

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA



**CARACTERIZACIÓN DE LA SUPERALEACION BASE NÍQUEL
C-263 EMPLEADA EN ANILLOS DE FORJA SIN COSTURA DE
TURBORREACTORES DE AVIONES**

Por

JORGE MANUEL TABOADA SOLÍS

Como requisito para obtener el grado de
**MAESTRÍA EN INGENIERÍA AERONAUTICA CON
ORIENTACIÓN EN MATERIALES**

Julio, 2015

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA



**CARACTERIZACIÓN DE LA SUPERALEACION BASE NÍQUEL
C-263 EMPLEADA EN ANILLOS DE FORJA SIN COSTURA DE
TURBORREACTORES DE AVIONES**

Por

JORGE MANUEL TABOADA SOLÍS

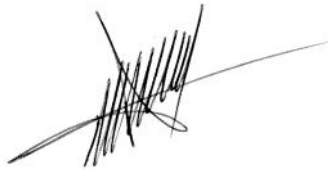
Como requisito para obtener el grado de
**MAESTRÍA EN INGENIERÍA AERONAUTICA CON
ORIENTACIÓN EN MATERIALES**

Julio, 2015

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

Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis **“Caracterización de la Superaleacion base Níquel C-263 empleada en Anillos de Forja sin Costura en Turborreactores de Aviones**, realizada por el alumno Jorge Manuel Taboada Solís, matrícula 1290799 sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ingeniería en Aeronáutica con orientación en Materiales

El comité de Tesis



Dr. Facundo Almeraya Calderón
Director de Tesis



Dra. Citlalli Gaona Tiburcio
Revisor



Dr. José Ángel Cabral Miramontes
Revisor

Vo. Bo.
Dr. Simón Martínez Martínez
División de Estudios de Postgrado

San Nicolás de los Garza, Ciudad Universitaria, Julio del 2015.

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer también a mi familia, a mis papás por apoyarme en todo, por estar siempre presentes en los momentos que más los necesito, por prepararme para la vida con las mejores armas que pudieron haberme dado, los estudios. Gracias papás por todo lo que me han dado.

Gracias a mi hermano Edgar por darme una enseñanza de vida, porque con el he aprendido que todo en la vida tiene solución, por más difícil que parezca y que se puede ser feliz.

Gracias a mis abuelos por estar siempre para mí, por compartir mis triunfos y fracasos y apoyarme siempre en todo.

Gracias al Dr. Facundo Almeraya porque gracias a el aprendí muchas cosas que nos ayudaran en nuestra vida profesional y personal. Quiero agradecer también a la Dra. C. Gaona, Dr. J. Cabral y Dr. F. Estupiñan por su gran ayuda.

Gracias a mi novia Jessica, por estos años de la maestría juntos que siempre estaba en lo malo y bueno apoyándome, que a su lado toda esta etapa fue más sencilla y por su amistad y gran amor. También gracias el apoyo de su familia.

Gracias a CONACyT por la beca otorgada para poder realizar esta investigación.

Por último quiero agradecer al Dr. A. Villafañe, MC. Goyo, MC. Pablo y a todas las personas que me ayudaron y apoyaron en el CIMAV para lograr mis objetivos.

Aunque ahora termina una etapa, para mi es apenas el comienzo.

Gracias a todos.

ÍNDICE GENERAL

INTRODUCCIÓN.....	1
ANTECEDENTES.....	3
HIPÓTESIS.....	8
OBJETIVOS.....	8
CAPÍTULO I: Marco Teórico.....	10
1.1 Corrosión en Alta Temperatura.....	10
1.1.1 Termodinámica de Oxidación.....	12
1.1.2 Cinética de Oxidación.....	16
1.1.2.1 Factores que afectan la Cinética de Oxidación.....	17
1.1.2.2 Leyes de la Oxidación por Gases.....	19
1.2 Superaleaciones.....	21
1.2.1 Superaleaciones Base Níquel.....	23
1.2.2 Superaleacion Haynes C-263.....	26
1.2.3 Superaleaciones base Ni en la Industria Aeronáutica.....	28
CAPÍTULO II: Metodología Experimental.....	32
2.1 Preparación de las muestras.....	33
2.2 Oxidación de la Superaleacion.....	36
2.3 Caracterización de la Superaleacion.....	37
CAPÍTULO III: Resultados y Discusiones.....	41
3.1 Fluorescencia de Rayos-X.....	41
3.2 Microscopia Óptica.....	42
3.3 Cinética de Oxidación.....	42
3.3.1 Cinética de Oxidación en atmosfera de aire.....	42

3.3.2 Cinética de Oxidación en atmosfera de SO ₂	46
3.4 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).....	47
3.4.1 Análisis Morfológico Superficial y en Sección Transversal en atmosfera de aire.....	48
3.4.2 Análisis Morfológico Superficial y en Sección Transversal en atmosfera de SO ₂	57
CAPÍTULO IV: Conclusiones y Recomendaciones.....	60
4.1 Conclusiones.....	60
4.2 Recomendaciones.....	62
REFERENCIAS.....	63

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura	Página
1. Difractogramas de rayos X de la superaleación Haynes 230: (a) 650 °C, (b) 750 °C y (c) 850 °C.....	3
2. Imágenes de SEM en corte transversal después de la oxidación a 1100 °C en aire: (a) 25 h, (b) 50h, (c) 100 h, (d) EDAX de la capa de óxido interna.....	4
3. Imágenes de SEM en corte transversal después de la oxidación a 1000 °C en aire y su ilustración esquemática.....	5
4. Imágenes esquemáticas de la formación de películas de óxido de las aleaciones: (a) IN792 y (b) SCA425+.....	6
5. Imágenes de SEM en corte transversal después de la oxidación a 1100 °C en aire por 90 h.....	7
6. Representación del proceso de oxidación en alta temperatura.....	10
7. Esquemas de la cinética de oxidación.....	19
8. Estructura cristalina de la austenita.....	22
9. Micrografía electrónica de campo oscuro de la superaleación Inconel 713C tratada térmicamente hasta 1176 °C, donde se observan las fases gamma (γ) y gamma prima (γ').....	25
10. Variación del límite elástico de superaleaciones monocristalinas con la temperatura.....	26
11. Turbina de gas.....	29

12. Pistola portátil Olympus modelo Delta X.....	32
13. Pistola portátil Olympus modelo Delta X.....	33
14. Microscopio invertido de luz transmitida AX10.....	34
15. Cortadora Struers modelo Secotom-10.....	34
16. Pulidora Struers modelo TegraPol-25.....	35
17. Baño de ultrasonido Branson modelo 2800.....	35
18. Equipo de Termogravimetría TA Instruments modelo TGA 2950.....	36
19. Termograma.....	37
20. Microscopio Electrónico de Barrido.....	39
21. Encapsuladora Leco modelo PR-25.....	40
22. a-b) Microestructura de la superaleacion C-263 a 100X en diferentes zonas.....	42
23. a) Cinética de oxidación de la superaleacion C-263 a 700 °C por 48 h. b) Cuadrado de la cinética con ajuste de línea.....	43
24. a) Cinética de oxidación de la superaleacion C-263 a 800 °C por 48 h. b) Cuadrado de la cinética con ajuste de línea.....	44
25. a) Cinética de oxidación de la superaleacion C-263 a 900 °C por 48 h. b) Cuadrado de la cinética con ajuste de línea.....	44

26. a) Cinética de oxidación de la superaleacion C-263 a 1000 °C por 48 h. b) Cuadrado de la cinética con ajuste de línea.....	46
27. a) Cinética de oxidación de la superaleacion C-263 a 900 °C por 48 h. b) Cuadrado de la cinética con ajuste de línea.....	46
28. a) Cinética de oxidación de la superaleacion C-263 a 900 °C por 48 h. b) Cuadrado de la cinética con ajuste de línea.....	47
29. a) Morfología superficial de la superaleacion C-263 tratada a 700 °C por 48 h a 2500 X, b) análisis general por EDS, c-d) análisis puntuales por EDS.....	49
30. Mapeo en sección transversal de la superaleacion C-263 tratada a 700 °C por 48 h a 2000 X.....	50
31. a) Morfología superficial de la superaleacion C-263 tratada a 800 °C por 48 h a 2000 X, b) Análisis general por EDS, c) análisis puntual por EDS.....	51
32. Mapeo en sección transversal de la superaleacion C-263 tratada a 800 °C por 48 h a 2000 X.....	52
33. Morfología superficial de la superaleacion C-263 tratada a 900 °C por 48 h, a) 1000 X, b) 5000X. c) Análisis general por EDS, d-e) análisis puntual por EDS.....	53
34. Mapeo en sección transversal de la superaleacion C-263 tratada a 900 °C por 48 h a 5000 X.....	54
35. Morfología superficial de la superaleacion C-263 tratada a 1000 °C por 48 h, a) 1000 X, b) 2500X. c) Análisis general por EDS, d-e) análisis puntual por EDS.....	55
36. Mapeo en sección transversal de la superaleacion C-263 tratada a 1000 °C por 48 h a 2000 X.....	56

37. Morfología superficial de la superaleacion C-263 tratada a 900 °C por 48 h, a) 1000 X, b) 2500X. c) Análisis general por EDS, d-e) análisis puntual por EDS.....58
38. Morfología superficial de la superaleacion C-263 tratada a 1000 °C por 48 h, a) 1000 X, b) 2500X. c) Análisis general por EDS, d-e) análisis puntual por EDS.

INTRODUCCIÓN

La industria aeronáutica y aeroespacial en México ha tenido un auge importante en los últimos años, es por eso que se requiere la producción de materiales avanzados con el fin de garantizar el diseño y manufactura de un producto robusto y que cumpla con las expectativas del cliente, mayor rendimiento del motor para un eficiente consumo de combustible, así como una mayor resistencia mecánica de los componentes de las aeronaves [1]. Tal es el caso de las turbinas de aviones, las cuales requieren para su fabricación, el uso de superaleaciones que garanticen alta resistencia mecánica y química en altas temperaturas, pues es bien sabido que por su naturaleza las turbinas operan a temperaturas elevadas y en ambientes corrosivos.

Uno de los principales problemas que presentan las superaleaciones que se encuentran en contacto con gases a altas temperaturas es la oxidación, este proceso puede ocurrir en presencia de oxígeno, aire, dióxido de carbono, vapor o alguna otra atmosfera compleja.

Durante el proceso de oxidación, suelen formarse diferentes capas de óxidos en el material base, lo cual produce pérdidas de elementos que componen la aleación, por consecuencia se produce la variación de las características microestructurales del material, asociadas potencialmente a las propiedades de resistencia mecánica.

Por lo anterior, existe un gran interés en el desarrollo y estudio de superaleaciones, que permitan fabricar turbinas resistentes mecánicamente y que sean capaces de soportar altas temperaturas en ambientes corrosivos, es decir en presencia de gases como O_2 , SO_2 , y otros ya que durante el funcionamiento de las turbinas, están expuestas a este tipo de gases.

Uno de los materiales que cumple con las características antes mencionadas, son las superaleaciones base Ni, las cuales se han estudiado con la finalidad de determinar las cinéticas de oxidación a las que obedecen estos procesos y con base en estos resultados poder desarrollar aleaciones más resistentes.

La presente investigación se describe en esta tesis en IV capítulos. En el capítulo I se presenta el marco teórico, en cual se abordan temas en los que se basa esta investigación. El capítulo II describe el proceso de la experimentación, desde la obtención de la superaleación, la preparación metalográfica y los equipos que se emplearon para la caracterización de las superaleaciones. Los resultados y las discusiones se presentan en el capítulo III, y por último en el capítulo IV se presentan las conclusiones y recomendaciones de esta investigación.

ANTECEDENTES

En el 2006 Li Jian, *et al.* Estudiaron la cinética de oxidación de la superaleación haynes 230 utilizando técnica de análisis termogravimétrico. El estudio de la oxidación se llevó a cabo en atmósfera de aire a diferentes temperaturas de 650°C, 750°C y 850°C, empleando tiempos de tratamiento térmico mayores a 500 h. Se identificaron dos tipos de óxidos por la técnica de difracción de rayos X el Cr_2O_3 y MnCr_2O_4 (**figura 1**). Observaron que la cinética de oxidación se llevó a cabo en diversas etapas, las cuales obedecen a la ley parabólica. La primera etapa de oxidación lenta corresponde al crecimiento de la película Cr_2O_3 , controlado por la difusión de los iones Cr a través de la densa capa de óxido de Cr_2O_3 . La segunda etapa rápida fue el resultado de la rápida difusión de los iones Mn pasando a través de la capa de óxido establecida de Cr_2O_3 para formar una capa de óxido de MnCr_2O_4 en la parte superior de la capa de Cr_2O_3 [2].

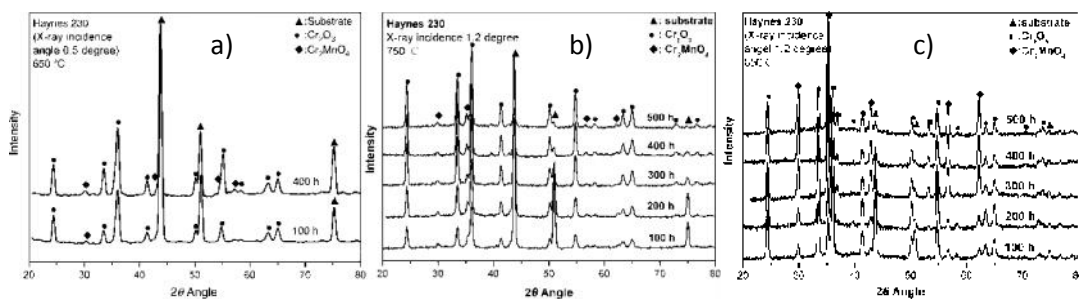


Figura 1. Difractogramas de rayos X de la superaleación Haynes 230: (a) 650 °C, (b) 750 °C y (c) 850 °C.

En el 2008 Liu Dongmei, *et al.* estudiaron la oxidación de la superaleación Haynes 230 en la isoterma de 1100 °C en atmósfera de aire por 100 h. Utilizaron las técnicas de Difracción de rayos-X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y Microanálisis por Dispersión de Energías de rayos-X (XEDS) para la caracterización morfológica, identificando las fases Cr_2O_3 y MnCr_2O_4 . Se observó la formación de multicapas de óxidos las cuales se incrementaban con el paso del tiempo de oxidación (**figura 2**). Durante este proceso el Ni difunde hacia el centro del material mientras que el Mn y Cr difunde hacia afuera resultando la formación del óxido MnCr_2O_4 como capa exterior. Se determinó que con el transcurso del tiempo de oxidación, el Mn se va agotando lo que provoca la formación del óxido Cr_2O_3 como capa interior. Observaron que con la formación de MnCr_2O_4 como capa exterior se retarda la volatilización de Cr_2O_3 a CrO_3 por la reducción del área de contacto entre el óxido interior Cr_2O_3 y el aire. En consecuencia, la capa de óxido puede frenar la posterior oxidación de la aleación en cierta medida, por lo que la velocidad de oxidación disminuye con el aumento del tiempo. Se determinó que la cinética de oxidación casi obedece la ley parabólica cuando la superaleación es oxidada a 1100°C en atmósfera de aire [3].

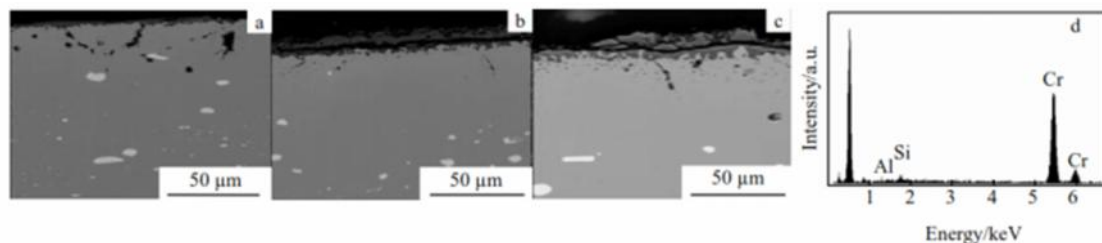


Figura 2. Imágenes de SEM en corte transversal después de la oxidación a 1100 °C en aire: (a) 25 h, (b) 50h, (c) 100 h, (d) EDAX de la capa de óxido interna.

En el 2010 Zhen, *et al.* estudiaron el comportamiento de la superaleación Rene 95 de metalurgia en polvos de base níquel, en isotermas de 800-1000 °C por 100 h en atmósfera de aire. Los óxidos formados después de las 100 h a 1000 °C son Cr_2O_3 , TiO_2 y una pequeña cantidad de espinela NiCr_2O_4 . En la sección transversal (**figura 3**) se identificaron tres zonas: película de óxido rico en Cr, óxido duplex de Cr y Ti y una zona afectada por oxidación. La cinética de oxidación obedece la ley de potencia cuadrada. Del proceso de oxidación a 1000 °C resultó la formación de NiCr_2O_4 en su estructura tipo espinela y gas Cr_2O_3 . El mecanismo de oxidación de la superaleación Rene 95 de metalurgia en polvos es controlado por la difusión hacia el interior del oxígeno y las difusiones hacia el exterior de Cr y Ti [4].

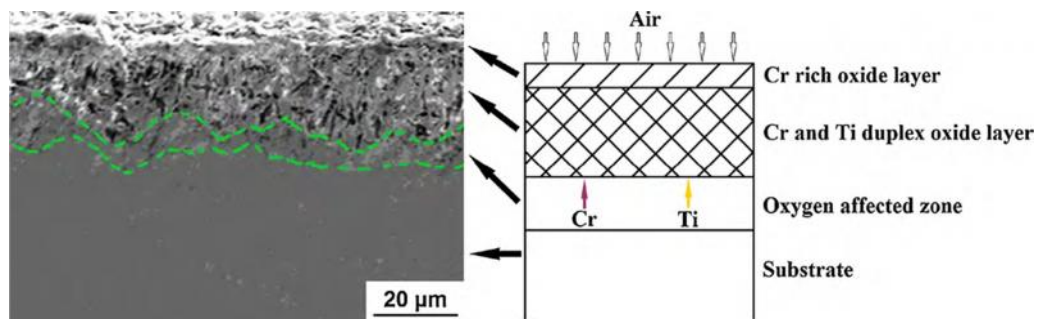


Figura 3. Imágenes de SEM en corte transversal después de la oxidación a 1000 °C en aire y su ilustración esquemática.

En el 2013 Lai, H. *et al.* investigaron la corrosión en alta temperatura de dos superaleaciones base Ni, una de nuevo desarrollo SCA425+ y una comúnmente utilizada IN792. Las composiciones de las superaleaciones son muy similares, sin embargo, la SCA425+ tiene mayor contenido de Cr y Al (17.1% y 10% en peso respectivamente) comparado con la IN792 (13.9% y

7.4% en peso respectivamente). Las muestras se colocaron en un soporte de Kanthal Al, el cual fue pre-oxidado para formar una superficie inerte de alfa- Al_2O_3 . Las muestras se trataron térmicamente a $900\text{ }^\circ\text{C}$ por 65 h. Para simular la operación de una turbina de gas, las muestras se trataron térmicamente utilizando una mezcla de SO_2 (3000 ppm) + O_2 (69% vol) + H_2O (31% vol) por 260 h en 4 ciclos de 65 h/ciclo. Para realizar un estudio comparativo se llevaron a cabo experimentos en las mismas condiciones pero en atmósfera de aire ambiental. Se observó que ambas aleaciones sufrieron oxidación interna pero la superaleación SCA425+ tiene mayor resistencia a la corrosión que la superaleación IN792. Esto se debe al efecto positivo que tiene el SO_2 en la formación de una película continua de Al_2O_3 , la cual impide la difusión del Cr hacia el exterior y evita la oxidación interna del mismo. La presencia del SO_2 que favorece la formación del Al_2O_3 continuo sigue sin ser estudiado **(figura 4)** [5].

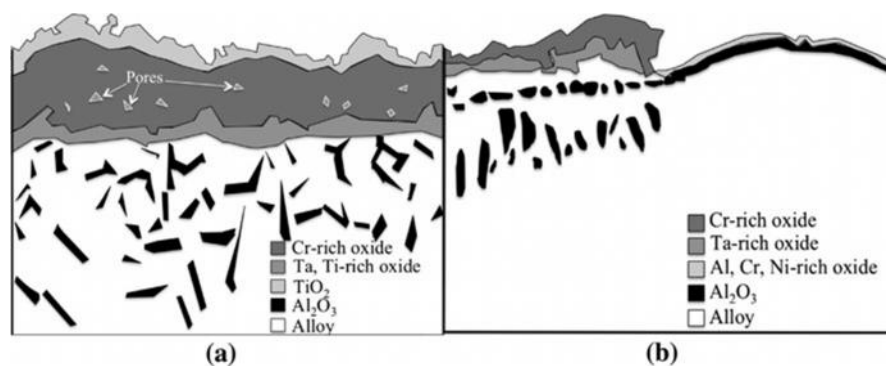


Figura 4. Imágenes esquemáticas de la formación de películas de óxido de las aleaciones: (a) IN792 y (b) SCA425+

En el 2014 Perez-Gonzales *et al.* estudiaron la resistencia a la oxidación isotérmica de una superaleación base níquel Haynes 282. La investigación se llevó a cabo por medio de gravimetría en atmósfera de aire utilizando temperaturas entre 800-1000 °C y tiempos de exposición de hasta 150 h. Los resultados muestran que la cinética de oxidación del material obedece a la ley parabólica. Por medio de las técnicas de DRX y MEB-EDX se determinó que en la isoterma de cada temperatura ocurre la formación de una capa de óxido interna de Cr_2O_3 y una capa de óxido externa de TiO_2 , la formación de estos óxidos se debe a la migración de los iones Cr y Ti del metal base (**figura 5**). Adicionalmente se observó la formación de una zona interna de oxidación de TiO_2 y Al_2O_3 localizados preferentemente en los límites de grano, debido a la oxidación de los elementos reactivos de los precipitados gamma prima $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ [6].

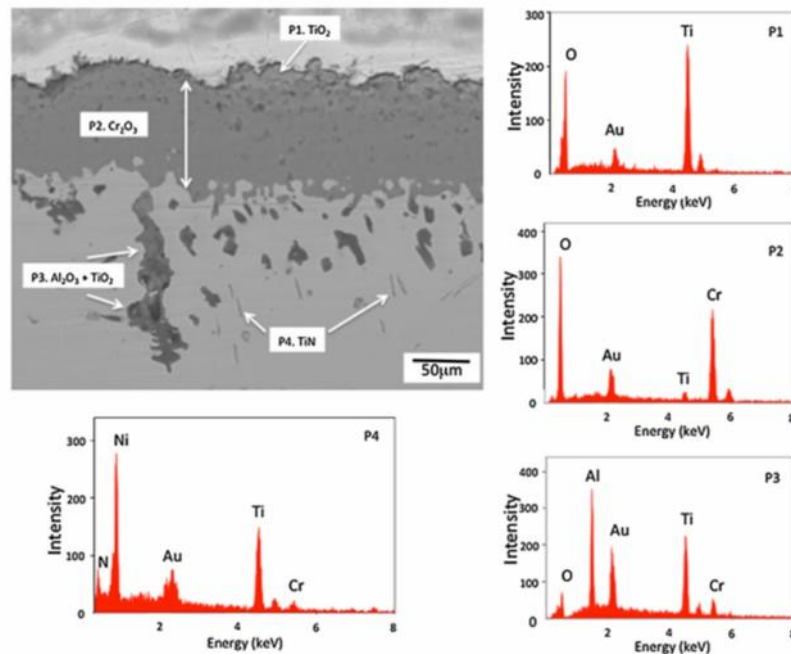


Figura 5. Imágenes de SEM en corte transversal después de la oxidación a 1100 °C en aire por 90 h.

HIPÓTESIS

La cinética de oxidación en altas temperaturas de la superaleación Haynes C-263, obedece la ecuación parabólica de la cinética de oxidación en ambientes corrosivos, como oxígeno y óxido de azufre, generando una película protectora de óxido compacto, continuo y adherente.

OBJETIVOS

Objetivo General.

Estudiar la cinética de oxidación en alta temperatura de una superaleación de base níquel como es la HAYNES C-263, en diferentes ambientes corrosivos y determinar la ley cinética a la cual obedece.

Objetivos Específicos.

- Analizar la composición química de la superaleación C-263 obtenida de la empresa.
- Cortar, pulir y limpiar las piezas para su posterior caracterización microestructural y análisis por TGA.
- Tratar térmicamente la superaleación HAYNES C-263 utilizando la técnica de análisis termogravimétrico (TGA) en un intervalo de temperaturas de 700-1000 °C en diferentes atmósferas oxidantes.

- Caracterizar morfológicamente por Microscopía Electrónica de Barrido las piezas oxidadas.
- Caracterizar por medio de Difracción de Rayos X la composición de las capas de óxido formadas en la superficie del material.
- De acuerdo a los resultados obtenidos, determinar si la cinética de oxidación de la superaleación C-263, obedece a la ley parabólica de oxidación

CAPÍTULO I

Marco Teórico

1.1 Corrosión en Alta Temperatura

Cuando un metal es expuesto a un gas oxidante a temperaturas elevadas, la corrosión puede ocurrir por la reacción directa con el gas sin la presencia de un electrolito. Este tipo de corrosión se refiere a un manchado o costrado (**Figura 6**).

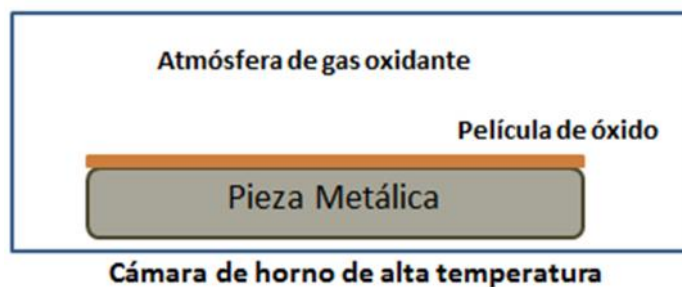


Figura 6. Representación del proceso de oxidación en alta temperatura

La velocidad de ataque se incrementa con la temperatura, por lo tanto, la película superficial típicamente aumenta como un resultado de la reacción en las interfaces óxido/gas u óxido/metal debido al transporte de cationes o aniones a través del óxido, el cual se comporta como un electrolito sólido. Para un óxido no poroso el transporte iónico a través de la costra determina la velocidad del proceso. La estabilidad termodinámica, la estructura con defectos iónicos y la morfología de la costra formada son factores que determinan la resistencia de una aleación a un medio ambiente específico [7].

Cuando un metal es atacado por un gas oxidante, el producto de la reacción es el óxido del metal, si este no es volátil, cubrirá al metal con una capa que puede ser protectora o no protectora.

Las características deseadas para una costra de óxido protector son **[8]**:

- Alta estabilidad termodinámica: (energías libres de formación de Gibbs altamente negativas) para favorecer la formación de otro producto de reacción.
- Baja presión de vapor: evitar la evaporación dentro de la atmósfera del óxido formado como un sólido.
- Relación Pilling-Bedworth mayor que 1: para que el óxido cubra completamente la superficie metálica.
- Bajo coeficiente de difusión de las especies reactantes: (cationes metálicos y aniones del corroyente) para favorecer la velocidad de crecimiento lento del óxido.
- Temperatura alta de fusión.
- Buena adherencia al metal base: usualmente se requiere que el óxido presente un coeficiente de expansión térmico cercano al del metal, y que tenga suficiente plasticidad en alta temperatura para resistir fractura con los esfuerzos de expansión térmica diferencial.

1.1.1 Termodinámica de Oxidación

Diferentes óxidos y sus productos se forman en el sustrato metálico dependiendo de la reactividad de los componentes aleantes y del modo de transporte de los cationes o aniones a través del óxido o capas de este. Así mismo, las imperfecciones en la superficie tales como fronteras de grano y diferencias en la rugosidad contribuyen a la reactividad de los elementos a oxidarse.

También una variación en la orientación de los granos produce capas de óxido no compactos y el transporte de oxígeno a través de las fracturas de la superficie o de las fronteras de grano ocurre más rápido que en las capas de óxido compactos, ya que cuando una película continua cubre la superficie, el crecimiento solo puede ocurrir por difusión en el estado sólido de cationes o aniones a través de la película de óxido [9].

El crecimiento del óxido por difusión se inicia por el efecto de campos eléctricos, partículas cargadas en la superficie o en ciertas capas preferenciales. También puede ocurrir un gradiente de potencial químico entre el metal y el óxido; y el óxido y el gas en las interfases, todo esto determinará la fuerza del movimiento de los elementos que difundirán.

Cuando un metal se oxida se produce un cambio de la energía libre (G), del sistema que es igual al trabajo realizado o absorbido durante el proceso, este es máximo cuando el proceso se verifica reversiblemente, el cambio en la energía libre del sistema es la fuerza que permite llevar a cabo la reacción y representa la fracción máxima de energía que puede convertirse en trabajo, acompañado por una disminución de la energía del sistema (G) ya que de lo contrario, la reacción no podría tener lugar. El cambio de la energía libre (G), está representado por [10]:

$$G = G(\text{productos}) - G(\text{reactantes}) \quad (1)$$

El cambio de energía libre estándar para la formación de casi todos los óxidos metálicos es negativo, esto significa que los óxidos son termodinámicamente estables en atmósferas de oxígeno, mientras que los metales no lo son, por consiguiente, tenderá a producirse la oxidación para la reacción:



De acuerdo a la ley de acción de masas, la constante de equilibrio k, es:

$$k = a_{\text{Me}_x\text{O}_2} / a_{\text{Me}}^x \cdot P_{\text{O}_2} \quad (3)$$

Donde $a_{\text{Me}_x\text{O}_2}$ y a_{Me} representan las actividades del óxido y del metal sólido respectivamente. Estas actividades son iguales a la unidad para fases condensadas puras y P_{O_2} representa la presión parcial de oxígeno en

condiciones de equilibrio. Si el oxígeno está presente en la atmosfera, la constante de equilibrio se convierte en:

$$k_p = 1 / P_{O_2} \quad (4)$$

La constante de equilibrio de una reacción guarda relación con el cambio de energía libre con la siguiente formula:

$$G = -RT \ln k_p + RT \sum n \ln P_{O_2} \quad (5)$$

Donde el término $RT \sum n \ln P_{O_2}$ define el estado inicial y final del sistema y en el que n y P representan, respectivamente, el número de moles y la presión de la sustancias participantes en la reacción. A diferencia de la constante de equilibrio, estos términos son variables. Si la presión de oxígeno es la atmosférica, $RT \sum n \ln P_{O_2}$ se hace igual a cero para dar una simple reacción de oxidación, entonces:

$$G^\circ = -RT \ln k_p \quad (6)$$

Donde G° define el cambio de energía libre estándar de la reacción.

En el transcurso de una reacción química, las masas de los reactantes disminuyen y el producto de la reacción se incrementan, puesto que la energía interna de sus sustancias disminuirá y la de los productos de la reacción aumentará, el término potencial químico μ , se utiliza para iniciar el cambio de energía libre al cambiar el número de moles n de una sustancia en una reacción

en la que se mantiene constante la temperatura, la presión y el número de moles de las demás sustancias, así:

$$\mu_1 = \mu_1^\circ + RT \ln a_1 \quad (7)$$

Donde a_1 es la actividad del material y μ_1° el potencial químico de un mol para la actividad unitaria.

El cambio de la energía libre la reacción de oxidación $\text{Me} + \text{O}_2 \rightleftharpoons \text{MeO}$, es igual a:

$$G = -RT \ln k_p - RT \ln P_{\text{O}_2} \quad (8)$$

$$G = RT \ln P'_{\text{O}_2} - RT \ln P''_{\text{O}_2} \quad (9)$$

Donde P'_{O_2} es la presión de oxígeno en equilibrio, y P''_{O_2} la presión inicial del oxígeno en el instante en que da comienzo la reacción.

$G = 0$ ocurre cuando la presión inicial de oxígeno coincide con la presión parcial de oxígeno representada en la constante de equilibrio, bajo estas condiciones no existe fuerza motora para la reacción, el óxido y el metal son igualmente estables; si la presión desciende por debajo de aquel valor, el óxido se disocia, a dicho valor crítico de la presión que es función de la temperatura se le llama presión de disociación del óxido. En caso de formarse varios óxidos sobre un metal, cada uno tendrá presiones de disociación diferentes y es normal que el óxido más rico en oxígeno se disocie para dar

lugar a un óxido de menor contenido en oxígeno y no al metal desnudo directamente [11].

1.1.2 Cinética de Oxidación

En el proceso de oxidación es muy importante determinar la cinética de oxidación del material, ya que con los datos cinéticos se puede determinar la velocidad de oxidación, en función de la temperatura y composición de la aleación. Los mecanismos con los cuales se puede llevar a cabo la oxidación a altas temperaturas de un metal puro o una aleación, se describen como una serie de pasos sucesivos, tales como [12]:

1. Adsorción de un componente gaseoso.
2. Disociación de la molécula gaseosa y transferencia de electrones.
3. Nucleación y crecimiento de cristales.
4. Difusión y transporte de cationes, aniones y electrones a través de la costra.

En las primeras etapas de la oxidación esta se presenta rápidamente, pero a medida que la capa de óxido crece, la oxidación se vuelve lenta ya que el óxido formado aísla al metal del ambiente reactivo.

La nucleación de óxidos es favorecida en sitios de alta energía, por ejemplo defectos en la superficie tales como dislocaciones, límites de grano, impurezas, precipitados, etc.

1.1.2.1 Factores que afectan la cinética de oxidación

Existen diversos factores que afectan la cinética de oxidación de una superaleación tales como:

-Temperatura: La oxidación debe cumplir con la ecuación tipo Arrhenius:

$$K = K_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (10)$$

Dónde:

K=es una constante de reacción.

K₀=una constante

Q=la energía de activación

R=la constante de los gases ideales

T=la temperatura absoluta

-Presión: Si el factor que determina la velocidad de reacción es la adsorción, entonces la reacción mostrará una gran dependencia con la presión de oxígeno, cuando la presión de oxígeno es muy baja, la velocidad de reacción es proporcional al número de moléculas de O₂ que llegan a la superficie, cuando la presión de oxígeno es muy elevada, la velocidad de reacción es proporcional a P_{O₂}. Si la presión es controlada por un proceso de difusión en el estado sólido, el suministro de O₂ a la superficie no es un factor limitante ya que la reacción en la interfase es más rápida que la difusión de la especies.

-Gases: La velocidad de reacción cambia cuando se utilizan diferentes gases (aire, CO₂, SO₂, etc.)

-Pureza del gas: Los contaminantes alteran la velocidad de reacción, como el vapor de agua y sales los cuales influyen considerablemente.

-Velocidad del flujo del gas: Su importancia aumenta cuando la adsorción es limitante.

-Pureza del metal: En este caso se consideran los contaminantes del metal, la porosidad, tamaño de grano etc.

-Acabado de la superficie: Una superficie totalmente lisa tiene una energía menor disponible que una rugosa.

-Tamaño y geometría de la muestra, relación área volumen [13]: Se ha investigado la influencia de la geometría de las muestras en la cual se ha concluido que los factores geométricos más importantes son:

- a) la influencia de la relación (área específica), sobre la inestabilidad térmica de la reacción y así sobre la velocidad de reacción, especialmente sobre los estados iniciales.
- b) la influencia de la forma geométrica y tamaño del espécimen sobre los procesos de oxidación.
- c) la influencia de la forma de determinar la ganancia de masa por unidad de área del espécimen oxidado.

1.1.2.2 Leyes de la oxidación por gases.

El proceso de oxidación a elevada temperatura de una superaleación puede ser evaluada por la variación del peso del material a lo largo del tiempo. Dependiendo de la forma en que se produzca el crecimiento del óxido, seguirá una ley u otra, según las características del óxido formado.

Estos óxidos podrán ser protectores o no, según sea su naturaleza química, porosidad, adherencia, espesor, etc. y su oxidación dependerá de factores como la capacidad de difusión del oxígeno y cationes a través de la película de óxido, cantidad de oxígeno disponible en la superficie del metal y el volumen de óxido sobre el metal [14].

Existen varias leyes que predicen el comportamiento del crecimiento de los óxidos, como se muestran en la **figura 7**.

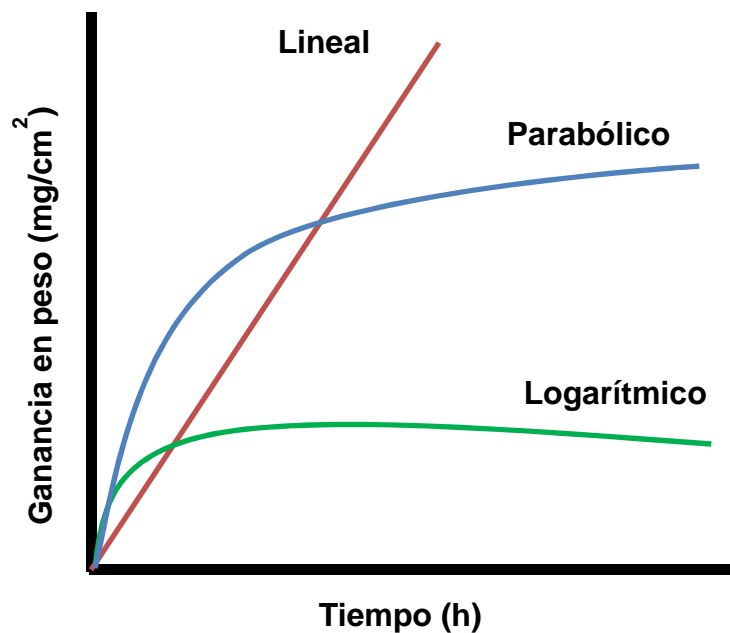


Figura 7. Esquemas de la cinética de oxidación.

Ley lineal. Esta ley establece que el aumento del espesor de la capa de óxido es directamente proporcional al tiempo; esta dada por la siguiente ecuación:

$$W = k_L t \quad (11)$$

Dónde:

W = ganancia en peso por unidad de área

k_L = constante de velocidad lineal

t = tiempo **[15]**.

Este tipo de comportamiento ocurre cuando el óxido deja acceder al oxígeno a la superficie del metal, ya que el volumen del óxido formado es muy poroso **[16]**.

Ley parabólica. Establece que la velocidad de crecimiento del óxido es inversamente proporcional a su espesor; esta dada por la siguiente ecuación.

$$W^2 = k_p t \quad (12)$$

Dónde:

W^2 = ganancia en peso por unidad de área

k_p = constante de velocidad parabólica.

t = tiempo **[15]**.

El óxido crea una película compacta en la superficie que hace que el oxígeno solo pueda acceder a la superficie del metal por difusión a través de ella. [17].

Ley logarítmica. Esta dada por la siguiente ecuación.

$$W = k_c \log(Ct + A) \quad (13)$$

Dónde:

W= ganancia en peso por unidad de área

k_c = constante de velocidad logarítmica

t= tiempo

C, A son constantes [15].

Este comportamiento se observa en capas de óxido muy delgadas a bajas temperaturas y resulta del efecto de campos eléctricos que asisten al transporte iónico a través de las capas de óxido. Algunos materiales que presentan este tipo de comportamiento son el Al, Cu, Fe y algunos otros metales, a temperatura ambiente [18].

1.2 Superaleaciones

Las superaleaciones están constituidas por una mezcla de elementos, son consideradas como un grupo de aleaciones de alto desempeño diseñadas para satisfacer requerimientos muy estrictos de resistencia mecánica y

resistencia a la degradación (corrosión y oxidación) a altas temperaturas de servicio [19].

Típicamente tienen una estructura cristalina cúbica centrada en las caras, tipo austenita (**Figura 8**). El desarrollo de superaleaciones está enfocado a materiales que funcionen en alta temperatura, principalmente en la industria aeroespacial y eléctrica.

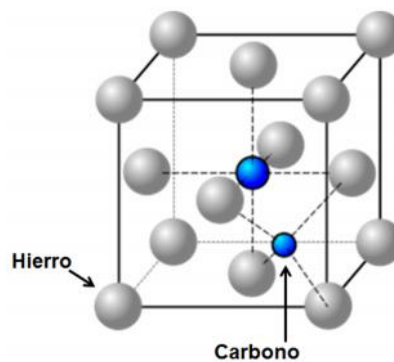


Figura 8. Estructura cristalina de la austenita.

Las características deseables que deben tener las superaleaciones para su buen desempeño son [20]:

- a) La capacidad de soportar la carga a una temperatura de funcionamiento cercana a su punto de fusión.
- b) Resistencia sustancial a la degradación mecánica durante periodos prolongados de tiempo (termofluencia).
- c) La tolerancia de los entornos de operaciones severa en altas temperaturas (oxidación).

Las superaleaciones se dividen en tres grupos, de acuerdo a su aleante principal hierro, níquel y cobalto [19]:

- a) Aleaciones de base hierro: Su aleante principal es el hierro, en algunos casos el hierro está en una proporción menor del 50% de la composición total.
- b) Aleaciones de base níquel: El aleante principal es el níquel, estas son las aleaciones que tienen mejor resistencia a las altas temperaturas que las aleaciones de base hierro. Los principales elementos aleantes son el cromo y cobalto; elementos aleantes en menor cantidad son el aluminio, titanio, molibdeno, niobio y hierro.
- c) Aleaciones de base cobalto: Los elementos aleantes principales son el cobalto (alrededor del 40%) y el cromo (máximo de 20%), otros elementos aleantes son el níquel, molibdeno y tungsteno.

1.2.1 Superaleaciones de Base Níquel

El níquel es el quinto elemento más abundante en la tierra, tiene un punto de fusión de 1455 °C y representa el límite de temperatura que soportan las superaleaciones base níquel. Estas superaleaciones tienen una microestructura característica, causante de sus propiedades físicas y químicas, con una distribución en dos fases, gama (γ) y gama prima (γ') [20] (Figura 9):

- Fase gama (γ): Presenta una estructura cúbica centrada en las caras y en la mayoría de los casos se forma una solución sólida en la que residen las otras fases. Contiene concentraciones significativas de elementos tales como cobalto, cromo, molibdeno, rutenio y renio.
- Fase gama prima (γ'): Formada por una dispersión de precipitados ordenados intermetálicos, responsable de la gran resistencia de las superaleaciones. Es rica en elementos tales como aluminio, titanio y tántalo. Las fórmulas estequiométricas de esta fase son: Ni_3Al , Ni_3Ti o $Ni_3(AlTi)$.

Así mismo, el carbono presente en las superaleaciones base níquel, en concentraciones mayores a 0.2% en peso, a menudo se combina con elementos reactivos tales como titanio, tántalo y hafnio para formar carburos MC , donde M es el metal y C es el carbono. Durante el proceso, estas pueden formar otras especies como $M_{23}C_6$ y M_6C , las cuales residen en los límites de grano de la fase gama (γ) y que son ricos en cromo, molibdeno y tungsteno. De igual manera el boro se combina con elementos como cromo y molibdeno para formar boruros que residen en los límites de grano de la fase gama (γ).

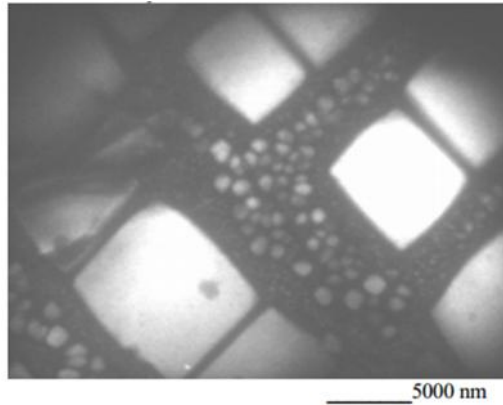


Figura 9. Micrografía electrónica de campo oscuro de la superaleación Inconel 713C tratada térmicamente hasta 1176 °C, donde se observan las fases gama (γ) y gama prima (γ') [21].

Las superaleaciones base níquel, presentan una importante característica, el límite elástico, es decir el esfuerzo necesario para provocar una deformación plástica, no disminuye cuando se incrementa la temperatura, como en el caso de otros sistemas de aleaciones. De hecho para muchas superaleaciones, el límite elástico se incrementa aumentando la temperatura hasta 800 °C, después de esta, el límite elástico decrece rápidamente y cerca de los 1200 °C presentan poca resistencia a la deformación plástica (**Figura 10**).

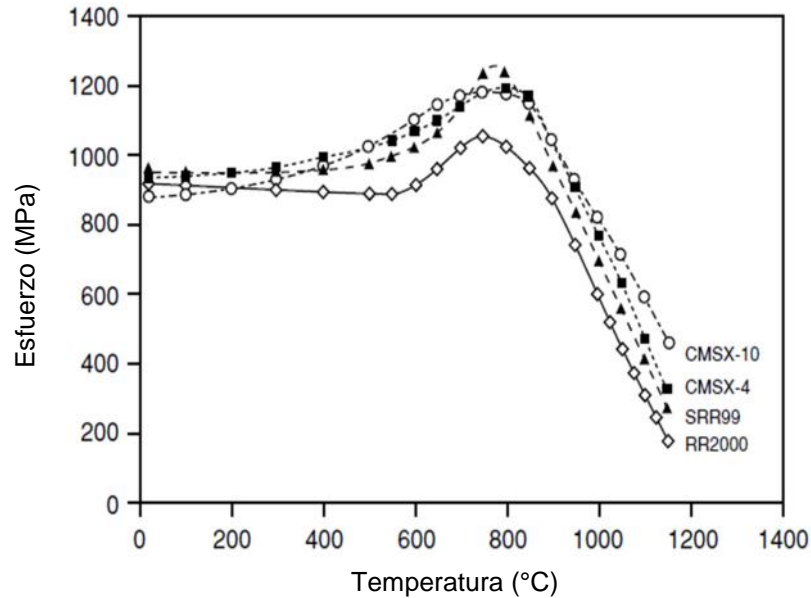


Figura 10. Variación del límite elástico de superaleaciones monocristalinas con la temperatura [21].

1.2.2 Superaleacion Haynes C-263

Existen en el mercado un gran número de superaleaciones base níquel y como se ha mencionado con anterioridad, estas se desarrollaron para aplicaciones de alta temperatura, debido a su capacidad para mantener una alta resistencia química y mecánica a temperaturas superiores al 75% de su temperatura de fusión.

La superaleacion C-263 la cual contiene principalmente níquel-cobalto-cromo en su composición, se caracteriza por presentar alta resistencia a la oxidación, y buena resistencia a la fluencia a temperaturas elevadas para ser utilizada en turbinas. Estas propiedades son altamente dependientes de la transformación correcta de la superaleacion.

Microestructuralmente la superaleación C-263 contienen múltiples fases, en función de los elementos de aleación. La fase más prevalente en C-263 es la fase γ , con una estructura cristalina cubica centrada en la cara. Las superaleaciones de base Ni son endurecidas por solución sólida usando una variedad de elementos aleantes de sustitución en la estructura γ , tales como el molibdeno.

Una segunda fase, llamada γ' , consiste en estructuras $Ni_3(Al,Ti)$ que precipitan en la matriz γ . Estos elementos son más grandes que el níquel y deben formar otra fase fuera de la fase γ . La fase γ' impide el movimiento de dislocación en todo el metal y es la fase de endurecimiento que produce en la superaleación C-263 resistencia a la oxidación y resistencia a la fluencia a altas temperaturas [22].

El aluminio y el titanio sólo constituyen aproximadamente el 3% de la composición total de C-263 (Tabla I) [23], sin embargo, son fundamentales en las propiedades de los materiales asociados con las superaleaciones debido a la formación de la fase γ' .

Elemento	Ni	Co	Cr	Mo	Ti	Fe	Mn	Al	Si	C
% en peso	Balance	20.0	20.0	6.0	2.4	0.7	0.6	0.6	0.4	0.06

Tabla I. Composición típica de la superaleación C-263.

Para el uso correcto de cualquier superaleación es importante tener en cuenta tanto las propiedades físicas, mecánicas y térmicas del material, es por eso que a continuación se muestran las propiedades correspondientes a la superaleación C-263 [23] (Tablas II, III y IV):

Propiedades	
Densidad	8.35 g/cm ³
Punto de Fusión	1300-1355°C

Tabla II. Propiedades físicas de la superaleación C-263.

Propiedades	
Tensión	1050 MPa
Fluencia	635 MPa
Modulo Elástico	221 MPa
Elongación a la rotura	35.70%

Tabla III. Propiedades mecánicas de la superaleación C-263

Propiedades	
Coefficiente de expansión térmico (@25-200°C)	1.11 $\mu\text{m}/\text{m}^\circ\text{C}$
Conductividad térmica	11.7 W/mK

Tabla IV. Propiedades térmicas de la superaleación C-263

En vista de las propiedades que presenta esta superaleación, comúnmente se emplea para la fabricación de turbinas de gas, componentes de temperatura baja de los combustores, revestimientos de transición, componentes en la turbina de avión, etc.

1.2.3 Superaleaciones base Ni en la industria aeronáutica

Las superaleaciones base níquel son una clase de materiales metálicos con una combinación de propiedades como resistencia a altas temperaturas, dureza y resistencia a la degradación en ambientes corrosivos u oxidantes. Estos materiales se usan extensivamente en la industria aeronáutica, turbinas de generación de energía, motores de cohetes y en otros entornos difíciles, incluyendo la energía nuclear [24].

Este tipo de superaleaciones constituyen cerca del 40-50% del peso total del motor de un avión y se utilizan más específicamente en las turbinas (**figura 11**), lugar en el cual se mantienen altas temperaturas durante su operación [25]. Estas superaleaciones pueden soportar temperaturas desde 1050 °C hasta 1200 °C, lo cual representa aproximadamente el 90% de la temperatura de fusión del material. Por otro lado, los gases calientes generados en una turbina son altamente corrosivos debido al alto contenido de azufre y a las impurezas de sales de potasio que contiene el queroseno que se utiliza como combustible, esto sumado a las altas temperaturas de funcionamiento de la turbina aumentan la posibilidad de oxidación del material [26].

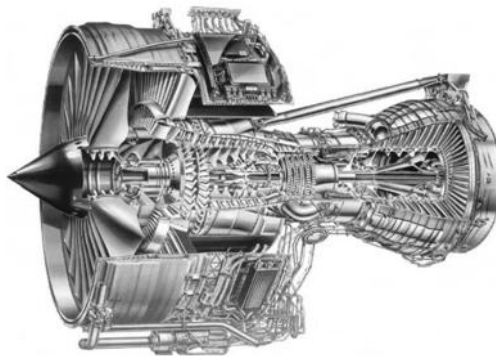


Figura 11. Turbina de gas [27].

Estas superaleaciones deben sus excelentes propiedades principalmente al control de la microestructura del material a través de las múltiples etapas de procesamiento, ya que se considera que los bordes de grano son sitios en los cuales se acumula el daño debido a las altas temperaturas [28].

El entorno de operación de las turbinas de gas es particularmente agresivo debido a los gases que involucra, lo cual origina ataques químicos por sulfuración a temperaturas alrededor de 700-900 °C este fenómeno se conoce como corrosión en alta temperatura [29].

La corrosión en alta temperatura, consume el material de una manera rápida e impredecible, dando como resultado fallas mecánicas en los componentes. Tal es el caso de un Boeing 737 [30], que el 13 de octubre del año 2000 experimentó una falla en el motor en vuelo, lo cual ocasionó que el motor se apagara, sin embargo, la aeronave pudo regresar a salvo al aeropuerto de Hobart en Tasmania, Australia. La falla se atribuyó a la pérdida de un pequeño segmento de material de un álabe de turbina fabricada a partir de la aleación Rene 125. El examen metalográfico indicó que el percance ocurrió como resultado de los ciclos térmicos severos, los altos gradientes térmicos y la fatiga térmica.

Un segundo caso, de consecuencias más trágicas ocurrió el 22 de agosto de 1985, en el aeropuerto de Manchester en el Reino Unido [31], cuando un Boeing 737 llevando 131 pasajeros y 6 tripulantes, sufrió una falla en el motor durante el despegue, piezas que fueron expulsadas fuera del motor perforaron un depósito de combustible provocando un incendio catastrófico, en el cual 55 personas a bordo perdieron la vida. El origen de la falla se debió a una separación de la cámara de combustión, que consistía en 11 piezas de la superaleación Hastelloy X en forma de lámina, soldadas entre sí, los gases

calientes que salían de la cámara provocaron que la cámara se rompiera durante el despegue debido al sobrecalentamiento localizado.

Además de utilizarse en la fabricación de turbinas de gas, las superaleaciones base níquel, también se utilizan en la fabricación de turborreactores de avión, toberas y cámaras de combustión, reactores químicos, generadores y prensas de extrusión.

CAPÍTULO II

Metodología Experimental

En la presente investigación se llevó a cabo el estudio de la cinética de oxidación de la superaleación de base níquel C-263, con la finalidad de determinar si cumple con la ley parabólica de oxidación y observar si se formó una capa de óxido protector. Esta superaleación fue proporcionada por la empresa FRISA AEROSPACE.

Para iniciar la investigación, se analizó el material por la técnica de espectroscopía de Fluorescencia de Rayos X (FRX), utilizando una pistola portátil (**figura 12**), con la finalidad de conocer la composición química de la superaleación y compararla con el certificado de calidad.



Figura 12. Pistola portátil Olympus modelo Delta X.

El fundamento de esta técnica se basa en hacer incidir un haz de rayos X sobre los elementos que conforman el material, los electrones de dichos elementos absorben la energía y se desplazan a otra posición en los orbitales

atómicos y posteriormente se libera una ráfaga de energía que es característica de un elemento específico. Esta liberación de energía es entonces registrada por el detector del XRF, y clasifica las energías por elemento (**figura 13**) [32].



Figura 13. Pistola portátil Olympus modelo Delta X.

2.1 Preparación de las muestras.

Antes de iniciar con la preparación de las muestras, previamente se llevó a cabo la caracterización microestructural de la superaleación C-263, para ello se pulió el material hasta acabado espejo y después se sometió a un ataque químico sumergiéndolo en la solución Kalling #1, cuya composición se muestra en la Tabla 1 [33]. Para observar la microestructura se empleó el microscopio invertido de luz transmitida (**figura 14**).

Reactivo	Cantidad
CuCl₂	5.0 g
HCl	100 mL
Metanol	100 mL

Tabla I. Solución Kalling #1.



Figura 14. Microscopio invertido de luz transmitida AX10.

Después de analizar la microestructura del material, se cortaron piezas cúbicas de 25 x 25 x 25 mm aproximadamente, utilizando una cortadora de disco de diamante (**figura 15**), trabajando a alta velocidad y con un avance de 0.1 mm por minuto.



Figura 15. Cortadora Struers modelo Secotom-10.

Posteriormente las piezas cortadas se pulieron utilizando una pulidora (**figura 16**), con lijas de carburo de silicio grado 120, 200, 500 y 800.



Figura 16. Pulidora Struers modelo TegraPol-25

Las piezas se limpiaron utilizando un baño de ultrasonido con metanol (**figura 17**), por un tiempo de 45 minutos, en 3 ciclos de 15 minutos cada uno.



Figura 17. Baño de ultrasonido Branson modelo 2800.

Finalmente se introdujeron en una estufa a 100 °C por 30 minutos, con la finalidad de evaporar los restos del metanol y se pesaron las piezas en una balanza analítica hasta alcanzar peso constante [34].

2.2 Oxidación de la Superaleación

Para el proceso de oxidación en alta temperatura, se utilizó un equipo de análisis termogravimétrico (TGA) (**figura 18**), en el cual se colocaron cada una de las muestras sobre un soporte de cerámica que se encarga de registrar la ganancia en peso de la muestra con respecto al tiempo. Todas las muestras se trataron térmicamente a diferentes temperaturas entre 700 y 1000 °C por 48 h, en dos atmósferas oxidantes, aire del ambiente y una mezcla de SO₂ (2,496 μmol/mol) + N₂ (balance), posteriormente se colocaron en viales identificados y se guardaron en un desecador para su posterior caracterización [35].



Figura 18. Equipo de Termogravimetría TA Instruments modelo TGA 2950.

La técnica de análisis termogravimétrico registra continuamente la ganancia o pérdida de masa de una muestra, cuando ésta es expuesta a una atmósfera controlada, en función de la temperatura o del tiempo cuando se aumenta la temperatura de la muestra (normalmente de forma lineal con el tiempo). A la representación gráfica de la ganancia o pérdida de masa o del

porcentaje de masa de una muestra en función del tiempo se denomina termograma o curva de descomposición térmica (**figura 19**) [36].

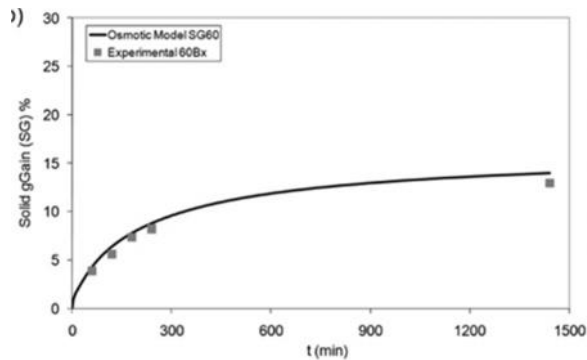


Figura 19. Termograma.

El TGA para el análisis termogravimétrico de la superaleación C-263 (**figura 18**), cuenta con una sensibilidad de 0.1 μg y un error del $\leq \pm 0.1\%$ y está equipado con un horno de cuarzo, adecuado para trabajar en altas temperaturas y atmosferas oxidantes.

2.3 Caracterización de la Superaleación.

Para la caracterización morfológica de las muestras se utilizó la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). Analizando la superficie del material a varias magnificaciones y en zonas de interés. Posteriormente por medio de la técnica de Espectroscopía por Dispersión de Energía (EDS) se determinaron las composiciones que se formaron en la superficie del material durante el proceso de oxidación.

La microscopía electrónica de barrido es una técnica muy versátil que permite obtener información microestructural de gran diversidad de materiales,

obteniendo una mejor resolución, así como una visualización y definición detallada.

Esta técnica proporciona información tanto morfológica como topográfica de la superficie de los materiales sólidos, conociendo así el tamaño y forma de granos, poros, impurezas y espesores de las muestras. También permite realizar un análisis elemental del material por medio de un sistema simultáneo de dispersión de energía (EDS) [37,38], con el que se pueden observar partículas de hasta décimas de micras.

La preparación de las muestras para este tipo de análisis es sencilla, generalmente lo que se hace es cubrir el material a analizar con una delgada capa de un metal (Au, Au-Pd, Cr, Ag o C), que no sea conductor, con la finalidad de evitar una acumulación de carga sobre la superficie de la muestra.

La técnica consiste en hacer incidir un haz de electrones sobre la superficie de la muestra, lo que produce una emisión de rayos X y electrones secundarios, estos últimos tienen una longitud de onda mucho más corta que los rayos X, y son emitidos por un filamento de tungsteno y acelerados por un campo electromagnético.

Algunas de las aplicaciones principales de la MEB son:

-Caracterización morfológica, topográfica y análisis químico de las distintas fases presentes en minerales, cerámicos, vidrios, metales,

polímeros y organismos vivos para el estudio de propiedades fisicoquímicas

-Análisis de poros y defectos presentes en estructuras cristalinas de materiales sólidos

-Análisis elemental de materiales sólidos a través del microanálisis de EDS

-Determinación de fallas en materiales sólidos a causa de micro fracturas.

El equipo que se utilizó para llevar a cabo el análisis por MEB es de marca Hitachi modelo SU3500 (**Figura 20**).



Figura 20. Microscopio Electrónico de Barrido.

Después se analizaron las piezas por MEB-EDS en sección transversal, para ello las muestras se encapsularon en baquelita, usando una encapsuladora (**figura 21**), el equipo trabaja aplicando presión y temperatura por 8 minutos, para encapsular las muestras.



Figura 21. Encapsuladora Leco modelo PR-25.

Las muestras encapsuladas nuevamente se pulieron utilizando lijas de carburo de silicio hasta grado 4000 y después utilizando alúmina de 0.2 μm para obtener un acabado espejo. Posteriormente, se analizaron por MEB, donde se realizaron mapeos y perfiles de línea.

CAPÍTULO III

Resultados y Discusiones

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos después tratar térmicamente las superaleaciones en distintas atmósferas oxidantes como aire y SO₂, así como su posterior caracterización por las técnicas mencionadas en capítulos anteriores.

3.1 Fluorescencia de Rayos X

La superaleacion fue proporcionada por la empresa FRISA Aerospace, por lo tanto, se analizó la composición química del material por la técnica de fluorescencia de rayos x, para compararla con la composición nominal.

Elementos	% en peso nominal	% en peso muestra
Ni	52	51.80
Cr	20	20.20
Co	20	19.90
Mo	6	6.00
Ti	2.4	2.30
Fe	0.7	0.69
Al	0.6	0.60
Mn	0.6	0.62
Si	0.4	0.40
Cu	0.2	0.19
C	0.06	0.05

Tabla 1. Tabla de % en peso de la Superaleacion C-263.

Como se puede observar en la tabla 1, los valores de porcentaje en peso de cada uno de los componentes de la superaleación, obtenidos por fluorescencia de rayos x, son similares a los valores nominales, por lo cual se confirma que el material corresponde a la superaleación C-263.

3.2 Microscopía Óptica

Se obtuvieron micrografías a 100X enfocando el microscopio óptico en diferentes zonas del material (**figura 22**).

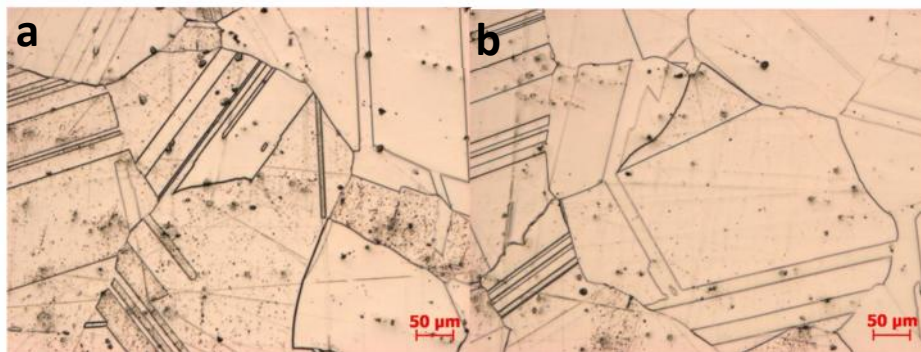


Figura 22. a-b) Microestructura de la superaleación C-263 a 100X.

La microestructura de la superaleación C-263, muestra una matriz austenítica (γ) con precipitados intermetálicos de gamma prima (γ'), precipitados en forma de carburos y algunos boruros. Así mismo se tiene una estructura maclada.

3.3 Cinética de Oxidación

3.3.1 Cinética de oxidación en atmósfera de aire.

En la **figura 23-a** se presenta la cinética de oxidación de la superaleación C-263 a 700 °C por 48 h, se observa que a medida que pasa el tiempo, aumenta el peso de la muestra en forma lineal, esta ganancia en peso corresponde a la formación del óxido sobre el material. La **figura 23-b** muestra el cuadrado de la cinética y ajuste de línea donde se puede corroborar que la cinética de oxidación de la superaleación a 700 °C en atmósfera de aire cumple con la ley lineal.

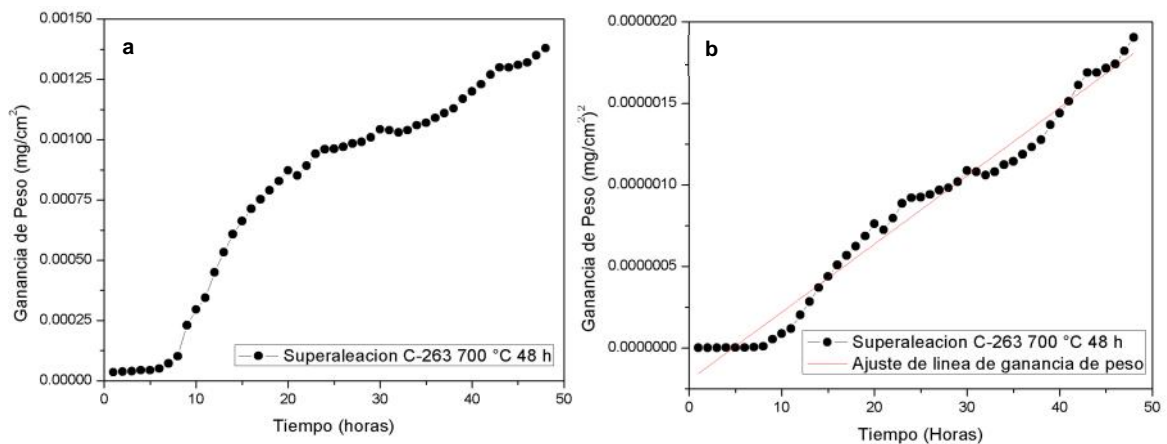


Figura 23. a) Cinética de oxidación de la superaleación C-263 a 700 °C por 48 h.

b) Cuadrado de la cinética con ajuste de línea.

En la **figura 24-a** se presenta la cinética de oxidación de la superaleación C-263 a 800 °C por 48 h, en el gráfico se observa que la muestra registró una ganancia en peso de manera lineal con el tiempo. A diferencia de la muestra tratada térmicamente a 700 °C, la muestra tratada a 800 °C mostró una mayor ganancia de peso. En la **figura 24-b** se muestra el cuadrado de la cinética y

ajuste de línea donde se puede corroborar que la cinética de oxidación a 800 °C en atmósfera de aire cumple con la ley lineal.

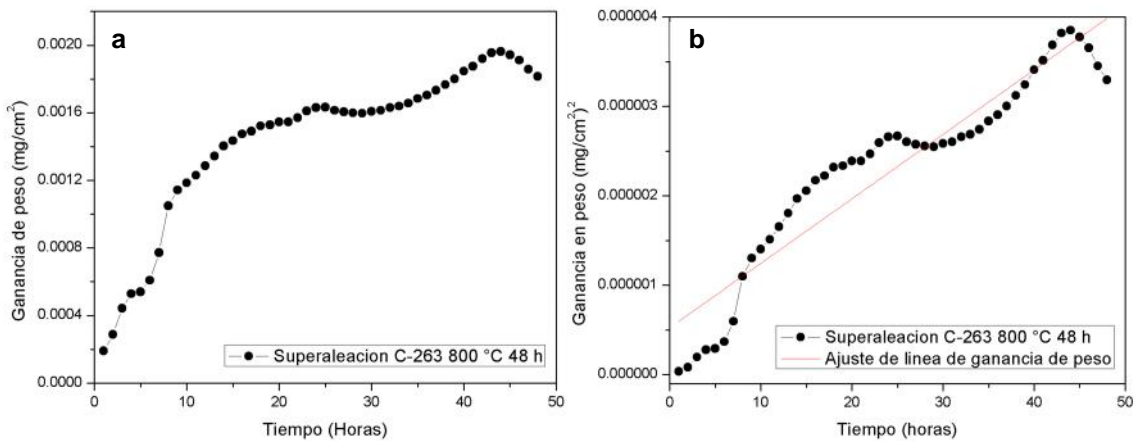


Figura 24. a) Cinética de oxidación de la superaleación C-263 a 800 °C por 48 h.
b) Cuadrado de la cinética con ajuste de línea.

En la **figura 25-a** se muestra el gráfico correspondiente a la cinética de oxidación de la superaleación C-263 a 900 °C por 48 h, es posible observar que la muestra registró una ganancia en peso de forma parabólico con respecto al tiempo. Se observó que esta muestra tratada a 900 °C presentó una mayor ganancia en peso a diferencia de las muestras tratadas a 700 y 800 °C. En la **figura 25-b** se muestra el cuadrado de la cinética y ajuste de línea donde se puede corroborar que la cinética de oxidación a 900 °C cumple con la ley parabólica.

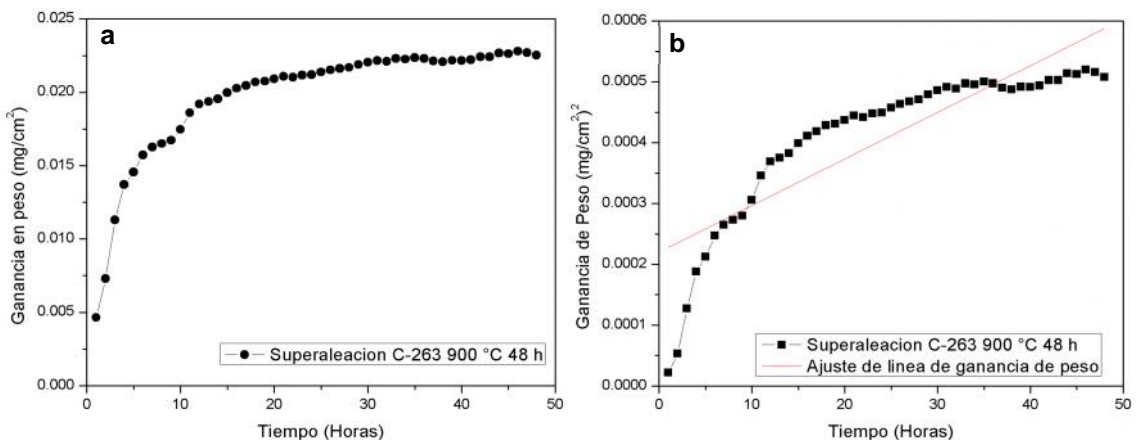


Figura 25. a) Cinética de oxidación de la superaleación C-263 a 900 °C por 48 h.
b) Cuadrado de la cinética con ajuste de línea.

En la **figura 26-a** se presenta la gráfica que corresponde a la cinética de oxidación de la superaleación C-263 a 1000 °C por 48 h. En la gráfica se muestra que la superaleación registró una ganancia en peso de forma lineal con respecto al tiempo y en este caso, la ganancia en peso resultante de la formación del óxido, fue tres veces mayor que el peso registrado para la muestra tratada térmicamente a 900 °C. La **figura 26-b** muestra el cuadrado de la cinética y ajuste de línea donde es posible determinar que la cinética de oxidación de la superaleación a 1000 °C en atmósfera de aire cumple con la ley lineal.

Como se observa en las gráficas de TGA, a medida que se aumenta la temperatura en atmósfera de aire se favorece el proceso de oxidación para la superaleación C-263. Y todas presentaron una cinética de oxidación de tipo lineal a excepción de las muestras tratadas a 900 °C, que presentaron una cinética de oxidación de tipo parabólica.

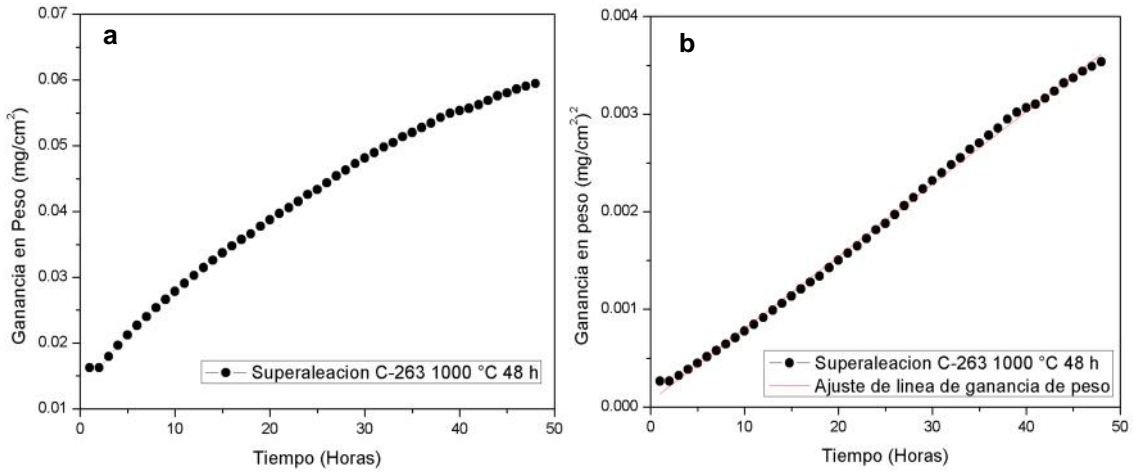


Figura 26. a) Cinética de oxidación de la superaleacion C-263 a 1000 °C por 48 h.
b) Cuadrado de la cinética con ajuste de línea.

3.3.2 Cinética de oxidación en atmósfera de SO₂.

En la **figura 27-a** se muestra el gráfico obtenido de la cinética de oxidación de la superaleacion C-263 a 900 °C por 48 h. Se observa que la muestra incrementó su peso de forma lineal a medida que transcurría el tiempo del tratamiento térmico. En la **figura 27-b** se muestra el gráfico del cuadrado de la cinética y el ajuste de línea donde se corrobora que la cinética de oxidación de la superaleacion en atmósfera de SO₂ a 900 °C cumple con la ley lineal.

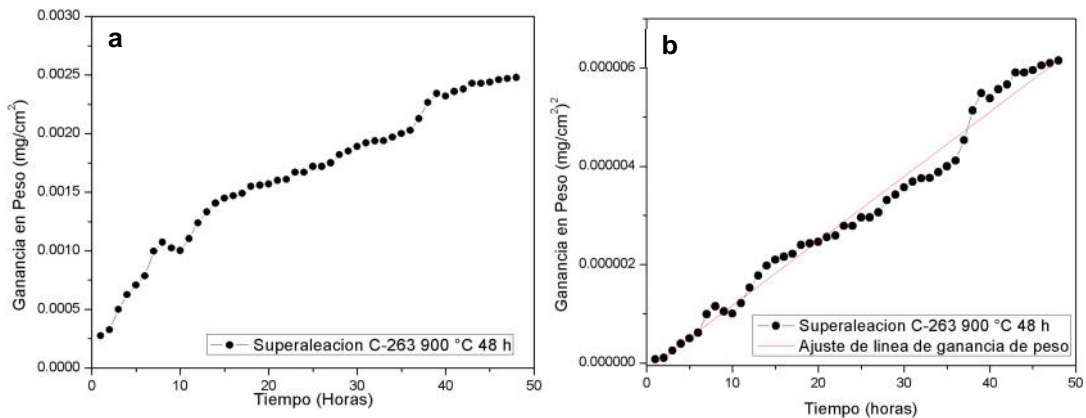


Figura 27. a) Cinética de oxidación de la superaleación C-263 a 900 °C por 48 h.
b) Cuadrado de la cinética con ajuste de línea.

En la **figura 28-a** se presenta la cinética de oxidación de la superaleación C-263 a 1000 °C por 48 h, en el gráfico se observa que la muestra registró una ganancia en peso en forma lineal con respecto al tiempo. Así mismo, se observó que la muestra tratada térmicamente a 1000 °C presentó un mayor aumento en el peso como resultado de la formación de óxido, en comparación con la muestra tratada a 900 °C. La **figura 28-b** muestra el cuadrado de la cinética y ajuste de línea donde se puede corroborar que la ganancia en peso a 1000 °C cumple con la ley lineal.

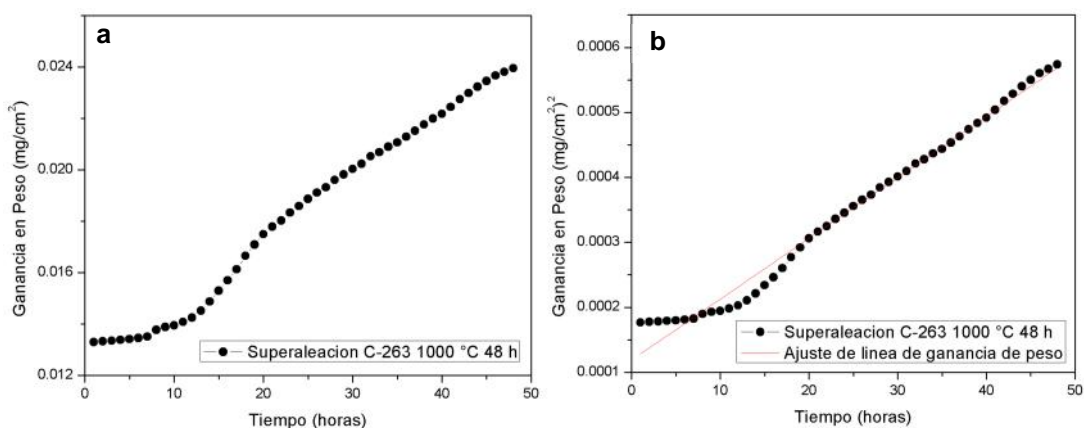


Figura 28. a) Cinética de oxidación de la superaleación C-263 a 100 °C por 48 h.
b) Cuadrado de la cinética con ajuste de línea.

Al igual que las muestras tratadas térmicamente en atmósfera de aire, las muestras tratadas en atmósfera de SO₂, presentaron una mayor ganancia de peso a medida que se aumentó la temperatura, es decir, en ambas atmósferas

se favorece la formación de óxidos a altas temperaturas. En el caso de las muestras tratadas en atmósfera de SO₂ a 900 y 100 °C ambas presentan una cinética de oxidación que obedece a la ley lineal.

3.4 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

De todas las micrografías de MEB que se obtuvieron al caracterizar las piezas de la superaleación tratada térmicamente a diferentes temperaturas se seleccionaron solo las que proporcionan la mejor visibilidad en las zonas de interés.

3.4.1 Análisis Morfológico Superficial y en Sección Transversal en atmósfera de aire.

En la **figura 29-a** se presenta la micrografía obtenida para la superaleación C-263 tratada térmicamente a 700 °C por 48 h a 2500 X, en ella se pueden observar las huellas de la preparación metalográfica y aunque no se aprecia una morfología definida se observa la formación incipiente de una costra o pequeños aglomerados de óxido. Para conocer acerca de la composición elemental de la muestra se realizó un análisis general por EDS (**figura 29-b**), en el cual se puede observar la presencia de O con 17.6% y con una mayor abundancia Ni 30.8%, seguido del Cr 28.0%, y Co 13.2%. Haciendo un análisis puntual por EDS sobre la superficie del material (**figura 29-c**), se

puede observar que la composición elemental es similar a la que muestra el análisis general por EDS (**figura 29-b**), donde se muestra que el elemento principal es el Cr con un 29.8 %, seguido del Ni con un 27.4% y se registró un ligero aumento en la cantidad de O con 19.0%. Posteriormente se realizó otro análisis puntual por EDS (**figura 29-d**) sobre uno de los pequeños aglomerados que se observan sobre la superficie y se observó que disminuyó notablemente el contenido de Ni hasta un 11.2 % y aumentó considerablemente el contenido de Cr con 30.0%, O con 28.2% y Mn 23.0%, por lo cual se cree que a esta temperatura inicia la formación de pequeños aglomerados de un óxido de Cr y Mn en la superficie de la superaleación.

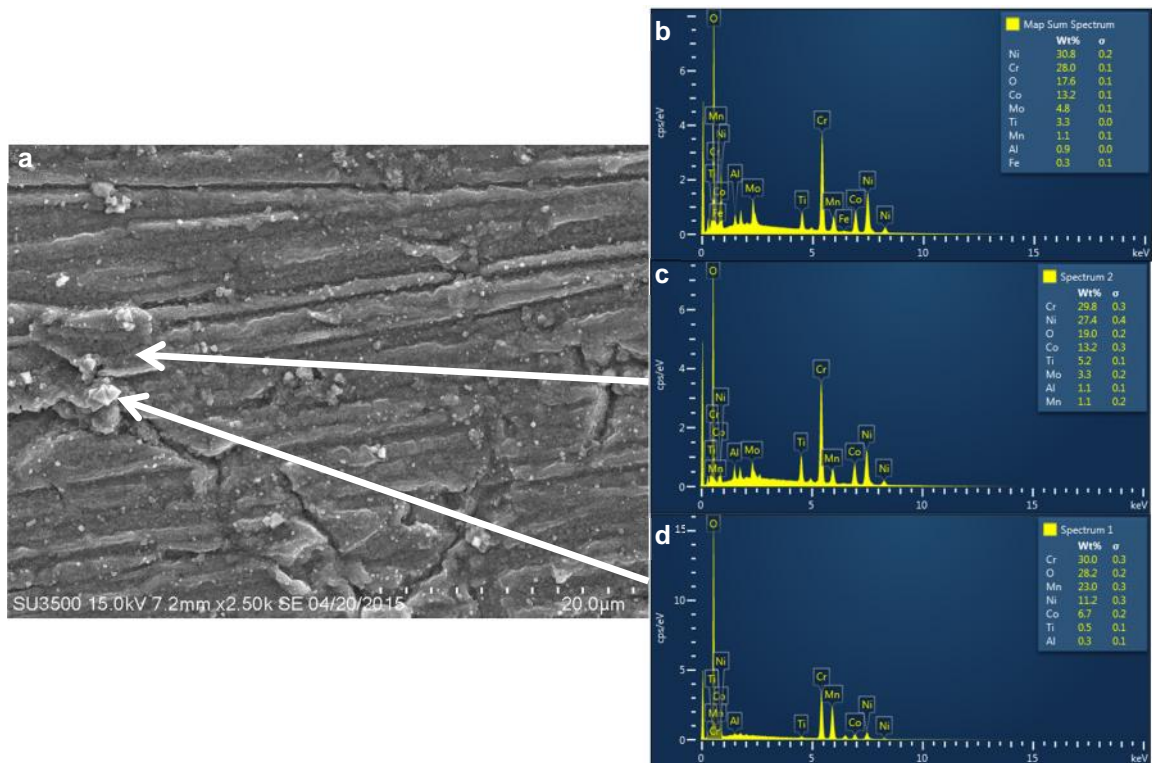


Figura 29. a) Morfología superficial de la superaleación C-263 tratada a 700 °C por 48 h a 2500 X, b) análisis general por EDS, c-d) análisis puntuales por EDS.

En la **figura 30** se presenta el mapeo obtenido de la superaleación C-263 tratada térmicamente a 700 °C por 48 h a 2000 X, se observa que no hay formación de una capa de óxido.

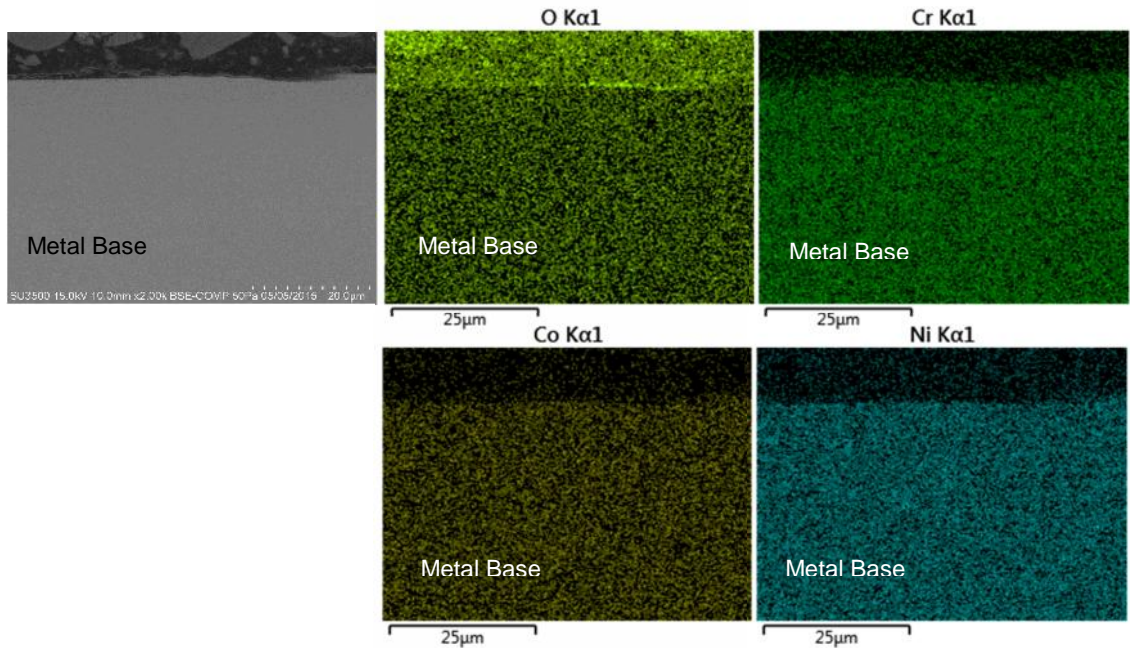


Figura 30. Mapeo en sección transversal de la superaleación C-263 tratada a 700 °C por 48 h a 2000 X.

En la **figura 31-a** se muestra la micrografía obtenida para la superaleación C-263 tratada térmicamente a 800 °C por 48 h a 2000 X, a esta temperatura se puede observar que en la superficie se ha formado una mayor cantidad de aglomerados, aunque no presentan una morfología definida, ya se observa un patrón repetitivo en la forma de los aglomerados. A diferencia de la muestra tratada a 700 °C (**figura 31-a**), en esta ya no es posible observar las huellas de la preparación metalográfica, ya que la superficie se ha cubierto de aglomerados. Realizando un análisis general por EDS (**figura 31-b**) de la muestra se observa que el elemento mayoritario en la superficie del material es

el Cr con un 51.8 %, seguido del O con 30.5 % y el Ti con un 9.3 %, por el contrario en esta muestra la cantidad de Ni disminuye hasta el 3.2 %. Haciendo un análisis puntual de EDS a 2000 X (**figura 31-c**) sobre una pequeña área sobre los aglomerados, se observa que el Cr es el elemento más abundante con 51.4 %, el O con 33.8 % y el Ti con un 8%. Por lo tanto se puede decir que sobre la superficie de la superaleacion base Ni se ha desarrollado una capa de óxido de Cr y Ti. Aunque la capa aun no es homogénea, la cantidad de óxido formado es mayor a 800 °C que a 700 °C.

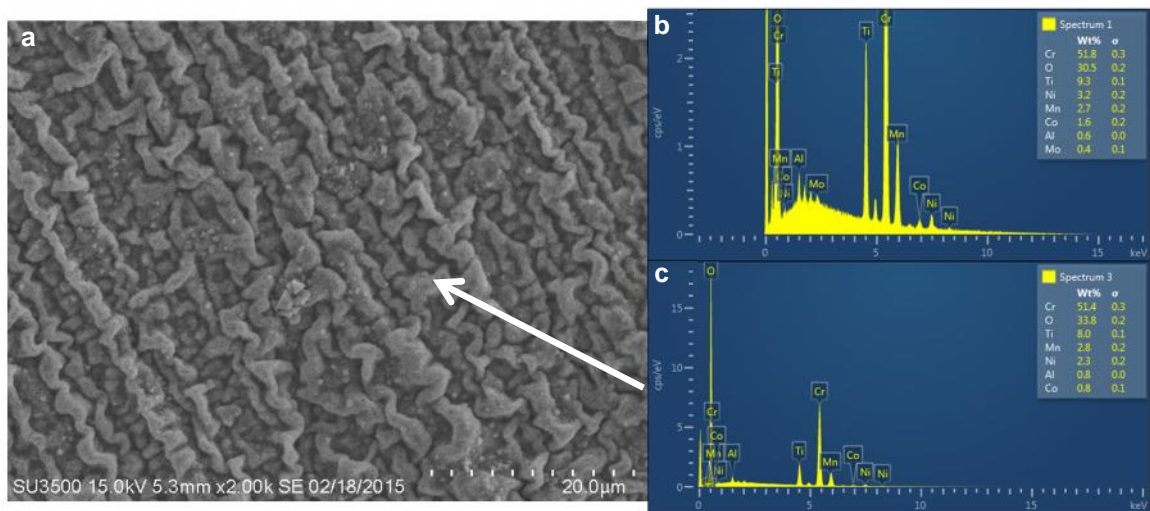


Figura 31. a) Morfología superficial de la superaleacion C-263 tratada a 800 °C por 48 h a 2000 X, b) Análisis general por EDS, c) análisis puntual por EDS.

En la **figura 32** se presenta el mapeo obtenido de la superaleacion C-263 tratada térmicamente a 800 °C por 48 h a 2000 X, en la figura se observa la formación de una ligera capa de óxido de cromo y titanio.

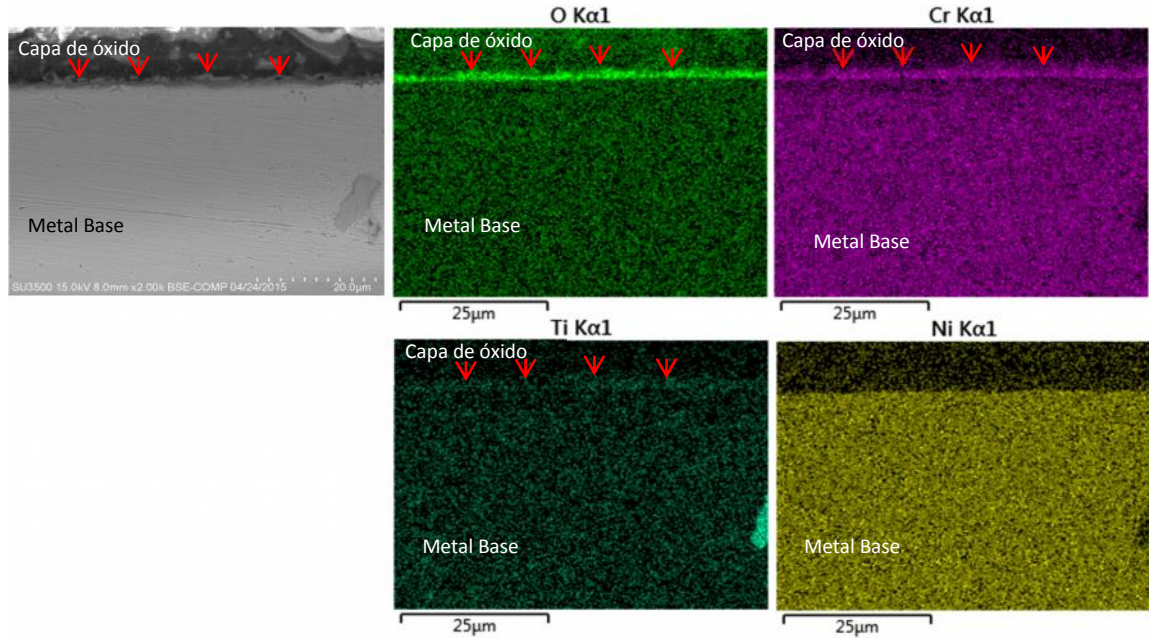


Figura 32. Mapeo en sección transversal de la superaleación C-263 tratada a 800 °C por 48 h a 2000 X.

En la figura **33-a** se muestra la micrografía obtenida de la superaleación C-263 tratada térmicamente a 900 °C por 48 h a 1000 X. En ella se puede observar una superficie totalmente cubierta por una gran cantidad de partículas con diferentes tamaños y morfologías definidas, aunque son más evidentes las que presentan forma de barras, con mayor tamaño de partícula. Haciendo un análisis general por EDS (**figura 33-c**) de la superficie se puede observar que el Ni es el elemento más abundante con 63.8 %, seguido del oxígeno con un 16.3 %, Co con un 15.3 %, y el contenido de Cr disminuyó a un 1.9 %. Posteriormente se realizó un análisis puntual por EDS a 5000 X sobre uno de los aglomerados más pequeños (**figura 33-d**) y la tendencia en cuanto a la abundancia de los elementos siguió siendo la misma con respecto a la **figura 33-c**, finalmente se realizó un análisis puntual sobre una de las barras (**figura 33-e**), y se observó que el contenido de Ni disminuyó a 49.6%, Co 22.4 % y O

21.9%. Por lo tanto se esperaría que existiera la formación de especies de óxido que involucren Ni y Co principalmente. En cuanto a la cantidad de óxido formado, se observa claramente que es mucho mayor que en el caso de las muestras tratadas a 700 y 800 °C, además de presentar morfologías definidas.

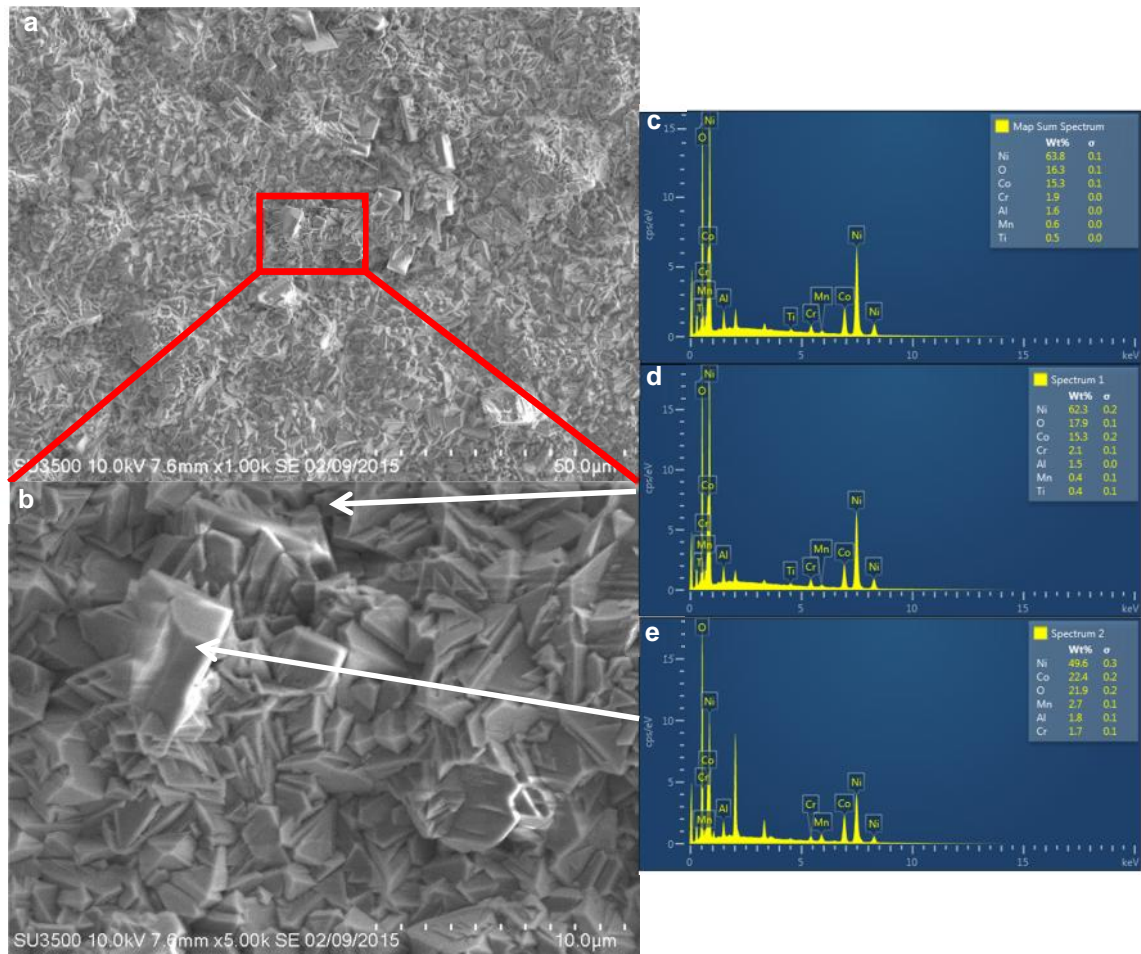


Figura 33. Morfología superficial de la superaleación C-263 tratada a 900 °C por 48 h, a) 1000 X, b) 5000X. c) Análisis general por EDS, d-e) análisis puntual por EDS.

En la **figura 34** se presenta el mapeo obtenido de la superaleación C-263 tratada térmicamente a 900 °C por 48 h a 5000 X, se observa la formación de una capa de óxido abundante, en la cual se pueden observar dos capas de óxido, interna y externa, la capa interna está conformada en su mayoría por

óxido de cromo y la capa externa formada por un óxido de cobalto y níquel, y teniendo un óxido intermedio entre las capas de óxido de titanio.

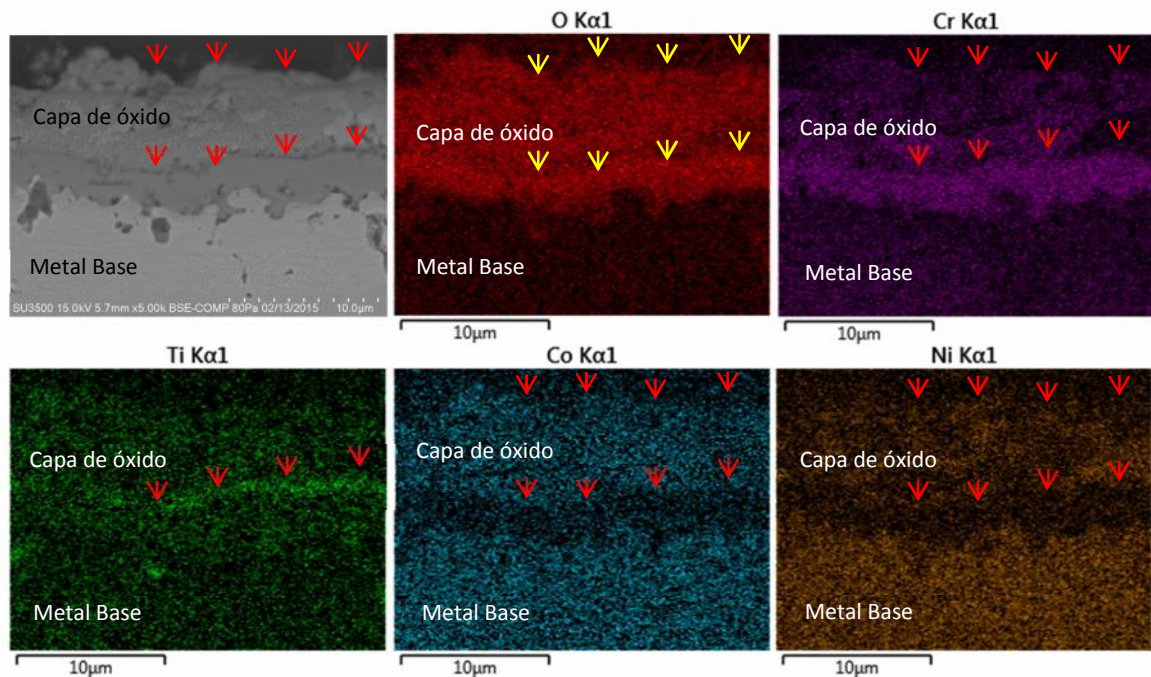


Figura 34. Mapeo en sección transversal de la superaleación C-263 tratada a 900 °C por 48 h a 5000 X.

En la **figura 35-a** se muestra la micrografía obtenida para la superaleación C-263 tratada térmicamente en atmósfera de aire a 1000 °C por 48 h a 1000 X, donde se observan morfologías y tamaños de partícula diferentes. Por una parte se observan granos definidos con tamaños de partícula entre 5 y 10 μm aproximadamente y en algunas zonas se observa la formación de aglomerados de partículas de menor tamaño que cubren los granos. Haciendo un análisis general por EDS (**figura 35-b**) de la muestra se puede observar los elementos mayoritarios son Ni con 60.1%, O con 17.8%, Co con 14.8% y Cr con 3.8%, lo cual habla de la formación de un óxido que contiene dichos elementos, teniendo una composición parecida a la **figura 33-**

b. Haciendo un análisis puntual de EDS a 2500 X sobre los aglomerados de partículas, se puede observar que el contenido de Ni disminuyó en un 50 % aproximadamente y aumentó el contenido del resto de los elementos, lo cual nos hace pensar que la superficie de la superaleación base níquel se está degradando y está dando paso a la formación de una costra de óxido más abundante en Co y O. Por otra parte analizando los granos de mayor tamaño, se puede observar que tienen casi la misma composición que el EDS que se mostró del análisis general de la muestra, por lo tanto, se cree que se llevó a cabo la formación de un óxido de Ni, Co y Cr.

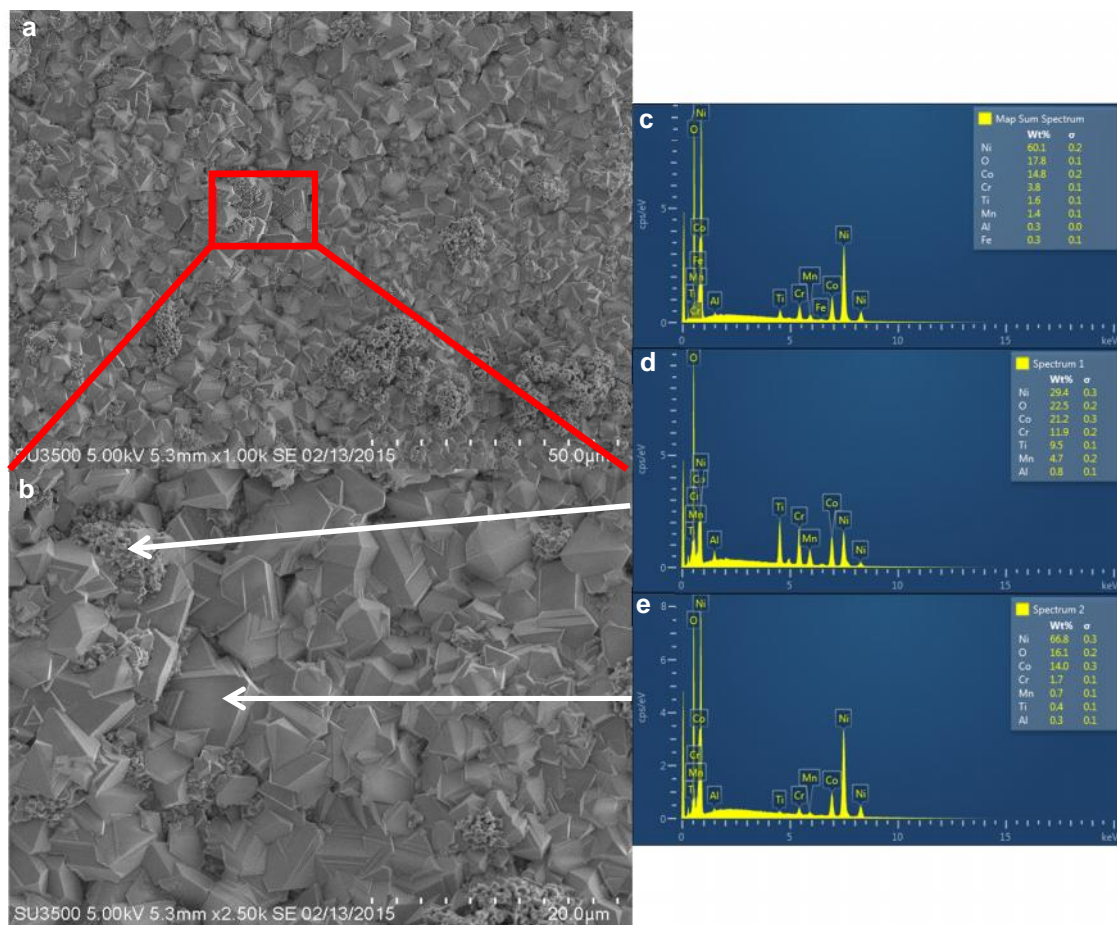


Figura 35. Morfología superficial de la superaleación C-263 tratada a 1000 °C por 48 h, a) 1000 X, b) 2500X. c) Análisis general por EDS, d-e) análisis puntual por EDS.

En la **figura 36** se presenta el mapeo obtenido de la superaleacion C-263 tratada térmicamente a 1000 °C por 48 h en atmósfera de aire a 2000 X, se observa la formación de una capa de óxido abundante, en la cual se pueden observar dos capas de óxido, interna y externa, en la capa interna está conformada en su mayoría de óxido de cromo y la capa externa formada por un óxido de cobalto y níquel.

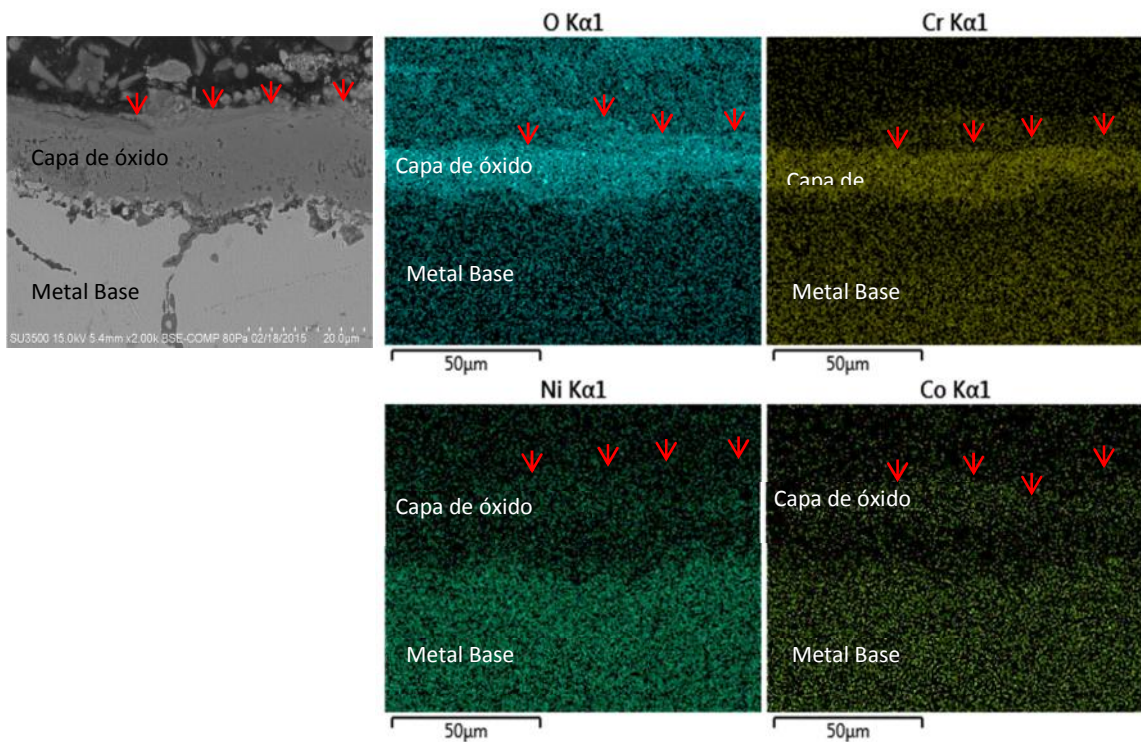


Figura 36. Mapeo en sección transversal de la superaleacion C-263 tratada a 1000 °C por 48 h a 2000 X.

3.4.2 Análisis Morfológico Superficial y en Sección Transversal en atmósfera de SO₂.

En esta imagen se muestra la micrografía obtenida para la superaleación C-263 tratada térmicamente en atmósfera de SO₂ a 900 °C por 48 h a 1000 X (**figura 37-a**), a esta temperatura se puede observar que en la superficie se ha formado una mayor cantidad de aglomerados, aunque no presentan una morfología definida, ya se observa un patrón repetitivo en la forma de los aglomerados. Haciendo un análisis general por EDS (**figura 37-c**) de la superficie de la muestra se puede observar que los elementos mayoritarios son Cr con 51.4%, O con 29.5%, y Ti con 7.7%, lo cual habla de la formación de un óxido que contiene dichos elementos. Posteriormente se realizó un análisis puntual por EDS a 2500 X sobre los aglomerados más pequeños (**figura 37-d**) teniendo los elementos con mayor abundancia de O con 42.5%, Cr con 25.9% y Ti con 18.2, finalmente se realizó un análisis puntual sobre los aglomerados más grandes (**figura 37-e**), en el cual tiene la composición muy parecida a la **figura 37-d**, Cr con 49.0%, O con 34.9% y Ti 7.6%. Por lo tanto se puede decir que sobre la superficie de la superaleación base Ni se ha desarrollado una capa de óxido de Cr y Ti. Aunque la capa aun no es homogénea.

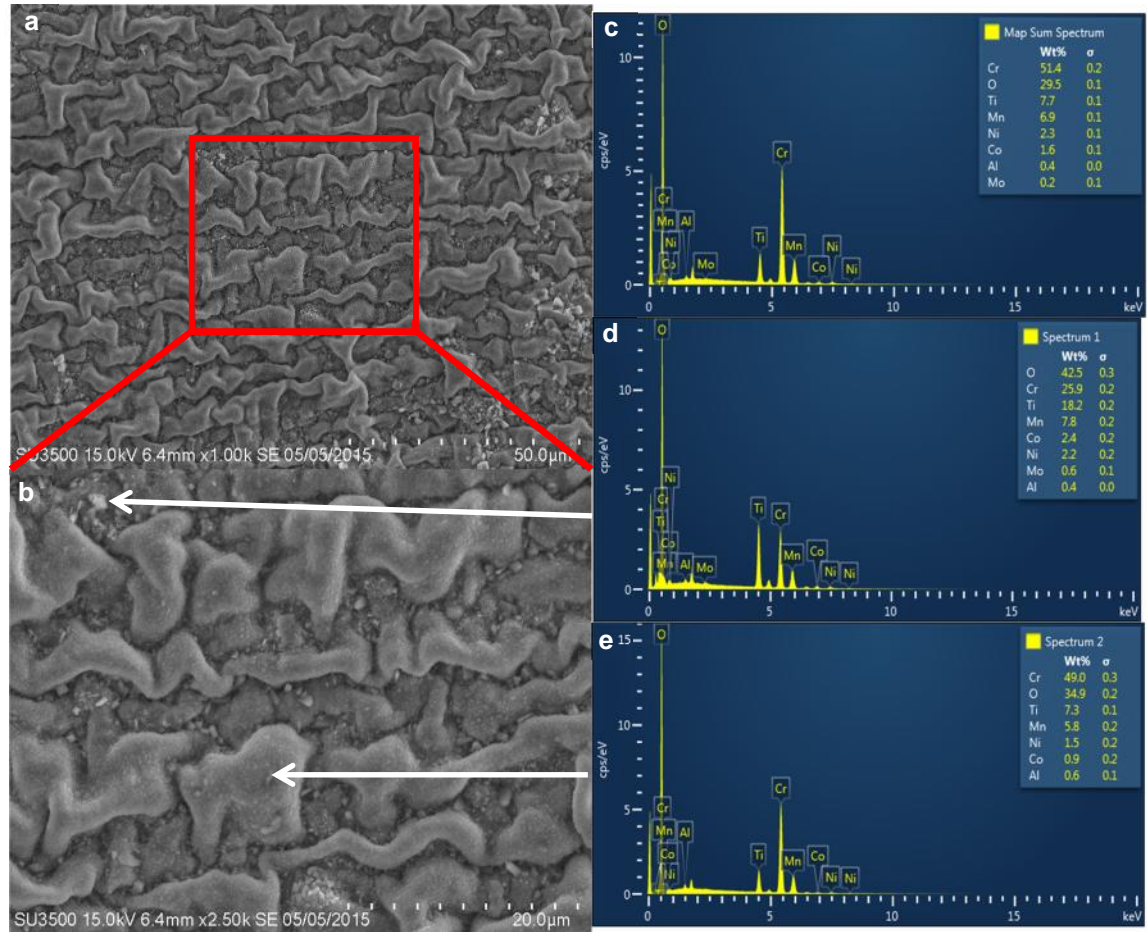


Figura 37. Morfología superficial de la superaleación C-263 tratada a 900 °C por 48 h, a) 1000 X, b) 2500X. c) Análisis general por EDS, d-e) análisis puntual por EDS.

En la **figura 38-a** se muestra la micrografía obtenida para la superaleación C-263 tratada térmicamente en atmósfera de SO_2 a 1000 °C por 48 h a 1000 X (**figura 38-a**), donde se observa una capa de óxido abundante de morfología definida y tamaños de partícula diferente. Haciendo un análisis general por EDS (**figura 38-c**) de la muestra se puede observar los elementos mayoritarios son Cr con 42.5%, O con 27.0%, Co con 10.1% y Ti con 9.8%, lo cual habla de la formación de un óxido que contiene dichos elementos. Posteriormente se realizó un análisis puntual por EDS a 2500 X sobre los

aglomerados con mayor abundancia (**figura 38-d**) teniendo los elementos con mayor abundancia de Cr con 46.5%, O con 37.3% y Ti con 6.0, finalmente se realizó un análisis puntual sobre los aglomerados más pequeños (**figura 38-e**), en el cual cambio radicalmente la composición de Ti con 48.0%, O con 41.4% y Cr 7.6%. Por lo tanto se esperaba que existiera la formación de dos capas de óxido donde en una se involucre un óxido de titanio y otra de óxido de cromo.

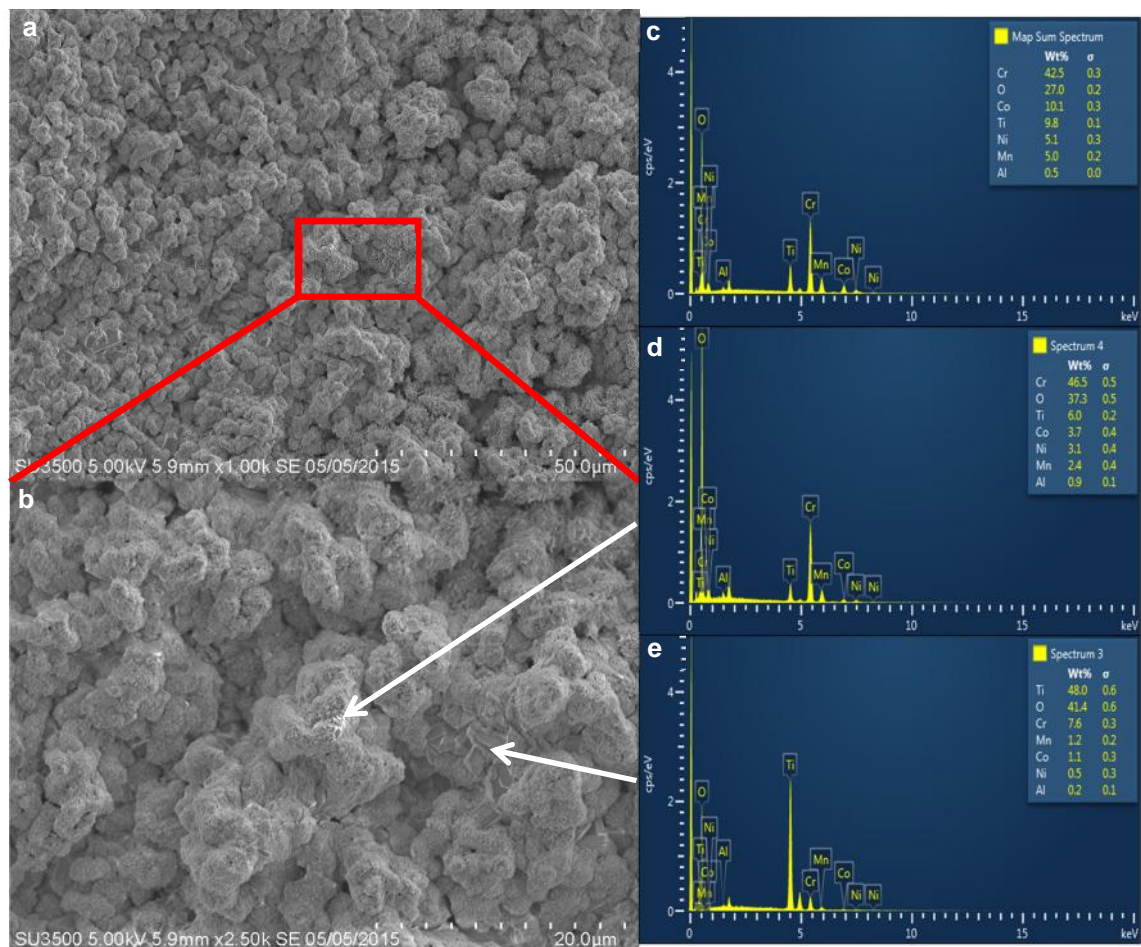


Figura 38. Morfología superficial de la superaleación C-263 tratada a 1000 °C por 48 h, a) 1000 X, b) 2500X. c) Análisis general por EDS, d-e) análisis puntual por EDS.

Capítulo IV

Conclusiones y Recomendaciones

4.1 Conclusiones

- ✓ Se realizó con éxito el estudio cinético de oxidación en alta temperatura de la superaleación base níquel C-263, la cual se utiliza en la manufactura de anillos para turborreactores de aviones en la empresa FRISA Aerospace.
- ✓ Se determinó por la técnica de microscopía óptica que la microestructura de la superaleación C-263 tiene un tipo de grano en maclas con matriz de níquel.
- ✓ Las muestras tratadas térmicamente en atmósfera de aire a 700, 800 y 1000 °C presentan una cinética de oxidación que obedece a la ley lineal y las muestras que se trataron a 900 °C en la misma atmósfera presentaron una cinética de oxidación que obedece la ley parabólica.
- ✓ Las muestras tratadas térmicamente en atmósfera de SO₂ a 900 y 1000 °C presentan una cinética de oxidación que obedecen la ley lineal de oxidación.

- ✓ A medida que se aumenta la temperatura de los tratamientos térmicos, para ambas atmósferas oxidantes, se favorece la formación de capas de óxidos sobre la superficie de la superaleación.

- ✓ La cinética de oxidación indica que la temperatura más adecuada para el uso de esta superaleación es a 900 °C en atmósfera de aire ya que en estas condiciones obedece la ley parabólica, lo cual permite la formación de una capa de óxido uniforme y adherente, es decir sin porosidad y por lo tanto dicha capa de óxido a su vez protege al metal de una posible degradación química.

- ✓ Por la técnica de MEB se observó que la superaleación C-263 oxidada en atmósfera de aire a 900 y 1000 °C forma dos capas de óxido, en la cual el óxido interno es óxido de cromo y la capa exterior es óxido de cobalto y níquel.

- ✓ La superaleación C-263 en atmósfera de SO₂ permite la formación de una capa de óxido protector más homogénea y por lo tanto evita una mayor pérdida de material por efecto de la corrosión a diferencia de las muestras tratadas en atmósfera de aire.

- ✓ La superaleación C-263 a 900 °C en atmósfera de aire puede ser utilizada en partes de turborreactores de aviones, donde no sufrirá

corrosión ni gran pérdida de peso, debido a la formación de un óxido protector.

- ✓ Las superaleaciones base níquel son ideales para trabajar en altas temperaturas y ambientes corrosivos por su alta resistencia mecánica y química. Por lo tanto se recomienda extensivamente el uso de estos materiales en la industria aeronáutica, turbinas de generación de energía, motores de cohetes y en otros entornos difíciles, incluyendo la energía nuclear.

4.2 Recomendaciones.

- ✓ Trabajar con mayores intervalos de temperatura.
- ✓ Trabajar a mayores tiempos y en ciclados.
- ✓ Caracterizar las superaleaciones por la técnica de Difracción de rayos-X para identificar la formación de los óxidos y observar el crecimiento de las fases.
- ✓ Hacer pruebas mecánicas con las muestras tratadas térmicamente a altas temperaturas en diferentes atmosferas oxidantes.

Referencias

1. Kappmeyer G., Hubig Ch., Hardy M., Witty M., Busch M.; Modern Machining of Advanced Aerospace Alloys- Enabler for Quality and Performance; Procedia CIRP 1; p. 28-43; **2012**.
2. Jian L., Jian P., Bing H.; Oxidation kinetics of Haynes 230 alloy in air at temperatures between 650 and 850 °C; Journal of Power Sources; 159; p. 641-645; **2006**.
3. Dongmei L., Rui H., Jinshan L.; Isothermal Oxidation Behavior of Haynes 230 Alloy in Air at 1100 °C; Rare Metal Materials and Engineering; 37 (9); p. 1545-1548; **2008**.
4. Zheng L., Zhang M., Dong J.; Oxidation behavior and mechanism of powder metallurgy Rene95 nickel based superalloy between 800 and 1000 °C; Applied Surface Science; 256; p. 7510-7515; **2010**.
5. Lai H., Cao Y., Viklund P.; High Temperature Corrosion of Ni-Based Alloys SCA425+ and IN792; Oxid Met; 80; p. 505-516; **2013**.
6. Perez F., Garza F., Colas R.; High Temperature Oxidation of the Haynes 282 Nickel-Based Superalloy; Oxid Met; 82; p. 145-161; 2014.
7. Lai G. Y.; High-Temperature Corrosion of Engineering Alloys; ASM International; 1996.
8. Evans U. R.; The Corrosion and Oxidation of Metals; Edward Arnold; **1960**.
9. Paidassi; Oxidation of iron in air between 700°C and 1250°C.; Mem. Sci. Rev. Met.; Vol. 54; p-569; **1957**.
10. Uhlig H.; Corrosion and Corrosion Control; John Wiley; **1971**.

11. Fontana and Greene; Corrosion Engineering; Mc Graw Hill; Primera Edición; USA; **1978**.
12. Martínez V., J. Chacon, C. Gaona, F. Almeraya y J. Gonzales.; Técnicas Electroquímicas para el Control y Estudio de la Corrosión; Capítulo III; Juan Genescá; Primera Edición; **2002**.
13. Romansky J.; Influence of the Shape and Size of Specimen. Part 3. Corrosión Science. p. 89-102. **1968**.
14. Trethewey K. R., Chamberlain J.; Corrosion for Science and Engineering; Longman; Segunda Edición; **1995**.
15. Larrabee C. P.; Corrosion Resistance of High-Strength Low-Alloy Steels As Influenced by Composition and Environment; Corrosion; Vol. 9; **1953**.
16. Levi T. P., Lichti K. A.; Corrosion performance of types 310S and 410 stainless steels in forming gas containing 1% H₂S or 1% H₂S/1% HCl at 600 °C; Materials at High Temperatures; Vol. 18; **2001**.
17. Zurek Z., Gilewicz-Wolter J.; High Temperature Corrosion of Chromium-Manganese Steels in Sulfur Dioxide; Oxidation of Metals; Vol. 64; **2005**.
18. Ruh A., Spiegel M.; Kinetic Investigations on Salt Melt Induced High-Temperature Corrosion of Pure Metals; Materials Science Forum; Vol. 461-464; **2004**.
19. Mikell P. Groover; Fundamentos de Manufactura Moderna. Material, Procesos y Sistemas; Prentice Hall, Primera Edición; **1997**.
20. Reed R.; The Superalloys Fundamentals and Applications; Cambridge University Press; Primera Edición; **2006**.

21. Peretti M., Versaci R., Ges A., Somoza A.; Comparación de la fase gamma prima secundaria, en aleaciones de base níquel, sometidas a diferentes tratamientos térmicos; Jornadas SAM-CONAMET; Buenos Aires; **2001**.
22. Smith C.; Grain size control in Post-Forged C-263 Seamless Rolled Rings; USA; **2013**.
23. <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=9540> Consultado: 08/02/15 11:20 p.m.
24. Pollock T., Tin S.; Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: Chemistry, microstructure, and properties; Journal of propulsion and power; United Kingdom; **2006**.
25. Schafrik R., Sprague R.; Saga of gas turbine materials: Part III; Advanced Materials and Processes; p. 27-30; **2004**.
26. Mahesh R., Jayaganthan R., Prakash S.; A study on hot corrosion behavior of Ni-5Al coatings on Ni-and Fe-based superalloys in an aggressive environment at 900 °C; Journal of Alloys and Compounds; 460; p. 220-231; **2008**.
27. Rolls-Royce; The Jet Engine; Rolls-Royce plc; Quinta Edición; **1986**.
28. VerSnyder F., Shank M.; Development of columnar grain and single crystal high temperature materials through directional solidification; Materials Science and Engineering; p.213-247; **1970**.
29. Corti W., Coupland D., Selman G.; Platinum-Enriched Superalloys, Enhanced oxidation and corrosion resistance for industrial and aerospace applications; p. 2-11; **1980**.

30. Blyth N.; Examination of a Failed CFM56-3C-1 Turbofan Engine- Boeing 737-476, VH-TJN; Technical Analysis Report 3/01; **2001**.
31. Cooper D., King D.; Report on the accident to Boeing 737-237 Series 1 (G-BGJL) at Manchester International Airport on 22nd August 1985; Aircraft Accident Report 8/88; **1988**.
32. <https://www.bruker.com/products/x-ray-diffraction-and-elemental-analysis/handheld-xrf/how-xrf-works.html>; **Consultado 27/Abril/2015**.
33. ASTM G1-90; Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens.
34. ASTM G54-84; Standard Practice for Simple Static Oxidation Testing.
35. ASTM E407; Standard Practice for Microetching Metals and Alloys
36. Gabbott P.; Principles and Applications of Thermal Analysis; Blackwell Publishing; **2008**.
37. Smart L. y Moore E.; Química del Estado Sólido. Una Introducción, Editorial Addison Wesley Iberoamericana, **1995**.
38. West A. R.; Solid State Chemistry and its Application, Editorial John Wiley and Sons, **1996**.