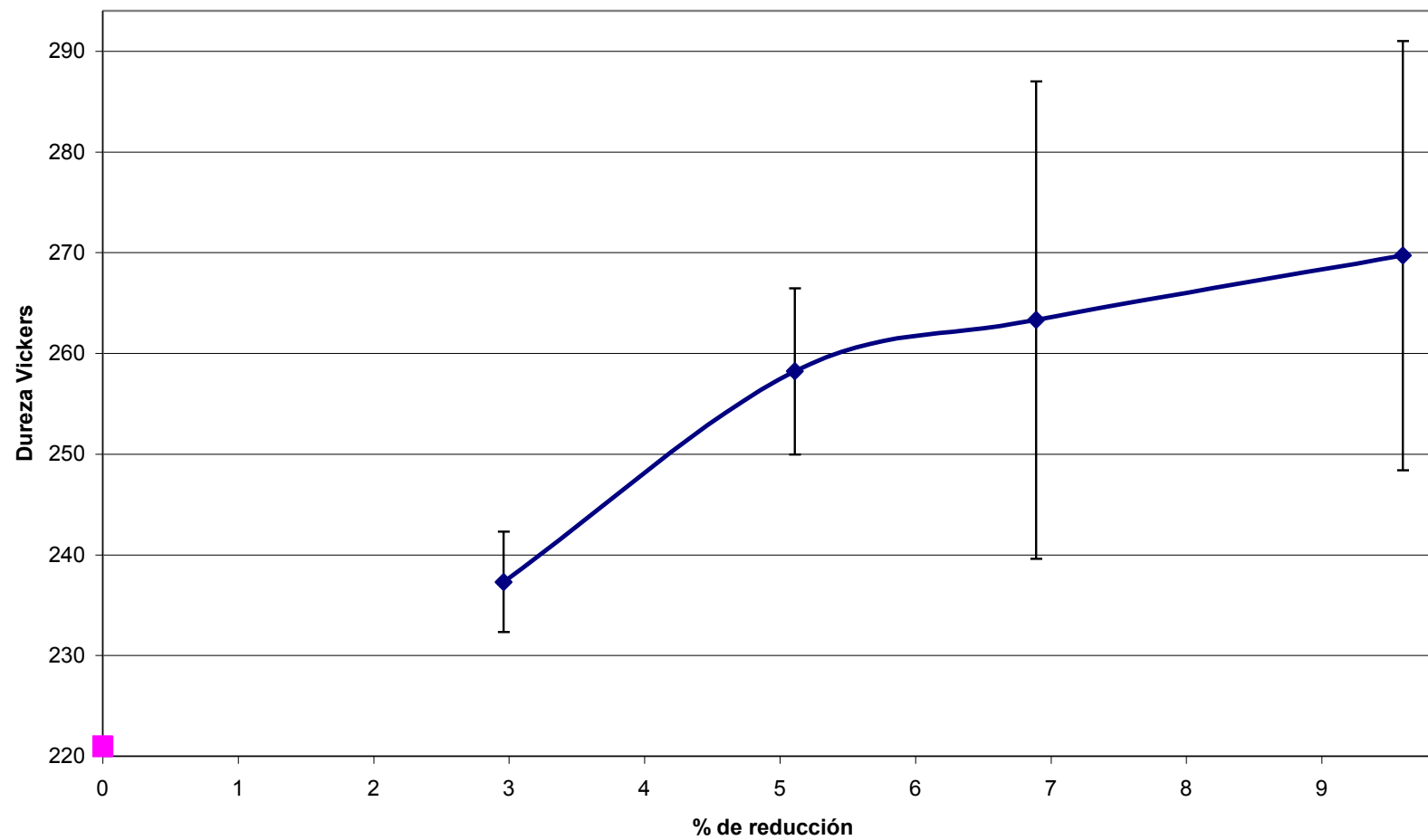
GRÁFICA DE TEMPERATURA vs. TIEMPO DE TRATAMIENTO A 1100°C



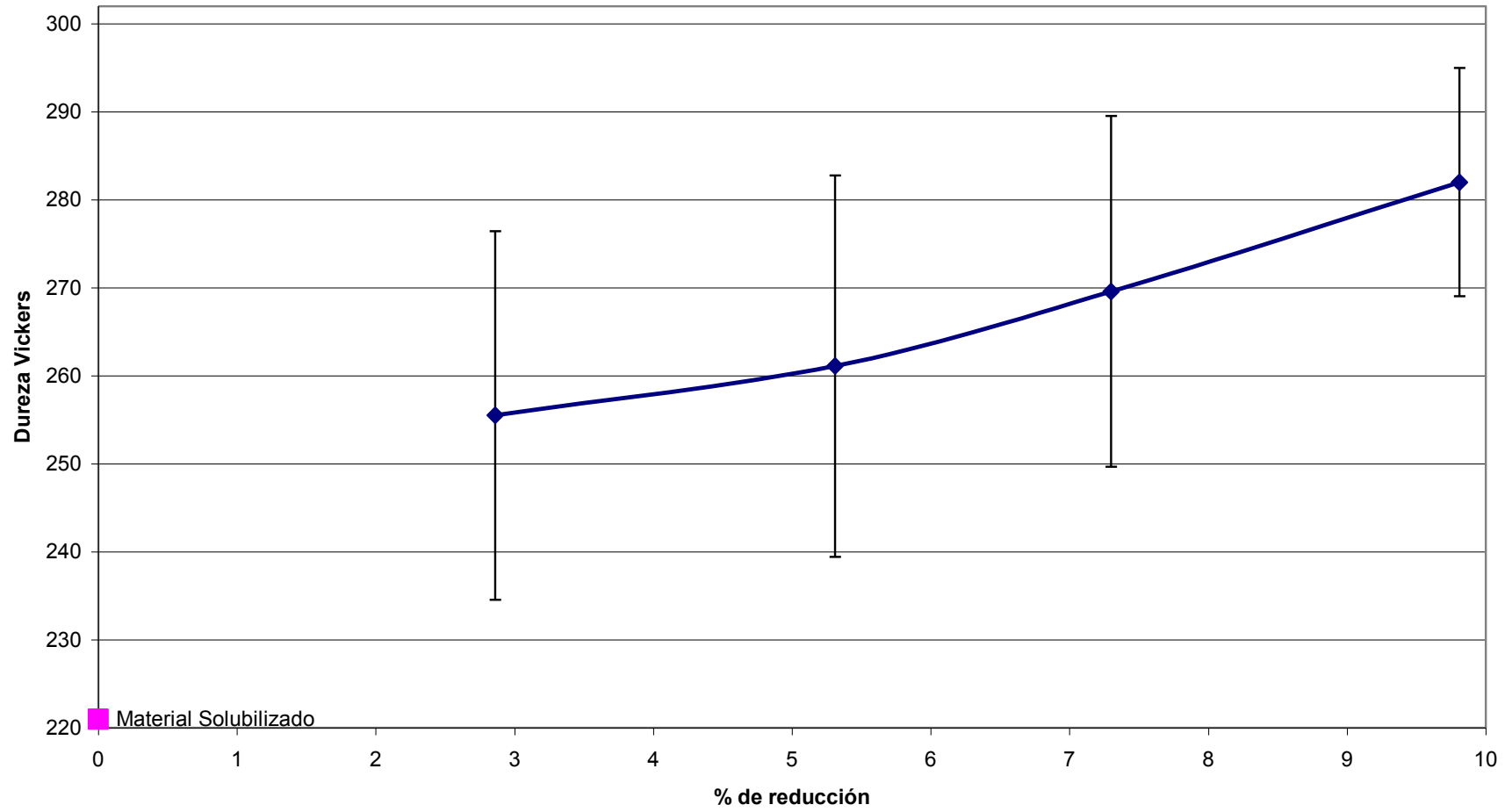
GRÁFICA DE TEMPERATURA vs. TIEMPO DE TRATAMIENTO A 1170°C



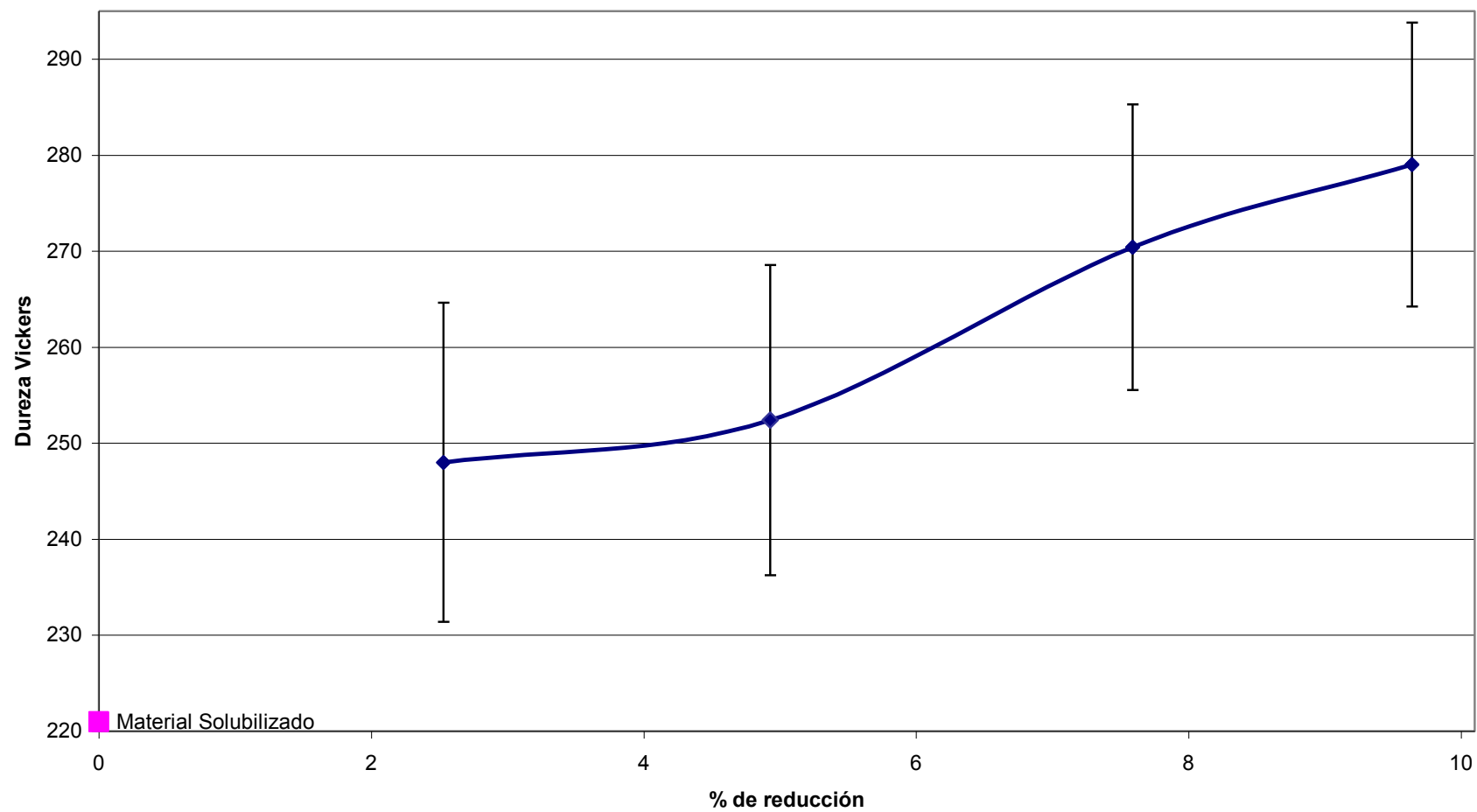
Dureza de probetas endurecidas en frío



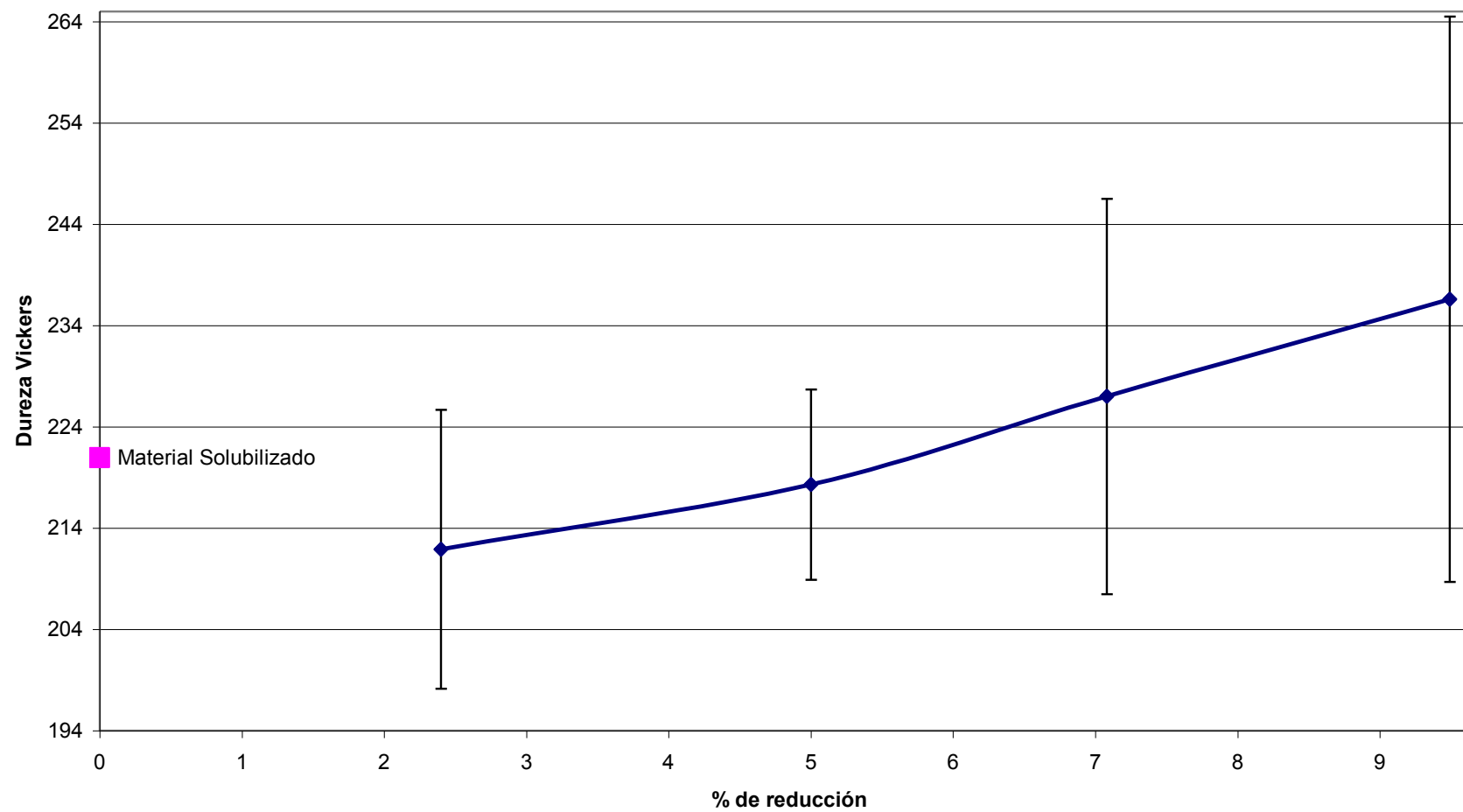
Dureza de probetas deformadas en frío y tratadas termicamente a 786°C



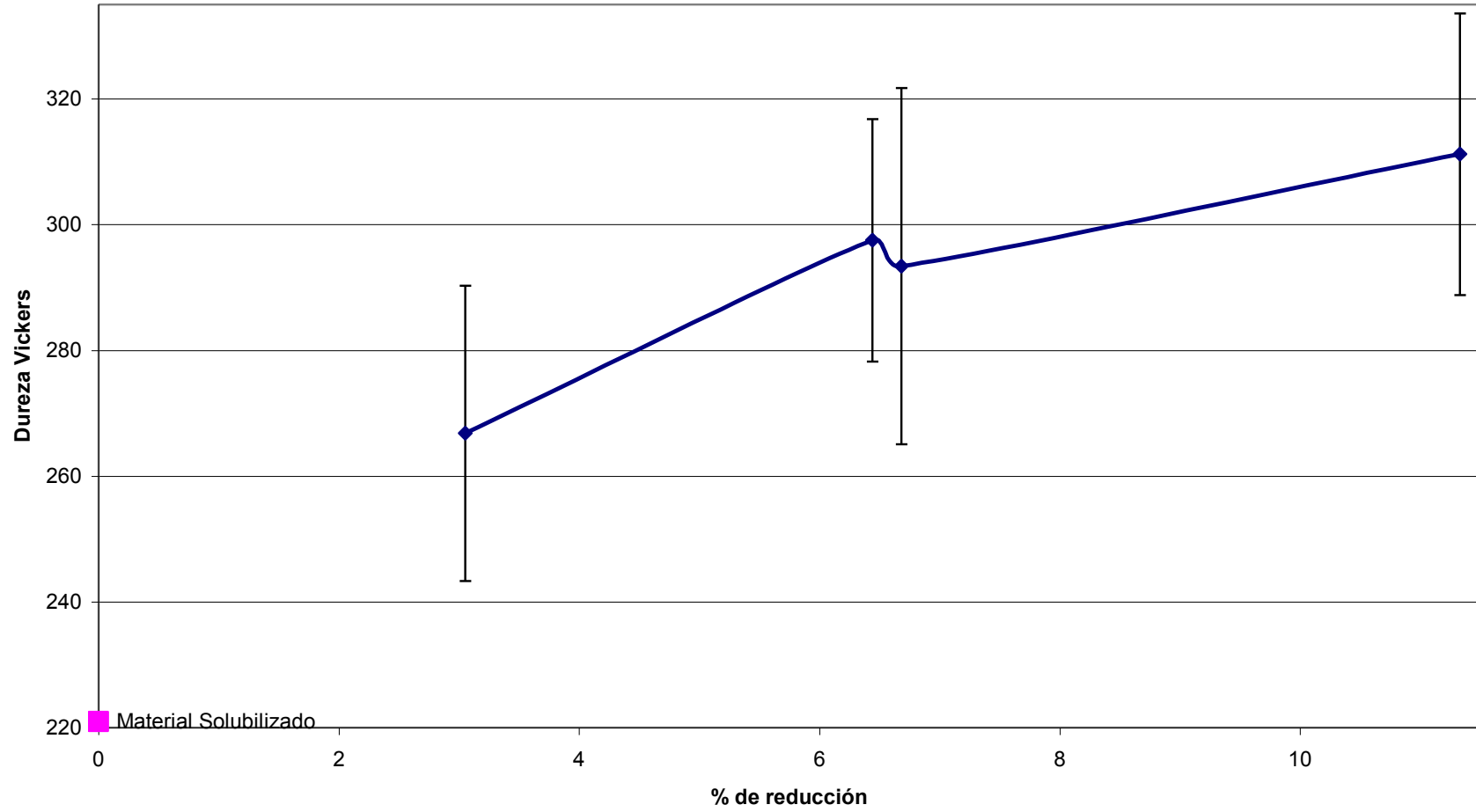
Dureza de probetas deformadas en frío y tratadas térmicamente a 908°C



Dureza de probetas deformadas en frío y tratadas térmicamente a 977°C

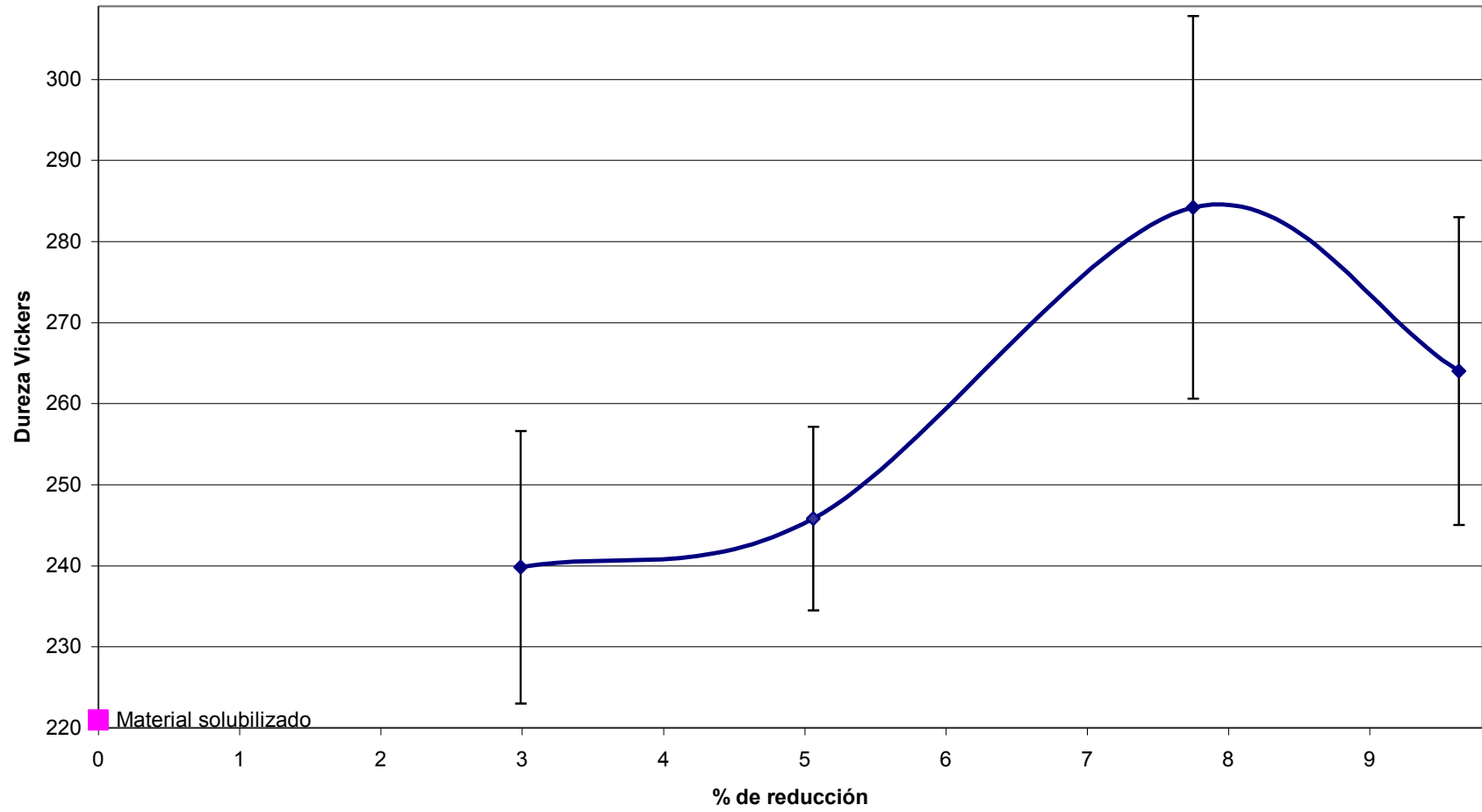


Dureza de probetas deformadas en frío y tratadas térmicamente a 1000°C

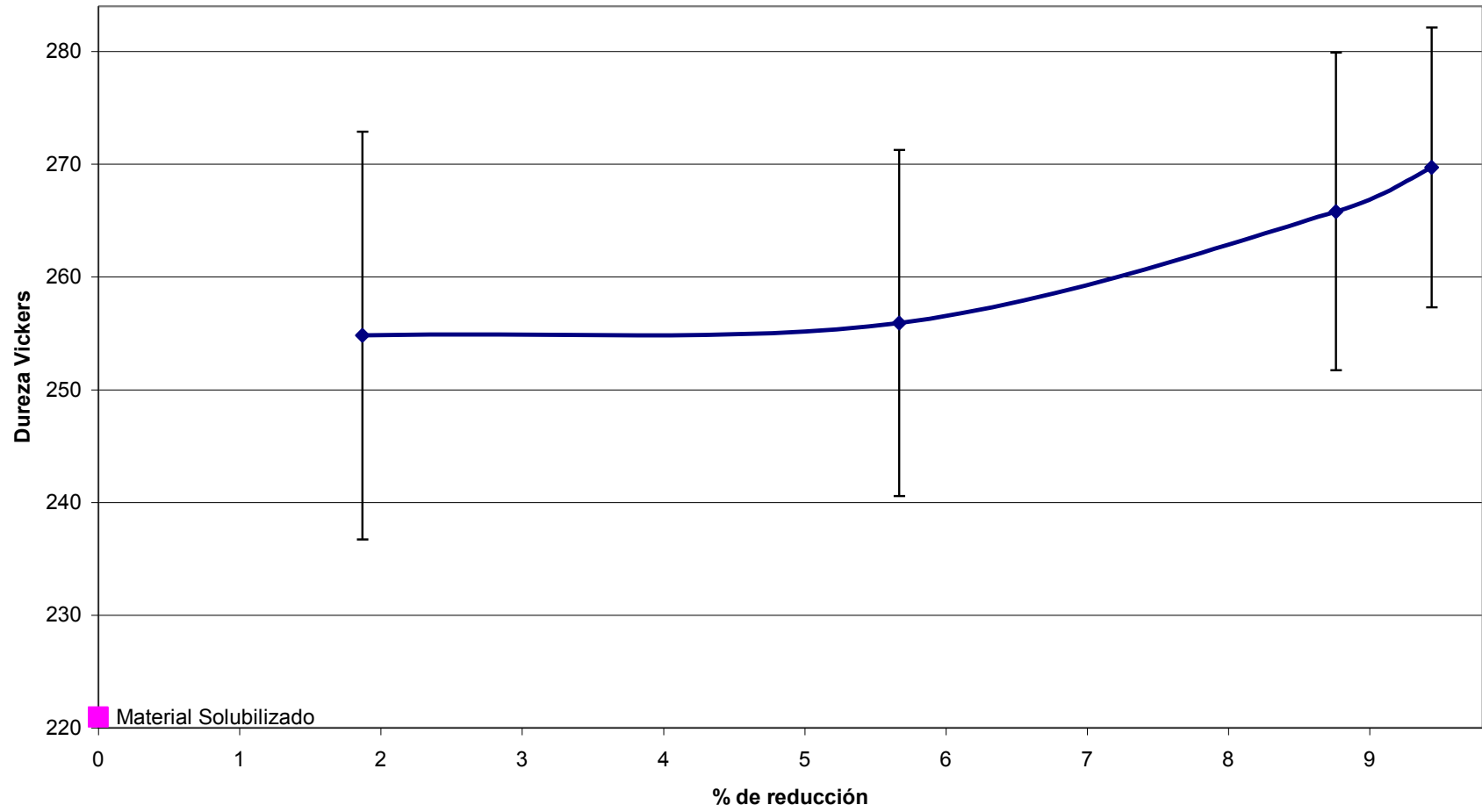


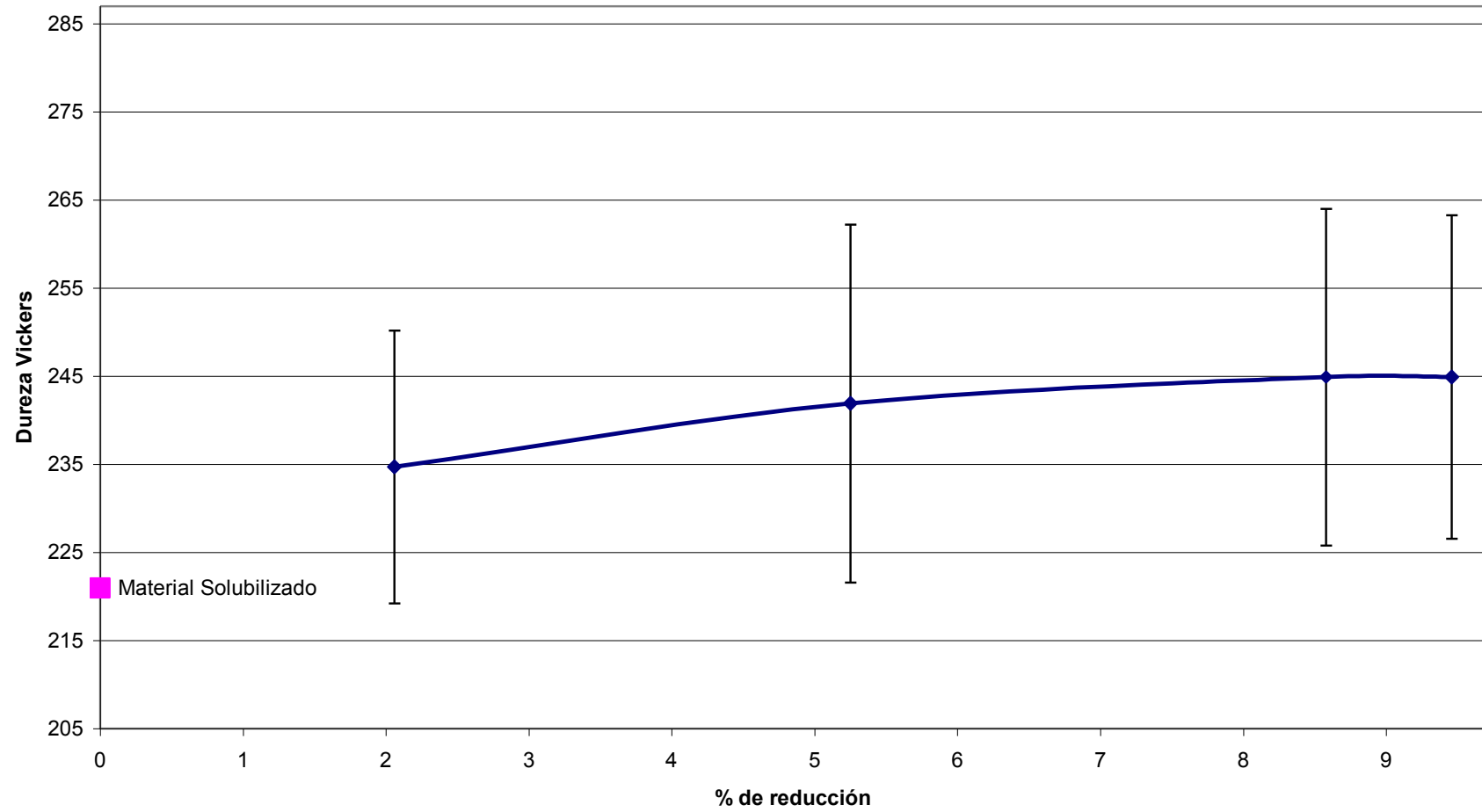


Dureza de probetas deformadas en frío y tratadas térmicamente a 1038°C



Dureza de probetas deformadas en frío y tratadas térmicamente a 1100°C

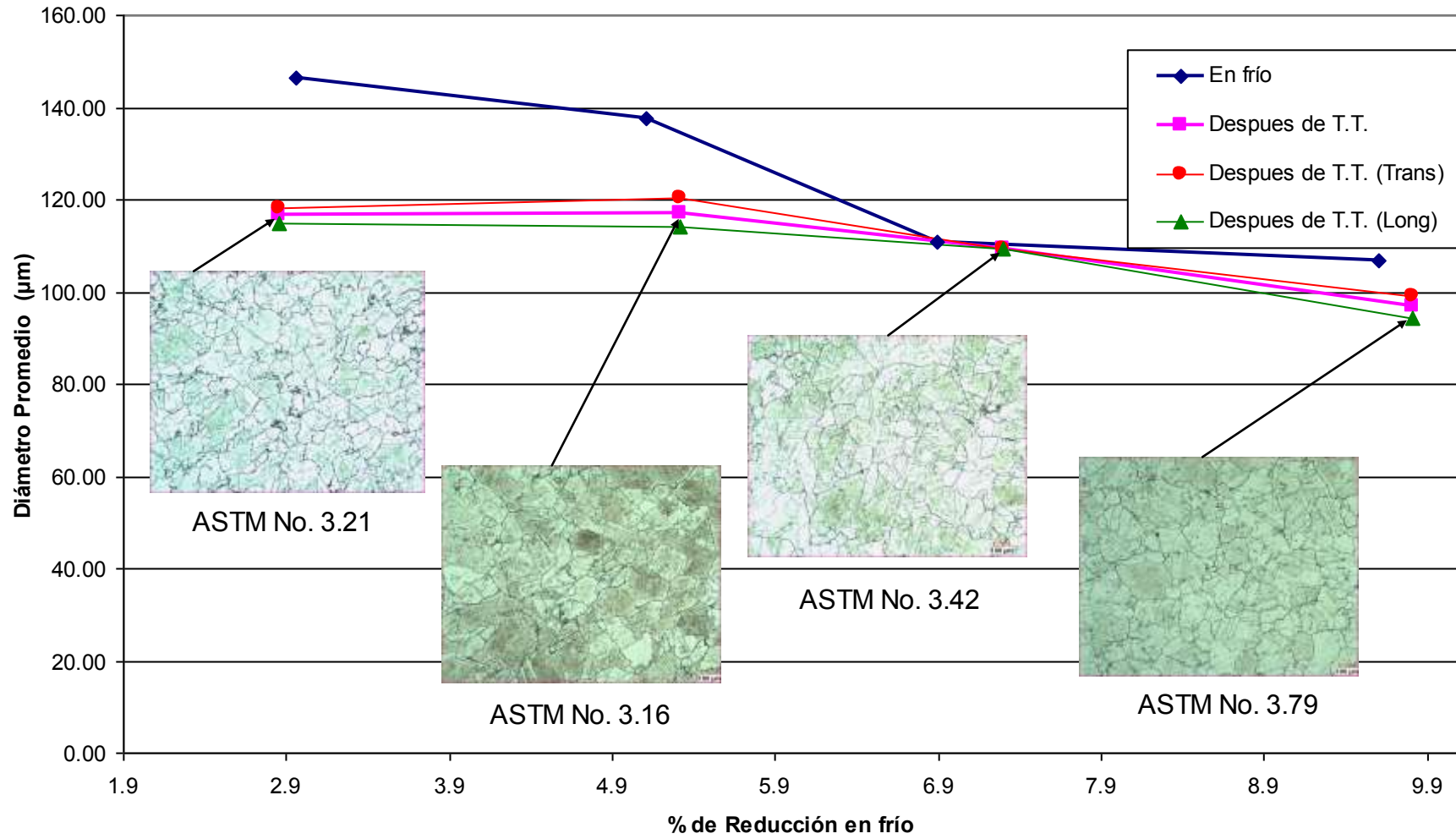


**Dureza de probetas deformadas en frío y tratadas térmicamente a 1170°C**

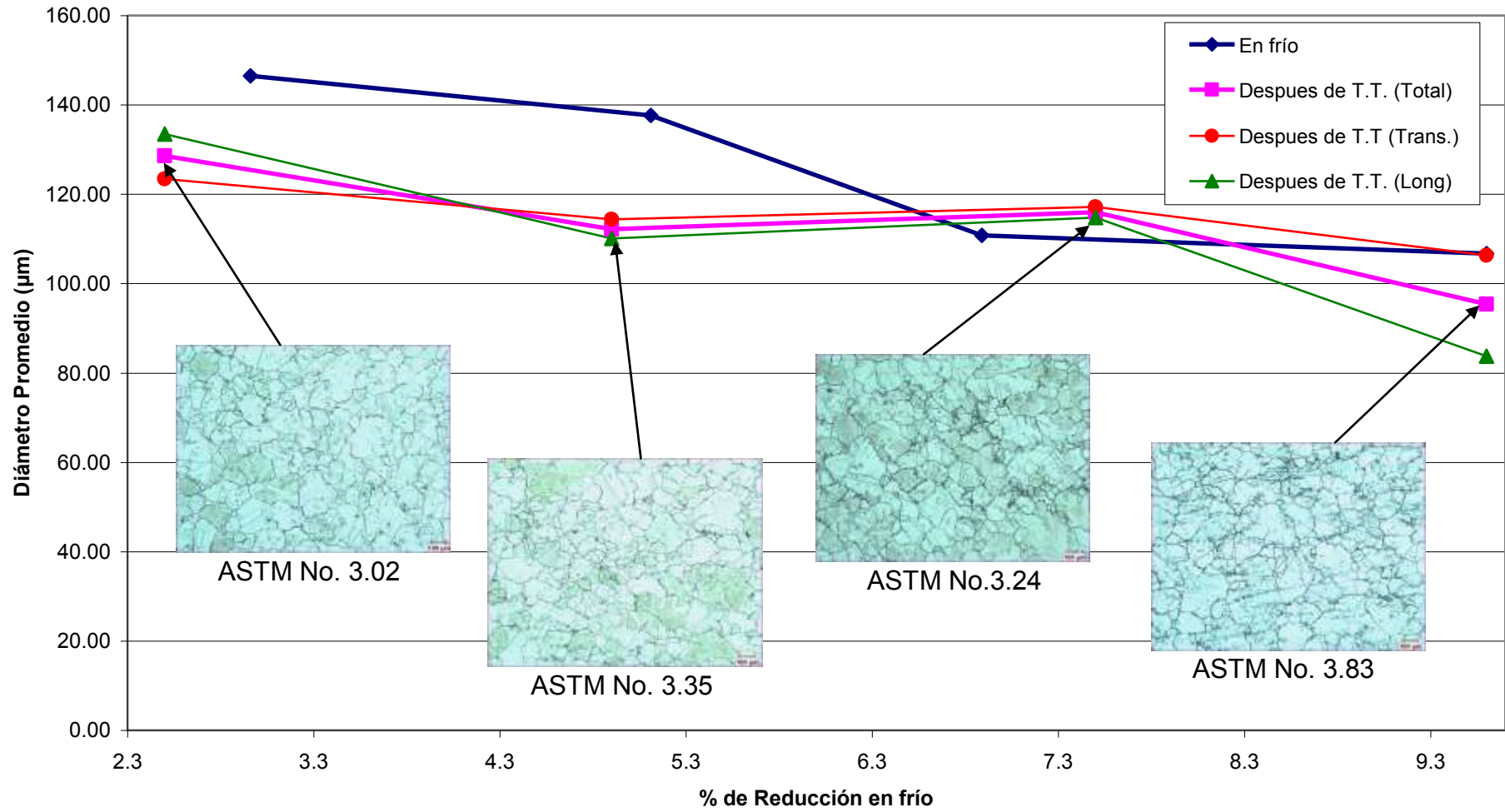
## APÉNDICE D

Gráficas individuales de tamaño de grano y  
Cuadro comparativo de tamaño de grano

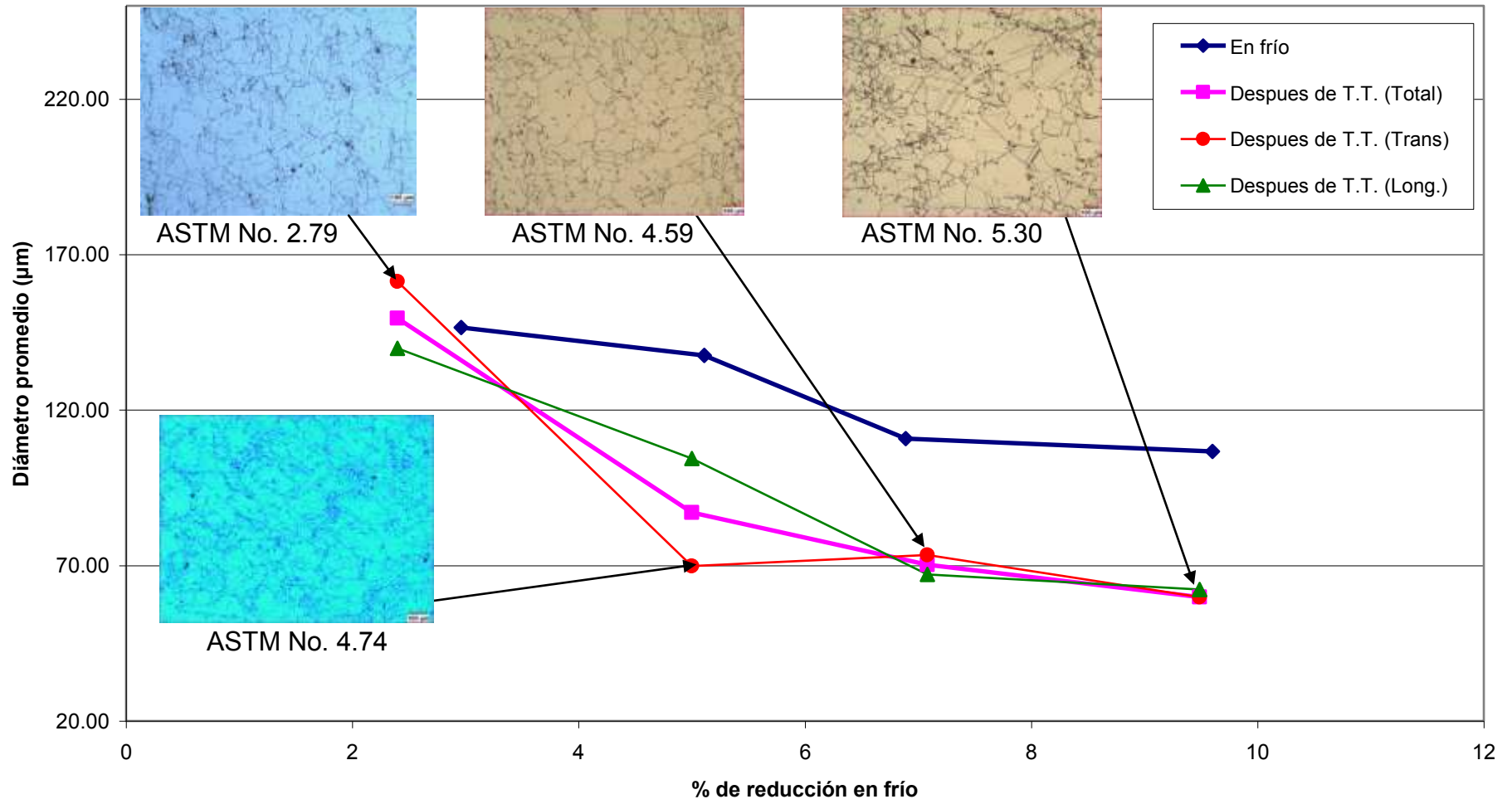
Tratamiento térmico @ 786° C



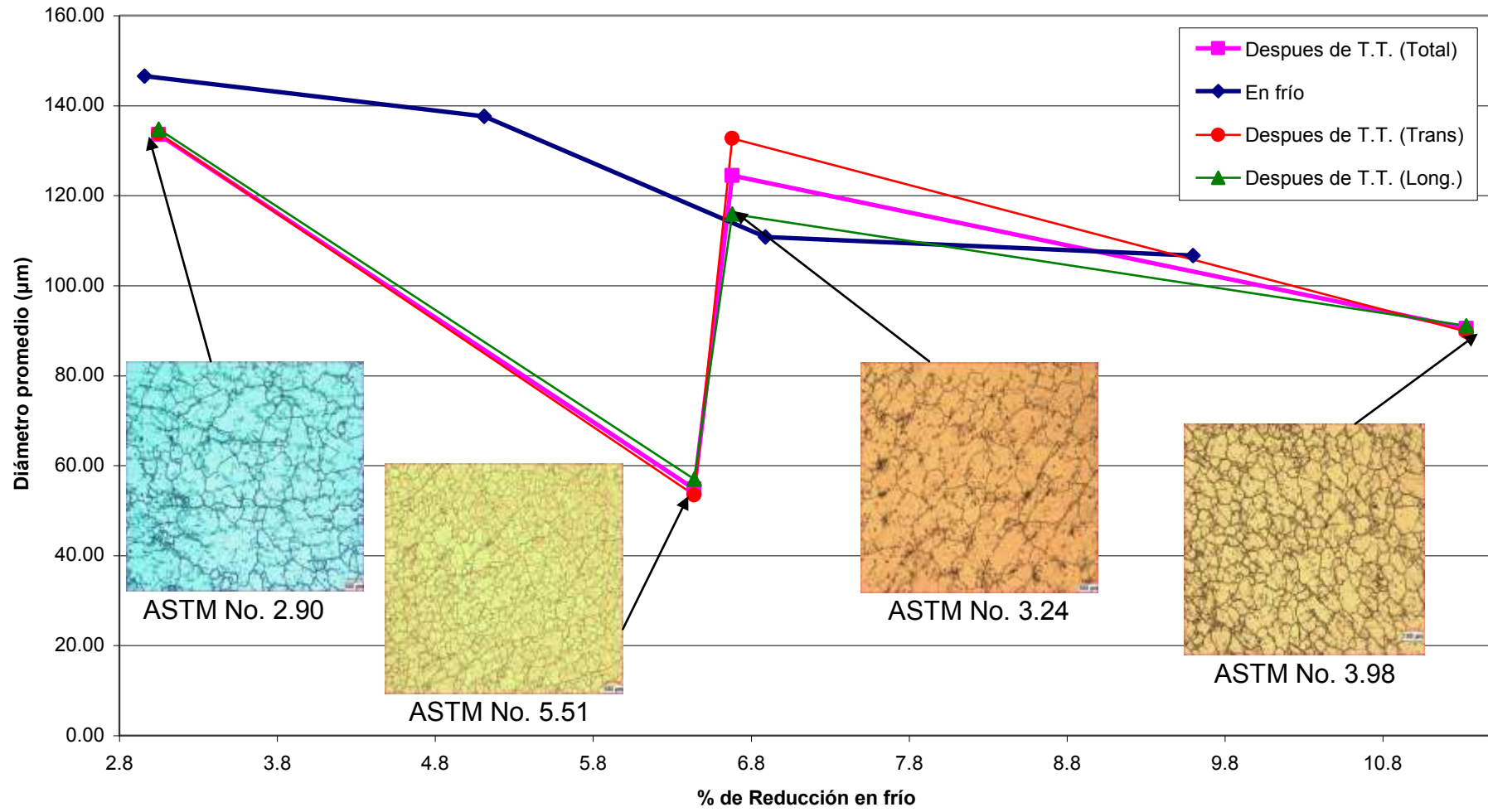
Tratamiento térmico @ 908° C



Tratamiento térmico @ 977°C

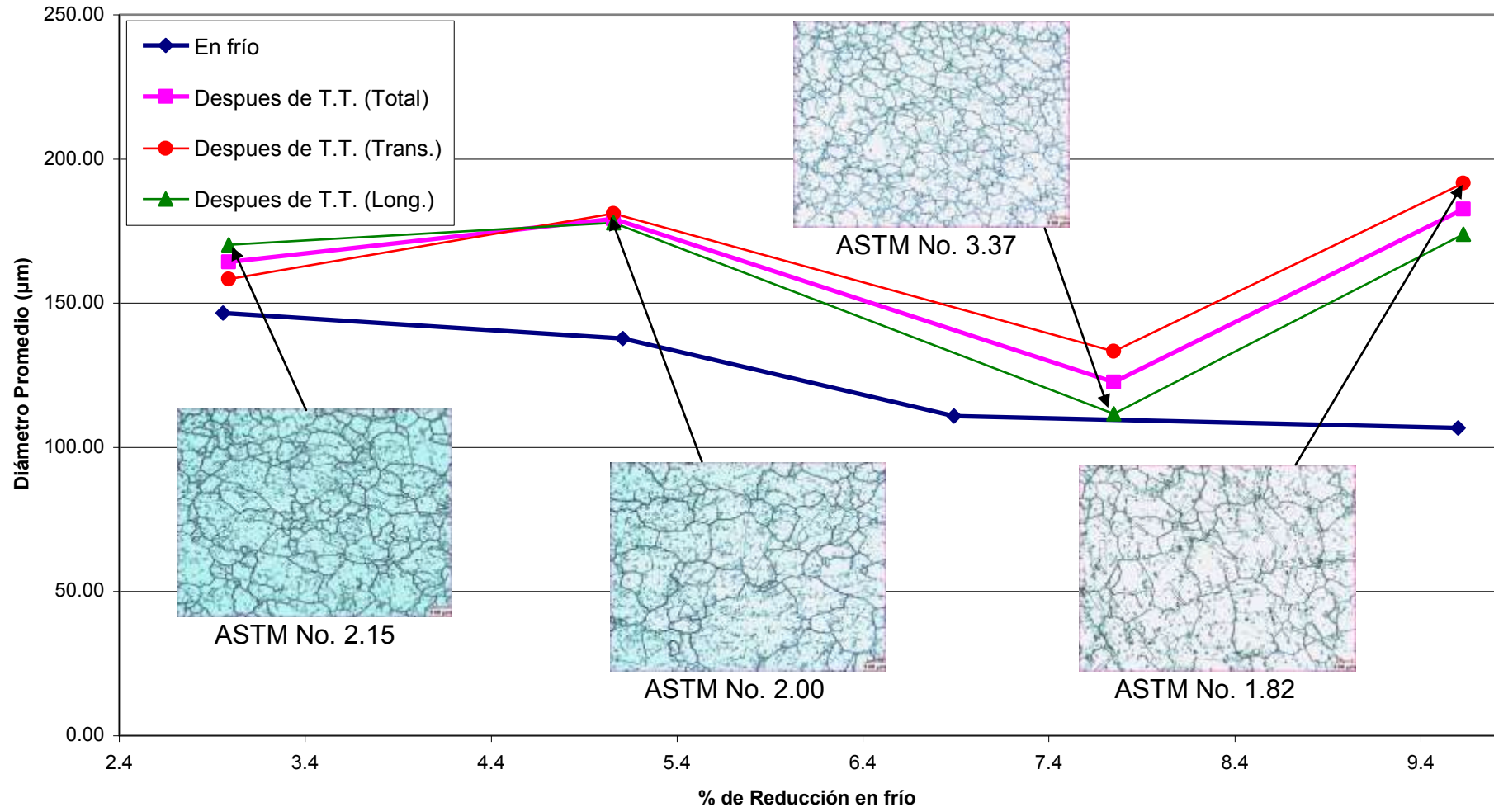


Tratamiento térmico @ 1000°C

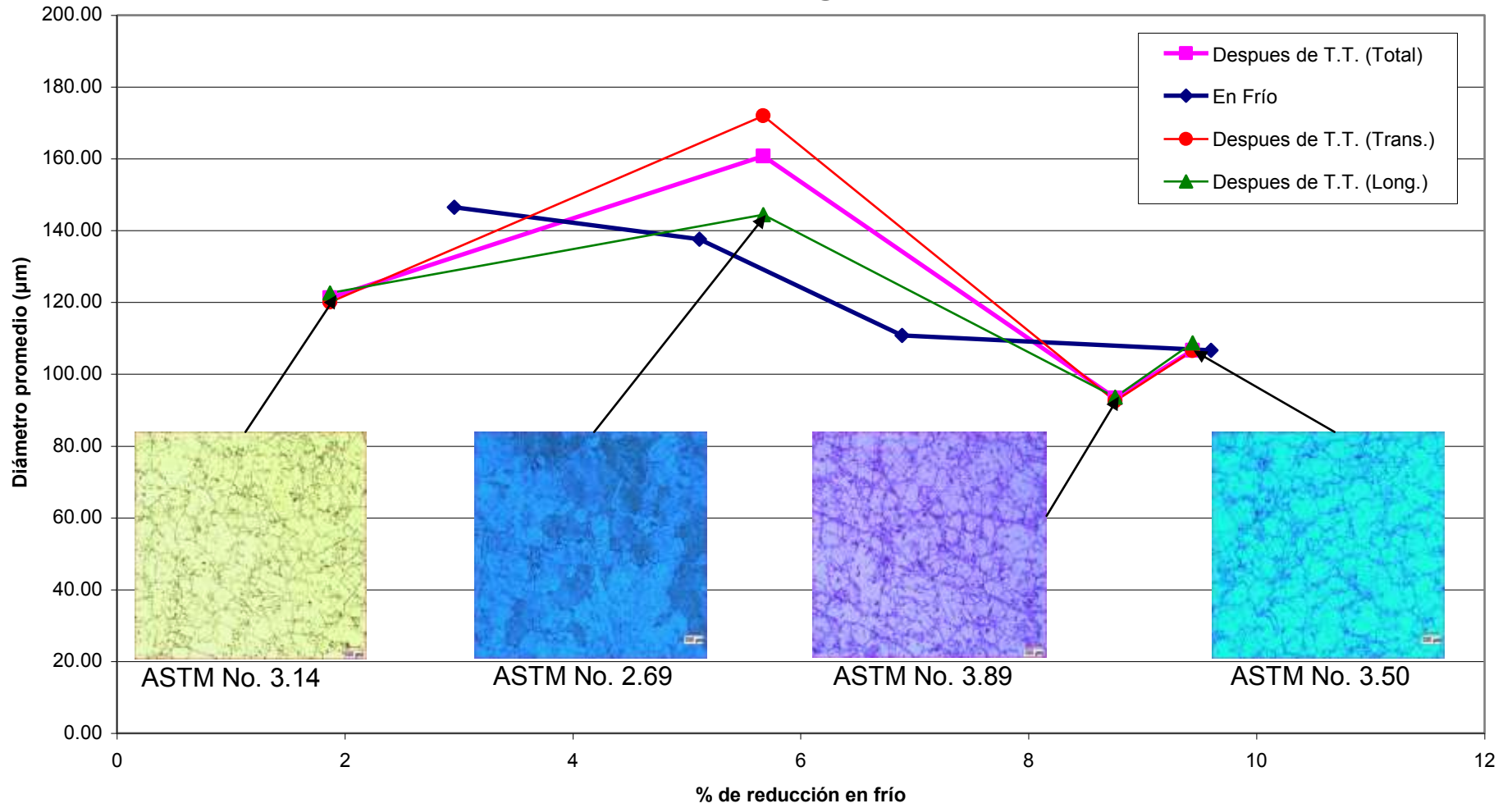




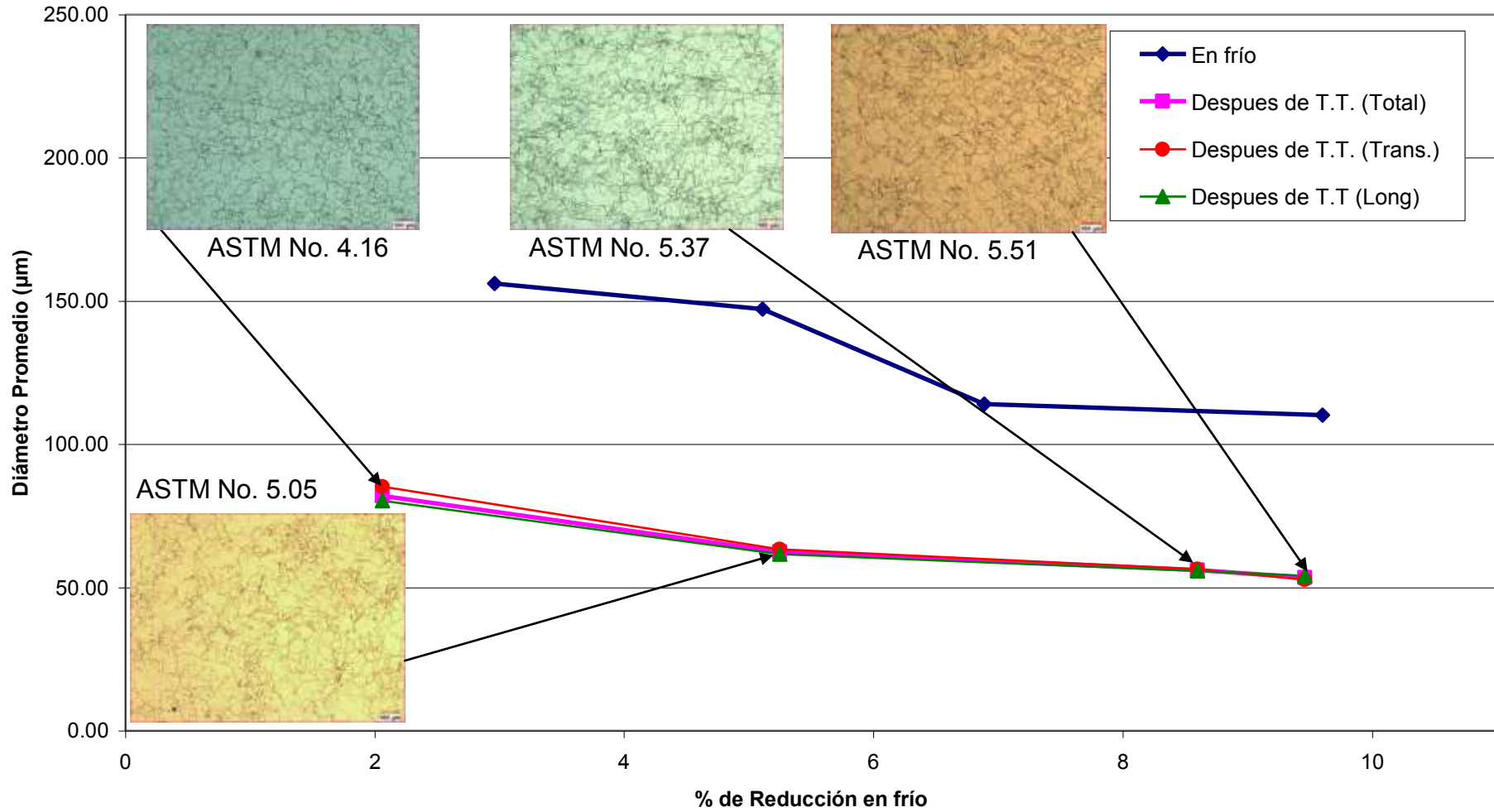
Tratamiento térmico @ 1038° C



Tratamiento térmico @ 1100°C



Tratamiento térmico @ 1170° C

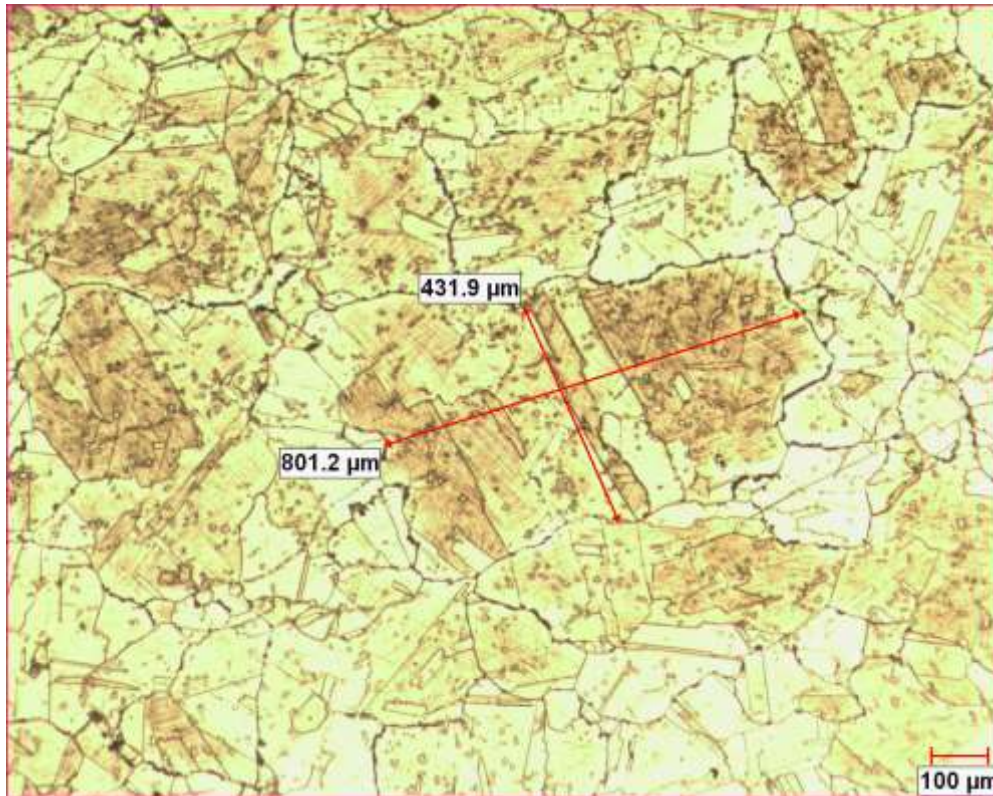


Cuadro comparativo de tamaño de grano					
Temperatura de Tratamiento	Deformación de probeta %	No. de probeta	Tamaño de grano (promedio en $\mu\text{m}$ )	Grano Máximo (diámetro en $\mu\text{m}$ ) T: transversal ;L: longitudinal	
<b>Solubilizado</b>	0	N/A	150	430.9	
<b>786°C</b>	2.86	38	116.8	T	399.15
				L	349.6
	5.31	9	117.2	T	483.4
				L	544
	7.3	19	109.3	T	672.4
				L	616.5
	9.81	31	96.79	T	424.5
				L	385.3
<b>908°C</b>	2.53	37	128.56	T	462.2
				L	343
	4.93	12	112.2	T	389
				L	415.45
	7.59	20	115.96	T	396.5
				L	322.8
	9.64	25	95.38	T	331.1
				L	395.5
<b>977°C</b>	2.4	34	149.5	T	273.8
				L	594.5
	5	14	87	T	202.7
				L	680.4
	7.08	22	70.3	T	187.8
				L	513.45
	9.49	29	59.9	T	220.1
				L	513.4
<b>1000°C</b>	3.5	39	133	T	589.9
				L	502.45
	6.68	10	54.84	T	377.5
				L	433.1
	6.44	18	124.4	T	233.3
				L	262.1
	11.33	26	90.4	T	283.1
				L	262.65

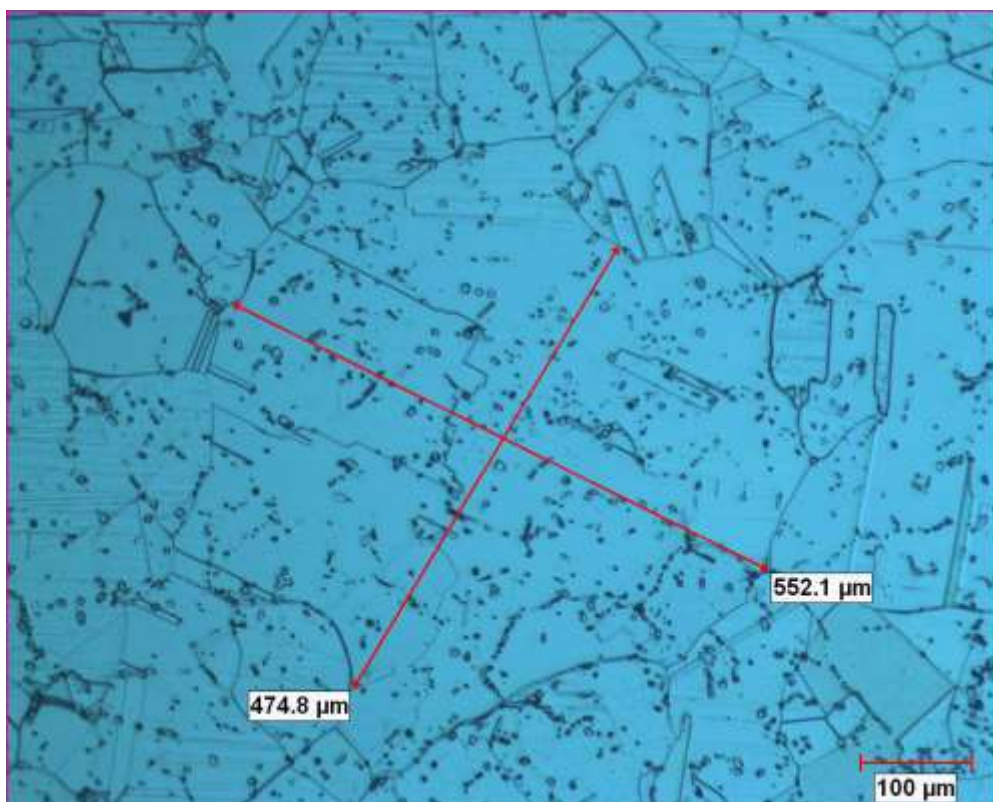
Cuadro comparativo de tamaño de grano					
Temperatura de Tratamiento	Deformación de probeta %	No. de probeta	Tamaño de grano (promedio en $\mu\text{m}$ )	Grano Máximo (diámetro en $\mu\text{m}$ )	
				T: transversal	L: longitudinal
1038°	2.99	33	164.2	T	453.4
				L	491.85
	5.06	13	179.16	T	693.8
				L	514.4
	7.75	21	122.5	T	389.65
				L	296.8
	9.63	30	182.5	T	819.7
				L	616.35
1100°C	1.87	35	121.3	T	374.5
				L	470.9
	5.67	11	160.7	T	804.2
				L	588.16
	8.76	23	93.35	T	476.2
				L	451.5
	9.44	27	106.59	T	535.3
				L	468.3
1170°C	2.06	36	81.9	T	470.45
				L	281.5
	5.25	16	62.4	T	363.8
				L	270.9
	8.58	17	56.1	T	324.5
				L	341.7
	9.46	32	53.42	T	145.1
				L	204.2

## APÉNDICE E

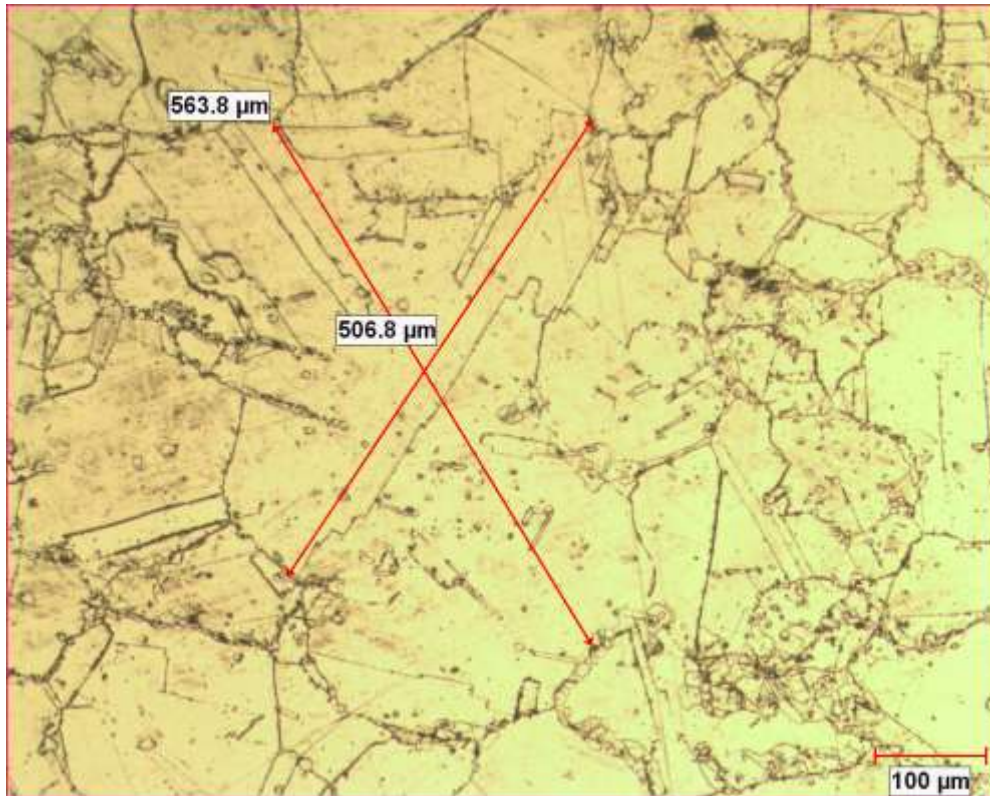
### Micrografías de granos máximos



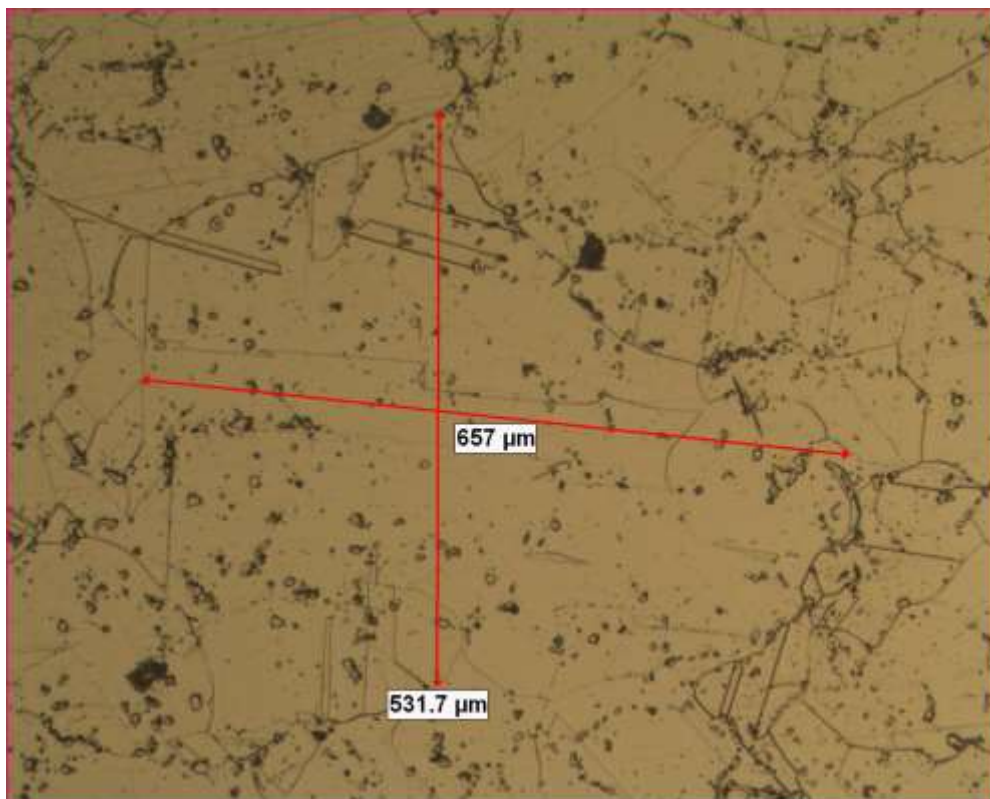
Micrografía probeta No. 19 Longitudinal ( 7.30% reducción y 780 °C)



Micrografía probeta No. 22 Longitudinal (7.08% reducción y 977°C)



Micrografía probeta No. 27 Transversal (9.44% reducción y 1100°C)



Micrografía probeta No 34 Longitudinal ( 2.40% reducción y 977°C)



## Bibliografía.

- [1] Covarrubias O., Comunicación personal, Frisa Aerospace., Nuevo León, 2006
- [2] Novikov, Vladimir, Concise dictionary of materials science, structure and characterization of polycrystalline materials. Boca Raton, Florida, CRC Press, 2003
- [3] Donachie M. J., Donachie S. J., Superalloys, A technical guide. Segunda edición, Metals Park OH: ASTM International, 2002
- [4] Mangonon, P. L., The principles of materials selection for engineering desing. Upper Saddle River, NJ: Prentice Hall, 1999
- [5] Elihu F. B., Superalloys. Metals Park, OH: ASM International, 1988
- [6] Haynes, H-230 Folleto informativo H-3000H
- [7] Hayama, A.O.F., Sandim, H.R.Z., Lins, J.F.C., Hupalo, M.F., Padilha, A.F., Annealing behavior of the ODS nickel-based superalloy PM 1000. Materials Science and Engineering A, vol. 371, 2004, p. 198-209
- [8] Durand-Charre, M., The microstructure of superalloys. Boca Raton, Florida: CRC Press, 2000
- [9] Fuchs, G. E., Solution heat treatment response of a third generation single cristal Ni-base superalloy. Materials Science and Engineering A, vol. 300, 2001, p. 52-60
- [10] Hermann, W., Fahrman, M., Sockel, H., Determination of the  $\gamma'$ -solvus temperature of two commercial wrought ni-base superalloys by thermal expansion measurements. The Minerals, Metals & Materials Society, Superalloys 2004, p. 517-522

- [11] Penkalla, H. J., Wosik, J., Czyrska-Filemonowicz, A., Quantitative microstructural characterization of Ni-base superalloys. *Materials Chemistry and Physics*, vol. 81, 2003, p. 417-423
- [12] Zhao, S., Dong, J., Xie, X., Smith, G. D., Patel, S. J., Thermal stability study on a new Ni-Cr-Co-Mo-Nb-Ti-Al superalloy. *The minerals, Metals & Materials Society, Superalloys 2004*, p 63-72
- [13] Byrer T. G., Semiatin S. L., Vollmer D. C., *Forging handbook*. Metals Park OH: American Society for metals. 1985
- [14] Brooks, J. W., *Forging of superalloys. Material and Design*, vol. 21, 2000, p 297-303
- [15] Sajjadi, S.A., Zebarjad, S.M., Guthrie, R.I.L., Isac, M., Microstructure evolution of high-performance Ni-base superalloy GTD-111 with heat treatment parameters. *Materials Processing Technology*, vol. 175, 2006, p. 376-381
- [16] Lu, Y.L., Liaw, P.K., Sun, Y., Wang, G.Y., Thompson, S.A., Blust, J.W., Browning, P.F., Bhattacharya, A.K., Aurrecochea, J.M., Klarstrom, D.L., Hold-time effect on the elevated-temperature crack growth behavior of solid-solution-strengthened superalloys. *Acta Materialia*, vol. 55, 2007, p. 767-775
- [17] Huron, E.S., Bain, R.K., Mourer, D.P., Schirra, J.J., Reynolds P.L., Montero, E.E., The influence of grain boundary elements on properties and microstructures of P/M nickel base superalloys. *The Minerals, Metals & Materials Society, Superalloys 2004*, p. 73-81
- [18] Burke, J.E., Turnbull, D., Recrystallization and grain growth. *Progress in Metal Physics*, vol. 3, 1952, p. 220-244

[19] Whitis, D.D., Recovery and recrystallization after critical strain in the nickel-based superalloy RENÉ 88DT. The Minerals, Metals & Materials Society, Superalloys 2004, p. 391-400

[20] Humphreys, F.J., A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures-II. The effect of second-phase particles. *Acta materialia*, vol.45, No. 12, 1997, p. 5031-5039

[21] Benson, W.E., A model to describe the effect of initial grain size distribution on abnormal grain growth with application to Rene 88DT. Tesis doctoral, Virginia, University of Virginia, 1998

[22] Benson, W.E., Wert, J.A., The effect of initial grain size distribution on AGG in single-phase materials. *Acta Materialia*, vol. 46, No. 15, Septiembre 1998, p. 5323-5333

[23] Benson, W.E., Wert, J.A., The effect of initial grain size distribution on a abnormal grain growth: a model based on Hillert's formulations. Weiland, H., Adams, B.L., Rollett, A.D., Grain growth in polycrystalline Materials III, The Minerals, Metals & Materials Society, 1998, p. 125

[24] Srolovitz, D.J., Grest, G.S., Anderson, M.P., Computer simulation of grain growth—V. abnormal grain growth. *Acta Metallurgica*, vol. 33, 1985, p. 2233

[25] Doherty, R.D., Effect of phase particles on grain growth in three dimensions. Anderson A.D., Simulation and theory of Evolving microstructures. The Minerals, Metals & Materials Society, 1990, p. 3

[26] Hazzledine, P.M., Oldershaw, R.D.J., Computer simulation of Zener pinning. *Philosophical Magazine A*, vol. 61, 1990, p. 579

- [27] Rollett, A.D., Srolovitz D.J., Anderson, M.P., Simulation and theory of abnormal grain growth—anisotropic grain boundary energies and mobilities. *Acta Metallurgica*, vol. 37, No. 4, April 1989, p. 1227-1240
- [28] Bowles, J.S., Boas, W., The effect of crystal arrangement on secondary recrystallization in metals. *Journal of the Institute of Metals*, vol. 74, 1948, p. 501
- [29] Kronberg, M.L., Wilson, F.H., Secondary recrystallization in copper. *Metals Transactions*, vol. 185, 1949, p. 501
- [30] Lee, S.B., Yoon, D.Y., Henry, M.F., Abnormal grain growth and grain faceting in a model Ni-base superalloy. *Acta Materialia*, vol. 48, 2000, p. 3071-3080
- [31] Hsieh, T.E., Balluffi, R.W. Observations of roughening/de-faceting phase transitions in grain boundaries, *Acta Metallurgica*, vol. 37, No. 8, 1989, p. 2133-2139
- [32] Gleiter H. The mechanism of grain boundary migration. *Acta Metallurgica*, vol. 17, No. 5, 1969, p. 567-573
- [33] Gleiter H. Theory of grain boundary migration rate. *Acta metallurgica*, vol 17, No. 7, 1969, p. 853-862
- [34] ASTM E 112-96<sup>e1</sup>, Standard test methods for determining average grain size. West Conshohocken PA, 2000
- [35] ASTM E 384-99, Standard test method for microindentation hardness of materials. West Conshohocken PA, 1999
- [36] Cullity, B.D., *Elements of X-Ray diffraction*, Addison-Wesley, 1978