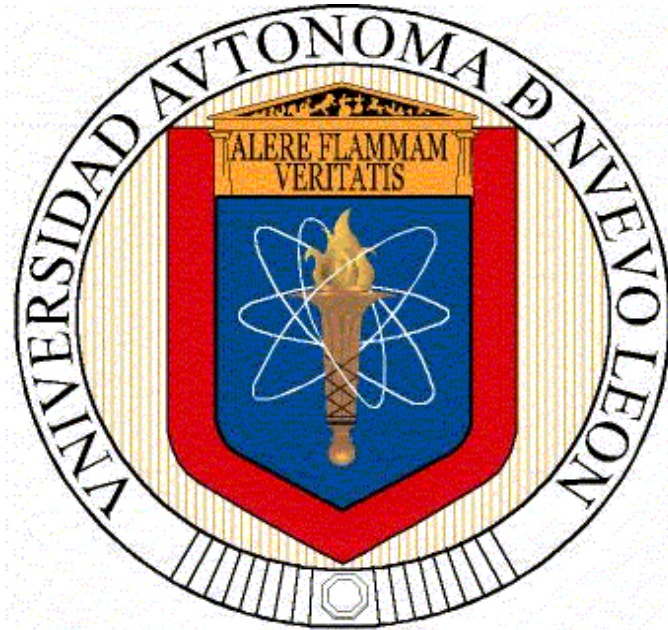


**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**



TESIS

**ESTUDIO DE EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL DE UNA
SUPERALEACION BASE NI-CR-MO BAJO DIFERENTES
CONDICIONES TERMOMECAICAS**

POR

JORGE ANTONIO CALDERÓN COTA

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

DICIEMBRE, 2015

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



TESIS

**ESTUDIO DE EVOLUCIÓN MICROESTRUCTURAL DE UNA
SUPERALEACION BASE NI-CR-MO BAJO DIFERENTES
CONDICIONES TERMOMECHANICAS**

POR

JORGE ANTONIO CALDERÓN COTA

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

DICIEMBRE, 2015

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

HOJA DE REVISIÓN

Los miembros del Comité de Tesis recomendamos que la Tesis “Estudio de evolución microestructural de una superaleación base Ni-Cr-Mo bajo diferentes condiciones termomecánicas” realizada por el alumno Jorge Antonio Calderón Cota con número de matrícula 1439394, sea aceptada como opción para el grado de “Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales”.



Asesora

Dra. Martha Patricia Guerrero Mata



Revisora

Dr. Maribel de la Garza Garza

Revisor

Dr. Alejandro Vladimir Lara Mendoza

Dr. Simón Martínez Martínez
Subdirector de Estudios de Postgrado

DEDICATORIA

“Sólo dos legados duraderos podemos
dejar a nuestros hijos: uno, raíces; otro, alas.”
Hodding Carter

Dedico este trabajo en primero a mi padre Jorge Armando Calderón Barrera, que con su voz de experiencia, amor, paciencia y perseverancia; me dio consejos, supo ser paciente, dar apoyo. Quien a pesar de las bajas que tenía supo hacer que viera que las huellas en la arena son solo huellas y que todo lo que hacemos es para construir cimientos de un futuro que aunque sea incierto, es preparación para lo que nos acontece.

A mi madre María Antonieta Cota Romo (RIP), que aunque no se encuentra físicamente a mi lado, es gracias a ella que me enseñó a no rendirme y a pesar que el camino fue difícil, me mostro que siempre hay que ver hacia adelante. Por ser ese apoyo en espíritu en mi camino a la cumbre de la montaña.

A mis hermanas Claudia y Lizzete, que me tuvieron paciencia, que me dieron soporte, amor y cariño para seguir adelante.

A todos aquellos que fueron parte de este caminar hacia la cumbre de este reto, de esta loca experiencia a la que llamamos vida.

AGRADECIMIENTOS

“Cuando bebas agua, recuerda la fuente.”
Proverbio chino

“El agradecimiento es la parte principal de un hombre de bien.”
Francisco de Quevedo

Primero le doy gracias a Dios, por darme vida, salud, bienestar, para realizar toda meta que me he puesto.

A CONACYT por el apoyo económico brindado durante mis estudios de posgrado.

A FIME (UANL) alma mater que me acogió durante mi Licenciatura, y ahora en mi Maestría.

A FRISA AEROSPACE por permitirme realizar este trabajo en conjunto, por ser fuente de conocimientos y apoyo, y por el material otorgado para él mismo.

A la Dra. Martha Patricia Guerrero Mata, por todo conocimiento brindado, por ser guía en momentos donde sentí que estaba perdido, por su amistad brindada y por permitirme realizar este proyecto de vida profesional.

A la Dra. Maribel de la Garza Garza por sus conocimientos brindados, por el apoyo cuando tuve dudas y su paciencia.

A mis profesores a lo largo del Programa Doctoral, por sus conocimientos brindados y por ayudarme a formarme como especialista en Materiales.

A la Dra. Adriana Salas Zamarripa por ser apoyo moral, por su paciencia cuando consultaba dudas y/o preguntas; por su cálida amistad, por todo el apoyo brindado durante mi travesía en el posgrado, por hacerme ver que lo más importante que debe tener un científico: es la curiosidad que tiene un niño.

A mis compañeros de Maestría, amistades de Doctorado, que me dieron apoyo moral, científico, que gracias a ellos pude salir de dudas, aclaraciones, asistencia con equipos, etc.

A mis familiares, que son y siempre serán cómplices de mis hazañas, de mis metas, logros, esencia de mi persona, por el apoyo moral que me brindaron, por ser impulso para perseguir todo sueño, por creer en mí, por soportar mis malos ratos y ante todo por su amor incondicional.

A mi hermosa novia: Karen Monsiváis Guerrero, por toda la paciencia que tuvo conmigo, por soportar esos ratos en los que divagaba, por su amor incondicional, por su apoyo moral y por siempre darme animo cuando me sentía triste o apagado, por alentar esa llama que había creído perder.

Y por último, pero no menos importante, a todos aquellos que de manera directa e indirecta, influenciaron en este trabajo; por su ayuda, apoyo brindado, ya sea moral o para resolver dudas. De igual manera agradezco a todos los que creyeron en mí, a los que no creyeron en mí, pues son fuente de inspiración para seguir adelante, de perseguir mi meta, y concluir este proyecto y construir nuevas metas y nuevos destinos por buscar.

ÍNDICE

Capítulo 1	11
Introducción a las Superalaciones	11
2.1 Introducción	11
2.2 Superalaciones Base Níquel	12
2.3 Superalaciones Base Cobalto	13
2.4 Superalaciones Base Hierro-Níquel	14
2.4.1 Endurecimiento por la fase γ'	14
2.4.2 Endurecimiento por la fase γ''	15
2.4.3 Aleaciones ricas en Hierro-Níquel-Cobalto	15
2.4.4 Aleaciones endurecidas por Carburos, Nitruros y Carbonitruros	15
2.5 Métodos de Endurecimiento en Superalaciones	15
2.5.1 Endurecimiento por solución sólida	16
2.5.2 Endurecimiento por dispersión de carburos	17
2.5.3 Endurecimiento por precipitación de fases secundarias ordenadas.	17
2.6 Metalurgia Física de las Superalaciones	18
Capítulo 2	21
Superalación Inconel 625	21
3.1 Introducción	21
3.2 Métodos de Endurecimiento en la superalación Inconel 625	22
3.3 Endurecimiento de solución sólida en la superalación Inconel 625	23
3.4 Endurecimiento por dispersión de Carburos.	25
3.4.1 Carburos Primarios	26
3.4.2 Carburos Secundarios	27
3.5 Endurecimiento por Precipitación de Fases Secundarias.	27
3.5.1 Fases Intermetálicas	27
3.5.2 Fases TCP (Topologically Closed Packed)	30
3.6 Recristalización	32
3.7 Efectos de temperatura en el tamaño de los granos recristalizados	33
3.9 Planteamiento del Problema	35
3.10 Hipótesis	35
3.11 Objetivos	36

3.11.1 Objetivo general.....	36
3.10.2 Objetivos Particulares	36
Capítulo 3.....	37
Trabajos termomecánicos.....	37
1.1 Introducción.....	37
1.2 Mecanismos de deformación	38
1.3 Sistemas de deslizamiento.....	39
1.4 Maclado	40
1.5 Forja abierta (Cogging).....	41
1.6 Forjado.....	42
1.7 Rolado.....	44
1.8 Tratamientos térmicos	45
1.8.1 Relevación de esfuerzos	46
1.8.1 Recocido	46
Capítulo 4.....	48
Metodología Experimental.....	48
4.2 Material	48
4.3 Metodología Experimental	49
4.4 Tratamiento de Homogenización.....	51
4.6 Análisis Metalográfico y Tamaño de grano.	52
4.7 Dureza	56
4.7.1 Dureza Rockwell C.....	56
4.7.2 Microdureza Vickers	57
4.9 Difracción de Rayos X.....	59
4.10 Análisis Térmico.....	61
4.10.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	64
4.10.2 Análisis térmico diferencial (DTA)	66
4.11 Ensayo de compresión	67
4.12 Tratamientos Térmicos.....	71
4.13 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM).....	72
4.12.1 Electrones Secundarios (Secondary Electrons).	74
4.13.2 Electrones Retrodispersados (Backscattered Electrons).	75
4.13.3 Rayos X Característicos.....	75
4.13.4 Preparación de muestras para análisis del Microscopio Electrónico de Barrido.	75
Capítulo 5.....	77

Discusión de Resultados	77
5.1.- Introducción	77
5.2 Microscopia Óptica	77
5.3 Dureza	78
5.3.1 Dureza Rockwell C	78
5.3.2 Microdureza	84
5.5 Difracción de Rayos X	86
5.6 Análisis Térmico	95
5.6.1 Calorimetría Diferencial de Barrido	95
5.6.2 Análisis Térmico Diferencial	107
5.8 Ensayos de compresión	109
5.9 Microscopia electrónica de barrido	118
Capítulo 6	119
Conclusiones y Recomendaciones	119
6.1 Conclusiones	119
6.2 Recomendaciones	119
Bibliografía	120
Lista de Símbolos	128
Anexo 1	129
Anexo 2	130
Índice de Figuras	131
Índice de Tablas	136

Resumen

El presente trabajo de investigación tuvo como objetivo principal, el determinar y caracterizar la microestructura de una superaleación Inconel 625 antes y después de pasar por procesos termomecánicos, con el fin de comprender su evolución microestructural y sus fases presentes.

Para cumplir este objetivo se propuso realizar una caracterización microestructural antes y después de una serie de trabajos termomecánicos, los cuales se realizaron ensayos mecánicos de compresión en caliente a diferentes temperaturas (900°C, 950°C, 1000°C, 1050°C) a diferentes velocidades de deformación (0.1 mm/s, 0.01 mm/s), en muestras previamente solubilizadas a 1150°C por 1 hora. Esto con la finalidad de caracterizar el material bajo estas condiciones termomecánicas, esto con el fin de observar la formación de fases y precipitación de carburos, todo esto mediante el uso de técnicas como Difracción de Rayos X, Análisis Térmico, Microscopia Óptica, y Microscopia Electrónica de Barrido.

Capítulo 1

Introducción a las Superaleaciones

*“El fracaso es una gran oportunidad,
para empezar otra vez con más inteligencia.”
Henry Ford*

1.1 Introducción

Una superaleación, o también conocida como aleación de alto rendimiento, es una aleación que presenta buena respuesta mecánica y resistencia de fluencia a altas temperaturas, una buena estabilidad superficial, a la corrosión y buena resistencia a la oxidación. Estas aleaciones suelen tener una matriz austenítica, la cual es una estructura cubica centrada en el cuerpo (FCC por sus siglas en ingles). Teniendo como base los elementos Níquel (Ni), Cobalto (Co), Níquel-Hierro (Ni-Fe) [1].

De acuerdo a (Sims, Stoloff, & Hagel, 1987) una superaleación es una aleación desarrollada para ser usada a temperaturas elevadas, normalmente se basan en los elementos del grupo VIII B (esquematisadas en la Figura 1.1), donde podemos encontrar altos módulos de elasticidad y donde la estabilidad en la superficie se requiere.

Las superaleaciones se pueden clasificar en 3 clases: Base Níquel, Base Cobalto, Base Níquel-Hierro (esta puede llegar a contener grandes cantidades de Hierro, debido a esto obtiene su nombre superaleación base Níquel-Hierro) [1] [2] [3].

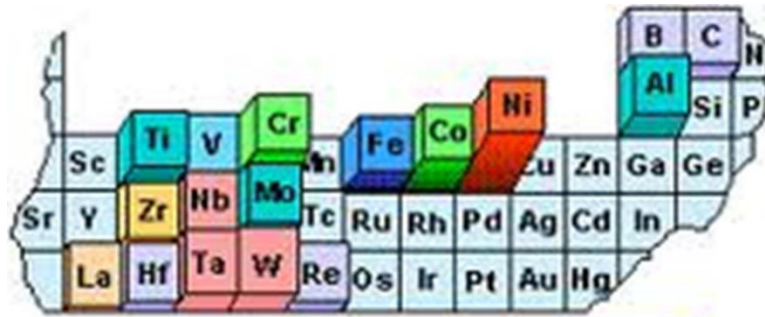


Figura 1.1 .- Se señalan los elementos principales que se pueden encontrar en solución en una superaleación. Donde los elementos bases son Hierro (Fe), Cobalto (Co) y Níquel (Ni).

1.2 Superaleaciones Base Níquel

Las superaleaciones Base Níquel presentan un buen comportamiento hasta una temperatura de 1000°C aproximadamente. Para temperaturas mayores se suelen emplear superaleaciones Base Cobalto [1] [2] [3].

Las superaleaciones Base Níquel presentan una microestructura singular e interesante, la cual se puede ligar a sus excelentes propiedades mecánicas y físicas, donde se puede encontrar una distribución de dos fases, Gamma (γ) y Gamma Prima (γ') [4]:

- Fase Gamma (γ): solución sólida, con una estructura cristalina cubica centrada en las caras (FCC) que actúa como matriz en donde otras fases pueden residir. Contiene concentraciones altas de elementos como: Co, Cr, Mo, Ru, Re.
- Fase Gamma Prima (γ'): dispersión de precipitados intermetálicos ordenados, los cuales son responsables de la gran resistencia de las superaleaciones. Las fórmulas estequiometrias de esta fase son: Ni_3Al , Ni_3Ti o $Ni_3(Al, Ti)$.
- Debido a la presencia del Niobio en la superaleaciones Base Níquel este puede formar un intermetálico con una estequiometria Ni_3Nb , la cual se puede presentar en dos estructuras cristalográficas una llamada Gamma Segunda o Secundaria (γ''), la cual tiene una estructura

tetragonal centrada en el cuerpo) o Delta (δ , la cual tiene una estructura ortorrómbica) [5].

- Carburos, Boruros, Nitruros, Carbonitruros: cuando el Carbono se presenta en concentraciones por encima de 0.2 wt% se combina con elementos reactivos como el Ti, Ta, Hf, Nb para formar carburos primarios MC [5]. Durante el proceso termomecánico o la exposición de servicio, estos carburos se pueden descomponer en carburos $M_{23}C_6$ y M_6C , los cuales se sitúan preferencialmente en las fronteras de grano de la matriz, estos son ricos en Cr, Mo y W. A él su vez B se puede combinar con el Cr o el Mo para formar Boruros, estos también se sitúan en las fronteras de grano de la matriz. La presencia de N puede hacer que se formen nitruros y/o carbonitruros de elementos como el Cr, Ti y Mo.

Los factores físicos que le dan utilidad a las superaleaciones a temperaturas elevadas, no es una cuestión en magnitud de la temperatura de fundición del Níquel (1455°C), a diferencia del Hierro (1535°C) y el Titanio (1660°C), los factores que contribuyen es su estructura cristalina cubica centrada en las caras (FCC por sus siglas en inglés) ya que la tasa de los procesos que se activan térmicamente que controlan la deformación por termofluencia (creep) es baja [4] [6].

1.3 Superaleaciones Base Cobalto

Las características principales de las superaleaciones de base Cobalto son [1] [2] [3]:

- El punto de fusión de algunas superaleaciones base Cobalto es superior. Por esta razón, el aumento de rendimiento de resistencia es de largo plazo. Estas aleaciones son resistentes al calor, las cuales pueden operar a temperaturas más altas en comparación con las superaleaciones basadas en Níquel y/o Hierro.
- El alto contenido de Cromo aumenta la resistencia a la corrosión en caliente y ayuda a reforzar la matriz debido a su alta dureza.

- Se caracterizan por una alta resistencia térmica a la fatiga y tienen buena soldabilidad. Por lo cual se utiliza en turbinas.

Este tipo de aleaciones son endurecidas por solución sólida y por precipitación de carburos. A diferencia de los otros tipos de superaleaciones, no son endurecidas por una precipitación ordenada y coherente. Los carburos que se presentan en estas aleaciones son los mismos que se pueden presentar en los otros sistemas, donde también se incluye un precipitado de carburo que tiene una estequiometría Cr_7C_3 .

1.4 Superaleaciones Base Hierro-Níquel

Las Superaleaciones Base Hierro-Níquel, tienen una matriz austenítica (FCC), estas aleaciones se endurecen por solución sólida, por deformación, y por precipitación de carburos. Estas aleaciones tienen como base el Hierro (Fe) y el Níquel (Ni); donde se puede tener en porcentaje en peso del 25-60% de níquel con adiciones de hierro desde 15% a 60% [7].

Las superaleaciones Base Hierro-Níquel se clasifican en cuatro grupos dependiendo de la composición química y del mecanismo de endurecimiento por el cual obtiene su resistencia mecánica, estos pueden ser:

- Endurecimiento por la fase γ' ,
- Endurecimiento por la fase γ'' ,
- Aleaciones ricas en Hierro o aleaciones base Fe-Ni-Co,
- Formación de Carburos, Nitruros o Carbonitruros.

1.4.1 Endurecimiento por la fase γ'

Las aleaciones endurecidas por la fase γ' se dividen en dos grupos los cuales son: aleaciones ricas en hierro o aleaciones ricas en níquel.

Las aleaciones ricas en hierro con bajos contenidos de níquel y contenidos de titanio, estos necesarios para provocar la precipitación de la fase γ' y obtener los niveles necesarios para la resistencia a elevadas temperaturas.

Las aleaciones ricas en níquel se caracterizan por tener grandes cantidades de endurecedores por solución sólida como por ejemplo: el molibdeno, el cromo o el tungsteno, y grandes fracciones volumétricas de endurecedores por precipitación.

1.4.2 Endurecimiento por la fase γ''

Una de las aleaciones que comúnmente se endurece por la precipitación de la fase Gamma Segunda (γ'') es la aleación Inconel 718; esta fase proporciona propiedades favorables de resistencia y de trabajo a temperaturas elevadas; a diferencia de la fase γ' , la fase γ'' tiene un mayor grado de endurecimiento ya que se ha reportado que la fracción volumétrica es 4 veces mayor que la fase γ' [8].

1.4.3 Aleaciones ricas en Hierro-Níquel-Cobalto

El tercer grupo son aleaciones ricas en Hierro y en Níquel, con adiciones de Cobalto, estas aleaciones tienen combinaciones de precipitación de γ' , la cual proporciona una alta resistencia y bajos coeficientes de expansión térmica; dichos coeficientes se deben a que no existe la presencia de endurecimiento por solución sólida como el Cromo y el Molibdeno. Estas aleaciones ofrecen excelente resistencia alrededor de los 650°C. No obstante, la ausencia del Cromo puede reducir la resistencia a la corrosión durante la exposición al servicio del material a altas temperaturas.

1.4.4 Aleaciones endurecidas por Carburos, Nitruros y Carbonitruros

Este grupo de superaleaciones base Hierro-Níquel tienen un alto contenido de carbono y son endurecidas por solución sólida, carburos, nitruros y/o carbonitruros; estas aleaciones pueden operar en aplicaciones que requieren bajos esfuerzos en temperaturas por debajo de los 1093°C donde su mayor requisito es la resistencia a la oxidación [9] [10].

1.5 Métodos de Endurecimiento en Superaleaciones

Algunos de los principales métodos de endurecimiento presentes en las superaleaciones son por solución sólida, dispersión de carburos y de óxidos, y

por último mediante la precipitación de fases secundarias. Otro de los métodos usados es el del refinamiento del tamaño de grano, el cual puede ser un mecanismo adicional de endurecimiento, sin embargo no es un método común, esto debido al ambiente de altas temperaturas o al rango de temperaturas que puede estar expuesto el material. En una misma aleación se puede presentar los tres tipos de endurecimiento comunes, es decir se endurece por solución sólida seguida de una dispersión de carburos y de óxidos. Sin embargo hay un mecanismo dominante, dependiendo de la aleación. Estos mecanismos juegan un papel importante, en las capacidades en relación con la temperatura y los esfuerzos a los que el material es sometido, los métodos de manufactura y al costo de los componentes [3].

1.5.1 Endurecimiento por solución sólida

El endurecimiento por solución sólida se debe añadiendo grandes adiciones de Cromo (Cr), Molibdeno (Mo) y Tungsteno (W), al igual se añaden pequeñas adiciones de Tantalio (Ta), Zirconio (Zr), Niobio (Nb), Boro (B) entre otros elementos; donde estos elementos proporcionan el endurecimiento por solución sólida, debido a que encuentran disueltos dentro de la matriz de manera sustitucional o de manera intersticial. Los efectos que producen los elementos aleados son bastante estables, actuando en los bordes de grano como frenos en el avance de las dislocaciones, lo que provoca la resistencia a la termofluencia [3].

En la Figura 1.2 se muestra en la tabla periódica los principales efectos de los elementos de una superaleación Base Níquel, los cuales pueden ser:

- Formadores de fase en las fronteras de grano,
- Adiciones para refinar el tamaño de grano,
- Protección superficial,
- Endurecimiento por solución sólida,
- Endurecimiento de las fronteras de grano,
- Modificadores de precipitación,
- Formadores de precipitados.

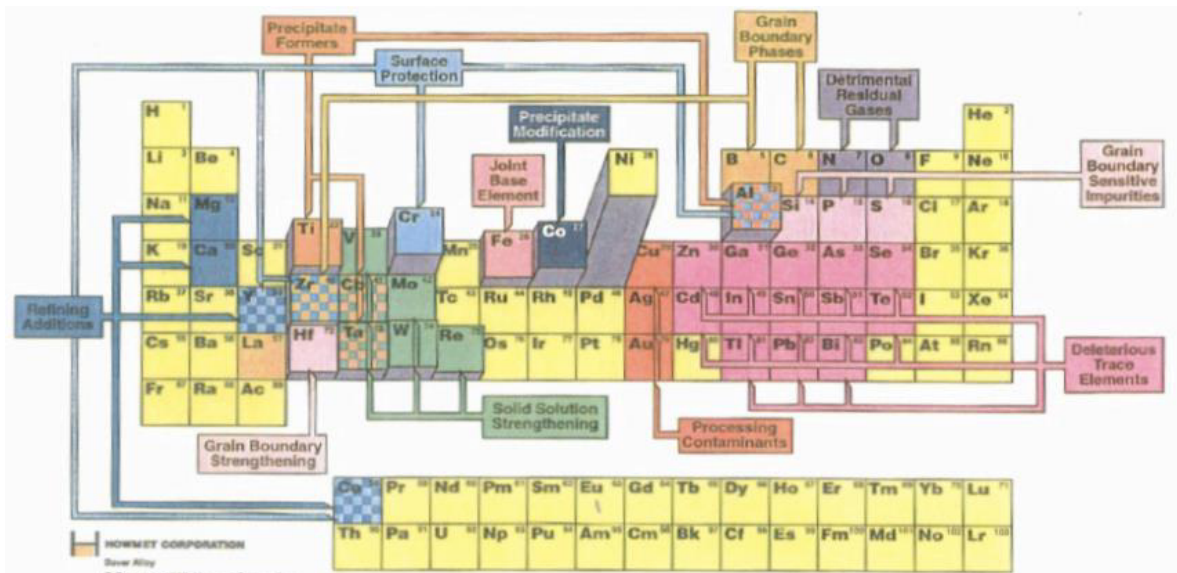


Figura 1.2.- Tabla periódica de los elementos que muestra los efectos de los elementos involucrados en una superaleación Base Níquel [ref. curso materiales avanzados] [11].

1.5.2 Endurecimiento por dispersión de carburos

Todas las superaleaciones que contienen pequeñas cantidades de carbono, que en combinación con otros elementos aleantes, pueden producir una red de finas partículas de carburo muy estables. Estos carburos, tales como TiC, BC, ZrC, TaC, etc., poseen una extraordinaria dureza, pueden ayudar a elevar la resistencia a la termofluencia (creep) [2] [3].

1.5.3 Endurecimiento por precipitación de fases secundarias ordenadas.

Algunas superaleaciones de níquel que contienen Al y Ti forman precipitados endurecedores, coherentes con la matriz, del tipo gamma prima (Ni_3Al , Ni_3Ti) durante el envejecimiento, que aumentan la resistencia de la aleación, sobre todo a altas temperaturas. En otras superaleaciones de níquel que contienen Nb entre otros elementos pueden formar precipitados del tipo gama segunda o delta que tienen una estequiometría Ni_3Nb , donde en ciertas aleaciones puede ser benéfico, pero en otras puede afectar en gran proporción el desempeño de esta.

Controlando la microestructura y el mecanismo de endurecimiento, es posible mejorar las propiedades mecánicas de la aleación en especial: la termofluencia (creep) y el esfuerzo final de ruptura.

2.6 Metalurgia Física de las Superalaciones

La metalurgia física de las superaleaciones quizá sea una de las más complejas de las aleaciones existentes, ya que poseen una gran cantidad de elementos aleantes presentes en la aleación, debido a esto cada elemento añadido juega un importante papel dentro de la misma, y esto hace que se deba controlar la cantidad a medida de que no se alteren las propiedades y características necesarias para la aplicación de la superaleación.

En primera instancia tenemos un primer grupo de elementos Níquel, Cobalto, Hierro y Cromo, Rutenio, Molibdeno, Renio y Tungsteno, estos elementos tienen un radio atómico similar al Níquel, y es por esto que tienden o preferencialmente se encuentran en solución sólida ya que estabilizan la matriz. Un segundo grupo de elementos los cuales son: Aluminio, Titanio, Tantalio y Niobio, tienen un radio atómico mayor al Níquel, y estos promueven la formación de fases ordenadas como la fase γ' con una estequiometría $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ta}, \text{Ti})$ y γ'' Ni_3Nb . El Boro, Carbono, Zirconio y Nitrógeno constituyen un tercer grupo de elementos que tienen a segregar en las fronteras de granos de la matriz γ , ya que estos elementos tienen un radio atómico muy diferente al Níquel, estos elementos promueven la formación de carburos, boruros, nitruros o carbonitruros, principalmente se encuentran carburos de Cromo, Molibdeno, Tungsteno, Niobio, Tantalio y Titanio; el Cromo y el Molibdeno promueven la formación de Boruros [4].

El Níquel es capaz de soportar la formación de la fase gamma prima γ' $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ta}, \text{Ti})$, esta fase tiene una estructura cristalina tipo $L1_2$ (ilustrada en la Figura 1.3), esta fase puede llegar a incrementar abruptamente el límite elástico de la superaleación, debido a esto el flujo de esfuerzos incrementa dependiendo de la temperatura, este efecto puede ser benéfico y es usado para aplicaciones de alta temperatura. Esta fase es responsable de algunos de estos efectos, debido al comportamiento de los defectos de las estructuras planares (frontera anti-fase y la falla de empaquetamiento atómico).

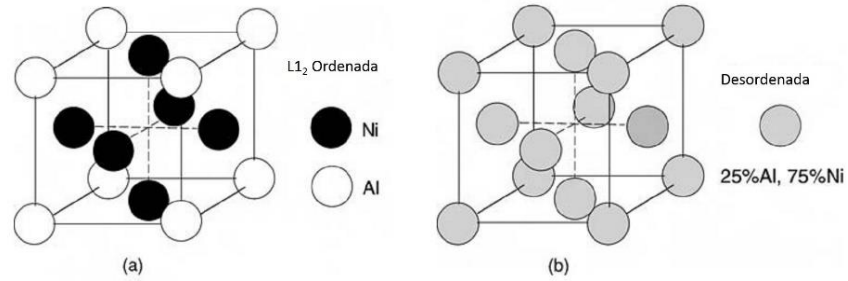


Figura 1.3.- Estructura cristalina de la fase gamma prima, arreglo de los átomos de Ni y Al a) fase Ni₃Al ordenada, b) después de un desordenamiento de átomos [12].

Para evitar la corrosión, oxidación y/o sulfuración, se emplean elementos aleantes el Cromo y el Cobalto; el Aluminio, el Titanio y el Tantalio elevan el flujo e esfuerzos y el esfuerzo último en tensión (UTS); el Molibdeno, el Renio y el Tungsteno ayuda a elevar la tenacidad del creep dependiente del tiempo [4].

En la Tabla 1.1 se muestra el papel que juega los elementos participantes en las superaleaciones.

Efecto (a)	Base Hierro	Base Cobalto	Base Níquel
Endurecedores de Solución Sólida	Cr, Mo	Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta
Estabilizadores de matriz FCC	C, W, Ni	Ni
Carburos de:			
MC	Ti	Ti	W, Ta, Ti, Mo, Nb
M₇C₆	...	Cr	Cr
M₂₃C₆	Cr	Cr	Cr, Mo, W
Carbonitruros	C, N	C, N	C, N
Formadores de γ'	Al, Ni, Ti	...	Al, Ti
Retardadores de la formación hexagonal η	Al, Zr
Elevadores de temperatura de solvus de γ'	Co
Endurecimiento de precipitación intermetálicos	Al, Ti, Nb	Al, Mo, Ti(b), W, Ta	Al, Ti, Nb
Resistencia a la oxidación	Cr	Al, Cr	Al, Cr, Y, La, Ce
Mejora resistencia a la corrosión en caliente	La, Y	La, Y, Th	La, Th
Resistencia a la sulfatación	Cr	Cr	Cr, Co, Si
Mejora propiedades de termofluencia	B	B, Ta
Aumenta la resistencia a la ruptura	B	B, Zr	B (c)
Refinadores límite de grano	B, C, Zr, Hf
Facilita el trabajo	...	Ni, Ti	
Retarda coacción de γ'			
a) No todos los efectos necesariamente ocurren en la aleación mencionada			
b) El endurecimiento por precipitación de Ni₃Ti, también puede ocurrir si el Níquel presente es suficiente			
c) Si está presente en grandes cantidades, pueden formarse Boruros			

Tabla 1.1.- Papel de los elementos aleantes en las superaleaciones [10] [13].

Capítulo 2

Superaleación Inconel 625

*“No tengo talentos especiales,
Pero si soy profundamente curioso”
Albert Einstein*

2.1 Introducción

La superaleación Inconel 625, es una aleación base Níquel, la cual tiene la característica de una buena combinación de resistencia a la corrosión y una buena resistencia mecánica a temperaturas elevadas [2] [14]. Esta aleación es una solución sólida base Níquel austenizada. La composición química porcentual de la aleación se describe en la Tabla 2.1 [15].

Elemento	Porcentaje	Elemento	Porcentaje
Níquel (Ni)	Balance	Cobalto (Co)	Max 1.00%
Cromo (Cr)	22.00-23.00%	Carbono (C)	Max 0.1%
Molibdeno (Mo)	8.00-10.00%	Tantalio (Ta)	Max 0.05%
Niobio (Nb)	3.15-4.15%	Silicio (Si)	Max 0.5%
Hierro (Fe)	Max 5 %	Manganeso (Mn)	Max 0.5%
Titanio (Ti)	Max 0.40%	Fosforo (P)	Max 0.015%
Aluminio (Al)	Max 0.40%	Azufre (S)	Max 0.015%

Tabla 2.1.- Composición química porcentual, expresada en porcentajes de masa de la superaleación Inconel 625 [16] [17].

Las superaleaciones base Níquel son altamente dependientes de los parámetros de deformación así como de la temperatura y de la velocidad de deformación. Para esta aleación es muy importante poder controlar el proceso de trabajo en caliente, para llegar a obtener la microestructura deseada. Sin embargo la información de los parámetros óptimos de trabajo en caliente de esta aleación es limitada. Es por eso que es necesario investigar el desempeño de deformación en caliente, de manera que se pueda poder optimizar el proceso de trabajo en caliente y de esta manera tener un mejor control de la microestructura y de las propiedades mecánicas [14] [18] [19] [20] [21].

Se ha observado que el mejor desempeño es a la temperatura de 950°C con una velocidad de deformación de 0-0.5 s⁻¹. A bajas velocidades un flujo de esfuerzos se observan en contraste con lo observado a altas velocidades de deformación, donde esta decremente gradualmente hasta que la muestra se fractura [19].

De la misma forma hay una alta influencia del tratamiento térmico; normalmente esta aleación se trata en rangos de temperatura de 500-1125°C y se endurece en rangos de 600-950°C. En estos rangos de temperatura se encuentran diferentes muestras de precipitados, los cuales pueden ser [14] [18] [19] [21] [22] [23] [24]:

- Precipitados intermetálicos γ'' y δ .
- Carburos Primarios (MC), Carburos Secundarios (M_6C and $M_{23}C_6$), y carbonitruros.
- Fases detrimentales (A3B) tipo TCP (Topologically Close-Packed) σ , μ , Laves.

En la Tabla 2.2 se muestran los rangos de temperatura de precipitación correspondiente a cada tipo de precipitado que se presenta en esta aleación [18] [14] [19] [21] [22] [23].

Rango de Temperatura	Precipitado.
650-850°C	Fases intermetálicas γ'' y δ Ni ₃ Nb, Ni ₃ (Ti, Al, Nb) y Ni ₂ (Cr, Mo).
700-1075°C.	Carburos Secundarios M ₂₃ C ₆ y M ₆ C ("M": Nb, Cr y Mo).
900-950°C	Carburos Primarios MC ("M": Ti, Nb).

Tabla 2.2. – Rangos de temperatura de las principales fases que se pueden formar en la Inconel 625 [14] [20] [25] [26] [27].

2.2 Métodos de Endurecimiento en la superaleación Inconel 625

Dentro de la superaleación Inconel 625 se presentan los tres métodos de endurecimiento antes mencionados, sin embargo esta aleación fue diseñada para endurecer por solución sólida, los métodos pueden ser [2] [3]:

- Por solución sólida.
- Por dispersión de Carburos.
- Por precipitación de fases secundarias

2.3 Endurecimiento de solución sólida en la superaleación Inconel 625

El endurecimiento por solución sólida es el incremento de la resistencia de la matriz adicionando elementos distintos a la aleación. Esto ocasiona, que se genere una distorsión en la red atómica, haciendo que se inhiba el movimiento de las dislocaciones. El endurecimiento por solución sólida incrementa con las diferencias de los tamaños atómicos, donde se tiene hasta una diferencia del 10 por ciento del tamaño atómico, esto siguiendo las reglas de Hume-Rothery. Se hace uso de elementos con alto punto de fusión de manera que el soluto, pueda proveer una alta cohesión en la red y ayuda a reducir la difusión a altas temperaturas [3].

La solución sólida disminuye la energía de empaquetamiento en la red cristalográfica, esto lleva primordialmente a la inhibición del deslizamiento de las dislocaciones entre los planos cristalográficos, el cual es el principal modo de deformación en cristales imperfectos a temperaturas elevadas. El tener una baja energía de empaquetamiento, hace que las dislocaciones cambien de dirección de una manera más compleja, dado que encuentran una barrera, y les es más difícil traspasarla, moviéndose a otro plano de deslizamiento [3].

El endurecimiento por solución sólida depende principalmente de los siguientes puntos [3]:

- Concentración de átomos de soluto,
- Módulo de corte de los átomos de soluto,
- El tamaño atómico del soluto,
- La valencia del soluto (materiales iónicos).

Con la información anterior, en la superaleación Inconel 625, cada uno de los elementos contenidos en la misma, juegan un papel en particular, respecto a las

propiedades y características de la misma. En la Figura 2.1 se muestra los principales efectos de los elementos presentes de una superaleación Base Níquel (Ni), y a continuación se describe los elementos de mayor importancia en la Inconel 625 [11].

- El Níquel (>50%) además de ser el elemento base de la superaleación 625, aporta buena resistencia mecánica, en trabajo en caliente debido a su condición de que no presenta cambios alotrópicos en la microestructura y una buena resistencia a la corrosión a altas temperaturas.
- El Cromo ($\approx 22.00-23.00\%$): aporta un aumento en el endurecimiento por solución sólida y también aporta resistencia a la corrosión a bajas y a altas temperaturas.
- El Hierro ($\approx \text{máx. } 5\%$): este elemento es coherente con la estructura cristalina austenítica (FCC) de la matriz (γ), este se encuentra en solución sólida dentro de la aleación, donde uno de los efectos significativos es de aumentar levemente el porcentaje en volumen de fases secundarias; otro uso principal es bajar el alto costo de tener una matriz pura en Níquel, aunque uno de los efectos secundarios es disminuir el punto de fusión de la superaleación, no obstante, esto da un beneficio económico, haciendo que la aleación tenga un menor costo de producción y de materia prima.
- El Carbono ($\approx \text{máx. } 0.1\%$): aun cuando este se encuentra en porciones pequeñas, puede dar lugar a la formación de carburos primarios (MC) y carburos secundarios (M_6C , $M_{23}C_6$) con diferentes elementos como por ejemplo: el Niobio, el Titanio, Molibdeno y Cromo. La precipitación de estas partículas mejoran la resistencia a la termofluencia, ya que tienen lugar en los límites de grano, de esta forma el deslizamiento intergranular se dificulta.
- El Niobio ($\approx 3.14-4.15\%$): es un agente precipitante endurecedor que puede combinarse con el Carbono para la formación de carburos, puede llegar a formar fases secundarias llamada gamma segunda γ'' , la cual es

la fase precipitante endurecedora en algunas aleaciones base Níquel, esta subsecuentemente puede transformarse en la fase delta δ [5].

- El Titanio (\approx máx. 0.40%): es un agente aleante que puede precipitar en una fase secundaria llamada gamma prima γ' , sin embargo esta puede entrar en solución sólida aumentando la resistencia a la corrosión.
- El Aluminio (\approx máx. 0.40%): este elemento al igual que el cromo aumenta la resistencia a la corrosión y a la oxidación.
- El Cobalto (\approx máx. 1.00%): se añade como agente endurecedor en solución sólida.
- El Silicio, Fósforo y el Azufre son impurezas en menor cantidad en peso, estas se encuentran en los límites de grano.

2.4 Endurecimiento por dispersión de Carburos.

El endurecimiento por dispersión de carburos, cuando es diseñado con cuidado, puede incrementar la tenacidad a la termofluencia. Esto debido a que el material cuando se encuentra en servicio, los procesos de termofluencia a temperaturas altas ocurren en las fronteras de grano [3].

La dispersión y/o precipitación de carburos se presentan de manera preferencial en las fronteras de grano, de esta manera se puede inhibir el deslizamiento de las mismas, ya que los procesos de termofluencia pasan a través de la frontera de grano al interior de grano, donde la difusión es menor [3].

Al igual que los precipitados que se presentan dentro del grano, los carburos pueden endurecer el sistema, sin embargo su efecto es mayor cuando ocurren de manera intergranular, es decir cuando se precipitan en las fronteras de los granos [3].

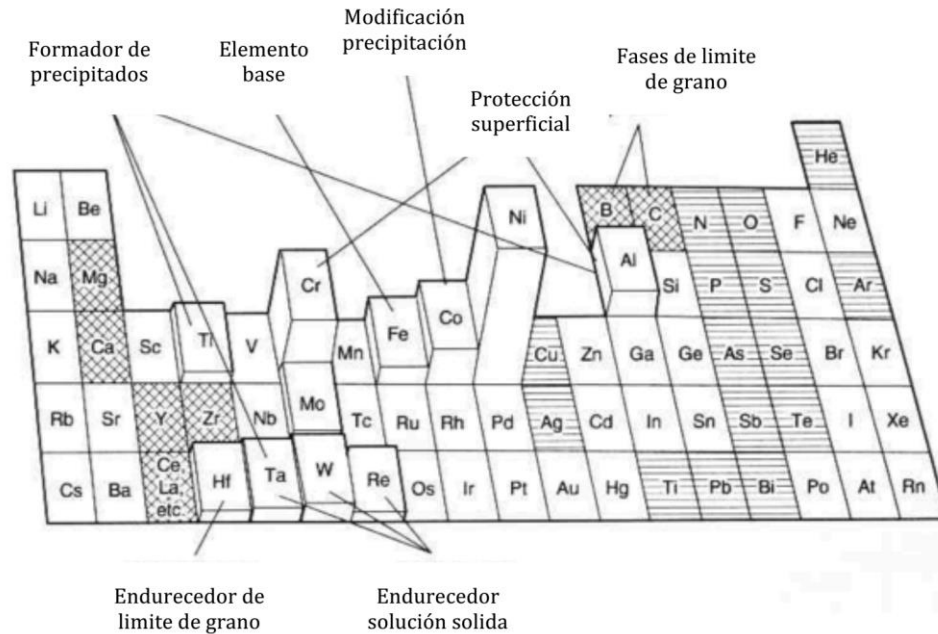


Figura 2.1.- En la tabla periódica se muestran los elementos que se añaden a una superaleación, los elementos que se encuentran marcados con líneas cruzadas son elementos que benefician a la matriz, y los elementos marcados con líneas horizontales son elementos perjudiciales o dañinos [2] [10] [13]

2.4.1 Carburos Primarios

La formación de carburos primarios (MC) de titanio (Ti) y Niobio (Nb), se presentan en forma de carbonitruros [23]. Estos carburos Primarios MC tienen una estructura cúbica, teniendo los siguientes parámetros de red: $a_0=0.430-0.470$.

El Carburo de Titanio (TiC) tiene poca solubilidad con el nitrógeno (N), circonio (Zr) y el molibdeno. De esta manera, los elementos en este carburo primario pueden variar, al mismo tiempo podemos encontrar los elementos tantalio (Ta), hafnio (Hf), torio (Th) o circonio (Zr) [2].

Este carburo tiende a descomponerse o generar durante el tratamiento térmico carburos secundarios, los cuales tienen una composición estequiometría M_6C y $M_{23}C_6$ (donde "M" puede ser un elemento metálico que se encuentra en solución o una combinación de elementos), estos suelen formarse en las fronteras de grano, en solución sólida nominal tienden a formarse después de una exposición larga de servicio [2].

2.4.2 Carburos Secundarios

La formación de carburos secundarios M_6C y $M_{23}C_6$, se componen de los siguientes elementos en distintos porcentajes: cromo (Cr), hierro (Fe), niobio (Nb) y molibdeno (Mo) [25]. Estos carburos tienen una estructura centrada en el cuerpo (FCC), donde se clasifican en dos grupos definidos dependiendo de la estequiometría [2] [15] [20] [24]:

- **$M_{23}C_6$** : tiene como parámetro de red $a_0= 1.050-1.070$, es cubico con un tipo de estructura Fm3m, se presentan combinaciones de Ni-Cr-Mo, Cr-Nb-Mo, y varias series de composiciones diferentes, este carburo puede precipitar en forma de películas, globular, plaquetas, lamellae y celular, estos tienden a formarse en las fronteras de grano [2] [24]
- **M_6C** : tiene como parámetro de red $a_0=1.085-1.175$ con una estructura cubica Fd3m, se localizan en las fronteras de grano, se encuentran algunas combinaciones por su composición química de Cr-Nb-Mo, es un carburo de distribución al azar, puede aparecer en un tono rosado en las fronteras de grano, tiene alguna solubilidad con los elementos: Cr, Ni, Nb, Ta, Si, Fe, Co. De esa manera también pueden entrar dentro de la composición en algunos casos [2] [24].

2.5 Endurecimiento por Precipitación de Fases Secundarias.

2.5.1 Fases Intermetálicas

Dentro de las fases intermetálicas presentes en esta aleación, se encuentra una fase intermetálica con composición química Ni_3Nb , este intermetálico se puede presentar en dos fases las cuales se exponen a continuación:

- La primera fase es la Gamma Segunda o Secundaria (γ''): la cual tiene una estructura cristalina tetragonal centrada en el cuerpo del tipo DO_{22} del grupo espacial 14/mmm [28], la cual se muestra en la
- Figura 2.2, es estable, pero su arreglo atómico es incoherente respecto a la matriz [2]. En la Figura 2.3 se muestra una imagen de TEM de esta fase.

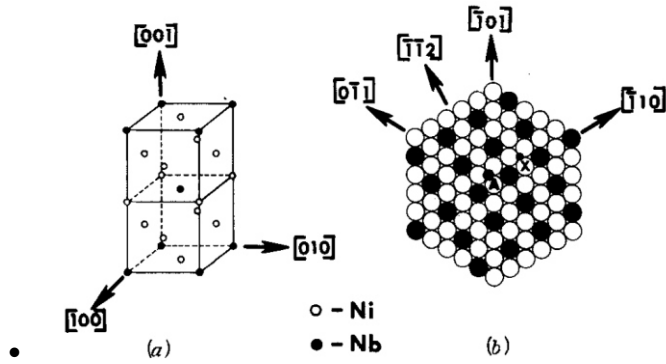


Figura 2.2.- Estructura cristalina de la fase $\text{Ni}_3\text{Nb } \gamma''$, en (a) se muestra la celda unitaria, y en (b) los planos de empaquetamiento [29].

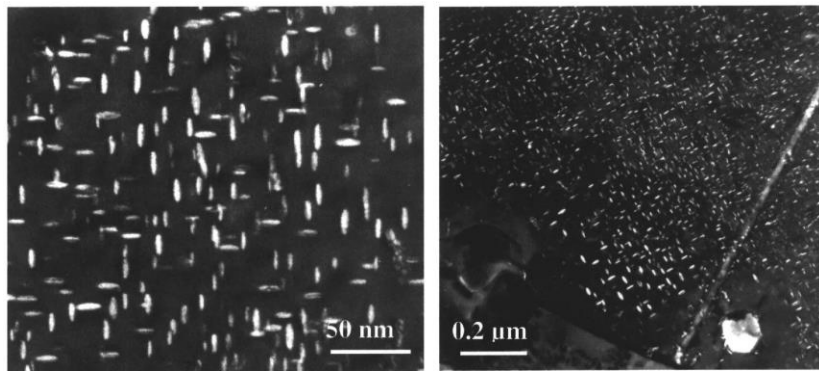


Figura 2.3.- Imagen de TEM de la fase Gamma Segunda (γ''), donde se muestran 2 variantes de esta fase, en cuestión de tamaño y la extensión del precipitado [30].

- La segunda fase es la Delta (δ), la cual tiene una estructura cristalina ortorrómbica del tipo DO_a (perteneciente al grupo espacial Pmmn [28]) esta se muestra en la Figura 2.4, esta fase es metaestable pero a diferencia de la gamma segunda, esta es semicoherente con a la matriz [25], en la Figura 2.5 se muestra una imagen de esta fase en una superaleación Inconel 718 termomecánicamente procesada [31].

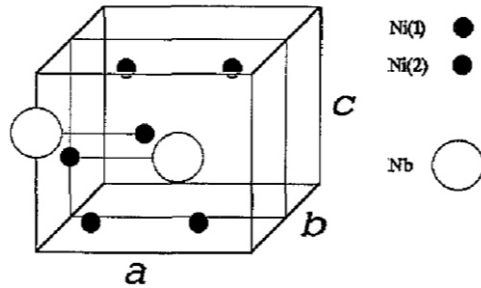


Figura 2.4.- Estructura cristalina de la fase δ Ni_3Nb [32].

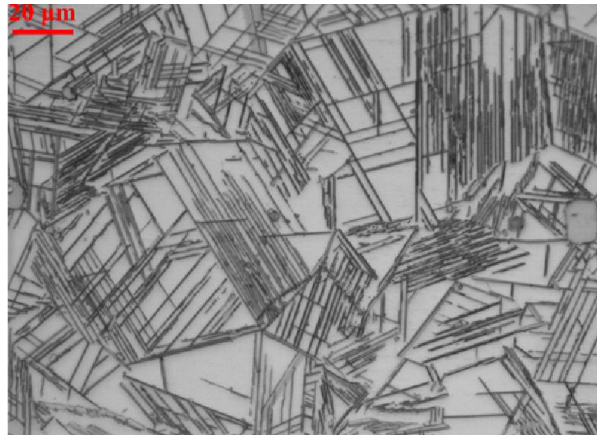


Figura 2.5.- Imagen de microscopía óptica de una aleación 718 termomecánicamente procesada a 980°C [31].

Las principales diferencias entre la fase Gamma Segunda (γ'') y la fase Delta (δ) son:

- La fase **Gamma Segunda** (γ''), tiene una morfología de disco, esta fase tiende a precipitar en los planos $\{100\}$ con un radio aproximado en un rango de 130-150 Å, teniendo un espesor de 50-90 Å, esta fase actúa como anclaje de dislocaciones, de esta manera se puede endurecer la aleación dentro de un rango de porcentaje en peso, tiene como parámetros de red $a_0=3.624 \text{ \AA}$ $c_0=7.406 \text{ \AA}$ [2] [20] [25].
- Por otro lado la **Fase Delta** (δ) Ni_3Nb , tiene una morfología laminar, se ha observado esta fase en las fronteras de grano austeníticas, controlando el delta-processing en esta aleación puede tener efectos a favor en incrementar la ductilidad en la matriz [25]. Se ha observado en aleaciones base Níquel tales como Inconel 718 a 815°C , se forma por reacción celular

a temperaturas bajas de envejecido y en precipitaciones intergranulares a altas temperaturas de envejecido. Otro de los efectos que se puede presentar es que esta fase sirve en el control del crecimiento del tamaño de grano durante un tratamiento de solubilizado, cuidando la morfología de esta fase también es posible proporcionar resistencia a la fractura por fluencia en las fronteras de grano, esta fase tiene como parámetros de red $a_0=5.106-5.11 \text{ \AA}$, $b_0= 4.21-4.251 \text{ \AA}$, $c_0= 4.52-4.556 \text{ \AA}$ [2] [33].

Se ha observado que la precipitación de la fase γ'' y la transformación de la fase gamma segunda γ'' a la fase delta δ es más rápido bajo cargas cíclicas, en comparación de un envejecimiento térmico [26].

Otro de los precipitados intermetálicos que se pueden observar es Ni_2 (Cr, Mo) tiene un tamaño entre 10-20 nm, tiene una estructura ortorrómbica del tipo Pt_2Mo este es coherente con la matriz, una fuente mayor de endurecimiento en esta aleación es la coherencia de deformación. La distorsión de red entre la matriz y los precipitados juega un papel importante en el proceso de co-precipitación y al mismo tiempo en el desempeño de la microestructura y las propiedades mecánicas en temperaturas elevadas [2].

Las fases intermetálicas anteriores pueden ayudar o perjudicar el desempeño de la aleación haciendo que puedan detener el movimiento de las dislocaciones siguiendo el mecanismo de Orowan, donde estas fases anclan el movimiento de la dislocación si estas son incoherentes con la red atómica. No obstante la fase Gamma Segunda γ'' al ser

2.5.2 Fases TCP (Topologically Closed Packed)

Dentro de este grupo encontramos compuestos intermetálicos del tipo A_3B , que comúnmente se les conocen como fases TCP (por sus siglas en inglés Topologically Closed Packed) o también se les conoce como fases detrimentales, esto debido a sus estructuras cristalinas, las cuales son [24] [34]:

- Fase Laves
- Fase Sigma (σ)
- Fase Mu (μ)
- Fase Ni_2M

Fases Laves: esta fase tiene una estructura cristalina hexagonal A_2B , se presenta en aleaciones binarias. En aleaciones complejas (de más de 3 elementos), esta fase puede contener cantidades significantes de impurezas; en la Inconel 625, esta fase contiene variaciones de composición química, que se ven reflejadas en el procesado de la superaleación, donde las partículas se formaron. Sin importar el procesado, esta fase contiene generalmente elementos como Nb, Mo, Si, Fe y Cr [24].

Fase Sigma (σ): en las aleaciones Fe-Cr, que contienen más de 20% de Cr, aparece la fase Sigma (σ). Esta fase contiene una estructura compleja tetragonal, y tiende a nuclear en las fronteras de los Carburos $M_{23}C_6$ donde la estructura y la composición están relacionadas. En sistemas de aleaciones Ni-Cr, esta fase puede formarse teniendo 10 wt% Mo y más de 15 wt% Fe y algunos elementos que estabilizan esta fase como el Si y el W [24].

Fase Mu (μ): De acuerdo con Tawancy [35] la fase Mu tiene un tipo de composición A_6B_7 donde A puede constar del elemento Mo y/o W, mientras que B puede ser Fe y/o Co. Esta fase tiene una estructura cristalina hexagonal compacta y un sistema cristalino $D8_5$. No obstante algunos investigadores afirman que esta fase posee una estructura romboédrica, debido a que esto ocurre en aleaciones que contienen Cr con grandes adiciones de Mo, W y que son estabilizadas con Fe [24]. Las partículas de la fase Mu tienden a nuclear en los carburos M_6C , que son

estructuralmente y composicionalmente similares debido al Mo. Para ciertas aleaciones Ni-Cr-Mo-Fe, esta fase posee la siguiente composición química (Ni Cr Fe Co) (Mo W) [35].

Fase Ni₂M: Esta fase intermetálica posee una estructura tipo Pt₂Mo, esta fase precipita después de un tiempo prolongado a temperaturas cercanas a 600°C [24] [36]. Esta fase se conoce como Ni₂M o Ni₂(Cr, Mo) y tiene seis variantes y precipitados en los granos austeníticos [24]. Esta fase exhibe una morfología de copos de nieve y se distribuyen uniformemente en la matriz [37].

2.6 Recristalización

Se ha observado que las aleaciones base Níquel pueden recristalizar dinámicamente, no obstante la recristalización dinámica aumenta la ductilidad de la aleación [1], [38]. En este caso, se debe de controlar la microestructura, debido a que esta juega un papel importante en el proceso de un material a temperaturas elevadas, dado que los materiales con granos finos tienen mayor ductilidad en caliente y requiere cargas menores al ser maquinada, a diferencia de materiales con granos largos requieren de cargas mayores y son más difíciles de maquinar [39].

Los materiales deformados en caliente se pueden separar en 3 grupos, respecto a la recristalización (RXN) que se pueda llegar a presentar:

- Recristalización completa (RXD).
- Recristalización parcial (PRXD).
- Sin Recristalización (UNRXD).

En general, es necesario evitar la recristalización parcial para cumplir las especificaciones del cliente, dado que si existen cristales sin recristalizar de una deformación previa, no podrían recristalizar en deformaciones posteriores [22].

Estructuras finas y uniformes se pueden alcanzar deformando los materiales por debajo de la temperatura de inicio de recristalización (controlando el rolado) seguido de un tratamiento de recristalización por encima de la temperatura de recristalización estática. Este proceso es similar al rolado en frío con envejecido. Alcanzar estructuras finas y uniformes con las condiciones como si fuera rolado en caliente, requiere grandes deformaciones en temperaturas por encima de la temperatura de recristalización [38] [39].

2.7 Efectos de temperatura en el tamaño de los granos recristalizados.

Existe una correlación aparente entre la estructura de grano y la temperatura de deformación. Las diferencias entre las temperaturas se pueden atribuir a los efectos del rolado más que el eje de compresión, la química, los efectos de deformación y los pasos en el rolado, sin embargo existe una correlación importante [19].

2.8 Diagrama Tiempo-Temperatura-Transformación

Aun cuando la superaleación Inconel 625 fue diseñada para ser endurecer por solución sólida, esta presenta la formación y precipitación de fases, esto es de pendiente de la temperatura a la cual se envejece [40]. Un diagrama TTT (Time-Temperature-Transformation por sus siglas en inglés) es una herramienta útil para identificar la formación de estas fases. Aun cuando se han presentado algunos diagramas TTT de la Inconel 625, estos difieren en algunos aspectos. Las razones por las cuales estos pueden diferir se debe principalmente por dos razones principales; la primera es debido a la composición química del material usado al momento de determinar el diagrama TTT, la segunda es por la técnica para determinar la formación y/o transformación de fases [24].

Con los aspectos antes mencionados, un diagrama TTT de la Inconel 625 fue publicado por Kohler et al el cual se muestra en la Figura 2.6. Un tratamiento térmico es capaz de cambiar el diagrama TTT de una aleación, como por ejemplo un tratamiento de solubilización, donde el comportamiento de precipitación de la Inconel 625 cambio, así mismo Kohler et al propusieron un

diagrama TTT posterior a un tratamiento de solubilizado de esta aleación el cual se muestra en la Figura 2.7.

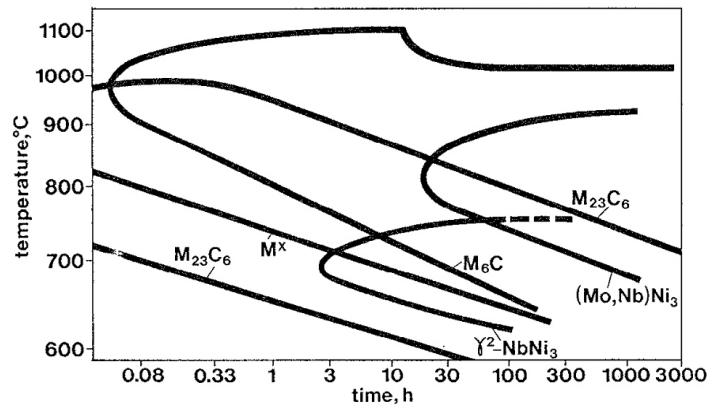


Figura 2.6.- Diagrama de tiempo-temperatura-transformación de la Inconel 625 [25].

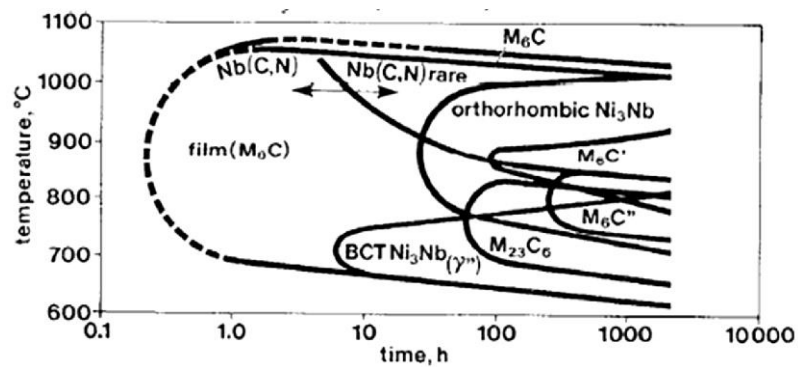


Figura 2.7.- Diagrama tiempo-temperatura-transformación de la Inconel 625 después de un tratamiento de solubilizado [25].

Algunas de las fases que más impactan en esta aleación es la Gamma Segunda (γ'') y la Fase Delta (δ), debido a su relación con las propiedades mecánicas de la aleación, es por esto que Mataveli et al caracterizaron esta aleación y publicaron un diagrama TTT donde encontraron los dominios de estas fases, este diagrama se muestra en la Figura 2.8.

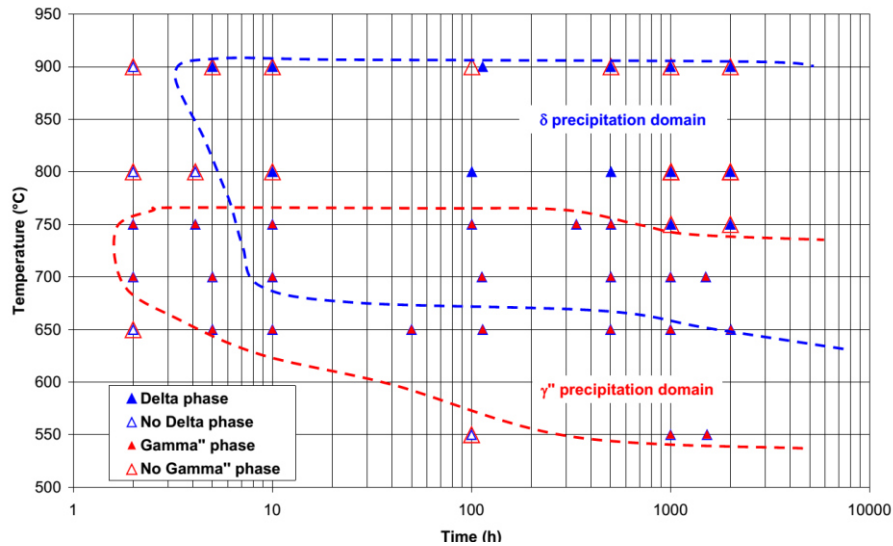


Figura 2.8.- Diagrama tiempo-temperatura-transformación de la Inconel 625, con los dominios de precipitación y transformación de las fases Gamma Segunda (γ'') y Fase Delta (δ) [26].

2.9 Planteamiento del Problema

Uno de los principales problemas en las superaleaciones es la ductilidad que presenta en relación a la temperatura a la que se desea forjar o conformar.

Es por eso que se realizó un estudio de esta relación dado que existe un rango de temperaturas en el cual la aleación, puede perder estas propiedades y al deformar el material, se presentan grietas internas o externas que pueden llegar a fracturar en algún proceso que conlleva el material para llegar a un producto final; otro de los problemas que se presenta es cuando el material se encuentra en servicio, donde presenta problemas de procesado, control microestructural, fractura o pérdidas de propiedades mecánicas y físicas [18] [20] [21].

2.10 Hipótesis

La evolución microestructural, la formación de fases secundarias y de precipitados ordenados (carburos) en la superaleación Inconel 625, son dependientes de las condiciones termomecánicas a las que es sometida.

2.11 Objetivos

2.11.1 Objetivo general

Determinar la evolución microestructural de una superaleación Inconel 625, sometida a diferentes condiciones termomecánicas.

Analizar el comportamiento microestructural de una superaleación Inconel 625 bajo diferentes procesos termomecánicos, con el fin de comprender su comportamiento a altas temperaturas, la formación de fases secundarias y precipitados de carburos.

2.10.2 Objetivos Particulares

1. Análisis microestructural de la aleación a diferentes temperaturas de deformación.
2. Determinar el efecto de un proceso termomecánico sobre la microestructura final de la aleación.
3. Caracterizar el material posteriormente de la deformación inducida en el material.
4. Caracterizar la superaleación Inconel 625 antes y después, de distintos trabajos termomecánicos.
5. Analizar la formación de precipitados y fases mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos x.
6. Determinar la temperatura de deformación y el tratamiento térmico óptimo para el desempeño de la aleación.

Capítulo 3

Trabajos termomecánicos

*“La vejez empieza, cuando se acaba la curiosidad”
José Saramago*

3.1 Introducción.

Un proceso de forjado en un material, en general involucra la introducción de calor y deformación para dar una forma deseada e impartirle propiedades mecánicas deseadas. Durante el proceso de trabajo de las superaleaciones, hay diferentes ciclos de procesos termo-mecánicos de calentamiento y deformación. Debido a eso las superaleaciones son sensibles a la historia de proceso, estos ciclos pueden llegar a tener un efecto importante sobre las propiedades finales, de un componente formado de una superaleación [2] [3] [41].

La predicción y control la microestructura durante estos procesos termomecánicos de los materiales metálicos en general, juega un papel importante ya que con respecto a la optimización de las propiedades de los servicios subsecuentes que tiene el producto final. Está establecido que los procesos como la recuperación dinámica, la recristalización dinámica continua y discontinua, la recristalización metadinámica, la recuperación y la recristalización estática, y el crecimiento del tamaño de grano pueden llegar a afectar cada uno, la microestructura final que se produce durante el proceso termo-mecánico.

La recuperación dinámica, es difícil para los materiales con baja energía de falla de apilamiento, como por ejemplo el hierro en su fase austenítica, el cobre y el níquel, así mismo en la Inconel 625. Por lo tanto una gran reserva de energía almacenada (por ejemplo: las dislocaciones) puede ser acumulada durante el trabajo en caliente y proporcionar la fuerza motriz para la recristalización dinámica discontinua y la recuperación [18].

La superaleación Inconel 625 es ampliamente utilizada para la aplicación de la industria aeronáutica, aeroespacial, química, nuclear, petroquímica e industria marina. La Inconel 625 contiene muchos elementos de aleación, que dan lugar a dificultades en la creación de elementos forjados con microestructuras controladas. Un forjado de precisión con control de la microestructura y de las propiedades mecánicas son esenciales para la forja de las superaleaciones. Es por esto que el procesamiento termo-mecánico se ha utilizado para el control de la microestructura y de las propiedades mecánicas incluyendo la resistencia, la termofluencia y las características de resistencia a la nucleación y así de la propagación de grietas por fatiga [18].

Los objetivos de los procesos de conformado en caliente como el laminado o forjado son la producción en masa de los bienes finales o del producto semifinal con las propiedades mecánicas y físicas deseadas, con la precisión de la forma. La naturaleza de los procesos de conformado en caliente es termo-mecánico, mientras que muchos factores influyen en las propiedades físicas del producto. Estos factores varían de los parámetros del proceso, como la temperatura, velocidad de herramental y la fricción, así como de los parámetros del material: la composición química y su microestructura [41] [42].

3.2 Mecanismos de deformación

La deformación plástica en un material metálico, depende del movimiento de las dislocaciones, donde estos últimos son imperfecciones en la estructura cristalina. Para la deformación inelástica de un cristal sin defectos, exige esfuerzos muy grandes, no obstante, mover una dislocación resulta más fácil [43] [44].

Los mecanismos de deformación de la Inconel 625 son diferentes, a diferentes temperaturas. A una temperatura baja, la deformación está dominada por el maclado. Mientras que para temperaturas altas el deslizamiento lo domina la deformación.

3.3 Sistemas de deslizamiento

En la gran mayoría de los materiales, la deformación plástica se produce debido al deslizamiento de planos cristalográficos específicos, estos llamados “planos de deslizamiento”. En los planos de deslizamiento, las dislocaciones se mueven con facilidad, debido a que estas son compactadas por el arreglo cristalográfico de los átomos de tipo compacto (CP), dichas dislocaciones se encuentran a una distancia lejana. En la Figura 3.1 se muestra los planos cristalográficos A y B, donde el deslizamiento es más fácil de lograr a lo largo de los planos A, ya que tienen un arreglo CP y las dislocaciones tienen una separación mayor [43] [44].

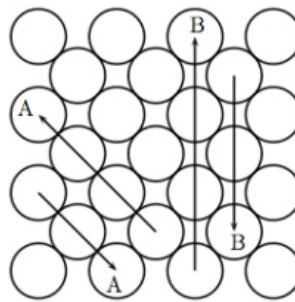


Figura 3.1.-Planos de deslizamiento para la Inconel 625 [43] [44].

Las dislocaciones en los planos de deslizamiento suelen moverse en direcciones preferenciales, llamadas direcciones de deslizamiento. Estas direcciones de deslizamiento son de un arreglo CP. Donde la combinación de un plano de deslizamiento con la dirección de deslizamiento la denominamos sistema de deslizamiento. En el caso del Níquel, el cual tiene una estructura cúbica centrada en el cuerpo (FCC), el deslizamiento preferencial se da a lo largo de los planos CP $\{111\}$ y en la dirección $\langle 110 \rangle$, donde se muestra en la Figura 3.2 [10].

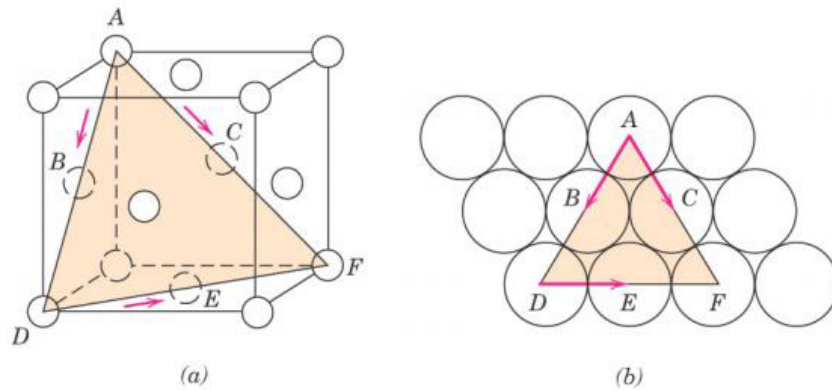


Figura 3.2.- a) Planos $\{111\}$ y b) direcciones $\langle 110 \rangle$ de deslizamiento en la celda unitaria [43] [44].

3.4 Maclado

Un límite de macla, es un tipo de límite de grano especial, ya que a través de la cual hay una simetría específica de tipo espejo en la red cristalográfica, es decir, los átomos de un lado de la frontera se encuentran en posiciones de imagen espejo de los átomos en el otro lado (visualizado en la Figura 3.3 [43]). Esta región de material entre los límites se denomina macla (twining en inglés). Las maclas se generan por deslizamientos atómicos que se producen al aplicar fuerzas mecánicas cortantes, de mismo modo se pueden llegar a formar durante los tratamientos térmicos de recocido, después de que el material haya sido deformado. Las maclas se producen de una forma definida, en consecuencia de un plano cristalográfico específico y en una dirección de deslizamiento específica, ya que estos dependen de la estructura cristalina. Las maclas de recocido se encuentran en materiales metálicos que tienen una estructura cristalina FCC, mientras que las maclas mecánicas se observan típicamente en los metales BCC y HCP [43] [44].

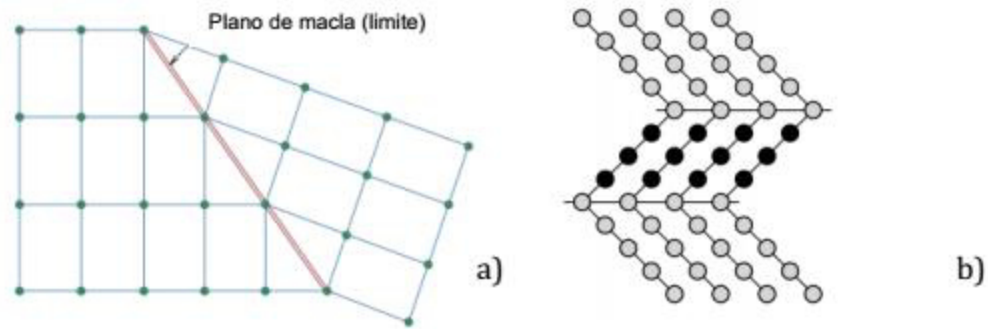


Figura 3.3.-a) Imagen espejo y límite de macla, b) ubicación atómica de la macla [43] [45] [46].

3.5 Forja abierta (Cogging)

Dado que las superaleaciones se obtienen en su mayoría en forma de lingotes, dichos lingotes se obtienen mediante el proceso de fusión de la metalurgia, no obstante no son adecuados ya que no poseen las propiedades físicas necesarias para aplicaciones mecánicas; debido a esto, los lingotes se deben de someter a un trabajo termo-mecánico con el fin de romper la estructura en bruto del vaciado y así poder reducir el tamaño de grano a niveles aceptables, es decir, de unas pocas decenas de milímetros a micras. A este proceso se le conoce como conversión de lingote y se logra mediante un proceso de forja abierta (*Cogging*, en inglés), donde el diámetro del lingote cilíndrico se reduce a un factor aproximado de 2 y su longitud es aumentada por un factor de 4 veces [47] [11].

El proceso de forja abierta se realiza en una serie de multi-pasos, debido a que involucra un trabajo en caliente, el lingote es colocado en un horno y se deja que hasta que alcance una temperatura adecuada, donde es manipulada por dados horizontales que ejercen una presión muy alta.

Uno de los propósitos que se tiene es de romper o modificar la microestructura de vaciado y/o la estructura dendrítica, antes mencionado, todo mediante compresiones repetidas, donde se tiene un patrón de 90°, 45° y 90° [47] [6].

La deformación aplicada al lingote causa recristalización sustancial, lo que puede llevar a una estructura de grano fino. Ya que el proceso es cíclico, se recalienta el lingote y se vuelve a deformar, hasta llegar a una geometría deseada. La Figura 3.4 muestra la operación del proceso de “Cogging” y la evolución microestructural durante el proceso y un ejemplo de sección transversal [47] [48].

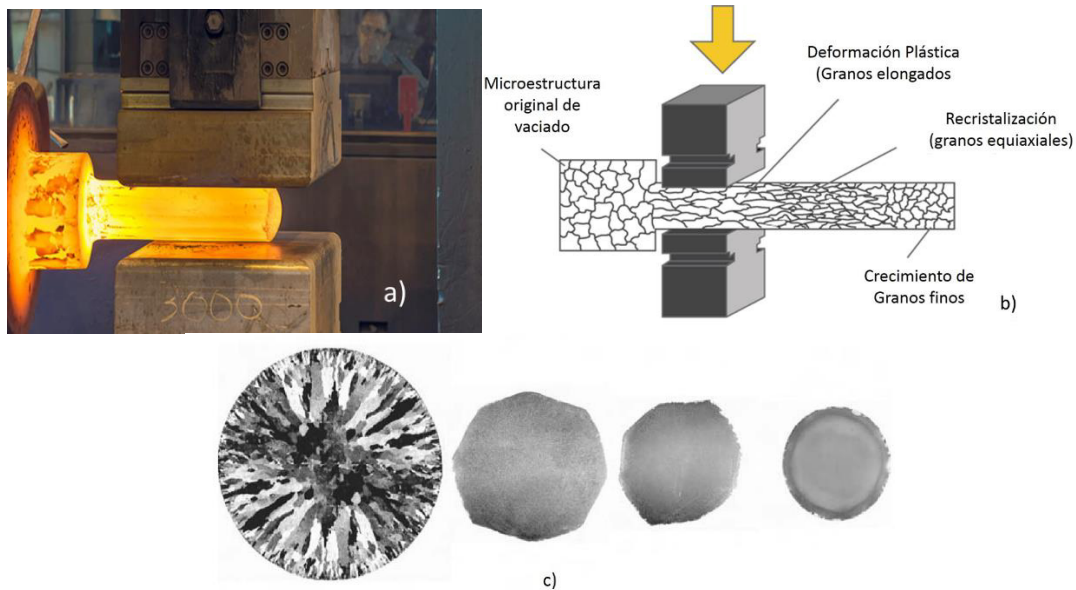


Figura 3.4.- (a) Operación de “cogging” para un trabajo de termomecánico de conversión de lingote, (b) seguimiento de la evolución microestructural durante la operación de “cogging”, (c) evolución microestructural durante el proceso de forja abierta “cogging” [6] [49].

3.6 Forjado

Uno de los objetivos que tiene la forja es darle la forma al cilindro de metal en una forma similar que el producto final tendrá, por ejemplo la de un anillo. La principal preocupación en esta etapa es no promover el crecimiento de un tamaño de grano excesivo. Aun sin importar el método usado, la forja es parte de un proceso termo-mecánico total, es decir, la forma no es el único factor en este proceso [6] [50].

La energía de trabajo en un proceso puede ser aplicada y manejada mediante el control de la temperatura y de la deformación, con el fin de dar las cualidades deseadas al componente, asumiendo que con el proceso de forja se intenta crear tanto la forma como la microestructura, con el fin de mejorar las

propiedades. Se puede decir que uno de los objetivos principales de un ciclo de forja, son el refinar uniformemente el tamaño de grano, controlando la formación y morfología de fases secundarias [2] [6].

La producción del disco a menudo tiene un proceso que se puede dividir en tres etapas, por lo general estas comprenden:

- a) Prensa por medio de forja con un dado abierto (upsetting by open-die forging en inglés), esto nos ayuda a producir un lingote con simetría axial con un espesor reducido y una mayor área de sección transversal.
- b) Bloqueo por medio de forja con un dado cerrado, esto para colocar secciones gruesas o finas, en los lugares más apropiados.
- c) Acabado, de igual manera por medio de forja con dado cerrado, para producir la forma del disco que se desea.

En estas tres etapas, las operaciones son realizadas cerca a la temperatura de solvus, esto nos ayuda a garantizar en caso de que el material recristalice, que el resultado sea de tener una estructura de grano más fina.

Sin embargo, el proceso de producción de discos o anillos no termina en la prensa, esto es solo el inicio, con el fin de dar una preforma al material y así poder continuar con la producción de estos. Después se requiere de un proceso de punzado, para darle a esta preforma un aspecto de dona y poder continuar con el proceso de conformado. En la Figura 3.5 se describe el proceso de elaboración de la preforma [51].

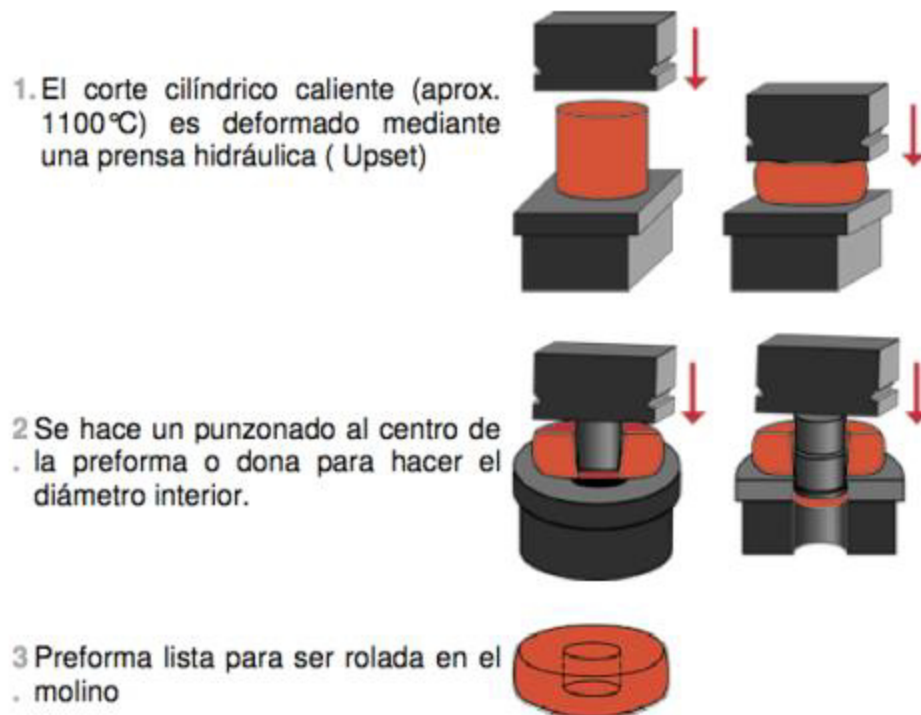


Figura 3.5.-Proceso de la elaboración de la preforma, con forma de dona [9] [11].

3.7 Rolado

El rolado es un proceso de conformado, para manufacturar forjas anulares tales como los discos o anillos con dimensiones precisas, donde el flujo de grano es circunferencial. El rolado de anillos requiere menos material de entrada, a diferencia de otros métodos de forja alternativos, donde se puede producir en cualquier cantidad.

El rolado de anillos en caliente, es un proceso avanzado que es usado normalmente para fabricar partes que tienen una geometría compleja, anillos de grandes dimensiones y de discos que pasarán a procesos posteriores. Este proceso posee características de deformar el material en tres dimensiones, con una linealidad baja, los anillos producidos no tienen costuras y sus aplicaciones incluyen guías de cojinetes antifricción, anillos de rotación, rodamientos de ruedas de ferrocarril, anillos de rotación y sin rotación, y otras aplicaciones como lo son para la industria aeroespacial, componentes de reactores nucleares por

mencionar algunas [52]. La Figura 3.6 muestra el proceso de rolado de un anillo o de un disco sin costura.

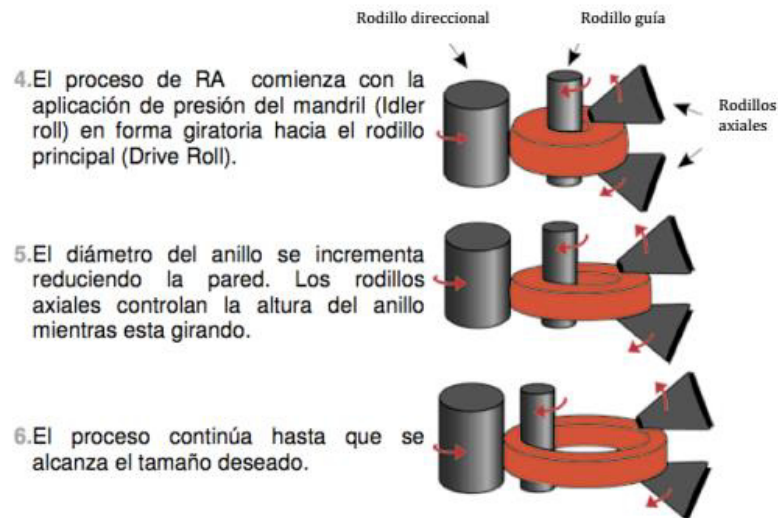


Figura 3.6.-Proceso de rolado de anillo sin costura [9] [11].

3.8 Tratamientos térmicos

Las superaleaciones, dependen en general de la aplicación de calor por un determinado tiempo, esto con el fin de poderlas preparar para un proceso mecánico subsecuente, no obstante, de igual manera se requiere aplicar calor para poder producir cambios químicos y microestructurales, es por esto, que un tratamiento térmico es de suma importancia, ya que debido a que se debe de diseñar teniendo un margen mínimo de error, con el fin que los cambios puedan presentarse y estos sean los más adecuados en base a la aplicación específica que se desea.

Un tratamiento térmico, es la aplicación de calor, esto para elevar la temperatura lo suficientemente, con el fin de poder llevar a cabo diferentes objetivos, los cuales pueden ser:

- Reducir los esfuerzos internos del material
- Permitir la distribución de los átomos inmersos en la aleación,
- Poder promover la recristalización y la formación de granos
- Promover el crecimiento de grano

- Poder disolver fases no deseadas presentes en la matriz
- Promover la formación de fases deseadas, debido a la precipitación desde solución sólida.

Algunos de los tratamientos térmicos que tienen mayor importancia pueden ser [2] [6]:

- Relevación de esfuerzos
- Recocido en proceso
- Recocido completo
- Recocido de solución
- Revestimiento
- Envejecimiento
- Endurecimiento por precipitación

3.8.1 Relevación de esfuerzos

La revelación de esfuerzos en las superaleaciones implica un balance en la liberación de los esfuerzos residuales y los efectos nocivos que pueden repercutir en las propiedades a alta temperatura y/o en su caso en la resistencia a la corrosión. El tiempo y la temperatura variaran considerablemente, ya que depende de la metalurgia y las características propias de la aleación, también influirá el tipo y la magnitud de dichos esfuerzos residuales, los cuales son resultado en el proceso anterior de conformado o fabricación. Frecuentemente la temperatura para este proceso se encuentra por debajo de la temperatura de recocido o de recristalización.

3.8.1 Recocido

Es muy común el aplicar un tratamiento recocido en las superaleaciones, donde se refiere a un recocido completo, debido a que se busca la recristalización completa y el logro del máximo ablandamiento. Este tratamiento es frecuentemente empleado en superaleaciones que serán forjadas, debido a que la dureza se ve reducida, al mismo tiempo la ductilidad se ve aumentada para procesos mecánicos posteriores, aunque en su mayoría son empleadas en

superaleaciones que no son endurecidas por precipitación, es decir, aquellas que son endurecidas por solución sólida.

En las superaleaciones, donde la precipitación de fases secundarias es el mecanismo principal de endurecimiento, el tratamiento térmico de recocido es un tratamiento de solubilizado o recocido de solución, esto con el propósito de poder disolver fases secundarias en solución sólida y así poder preparar la aleación para el proceso de envejecimiento para la precipitación de estas fases secundarias de manera controlada [10].

Capítulo 4

Metodología Experimental

*Tropezando se aprende a caminar.
Proverbio búlgaro*

4.1 Introducción

En este capítulo se presenta el material utilizado, la preparación de las muestras, los equipos usados y la metodología experimental seguida en este proyecto de investigación, el cual fue realizado en los laboratorios de posgrado de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León.

El presente estudio se realizó con una superaleación Inconel 625 la cual se recibió en forma semicircular de laja de billet, material empleado en el sector aeronáutico de la empresa FRISA, la cual aportó el material, con el fin de cumplir el objetivo del proyecto se realizaron ensayos de Dureza Rockwell C y microdureza Vickers, Análisis Metalográfico, detección de fases por medio de Análisis Térmico Diferencial (DTA) y Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y posteriormente con ensayos mecánicos de compresión en caliente a diferentes temperaturas y diferentes velocidades de deformación.

4.2 Material

El material estudiado en este trabajo es la superaleación Inconel 625, en Tabla 4.1 se muestra la composición química del material analizado, dichos datos fueron obtenidos del certificado de materia prima por medio de la empresa proveedora de la aleación.

Elemento	Porcentaje	Método de Prueba	Elemento	Porcentaje	Método de Prueba
Níquel (Ni)	Balance	XRF	Cobalto (Co)	0.10%	XRF
Cromo (Cr)	20.84%	XRF	Carbono (C)	0.046%	Cs-Cs
Molibdeno (Mo)	8.52%	XRF	Tantalio (Ta)	0.01%	XRF
Niobio (Nb)	3.34%	XRF	Silicio (Si)	0.5%	XRF
Hierro (Fe)	4.56%	XRF	Manganeso (Mn)	0.03%	XRF
Titanio (Ti)	0.32	XRF	Fosforo (P)	0.006%	XRF
Aluminio (Al)	0.25%	XRF	Azufre (S)	0.0003	XRF

Tabla 4.1.-Composición química en porcentaje de peso y el método de prueba empleado en el análisis de cada elemento: Fluorescencia de Rayos X (XRF), Combustión/Detección IR (Cs-Cs) [17].

Se inició con la aleación Inconel 625 en forma de medio disco con las dimensiones de 155.30 mm de diámetro y un espesor de 27.55 mm como se muestra en la Figura 4.1, el material fue seccionado y cortado mecánicamente en muestras de distintos tamaños, de esta forma se obtuvo 30 secciones de forma prismática cuadrangular donde se le dio un acabado final de manera mecánica, con las medidas de 10x10x15 mm, así como secciones de distintos tamaños para diferentes fines, los cuales se usaron dentro de este trabajo.

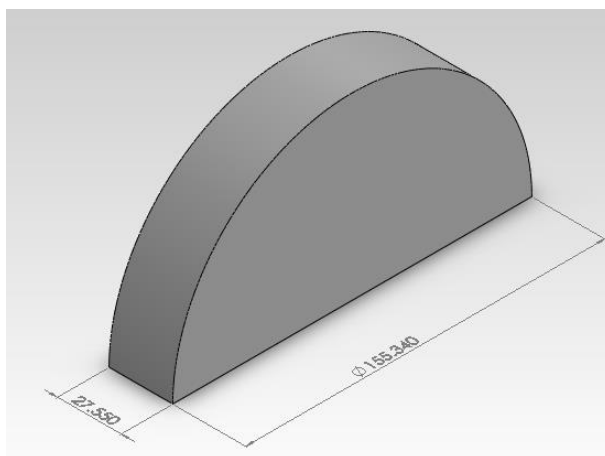


Figura 4.1.- Modelo de medio disco de la Inconel 625.

4.3 Metodología Experimental

El diseño experimental que se siguió en este trabajo fue: se realizó un análisis de microscopía óptica del material, para observar la microestructura presente, en base a dos condiciones: la condición a la que se recibió y después

de un tratamiento térmico de solubilizado a 1150°C. Posteriormente se realizó un análisis térmico de calorimetría de escaneo diferencial (DSC) en las condiciones a las que se recibió el material y posterior a un tratamiento térmico de solubilizado a 1150°C por 1 hora. A las muestras sin tratamiento y tratamiento térmico de solubilizado se les realizó un ensayo de dureza Rockwell C y Vickers. Se ensayó la superaleación Inconel 625 bajo trabajos termomecánicos a diferentes temperaturas de trabajo y distintas velocidades de deformación. A las muestras deformadas, se prepararon para un análisis metalográfico, microscopia electrónica de barrido y dureza Vickers.

La metodología experimental que se siguió en el presente trabajo se observa en la Figura 4.2.

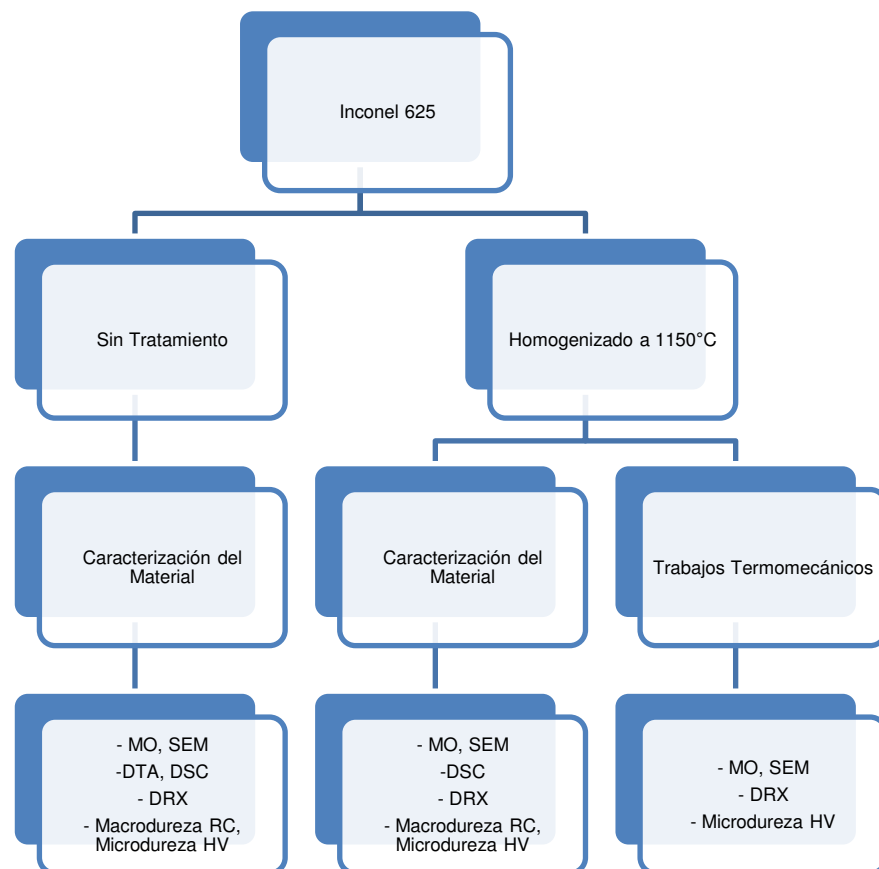


Figura 4.2.- Diagrama de la metodología experimental.

4.4 Tratamiento de Homogenización.

Para el tratamiento de Homogenización se utilizó un horno tipo mufla marca Thermo Scientific, donde se llevó la superaleación Inconel 625 a una temperatura de 1150°C durante 1 hora de isoterma. El horno que se utilizó se muestra en la Figura 4.3.

Las muestras se ingresaron en el horno desde su inicio de calentamiento para tener un mejor tratamiento de homogenizado y por protección del equipo, una vez que el horno alcanza la temperatura final, la isoterma que se mantuvo fue de 1 hora, posterior a esto se enfriaron en agua para tener un enfriamiento rápido y evitar precipitaciones de fases en la matriz.



Figura 4.3- Horno Tipo Mufla marca Thermo Scientific.

4.5 Preparación de Análisis Metalográfico

Para el análisis microestructural, dos piezas pequeñas de la aleación Inconel 625 fueron seccionadas mecánicamente, donde las dos muestras se prepararon para el análisis metalográfico, donde una se tiene en condición como se recibió el material, mientras que la otra se tiene en condición de homogenizado.

Las muestras fueron montadas en baquelita, esto se llevó a cabo utilizando un equipo Struers Modelo LaboPress-1, donde se calentó la resina a 180°C, manteniendo una presión durante 4 minutos de 30 KN; tras pasar este tiempo se tuvo un enfriamiento de 4 minutos.

Una vez que las muestras fueron montadas, se prosiguió con un desbaste mecánico y pulido de las mismas. Dichas muestras fueron tratadas en una pulidora modelo LaboPol-1, mediante el uso de varios grados de papel abrasivo de Carburo de Silicio (SiC), donde se siguió la secuencia de desde #80, #120, #280, #320, #500, #800, #1200, #2400, #4000 para el desbaste de las mismas, donde se alternó el ángulo de desbaste de 90° entre cada lija, hasta llegar a un acabado espejo. Para la etapa final de pulido se usó un paño tipo MD-Mol de la marca Struers con una suspensión de diamante de 3µm y 1µm, hasta un acabado tipo espejo.

Una vez pulida la aleación Inconel 625, habiendo obtenido un acabado espejo, esta fue atacada químicamente mediante el uso del reactivo Kalling's 4 [53] y el reactivo Marble's [21], ya que debido al alto contenido en Cr que favorece la resistencia a corrosión, se hace uso de estos reactivos para revelar la frontera de grano de la matriz, sin atacar fases secundarias y carburos presentes.

El reactivo Kalling's 4 tiene la siguiente composición química [53] [54]: 100 ml de Ácido Clorhídrico (HCl), 50 ml de Etanol (C₂H₆O) ,5gr de Cloruro Cúprico (CuCl₂). Mientras que el reactivo Marble's tiene la siguiente composición [18] [21] [22] [55] : 10 ml de Ácido Sulfúrico (H₂SO₄), 100 ml de Ácido Clorhídrico (HCL), 10 gr de Sulfato de Cobre (Cu₂SO₄).

4.6 Análisis Metalográfico y Tamaño de grano.

El análisis metalográfico se llevó a cabo por medio de la microscopía óptica. El microscopio óptico empleado para el análisis metalográfico fue un modelo marca Nikon de un máximo de 400X mostrado en la Figura 4.4 a), por medio de un software analizador de imágenes CLEMEX (ver Figura 4.4 b).



Figura 4.4.- a) Microscopio Óptico marca Nikon, b) software analizador CLEMEX.

Uno de los procedimientos, que usado para el ataque químico de la superaleación Inconel 625 fue el método de inmersión; el cual consta de tener un vidrio de reloj con el reactivo a usar (ver Figura 4.5), y posteriormente se sumerge la muestra un poco en la solución y se observa el cambio en coloración de la muestra pasando a un tono opaco (ver figura), después se enjuaga con agua en abundancia para que la solución no reaccione de más la superficie, otra opción es de enjuagar la muestra en abundancia con alcohol y se seca la muestra con aire a presión o con la ayuda de un secadora.

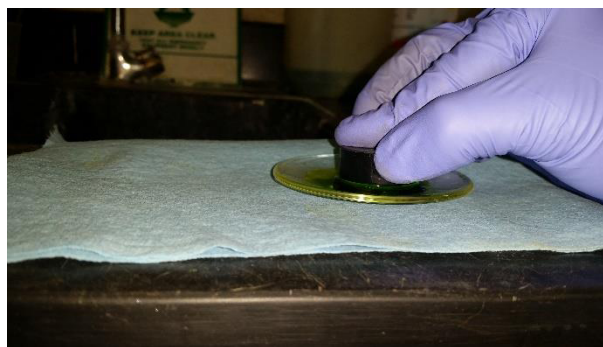


Figura 4.5.- Ataque químico de la superaleación Inconel 625.

Se obtuvo el tamaño de grano de acuerdo al estándar ASTM E-112, por medio del método estándar de comparación de imágenes de mapas graduados. En la Figura 4.6 se muestra las imágenes de los mapas graduados empleados en la obtención del tamaño de grano. En la Tabla 4.2 se muestra los valores de conversión para los promedios de tamaño de grano ASTM a micrómetros.

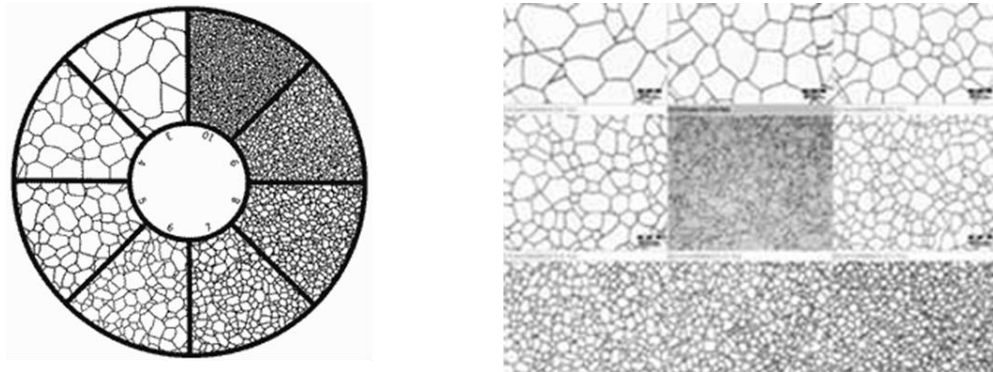


Figura 4.6. - Mapa graduado para la obtención del tamaño de grano [56].

Relación de tamaños de grano ASTM E-112	
Promedio diámetro D	
Tamaño de grano g	µm
00	508
0	359.2
0.5	302.1
1	254
1.5	213.6
2	179.6
2.5	150
3	127
3.5	106.8
4	89.8
4.5	75.5
5	635
5.5	534
6	449
6.5	37.8
7	31.8
7.5	26.7
8	22.5
8.5	19.8
9	15.9
9.5	13.3
10	11.2
10.5	9.4
11	7.9
11.5	6.7
12	5.6
12.5	4.7
13	4
13.5	3.3
14	2.8

Tabla 4.2.- Relación de promedios de tamaño de grano ASTM en Diámetros [56].

4.7 Dureza

4.7.1 Dureza Rockwell C

El ensayo de dureza Rockwell es un método para determinar la dureza de los materiales, es decir, la resistencia de un material a ser penetrado. Se pueden utilizar diferentes escalas que provienen de la utilización de distintas combinaciones de indentadores y cargas.

En el ensayo Rockwell se coloca un material con una superficie plana en la base de la máquina. Se le aplica una precarga menor de 10 Kgf para eliminar la deformación elástica y obtener un resultado mucho más preciso. Luego se aplica una carga que varía entre 60, 100 y 150 Kgf en compresión [57]. Posteriormente se retira dicha carga y se obtiene el valor de la dureza directamente en el indicador de la escala, se designa como HR.

Hay dos tipos de indentadores utilizados en este ensayo [57]:

- a) Esfera de acero endurecido (templado y pulido) de 1/16, 1/8, 1/4 y 1/2 pulgadas de diámetro. Se utiliza en materiales blandos como los aceros recocidos, en grados maleables de fundiciones de hierro y en una amplia variedad de metales no ferrosos.
- b) El indentador de diamante, el cual tiene una forma esfero-cónica donde el cono tiene un ángulo de 120° y el radio de la punta esférica es de 200 μm . Se utiliza en materiales duros como los que tienen carburos cementados y en el acero templado.

La dureza de la aleación Inconel 625 fue determinada mediante un durómetro marca Wilson modelo series 500 donde se seleccionó la escala Rockwell C en la cual se utiliza el indentador de diamante y se aplica una fuerza de 100 Kgf (ver Tabla 4.3). Se realizaron un total de 10 indentaciones por muestra, en la Figura 4.7 se muestra el durómetro utilizado.

Ensayos de dureza Rockwell C		
Inconel 625	Carga	Indentador
Sin Tratamiento	100	Indentador de diamante
Homogenizado		

Tabla 4.3.- Ensayo de dureza Rockwell.



Figura 4.7 .- Durómetro Wilson modelo Series 500.

4.7.2 Microdureza Vickers

El ensayo de microdureza Vickers es un método para medir la dureza de los materiales mediante un indentador de diamante con forma de pirámide, el ángulo comprendido entre las caras opuestas de la pirámide es de 136° . La dureza Vickers se define como la carga dividida por la superficie de indentación, esta zona se calcula a partir de mediciones microscópicas de las longitudes de las diagonales de la impresión [58]. Esta técnica es considerada como ensayo de microdureza debido a la magnitud de la carga y al tamaño del indentador, se designa la dureza en unidades denominadas HV o Hardness Vickers.

Para realizar este ensayo se necesita una cuidadosa preparación de la superficie de la muestra, para ello se requiere que las muestras sean montadas y pulidas hasta conseguir un acabado espejo (realizando el procedimiento antes mencionado para la preparación de análisis metalográfico).

La microdureza Vickers de la superaleación Inconel 625 fue determinada mediante un microdurómetro marca Shimadzu modelo HMV-2T (mostrado en la Figura 4.8) en el cual se utiliza como indentador una pirámide de diamante y se aplica una carga de 4.903 N por un tiempo de 15 segundos (ver Tabla 4.4). El equipo utilizado para realizar el ensayo cuenta con un dispositivo que realiza mediciones de las diagonales de las huellas del indentador, calculando automáticamente el valor de la dureza. Se realizaron un total de 10 indentaciones por muestra.

Para poder tener una buena indentación y medición de la microdureza de la Inconel 625, las muestras fueron desbastadas mecánicamente en una pulidora modelo LaboPol-1, mediante el uso de varios grados de papel abrasivo de Carburo de Silicio (SiC), donde se siguió la secuencia de desde #80, #120, #280, #320, #500, #800, #1200, #2400, #4000 para el desbaste de las mismas, donde se alternó el ángulo de desbaste de 90° entre cada lija, hasta llegar a un acabado espejo. Para la etapa final de pulido se usó un paño tipo MD-Mol con una suspensión de diamante DiaPro de 3µm y posteriormente de 1µm, hasta que el acabado espejo.

Ensayos de dureza Vickers		
Inconel 625	Carga	Indentador
Sin Tratamiento	4.903 N, 15 seg.	Indentador de diamante
Homogenizado		

Tabla 4.4 .- Ensayo de dureza Vickers.



Figura 4.8.- Microdurómetro Shimadzu modelo HMV-2T.

4.9 Difracción de Rayos X

La Difracción de Rayos X es una técnica no destructiva, que proporciona la estructura cristalina de un material. Cuando un haz monocromático, de una longitud de onda, del mismo orden de magnitud que el espaciamiento atómico del material interacciona con este. Los rayos X se dispersan en todas las direcciones; donde la mayor parte de la radiación dispersa por un átomo anula la dispersada por otros átomos; no obstante los rayos X que golpean ciertos planos cristalográficos a ángulos específicos se ven reforzados en vez de eliminados, se produce difracción.

La condición para que el haz de electrones se vea reforzado o para que exista una difracción, se debe de satisfacer la ley de Bragg [43] [[44].

$$\text{Sen } \theta = \lambda/2_{d_{hkl}} \qquad \text{Ecuación 4.1}$$

Donde el ángulo θ es la mitad del ángulo difractado y la dirección original del haz, λ es la longitud de onda de los rayos X y d_{hkl} es la distancia interplanar entre los planos que causan el refuerzo constructivo del haz. Dentro el equipo se encuentra un detector móvil de rayos X, que registra los ángulos 2θ en los cuales se difracta el haz, produciendo un patrón característico de difracción; conociendo la longitud de onda de los rayos X, se puede determinar la distancia

interplanar y por consiguiente la identidad de los planos que causan la difracción [43] [44].

El esquema de interacción del haz de electrones con la muestra se puede observar en la Figura 4.9, donde se tiene un haz incidente y un haz difractado. El Difractómetro consta de una fuente de rayos X que puede ser de Cobre, Molibdeno, Plata, entre otros elementos; y una cámara detectora de rayos X que mide la intensidad de los rayos difractados respecto al ángulo de incidencia, lo cual da un patrón de difracción o también llamado difractograma. Analizando este patrón se puede obtener los parámetros de red, los índices de los planos e difracción y fases presentes en el material.

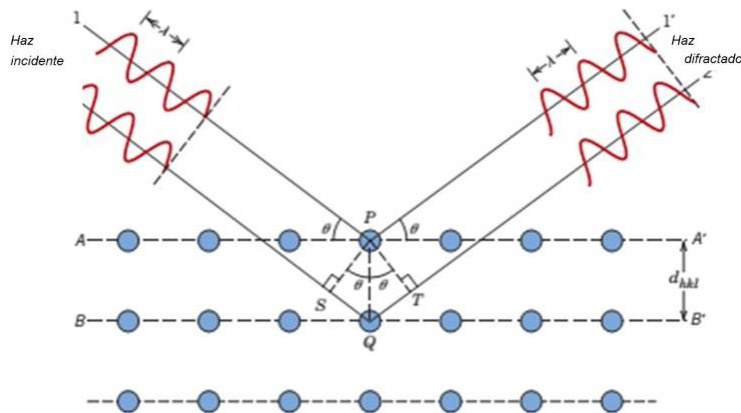


Figura 4.9.- Esquema de difracción de rayos X en el planos de átomos (A-A' y B-B'), donde se tiene el haz incidente y el haz difractado, y la condición de difracción, esto satisfaciendo la condición de la ley de Bragg.

$$(\text{Sen } \theta = \lambda / 2d_{hkl})$$

Ecuación 4.1) [43].

Se utilizó esta técnica para obtener la información de las estructuras cristalinas para cada condición, la cuales son las condiciones a las que se recibió el material, la condición de solubilizado y bajo cada condición termo-mecánica. La preparación de muestras es similar al apartado para en análisis metalográfico, donde se siguió un método de desbaste mecánico con el uso de papel abrasivo de Carburo de Silicio (SiC) con la secuencia que se siguió fue #80, #120, #280, #320, #500, #800, #1200, #2400, #4000, del mismo modo se alternó el ángulo de desbaste rotando la muestra entre cada lija por 90°, para darle un acabado más fino se utilizó un paño tipo MD-Mol con suspensión de

diamante de 3 μm . El ensayo de difracción de rayos X se realizó en un difractómetro marca Bruker modelo D8 Advance (ver Figura 4.10), la fuente de generación de rayos X en este modelo es por medio de $\text{Cu K}\alpha$ que tiene una $\lambda \approx 1.5406$ con un ángulo de 20° a 100° , el paso entre cada ángulo fue de 0.1 y el tiempo de 5 segundos, el voltaje de excitación fue de 40kV y el de corriente fue de 30mA; el equipo se ubica en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León.



Figura 4.10.- Difractómetro marca Bruker modelo D8 Advance.

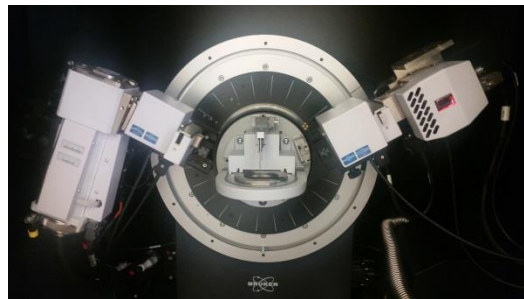


Figura 4.11.- Cámara de Difracción, del lado izquierdo se encuentra donde se generan los Rayos X, en el centro la muestra, y del lado izquierdo la cámara detectora de los Rayos X.

4.10 Análisis Térmico.

El análisis térmico se realiza en un material para medir las propiedades físicas en función del cambio de temperatura, esto elevándola hasta un rango que se desea, por ejemplo la temperatura de solvus. Esto también nos ayuda a determinar las temperaturas de formación y disolución de fases secundarias,

precipitación de fases ordenadas (carburos), recristalización, temperatura de Curie, etc.

En esta investigación, se usaron dos técnicas de análisis térmico las cuales fueron: Calorimetría de Barrido Diferencial (DSC) y Análisis Térmico Diferencial (DTA). Dentro de los equipos se tienen dos crisoles del mismo material, donde uno se usa como referencia y el otro se usa para el material a analizar. Ambos crisoles se calientan a una rampa de calentamiento y de enfriamiento programada en el software analizador.

Antes de realizar los experimentos, es necesario crear una Línea Base (Baseline), dado que es necesario tener las reacciones que presentan los crisoles. Para este experimento se usaron crisoles de alta Alúmina (Al_2O_3), ya que estos no presentan cambios alotrópicos durante un calentamiento o enfriamiento.

Para realizar estos experimentos, se prepararon las muestras en determinados rangos de peso y dimensiones. El método que se siguió para la preparación de muestras fue mediante un desbaste mecánico, para poder realizar el desbaste mecánico se usó un cilindro de baquelita donde se adhirió la muestra con un pegamento de secado rápido como se muestra en la Figura 4.12; para el desbaste mecánico se usó un papel abrasivo de Carburo de Silicio (SiC), siguiendo la secuencia de #80, #120, #280, #320, #500, #800, #1200, #2400, #4000, donde se fue alternando el ángulo de desbaste con un ángulo de 90° entre cada lija, hasta llegar a un acabado tipo espejo, se usó un paño tipo MD-Mol con suspensión de diamante de $3\ \mu\text{m}$, para su acabado espejo, después de haber llegado al acabado espejo por un lado, se prosiguió a pulir el lado faltante, solo que la secuencia es diferente, ya que en este punto es importante tener un control del peso de las muestras, la secuencia que se siguió fue de la #800, #1200, #2400, #4000, donde también se alternó el ángulo de desbaste con 90° de giro entre cada lija, se dio un acabado espejo con el uso de un paño tipo MD-Mol con suspensión de diamante de $3\ \mu\text{m}$.



Figura 4.12.- Muestra de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) o de Análisis Térmico Diferencial (DTA) antes de pulir.

Una vez que la muestra se obtuvo en el rango de peso necesario, se realizó un electropulido con una solución de: 70% de Ácido Acético ($C_2H_4O_2$), 30% de Acido Perclórico ($HClO_4$), la muestra fue sometida a 40 V por 1 min en la solución electrolítica [53]. Para el electro-pulido se siguió el siguiente esquema (ver Figura 4.13). La fuente de poder usada para el electro-pulido fue un modelo Mastech DC Power Supply HY5005E-2 (ver Figura 4.14), donde la terminal negativa de la fuente se conecta a la muestra con unas pinzas de acero inoxidable para tener un control de las muestras sobre la solución, mientras que la terminal positiva de la fuente se conecta la cazuela de Acero Inoxidable (ver Figura 4.15). Para poder realizar el electropulido la muestra se sumerge en la solución y como antes mencionado se mantiene de 1 a 5 min dependiendo de la evolución del mismo (ver Figura 4.16). Se recomienda hacer varios intervalos de tiempo para evitar pérdidas excesivas de material ya que por este método se puede presentar.

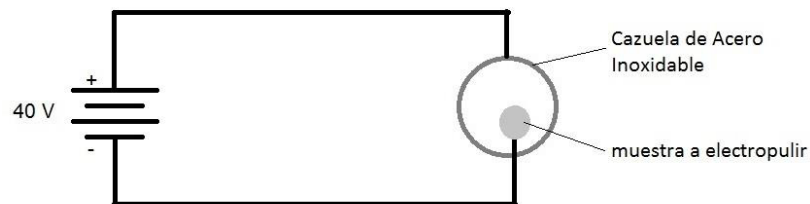


Figura 4.13.- Circuito de electro pulido.



Figura 4.14.- Fuente de poder Mastech DC Power Supply HY5005E-2.

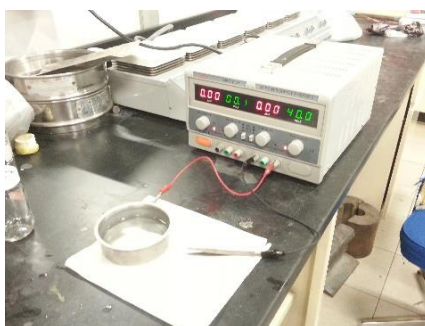


Figura 4.15 .- Conexión de la fuente con la muestra para realizar el electro-pulido.



Figura 4.16.- Electropulido de la Inconel 625.

4.10.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) es una técnica que se usa comúnmente para medir la cantidad de energía absorbida o liberada con una rampa de calentamiento y una rampa de enfriamiento determinada, donde se puede tener una isoterma [59].

Para el análisis de Calorimetría de Diferencial de Barrido (DSC), una sección de la aleación Inconel 625 fue maquinada en forma de cilindro teniendo las siguientes dimensiones: 6 mm de diámetro por 70 mm de longitud. Del cilindro obtenido se sacaron pequeñas muestras de aproximadamente 3 mm de altura.

Posteriormente para obtener el peso requerido para esta prueba se desbastan las muestras hasta un acabado espejo por los 2 lados, teniendo un rango de peso que puede ir desde 20 mg hasta los 45 mg, no obstante se recomienda un rango de peso similares o cercanos, para que los termogramas puedan ser mejor interpretados.

El equipo que se utilizó para este ensayo fue un DSC marca Netzsch modelo DSC 404 F3 Pegasus (ver Figura 4.17). Las condiciones a las que corrió este experimento son descritas en la Tabla 4.5.



Figura 4.17.- Equipo de DSC marca Netzsch modelo DSC 404 F3 Pegasus.

Experimentos DSC						
Condición	Temperatura Inicial	Temperatura Final	Calentamiento	Isoterma	Enfriamiento	Crisol
Sin Solubilizado	25°C	760°C	10 K/min	30 min	15 K/min	Al ₂ O ₃
Sin Solubilizado	25°C	900°C	10 K/min	30 min	15 K/min	Al ₂ O ₃
Sin Solubilizado	25°C	930°C	10 K/min	30 min	15 K/min	Al ₂ O ₃
Sin Solubilizado	25°C	1200°C	10 K/min	N.A.	15 K/min	Al ₂ O ₃
Solubilizado	25°C	1150°C	10 K/min	N.A.	15 K/min	Al ₂ O ₃
N.A.= no aplicado, Atmosfera de Argón						

Tabla 4.5.- Tabla de experimentos de DSC aplicados en la superaleación Inconel 625.

4.10.2 Análisis térmico diferencial (DTA)

El Análisis Térmico Diferencial mide la diferencia de temperaturas entre una muestra y un material de referencia en función de la temperatura de la muestra y la referencia se someten a un programa controlado de temperatura [59].

Mediante este programa de temperatura, el calentamiento es de forma lineal con el tiempo y se controla la diferencia de temperatura (ΔT) entre la muestra (T_s) y la de referencia (T_r), de manera que se puede llegar a una relación de ambas temperaturas donde se puede expresar como $\Delta T = T_s - T_r$ y se representa frente a la temperatura para dar un termograma diferencial. [59].

En el campo de la metalurgia se hace uso del Análisis Térmico Diferencial (DTA), para el análisis de detección de formación, disolución y/o transformación de fases, de las temperaturas de transición de un material, las cuales pueden ser cambios alotrópicos o de recristalización [59].

Para el Análisis Térmico Diferencial (DTA por sus siglas en ingles), una sección de la aleación Inconel 625 fue maquinada en forma de cilindro teniendo las siguientes dimensiones: 4 mm de diámetro por 50 mm de longitud. Del cilindro obtenido se sacaron pequeñas muestras de aproximadamente 3 mm de longitud.

Los ensayos se llevaron a cabo en un DTA marca Linseis modelo STA PT 1600 (ver Figura 4.18), las condiciones del experimento se describen en la tabla.



Figura 4.18.- DTA Marca Linseis modelo STA PT 1600.

Experimentos DTA					
Condición	Temperatura Inicial	Temperatura Final	Calentamiento	Enfriamiento	Crisol
Sin Solubilizado	25°C	1200°C	10 K/min	15 K/min	Al ₂ O ₃
Solubilizado	25°C	1200°C	10 K/min	15 K/min	Al ₂ O ₃
Atmosfera de Argón					

Tabla 4.6.- Tabla de experimentos de DTA aplicados en la superaleación Inconel 625.

4.11 Ensayo de compresión

Las propiedades mecánicas de un material determinan el comportamiento de este durante la aplicación de alguna carga o fuerza. Para esto existen tres tipos de ensayos: tensión, compresión y cortante.

Para obtener las propiedades mecánicas del material se realizaron ensayos de compresión en caliente, los cuales fueron efectuados en un Sistema Gleeble 1200, equipada con un inductor para calentar las muestras, mostrada en la Figura 4.19.



Figura 4.19.- Sistema Gleeble 1200 D

Las probetas que se utilizaron para realizar los ensayos mecánicos fueron seleccionadas de la zona central donde, la microestructura en estas zonas es muy similar, la Figura 4.20 muestra la distribución de donde fueron tomadas las probetas, en la Figura 4.21 se observan las probetas maquinadas, cada probeta tiene un radio de $7 \pm 0.25\text{mm}$ y una altura de $10 \pm 0.13 \text{ mm}$ esto de acuerdo al estándar ASTM E-209; una vez ensayadas las probetas éstas fueron enfriadas en aire, con el fin de mantener la microestructura final durante la deformación en caliente.

Para el análisis de las curvas de esfuerzo deformación se usaron las ecuaciones Ecuación 4.2 y Ecuación 4.3 respectivamente para el cálculo de la deformación verdadera y esfuerzo verdadero [60].

$$\sigma = \frac{\text{Fuerza}}{\left(\frac{\left(\frac{\pi d_o^2}{4} \right) H_o}{H_o + \Delta H} \right)}$$

Ecuación 4.2.- Ecuación de esfuerzo verdadero [60].

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{H_o + \Delta H}{H_o}\right)$$

Ecuación 4.3.- Ecuación de la deformación verdadera [60].

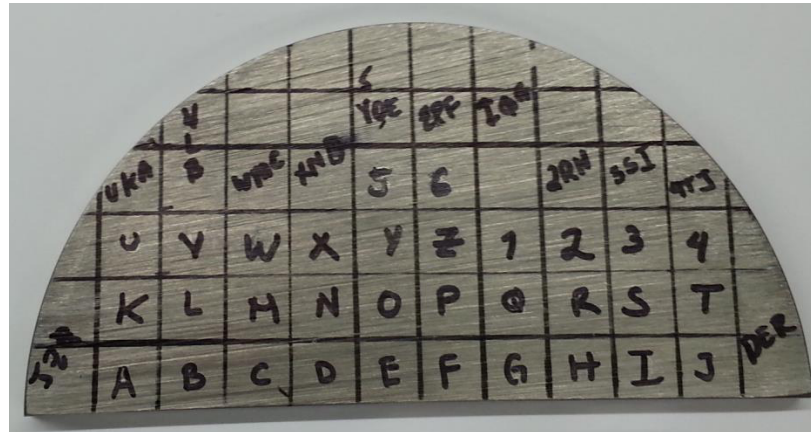


Figura 4.20.-Distribución de cortes del material.

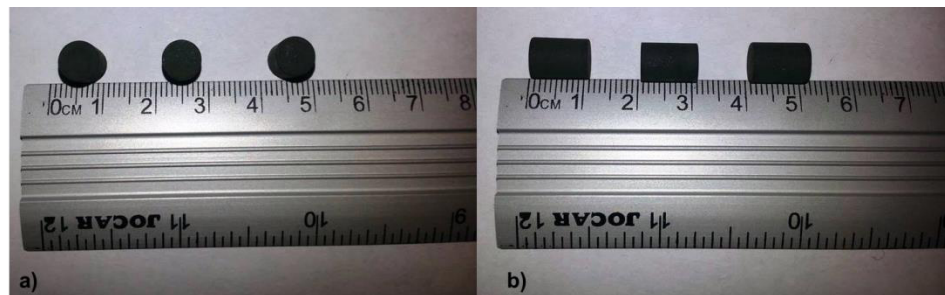


Figura 4.21.- Imágenes de las Probetas de compresión antes de ser ensayadas a) diámetro de la probeta, b) altura de la probeta.

Figura 4.22.- Plano de muestras cilíndricas de compresión en caliente

Los parámetros que se siguieron en los ensayos de compresión, se eligieron para ver los efectos que se tiene en la aleación Inconel 625, ya que se estudió la evolución microestructural que esta tiene en relación de la temperatura con la velocidad de deformación, para observar la precipitación de fases secundarias y carburos. Estos parámetros se muestran en la Tabla 4.7 y la Tabla 4.8 respectivamente.

Así mismo el cálculo de las velocidades fueron determinadas con la Ecuación 4.4, donde también se muestra el desarrollo de los cálculos.

$$v = \dot{\epsilon} * h$$

Ecuación 4.4.- Ecuación para el cálculo de la velocidad de herramienta en función de la velocidad de deformación [58].

$$\dot{\epsilon} = 1 * 10^{-1} s^{-1}$$

$$\dot{\epsilon} = 1 * 10^{-2} s^{-1}$$

$$v = \dot{\epsilon} * h$$

$$v = \dot{\epsilon} * h$$

$$v = \left(1 * 10^{-1} \frac{1}{s}\right) * (10mm)$$

$$v = \left(1 * 10^{-2} \frac{1}{s}\right) * (10mm)$$

$$v = 1 \frac{mm}{s}$$

$$v = 1 * 10^{-1} \frac{mm}{s}$$

$$v = v * 60 \frac{s}{min}$$

$$v = v * 60 \frac{s}{min}$$

$$v = 60 \frac{mm}{min}$$

$$v = 6 \frac{mm}{min}$$

Temperatura de trabajo	Velocidad de deformación inicial	Velocidad de cabezal
600°C	0.1 s ⁻¹	60 mm/min
700°C	0.1 s ⁻¹	60 mm/min
900°C	0.1 s ⁻¹	60 mm/min
950°C	0.1 s ⁻¹	60 mm/min
1000°C	0.1 s ⁻¹	60 mm/min
1050°C	0.1 s ⁻¹	60 mm/min

Tabla 4.7.-Matriz de ensayos con una velocidad de 60 mm/min.

Temperatura de trabajo	Velocidad de deformación inicial	Velocidad de cabezal
600°C	0.01 s ⁻¹	6 mm/min
700°C	0.01 s ⁻¹	6 mm/min
900°C	0.01 s ⁻¹	6 mm/min
950°C	0.01 s ⁻¹	6 mm/min
1000°C	0.01 s ⁻¹	6 mm/min
1050°C	0.01 s ⁻¹	6 mm/min

Tabla 4.8.-Matriz de ensayos con una velocidad de 6 mm/min.

4.11.1 Efectos de compresión en caliente

En pruebas de compresión en caliente, la fricción tiene una influencia detrimental en el flujo de esfuerzos que se generan a través del proceso y es por eso que la corrección de las curvas de esfuerzo-deformación con un comportamiento real es importante para los diseñadores e investigadores [61].

Convencionalmente en pruebas de compresión en caliente, la fricción lleva a una deformación heterogénea y crea tres zonas de deformación en las muestras como se muestran en la Figura 4.23(a) y (b), las cuales son [61]:

- 1) Zona de metal muerta (DMZ): la cual es cuando el metal se encuentra en contacto en la parte superior e inferior con los herramientas y esta permanece estacionaria durante la prueba.
- 2) Zona de deformación moderada cerca de la superficie exterior de las muestras.
- 3) Zona de corte intenso donde la deformación se concentra en zonas justo fuera de la zona de metal muerta.

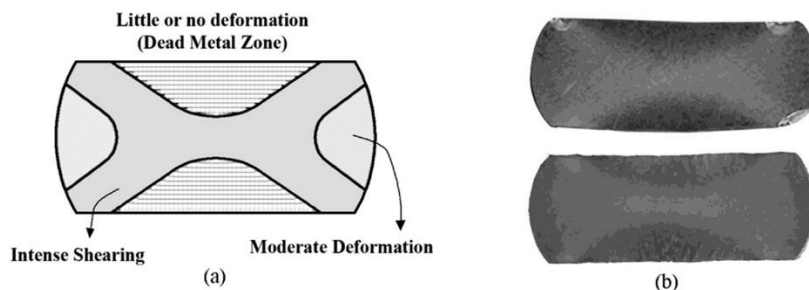


Figura 4.23.- En la figura (a) se muestran las zonas que se desarrollan en una muestra de compresión de caliente, en la figura (b) evidencia experimental de la existencia de estas zonas en muestras post prueba de compresión en caliente (macro ataque electrolítico con ácido nítrico) [61].

4.12 Tratamientos Térmicos.

En base a diagrama TTT (el cual se muestra en la Figura 4.24) y a los análisis térmicos de DTA y DSC, se realizaron una serie de tratamientos térmicos, los cuales fueron realizados en un horno tipo mufla marca Thermo

Scientific, en la tabla se especifican las temperaturas y el tiempo que se mantuvo la isoterma. El horno que se utilizó se muestra en la Figura 4.3.

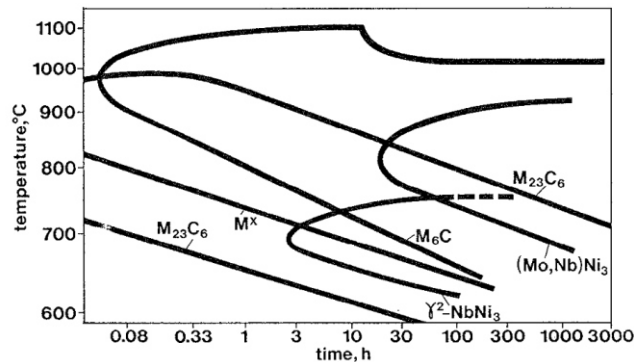


Figura 4.24.- Diagrama Tiempo-Temperatura-Transformación de la Inconel 625 sin solubilizado [25].

Temperatura de Tratamiento térmico	Tiempo
760°C	15 min, 30 min, 1 hr, 2 hr, 4 hr
900°C	15 min, 30 min, 1 hr, 2 hr, 4 hr
930°C	15 min, 30 min, 1 hr, 2 hr, 4 hr

Tabla 4.9.- Tabla de Tratamientos Térmicos.

4.13 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

En la Microscopia Electrónica de Barrido (SEM por sus siglas en inglés), un haz de electrones incide en una muestra, normalmente tiene una aceleración por encima de 40 keV, y se realiza un barrido a través de un patrón con líneas paralelas. Debido a la incidencia de estos electrones, se generan varias señales, estas señales son captadas para formar una imagen o se pueden analizar la superficie de la muestra, las cuales son electrones secundarios que tienen una energía de algunas decenas de eV, electrones retro-dispersados que tienen una alta energía, y rayos X característicos [62].

Davisson y Germer en 1927, estipularon de acuerdo a sus experimentos, que los electrones pueden ser reflejados en muestras grandes (bulk specimen). Sin embargo otra posibilidad es que los electrones primarios administran energía

a los electrones atómicos presentes en el sólido. Debido a la interacción de los electrones transmitidos y los electrones en el sólido, estos pueden ser liberados como electrones secundarios (secondary electrons). Dado que estos electrones son emitidos en un rango de energía, dificulta enfocarlos para la formación de una imagen con lentes electrónicos [63].

En esta técnica, se hace uso de la óptica electrónica para desmagnificar el tamaño de la fuente de electrones, donde las fuentes más comunes pueden ser: láminas de Tungsteno (W), LaB₆, emisores Schotkky o puntas de emisión de Tungsteno (W) [62] [63].

En un microscopio de barrido electrónico se emplea un escaneo horizontal a través de la muestra en dos direcciones perpendiculares (eje X y eje Y). En el eje X el barrido es relativamente rápido y es generada por un generador de ondas tipo sierra, la cual opera en una frecuencia f_x . Las bobinas (coils) generan un campo magnético en la dirección Y, esto crea una fuerza en el electrón que lo permite viajar en la dirección Z, y esta se refleja en la dirección X (Figura 4.25) [63].

El barrido del eje Y es más lento, este es generado por un segundo generador de onda tipo sierra, este corre a una frecuencia de $f_y=f_x/n$, donde n es un integrador [63].

Es importante destacar que la cámara donde se encuentra la muestra, opera bajo condiciones de alto vacío, que puede ser por encima de 1×10^{-4} Pa, el voltaje de aceleración es arriba de los 30 kV, dependiendo de la fuente de generación de electrones el vacío que tiene la cámara es alrededor de los 1×10^{-8} Pa [62], [63].

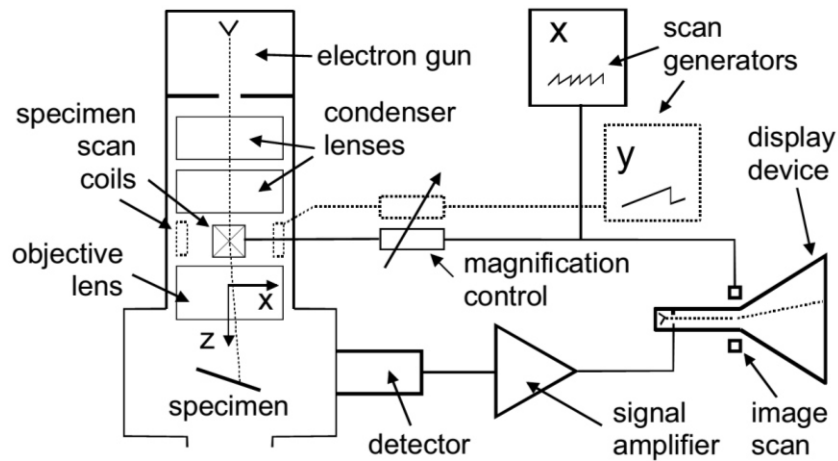


Figura 4.25.- Diagrama esquemático de un microscopio de barrido electrónico con display de TRC [/63].

En el SEM, una vez que se incide el haz de electrones, se pueden obtener diferentes señales, las cuales pueden ser:

- Electrones Secundarios (Secondary Electrons),
- Electrones retrodispersados (Backscattered Electrons),
- Rayos X Característicos (Characteristic X-Ray).

estos se ilustran en la Figura 4.26.

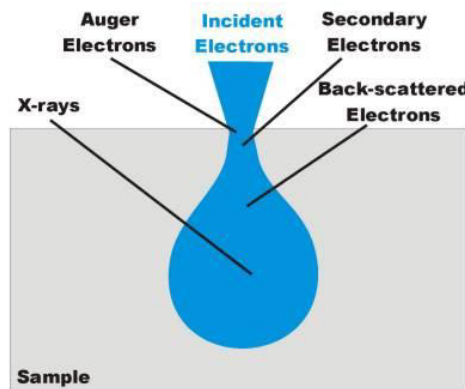


Figura 4.26.- Esquema de las señales resultantes por la incidencia de un haz de electrones en un microscopio de barrido electrónico (SEM).

4.12.1 Electrones Secundarios (Secondary Electrons).

Los electrones secundarios, son aquellos que escapan de la muestra con una energía por debajo de los 50 eV, usualmente expulsados de los orbitales del átomo debido al haz de electrones. Estos proveen una imagen con alta

resolución espacial. Estos electrones provienen de la superficie de la muestra, estos pueden proveer información topográfica, sin embargo algunos electrones retrodispersados son detectados por el detector de electrones secundarios [64].

4.13.2 Electrones Retrodispersados (Backscattered Electrons).

Los electrones retrodispersados son aquellos que inciden cerca del núcleo atómico, estos son dispersados cerca de un ángulo grande para ser expulsados a la superficie.

A diferencia de los electrones secundarios, estos no son tan abundantes, sin embargo, los electrones retrodispersados tienen una alta energía. Las imágenes de estos electrones, tienen una menor resolución debido a que interactúan a una profundidad mayor de la muestra, estos proveen información composicional (elementos con alta masa atómica tienen un contraste mayor), también nos pueden proveer información cristalográfica [64].

4.13.3 Rayos X Característicos.

Los Rayos X característicos son generados por los átomos cuando la partícula incidente de alta energía expulsa un electrón de la capa interna y capa externa, dando lugar a un salto energético de un nivel superior a uno menor, esto da como resultado la emisión de rayos X característicos para la conservación de energía [64].

Los rayos característicos tienen una longitud de onda definida para cada elemento dada la naturaleza del salto energético (por ejemplo de L a K, de M a L etc.), esto nos da información de la composición química de la muestra en un punto definido [64].

4.13.4 Preparación de muestras para análisis del Microscopio Electrónico de Barrido.

La preparación de muestras para el análisis en el Microscopio Electrónico de Barrido, se sigue el mismo método de desbaste mecánico antes mencionado en el apartado de microscopía óptica, siguiendo una secuencia de papel abrasivo de Carburo de Silicio (SiC) con un seguimiento de #80, #120, #180,

#220, #320, #500, #800, #1200, #2400, #4000, hasta llegar a un acabado tipo espejo, seguido se dio un pulido con un paño tipo MD-mol con una suspensión de diamante Dial-Pro de 3 μm , y un paño tipo MD-Nap con una suspensión de diamante de 1 μm . Una vez habiendo terminado este pulido se prosiguió a aplicar un electropulido con la solución antes mencionada en el apartado de este capítulo de Análisis Térmico y se reveló la microestructura con el reactivo Kalling's 4, antes mencionado en el apartado de Análisis metalográfico.

Capítulo 5

Discusión de Resultados

*“Never lose the child wonder.
It’s just too important.
It’s what drives us help others”.
The last Lecture de Randy Pausch*

5.1.- Introducción.

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos, siguiendo la metodología antes presentada en el capítulo 4, además se discuten dichos resultados como preámbulo de las conclusiones que se mostraran al final de este trabajo.

5.2 Microscopia Óptica

El análisis de Microscopia Óptica revelo la microestructura de la aleación Inconel 625, la cual muestra granos equiaxiales, con maclas efecto por el posible proceso de VIM/VAR y de la naturaleza austenítica de la matriz dada la baja energía de empaquetamiento, presenta algunos precipitados ordenados de Carburos en las fronteras de grano y en el interior del mismo.

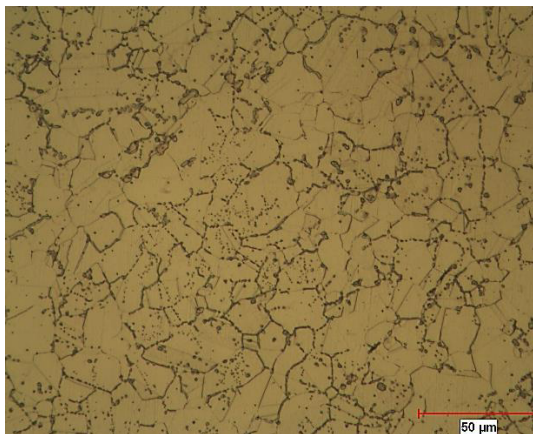


Figura 5.1.- Microestructura de la aleación Inconel 625 sin tratamiento de solubilizado.

En la Figura 5.2 se muestra la microestructura de la Inconel 625 posterior a un tratamiento de solubilizado a 1150°C por 1 hora. La microestructura revela la existencia de algunos carburos, los cuales suelen ser primarios ya que estos requieren de una mayor temperatura para ser disueltos, estos llegan a disolverse cercanos a la temperatura de fundición que es por encima de los 1350°C-1400°C; también la microestructura muestra aun la existencia de algunos cristales con maclas y otros donde desaparecen, y granos de mayor tamaño producto de la recristalización secundaria.

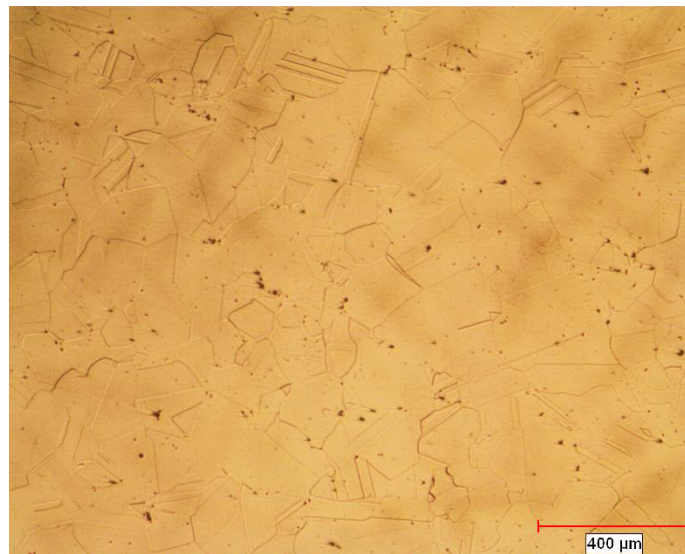


Figura 5.2.- Microestructura de la aleación Inconel 625 con tratamiento de solubilizado a 1150°C.

5.3 Dureza

5.3.1 Dureza Rockwell C

La

Prueba	Cantidad HRC	Vickers HV
1	42	410
2	42	410
3	35	344
4	36	352
5	35	344
6	39	382

7	40	392
8	42	410
9	37	362
10	36	352
Máxima	42	410
Media	38	377
Mínima	35	344
Desviación estándar	2.8	26.74995327

Tabla 5.1 muestran las mediciones de las durezas registradas para el material una vez que se recibió, donde se muestran a su vez el valor mínimo, valor promedio, valor máximo y la desviación estándar. Donde se registró unas mediciones en el rango de 35-42 de dureza en escala HRC, esto debido al tamaño de grano y química del material.

Prueba	Cantidad HRC	Vickers HV
1	42	410
2	42	410
3	35	344
4	36	352
5	35	344
6	39	382
7	40	392
8	42	410
9	37	362
10	36	352
Máxima	42	410
Media	38	377
Mínima	35	344
Desviación estándar	2.8	26.74995327

Tabla 5.1.- Tabla de Durezas HRC de la Inconel 625 sin tratamiento de solubilizado.

La Tabla 5.2 muestran las mediciones de las durezas registradas para el material con un tratamiento de solubilizado, donde se muestran a su vez el valor mínimo, valor promedio y valor máximo, se registró un rango de 24 a 27 de dureza en escala HRC. Donde se puede observar un decremento de la dureza de la aleación producto del tratamiento de solubilizado y del crecimiento del

tamaño de grano, debido a la relación del tamaño de grano con la dureza del material.

Prueba	Cantidad HRC	Vickers HV
1	25	260
2	24	255
3	24	255
4	26	265
5	27	275
6	26	265
7	27	275
8	26	265
9	27	275
10	26	265
Máxima	27	275
Media	26	265
Mínima	24	255
Desviación estándar	1.077032961	7.2284161

Tabla 5.2.- Tabla con las mediciones de dureza obtenidas de la aleación después de ser sometida a un tratamiento de solubilizado.

En las siguientes tablas se muestran se muestran las mediciones de dureza Rockwell C de muestras envejecidas a diferentes temperaturas donde se muestran con los valores mínimos, valores máximos, valor promedio y una

desviación estándar calculada. Donde se observa que algunas indentaciones el valor sube a comparación de las medidas antes obtenidas, esto debido a que la indentación es local, también se observa un cambio en la dureza dependiente de la zona debido a la diferencia en tamaño de grano, presencia de fases que ayuden a aumentar la dureza la Inconel 625 o en su defecto que propicien la disminución de la misma.

En la Tabla 5.3 se muestran las mediciones de dureza Rockwell C de muestras envejecidas a 760°C por diferentes intervalos de tiempo, donde se observa un pequeño incremento al estar expuesta la superaleación a las 4 horas de tratamiento, sin embargo en los tiempos restantes no se observa gran cambio, ya que esta aleación fue diseñada para endurecer por solución sólida, es decir por los aleantes agregados al producirla.

Dureza	HRC	Temperatura	760°C		
Tiempo	15 min.	30 min.	1 hr.	2 hr.	4 hr.
1	42	32	35	30	38
2	39	32	38	35	38
3	38	31	38	33	37
4	31	31	37	37	38
5	34	30	38	36	41
6	36	30	38	35	43
7	41	30	37	37	43
8	38	34	39	33	44
9	36	34	39	31	43
10	39	37	39	35	41
Valor Mínimo	31	30	35	30	37
Valor Máximo	42	37	39	37	44
Valor Promedio	37	32	38	34	41
Desviación Estándar	3.273	2.283	1.229	2.394	2.633

Tabla 5.3.- Tabla de Durezas Rockwell C (HRC) con un Tratamiento Térmico de 760°C

Del mismo modo en la Tabla 5.4 se muestran las mediciones de dureza Rockwell C de muestras envejecidas a 900°C por diferentes intervalos de

tiempo, donde se muestran los valores mínimos, valores máximos, un cálculo del valor promedio y un cálculo de la desviación estándar de las medidas. En este caso, descendió la dureza de la aleación, debido a la formación de algunas fases perjudiciales, posible crecimiento abrupto del tamaño de grano, y/o la microestructura resultante.

Dureza Tiempo	HRC		Temperatura 900°C		
	15 min.	30 min.	1 hr.	2 hr.	4 hr.
1	37	33	35	32	30
2	37	37	37	31	33
3	36	37	36	36	35
4	37	37	36	36	36
5	38	37	36	35	34
6	38	36	36	32	31
7	37	35	35	33	30
8	40	38	36	36	37
9	38	38	36	35	35
10	38	38	35	35	33
Valor Mínimo	36	33	35	31	30
Valor Máximo	40	38	37	36	37
Valor Promedio	38	37	36	34	33
Desviación Estándar	1.075	1.578	0.632	1.912	2.459

Tabla 5.4.- Tabla de Durezas Rockwell C (HRC) de la Inconel 625 con un tratamiento térmico a 930°C.

En la Tabla 5.5 se muestran las mediciones de dureza de la Inconel 625 envejecidas a una temperatura de 930°C, donde se observa un pequeño incremento a los 15 minutos de tratamiento térmico, mientras que el tiempo va

incrementando se va manteniendo la dureza, esto se debe a que algunas fases dentro de esta región ayudan al incremento de la dureza aunque la matriz pueda recrystalizar, debido a que a esta temperatura empieza el crecimiento abrupto de los granos en superaleaciones base níquel.

Dureza	HRC	Temperatura	930°C		
Tiempo	15 min.	30 min.	1 hr.	2 hr.	4 hr.
1	42	40	38	42	40
2	41	41	38	42	40
3	46	40	36	43	41
4	43	41	39	42	42
5	43	44	38	43	42
6	42	42	40	40	42
7	40	44	37	43	40
8	40	42	40	42	41
9	43	41	40	42	40
10	42	40	40	43	41
Valor Mínimo	40	40	36	40	40
Valor Máximo	46	44	40	43	42
Valor Promedio	42	42	39	42	41
Desviación Estándar	1.751	1.509	1.430	0.919	0.876

Tabla 5.5.- Tabla de Durezas Rockwell C (HRC) de la Inconel 625 con un tratamiento térmico a 930°C.

5.3.2 Microdureza

La Tabla muestra las mediciones de las microdurezas en una sección determinada del material. L1 y L2, son las mediciones de las diagonales necesarias para obtener la microdureza Vickers por medio de la Ecuación 5.1 y los parámetros empleados de acuerdo a la norma ASTM E-384 son:

$$HV = \frac{1.854 * P}{d^2}$$

Ecuación 5.1.- Ecuación de determinación de microdureza.

En la Tabla 5.6 y Tabla 5.7 se muestran los resultados del análisis de microdureza de la Inconel 625 en la condición a la que se recibió (as-received), en la Tabla 5.6 se muestran las medidas de las diagonales junto a su calculo de dureza HV, en la Tabla 5.7 se expresan dichos valores en forma de matriz de indentaciones. Se hicieron cálculos de valor máximo, valor mínimo, valor promedio con el cálculo de la desviación estándar de los valores obtenidos, estos valores se muestran en la Tabla 5.8. De acuerdo a los cálculos realizados la dureza HV ronda en el rango de 297-319 HV, donde el valor promedio que se puede esperar es de 307 HV con una desviación estándar de 5.7870.

Test	Línea 1	Línea 2	HV	HRC
1	55	56.74	297	29.3
2	55.19	54.71	307	30.6
3	55.55	55.49	301	29.8
4	55	56.38	299	29.6
5	54.34	56.53	302	30
6	55.07	55.98	301	29.8
7	55.05	54.86	307	30.6
8	54.55	54.72	301	31.1
9	54.66	54.41	312	31.2
10	53.38	55.23	314	31.5
11	55.45	54.61	306	30.5
12	53.97	54.84	313	31.3
13	54.91	55.45	304	30.2
14	53.37	54.47	319	32.1
15	54.15	54.94	312	31.2
16	53.36	55.19	315	31.6

17	55.39	54.81	305	30.3
18	54.29	56.1	304	30.2
19	54.9	54.89	308	30.7
20	54.8	54.55	310	31
21	54.49	53.78	316	31.7
22	53.42	55.98	310	31
23	55.65	54.25	306	30.5
24	54.84	54.9	308	30.7
25	54.19	54.54	314	31.5

Tabla 5.6.- Tabla de Microdurezas, con las medidas de diagonales, dureza Vickers (HV) y conversión a Rockwell C (HRC).

	A	B	C	D	E
1	297	307	301	299	302
2	301	307	301	312	314
3	306	313	304	319	312
4	315	305	304	308	310
5	316	310	306	308	314

Tabla 5.7.- Tabla de Microdurezas de la Inconel 625 as-received expresada en matriz.

Valor Maximo	Valor Medio	Valor Mínimo	Desviación Estándar
319	307	297	5.787054518

Tabla 5.8.- Tabla de valor máximo, Valor Medio, Valor Mínimo, y de Desviación Estándar.

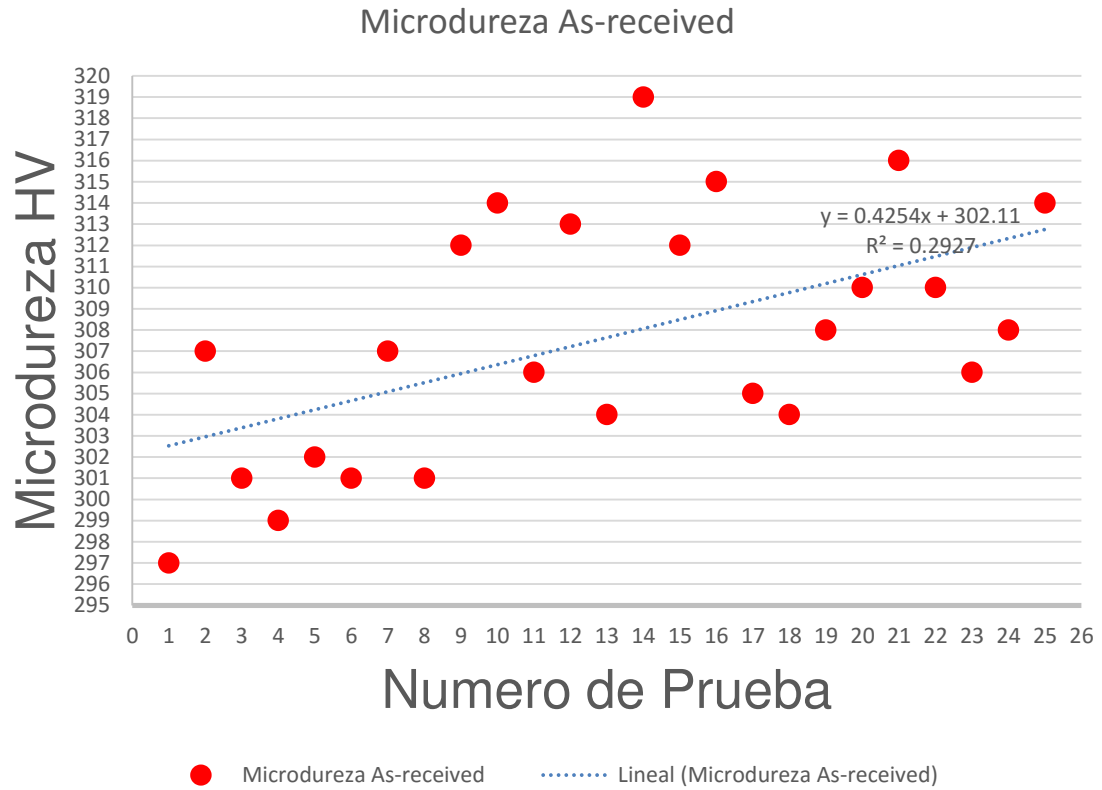


Figura 5.3.- Grafica de la Microdureza de la Inconel 625 as-received.

Tabla 5.9.- Tabla de microdurezas de la Inconel 625 con tratamiento de solubilizado.

Tabla 5.10.- Tabla de valor máximo, Valor Medio, Valor Mínimo, y de Desviación Estándar.

5.5 Difracción de Rayos X

La Figura 5.4 muestra el patrón de difracción de la Inconel 625, se denotan los picos característicos para la fase gamma (austenítica) que es la

matriz y su parámetro de red determinado es de (), se muestra además la posible presencia de carburos primarios del tipo MC y carburos secundarios del tipo M_6C o $M_{23}C_6$; no obstante se requiere realizar extracción de residuos y difracción para poder determinar los parámetros de red de fases precipitadas, de esta manera poder relacionarlos con las fases reportadas para esta aleación γ , δ , o posibles carburos.

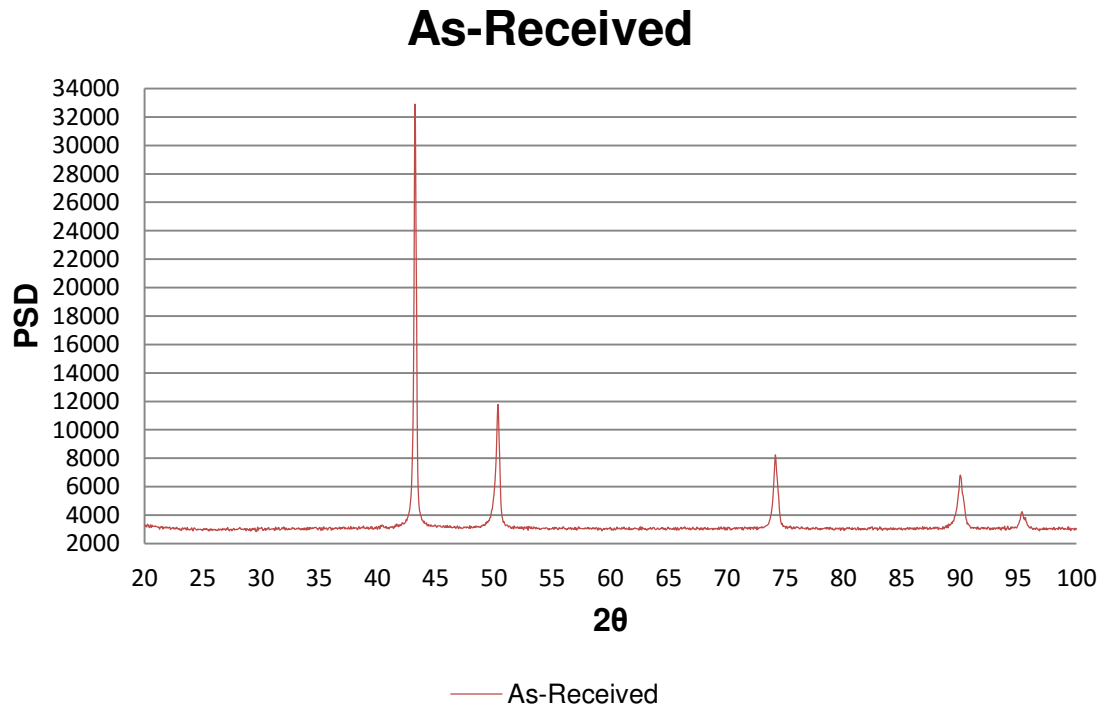


Figura 5.4.- Patrón de difracción a de la superaleación Inconel 625 sin tratamiento de solubilizado, sección cortada de la zona XND.

Del análisis anterior se obtuvieron los ángulos con mayor incidencia y se analizaron matemáticamente por medio de las Ecuaciones, dando los resultados expuestos en la tabla. Donde se obtienen los ángulos en 2θ 43.20, 50.35, 74.15, 90.02, 95.33, los cuales en su mayoría son por efecto de la matriz austenítica de la Inconel 625 [65].

line	2θ	θ	$(\sin\theta)^2$	$\sin^2(\theta_a)/\sin^2(\theta_B)$	$3^*(\sin^2(\theta_a)/\sin^2(\theta_1))$	h	k	l
1	43.2094	21.6047	0.1356	1.00	3	1	1	1
2	50.3508	25.1754	0.1810	1.33	4	2	0	0
3	74.1554	37.0777	0.3635	2.68	8	2	2	0

4	90.0251	45.01255	0.5002	3.69	11	3	1	1
5	95.3315	47.66575	0.5465	4.03	12	2	2	2

Tabla 5.11.- Análisis de los ángulos de difracción de la Inconel 625 sin tratamiento térmico.

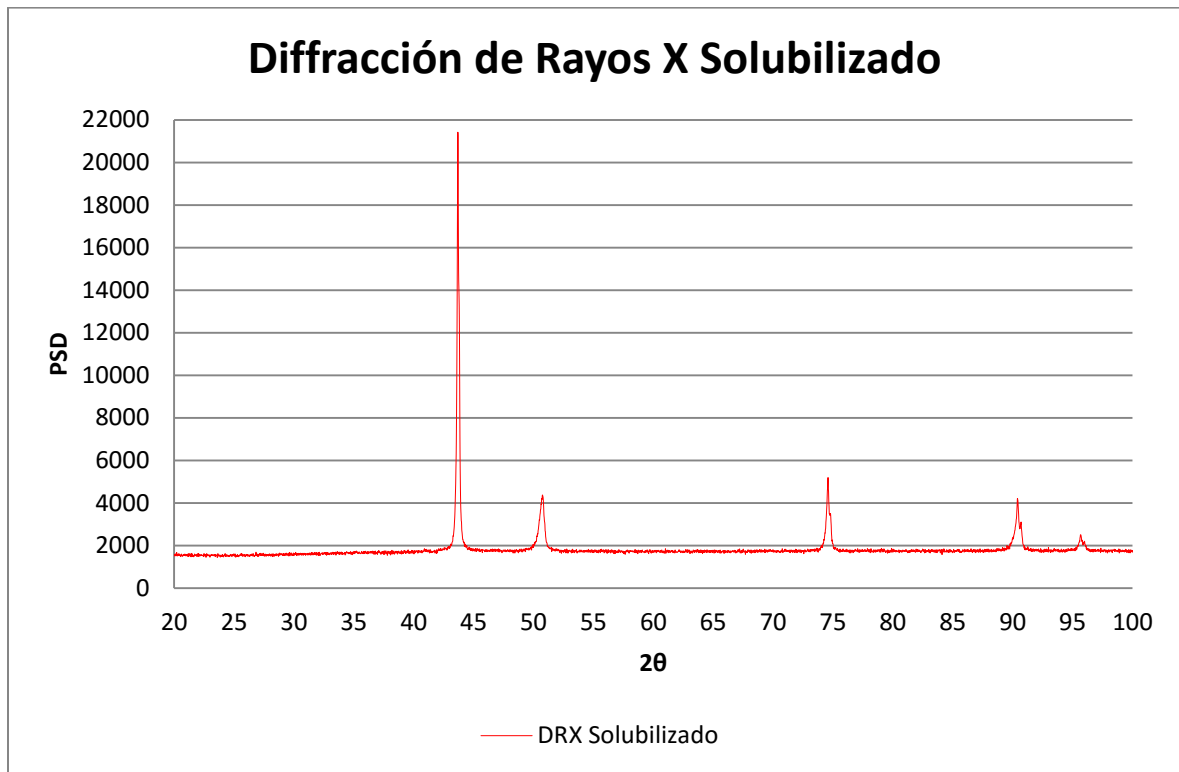


Figura 5.5.- Gráfica del Difractograma de la Inconel 625 con tratamiento térmico de solubilizado.

El difractograma de la Figura 5.5 fue analizado mediante el software Diffrac.Eva de la compañía Bruker, donde se obtuvieron los ángulos de difracción que de acuerdo a la ley de Bragg. Estos fueron comparados con las cartas de datos que se encuentran en la base de datos, la cual fue PDF 01-071-7594. Donde también se obtuvo el parámetro de red, el cual tiene un valor de **a=3.591 Å** [65].

line	2θ	θ	Valor d	h	k	l
1	43.621	21.8105	2.07326	1	1	1

2	50.81	25.405	1.7955	2	0	0
3	74.706	37.353	1.26961	2	2	0
4	90.705	45.3525	1.08273	3	1	1
5	95.989	47.9945	1.03663	2	2	2

Tabla 5.12.- Tabla del análisis del difractograma de la Inconel 625 [65].

Comparando los difractogramas podemos observar un pequeño desfase de aproximadamente 1° , esto a consecuencia del tratamiento de solubilizado en la aleación, sin embargo sigue manteniendo los picos característicos de la matriz producto de la red cristalina Cubica Centrada en las Caras (FCC por sus siglas en ingles).

Difracción de Rayos X

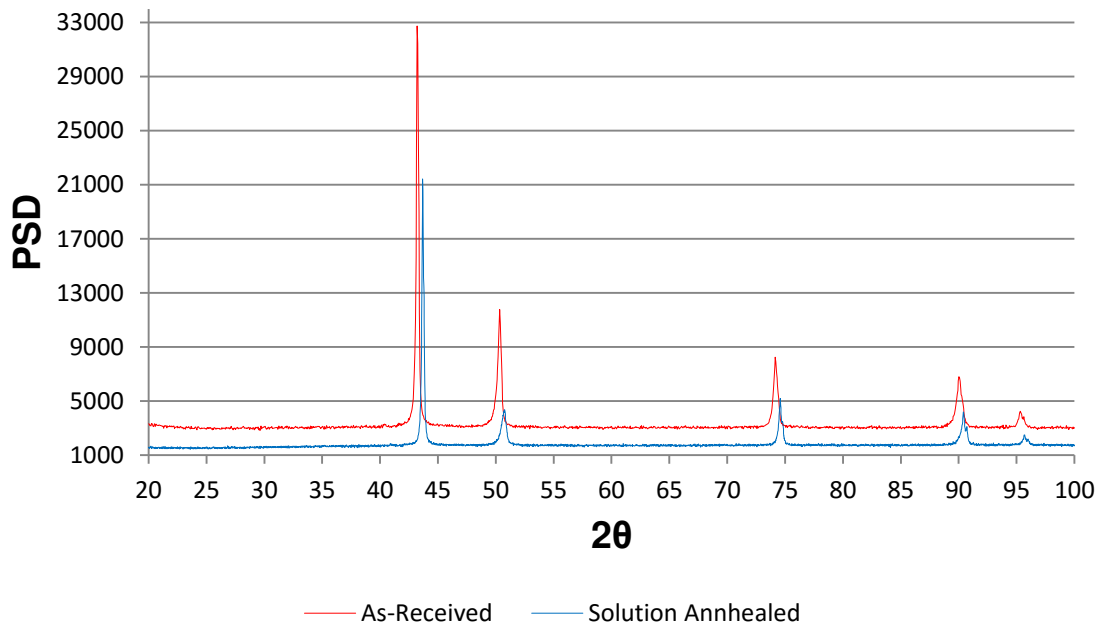


Figura 5.6.- Imagen de Comparación de los Difractogramas obtenidos de cómo se recibió el material y con tratamiento de solubilizado.

Una vez habiendo ensayado las muestras de compresión en caliente, se caracterizaron mediante la técnica de Difracción de Rayos X, donde se tomó una muestra por condición termomecánica para el análisis.

Para la condición de 900°C a una velocidad de deformación se obtuvo el difractograma, el cual se puede visualizar en la Figura 5.7, en color azul es para la condición de 60 mm/min (0.1 s^{-1}) para la condición de 6 mm/mm (0.01 s^{-1}).

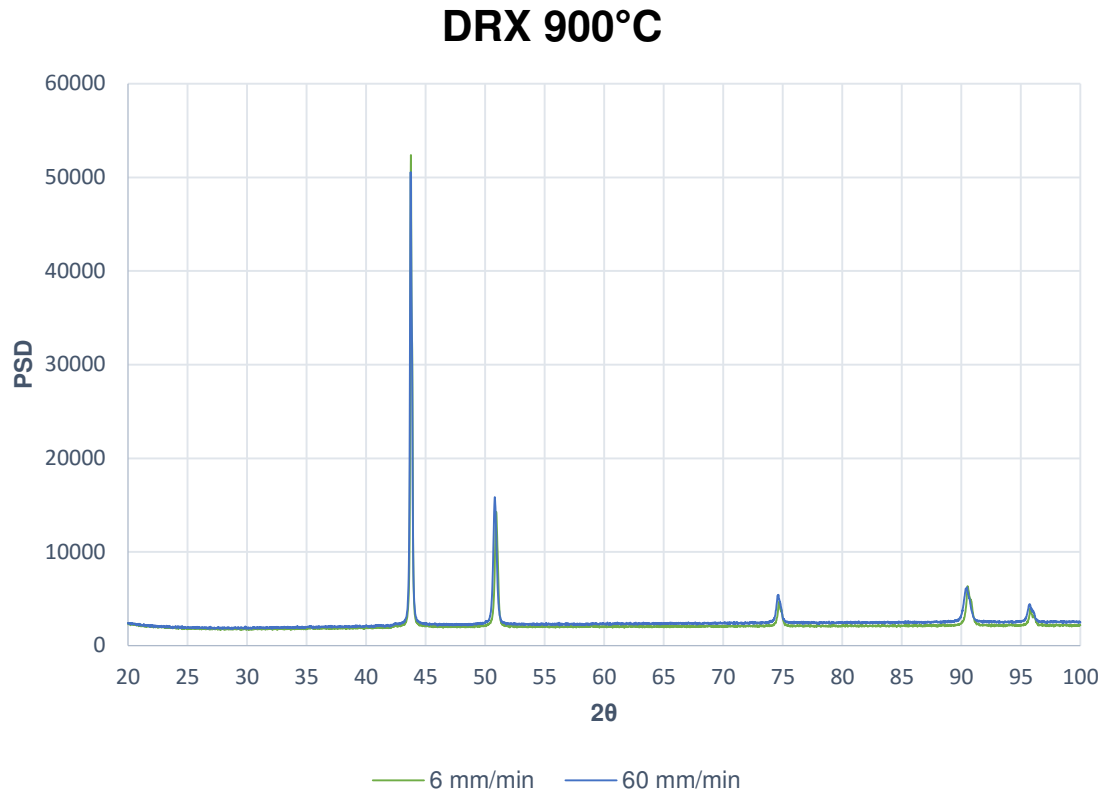


Figura 5.7.- Patrón de difracción de Rayos X de la Inconel 625 con una deformación a una temperatura de 900°C.

De la Figura 5.7 podemos observar que los ángulos de difracción son similares, con la única diferencia entre los difractogramas en la intensidad, dada la diferencia de velocidades de deformación y a diferencia en las microestructuras finales de la aleación. Los ángulos de difracción son similares a los antes mencionados en la Tabla 5.12, donde se tiene un parámetro de red de $a=3.591 \text{ \AA}$ [65], donde también se tiene la posible presencia de carburos primarios, y carburos secundarios, pero debido al bajo porcentaje en peso, estos no difractan lo suficiente para ser detectados por el equipo.

Para la condición de 950°C a una velocidad de deformación se obtuvo el difractograma, el cual se puede visualizar en la Figura 5.8, en color azul es para la condición de 60 mm/min (0.1 s^{-1}) para la condición de 6 mm/min (0.01 s^{-1}).

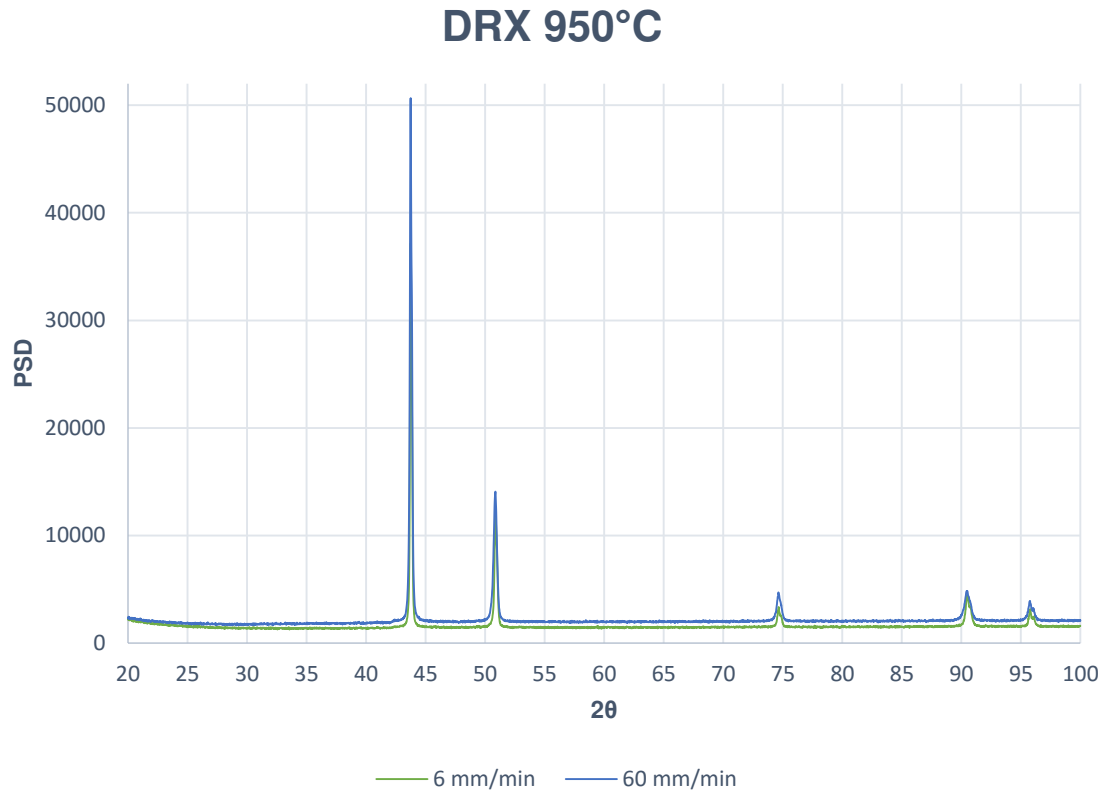


Figura 5.8.- Patrón de difracción de Rayos X de la Inconel 625 con una deformación a una temperatura de 950°C.

Del mismo modo que en el difractograma de 900°C, podemos observar ángulos de difracción similares, donde tenemos una diferencia en intensidad de difracción entre las velocidades de deformación, al igual que en el caso anterior la intensidad de difracción es producto posible de la microestructura final. Teniendo los ángulos de difracción que son similares a los de la Tabla 5.12, el parámetro de red es de $a=3.591 \text{ \AA}$ [65], donde existe la posibilidad de tener presencia de carburos primarios, y carburos secundarios, pero debido al bajo porcentaje en peso, estos no difractan lo suficiente para ser detectados por el equipo.

Para la condición de 1000°C a una velocidad de deformación se obtuvo el difractograma, el cual se puede visualizar en la Figura 5.9, en color azul es para la condición de 60 mm/min (0.1 s^{-1}) para la condición de 6 mm/mm (0.01 s^{-1}).

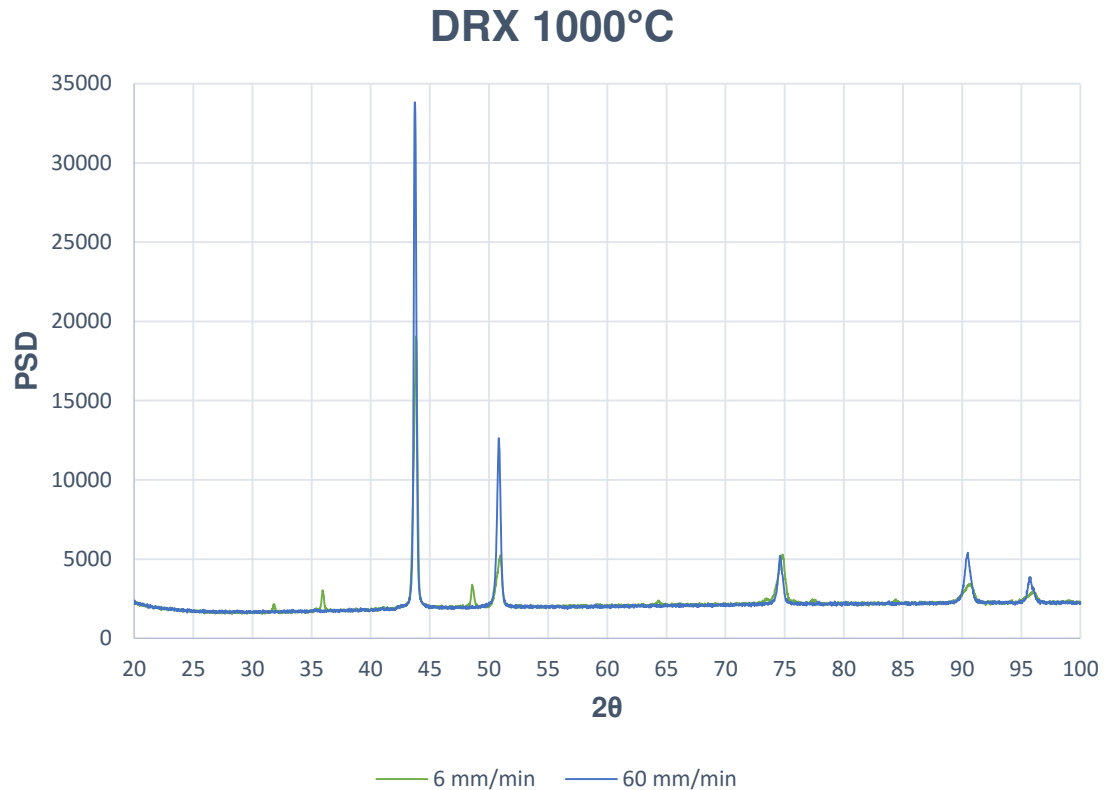


Figura 5.9.- Patrón de difracción de Rayos X de la Inconel 625 con una deformación a una temperatura de 1000°C.

Para el caso de la difracción a 1000°C se tienen 5 ángulos de difracción similares a los antes mostrados en la Figura 5.8 y Figura 5.9, los cuales son característicos de las superaleaciones, estos producto de la matriz austenítica de la Inconel 625, donde se tiene un parámetro de red de $a=3.591 \text{ \AA}$ [65]. No obstante para la muestra donde la Inconel 625 fue deformada a una velocidad de 6 mm/min o 0.01 s^{-1} (el cual se muestra en la), existen 3 ángulos de difracción que antes no se habían presentado, en los ángulos de difracción, los cuales son: 31.84° , 35.93° , 48.51° , 64.32° ; esto debido a la presencia de la.

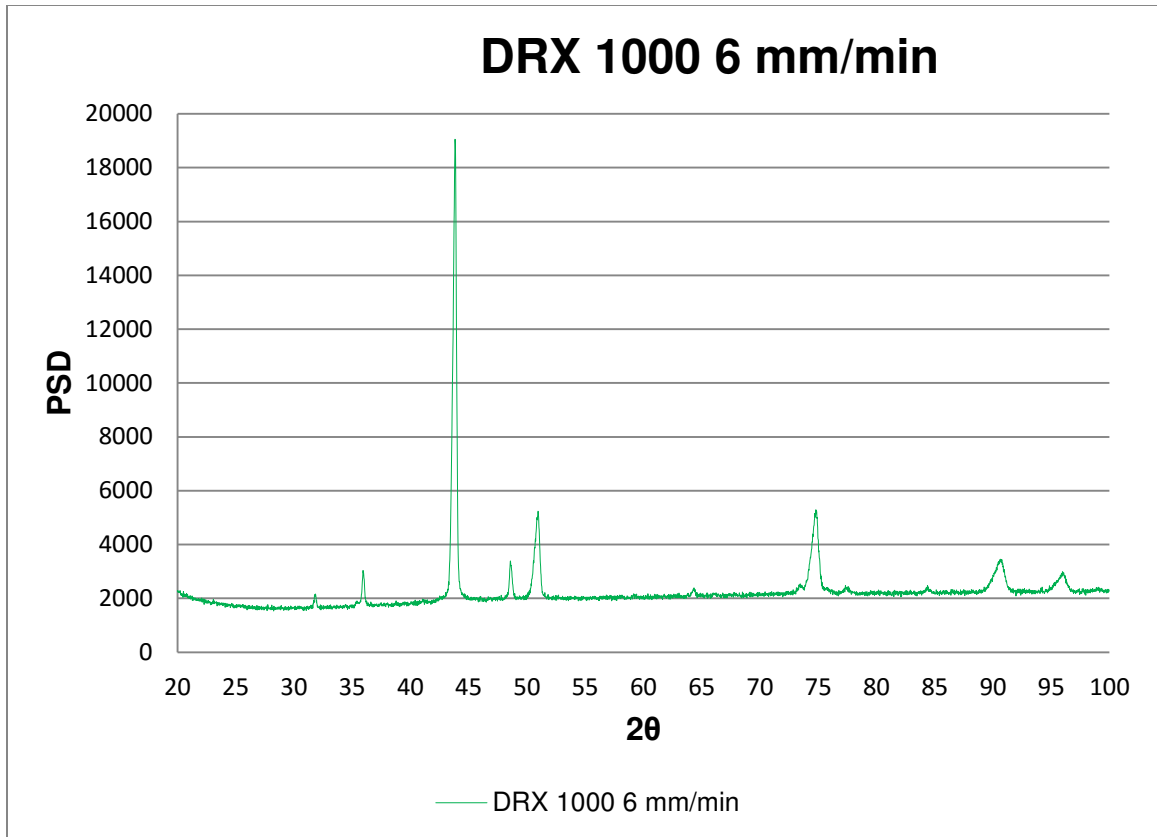


Figura 5.10.- Patrón de difracción de Rayos X de la Inconel 625 con una deformación a una temperatura de 1000°C a una velocidad de deformación de 6 mm/min (0.01 s^{-1}).

Para la condición de 1050°C a una velocidad de deformación de 60 mm/min (0.01 s^{-1}) se obtuvo el difractograma, el cual se puede visualizar en la Figura 5.11. La cual que en los casos anteriores tuvieron ángulos similares de difracción a los antes obtenidos en la Tabla 5.12, los cuales corresponden a la matriz austenítica de la Inconel 625 donde se tiene un parámetro de red de **$a=3.591 \text{ \AA}$** [65].

DRX 1050°C a 60 mm/min

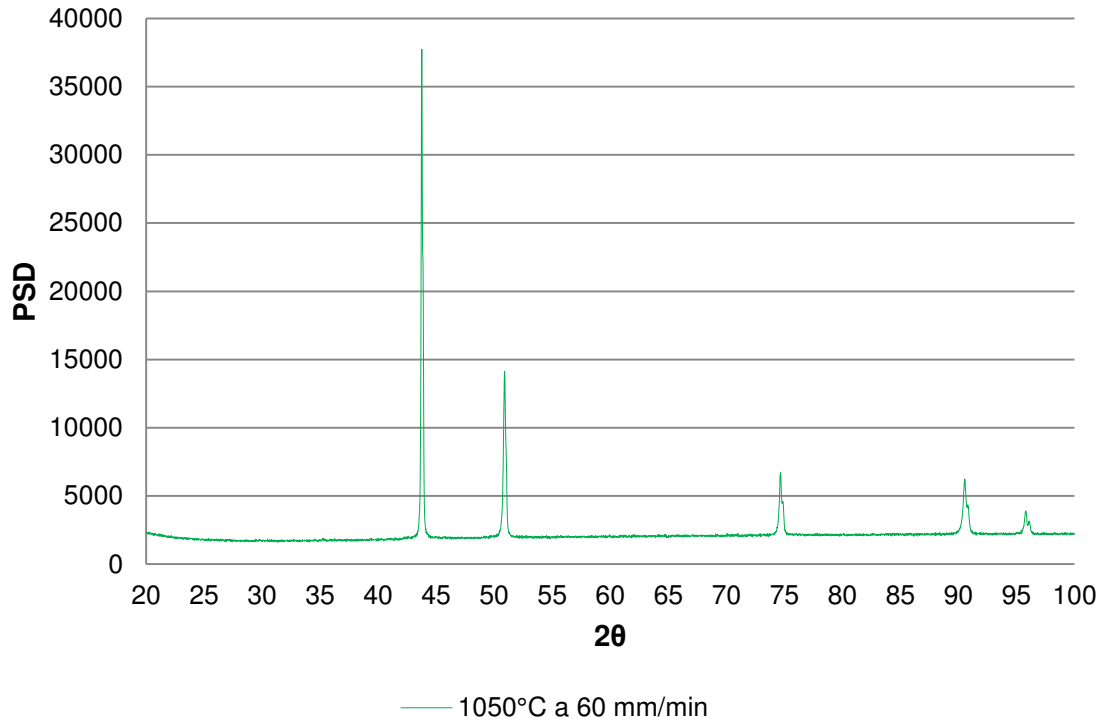


Figura 5.11.- Difractograma de la Inconel 625 tras ser ensayada a 1050°C con una velocidad de deformación de 0.01 s⁻¹.

Comparando el patrón de difracción de la Inconel 625, con muestras anteriores, esta condición tiene los mismos picos de difracción a los antes obtenidos en la Tabla 5.12 [65], los cuales pertenecen a la matriz austenítica de la superaleación, donde se tiene un parámetro de red $a=3.591 \text{ \AA}$, donde también se tiene la posible presencia de carburos primarios, y carburos secundarios, pero debido al bajo porcentaje en peso, estos no difractan lo suficiente para ser detectados por el equipo.

Comparación de Difractogramas

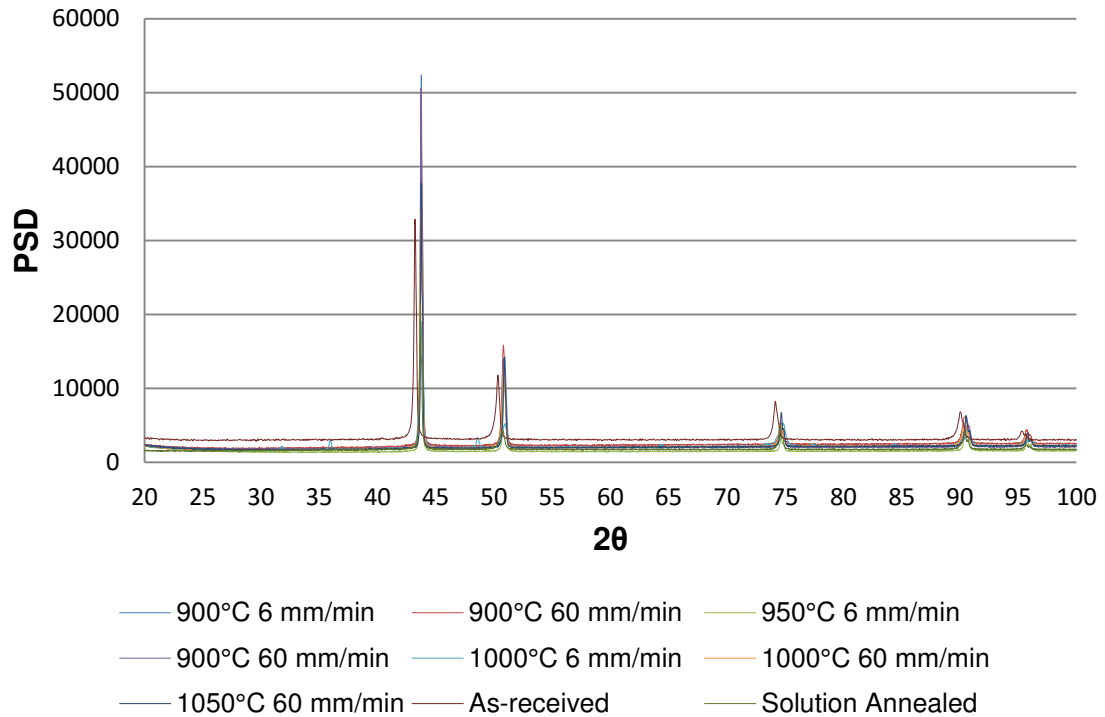


Figura 5.12.- Comparación de los difractogramas obtenidos de la Inconel 625 en cada una de las condiciones obtenidas.

5.6 Análisis Térmico

5.6.1 Calorimetría Diferencial de Barrido

De la Calorimetría Diferencial de Barrido de la Inconel 625 en condición sin tratamiento térmico se obtuvieron los termogramas consecutivos, teniendo como temperatura máxima 760°C, 900°C, 930°C y 1200°C, estos se esquematizan y se explican a continuación.

Para la temperatura de 760°C se obtuvo el siguiente termograma en la sección de calentamiento, el cual se puede observar en la Figura 5.13.

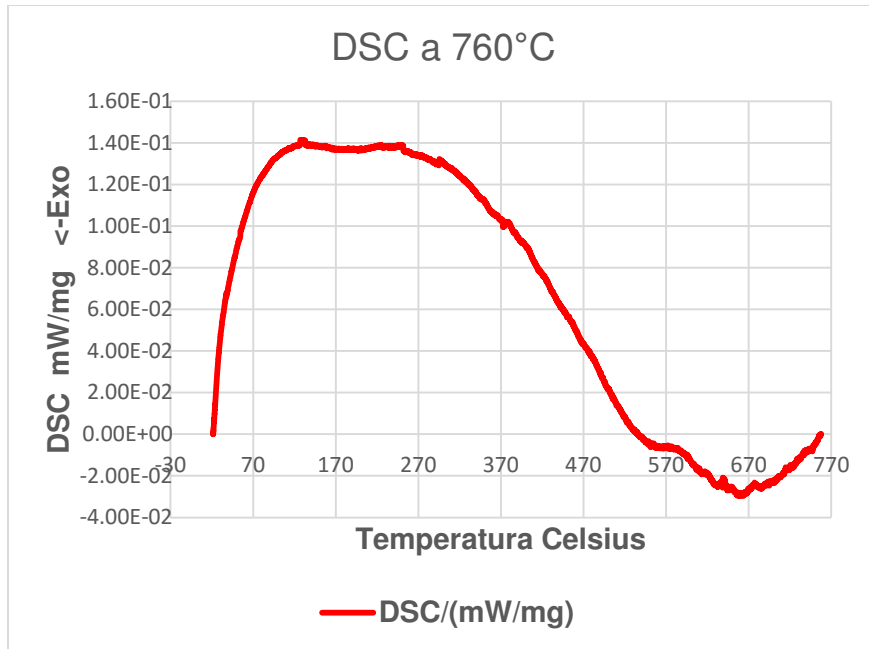


Figura 5.13.- Grafica del termograma de la Inconel 625 de temperatura ambiente a 760°C.

Del termograma se obtuvo la primera derivada respecto al tiempo y se calculó su tendencia por medio de Media Móvil teniendo un periodo de 50, la cual se visualiza en la Figura 5.14.

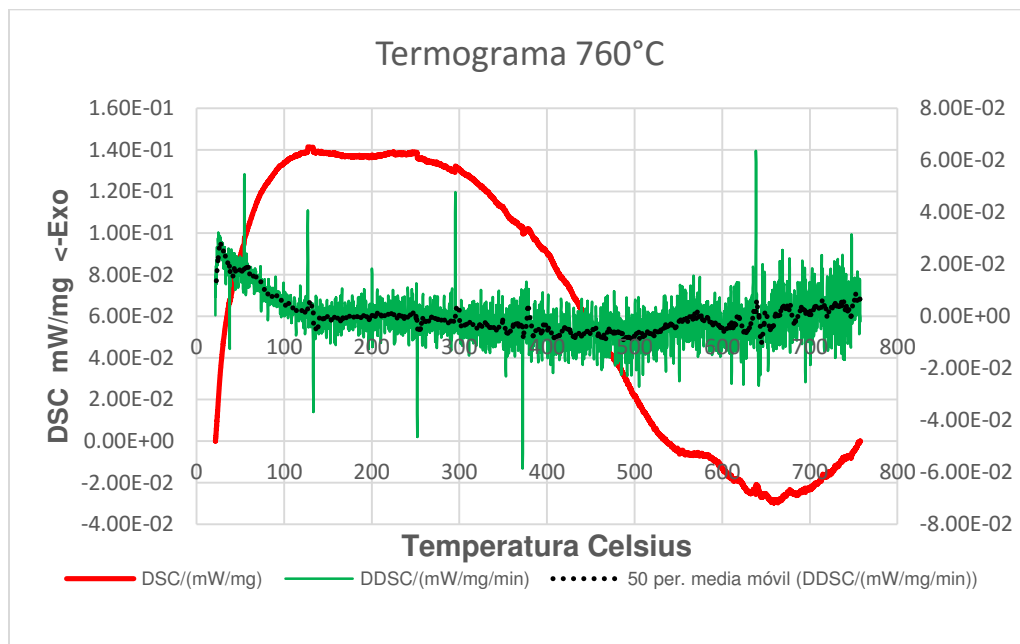


Figura 5.14.- Grafica del Termograma de la Inconel 625 hasta 760°C con la primera derivada y su línea de tendencia.

Del termograma se observa una transición en el rango de 600°C a los 760°C (visualizada en la Figura 5.15), la cual se le atribuye al inicio de la formación de la fase intermetálica Ni₃Nb, donde su vez también es el inicio de la formación de carburos secundarios M₂₃C₆ de Cromo, Titanio, Molibdeno y Niobio, siendo estos los que tienden en mayor concentración a formarlos.

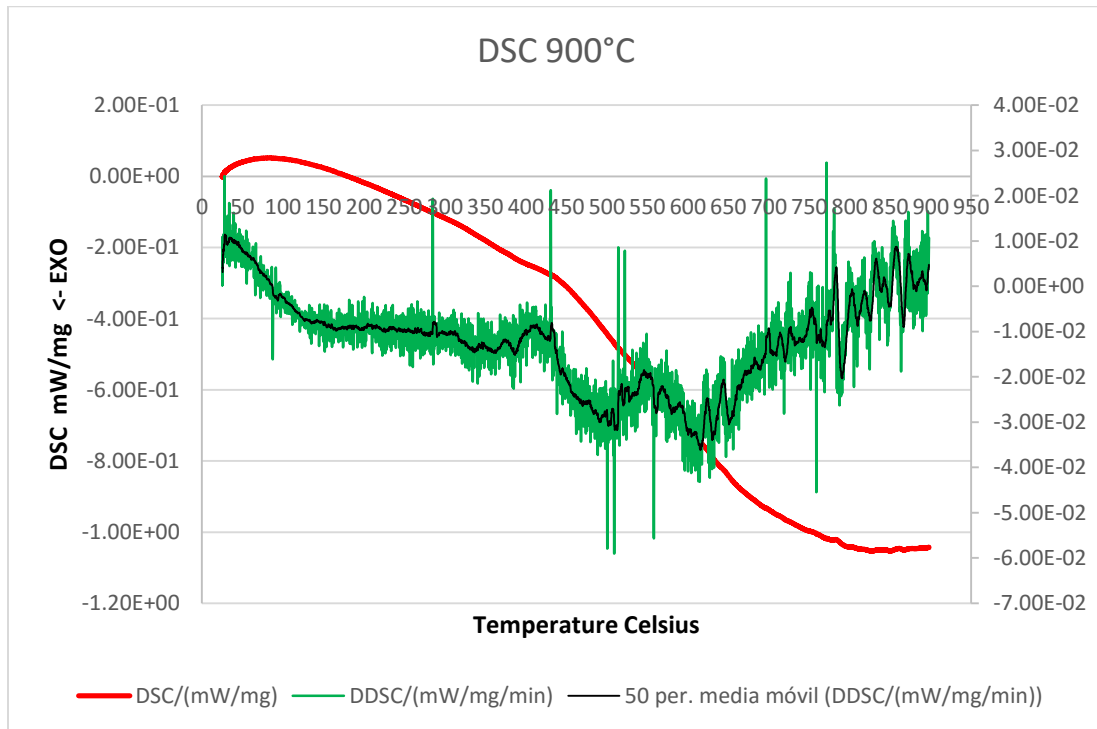


Figura 5.15.- Grafica del Termograma de la Inconel 625 hasta 900°C.

Para la temperatura de 930°C se obtuvo el termograma que se visualiza en la Figura 5.16 donde se pueden visualizar distintas transiciones a las antes obtenidas.

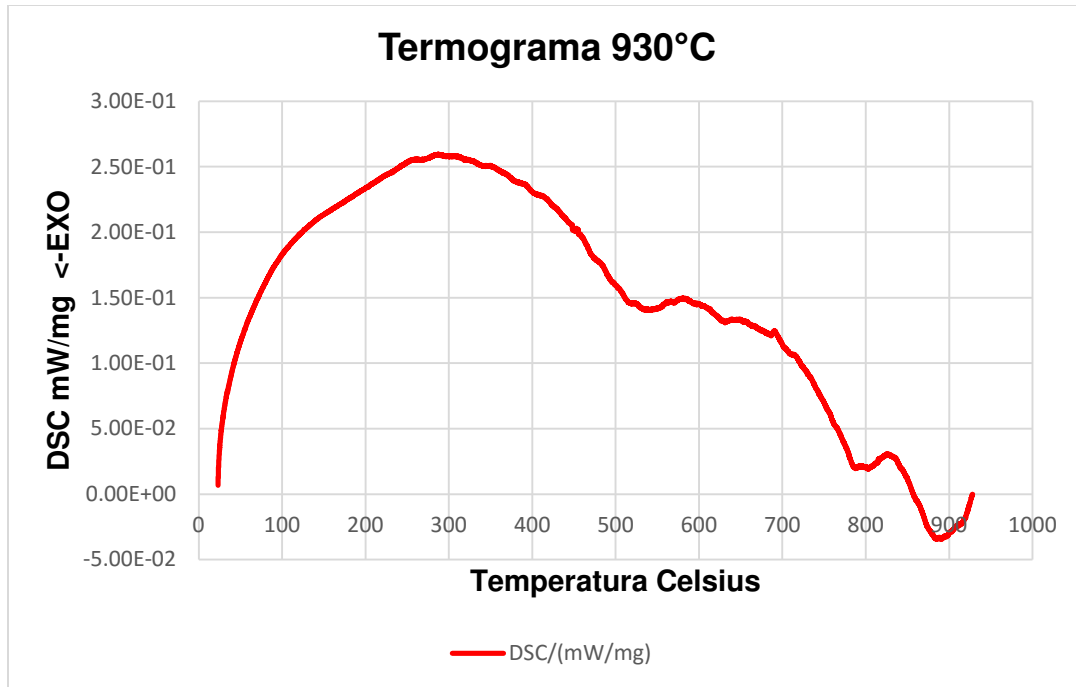


Figura 5.16.- Grafica del Termograma obtenido de la Inconel 625 teniendo como temperatura máxima 930°C.

Para esta condición se obtuvo la primera derivada del termograma del software analizador se obtuvieron los datos de la primera derivada respecto al tiempo, donde se obtuvo una línea de tendencia con una media móvil del 120. Con el fin de poder apreciar a mayor detalle las transiciones que ocurren en el material, esto se puede visualizar en la Figura 5.17.

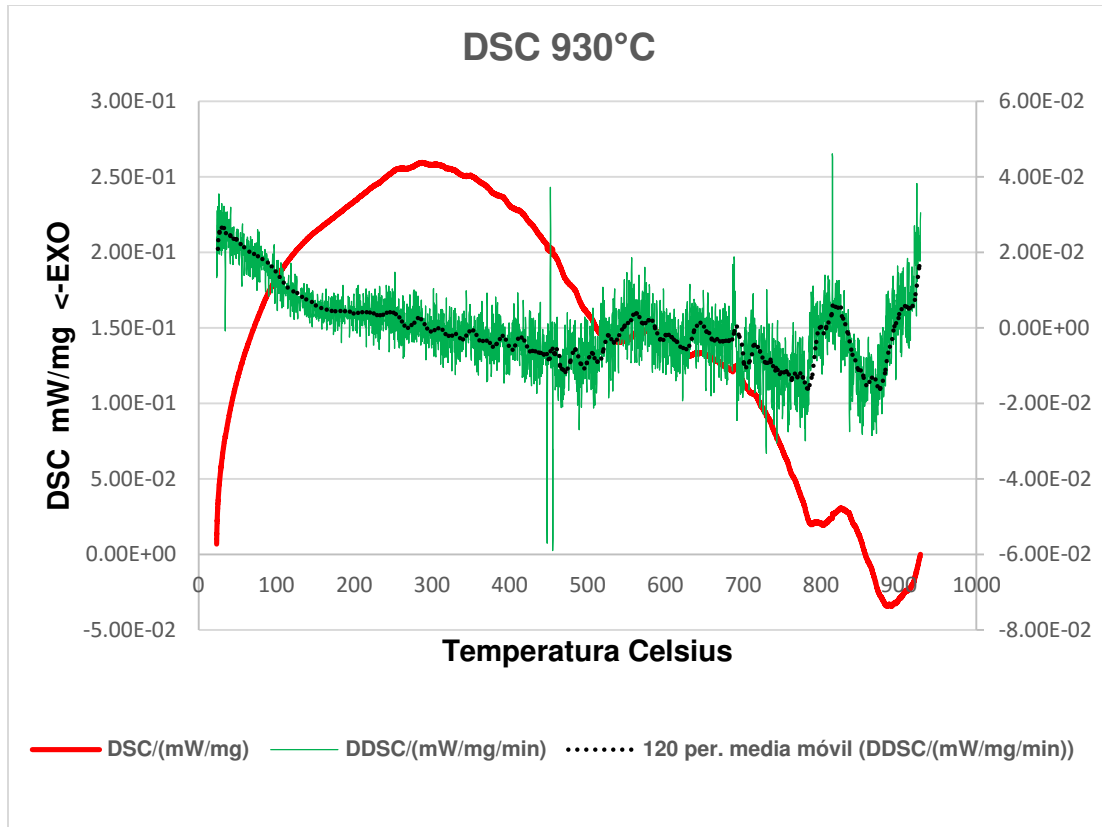


Figura 5.17.- Grafica del Termograma de la Inconel 625 teniendo como temperatura máxima 930°C.

De este termograma se pueden apreciar transiciones en los rangos de temperatura 519°C-528°C, una segunda transición en el rango de temperatura 686°C-691°C, una tercera transición 812°C-911°C, la interpretación de dichas transiciones se muestran a continuación:

1. Para el rango de 519°C-528°C, se atribuye a la posible formación de la fase intermetálica Ni_2M y la fase Laves, las cuales aparecen por debajo de los 600°C, aunque esta fase es dependiente del tiempo de exposición de la Inconel 625 nos muestra una temperatura a la cual precipita y disuelve a los 700°C [24].
2. Para el rango de 686°C-691°C, se atribuye a la formación y disolución de la fase ordenada gamma segunda γ'' , así mismo se forman precipitados ordenados de carburos secundarios $M_{23}C_6$.

3. Para el rango de 812°C-911°C, se atribuye también a la formación de carburos secundarios $M_{23}C_6$ y M_6C [25], del mismo modo también se puede atribuir la formación de carburos primarios MC [24].

Para la condición de 1200°C se obtuvo el termograma que se visualiza en la Figura 5.18, donde se obtuvieron las transiciones de la temperatura ambiente hasta una temperatura cercana a la solubilización.

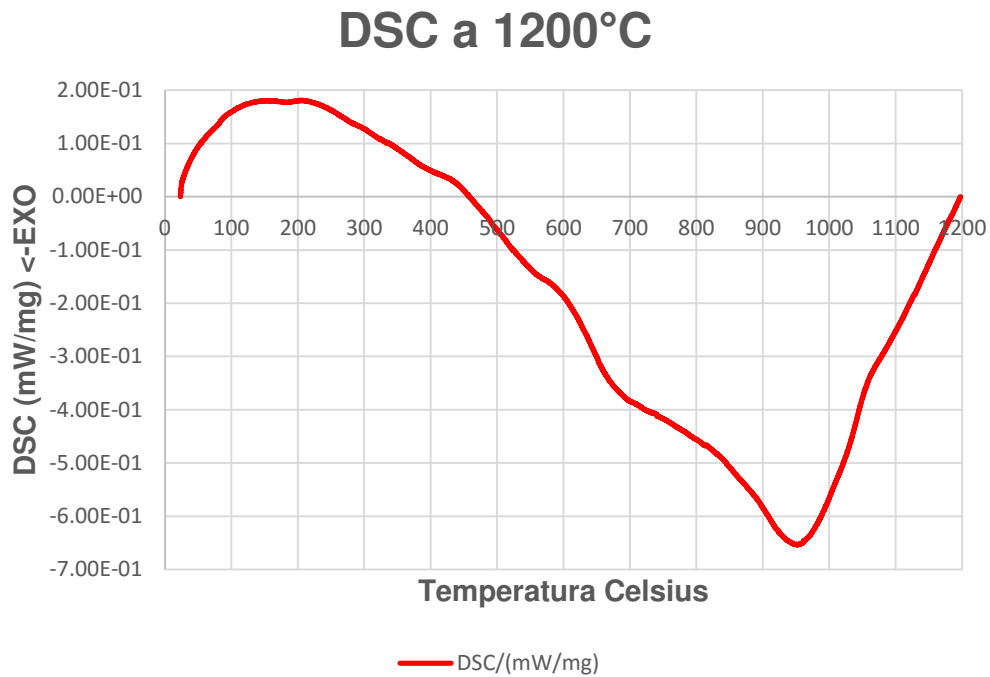


Figura 5.18.- Grafica del termograma obtenido de la Inconel 625 de temperatura ambiente a 1200°C.

De la gráfica de la Figura 5.18 se obtuvo la primera derivada respecto al tiempo (la cual se esquematiza en la Figura 5.19), y su línea de tendencia para corroborar el cambio en la pendiente de la gráfica y poder analizar las combas y verificar las transiciones.

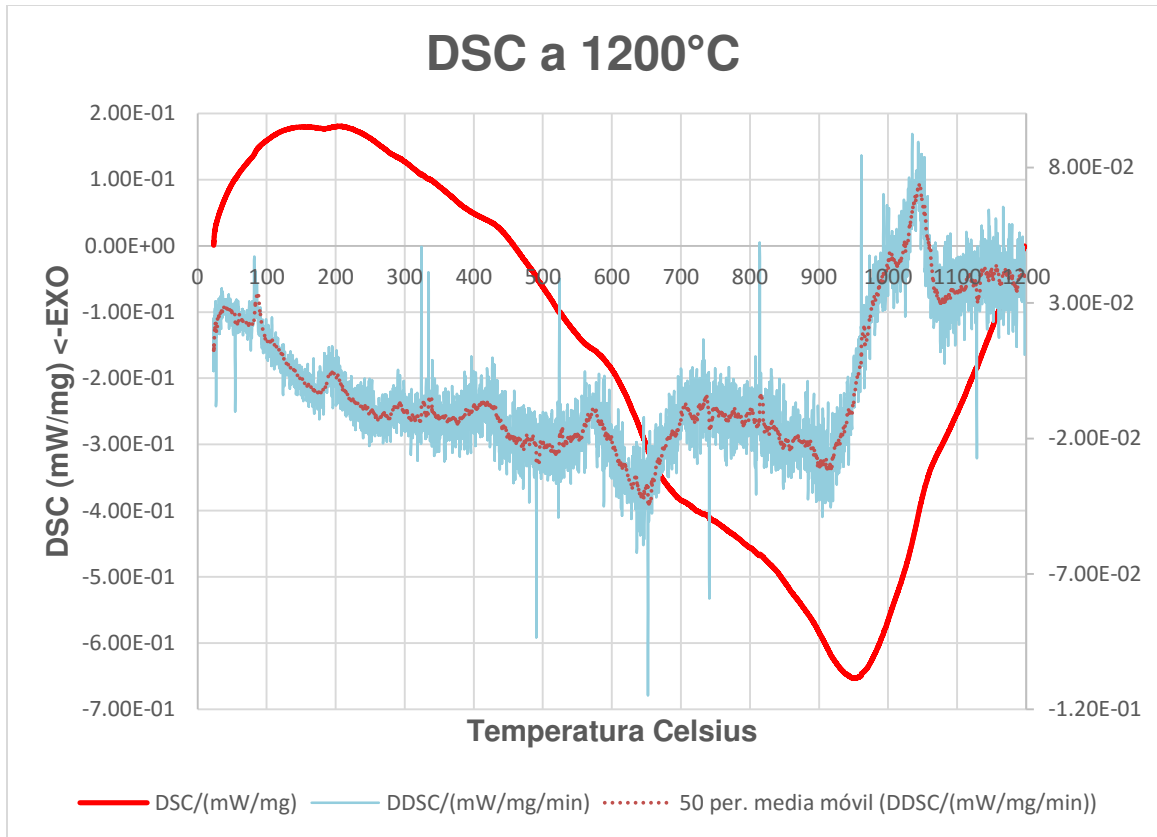


Figura 5.19.- Grafica de Termograma de la superaleación Inconel 625 solubilizada con la primer derivada y su línea de tendencia para el análisis de fases.

Las transiciones que se pueden observar de acuerdo a los cambios de pendiente y a los cambios exotérmicos del termograma son los siguientes:

1. Una primera transición en el rango de 550°C-750°C, la cual de acuerdo al diagrama TTT (Temperatura-Tiempo-Transformación) de la Inconel 625 [25], esto se le puede atribuir a la formación de la fase ordenada gamma segunda γ'' , y de la formación de precipitados ordenados de carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$ y M_6C .
2. Una segunda transición que va de la temperatura de 850°C a los 1025°C, esta transición se le atribuye a la formación de carburos secundarios con una estequiometria M_6C y $M_{23}C_6$ (ver Figura 5.20).

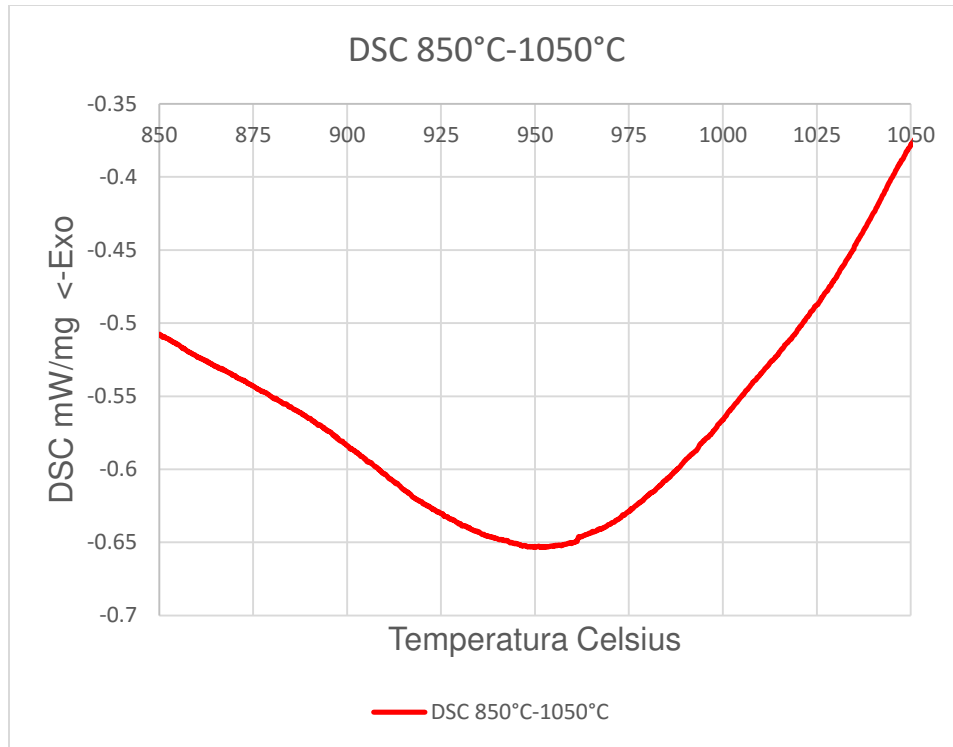


Figura 5.20.- Grafica de la transición de la superaleación Inconel 625 en el rango de 850°C a 1050°C.

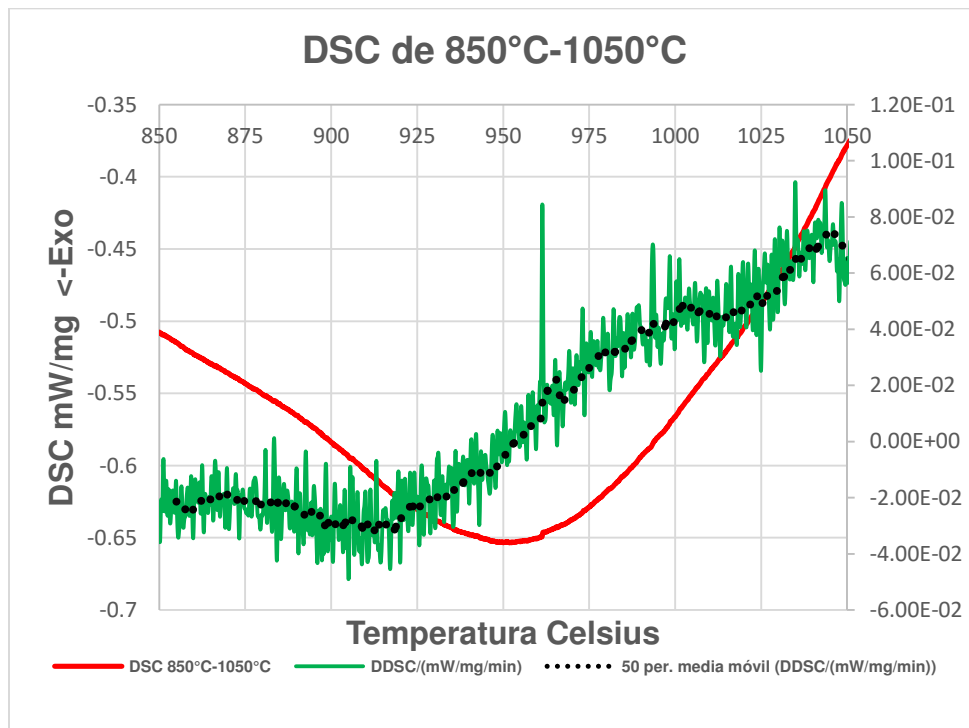


Figura 5.21.- Grafica de la transición del rango de 850°C-1050°C Inconel 625, con la primer derivada y línea de tendencia.

Para la condición de solubilizado se obtuvo un termograma diferente, donde se observan transiciones distintas de la Inconel 625, estas ocurren a temperaturas diferentes a las antes obtenidas, este termograma se observa en la Figura 5.22.

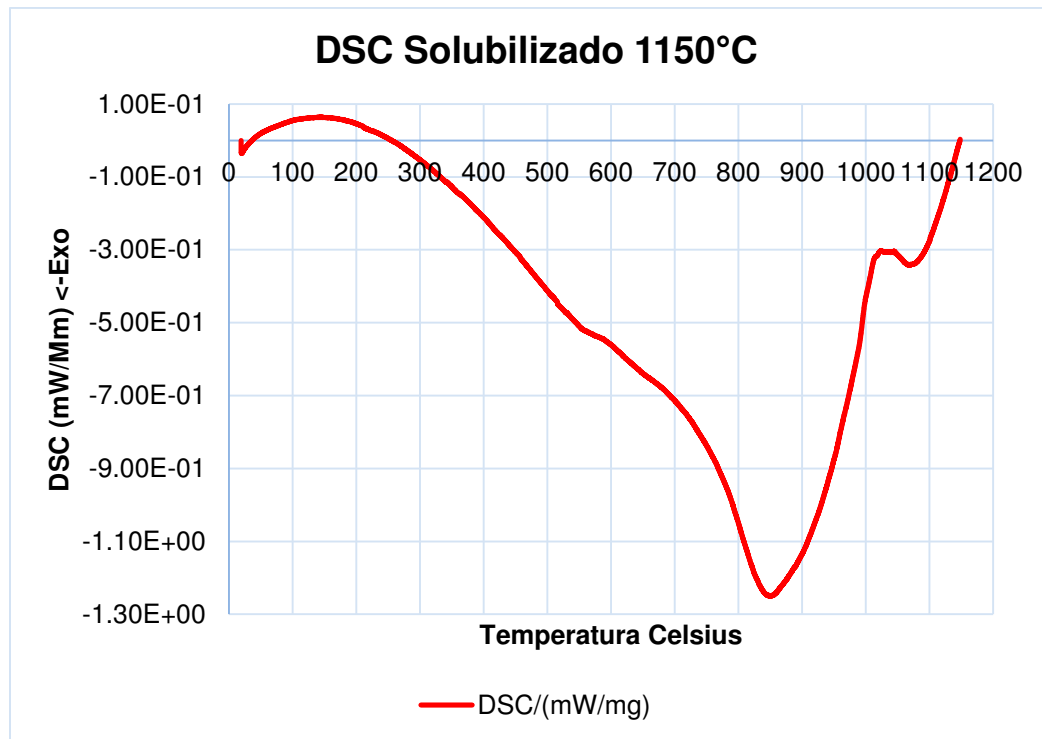


Figura 5.22.- Grafica del Termograma obtenido de la Inconel 625 solubilizada hasta una temperatura de 1150°C.

Se obtuvo la primer derivada respecto al tiempo de la curva, de esta manera se adquirieron los cambios de pendiente de la misma; del mismo modo se calculó la media móvil con un periodo de 50, y se comparó con la curva de la derivada y el termograma obtenido la cual se muestra en la Figura 5.23.

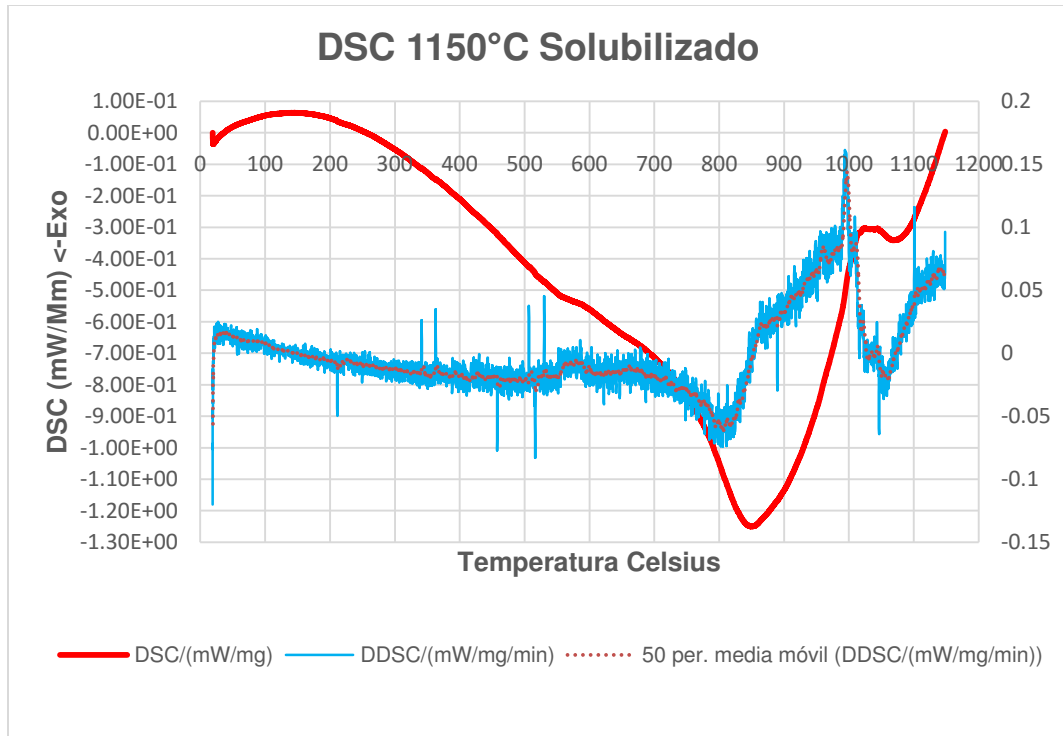


Figura 5.23.-Gráfica del Termograma de la Inconel 625 solubilizada con la derivada respecto al tiempo y la línea de tendencia.

En el termograma se pueden observar transiciones diferentes a las antes obtenidas sin tener un solubilizado, sin embargo aparece una transición similar pero en rangos de temperaturas diferentes, las cuales se describen a continuación:

1. Una transición que ocurre en el rango de 650°C-750°C, la cual se puede asociar a la formación de la fase secundaria gamma segunda (γ''), donde se puede apreciar que a los 650°C inicia la formación de esta fase que con el tiempo se forma con mayor densidad en peso en la aleación, sin embargo a los 750°C-800°C se puede apreciar el inicio de la disolución de esta fase en la matriz y el posible inicio de la transformación de la fase Gamma Segunda a la Fase Delta, aunque esto requiere de mayor tiempo y energía.
2. Una transición que ocurre en el rango de 800°C-950°C, la cual se puede observar en la Figura 5.24 y en la Figura 5.25 se muestra la primer derivada con su respectiva media móvil al 50 por ciento

transición es atribuida al inicio de la formación de precipitados de carburos $M_{23}C_6$, M_6C y $M(C,N)$ [25].

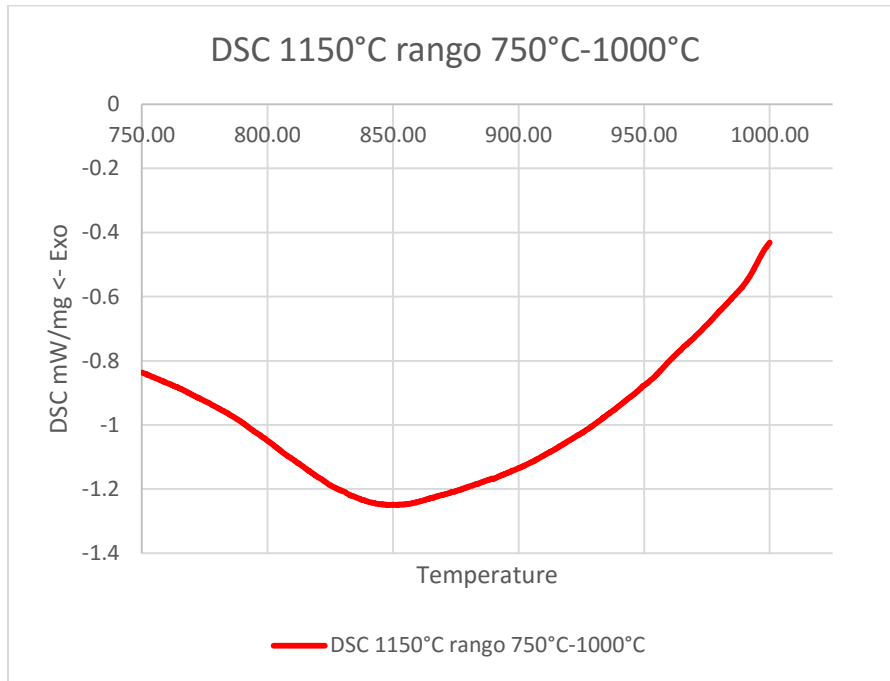


Figura 5.24.- Grafica del termograma de la superaleación Inconel 625 en el rango de 750°C-990°C.

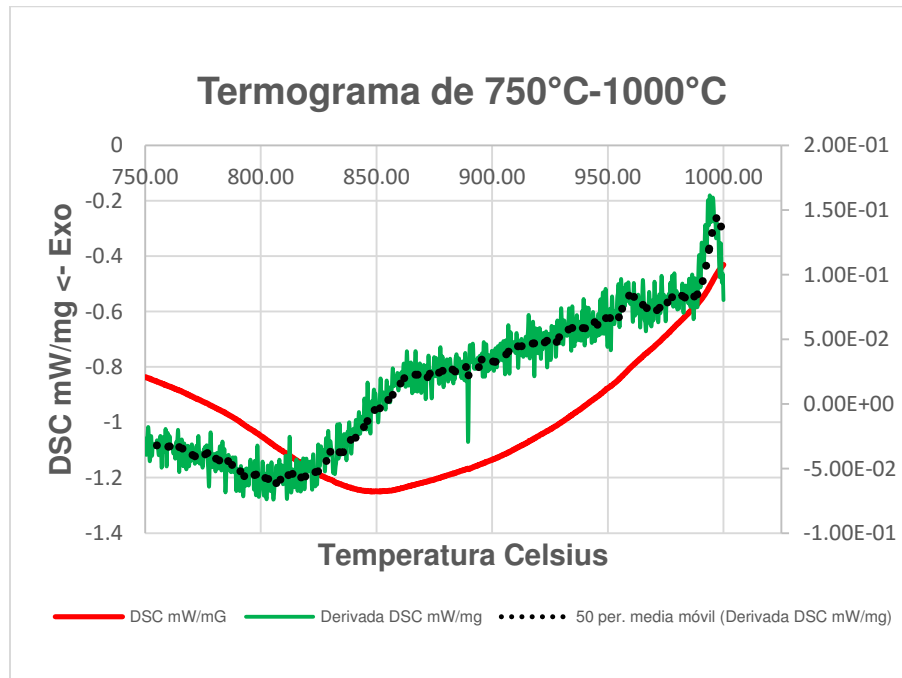


Figura 5.25.- Grafica del Termograma en el rango de 750°C-1000°C de la aleación Inconel 625 en condición de solubilizado

3. Aparece una tercera transición que anteriormente no se había presentado en un rango de 1000°C -1110°C, ya que el material se encuentra absorbiendo energía producto del calentamiento y posteriormente libera esta energía absorbida la cual se muestra en la Figura 5.26 y su primer derivada en la Figura 5.27. Esta transición puede ser atribuida a la formación de las fases ordenadas de carburos secundarios M_6C y la transformación de fase de la fase secundaria Gamma Segunda (γ'') a Delta (δ), siendo la transición principal la formación de carburos M_6C en las fronteras de grano y/o en el interior de los granos; otro fenómeno que se puede visualizar es el inicio de la disolución de fases secundarias y de precipitados ordenados en la matriz, sin embargo algunos carburos primarios del tipo MC , no se verán muy afectados, ya que estos tienden de manera preferencial a descomponerse a medida que la aleación esta en servicio o dentro de un tratamiento térmico con un tiempo largo lo que puede llevar a un sobre envejecido.

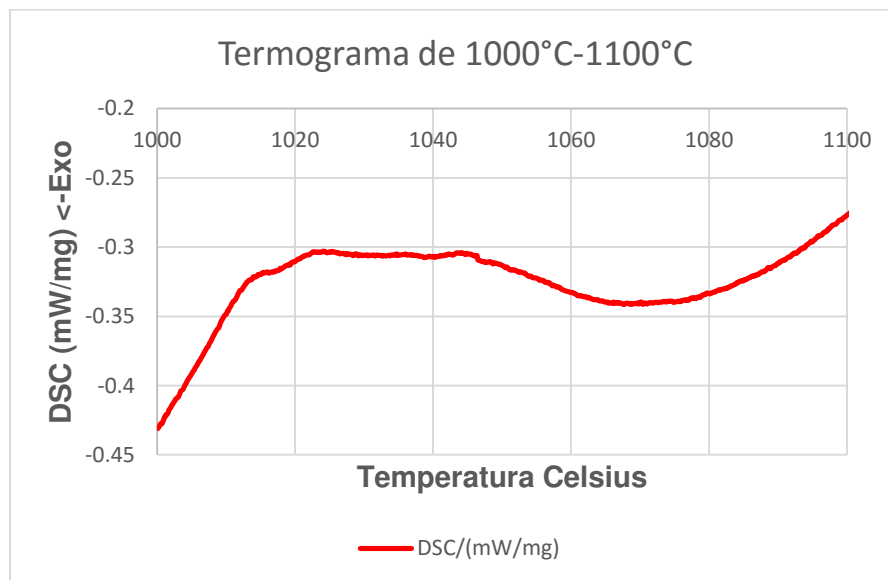


Figura 5.26.- Grafica del termograma de la Inconel 625 con tratamiento de solubilizado en el rango de 1000°C a 1100°C.

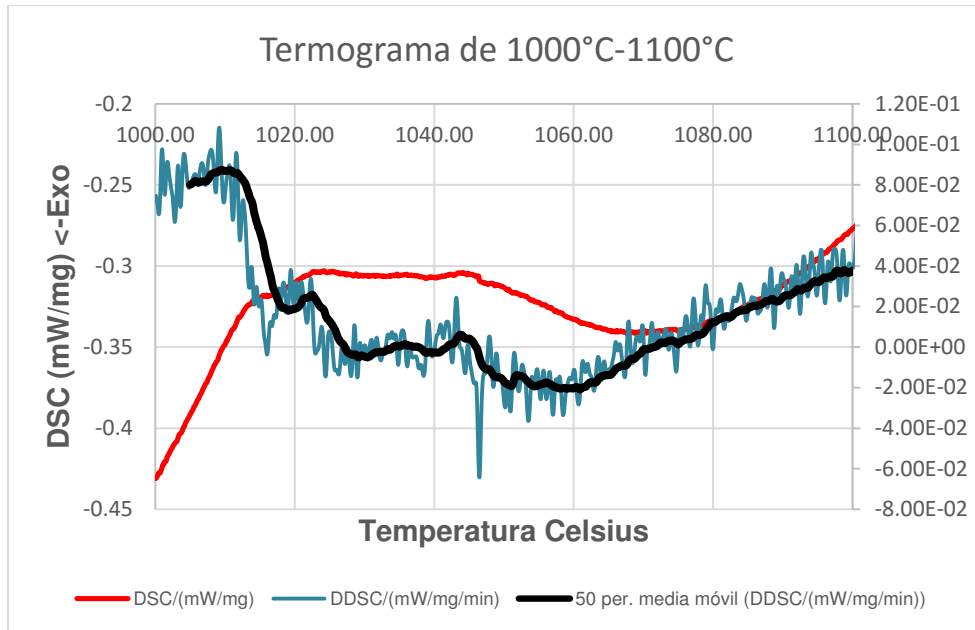


Figura 5.27.- Grafica del Termograma de la Inconel 625 solubilizada con la primer derivada y línea de tendencia.

A las muestras de DSC se les realizó un análisis metalográfico para identificar fases presentes en la muestra post-prueba.

5.6.2 Análisis Térmico Diferencial

Del termograma del Análisis Térmico Diferencial, se pueden obtener transiciones similares a las antes obtenidas con la Calorimetría Diferencial de Barrido (la gráfica se esquematiza en la Figura 5.28). Estas transiciones se dan en los siguientes rangos de temperatura, las cuales son:

1. 700°C-800°C: la cual se asocia a la formación y disolución de la fase γ' ; también se puede dar a la formación o inicio de transformación de la fase Delta en la aleación aunque esto se da en bajos porcentajes en peso, debido a que se requiere un largo tiempo de exposición a la temperatura.
2. 900°C-1100°C: se observa una transición que se puede asociar del inicio de la formación de carburos secundarios $M_{23}C_6$ y M_6C . La temperatura crítica es a los 1000°C ya que es aquí donde la formación de los carburos de estequiometría M_6C tienen gran preferencia a

formarse y a precipitar en las fronteras de grano y algunos en el interior del grano, una vez que va aumentando la temperatura, la disolución de las fases antes mencionadas inicia, por encima de los 1150°C.

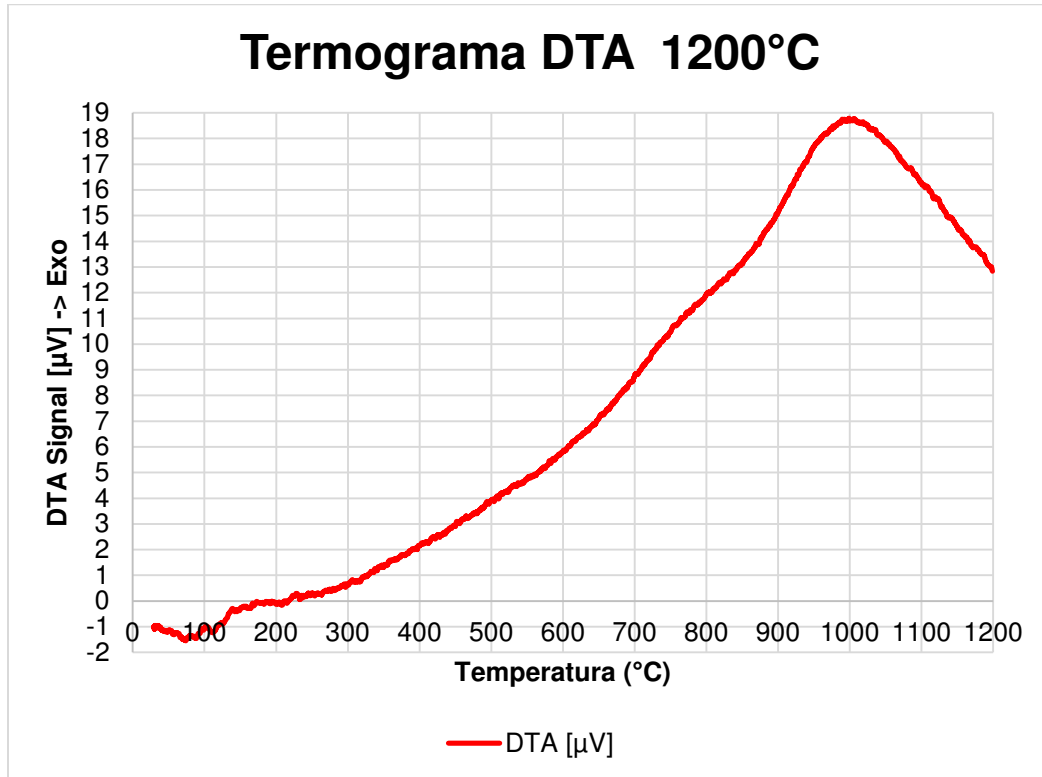


Figura 5.28.- Grafica del termograma obtenido por medio del DTA de la aleación Inconel 625 en la condición a la que se recibió el material.

De la condición de solubilizado se obtuvo un termograma diferente, el cual se muestra en la Figura 5.29. Del termograma se aprecia una transición en el rango de los 830°C-1064°C, la cual se atribuye a la formación de fases ordenadas de carburos M_6C , $M(C,N)$, y posible formación de la fase secundaria Delta δ [25]. A diferencia del termograma antes mostrado, en la muestra solubilizada se aprecia una transición alrededor de los 523°C-525°C la cual se debe a la formación y disolución de la fase intermetálica Ni_2M [24] [36].

DTA Solvus 1150°C

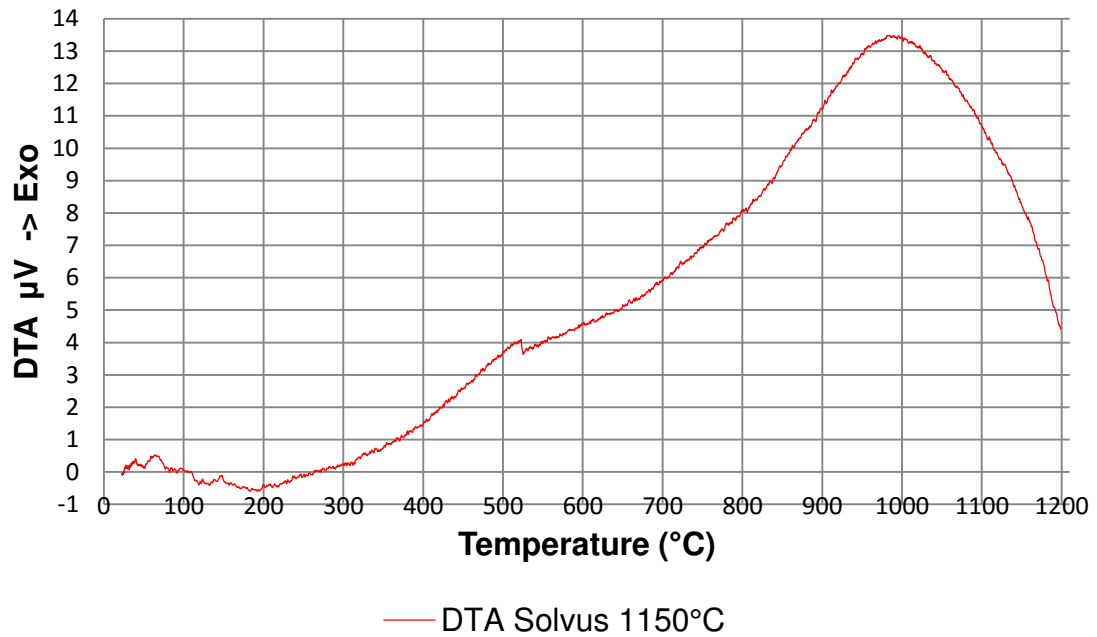


Figura 5.29.-Grafica del Termograma obtenido por medio del DTA de la Inconel 625 con un tratamiento de solubilizado.

5.8 Ensayos de compresión

Después de haber sido ensayadas las muestras se tomaron las medidas finales e imágenes, en las tablas siguientes se calcularon las áreas, volúmenes, porcentajes de deformación de altura, diámetro, área y volumen correspondiente de cada muestra.

Muestra	Altura	Ancho	Porcentaje de Deformación Altura	Porcentaje de Deformación Ancho
900-1	5.14	10.7	48.600	26.571
900-2	5.46	10.23	45.400	22.000
950-1	5.01	10.88	49.900	28.429
950-2	4.86	10.87	51.400	30.571
1000-1	5.1	10.25	49.000	27.143
1000-2	4.73	11.12	52.700	32.429
1050-1	5.06	10.32	49.400	27.714
1050-2	5.15	10.34	48.500	26.429
1050-3	5.22	10.69	47.800	25.429

Tabla 5.13.- Tabla de mediciones de las probetas de compresión ensayadas, con el porcentaje de deformación en altura y diámetro de las muestras, ensayadas a una velocidad de 60 mm/min ($0.1s^{-1}$).

Muestra	Volumen Final (mm^3)	Área Final (mm^2)	Porcentaje de Deformación en Área	Porcentaje de Deformación en Volumen
900-1	462.190	89.920	233.653	120.098
900-2	448.780	82.194	213.577	116.613
950-1	465.785	92.971	241.580	121.032
950-2	451.009	92.800	241.137	117.192
1000-1	420.831	82.516	214.413	109.351
1000-2	459.368	97.118	252.356	119.364
1050-1	423.253	83.647	217.352	109.980
1050-2	432.452	83.971	218.195	112.370
1050-3	468.507	89.752	233.217	121.739

Tabla 5.14.- Tabla del área y volumen calculado de las probetas de compresión ensayadas, con el porcentaje de deformación en área y volumen, ensayadas a una velocidad de 60 mm/min ($0.1s^{-1}$).

En la Figura 5.30 se muestran las muestras después de haber sido ensayadas a compresión, en la Figura 5.31 se muestra la gráfica del esfuerzo deformación de estas muestras, donde se tiene un esfuerzo máximo 568.36 MPa y 553.09 MPa respectivamente.

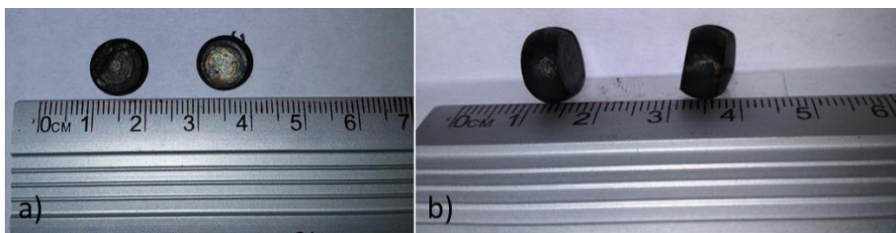


Figura 5.30.- Muestras de compresión ensayadas a una temperatura de 900°C a una velocidad de 60 mm/min (0.1 s^{-1}).

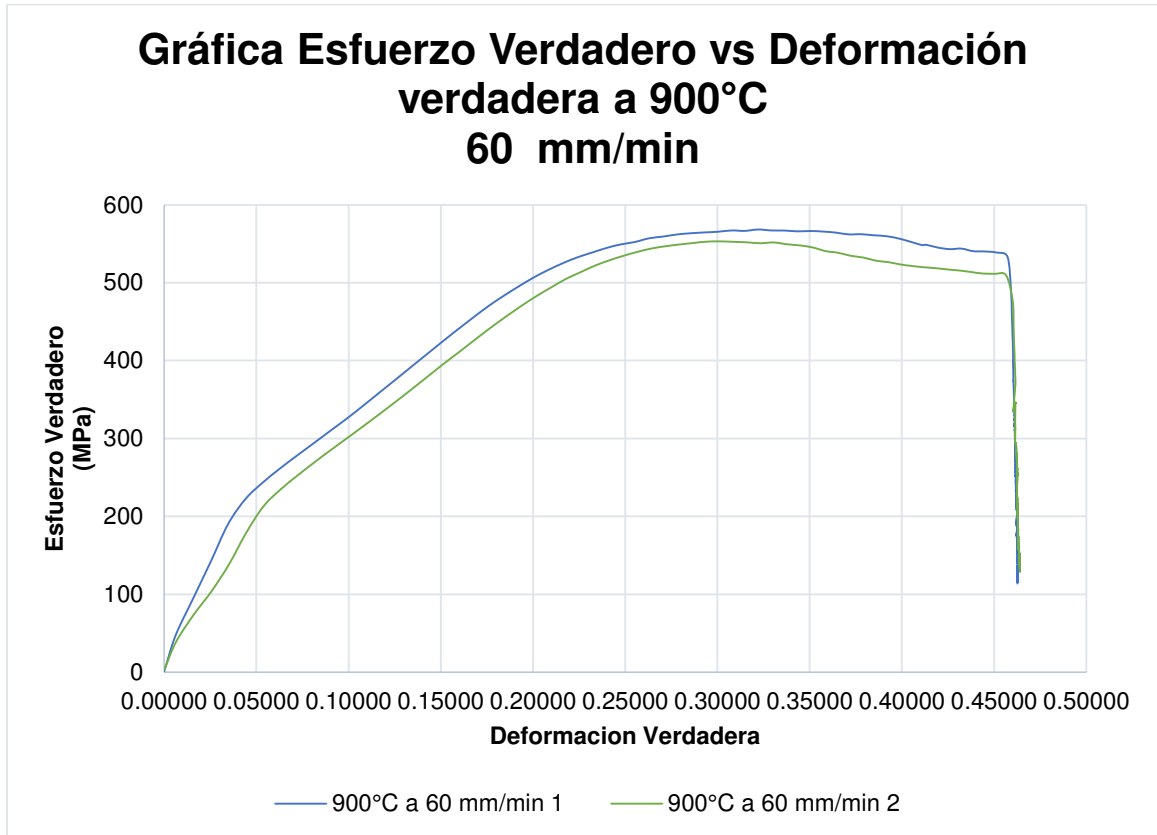


Figura 5.31.- Grafica de Esfuerzo verdadero vs. Deformación verdadera a 900°C a 60 mm/min (0.1 s^{-1}).

En la **Figura 5.32** **Figura 5.33**

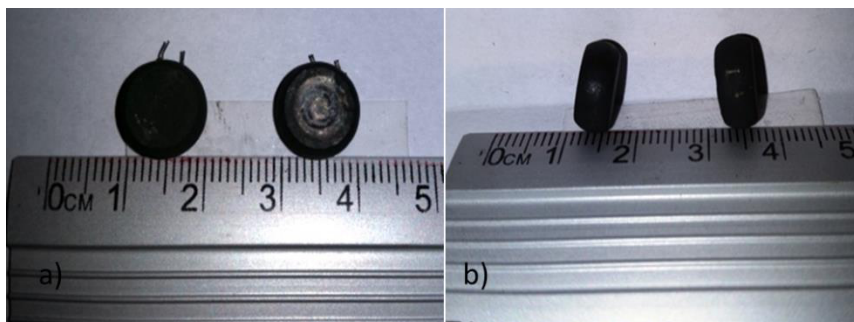


Figura 5.32.- Muestras de compresión ensayadas a temperatura de 950°C a una velocidad de 60 mm/min (0.1 s^{-1}).

**Gráfica de Esfuerzo verdadero vs Deformación verdadera a 950°C
a 60 mm/min**

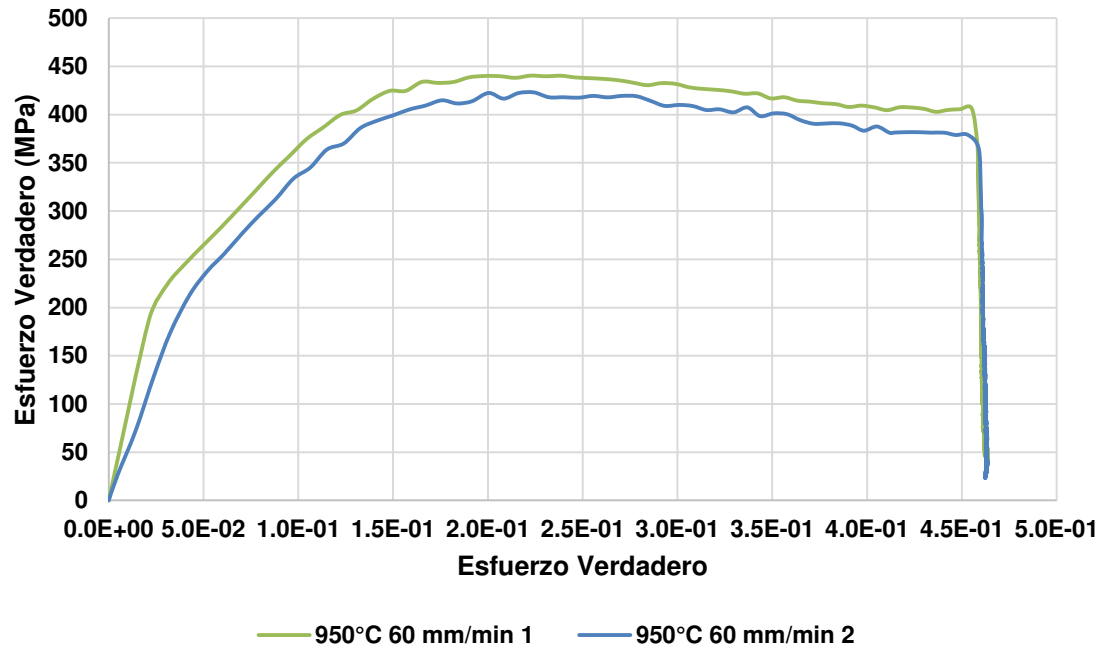


Figura 5.33.- Grafica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 950°C a 60 mm/min.



Figura 5.34.- Muestras de compresión ensayadas a temperatura de 1000°C a una velocidad de 60 mm/min (0.1 s^{-1}).

Gráfica de Esfuerzo verdadero vs Deformación verdadera a 1000°C a 60 mm/min

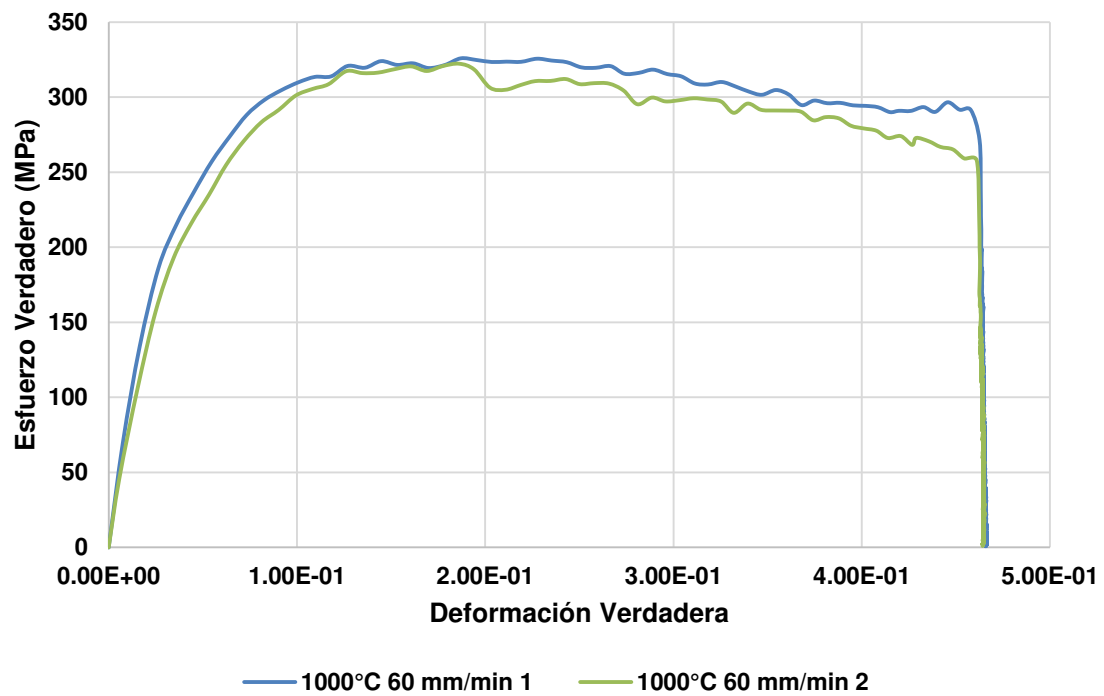


Figura 5.35.- Grafica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 1000°C a 60 mm/min.

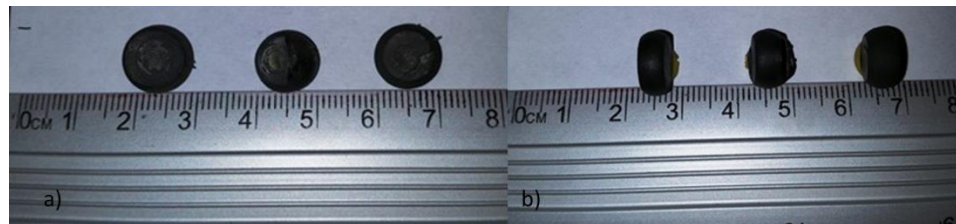


Figura 5.36.- Muestras de compresión ensayadas a temperatura de 1050°C a una velocidad de 60 mm/min (0.1 s^{-1}).

Grafica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 1050°C a 60 mm/min.

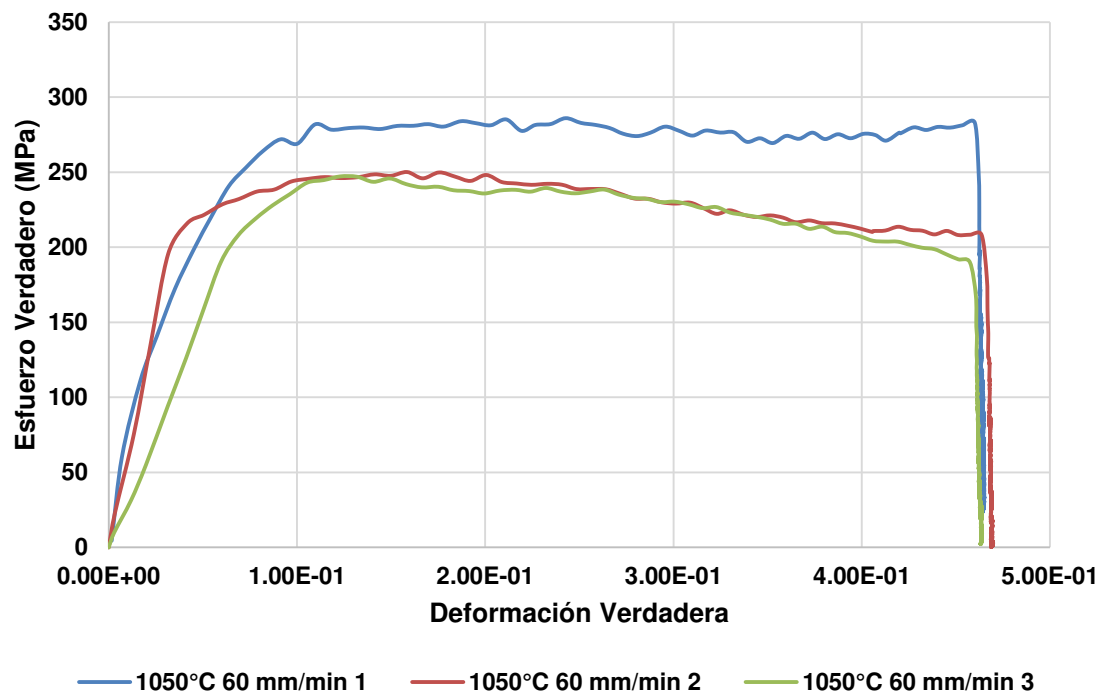


Figura 5.37.- Grafica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 1050°C a 60 mm/min.

Muestra	Altura (mm)	Ancho (mm)	Porcentaje de Deformación Altura (mm)	Porcentaje de Deformación Ancho (mm)
900-1	5.35	10.26	46.500	23.571
900-2	5.11	10.43	48.900	27.000
950-1	5.13	10.74	48.700	26.714
1000-1	5.4	10.25	46.000	22.857

Tabla 5.15.- Tabla de mediciones de las probetas de compresión ensayadas, con el porcentaje de deformación en altura y diámetro de las muestras, ensayadas a una velocidad de 6 mm/min ($0.01s^{-1}$).

Muestra	Volumen Final (mm ³)	Área Final (mm ²)	Porcentaje de Deformación en Área	Porcentaje de Deformación en Volumen
900-1	442.322	82.677	214.832	114.935
900-2	436.596	85.439	222.010	113.447
950-1	464.746	90.594	235.403	120.762
1000-1	445.586	82.516	214.413	115.783

Tabla 5.16.- Tabla del área y volumen calculado de las probetas de compresión ensayadas, con el porcentaje de deformación en área y volumen, ensayadas a una velocidad de 6 mm/min (0.01s⁻¹).

En la Figura 5.38 se muestran las muestras de compresión deformadas mientras que en la Figura 5.39 se muestra la gráfica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera, donde se puede registrar un valor máximo de 568.36 MPa para la primer muestra y 553.09 MPa para la segunda muestra

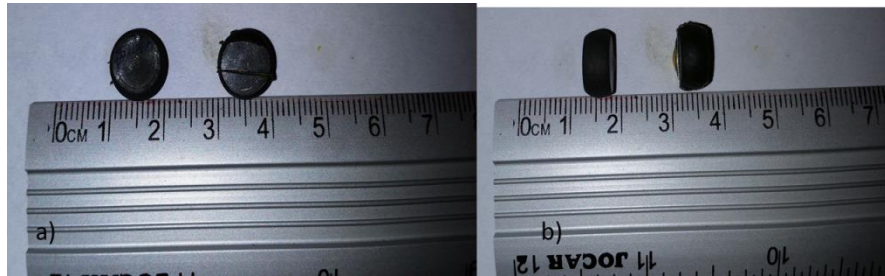


Figura 5.38.- Muestras de compresión ensayadas a temperatura de 900°C a una velocidad de 6 mm/min (0.01 s⁻¹).

**Gráfica Esfuerzo Verdadero vs Deformación verdadera a 900°C
6 mm/min**

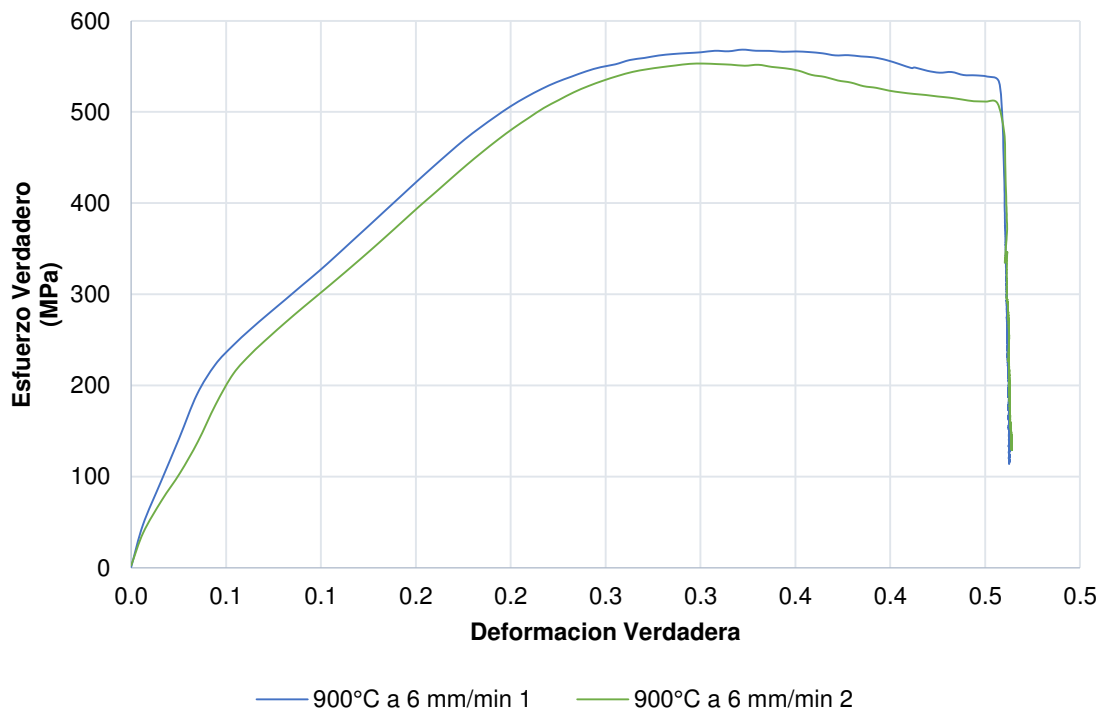


Figura 5.39.- Grafica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 900°C a 6 mm/min.

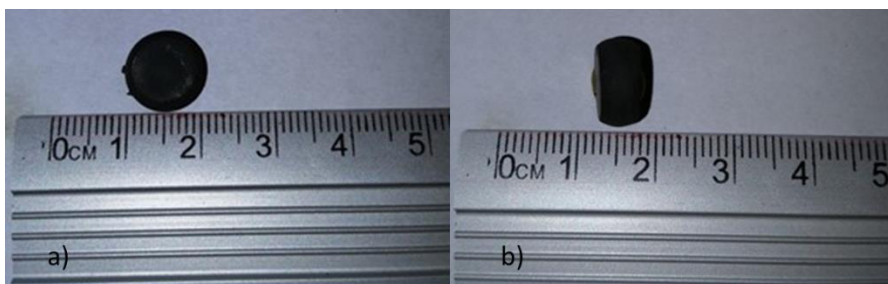


Figura 5.40.- Muestras de compresión ensayadas a temperatura de 950°C a una velocidad de 6 mm/min (0.01 s^{-1}).

Gráfica de Esfuerzo verdadero vs Deformación verdadera a 950°C
a 6 mm/min

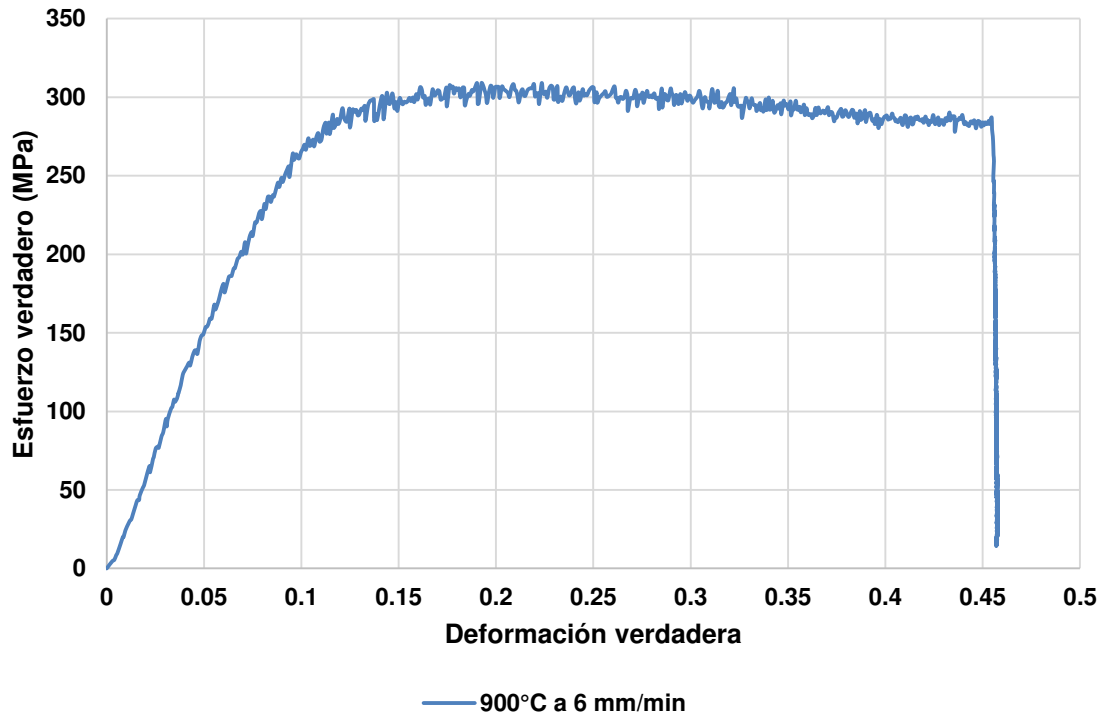


Figura 5.41.- Gráfica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 950°C a 6 mm/min.

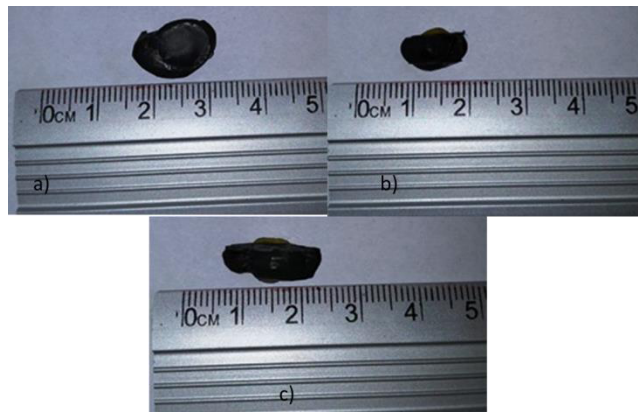


Figura 5.42.- Muestras de compresión ensayadas a temperatura de 1000°C a una velocidad de 6 mm/min (0.01 s^{-1}).

Gráfica de Esfuerzo verdadero vs Deformación verdadera a 1000°C a 6 mm/min

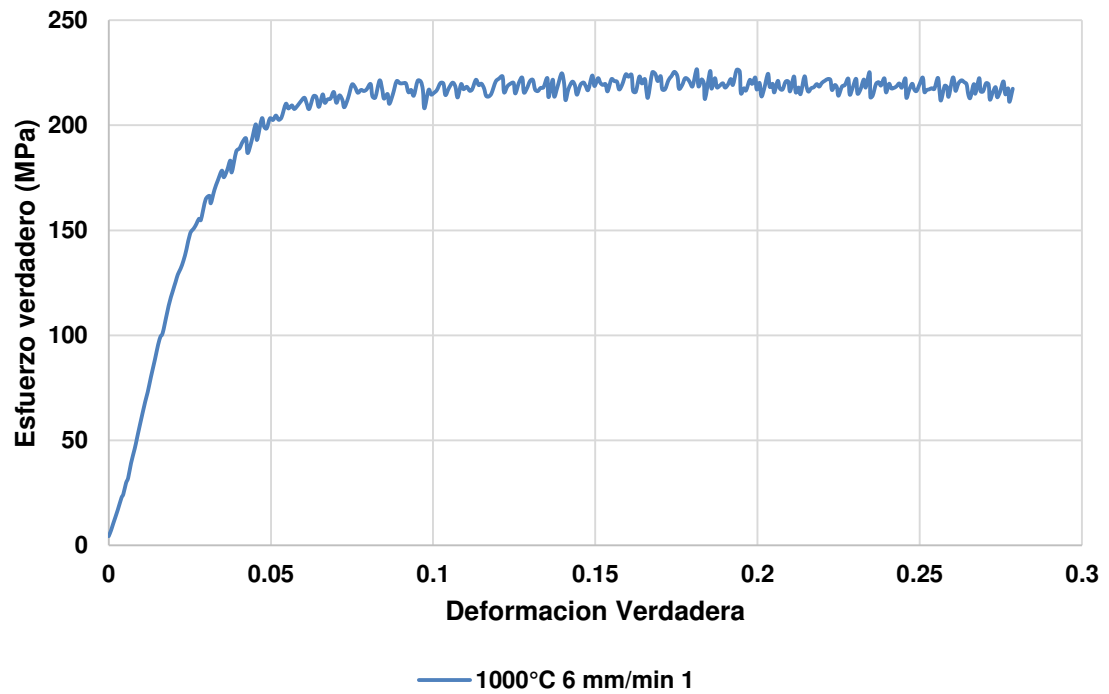


Figura 5.43.- Grafica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 1000°C a 6 mm/min.

5.9 Microscopia electrónica de barrido (PENDIENTE POR REALIZAR)

Capítulo 6

Conclusiones y Recomendaciones

*“Si tu intención es descubrir la verdad,
hazlo con sencillez,
la elegancia déjasela al sastre”
Albert Einstein*

6.1 Conclusiones

1. La superaleación Inconel 625 depende de temperatura para endurecer, puesto que esta aleación fue diseñada para endurecer de por medio de solución sólida.
2. Aun cuando la superaleación Inconel 625 está diseñada para endurecer por solución sólida, esta puede presentar el fenómeno de precipitación, y bajo ciertas condiciones dichos precipitados y fases secundarias pueden cambiar el desempeño de la misma, ya que algunas puede favorecer las propiedades físicas y mecánicas.
3. Bajo ciertas condiciones es favorable tener la fase δ para mejorar la ductilidad en este material, y ayuda a tener un mejor control de la microestructura de la misma
4. La recristalización juega un papel importante, debido a que depende del tamaño de los granos, lo que nos lleva a controlar el trabajo en caliente, donde la temperatura final, la velocidad de rolado y la velocidad de deformación se deben de controlar.

6.2 Recomendaciones

Bibliografía

- [1] C. T. Sims, N. S. Stoloff y W. C. Hagel, «Superalloys II,» 1987.
- [2] M. J. Donachie y S. J. Donachie, SUPERALLOYS A Technical Guide, asm, 2002.
- [3] B. Geddes, H. Leon and X. Huang, Superalloys: Alloying and Performance, ASM International, 2010.
- [4] R. Reed, Physical Metallurgy and Microstructure of Superalloys, Birmingham, 2007.
- [5] S. J. Patel y G. D. Smith, THE ROLE OF NIOBIUM IN WROUGHT SUPERALLOYS, Huntington, WV: Special Metals Corporation.
- [6] R. C. Reed, The Superalloys Fundamentals and Applications, Cambridge University Press, 2006.
- [7] A. SARKAR, P. MUKHERJE y P. BARAT, «LATTICE MISFIT MEASUREMENT IN INCONEL 625 BY X-RAY DIFFRACTION TECHNIQUE,» 2007.
- [8] C. Slama y M. Abdellaoui , «Structural characterization of the aged Inconel 718,» *Journal of Alloys and Compounds* 306, 2000.
- [9] . A. V. Lara Mendoza, Determinación de las propiedades de una aleación incoloy 909 para aplicación aeroespacial a diferentes condiciones de deformación en caliente, 2009.

- [10] ASM Metals Handbook Heat Resistant Materials.
- [11] P. Paramo Kañetas, Caracterización microestructural y mecánica de una aleación INCONEL 718 con deformación termomecánica a diferentes condiciones, Monterrey , 2011.
- [12] «National Physical Laboratory,» [En línea]. Available: <http://www.npl.co.uk/>.
- [13] J. R. Davis y D. & A. , ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys, ASM, 2000.
- [14] F. C. Chantal Vernot-Loier, «INFLUENCE OF HEAT TREATMENTS ON MICROSTRUCTURE, MECHANICAL PROPERTIES AND CORROSION BEHAVIOUR OF ALLOY 625 FORGED ROD,» 1991.
- [15] H. M. TAWANCY,, I. M. ALLAM, y M. ABBAS, *Effect of Ni3Nb precipitation on the corrosion resistance of Inconel 625*, 1990.
- [16] M. Technologies, «Data Sheet Inconel 625».
- [17] A. Allvac, «Certificate of Test,» 2014.
- [18] Q. Guo, D. Li , S. Guo, H. Peng y J. Hu, «The effect of deformation temperature on the microstructure evolution of Inconel 625 superalloy».
- [19] D. Camus, R. A. Jaramillo, J. Plybum y F. Suarez, *EVOLUTION OF MICROSTRUCTURE DURING HOT ROLLING OF INCONEL@ ALLOYS 625 AND 7 18*.
- [20] L. Ferrer, B. Pieraggi y J. Uginet, «MICROSTRUCTURAL

EVOLUTION DURING THERMOMECHANICAL PROCESSING OF ALLOY 625,» 1991.

- [21] S. Guo, D. Li, Q. Guo, J. Hu, H. Peng y Z. WU, «Investigation on hot workability characteristics of Inconel 625,» 2011.
- [22] Q. Guo , L. Defu , S. Guo, P. Hu y H. Peng, «Nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in Inconel 625 superalloy deformed with different strain rates,» 2012.
- [23] B. Lopez y J. J. Urcola, *Hot deformation characteristics of Inconel* 625*, 1996.
- [24] H. Saghafifar, *Microstructural stability of a nickel-based alloy overlay on a 2.25Cr1Mo steel substrate*, Nottingham,, 2011.
- [25] M. Köhler, «EFFECT OF THE ELEVATE TEMPERATURE PRECIPITATION IN ALLOY 625 ON PROPERTIES AND MICROSTRUCTURE,» 1991.
- [26] L. Mataveli Suave, D. Bertheau, J. Cormier, P. Villechaise, A. Soula, Z. Hervier, F. Hamon y . J. Laigo, «IMPACT OF THERMOMECHANICAL AGING ON ALLOY 625 HIGH TEMPERATURE MECHANICAL PROPERTIES,» 2014.
- [27] S. K. Rai, A. Kumar, V. Shankar, T. Jayakumar, K. B. Sankara Rao y B. Raj, «Characterization of microstructures in Inconel 625 using X-ray diffraction peak broadening and lattice parameter measurements,» 2004.
- [28] M. Durand-Charre, *The Microstructure of Superalloys*, CRC Press,

1997.

- [29] J. Oblak, D. F. PAULONIS and D. S. DUVALL, "Coherency Strengthening in Ni Base Alloys Hardened by DO22 Precipitate," *METALLURGICAL TRANSACTIONS*, 1974.
- [30] M. G. Burke, W. J. Mills y R. Bajaj, «MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF DIRECT-AGED ALLOY 625,» *Superalloys 718. 625. 706 and Various Derivatives*, pp. 389-398, 2001.
- [31] H. Zhang, S. Zhang, M. Cheng and Z. Li, "Deformation characteristics of δ phase in the delta-processed Inconel 718 alloy," *MATERIALS CHARACTERIZATION* 61, p. 49 – 53, 2010.
- [32] T. Fang, S. J. Kennedy, L. Quan y T. J. Hicks, «The structure and paramagnetism of Ni₃Nb,» 1991.
- [33] S. Azadian, . L.-Y. Wei y R. Warren, «Delta phase precipitation in Inconel 718,» 2004.
- [34] G. Gonzalez Juarez, ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL DE UNA SUPERALEACIÓN Fe–Ni–Co BAJO DIFERENTES CONDICIONES TÉRMICAS Y MECÁNICAS, Monterrey, Nuevo Leon, 2010.
- [35] H. M. Tawancy, Precipitation characteristics of μ -phase in wrought nickel-base alloys and its effect on their properties, *Journal of Material Science*, 1996.
- [36] M. Sundararaman, L. Kumar, G. Prasad, P. Mukhopadhyay and S. Banerjee, "Precipitation characteristics of mu-phase in wrought nickel-base alloys and its effect on their properties," *JOURNAL OF*

MATERIALS SCIENCE 31, 1999.

- [37] V. Shankar, K. Bhanu Sankara Rao y S.L. Mannan, «Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy».
- [38] M. SUNDARARAMAN, P. MUKHOPADHYAY y S. BANERJEE, *Precipitation of the delta Ni₃Nb Phase in Two Nickel Base Superalloys*, 1988.
- [39] H. Valdez Reyes , «Materiales Avanzados,» 2009, p. unidad 3.
- [40] P. Palanichamy, M. Mathew, S. Latha, T. Jayakumar, K. Bhanu, S. Rao, S. Mannan y B. Raj, «Assessing microstructural changes in alloy 625 using ultrasonic waves and correlation with tensile properties,» *Scripta Materialia*, vol. 45, nº 9, pp. 1025-1030, 2001.
- [41] ASM, «Metals Handbook Volume 14 Forming and Forging,» 1988.
- [42] M. H. Parsa, . M. N. Ahmadabadi , H. Shirazi, B. Poorganji y P. Pournia, «Evaluation of microstructure change and hot workability of high nickel high strength steel using wedge test,» *ELSEVIER*, 2006.
- [43] W. D. Callister y D. G. Rethwisch, *Materials Science and Engineering an Introduction*, John Wiley & Sons, Inc. , 2010.
- [44] D. Askeland, *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, Internacional Tomson Editores, 1998.
- [45] J. Zhanga, Z. Gaoa, J. Zhuangb and Z. Zhong, "Grain growth model of IN718 during holding period after hot deformation," 2000.
- [46] V. Randle, P. Rios y Y. Hu, «Grain growth and twinning in nickel,»

Elsevier, 2007.

- [47] C. Dandre, C. Walsh, R. Evans, R. Reed y S. Roberts, «MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF NICKEL-BASE SUPERALLOY FORGINGS DURING INGOT-TO-BILLET CONVERSION: PROCESS MODELLING AND VALIDATION,» *The Minerals, Metals & Materials Society, TMS, 2000.*
- [48] F. C. Campbell, *Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials, 2006.*
- [49] «<http://www.scotforge.com/>,» [En línea].
- [50] A. Lara Mendoza, *Determinación de las propiedades de una aleación Incoloy 909 para aplicación aeroespacial a diferentes condiciones de deformación en caliente, 2009.*
- [51] C. A. Martínez Soto, *Efectos microestructurales en los procesos de deformado en caliente y tratamiento térmico en la aleación de inconel 909, 2009.*
- [52] C. A. Martinez Soto, *Efectos microestructurales en los procesos de deformado en caliente y tratamiento térmico en la aleación de inconel 909, 2009.*
- [53] ASM, *Metals Handbook Volume 9 Metallography and Microstructures, 2004.*
- [54] G. F. Vander Voort, «*Metallography of Superalloys,*» Buehler Ltd., Lake Bluff, 2003.
- [55] D. Li , Q. Guo, S. Guo, H. Peng y Z. Wu, «The microstructure

evolution and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in hot-deformed Inconel 625 superalloy,» 2010.

- [56] ASTM, E112 - 13 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.
- [57] ASM, Metals Handbook Volume 8 Mechanical Testing and Evaluation, 2000.
- [58] Dieter, Mechanical Metallurgy SI Metric Edition, McGraw-Hill Book, 1988.
- [59] G. Klančnik, J. Medved y . P. Mrvar, «Differential thermal analysis (DTA) and differential scanning calorimetry (DSC) as a method of material investigation,» 2009.
- [60] F. Kellogg y B. Butler, «Gleeble Testing of Tungsten Samples,» Army Research Laboratory, 2013.
- [61] J. Rasti, A. Najafizadeh y M. Meratian, «Correcting the stress-strain curve in hot compression test using finite element analysis and Taguchi method,» *International Journal of ISSI*, vol. 8, pp. 26-33, 2011.
- [62] A. Bogner, P.-H. Jouneau, G. Thollet, D. Basset y C. Gauthier, «A history of scanning electron microscopy developments: Towards “wet-STEM” imaging,» *Elsevier*, 2007.
- [63] R. F. Egerton, Physical Principles of Electron Microscopy, Springer, 2005.
- [64] K. D. Vernon-Parry, Scanning Electron Microscopy: an introduction,

2000.

[65] *PDF 01-071-7594*, 2010.

[66] G. F. Vander Voort, J. W. Bowman y R. B. Frank,
«MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF CUSTOM AGE
625 PLUS ALLOY,» 1994.

[67] C. T. Stadtländer, «Scanning Electron Microscopy and Transmission
Electron Microscopy of Mollicutes: Challenges and Opportunities,»
2007.

[68] T. M. Pollock y S. Tin, «Nickel-Based Superalloys for Advanced
Turbine Engines: Chemistry, Microstructure, and Properties,»
JOURNAL OF PROPULSION AND POWER, 2006.

[69] D. Gustafsson, Constitutive modelling of the nickel base superalloy
IN718, Linköping, 2008.

[70] S. Floreen, G. E. Fuchs y W. J. Yang, «The Metallurgy of Alloy 625,»
the Minerals, Metals and Materials Society (TMS);, 1994.

Lista de Símbolos

- FCC** Face Centered Cubic
- BCC** Body Centered Cubic
- DTA** Differential Thermal Analysis
- DSC** Differential Scanning Calorimetry
- SEM** Scanning Electron Microscopy
- XRD** X Ray Diffraction
- TTT** Time-Temperature-Transformation
- TCP** Topologically Closed Packed
- DMZ** Death Metal Zone

Anexo 1

Anexo 2

Índice de Figuras

Figura 1.1.- Planos de deslizamiento para la Inconel 625 [6] [7].	39
Figura 1.2.- a) Planos {111} y b) direcciones <110> de deslizamiento en la celda unitaria [6] [7].	40
Figura 1.3.- a) Imagen espejo y límite de macla, b) ubicación atómica de la macla [6] [9] [10].	41
Figura 1.4.- (a) Operación de “cogging” para un trabajo de termomecánico de conversión de lingote, (b) seguimiento de la evolución microestructural durante la operación de “cogging”, (c) evolución microestructural durante el proceso de forja abierta “cogging” [13] [15].	42
Figura 1.5.- Proceso de la elaboración de la preforma, con forma de dona [18] [12].	44
Figura 1.6.- Proceso de rolado de anillo sin costura [18] [12].	45
Figura 2.1 .- Se señalan los elementos principales que se pueden encontrar en solución en una superaleación. Donde los elementos bases son Hierro (Fe), Cobalto (Co) y Níquel (Ni).	12
Figura 2.2.- Tabla periódica de los elementos que muestra los efectos de los elementos involucrados en una superaleación Base Níquel [ref. curso materiales avanzados] [12].	17
Figura 2.3.- Estructura cristalina de la fase gamma prima, arreglo de los átomos de Ni y Al a fase Ni ₃ Al ordenada, b) después de un desordenamiento de átomos [25].	19
Figura 3.1.- En la tabla periódica se muestran los elementos que se añaden a una superaleación, los elementos que se encuentran marcados con líneas cruzadas son elementos que benefician a la matriz, y los elementos marcados con líneas horizontales son elementos perjudiciales o dañinos [1] [8] [26].	26
Figura 3.2.- Estructura cristalina de la fase Ni ₃ Nb γ”, en (a) se muestra la celda unitaria, y en (b) los planos de empaquetamiento [41].	28
Figura 3.3.- Imagen de TEM de la fase Gamma Segunda (γ”), donde se muestran 2 variantes de esta fase, en cuestión de tamaño y la extensión del precipitado [42].	28
Figura 3.4.- Estructura cristalina de la fase δ Ni ₃ Nb [44].	29
Figura 3.5.- Imagen de microscopía óptica de una aleación 718 termomecánicamente procesada a 980°C [43].	29
Figura 3.6.- Diagrama de tiempo-temperatura-transformación de la Inconel 625 [37].	34
Figura 3.7.- Diagrama tiempo-temperatura-transformación de la Inconel 625 después de un tratamiento de solubilizado [37].	34
Figura 3.8.- Diagrama tiempo-temperatura-transformación de la Inconel 625, con los dominios de precipitación y transformación de las fases Gamma Segunda (γ”) y Fase Delta (δ) [38].	35
Figura 4.1.- Modelo de medio disco de la Inconel 625.	49
Figura 4.2.- Diagrama de la metodología experimental.	50
Figura 4.3.- Horno Tipo Mufla marca Thermo Scientific.	51
Figura 4.4.- a) Microscopio Óptico marca Nikon, b) software analizador CLEMEX.	53

Figura 4.5.- Ataque químico de la superaleación Inconel 625.....	53
Figura 4.6.- Mapa graduado para la obtención del tamaño de grano [56].....	54
Figura 4.7.- Durómetro Wilson modelo Series 500.....	57
Figura 4.8.- Microdurómetro Shimadzu modelo HMV-2T.....	59
Figura 4.9.- Esquema de difracción de rayos X en el planos de átomos (A-A' y B-B'), donde se tiene el haz incidente y el haz difractad, y la condición de difracción, esto satisfaciendo la condición de la ley de Bragg.....	60
Figura 4.10.- Difractometro marca Bruker modelo D8 Advance.....	61
Figura 4.11.- Cámara de Difracción, del lado izquierdo se encuentra donde se generan los Rayos X, en el centro la muestra, y del lado izquierdo la cámara detectora de los Rayos X.....	61
Figura 4.12.- Muestra de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) o de Análisis Térmico Diferencial (DTA) antes de pulir.....	63
Figura 4.13.- Circuito de electro pulido.....	63
Figura 4.14.- Fuente de poder Mastech DC Power Supply HY5005E-2.....	64
Figura 4.15.- Conexión de la fuente con la muestra para realizar el electro-pulido.....	64
Figura 4.16.- Electropulido de la Inconel 625.....	64
Figura 4.17.- Equipo de DSC marca Netzsch modelo DSC 404 F3 Pegasus.....	65
Figura 4.18.- DTA Marca Linseis modelo STA PT 1600.....	67
Figura 4.19.- Sistema Gleeble 1200 D.....	68
Figura 4.20.- Distribución de cortes del material.....	69
Figura 4.21.- Imágenes de las Probetas de compresión antes de ser ensayadas a) diámetro de la probeta, b) altura de la probeta.....	69
Figura 4.22.- Plano de muestras cilíndricas de compresión en caliente.....	69
Figura 4.23.- En la figura (a) se muestran las zonas que se desarrollan en una muestra de compresión de caliente, en la figura (b) evidencia experimental de la existencia de estas zonas en muestras post prueba de compresión en caliente (macro ataque electrolítico con ácido nítrico) [61].	71
Figura 4.24.- Diagrama Tiempo-Temperatura-Transformación de la Inconel 625 sin solubilizado [37].	72
Figura 4.25.- Diagrama esquemático de un microscopio de barrido electrónico con display de TRC [[62]].	74
Figura 4.26.- Esquema de las señales resultantes por la incidencia de un haz electrones en un microscopio de barrido electrónico (SEM).	74
Figura 5.1.- Microestructura de la aleación Inconel 625 sin tratamiento de solubilizado.....	77
Figura 5.2.- Microestructura de la aleación Inconel 625 con tratamiento de solubilizado a 1150°C.	78
Figura 5.3.- Grafica de la Microdureza de la Inconel 625 as-received.....	86

Figura 5.4.- Patrón de difracción a de la superaleación Inconel 625 sin tratamiento de solubilizado, sección cortada de la zona XND.....	87
Figura 5.5.- Gráfica del Difractograma de la Inconel 625 con tratamiento térmico de solubilizado.	88
Figura 5.6.- Imagen de Comparación de los Difractogramas obtenidos de cómo se recibió el material y con tratamiento de solubilizado.....	89
Figura 5.7.- Patrón de difracción de Rayos X de la Inconel 625 con una deformación a una temperatura de 900°C.....	90
Figura 5.8.- Patrón de difracción de Rayos X de la Inconel 625 con una deformación a una temperatura de 950°C.....	91
Figura 5.9.- Patrón de difracción de Rayos X de la Inconel 625 con una deformación a una temperatura de 1000°C.....	92
Figura 5.10.- Patrón de difracción de Rayos X de la Inconel 625 con una deformación a una temperatura de 1000°C a una velocidad de deformación de 6 mm/min (0.01 s^{-1}).	93
Figura 5.11.- Difractograma de la Inconel 625 tras ser ensayada a 1050°C con una velocidad de deformación de 0.01 s^{-1}	94
Figura 5.12.- Comparación de los difractogramas obtenidos de la Inconel 625 en cada una de las condiciones obtenidas.....	95
Figura 5.13.- Grafica del termograma de la Inconel 625 de temperatura ambiente a 760°C.....	96
Figura 5.14.- Grafica del Termograma de la Inconel 625 hasta 760°C con la primera derivada y su línea de tendencia.	96
Figura 5.15.- Grafica del Termograma de la Inconel 625 hasta 900°C.	97
Figura 5.16.- Grafica del Termograma obtenido de la Inconel 625 teniendo como temperatura máxima 930°C.....	98
Figura 5.17.- Grafica del Termograma de la Inconel 625 teniendo como temperatura máxima 930°C.	99
Figura 5.18.- Grafica del termograma obtenido de la Inconel 625 de temperatura ambiente a 1200°C.	100
Figura 5.19.- Grafica de Termograma de la superaleación Inconel 625 solubilizada con la primer derivada y su línea de tendencia para el análisis de fases.	101
Figura 5.20.- Grafica de la transición de la superaleación Inconel 625 en el rango de 850°C a 1050°C.	102
Figura 5.21.- Grafica de la transición del rango de 850°C-1050°C Inconel 625, con la primer derivada y línea de tendencia.	102
Figura 5.22.- Grafica del Termograma obtenido de la Inconel 625 solubilizada hasta una temperatura de 1150°C.....	103

Figura 5.23.- Grafica del Termograma de la Inconel 625 solubilizada con la derivada respecto al tiempo y la línea de tendencia.	104
Figura 5.24.- Grafica del termograma de la superaleación Inconel 625 en el rango de 750°C-990°C.	105
Figura 5.25.- Grafica del Termograma en el rango de 750°C-1000°C de la aleación Inconel 625 en condición de solubilizado	105
Figura 5.26.- Grafica del termograma de la Inconel 625 con tratamiento de solubilizado en el rango de 1000°C a 1100°C.	106
Figura 5.27.- Grafica del Termograma de la Inconel 625 solubilizada con la primer derivada y línea de tendencia.	107
Figura 5.28.- Grafica del termograma obtenido por medio del DTA de la aleación Inconel 625 en la condición a la que se recibió el material.	108
Figura 5.29.- Grafica del Termograma obtenido por medio del DTA de la Inconel 625 con un tratamiento de solubilizado.	109
Figura 5.30.- Muestras de compresión ensayadas a una temperatura de 900°C a una velocidad de 60 mm/min (0.1 s^{-1}).	111
Figura 5.31.- Grafica de Esfuerzo verdadero vs. Deformación verdadera a 900°C a 60 mm/min (0.1 s^{-1}).	111
Figura 5.32.- Muestras de compresión ensayadas a temperatura de 950°C a una velocidad de 60 mm/min (0.1 s^{-1}).	111
Figura 5.33.- Grafica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 950°C a 60 mm/min.	112
Figura 5.34.- Muestras de compresión ensayadas a temperatura de 1000°C a una velocidad de 60 mm/min (0.1 s^{-1}).	112
Figura 5.35.- Grafica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 1000°C a 60 mm/min.	113
Figura 5.36.- Muestras de compresión ensayadas a temperatura de 1050°C a una velocidad de 60 mm/min (0.1 s^{-1}).	113
Figura 5.37.- Grafica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 1050°C a 60 mm/min.	114
Figura 5.38.- Muestras de compresión ensayadas a temperatura de 900°C a una velocidad de 6 mm/min (0.01 s^{-1}).	115
Figura 5.39.- Grafica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 900°C a 6 mm/min.	116
Figura 5.40.- Muestras de compresión ensayadas a temperatura de 950°C a una velocidad de 6 mm/min (0.01 s^{-1}).	116
Figura 5.41.- Grafica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 950°C a 6 mm/min.	117

Figura 5.42.- Muestras de compresión ensayadas a temperatura de 1000°C a una velocidad de 6 mm/min (0.01 s^{-1}). 117

Figura 5.43.- Grafica de esfuerzo verdadero vs deformación verdadera a 1000°C a 6 mm/min. 118

Índice de Tablas

Tabla 2.1.- Papel de los elementos aleantes en las superaleaciones [8].	20
Tabla 3.1.- Composición química porcentual, expresada en porcentajes de masa de la superaleación Inconel 625 [26] [27].	21
Tabla 3.2. – Rangos de temperatura de trabajo en esta aleación (de acuerdo al rango de temperatura y al precipitado) [24] [29] [34] [35] [36].	22
Tabla 4.1.- Composición química en porcentaje de peso y el método de prueba empleado en el análisis de cada elemento: Fluorescencia de Rayos X (XRF), Combustión/Detección IR (Cs-Cs) [27].	49
Tabla 4.2.- Relación de promedios de tamaño de grano ASTM en Diámetros [47].	55
Tabla 4.3.- Ensayo de dureza Rockwell.	57
Tabla 4.4 .- Ensayo de dureza Vickers.	58
Tabla 4.5.- Tabla de experimentos de DSC aplicados en la superaleación Inconel 625.	66
Tabla 4.6.- Tabla de experimentos de DTA aplicados en la superaleación Inconel 625.	67
Tabla 4.7.- Matriz de ensayos con una velocidad de 60 mm/min.	70
Tabla 4.8.- Matriz de ensayos con una velocidad de 6 mm/min.	70
Tabla 4.9.- Tabla de Tratamientos Térmicos.	72
Tabla 5.1.- Tabla de Durezas HRC de la Inconel 625 sin tratamiento de solubilizado.	79
Tabla 5.2.- Tabla con las mediciones de dureza obtenidas de la aleación después de ser sometida a un tratamiento de solubilizado.	80
Tabla 5.3.- Tabla de Durezas Rockwell C (HRC) con un Tratamiento Térmico de 760°C	81
Tabla 5.4.- Tabla de Durezas Rockwell C (HRC) de la Inconel 625 con un tratamiento térmico a 930°C.	82
Tabla 5.5.- Tabla de Durezas Rockwell C (HRC) de la Inconel 625 con un tratamiento térmico a 930°C.	83
Tabla 5.6.- Tabla de Microdurezas, con las medidas de diagonales, dureza Vickers (HV) y conversión a Rockwell C (HRC)	85
Tabla 5.7.- Tabla de Microdurezas de la Inconel 625 sin tratamiento de solubilizado expresada en matriz.	85
Tabla 5.8.- Tabla de valor máximo, Valor Medio, Valor Mínimo, y de Desviación Estándar.	85
Tabla 5.9.- Tabla de microdurezas de la Inconel 625 con tratamiento de solubilizado.	86
Tabla 5.10.- Tabla de valor máximo, Valor Medio, Valor Mínimo, y de Desviación Estándar.	86
Tabla 5.11.- Análisis de los ángulos de difracción de la Inconel 625 sin tratamiento térmico.	88
Tabla 5.12.- Tabla del análisis del difractograma de la Inconel 625 [53].	89

Tabla 5.13.- Tabla de mediciones de las probetas de compresión ensayadas, con el porcentaje de deformación en altura y diámetro de las muestras, ensayadas a una velocidad de 60 mm/min ($0.1s^{-1}$).	110
Tabla 5.14.- Tabla del área y volumen calculado de las probetas de compresión ensayadas, con el porcentaje de deformación en área y volumen, ensayadas a una velocidad de 60 mm/min ($0.1s^{-1}$).	110
Tabla 5.15.- Tabla de mediciones de las probetas de compresión ensayadas, con el porcentaje de deformación en altura y diámetro de las muestras, ensayadas a una velocidad de 6 mm/min ($0.01s^{-1}$).	114
Tabla 5.16.- Tabla del área y volumen calculado de las probetas de compresión ensayadas, con el porcentaje de deformación en área y volumen, ensayadas a una velocidad de 6 mm/min ($0.01s^{-1}$).	115