

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA

SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



**CAMBIOS MICROESTRUCTURALES Y MECÁNICOS EN ALEACIONES
RESISTENTES AL CALOR**

Por:

M. EN C. ROSA DOLORES ORTEGA REYES

EN OPCIÓN AL GRADO DE:

DOCTOR EN INGENIERÍA DE MATERIALES

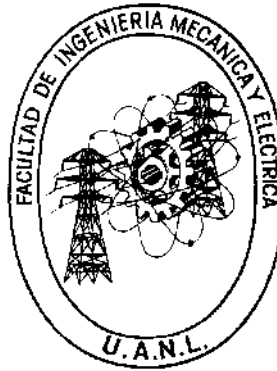
SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN

MARZO 2021

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA

SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



“CAMBIOS MICROESTRUCTURALES Y MECÁNICOS EN ALEACIONES
RESISTENTES AL CALOR”

Por:

M. EN C. ROSA DOLORES ORTEGA REYES

EN OPCIÓN AL GRADO DE:

DOCTOR EN INGENIERÍA DE MATERIALES

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN

MARZO 2021



Universidad Autónoma de Nuevo León
Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica
Subdirección de Estudios de Posgrado

Los miembros del Comité de Tesis recomendamos que la Tesis "Cambios microestructurales y mecánicos en aleaciones resistentes al calor", realizada por el alumno Rosa Dolores Ortega Reyes, con número de matrícula 1770316, sea aceptada para su defensa como requisito para obtener el grado de Doctorado en Ingeniería de Materiales.

El Comité de Tesis

Dr. Rafael Collás Ortiz
Director

Dr. Sergio Haro Rodríguez
Revisor

Dr. Nelson Federico Garza Montes de Oca
Revisor

Dr. Javier Humberto Ramírez Ramírez
Revisor

Dr. Arturo Juárez Hernández
Revisor

Vo. Bo.

Dr. Nelson Martínez Martínez
Subdirector de Estudios de Posgrado



126

San Nicolás de los Garza, Nuevo León, 8 de marzo de 2021



AGRADECIMIENTOS

Mi más sincero agradecimiento al Dr. Colás por todo su apoyo para la realización de este trabajo, sus consejos y pláticas; al Dr. Haro por su retroalimentación sobre los avances y seguimiento de mi investigación, así como los materiales proporcionados; al Dr. Javier Ramírez por su ayuda y entrenamiento con el microscopio electrónico y análisis de EDX, al Dr. Juárez por proporcionarme el material inicial, así como al equipo del CIIDIT y CIIIA para el uso del equipo y apoyo en los análisis de esta investigación. Sin su ayuda no hubiera sido posible esta investigación.

Agradezco a mi esposo Paco, por siempre confiar en mí y apoyarme a seguir superándome; a mis hijas: Natalia y Sofía, por el tiempo que le dediqué a este trabajo; a mis padres por siempre ser un ejemplo para mí y apoyarme en este correr, sobre todo en el último año.

Dedico esta tesis:

A mí compañero de vida y gran amor: Paco

A mis queridas hijas: Natalia y Sofía

Mi ejemplo de vida: Mis padres Cruz y Rosy

Planteamiento del problema

La información disponible acerca de las aleaciones resistentes al calor con diferentes composiciones químicas, así como sus transformaciones microestructurales durante el envejecimiento bajo diferentes condiciones es limitada, generalmente este tipo de aleaciones son estudiadas cuando fallan después de muchas horas de servicio.

Sin embargo, es importante contar con un mapa de propiedades y comportamiento de este tipo de aleaciones bajo diferentes condiciones, incluyendo sus transformaciones microestructurales y mecánicas en cortos periodos de tiempo de envejecimiento, que sirva para las empresas fabricantes de éstas, así como para las industrias usuarias, como son la petroquímica y del acero.

Objetivos particulares:

- Caracterización microestructural y propiedades mecánicas de seis aleaciones resistentes al calor con diferente composición química en condición de colada.
- Análisis de las transformaciones microestructurales y de las propiedades mecánicas de las aleaciones al someterse a tratamientos térmicos de envejecimiento a 750 y 950°C desde 2 hasta 1024h.
- Comparar los resultados obtenidos de las seis aleaciones.
- Elaborar un mapa de propiedades y comportamiento de este tipo de aleaciones, en las condiciones estudiadas.

Preguntas de la investigación

1. ¿Cómo se afecta la microestructura de las seis aleaciones resistentes calor al ser sometidas a tratamientos térmicos de envejecimiento?
2. ¿Cuál es el efecto del incremento de temperatura de 750 a 950°C en la microestructura de las aleaciones?
3. ¿Existe diferencia en el comportamiento microestructural y mecánico de estas aleaciones debido a las diferentes composiciones químicas y proceso de fabricación?

Hipótesis

Las transformaciones microestructurales que ocurren en el envejecimiento a 750 y 950°C, después de 1024 h, son semejantes en las aleaciones resistentes al calor estudiadas, así como su comportamiento mecánico.

Tabla de Contenido

	Página
RESUMEN	9
CAPÍTULO 1	
INTRODUCCIÓN	11
CAPÍTULO 2	
REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	14
2.1 PROPIEDADES MECÁNICAS A ELEVADAS TEMPERATURAS	14
2.1.1 Resistencia a la tensión	15
2.1.2 Termofluencia	16
2.1.3 Fragilidad inducida térmicamente	18
2.1.4 Aceros austeníticos y su uso a altas temperaturas	20
2.2 DIFUSIÓN	22
2.2.1 Ley de Fick.....	23
2.2.2 Difusión en estado no estacionario	24
2.2.3 Mecanismos atómicos de difusión	26
2.2.4 La difusión y su dependencia de la temperatura.....	29

2.2.5	Factores que afectan la difusión y la energía de activación.	31
2.3	INFLUENCIA DE ELEMENTOS ALEANTES EN LA FORMACIÓN DE FASES	32
2.4	FORMACIÓN FASE G	33
CAPITULO 3		
	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	38
3.1	MATERIAL	38
3.2	DIAGRAMA EXPERIMENTAL	39
3.3	METODOLOGÍA	41
3.3.1	Tratamiento térmico de envejecimiento	41
3.3.2	Caracterización microestructural.....	42
3.3.3	Propiedades mecánicas.....	43
CAPÍTULO 4		
	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	48
4.1	RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LA ALEACIÓN A.....	49
4.1.1	Evolución microestructural	49
4.1.2	Espectroscopía de rayos X	55
4.1.3	Propiedades mecánicas.....	60
4.1.4	Difracción de rayos X.....	70
4.1.5	Discusión de resultados de la aleación A.....	72
4.2	RESULTADOS Y DISCUSIÓN ALEACIÓN B	77
4.2.1	Evolución microestructural	78
4.2.2	Espectroscopía de rayos X	83
4.2.3	Propiedades mecánicas.....	87

4.2.4	Difracción de rayos X.....	91
4.2.5	Discusión de resultados aleación B	93
4.3	RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE ALEACIÓN C.....	97
4.3.1	Evolucion microestructural	97
4.3.2	Espectroscopía de rayos X	103
4.3.3	Propiedades mecánicas.....	107
4.3.4	Discusión de resultados de la aleación C	109
4.4	Aleación D.....	111
4.4.1	Evolución microestructural	111
4.4.2	Espectroscopía de rayos X	117
4.4.3	Propiedades mecánicas.....	121
4.4.4	Discusión de resultados de la aleación D	122
4.5	Resultados y discusión de la aleación E	124
4.5.1	Evolución microestructural	125
4.5.2	Espectroscopía de rayos X	128
4.5.3	Discusión de resultados de la aleación E.....	131
4.6	Resultados y discusión de la aleación F	133
4.6.1	Evolución microestructural	133
4.6.2	Espectroscopía de rayos X	138
4.6.3	Propiedades mecánicas.....	147
4.6.4	Discusión resultados de la aleación F.....	149
4.7	Comparación de aleaciones resistentes al calor	151
4.7.1	Composición química.....	151

4.7.2	Evolución microestructural	153
4.7.3	Cambios en las propiedades mecánicas.....	162
CAPÍTULO 5		
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES		165
REFERENCIAS		169
LISTA DE FIGURAS		173
LISTA DE TABLAS		187

RESUMEN

La presente investigación muestra los resultados del estudio de 6 aleaciones resistentes al calor con diferentes composiciones químicas: 18Cr-37Ni-0.35C, 18Cr-37Ni-0.21C, 24Cr-33Ni-0.45C, 30Cr-40Ni-0.4C, 34Cr-48Ni-0.15C, 40Cr-45Ni-0.2C (% en peso), sometidas a tratamiento térmico de envejecimiento a 750 y 950°C durante periodos de tiempo de 2 hasta 1024h. La caracterización de las aleaciones se realizó mediante microscopia electrónica de barrido (SEM), espectroscopía de rayos X (EDX), ensayos de dureza Brinell en cinco aleaciones, además de difracción de rayos X y ensayos de tensión/compresión en las primeras dos aleaciones, esto debido a la disposición de material. La caracterización del material en su condición de colada mostró una microestructura compuesta de una matriz de austenita con carburos primarios interdendríticos M_7C_3 y NbC. El envejecimiento promueve la precipitación de carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$ y la transformación de NbC a un siliciuro conocido como Fase G. Los resultados muestran que esta transformación se inicia en los límites del carburo hacia el centro, enriqueciéndolo con silicio y níquel, a la vez que el carbono migra a la matriz promoviendo la precipitación de carburos secundarios ricos en cromo.

En cuanto a las propiedades mecánicas se observa un incremento en la dureza durante las primeras horas, sin embargo, ésta se mantiene sin incremento

o incluso una ligera disminución conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, logrando una estabilidad en las mediciones. En cuanto a la resistencia a la compresión analizada en las primeras dos aleaciones, ésta permanece prácticamente sin incremento a 750°C.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

Las aleaciones resistentes al calor contienen diferentes niveles de hierro, níquel y cromo y son usadas en su condición de colada en condiciones de operación por encima de los 650°C en ambientes susceptibles a la corrosión y oxidación. Algunas de estas aleaciones contienen elementos como niobio, titanio, vanadio y circonio para mejorar su resistencia a la fluencia debido a la formación de partículas estables bajo las temperaturas de operación. Su resistencia a diferentes mecanismos de degradación puede ser mejorada mediante la adición de elementos como aluminio, silicio o manganeso. Estas aleaciones pueden ser usadas como barras, tubos, bridas, cabezales, así como bobinas en hornos, líneas de transferencia, etc., para su uso en la industria petroquímica, química y de tratamiento térmico.

La microestructura en la condición de colada de las aleaciones con alto contenido de cromo y níquel está compuesta por una matriz de austenita con carburos eutécticos primarios. El servicio a altas temperaturas de estas aleaciones promueve la incidencia de varios fenómenos metalúrgicos que afectan las propiedades mecánicas del material [1, 2, 3, 4]. El niobio y el titanio se agregan para dar estabilidad a la estructura mientras se encuentran sometidos a severas condiciones de servicio. El niobio promueve la formación de carburos del tipo MC, los cuales no son tan gruesos como los carburos ricos en cromo del tipo M_7C_3 , las partículas secundarias $M_{23}C_6$ se forman conforme la aleación envejece [5, 6, 7, 8, 9, 10, 11].

La presente investigación se enfoca en los cambios microestructurales, así como los cambios en sus propiedades mecánicas de seis aleaciones: 18Cr-37Ni-0.35C, 18Cr-37Ni-0.21C, 24Cr-33Ni-0.45C, 30Cr-40Ni-0.4C, 34Cr-48Ni-0.15C, 40Cr-45Ni-0.2C, que se envejecieron a 750 y 950°C por periodos de tiempo desde 2 hasta 1024 h bajo condiciones de laboratorio. Estas aleaciones fueron obtenidas de vaciados con distinta composición química para comparar su comportamiento durante el envejecimiento. La temperatura de envejecimiento fue seleccionada en base a trabajos previos [8, 9, 10, 11, 12].

El siliciuro con estequiometría Nb_3N_2Si también conocido como fase G [6, 13, 14, 15, 16, 17, 18] ha sido reportado con anterioridad por diferentes autores. Por ejemplo, Shi [19] en el 2008 mencionaba que la fase G aparecía después de 12 años de servicio. Estudios más recientes, como los realizados por Liu y coautores [20] en el 2011 y Guo y coautores [21] en el 2017 muestran resultados donde se puede apreciar la presencia de la fase G después de 840 y 200 h respectivamente.

En cuanto a sus afectaciones en las propiedades mecánicas, las conclusiones también han ido cambiando, ya que algunos autores [20, 21] mencionan que aparecen fracturas en la fase G y esto pudiera afectar principalmente a la resistencia a la termofluencia. Sin embargo, Sustaita-Torres

y coautores [11] en el 2016 hace un comparativo de varios autores con aleaciones resistentes al calor, analizando sus propiedades mecánicas antes y después de envejecimiento y se puede observar cómo estas permanecen prácticamente constantes.

Con referencia a la adición de elementos para mejorar las propiedades de estas aleaciones, De Almeida y coautores [16] en el 2002 analizaron dos aleaciones resistentes al calor, prácticamente con la misma composición química, con la diferencia de que una de ellas contenía titanio y la otra no, llegando a la conclusión que en la aleación que contenía titanio se inhibía la transformación de la fase G en los carburos primarios (NbTi)C durante el envejecimiento.

CAPÍTULO 2

REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

En la Tesis de Maestría [22], se revisó de manera amplia lo concerniente a los aceros resistentes al calor, su microestructura, así como sus transformaciones al ser sometidos a tratamientos térmicos de envejecimiento, por lo que en esta revisión bibliográfica se enfocará en sus propiedades mecánicas, influencia de elementos aleantes para la formación de fases intermetálicas, así como al proceso de difusión en metales.

2.1 PROPIEDADES MECÁNICAS A ELEVADAS TEMPERATURAS

Las propiedades mecánicas son de mucho interés para aplicaciones a elevadas temperaturas, esto incluye propiedades a la tensión, termofluencia y ruptura a la tensión, fatiga con ciclos cortos y ciclos largos, fatiga térmica y termomecánica, combinaciones de termofluencia y fatiga, así como endurecimiento por calor.

Para servicio a elevadas temperaturas, la primera propiedad a considerar es la resistencia a la tensión durante exposiciones a corto tiempo a elevadas temperaturas menores a 480°C (900°F). Sin embargo, para temperaturas por encima de los 480°C (900°F), el proceso de diseño debe incluir otras propiedades como son la tasa y la resistencia a ruptura por termofluencia, entre otras [23].

2.1.1 Resistencia a la tensión

Para aplicaciones que involucran una exposición a periodos cortos de temperatura por debajo de los 480°C (900°F), las propiedades de resistencia a la tensión por cortos tiempos son usualmente suficientes en el diseño mecánico de componente de acero. Los resultados de pruebas con resistencia a la tensión en periodos cortos para varios grados de acero se muestran en la Figura 1 [23].

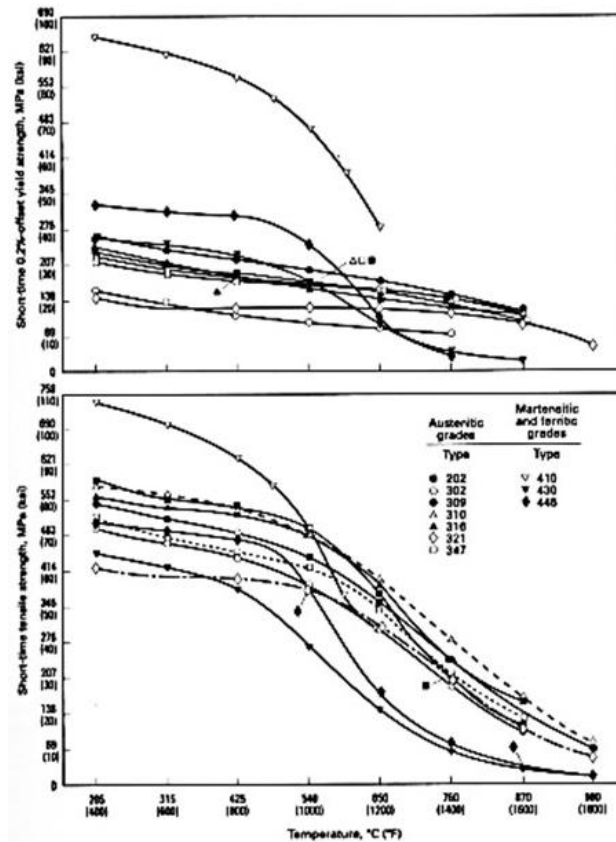


Figura 1 Resistencia a la tensión en periodos cortos de tiempo para varios aceros inoxidable estándares. Todos los aceros fueron probados en condición de recocido, excepto el tipo martensítico 410, que fue tratado con un templado en aceite a 980°C 1800°F y templado a 650°C (1200°F) [23].

2.1.2 Termofluencia

La termofluencia se define como la resistencia dependiente del tiempo que se presenta bajo una carga a elevadas temperaturas. La termofluencia se lleva a cabo en la mayoría de las aplicaciones cuando la temperatura del metal excede

los 480°C (900°F). Con el tiempo la termofluencia puede llevar a una excesiva deformación e incluso fracturas con una carga considerablemente menor que aquella determinada a temperatura ambiente o si las pruebas de tensión fueron llevadas a cabo por periodos cortos de tiempo de temperaturas elevadas.

A pesar de que la termofluencia puede presentarse a cualquier temperatura, solo a temperaturas que exceden 0.4 del punto de fusión del material están dentro del intervalo de efectos visibles ($T \geq 0.4T_M$). A menores temperaturas, la termofluencia se caracteriza por un decremento en la resistencia a la tensión, mientras que, a elevadas temperaturas, la termofluencia se divide en tres etapas, siendo la última la fractura, como se muestra en la Figura 2 [23].

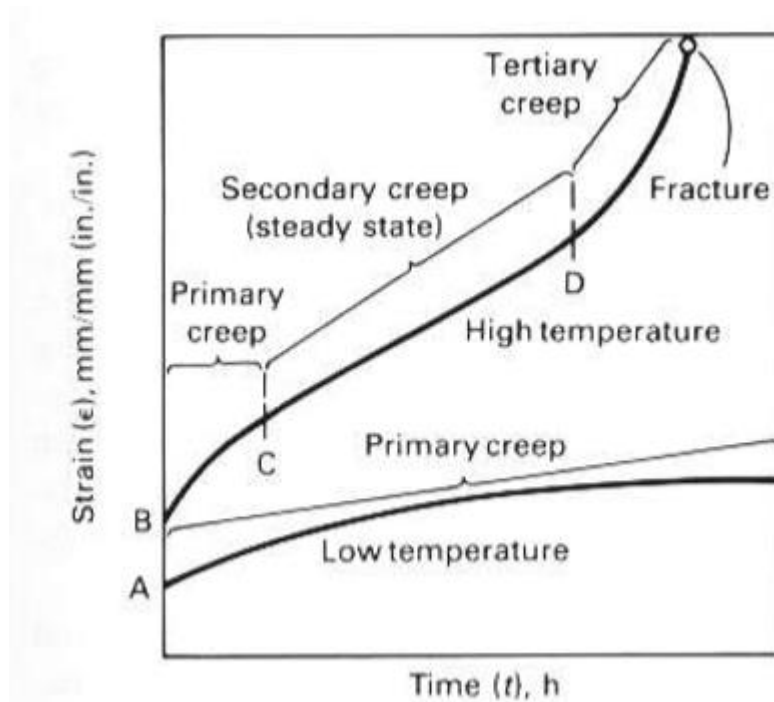


Figura 2 Termofluencia a baja y alta temperatura de un material bajo un esfuerzo constante. A y B se refieren a la parte elástica de la carga; C muestra la transición de la primera etapa a un estado estable (segunda etapa); D muestra la transición del estado estable a la falla por termofluencia (tercera etapa) [23].

De los varios tipos de aceros inoxidable, los del tipo austenítico son los que tienen una mayor resistencia a la termofluencia. La Figura 3 muestra valores típicos de termofluencia de varios aceros inoxidables austeníticos.

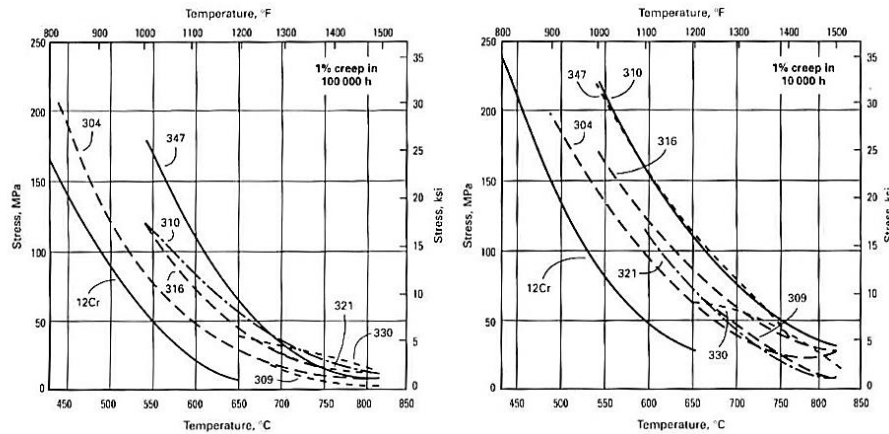


Figura 3 Condiciones de termofluencia para aceros inoxidables austeníticos. (a) 1% de termofluencia a 100,000h, (b) 1% de termofluencia a 10,000h [23].

2.1.3 Fragilidad inducida térmicamente

Los aceros inoxidables son susceptibles a fragilidad durante el tratamiento térmico a elevadas temperaturas. Los tipos de fragilidad en aceros inoxidables inducidos térmicamente incluyen sensibilización, fragilidad a 475°C (885°F), y fragilidad de la fase σ [23].

2.1.3.1 Sensibilización

Los aceros inoxidables se vuelven susceptibles de una corrosión intergranular localizada cuando los carburos de cromo se forman en los límites

de grano durante la exposición a altas temperaturas. Esta precipitación de los carburos de cromo en los límites de grano se llama “sensibilización”, debido a que la aleación se vuelve más sensible a un ataque localizado en ambientes corrosivos. La sensibilización y la corrosión intergranular puede ocurrir en aceros inoxidable austeníticos, dúplex e inoxidable, dependiendo de la composición química de la aleación y del tiempo y temperatura a la que se expone y que se requiere para la precipitación de los carburos.

Los aceros austeníticos se vuelven susceptibles a la corrosión intergranular cuando se someten a temperaturas en un rango de 480 a 815°C (900 a 1500°F). Una completa inmunidad a este problema requiere un contenido de carbono entre 0.015 a 0.02%. La adición de niobio o titanio para evitar la formación de carburos de cromo también ha sido efectivo en prevenir la sensibilización, en tanto que el cociente de estos elementos con respecto al carbono sea relativamente alto [23].

2.1.3.2 Fragilidad a 475°C

Las aleaciones hierro-cromo que contienen 13 a 90% de cromo son susceptibles a fragilidad cuando se mantienen o se enfrían lentamente en rangos de temperatura de 550 a 400°C (1020 a 750°F). Este fenómeno es llamado fragilidad a 475°C (885°F), incrementa la resistencia a la tensión y dureza, mientras reduce la ductilidad, resistencia al impacto, resistividad eléctrica, y la resistencia a la corrosión.

La fragilidad a 475°C ocurre con aceros inoxidable ferríticos, dúplex ferríticos-austeníticos, pero no con grados austeníticos.

2.1.3.3 Fragilidad de la fase σ

La existencia de la fase σ en las aleaciones hierro-cromo ha sido identificada en más de cincuenta sistemas binarios y en otras aleaciones comerciales. La fase sigma tiene una estructura cristalina tetragonal y una dureza equivalente aproximada de 68 HRC (940HV). Debido a su fragilidad, la fase sigma presenta fracturas durante las indentaciones.

En general, la fase σ se forma cuando se expone a altas temperaturas por largos periodos de tiempo en rangos de 565 a 980°C (1050 a 1800°F), sin embargo, este rango varía con la composición química y el procesamiento.

En aceros austeníticos grado comercial y ferríticos, aun pequeñas cantidades de silicio pueden acelerar pronunciadamente la formación de la fase σ . En general, todos los elementos que estabilizan la ferrita promueven la formación de la fase σ . El molibdeno tiene un efecto similar al silicio; el aluminio tiene menor influencia. Incrementar el contenido de cromo también favorece la formación de la fase σ . Pequeñas cantidades de níquel y manganeso incrementan el rango de formación de fase σ , pero grandes cantidades, que estabilizan la austenita, retardan la formación de la fase σ . Las adiciones de carbono reducen la formación de la fase σ formando carburos de cromo, mientras que reducen la cantidad de cromo en solución sólida. Adiciones de tungsteno, vanadio, titanio y niobio también promueven la formación de la fase σ .

Como era de esperarse, fase σ se forma más frecuentemente en aceros inoxidable ferríticos que en los austeníticos [23].

2.1.4 Aceros austeníticos y su uso a altas temperaturas

Los aceros inoxidables del tipo austenítico resaltan por su alta resistencia y su excepcional tenacidad, ductilidad y maleabilidad. Estos, presentan una considerable mejora en su resistencia a la corrosión que los aceros inoxidables del tipo ferrítico o martensítico, así como también tienen excelente resistencia a la tensión y oxidación a elevadas temperaturas.

Los aceros inoxidables típicos de la serie 300, cromo-níquel, tienen una resistencia a la tensión a temperatura ambiente de 200 a 275 MPa (30 a 40 ksi) en condición de recocido, mientras que las aleaciones con alto contenido de nitrógeno tienen una resistencia a la tensión por encima de los 500 MPa (70 ksi). Mientras que los aceros grado H muestran una mejor resistencia a la termofluencia y a la ruptura provocada por ésta, estos aceros tienen un contenido de 0.04 a 0.1% de carbono [23].

2.1.4.1 Envejecimiento en aceros austeníticos

El envejecimiento y degradación de las propiedades mecánicas de los aceros austeníticos se debe a dos principales factores: reacciones de precipitación que ocurren debido a la exposición prolongada a elevadas temperaturas, y al efecto del medio ambiente, como son la corrosión y la irradiación nuclear.

Los precipitados que se forman a temperaturas en un rango de 500 a 600°C (939 a 1110°F) son predominantemente carburos, mientras que a mayores temperaturas se forman fases intermetálicas. Cerca de 30 fases han sido identificadas en los aceros inoxidables, pero en aleaciones usadas en servicio y en metales sometidos a soldadura que se exponen a temperaturas de 550°C (1020°F), los precipitados que predominan son carburos del tipo $M_{23}C_6$ y MC en

aceros sin estabilizar y estabilizados, respectivamente. A temperaturas por encima de los 600°C (1110°F), fase σ y Fe_2Mo también se forman.

2.2 DIFUSIÓN

La difusión es el movimiento de las vacancias en un material. Las vacancias se mueven de una manera predecible, tratando de eliminar diferencias de concentración y de producir una composición homogénea y uniforme. El movimiento es necesario en muchos de los tratamientos que se llevan a cabo sobre los materiales [24].

El interés de la difusión en sólidos es tan antiguo como la metalurgia física o la ciencia de los materiales. El conocimiento sobre la difusión es básico para entender muchos de los cambios microestructurales que ocurren en la materia sólida a elevadas temperaturas. Para procesos como las transformaciones de fase, precipitación o disolución de fases secundarias, recristalización, oxidación, termofluencia, recocido, etc., la difusión en estado sólido es fundamental. Un entendimiento detallado de estos procesos generalmente requiere un conocimiento profundo acerca de los mecanismos de difusión. Sin embargo, otra razón para estudiar la difusión es entender acerca de cómo las vacancias se mueven dentro de la materia sólida. Los mecanismos atómicos responsables de la difusión en estado sólido están conectados con los defectos en sólidos. Defectos puntuales como vacancias, divacancias, intersticiales, etc. Son los tipos de defectos más simples. Debido a que el coeficiente de difusión es proporcional a la concentración y movilidad de los defectos puntuales, los experimentos de difusión se han enfocado al estudio de las propiedades de los defectos puntuales. En los metales y aleaciones, las vacancias usualmente actúan como los vehículos predominantes de difusión. Las dislocaciones, límites de grano e interfase, así como superficies libres son otro tipo de defectos. Las frecuencias

de salto de átomos en estas regiones son mucho más altas que los mismos átomos en el parámetro de red.

Aunque muchos datos experimentales fueron reportados en literatura antes de la Segunda Guerra Mundial, no fue hasta principios de los 50's con la amplia disponibilidad de radioisótopos artificiales que los experimentos de difusión con una mayor precisión fueron posibles. Desde entonces, un considerable esfuerzo experimental ha sido enfocado a un estudio sistemático de la difusión en todos los tipos de metales y aleaciones usando trazadores radioactivos. Además, durante décadas recientes, el desarrollo experimental de otras técnicas aplicables a los estudios de difusión, como son el análisis de microsonda electrónica, espectroscopía secundaria de ion-masa, perfil de retrodispersión de haz de iones (Ion beam backscattering profiling), relajación magnética nuclear (Nuclear magnetic relaxation), Espectroscopía de Möbauer, después de efectos de medición, etc., ha sido extraordinario [25].

2.2.1 Ley de Fick

Desde un punto de vista macroscópico, la difusión es un proceso que depende del tiempo: la cantidad de un elemento transportado dentro de otro es una función del tiempo. Muchas veces es necesario conocer a qué velocidad ocurre la difusión, o la velocidad de la transferencia de masa. Normalmente esta velocidad se expresa como un flujo de difusión (J), definido como la masa (o número de átomos) M que difunden perpendicularmente a través de la unidad de área de un sólido por unidad de tiempo [26].

La ley que gobierna el proceso de difusión y por lo tanto la redistribución de las concentraciones es la primera ley de Fick, la cual por un medio isotrópico o un cristal cúbico se describe como [25]:

$$J = -D \frac{dc}{dx} \quad [26] \quad (1)$$

J es el flujo de partículas instantáneo de una determinada especie y se expresa como el número de partículas o moles por unidad de área y unidad de tiempo, es decir, en kilogramos o átomos por metro cuadrado por segundo ($\text{kg/m}^2\text{-s}$ o $\text{átomos/m}^2\text{-s}$), mientras que c es la concentración de la misma especie frente a la posición (o distancia) dentro del sólido x , la gráfica resultante se denomina perfil de concentración. La pendiente de esta gráfica en un punto determinado es el gradiente de concentración. La concentración se expresa en partículas o moles por unidad de volumen, es decir, en función de la masa de las sustancias que difunden por unidad de volumen del sólido (kg/m^3 o g/cm^3).

El signo negativo indica la dirección opuesta del flujo comparada con su gradiente de concentración. El factor de proporcionalidad D se define como el coeficiente de difusión o difusividad. En el sistema internacional de unidades (SIU), los coeficientes de difusión se expresan en m^2s^{-1} . La mayoría de los elementos metálicos y aleaciones son cúbicas, y para ellos aplica la ecuación anterior [26, 25].

2.2.2 Difusión en estado no estacionario

La mayoría de las situaciones prácticas de difusión son en estado no estacionario. En una zona determinada del sólido, el flujo de difusión y el gradiente de difusión varían con el tiempo, generando acumulación o agotamiento de las sustancias que difunden [26]. En estas situaciones, además de la primera ley de Fick se requiere un balance de ecuaciones, lo que da lugar a la segunda ley de Fick:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2}{\partial x^2} (C) \quad [26] \quad (2)$$

Las soluciones a esta expresión (concentración en función de posición y de tiempo) se consiguen especificando condiciones límites físicamente significativas [26].

La solución de esta ecuación depende de las condiciones de la frontera para una situación en particular. Una solución de esta ecuación es:

$$\frac{c_s - c_x}{c_s - c_0} = \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad [24] \quad (3)$$

Donde c_s es la concentración constante de los átomos a difundir en la superficie del material, c_0 es la concentración inicial en el material de los átomos a difundir y c_x es la concentración del átomo en difusión en una posición x por debajo de la superficie después de un tiempo t . Estas concentraciones se ilustran en la Figura 4. A la función erf se le conoce como la función error y se puede evaluar a partir de la TABLA I.

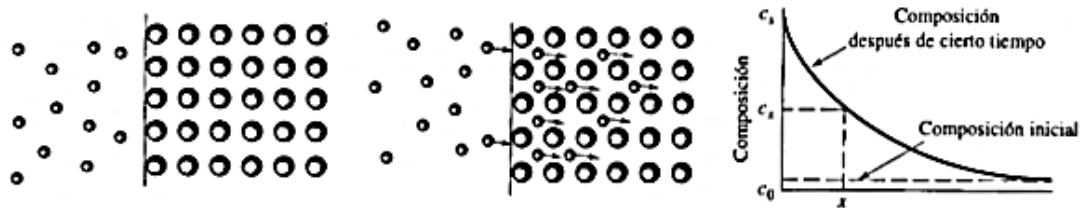
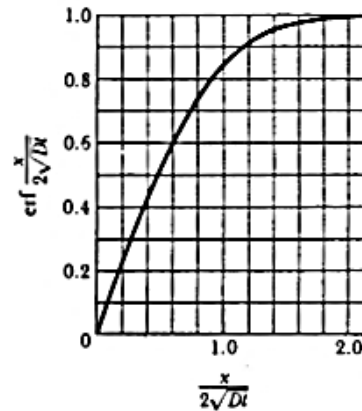


Figura 4 Difusión de átomos en la superficie de un material, ilustrando el uso de la segunda ley de Fick [24].

TABLA I Función error correspondiente a la segunda ley de fick [24].

$\frac{x}{2\sqrt{Dt}}$	$\text{erf } \frac{x}{2\sqrt{Dt}}$
0	0
0.10	0.1125
0.20	0.2227
0.30	0.3286
0.40	0.4284
0.50	0.5205
0.60	0.6039
0.70	0.6778
0.80	0.7421
0.90	0.7970
1.00	0.8427
1.50	0.9661
2.00	0.9953



La solución a la segunda ley de Fick permite calcular la concentración de una de las especies de difusión cerca de la superficie del material en función del tiempo y la distancia, siempre y cuando el coeficiente de difusión D permanezca constante y las concentraciones del átomo que difunde en la superficie c_s y dentro del material c_0 se mantengan sin modificación. La segunda ley de Fick también puede ayudar a diseñar una diversidad de técnicas de procesamiento de materiales [24].

2.2.3 Mecanismos atómicos de difusión

Incluso en materiales sólidos absolutamente puros, las vacancias se mueven de una posición en la red a otra. Este proceso, que se conoce como autodifusión, puede detectarse utilizando trazadores radioactivos [24].

Para una temperatura determinada los coeficientes de difusión de los diferentes átomos de un metal o una aleación pueden variar por varios órdenes de magnitud. La difusividad de un átomo depende fuertemente del mecanismo

por el cual se está moviendo. A continuación, se describen los principales mecanismos atómicos de difusión [25]:

2.2.3.1 Mecanismo directo intersticial

Los átomos foráneos que se localizan exclusivamente en los sitios intersticiales de un cristal perfectos podrán difundir simplemente saltando de un sitio intersticial a otro como se muestra en la Figura 5. Este mecanismo se define como intersticial directo. El movimiento de átomos disueltos mediante el mecanismo intersticial no incluye defectos puntuales intrínsecos (como vacancias, divacancias, auto-intersticiales, etc.) como vehículos de difusión. Sin embargo, la difusión intersticial directa es usualmente mucho más rápida que la difusión de átomos incorporados por substitución. El mecanismo directo intersticial es responsable, por ejemplo, de la difusión de hidrógeno y de otras pequeñas impurezas como C, N y O en los metales.

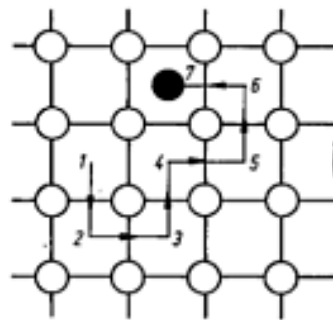


Figura 5 Mecanismo de difusión directa (donde el círculo negro es el átomo foráneo saltando del intersticio 1 al 2, del 2 al 3, etc.) [25]

2.2.3.2 Mecanismo de vacancias

En el mecanismo de vacancias los sitios de red vacantes actúan como vehículos de difusión. Un átomo foráneo sustitucional o un mismo átomo difunde saltando entre las vacancias vecinas (Figura 6).

La auto difusión en la mayoría de los metales y aleaciones, así como la difusión de átomos foráneos (difusión de impurezas) disueltos exclusivamente en sitios sustitucionales ocurre mediante el mecanismo de vacancias, principalmente.

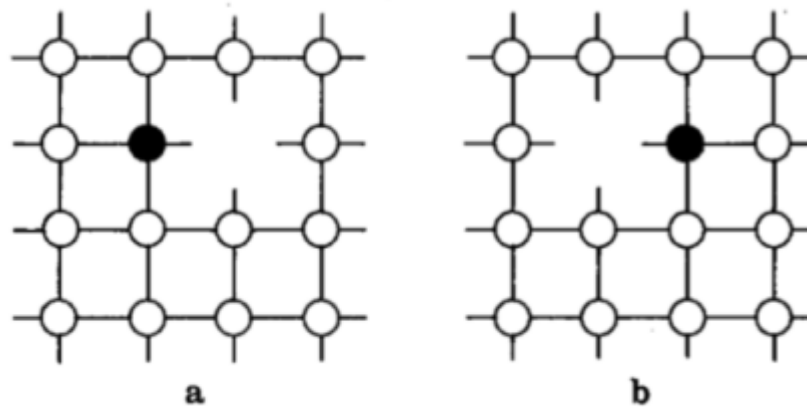


Figura 6 Ilustración del mecanismo de vacancias: el átomo marcado con negro se mueve saltando a la vacancia de su lado derecho (a) como se muestra en (b) [25].

2.2.3.3 Mecanismo intersticial

En el mecanismo intersticial (o intersticial indirecto), los intersticios actúan como mecanismos de difusión. Un intersticio reemplaza a un átomo sustitucional, el cual después reemplaza a un átomo vecino (Figura 7). En el silicio, este

mecanismo domina la auto-difusión y supuestamente juega un rol destacado en la difusión de algunos solutos sustitucionales [25].

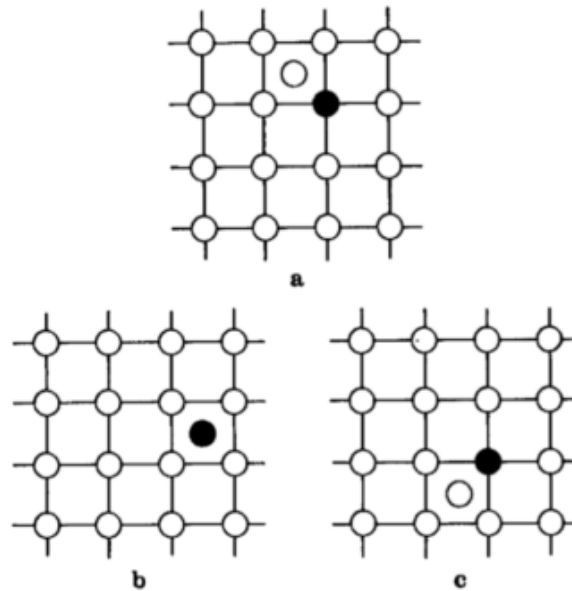


Figura 7 Ilustración del mecanismo intersticial. En (a) un intersticio (círculo abierto en el centro del parámetro de red de la celda) se aproxima a un átomo foráneo (círculo negro), en (b) el átomo intercambia su posición con el que está en el intersticio. De esta forma, el átomo se ha vuelto un intersticial temporalmente, mientras que el original ha desaparecido ocupando un sitio regular del parámetro de red. En (c) el átomo ha saltado a un sitio regular empujando un átomo al sitio intersticial [25].

2.2.4 La difusión y su dependencia de la temperatura

Los coeficientes de difusión son usualmente medidos en series de temperaturas. Para los sólidos generalmente se usa la ecuación Arrhenius:

$$D = D^0 \exp(-Q/kT) \quad [25] \quad (4)$$

La cual describe la dependencia de la temperatura dentro de un rango estudiado. D^0 se define como el factor preexponencial y Q como la entalpía de activación (cal/mol). T se refiere a la temperatura absoluta (K) y k la constante de Boltzmann 1.987 cal/mol•K) [25].

Los valores típicos de D^0 se indican en la TABLA II. Cuando se incrementa la temperatura de un material, también se incrementa el coeficiente de difusión y el flujo de átomos. A temperaturas más altas, la energía térmica suministrada a los átomos en difusión permite que estos venzan la barrera de energía de activación y se muevan con facilidad a nuevos sitios de red. A bajas temperaturas, frecuentemente por debajo de aproximadamente 0.4 veces la temperatura de fusión absoluta del material, la difusión es muy baja y puede no ser significativa. Por esta razón, el tratamiento térmico de metales se efectúa a altas temperaturas; así los átomos se mueven rápidamente para completar reacciones o para llegar a condiciones de equilibrio [24].

TABLA II Datos de difusión para materiales seleccionados [24]

Par de difusión	Q (cal/mol)	D_0 (cm ² /s)
Difusión intersticial:		
C en hierro CCC	32,900	0.23
C en hierro CC	20,900	0.011
N en hierro CCC	34,600	0.0034
N en hierro CC	18,300	0.0047
H en hierro CCC	10,300	0.0063
H en hierro CC	3,600	0.0012
Autodifusión (difusión por vacancias):		
Pb en Pb CCC	25,900	1.27
Al en Al CCC	32,200	0.10
Cu en Cu CCC	49,300	0.36
Fe en Fe CCC	66,700	0.65
Zn en Zn HC	21,800	0.1
Mg en Mg HC	32,200	1.0
Fe en Fe CC	58,900	4.1
W en W CC	143,300	1.88
Si en Si (covalente)	110,000	1800.0
C en C (covalente)	163,000	5.0
Difusión heterogénea (difusión por vacancias):		
Ni en Cu	57,900	2.3
Cu en Ni	61,500	0.65
Zn en Cu	43,900	0.78
Ni en hierro CCC	64,000	4.1
Au en Ag	45,500	0.26
Ag en Au	40,200	0.072
Al en Cu	39,500	0.045
Al en Al ₂ O ₃	114,000	28.0
O en Al ₂ O ₃	152,000	1900.0
Mg en MgO	79,000	0.249
O en MgO	82,100	0.000043

De diversas fuentes, incluyendo Y. Adda y J. Philibert, *La Diffusion dans les Solides*, Vol. 2, 1966.

2.2.5 Factores que afectan la difusión y la energía de activación

Una pequeña cantidad de energía de activación Q incrementa el coeficiente de difusión y el flujo, porque se requiere menos energía térmica para vencer dicha barrera energética. Varios factores influyen en la energía de activación, y, por lo tanto, en la velocidad de difusión. La difusión intersticial, con una energía de activación baja, por lo general ocurre mucho más aprisa que la difusión por vacancias o sustitucional.

Las energías de activación por lo general son menores para átomos difundiendo a través de estructuras cristalinas abiertas que a través de estructuras cristalinas compactas. Dado que la energía de activación depende de la fuerza del enlace atómico, será mayor para la difusión de átomos en materiales con una alta temperatura de fusión (Figura 8). Los materiales con enlaces covalentes, como el carbono y el silicio [24] tienen energías de activación extraordinariamente altas, lo que es congruente con la alta resistencia de sus enlaces atómicos [24].

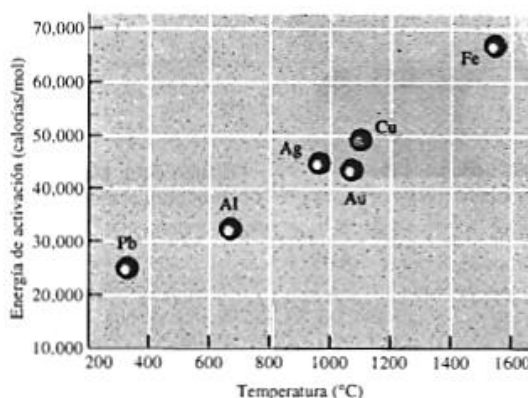


Figura 8 La energía de activación para la auto difusión es mayor conforme aumenta el punto de fusión de metal [24].

2.3 INFLUENCIA DE ELEMENTOS ALEANTES EN LA FORMACIÓN DE FASES

Como se revisó anteriormente [22], la metalurgia física de las aleaciones resistentes al calor es extremadamente compleja, quizás más que cualquier otro sistema de aleaciones [27]. La TABLA III muestra un resumen de la función de diferentes elementos presentes en las aleaciones base hierro-níquel y níquel, que son el principal objeto de este estudio.

TABLA III Rol de elementos en superaleaciones [27]

Efecto	Base Hierro-Níquel	Base Níquel
Reforzamiento de solución-sólida	Cr, Mo	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta
Estabilizadores de la matriz FCC	C, W, Ni	...
Formación de carburos: MC	Ti	W, Ta, Ti, Mo, Nb
M_7C_3	...	Cr
$M_{23}C_6$	Cr	Cr, Mo, W
Formación γ' $Ni_3(Al, Ti)$	Al, Ni, Ti	Al, Ti
Precipitados para endurecer y/o intermetálicos	Al, Ti, Nb	Al, Ti, Nb

Basado en la composición química de las aleaciones resistentes al calor austeníticas base hierro-níquel y níquel se encuentra que las fases primarias más comunes son los carburos del tipo MC y M_7C_3 , mientras que las fases secundarias más comunes presentes en estas aleaciones son carburos del tipo

$M_{23}C_6$ y algunas fases intermetálicas que ya se han revisado con anterioridad [22]. En la tesis de doctorado [28], Sustaita et al. revisaron la influencia de los diferentes elementos aleantes presentes en la composición química y su efecto en las aleaciones resistentes al calor al ser sometidos a tratamientos térmicos de envejecimiento.

2.4 FORMACIÓN FASE G

Diversas investigaciones de aleaciones resistentes al calor con composiciones químicas similares han reportado la transformación de los carburos primarios de niobio al siliciuro conocida como Fase G o η [6, 13, 14, 15, 16, 17, 18]. Ver TABLA IV. En la mayoría de las investigaciones hacen referencia a que esta transformación ocurre al estar sometidas a tratamientos de envejecimiento durante largos periodos ya sea por uso o en laboratorio [6, 13, 14, 15, 16, 17, 18]. Por ejemplo, Shi et al. [19] mencionaba que la transformación ocurría después de doce años de servicio. Estudios más recientes, como los realizados por Liu y coautores [20] en el 2011 y Guo y coautores [21] en el 2017 muestran resultados donde se puede apreciar la presencia de la fase G después de 840 y 200 h de envejecimiento en aceros resistentes al calor HP40Nb y 20Cr32Ni1Nb, respectivamente. En las Figuras 9 a 12 se muestran imágenes de algunas investigaciones donde aparece esta transformación.

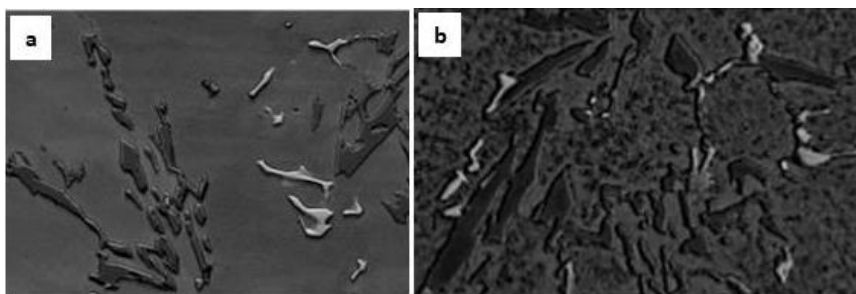


Figura 9 Imágenes SEM con electrones retrodispersados de aleación 34Cr-1.31Nb-0.49C a) en condición de colada y b) envejecida a 750°C después de 500 h [11].

TABLA IV Información relacionada a la fase G y η [11].

Fase	Estequiometría	Parámetro de red (nm)	Estructura	Aleación	Autor
-	$\text{Nb}_3\text{Ni}_2\text{Si}$	1.12 1.13	FCC FCC	34Cr-0.15C-1.31Nb-0.08Ti 34.5Cr-0.49C-0.8Nb-0.1Ti	Sustaita et al. (ref)
η	$\text{Nb}_3\text{Ni}_2\text{Si}$	-	-	26Cr-35Ni-0.45C-1.26Nb-0.42Mo-0.6W	Shinozaki et al. (ref)
G	$\text{Nb}_3\text{Ni}_2\text{Si}$	1.065	Cúbica	25Cr-20Ni-0.4C-1.5Nb 25Cr-20Ni-0.4C	Barbabela et al.
G	$\text{Nb}_6\text{Ni}_{16}\text{Si}_7$	1.12	FCC	20Cr-25Ni-0.03C-0.68Nb-0.6Si	Powell et al.
G	$\text{Nb}_6\text{Ni}_{16}\text{Si}_7$	1.11-1.12	FCC	25Cr-35Ni-0.4C-1Nb-2S	Molina
G	$\text{Nb}_{16}\text{Ni}_6\text{Si}_7$	1.12	FCC	25Cr-35Ni-0.43C-1.34Nb 25Cr-35Ni-0.41C-0.78Nb-0.04Ti	De Almeida et al.
G	$(\text{Nb,Ti})_6\text{Ni}_{16}\text{Si}_7$	1.12	-	18Cr-30Ni-0.03C-1.75Nb-0.83Ti 18Cr-30Ni-0.03C-1Ti 18Cr-30Ni-0.03C-1.75Nb-0.05Ti	Piekarski

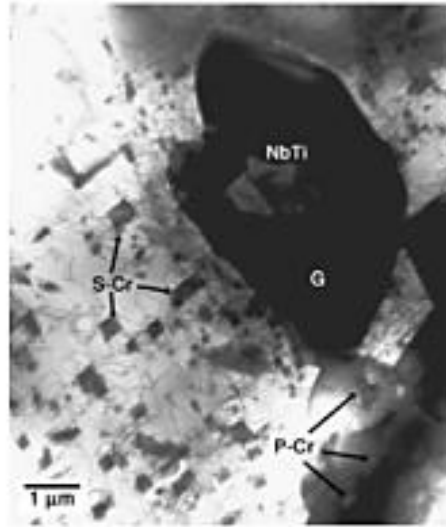


Figura 10 Imagen TEM de aleación HP-NbTi envejecida a 900°C por 1000h, donde se muestran los carburos primarios (P-Cr) los carburos secundarios de cromo (S-Cr) y la fase G (G) [16].

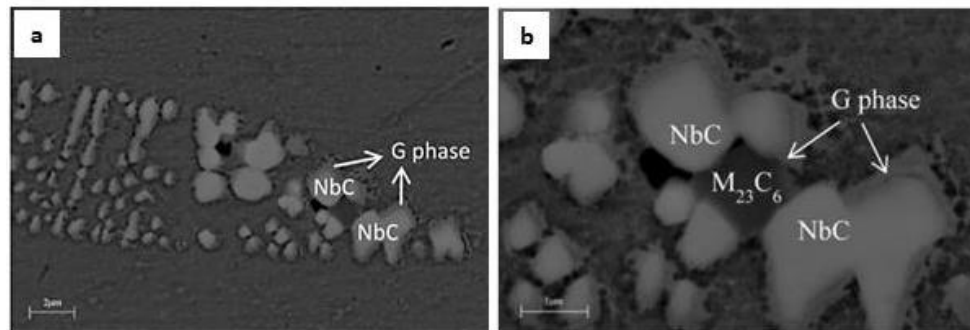


Figura 11 Imagen SEM en electrones retrodispersados de aleación 20Cr32Ni1Nb después de envejecimiento a 950°C por a) 200 h y b) 2000h [21].

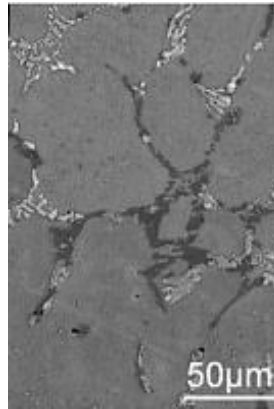


Figura 12 Aleación HP40Nb después de 130,000h de servicio a 900°C [20].

En cuanto a sus afectaciones en las propiedades mecánicas, las conclusiones también han ido cambiando, ya que algunos autores [20, 21] mencionan que aparecen fracturas en la fase G (ver Figura 13) y esto pudiera afectar principalmente a la resistencia a la termofluencia. Sin embargo, Sustaita-Torres y coautores [11] en el 2016 hace un comparativo de varios autores con aleaciones resistentes al calor, analizando sus propiedades mecánicas antes y después de envejecimiento de seis semanas y se puede observar como hay un ligero o nulo incremento en sus resistencias a la tensión y disminuye su elongación ligeramente, esto de manera muy similar en todas las aleaciones analizadas (ver Figura 14).

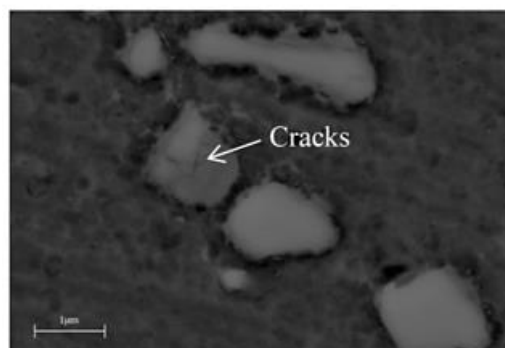


Figura 13 Imagen SEM en electrones restrodispersados de aleación 20Cr32Ni1Nb envejecida a 950°C por 1000 h [21].

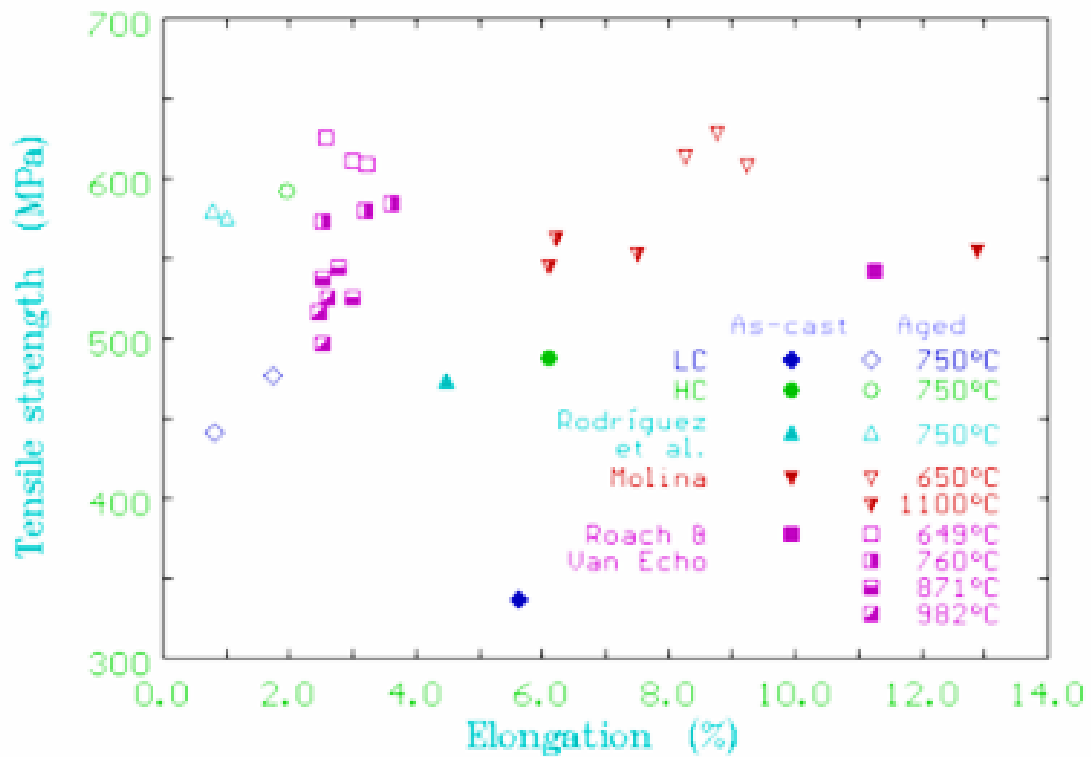


Figura 14 Cambios en la resistencia a la tensión y ductilidad debido al envejecimiento [11].

Con referencia a la adición de elementos para mejorar las propiedades de estas aleaciones, De Almeida y coautores [16], en el 2002 analizaron dos aleaciones resistentes al calor, prácticamente con la misma composición química, con la diferencia de que una de ellas contenía titanio y la otra no, llegando a la conclusión que en la aleación que contenía titanio se inhibía la transformación de la fase G en los carburos primarios (NbTi)C durante el envejecimiento.

CAPITULO 3

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Este Capítulo presenta los materiales utilizados, preparación de muestras, equipos, así como la metodología utilizada durante el proyecto de investigación. La preparación de muestras y uso de microscopía se realizó en los laboratorios del Centro de Innovación, Investigación y Desarrollo en Ingeniería y Tecnología (CIIDIT), pruebas mecánicas en el Centro de Investigación e Innovación en Ingeniería Aeronáutica (CIIIA) y la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Coahuila (UAC) y las pruebas de dureza con equipo de la empresa SISAMEX en Escobedo, N.L.

3.1 MATERIAL

Para la presente investigación se utilizaron 6 aleaciones diferentes de la familia de aleaciones resistentes al calor, en la TABLA V se presenta la composición química de las mismas.

TABLA V Composición química en % en peso para las aleaciones.

ALEACIÓN	C	Si	Nb	Ni	Cr	Ti
A	0.35	1.8	1.39	37.8	18.7	0.01
B	0.21	1.7	2	36.9	18	0.01
C	.45-.55	1.5	.4-1	33-37	24-27	
D	0.4-0.6	2	0.5-1.5	40-46	30-35	
E	0.15	1.53	1.31	48	34	0.08
F	0.2	2.22	0.07	45	40	0.22

Las aleaciones A y B consisten en material vaciado provenientes del proveedor Cronite de México, S. de R.L. de C.V.; mientras que las aleaciones C, D y E son material centrifugado proveniente de estudios anteriores de la Universidad, mientras que para la aleación F se usaron muestras existentes de estudios anteriores.

3.2 DIAGRAMA EXPERIMENTAL

Las aplicaciones de este tipo de material se encuentran en temperaturas entre los 650 y 850°C, por lo que se eligió la temperatura de 750°C para el tratamiento de envejecimiento, siendo estas temperaturas la elegida para otros

trabajos de investigación, y con ello poder comparar con resultados anteriores. La temperatura de 950°C se eligió desde a partir de estudios previos [8, 9, 10, 11, 12] para validar su comportamiento en condiciones extremas.

Las aleaciones A, B, C, D y E se sometieron a un tratamiento de envejecimiento a 750 y 950°C, a diferentes tiempos para analizar su evolución microestructural, así como el efecto que el envejecimiento tiene sobre las propiedades mecánicas del material en las diferentes condiciones de envejecimiento. Para las aleaciones A y B se incluyeron pruebas mecánicas de dureza, tensión y compresión, para las aleaciones C, D y E solamente dureza; la aleación F solo se usaron muestras existentes en su condición de colada y envejecidas a 750°C durante 512 y 1024h para su valoración microestructural y como comparativo con las otras aleaciones, debido a la falta de material adicional. La Figura 15 muestra el diagrama experimental:

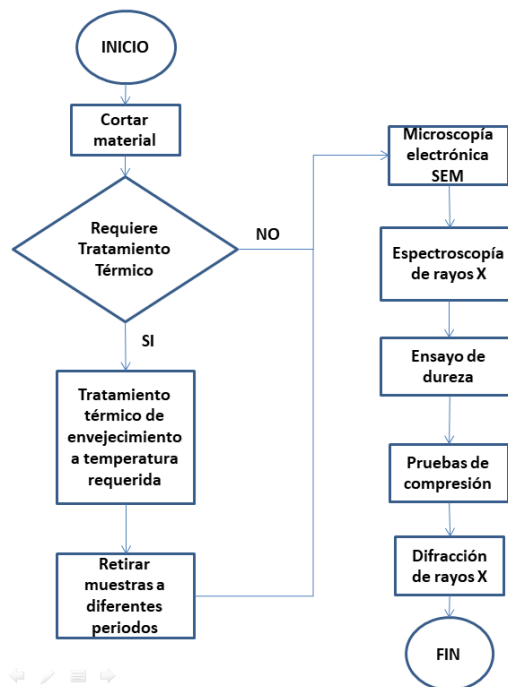


Figura 15 Diagrama experimental

3.3 METODOLOGÍA

3.3.1 Tratamiento térmico de envejecimiento

El material fue seccionado por medio de corte con agua para las aleaciones A y B, para disminuir su tamaño, posteriormente todas las aleaciones fueron cortadas con disco para obtener 30 muestras de tamaño de 1 cm para cada aleación.

El tratamiento térmico de envejecimiento fue llevado a cabo en un horno de resistencia eléctrica Thermolyne. El tratamiento se realizó a dos temperaturas 750 y 950°C para las aleaciones A, B, C, D y E, ver Figura 16 [22].

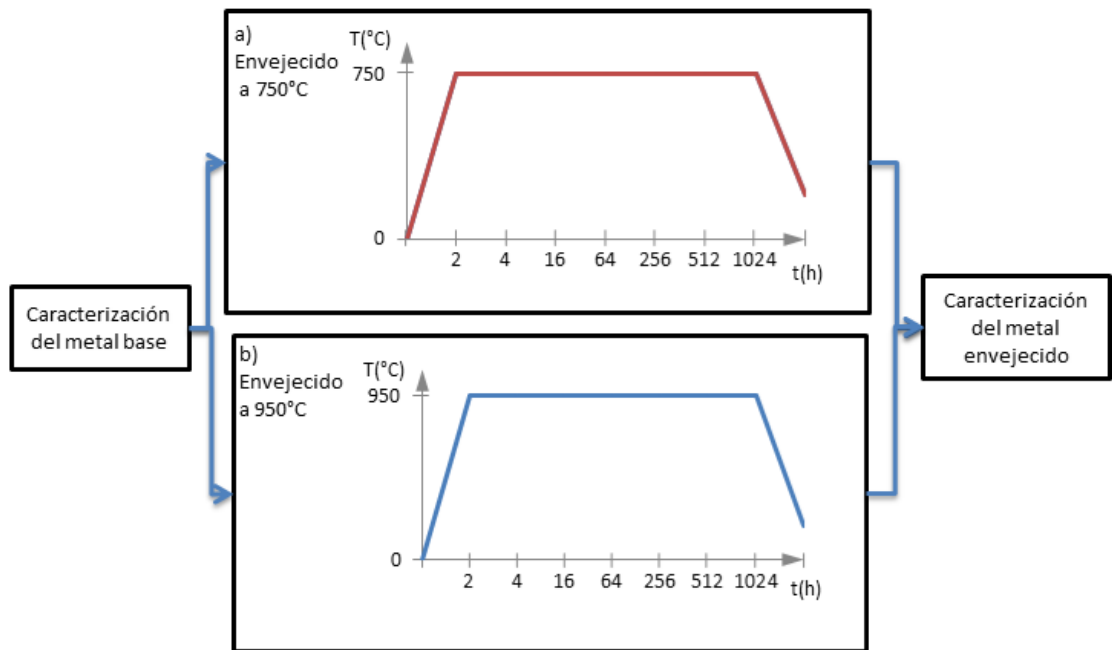


Figura 16 Temperaturas de envejecimiento y tiempos utilizados en las muestras de a) 750°C aleaciones A-E, b) 950°C aleaciones A-E [22].

Se colocaron 14 muestras de cada aleación en el horno (en aire) y se mantuvieron a 750°C para posteriormente ser retiradas después de 2, 4, 16, 64, 256, 512 y 1024 horas de tratamiento térmico de envejecimiento (Figura 16a). Las muestras se dejaron enfriar fuera del horno a temperatura ambiente. El procedimiento se repitió con la temperatura de 950°C en el mismo horno, (Figura 16b).

3.3.2 Caracterización microestructural

3.3.2.1 Preparación metalográfica

La metalografía del material en su condición de colada, así como en su condición envejecido, se hizo utilizando técnicas convencionales de pulido según la norma ASTM E-3, desbastando las muestras con lijas de diferentes granulometrías desde #80 hasta #2400 con una máquina de pulido Struers, se decidió no montarlas en baquelita debido a que no es necesario para los estudios posteriores. Posteriormente fueron pulidas usando una solución de diamante de 6 y 1 μm para obtener un acabado espejo y revelar su microestructura, no siendo necesario el ataque químico para su observación en el microscopio.

3.3.2.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Se obtuvieron imágenes con electrones retrodispersados (BE) para las muestras en su condición de colada, así como a 750°C en periodos de tiempo de 512 y 1024 h para las aleaciones A-F, y a 950°C por periodos de tiempo de 512

y 1024 para las aleaciones A-E. Para las condiciones antes mencionadas, se realizaron estudios semi cuantitativos por el método de espectroscopía de rayos X de las diferentes fases encontradas, principalmente análisis lineales en los carburos de niobio. Esto se hizo en un microscopio electrónico de la marca Tescan Vega 4 con software de microanálisis EDAX Génesis v4.2.1.

3.3.2.3 Difracción de rayos X

Se realizaron análisis de difracción de rayos X para las aleaciones A y B en su condición de colada, y envejecidas a 750 y 950°C por periodos de tiempo de 1024 h para cada una. Estos análisis se realizaron en un difractómetro marca Bruker del laboratorio del Centro de Innovación, Investigación y Desarrollo en Ingeniería (CIIDIT) y Tecnología de la Universidad Autónoma de Nuevo León con un barrido preliminar completo de 0 a 120°.

3.3.3 Propiedades mecánicas

Se realizaron pruebas de dureza, tensión y compresión en una serie de ensayos, y basándose en el material disponible, para relacionar las transformaciones microestructurales con sus propiedades mecánicas.

3.3.3.1 Caracterización de dureza

En estudios previos [22, 28], se ha utilizado microdureza vickers, pero debido a que las variaciones que existen en las mediciones cuando el indentador coincide en los carburos (mayor dureza) o en la matriz (menor dureza) del material, se decidió optar por utilizar el método de dureza Brinell para obtener un promedio entre las mediciones, según el estándar ASTM E8 [29].

Se realizaron pruebas de dureza como referencia a los cambios en las propiedades mecánicas de las aleaciones A, B, C, D y E de las condiciones de colada, así como a 750 y 950°C por periodos de tiempo de 2, 4, 16, 64, 256, 512 y 1024 h en un durómetro Leco modelo LCB-3100 de la planta SISAMEX, S.A. de C.V. usando un indentador de 2.5 mm de diámetro y una carga de 62.5 kgf para las aleaciones A, B, C, y D y 187.5 para la aleación E.

3.3.3.2 Ensayo de tensión y compresión

De las aleaciones A y B se decidió originalmente correr pruebas de tensión, debido a que era del único material que se tenía en abundancia para poder maquinar las probetas de tensión. Para ello se maquinaron probetas por aleación, A y B, con las siguientes dimensiones de la Figura 17, basados en el estándar ASTM E-8 [29]:

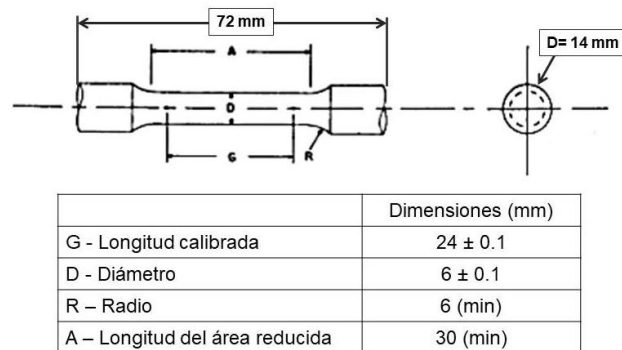


Figura 17 Dimensiones probeta tensión [29].

Una vez maquinado el material, las probetas se sometieron a tratamiento de envejecimiento a las temperaturas de 750 y 950°C por periodos de tiempo de 4, 64, 256, 512 y 1024h, una vez concluido se dejaron enfriar a temperatura ambiente, para posteriormente someterlas a un proceso de limpieza en un banco de taladro con lijas del #200, 400 y 800.

Las pruebas fueron realizadas en el laboratorio del Centro de Investigación e Innovación en Ingeniería Aeronáutica (CIIIA) de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León, en una máquina universal marca MTS a una velocidad de 1 mm/min incluyendo 11 probetas por aleación, A y B, una en su condición de colada, y las envejecidas a las temperaturas y periodos de tiempo anteriormente mencionados, pero debido a que el material es vaciado y por dentro presenta una gran cantidad de porosidades, las pruebas no fueron exitosas, por lo que se decidió maquinar las mismas probetas ya envejecidas para obtener pruebas de ensayo para compresión, estas pruebas fueron realizadas en los laboratorios de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Coahuila. Las dimensiones de la probeta son las de la Figura 18 basado en el estándar ASTM E-8 [29]:

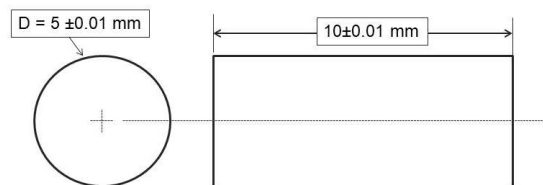


Figura 18 Dibujo probetas de compresión.

Para estas pruebas se maquinaron 11 muestras de cada aleación, A y B, para las condiciones de colada, y envejecidas a las temperaturas de 750 y 950°C por periodos de tiempo de 4, 64, 256, 512 y 1024h.

Los ensayos de compresión se realizaron a la velocidad de 1 mm/min equivalente a las de los ensayos de tensión. Se utilizó cinta de politetrafluoretileno (PTFE) como lubricante sólido para reducir el efecto de fricción. La cinta PTFE ha sido analizada en estudios previos [11] y se ha demostrado que es la mejor opción para la reducción de la fricción.

En el proceso de deformación de metales, se generan fuerzas de fricción en la interfase entre la herramienta y los materiales deformados debido a la extensión de la superficie de la pieza trabajada. Estas fuerzas de fricción generan efectos como: a) el incremento de la carga requerida para la deformación, b) defectos superficiales e internos en el material, c) reducción de la vida de las herramientas debido al desgaste, y d) cambios dimensionales.

Debido a estos efectos, la fricción se considera una variable mayor en las operaciones de metalurgia y se debe de controlar para optimizar los procesos. Para el control efectivo de la fricción, datos cuantitativos de los efectos de la lubricación y otras variables de proceso, como temperatura, velocidad y presión, son indispensables.

Uno de los parámetros más importantes en el caso del rolado en frío es la magnitud del coeficiente de fricción. Para la evaluación del factor de fricción (m) o el coeficiente de fricción (μ) en condiciones de laboratorio, se utilizan muestras de anillos planos, y se relaciona con la tasa de cambio del diámetro interno como resultado de la reducción del espesor causado por la compresión. El coeficiente de fricción puede ser calculado con la Ley de Coulomb de fricción que asume que el esfuerzo cortante (τ) es proporcional al límite elástico (σ) entre la pieza de trabajo y la herramienta [30]:

$$\tau = \mu\sigma_0 \quad (5)$$

Si se asume que la fricción es constante, el factor de fricción será proporcional al límite elástico:

$$\tau = m \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \quad (6)$$

De la cual se puede deducir la relación entre m y μ :

$$\mu = \frac{m}{\sqrt{3}} \quad (7)$$

CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos, así como la discusión de los estudios de caracterización microestructural, espectroscopía de rayos X (EDX), difracción de rayos X y pruebas mecánicas realizadas a las seis aleaciones comparadas en este trabajo. En la TABLA VI se muestra un resumen de las pruebas realizadas a cada aleación.

TABLA VI Resumen de pruebas realizadas a las diferentes aleaciones.

ALEACIÓN	Evolución microestructural	Espectroscopia de rayos X (EDX)	Propiedades mecánicas		Difracción de rayos X
			Dureza	Tensión / Compresión	
A	X	X	X	X	X
B	X	X	X	X	X
C	X	X	X		
D	X	X	X		
E	X	X			
F	X	X	X		

En trabajos anteriores [22], se llevaron a cabo análisis de EDX lineales con el objetivo de medir el crecimiento el siliciuro de niobio (Fase G) que es la transformación de los carburos primarios de niobio durante el envejecimiento, pero estos se realizaron en carburos sin una forma o tamaño en específico. La presente investigación se enfocó en el análisis EDX lineal de carburos de niobio globulares en las diferentes etapas del envejecimiento del material, con el objetivo de encontrar un patrón de difusión para las aleaciones A, B, C, D y E, mientras que en la aleación F, al no presentar contenido de niobio, solo se muestra un análisis químico elemental de las diferentes fases presentes de la aleación.

4.1 RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LA ALEACIÓN A

4.1.1 Evolución microestructural

En las Figuras 19 y 20 se muestra la microestructura de la aleación A en su condición de colada, las cuales se obtuvieron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) con detector de electrones retrodispersados (BE). Como se revisó en trabajos anteriores [22], esta aleación cuenta con una matriz de austenita primaria con carburos eutécticos interdendríticos, los cuales son de 2 tipos: carburos de niobio (los más claros) del tipo NbC y carburos de cromo (los más oscuros) del tipo M_7C_3 .

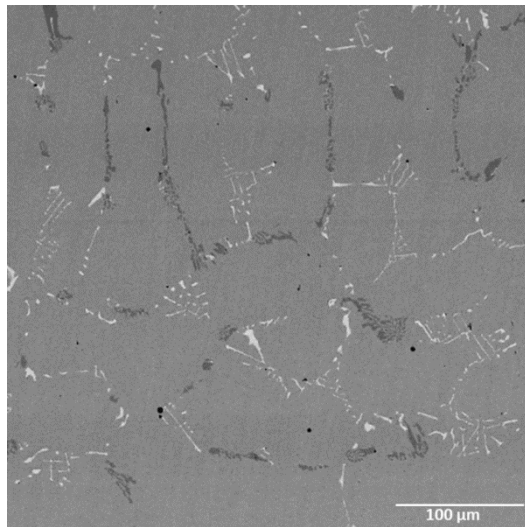


Figura 19 Microestructura de la aleación A en su condición de colada, 500X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).

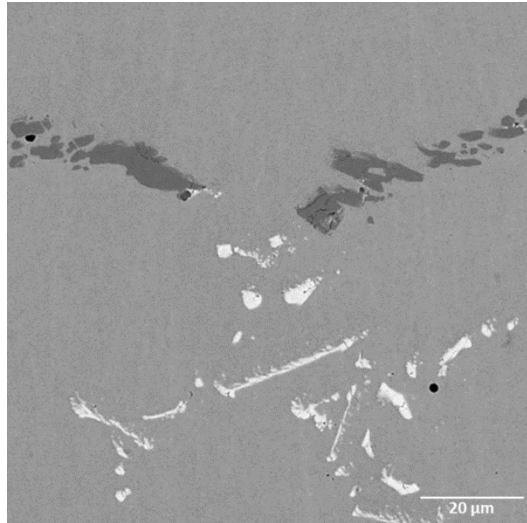


Figura 20 Microestructura de la aleación A en su condición de colada, 2000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).

A continuación, se muestran micrografías tomadas con SEM mediante electrones retrodispersados de la aleación A envejecidas a 750°C durante el periodo de tiempo de 512 h (Figuras 21 y 22) y 1024 h (Figuras 23 y 24).

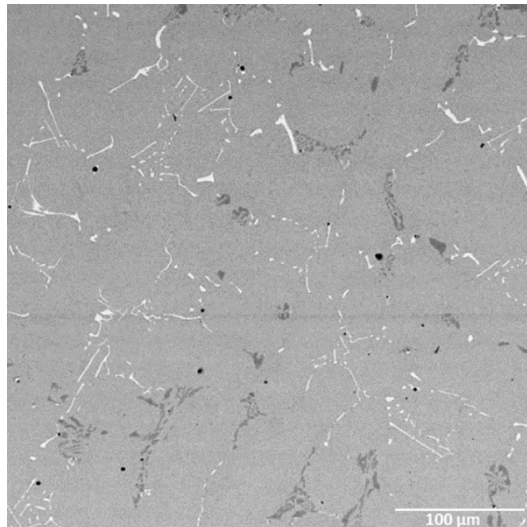


Figura 21 Microestructura de la aleación A, envejecida a 750°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

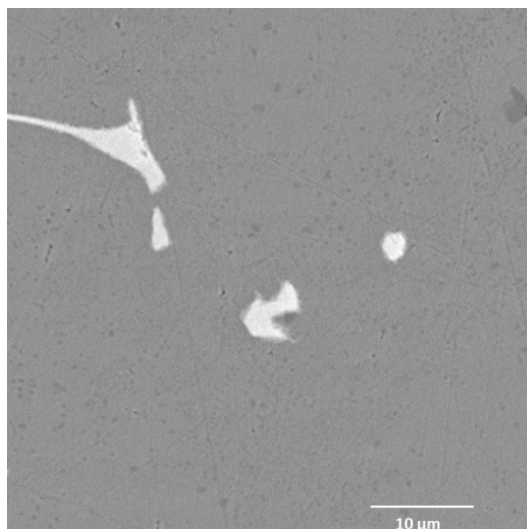


Figura 22 Microestructura de la aleación A, envejecida a 750°C durante 512 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

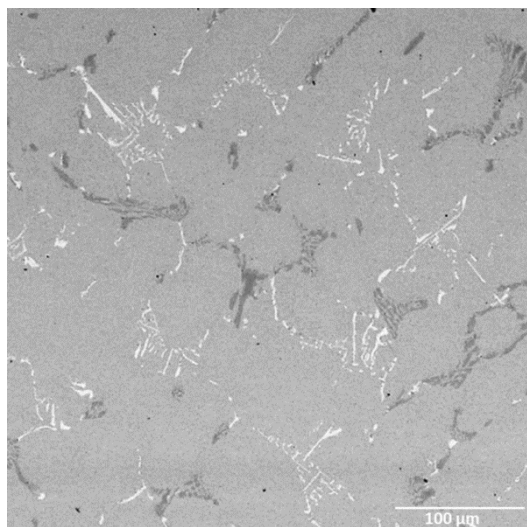


Figura 23 Microestructura de la aleación A, envejecida a 750°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

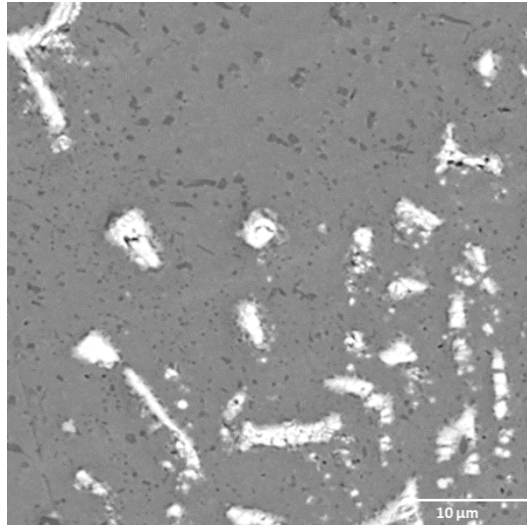


Figura 24 Microestructura de la aleación A, envejecida a 750°C durante 1024 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

A continuación, se muestran las micrografías de la aleación A envejecidas a 950°C durante 512 h (Figuras 25 y 26) y 1024 h (Figuras 27 y 28).

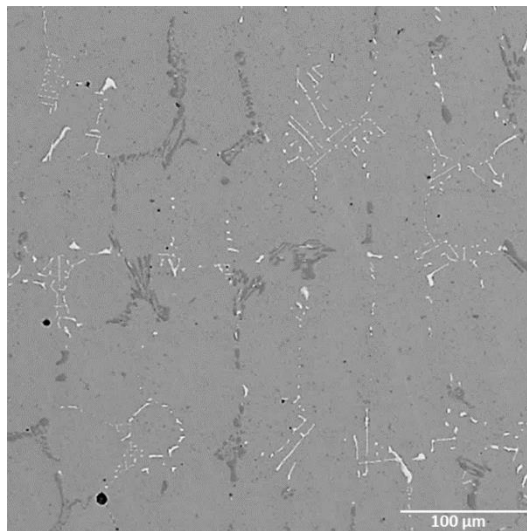


Figura 25 Microestructura de la aleación A, envejecida a 950°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

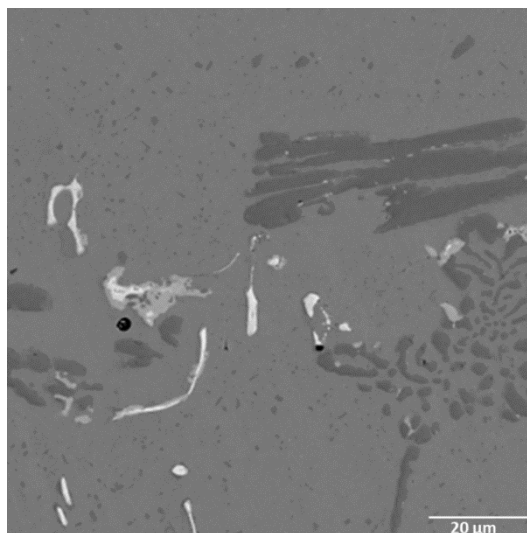


Figura 26 Microestructura de la aleación A, envejecida a 950°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

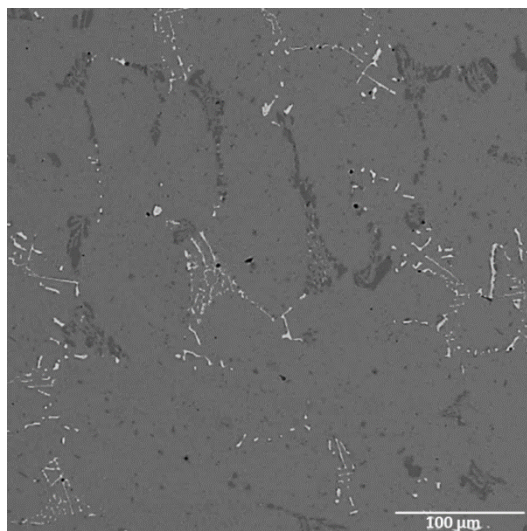


Figura 27 Microestructura de la aleación A, envejecida a 950°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

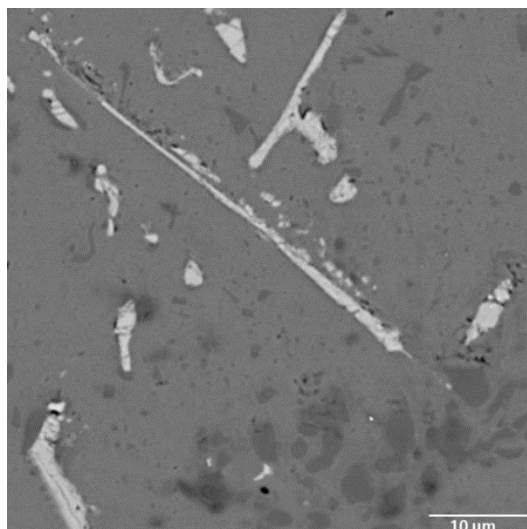


Figura 28 Microestructura de la aleación A, envejecida a 950°C durante 1024 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

Conforme aumenta el tiempo de envejecimiento se observa la presencia de precipitación de carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$ en la matriz. También, hay un cambio en la morfología de los carburos de cromo y niobio, volviéndose más redondeados.

4.1.2 Espectroscopía de rayos X

En estudios anteriores [22], se llevó a cabo un análisis químico elemental en la aleación A, de la matriz y de los carburos primarios eutécticos (claros y oscuros) sin diferenciar su forma, esta investigación se basa principalmente en los carburos de niobio (claros) con formas globulares, y con referencia a los demás elementos de la aleación cuando se considere necesario para el propósito de la investigación. Se utilizó la técnica de espectroscopía de rayos X (EDX) en el microscopio electrónico de barrido.

En la Figura 29 se muestra el espectro obtenido de un carburo primario de niobio de la aleación A en su condición de colada, como se puede observar presenta un alto contenido de niobio en el centro del carburo. Adicional a esto, se realizó un análisis lineal mediante EDX, como se muestra en la gráfica de la Figura 30a con referencia a la imagen de la Figura 30b. Observando que el niobio se mantiene dentro del carburo, mientras que el resto de los elementos como cromo, silicio, hierro y níquel se encuentran principalmente en la matriz.

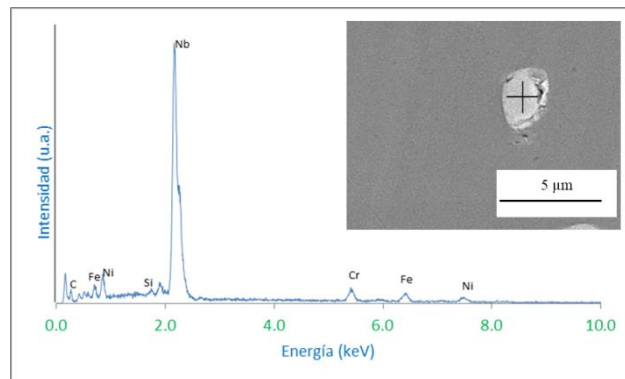


Figura 29 Análisis EDX puntual de carburo primario de niobio para la aleación A en su condición de colada.

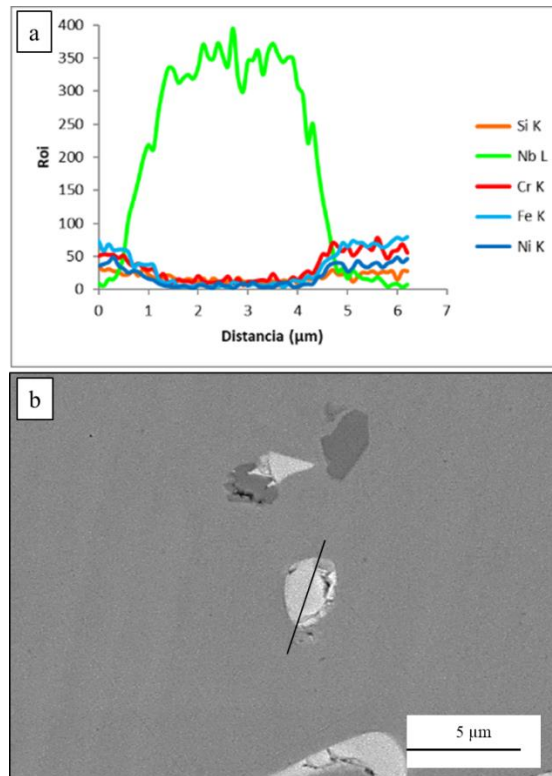


Figura 30 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de niobio en la aleación A en su condición de colada mostrado en la imagen (b).

A continuación, se muestran los espectros de los análisis puntuales de carburos de niobio en la aleación A, envejecidos a 750°C durante 512 (Figura 31a) y 1024 horas (Figura 31b). En ambas imágenes se puede observar una tonalidad gris intermedia que rodea el carburo blanco de niobio, siendo mayor esta tonalidad en la aleación envejecida por mayor tiempo, y aun cuando el análisis se toma en el centro, la presencia de silicio y níquel aparece en el espectro, mientras que, a menor tiempo de envejecimiento, permanece el niobio como el elemento principal del espectro.

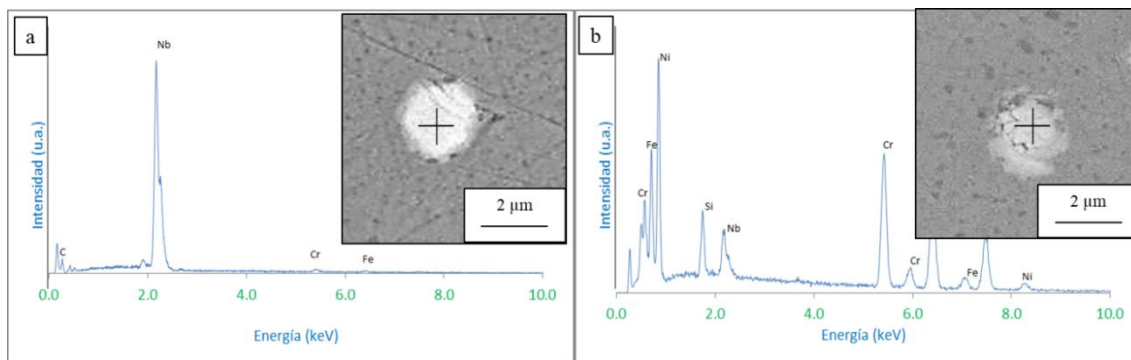


Figura 31 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio de la aleación A envejecida a 750°C durante (a) 512h y (b) 1024h.

Las gráficas de las Figuras 32a y 32c muestran los resultados de los EDX lineales de carburos de niobio en la aleación A envejecidas a 750°C durante 512 (b) y 1024 h (d). Como se puede observar, el contenido de silicio y níquel aparece prácticamente en el centro del carburo de niobio para la muestra envejecida por mayor tiempo, mientras que la de 512 horas solo aparecen en las periferias del carburo, siendo esta la principal diferencia en las tonalidades de ambos carburos.

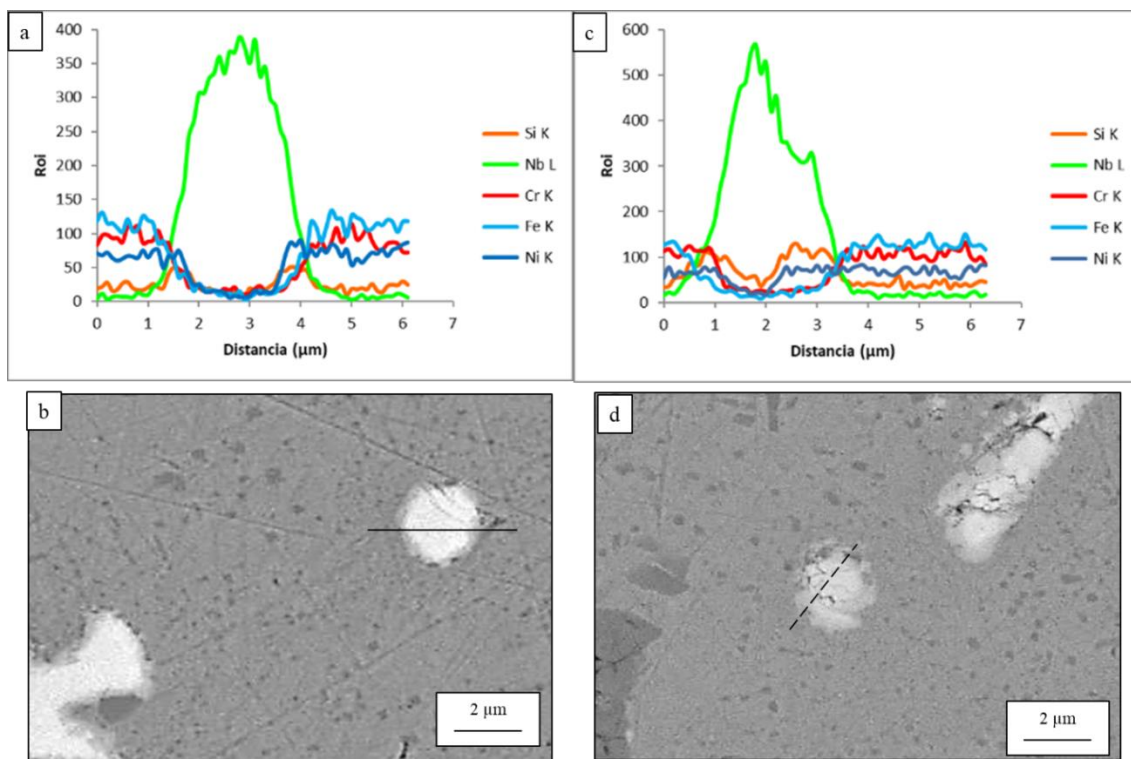


Figura 32 Gráficos e imágenes de EDX lineales de los carburos de niobio en la aleación A envejecida a 750°C durante (a)(b) 512 y (c)(d) 1024h.

La Figura 33 muestra los espectros de los carburos de niobio de la aleación A envejecida a 950°C durante (a) 512 y (b) 1024 h.

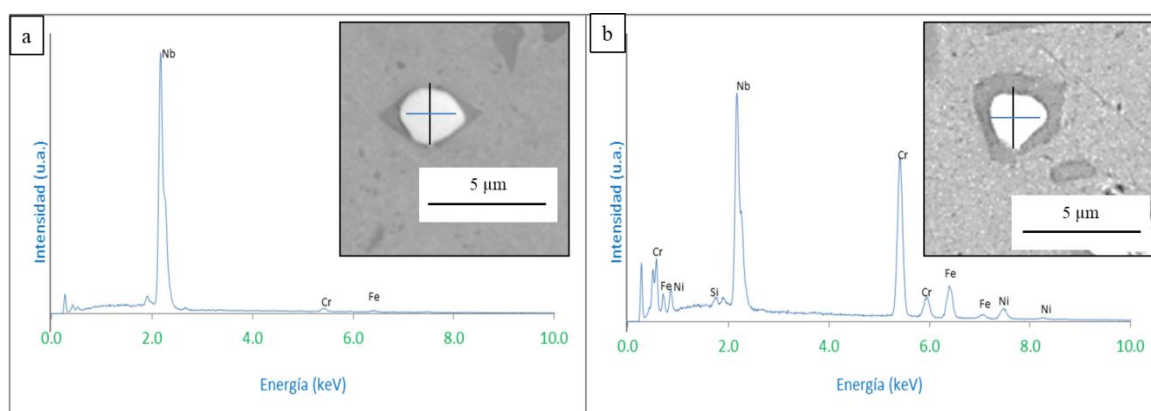


Figura 33 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio para la aleación A envejecida a 950°C durante (a) 512 y (b) 1024h.

Las gráficas de las Figura 34a y c muestran los resultados de los EDX lineales de carburos de niobio en la aleación A envejecidas a 950°C durante 512 (b) y 1024 h (d).

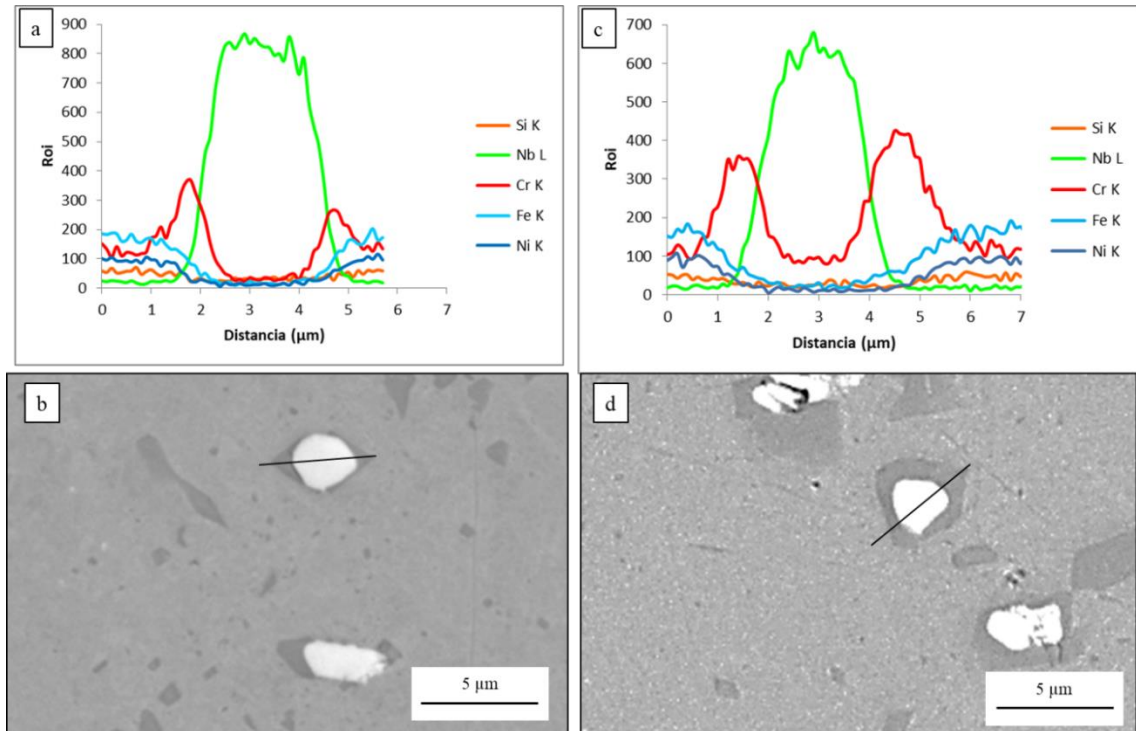


Figura 34 Gráficos e imágenes de EDX lineales de carburo de niobio en la aleación A envejecida a 950°C durante (a)(b) 512 y (c)(d) 1024h.

4.1.3 Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas obtenidas de la aleación A en su condición de colada, así como envejecidas a 750 y 950°C se presentan resumidas en la TABLA VII.

TABLA VII Resumen de propiedades mecánicas aleación A.

Tiempo envejecimiento (h)		Resistencia a la tensión (MPa)	Dureza (Brinell)
Colada		837	154
750°C	4	725	186
	64		174
	256	812	184
	512	812	179
	1024	812	179
950°C	4	625	161
	64	781	164
	256	712	161
	512	737	175
	1024	725	172

4.1.3.1 Dureza

En estudios anteriores [28], se había usado microdureza Vickers para analizar la dureza, incluso en el estudio de maestría para la aleación A [22] se realizó de esta manera, pero debido a las altas variaciones que se encontraron al tomar mediciones entre la matriz y los carburos, se decidió para este estudio considerar la dureza Brinell que en una sola toma puede dar el promedio general de la muestra, sin embargo esto impidió que se tomaran un número considerable de mediciones debido a las dimensiones de las muestras y solo fue posible tomar una medición por muestra. En la gráfica de la Figura 35 se presentan los resultados de las tomas de dureza Brinell para la aleación A envejecida a a) 750 y b) 950°C y el comparativo de ambas con su condición de colada. Se observa como al inicio del tratamiento térmico hay un ligero incremento que tiende a disminuir para estabilizarse, conforme aumenta el tiempo de envejecimiento.

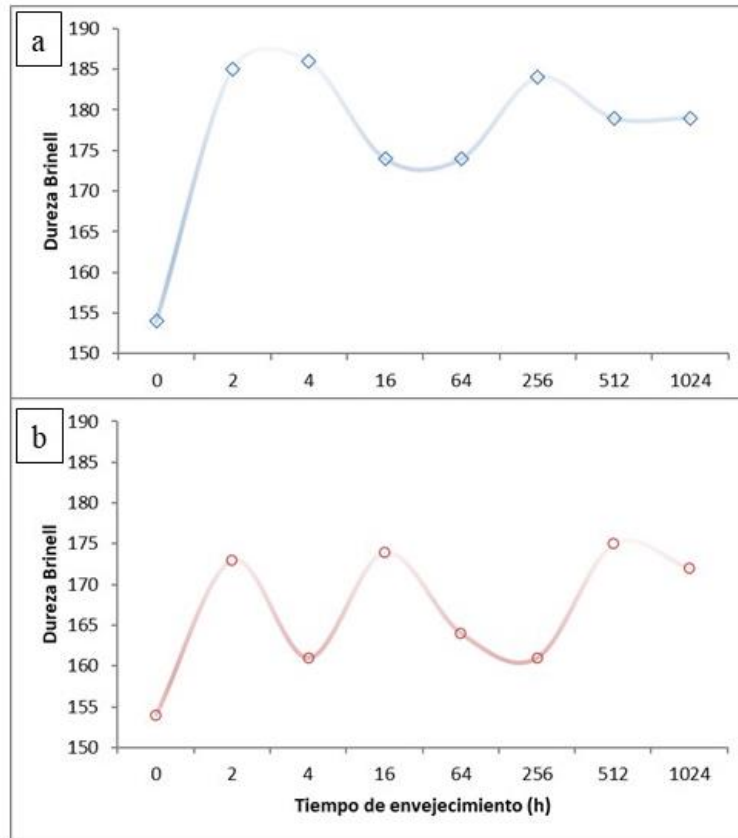


Figura 35 Dureza Brinell para aleación A en su condición de colada y envejecida a a) 750 y b) 950°C.

4.1.3.2 Ensayos de tensión y compresión

El material usado en el estudio proviene de la colada convencional en molde de arena, lo que provoca una microestructura gruesa y con alta cantidad de poros. Esta microestructura provoca que el material se fracture rápidamente al someterlo en tensión, particularmente en la aleación con mayor contenido de carbono, aleación A, Figura 36.

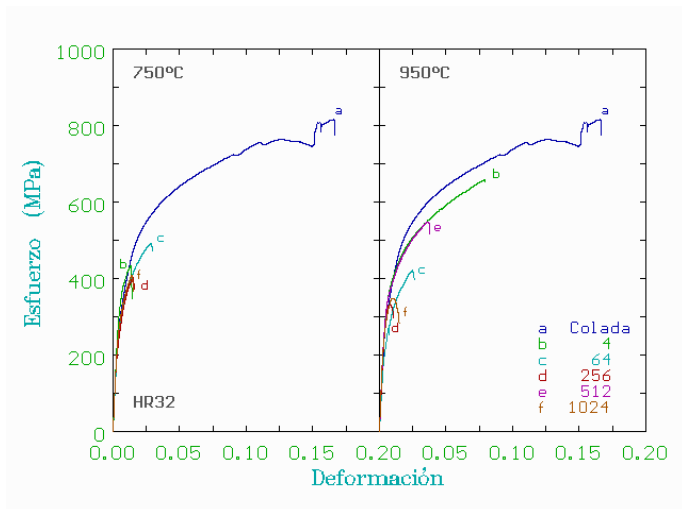


Figura 36 Ensayo de tensión en probetas de la aleación A.

Propiedades como el esfuerzo de fluencia (σ_y), resistencia última (σ_u) y deformación uniforme (ϵ_u) se pueden obtener a partir del ajuste a ecuaciones de potencia del tipo [8 y 9]:

$$\sigma = k \cdot \epsilon^n \quad (8)$$

donde n y k son el exponente y coeficiente de deformación que se obtienen a partir del ajuste de la curva de deformación en tensión.

En el ensayo de tensión, la fuerza (P) a la que está sujeta la probeta depende del área de su sección transversal (A) y de su resistencia (σ) [10]:

$$P = \sigma A \quad (9)$$

El inicio de la estricción en el ensayo de tensión se presenta cuando:

$$dP = A d\sigma + \sigma dA = 0 \quad (10)$$

dado que el volumen de la pieza no cambia:

$$dL/L = -dA/A = d\varepsilon \quad (11)$$

donde L es la longitud de la probeta y ε es la deformación; de ahí:

$$-dA/A = d\varepsilon = d\sigma/\sigma \quad (12)$$

por lo que el inicio de la estricción se presentará cuando:

$$\sigma = d\sigma/d\varepsilon \quad (13)$$

Un material que siga la relación dada por la ecuación (8) iniciará la estricción cuando:

$$k \varepsilon_u^n = n k \varepsilon_u^{n-1} \quad (14)$$

donde ε_u es la deformación al inicio de este fenómeno; la ecuación (14) se puede reescribir como:

$$k \varepsilon_u^n = n k \varepsilon_u^n / \varepsilon_u \quad (15)$$

que resulta en:

$$\varepsilon_u = n \quad (16)$$

Luego entonces, la deformación al inicio de la estricción está relacionada con el exponente de deformación.

Basado en esto, se realizaron ensayos de compresión para evitar la falta de ductilidad de los materiales y evaluar las propiedades mecánicas a partir de análisis de la curva esfuerzo-deformación (σ - ε).

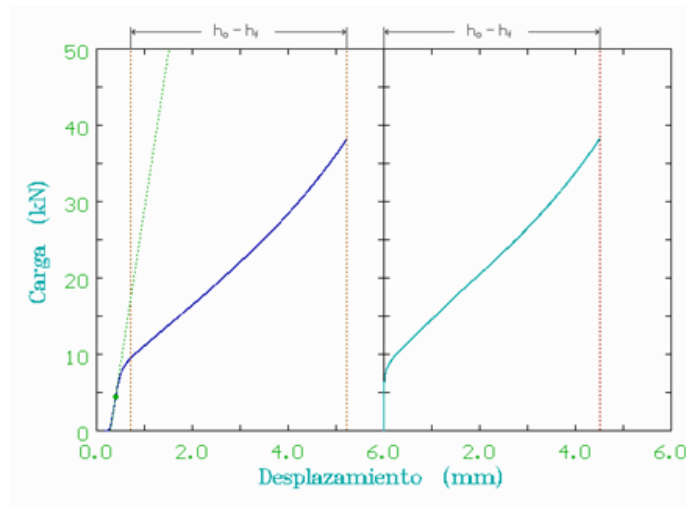


Figura 37 Corrección de los datos carga-desplazamiento por el uso de la cinta de PTFE.

La curva carga-desplazamiento que se obtiene de la máquina universal de pruebas requiere de la identificación del punto de inicio del ensayo debido a la presencia del lubricante en contacto con las herramientas de la máquina. En la Figura 37, se muestra como ejemplo los datos originales del ensayo, a mano izquierda (a), en la que se aprecia un desplazamiento de cerca de 0.3 mm del origen y un inicio de incremento de carga con una pendiente baja; en dicha gráfica se muestra también la reducción en altura real de la muestra, obtenida a partir de las mediciones de altura inicial (h_0) y final (h_f) de las probetas antes y al final del ensayo, así mismo se presenta una línea recta que se ajusta al punto en que la pendiente de la curva carga-desplazamiento es máximo. El punto en el que la pendiente de la curva carga-desplazamiento es máximo se encuentra mediante el ajuste sucesivo de parábolas de segundo grado usando el algoritmo desarrollado para el análisis térmico de curvas de enfriamiento [31]. La corrección por el inicio de la gráfica de los datos originales se muestra en la gráfica de la derecha (b) que resulta de sustraer el desplazamiento correspondiente a la carga del material, de ahí el ajuste a la línea recta en (a) para que la curva de carga-desplazamiento inicie en el origen y el desplazamiento máximo corresponda a la sustracción de las alturas final menos inicial ($h_f - h_0$).

La curva $\sigma - \varepsilon$ correspondiente, sin la corrección por el efecto de fricción, se puede calcular a partir de los datos de carga y desplazamiento suponiendo la constancia de volumen:

$$\varepsilon = \ln(h_0/h) \quad (17)$$

Donde h es la altura instantánea,

$$\sigma = P/A \quad (18)$$

Donde A es el valor instantáneo del área dado por:

$$A = \frac{A_0 h_0}{(h_0 - \Delta h)} \quad (19)$$

Donde Δh es el desplazamiento instantáneo.

La corrección por fricción parte de la compensación que implica la energía para vencer el deslizamiento de la probeta sobre las herramientas de compresión [32]. El cociente de la presión sobre el esfuerzo (p/σ) bajo condiciones de deslizamiento puro está dado por [33]:

$$p/\sigma = \frac{2[\exp(q)-q-1]}{q^2} \quad (20)$$

Donde

$$q = \frac{\mu d}{h} \quad (21)$$

Donde μ es el coeficiente de fricción y d y h son el diámetro y la altura instantáneos de la muestra. Las condiciones de deslizamiento se mantendrán siempre que el cociente de d/h se mantenga dentro de ciertos límites:

$$d/h < 1/\mu \ln(0.577/\mu) \quad (22)$$

Condiciones adhesivas de fricción se presentan cuando μ es igual o mayor a 0.577 y la relación p/μ estará dada por:

$$p/\mu = \frac{1+0.577d}{(3h)} \quad (23)$$

Condiciones mixtas, deslizamiento y adhesión, dan como resultado:

$$p/\sigma = \frac{2\{[(n+1)\exp(q-n)-q-1]+n^2[(0.577/\mu)+(0.577f/3h)]\}}{q^2} \quad (24)$$

Donde

$$n = \frac{\mu f}{h} \quad (25)$$

Y

$$f = \frac{d-h \ln(0.577/\mu)}{\mu} \quad (26)$$

La Figura 38 presenta la curva esfuerzo-deformación correspondiente a los datos de carga-desplazamiento mostrados en la Figura 37. Se presentan dos curvas, la primera, A, consiste en los valores obtenidos de las ecuaciones (18) y (19), en tanto que la segunda, B, se calculó usando un coeficiente de fricción de 0.1, que corresponde al determinado con pruebas de compresión en anillos usando PTFE como lubricante [30].

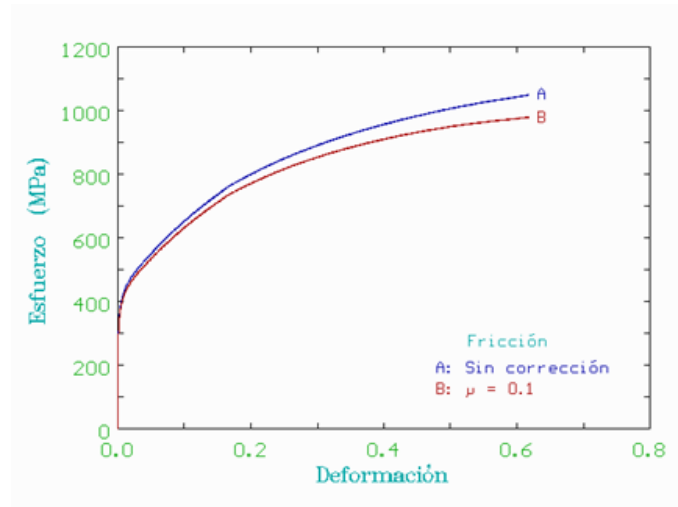


Figura 38 Curvas $\sigma - \varepsilon$ sin corrección y corregida usando un coeficiente de fricción de 0.1.

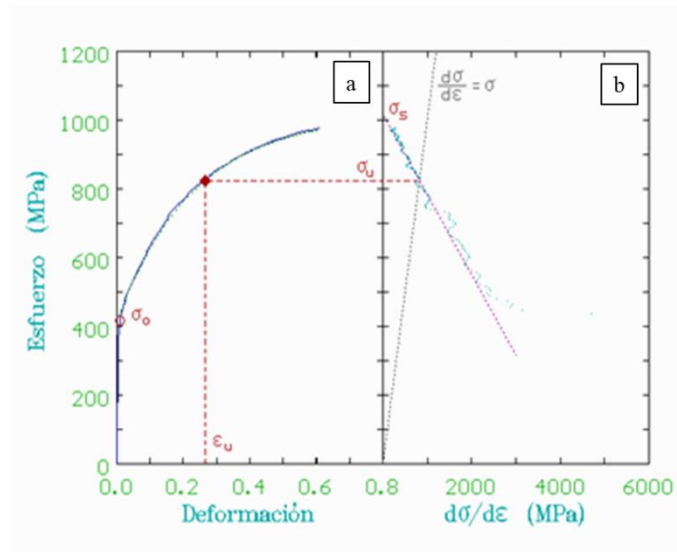


Figura 39 Ajuste de la curva experimental $\sigma - \varepsilon$ a la descrita por la ecuación (27).

El ajuste a ecuaciones similares a la descrita en (8) es adecuado en intervalos limitados de deformación, dado que éstas tienden a subestimar el calor del esfuerzo cercano a la fluencia y a sobrestimarlo a altos valores de deformación. Una mejor predicción del esfuerzo en un mayor intervalo de

deformación se puede obtener al ajustar el comportamiento del material a ecuaciones del tipo exponencial propuesto por Voce [34, 35]:

$$\sigma = \sigma_0 + (\sigma_s - \sigma_0)\exp(-C\varepsilon) \quad (27)$$

Donde σ_s es el esfuerzo de saturación o estacionario, σ_0 el de la fluencia y C un coeficiente que se determina a partir de los datos experimentales. En la Figura 39 se presenta la forma en que se determinan los parámetros requeridos por la ecuación (27). A mano izquierda (a) se grafican tanto la curva por fricción, (b) en la Figura 38, así como la curva ajustada y otros parámetros. A mano derecha, (b), se grafica el esfuerzo en función de la derivada de la curva ($d\sigma/d\varepsilon$) que se obtuvo a partir del ajuste de los puntos indicados en la curva B de la Figura 38 a curvas tipo spline cúbicas [36]. Este tipo de algoritmo tiene la ventaja, entre otras, de asegurar no sola la continuidad de la curva, sino de la derivada, por lo que los valores de la pendiente ($d\sigma/d\varepsilon$) varían en forma más suave que si se ajustaran a parábolas sucesivas [37]. En la Figura 39 se muestra una línea punteada que pasa por el criterio de Considère, $\sigma = d\sigma/d\varepsilon$, que corresponde al valor de σ_0 , esfuerzo máximo o último en tensión [38]. La extrapolación de la línea a $d\sigma/d\varepsilon = 0$, corresponde al esfuerzo de saturación (σ_s). El valor del parámetro C de la ecuación 20, corresponde a la pendiente de la línea extrapolada de la Figura 39b. El valor correspondiente a la deformación al inicio de la estricción (ε_u) se obtiene directamente de la curva experimental de la Figura 39a. La calidad de la predicción de la ecuación ajustada se manifiesta por la cercanía entre ésta y la correspondiente a los datos originales tal y como se aprecia en la Figura 39a.

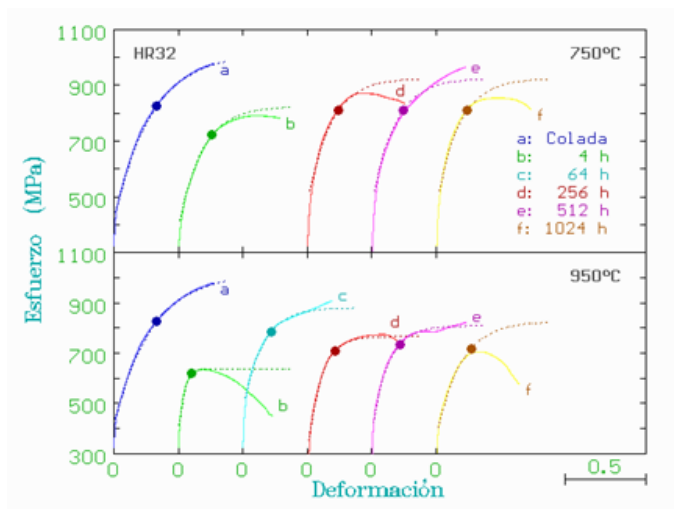


Figura 40 Curvas de compresión de la aleación A.

La Figura 40 corresponde a la aleación A y la curva se calculó con un coeficiente de fricción de 0.1. En la imagen se incluye la curva ajustada del tipo exponencial. Para la muestra C envejecida a 750°C por 64h, no fue posible obtener su curva de compresión.

4.1.4 Difracción de rayos X

La Figura 41 presenta el difractograma obtenido de la aleación A en su condición de colada, indica la presencia de carburos de cromo del tipo Cr_7C_3 y carburos de niobio del tipo NbC.

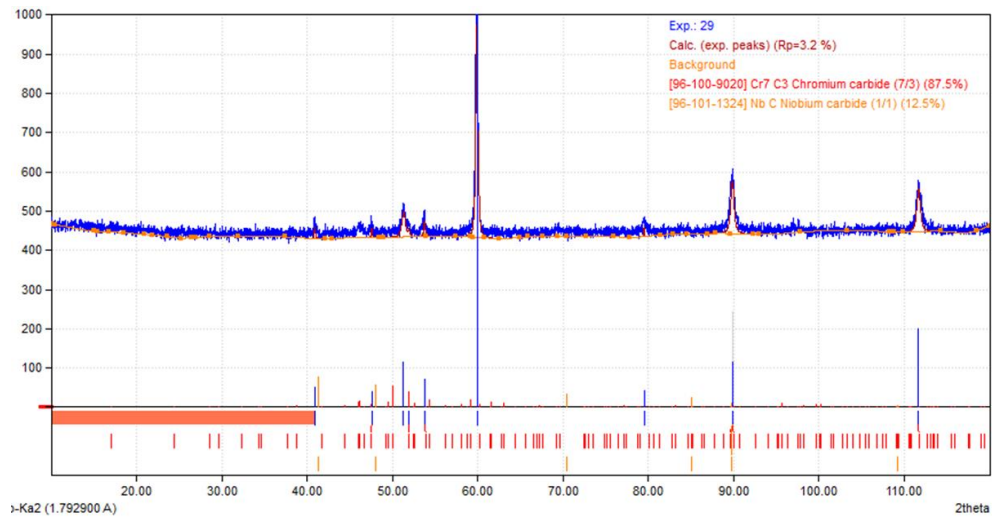


Figura 41 Espectro de difracción de rayos X de la aleación A en su condición de colada.

Los difractogramas obtenidos de la aleación A envejecidos a 750°C durante 512 y 1024h se presentan en las Figuras 42 y 43, en ellos se muestra la presencia de los carburos de cromo del tipo Cr_7C_3 y Cr_{23}C_6 , así como los carburos de niobio del tipo NbC.



Figura 42 Espectro de difracción de rayos X de la aleación A envejecida a 750°C durante 512h.

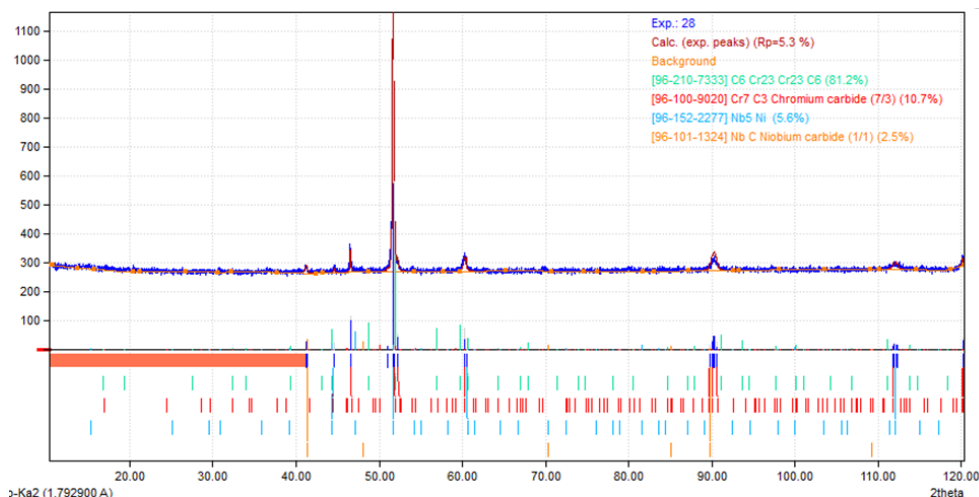


Figura 43 Espectro de difracción de rayos X de la aleación A envejecida a 750°C durante 1024h.

En ambas muestras se buscó el siliciuro de niobio, reportado en la literatura en este tipo de aleaciones como Fase η [6] o Fase G [13, 14, 15, 16, 17, 18], pero solo fue posible encontrar un intermetálico, con estequimetría Nb_5Ni , debido a que la base de datos que se utilizó para el análisis es limitada y no permitió encontrar la estequimetría completa. El intermetálico con estequimetría Nb_5Ni , cuenta con una estructura cristalina cúbica, con un parámetro de red de 1.16 nm. El parámetro de red para la fase G ha sido reportado con valores de 1.11 1.13 [6, 13, 14, 15, 16, 17, 18] en trabajos anteriores y con estructura cristalina reportada como cúbica [6] o FCC [13, 14, 15, 16, 17, 18], por lo que se infiere que es posible que sea la misma fase.

En cuanto al carburo de cromo del tipo Cr_{23}C_6 , mediante esta técnica se pudo determinar que presenta un parámetro de red de 1.06 nm con una estructura cristalina cúbica, el cual coincide con los valores reportados en la literatura de 1.06 a 1.11 nm [13, 14, 17].

4.1.5 Discusión de resultados de la aleación A

De los resultados anteriores, se puede inferir que los principales cambios a analizar en la aleación A se presentan en: a) Evolución microestructural de la aleación A durante el envejecimiento, b) Efecto del envejecimiento sobre las propiedades mecánicas de la aleación. A continuación, se detalla el análisis:

4.1.5.1 Evolución microestructural de la aleación A durante el envejecimiento

La aleación A, en su condición de colada cuenta con una matriz de austenita primaria con carburos eutécticos interdendríticos, los cuales son de 2 tipos: Carburos de niobio (los más claros) del tipo NbC y carburos de cromo (los más oscuros) del tipo M_7C_3 .

Para el análisis de los cambios microestructurales se tenía la intención de desarrollar un método cuantitativo para determinar la evolución de los carburos primarios de niobio a la transformación del siliciuro de niobio durante el envejecimiento y así cuantificar su crecimiento durante el envejecimiento, y después compararlo entre las temperaturas de 750 y 950°C entre las diferentes aleaciones estudiadas, por ello se decidió solo considerar los carburos globulares de niobio, para tratar de determinar un patrón de crecimiento similar entre las diferentes muestras. Esto no fue posible, debido a que es muy alta la variación de crecimiento de carburo a carburo, de muestra a muestra. Por lo que el análisis se mantendrá enfocado en los cambios cualitativos de los carburos primarios y sus transformaciones.

Durante el envejecimiento los carburos primarios de niobio NbC se vuelven inestables y facilita la transformación en la Fase G, como se puede notar en las imágenes de las Figuras 21 a 24, al compararlas con las imágenes de las Figuras

19 y 20 (en su condición de colada), donde se observa el crecimiento de una fase gris intermedia alrededor del carburo de niobio (el cual aparece con una tonalidad muy clara) conforme aumenta el tiempo de envejecimiento. Esto se confirma con los análisis puntuales de la Figura 31, donde el centro del carburo mantiene una composición rica en niobio y carbono y conforme aumenta el envejecimiento, prácticamente todo el carburo cambia de color y aparece níquel y silicio, mientras que el carbono difunde hacia la matriz, propiciando la formación de los carburos secundarios $M_{23}C_6$ [13]. Al hacer un comparativo de la Figura 32 con la Figura 30, el contenido de silicio y níquel, que aparecen en solución en la matriz en su condición de colada, incrementa en los límites del carburo, aproximadamente de 1 μm a aproximadamente 2 μm , conforme aumenta el tiempo de envejecimiento y esto coincide con lo encontrado en la literatura, en donde la fase G es rica en silicio y níquel [6, 13, 14, 15, 16, 17, 18].

Los espectros obtenidos a 950°C (Figura 33), aparecen muy similares a los obtenidos a 750°C, la muestra envejecida a 512h muestran al niobio como elemento principal, mientras que la envejecida a 1024h aparecen algunos otros elementos como silicio y níquel en el centro del carburo. Pero al correr los análisis lineales de ambas muestras (Figura 34), la presencia de silicio tanto dentro del carburo como en las periferias es casi nulo, se podría inferir que, al incrementar la temperatura, el silicio difunde más rápido que el níquel, por lo cual no se alcanza a detectar en las periferias del carburo de niobio; mientras que el níquel y cromo si permanecen en las periferias e incluso se incrementa en la matriz con mayor tiempo de envejecimiento. Por lo que se puede considerar que la tonalidad gris que rodea el carburo de niobio a 750°C (más clara) es el siliciuro de niobio del tipo Nb_3Ni_2Si , mientras que lo que rodea el carburo de niobio a 950°C (Figura 34) es otra fase compuesta principalmente por níquel y cromo, mientras que el silicio se encuentra en solución en la matriz.

Las imágenes presentadas representan las más claras obtenidas durante el estudio, pero se analizaron un mayor número de carburos ya que durante estudios anteriores [22] y aun con el incremento de temperatura, generalmente

se presenta la formación del siliciuro de niobio en los alrededores del carburo de niobio. De hecho, al observar la imagen de la Figura 26 (muestra envejecida a 950°C por 512h), aun en los carburos más grandes se puede observar la presencia de la fase G, mientras que en la Figura 28 (muestra envejecida a 950°C por 1024h), todos los carburos de niobio presentan una sola tonalidad.

En cuanto a la precipitación de carburos $M_{23}C_6$, estos aparecen de manera uniforme en las muestras conforme aumenta el tiempo de envejecimiento en ambas temperaturas, sin embargo, a 950°C se perciben áreas sin concentración de estos, sobre todo en zonas cercanas a los carburos de niobio.

En la Figura 44 se resumen los espectros de difracción de las muestras analizadas para la aleación A en su condición de colada, así como envejecida durante 512 y 1024 h a 750°C. Con lo cual se confirma la presencia de las fases M_7C_3 y NbC en su condición de colada, así como la presencia de la Fase $M_{23}C_6$ conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, sin embargo, para la transformación del siliciuro de niobio o fase G, no fue posible identificarla con la estequiometría Nb_3Ni_2Si , la fase encontrada con estequiometría Nb_5Ni presenta un parámetro de red de 1.16 nm, lo cual es similar a lo encontrado en la literatura [6, 13, 14, 15, 16, 17, 18] con respecto al siliciuro o fase G.

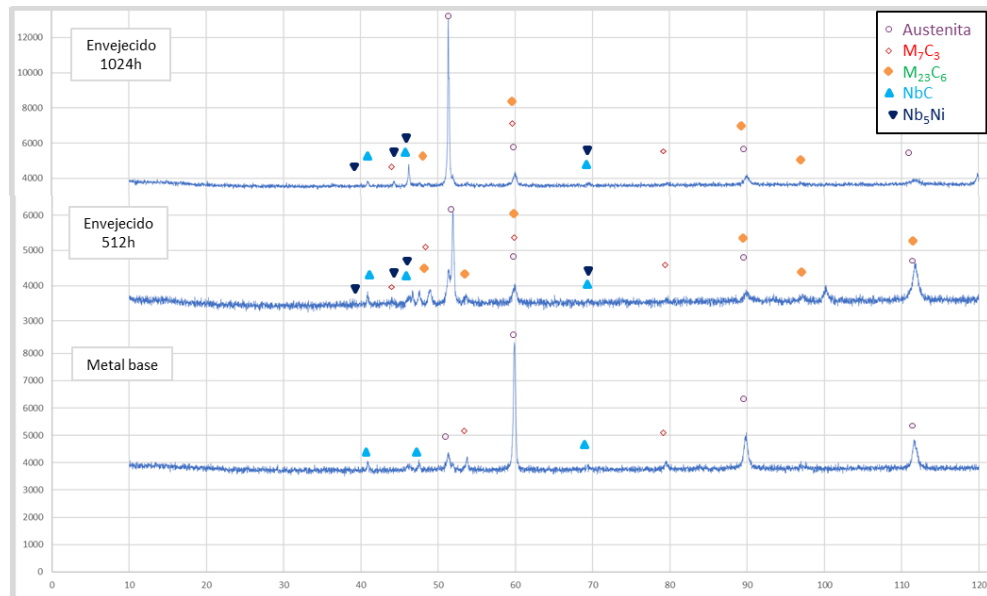


Figura 44 Difractogramas de la aleación A en su condición de colada y envejecida a 750°C durante 512 y 1024h.

4.1.5.2 Efecto del envejecimiento sobre las propiedades mecánicas de la aleación A

Los efectos del envejecimiento sobre la resistencia a la compresión y dureza de la aleación A, se observan en la gráfica de la Figura 45. A 750°C (Figura 45a), se observa que en las primeras horas de envejecimiento se presenta un endurecimiento de la aleación, lo cual disminuye su resistencia a la compresión, sin embargo, conforme aumenta el tiempo de envejecimiento (después de 256 horas) se presenta un ablandamiento similar al recocido, el cual propicia que la dureza disminuya y se mantenga, mientras que la resistencia a la compresión también se incremente y mantenga.

En cuanto al envejecimiento a 950°C (Figura 45b), existe una mayor variación de los datos obtenidos, sin embargo, mantiene el mismo patrón, una

reducción de las propiedades mecánicas para después mantenerse estable después de 512h de envejecimiento.

Esto confirma lo propuesto por Liu et al. [20], que menciona que las propiedades mecánicas permanecen constantes después de 1500 horas incluso después de altas horas de servicio y contradice otras propuestas [16, 18] que mencionan la degradación de las propiedades mecánicas de las aleaciones resistentes al calor, debido a formación de la fase G, así como la transformación de los carburos primarios M_7C_3 en $M_{23}C_6$.

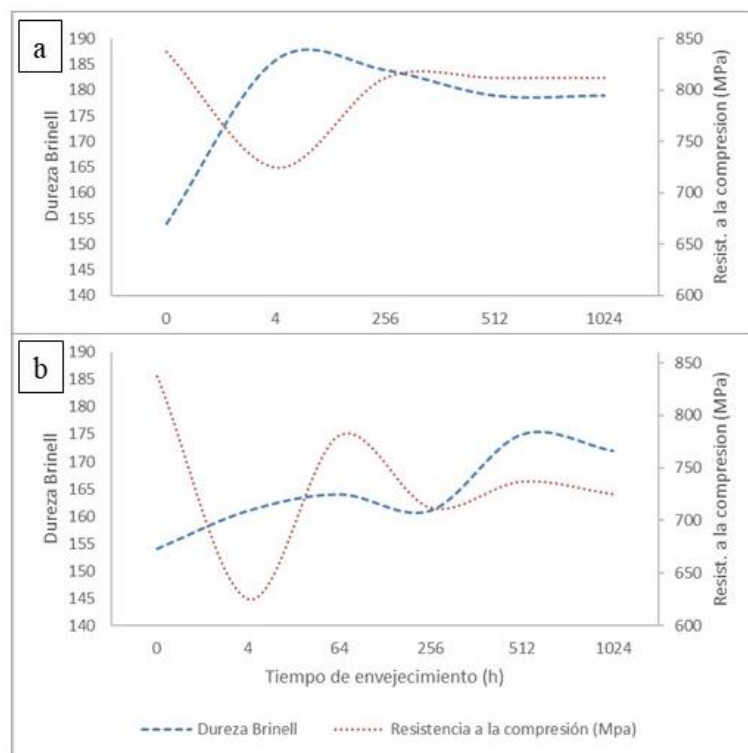


Figura 45 Resumen de propiedades mecánicas de la aleación A en su condición de colada y su comportamiento envejecida a a) 750 y b) 950°C.

4.2 RESULTADOS Y DISCUSIÓN ALEACIÓN B

4.2.1 Evolución microestructural

En las Figuras 46 y 47 se muestra la microestructura de la aleación B en su condición de colada, las cuales se obtuvieron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) con detector de electrones retrodispersados (BE). Al igual que la aleación A, ésta cuenta con una matriz de austenita primaria con carburos eutécticos interdendríticos, los cuales son de 2 tipos: Carburos de niobio (los más claros) del tipo NbC y carburos de cromo (los más oscuros) del tipo M_7C_3 .

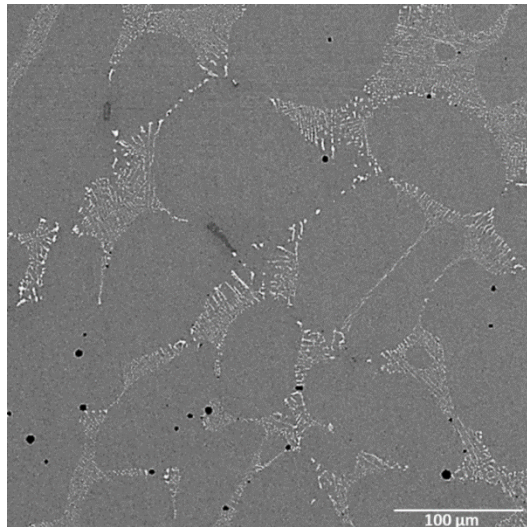


Figura 46 Microestructura de la aleación B en su condición de colada, 500X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).

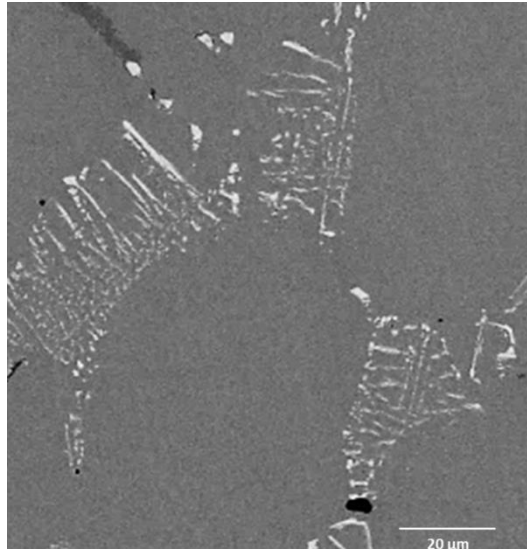


Figura 47 Microestructura de la aleación B en su condición de colada, 2000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).

A continuación, se muestran micrografías tomadas con SEM mediante electrones retrodispersados de la aleación B envejecidas a 750°C durante el periodo de tiempo de 512 h (Figuras 48 y 49) y 1024 h (Figuras 50 y 51).

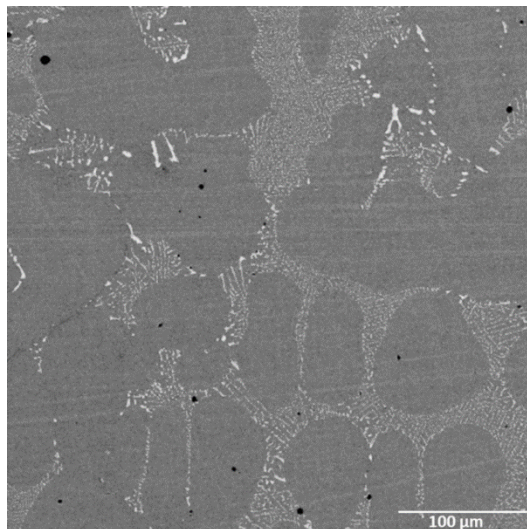


Figura 48 Microestructura de la aleación B, envejecida a 750°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

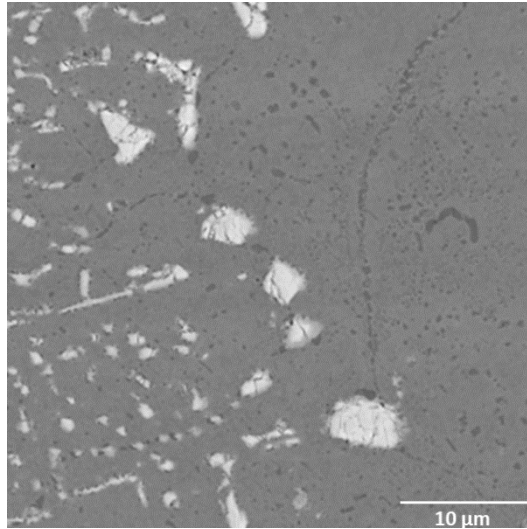


Figura 49 Microestructura de la aleación B, envejecida a 750°C durante 512 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

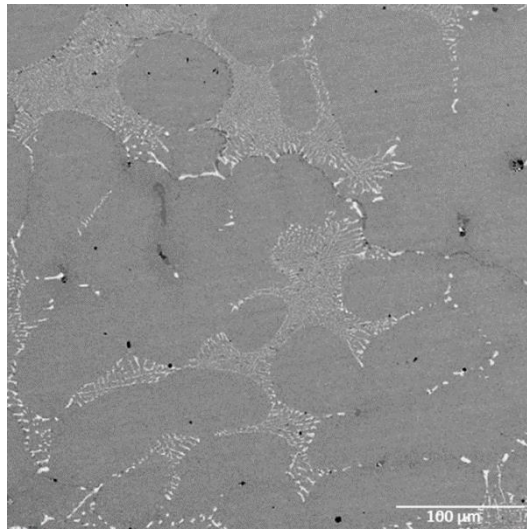


Figura 50 Microestructura de la aleación B, envejecida a 750°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

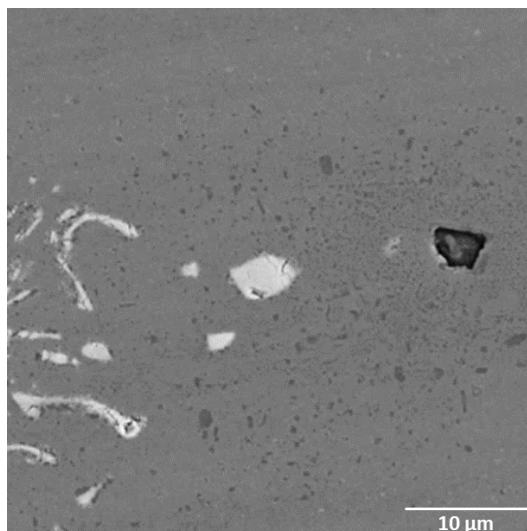


Figura 51 Microestructura de la aleación B, envejecida a 750°C durante 1024 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

A continuación, se muestran micrografías tomadas con SEM mediante electrones retrodispersados de la aleación B envejecidas a 950°C durante el periodo de tiempo de 512 h (Figura 52 y 53) y 1024 h (Figura 54 y 55).

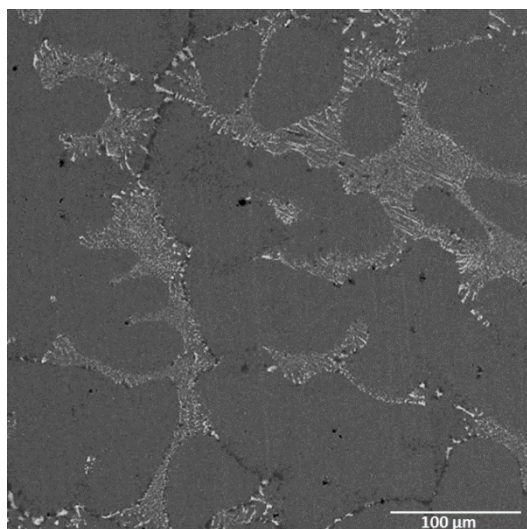


Figura 52 Microestructura de la aleación B, envejecida a 950°C durante 524 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

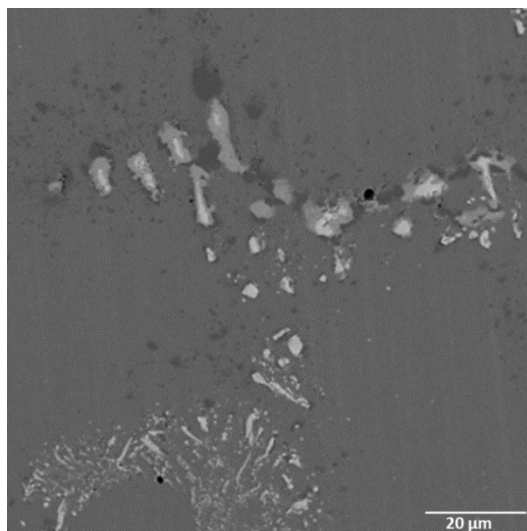


Figura 53 Microestructura de la aleación B, envejecida a 950°C durante 524 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

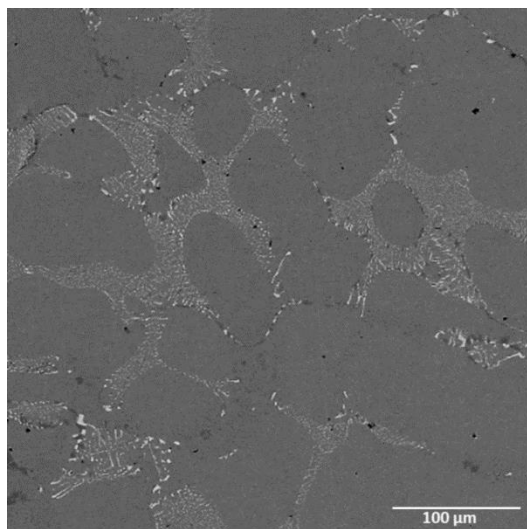


Figura 54 Microestructura de la aleación B, envejecida a 950°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

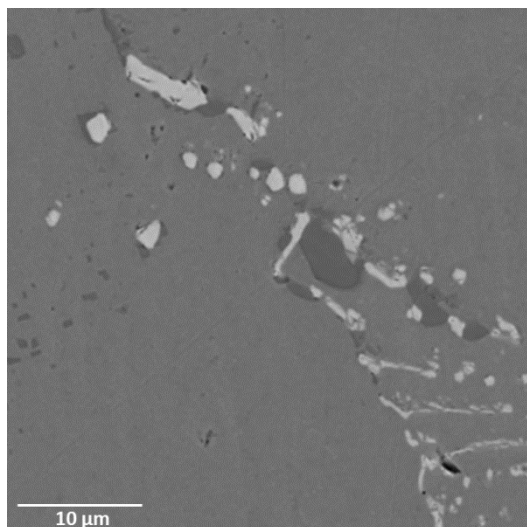


Figura 55 Microestructura de la aleación B, envejecida a 950°C durante 1024 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

Conforme aumenta el tiempo de envejecimiento se observa la presencia de precipitación de carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$ en la matriz. También, hay un cambio en la morfología de los carburos de cromo y niobio, volviéndose más redondeados.

4.2.2 Espectroscopía de rayos X

Se llevó a cabo un análisis químico elemental de los carburos primarios de niobio (claros) con formas globulares de la aleación B en su condición de colada, así como envejecida a 750 y 950°C por periodos de tiempo de 512 y 1024h para ambas temperaturas.

En la Figura 56 se muestra el espectro obtenido de un carburo de niobio de la aleación B en su condición de colada. Mientras que en la Figura 57a se muestra la gráfica obtenida del análisis lineal mediante EDX, con referencia a la

imagen Figura 57b. Esta aleación presenta básicamente los mismos elementos que la aleación A en su condición de colada.

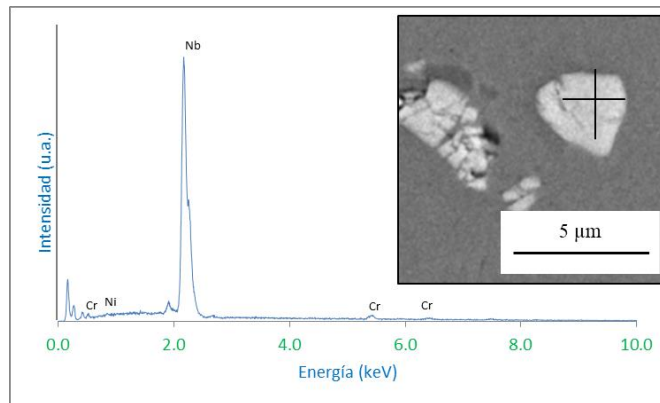


Figura 56 Análisis EDX puntual de carburo primario de niobio para la aleación B en su condición de colada.

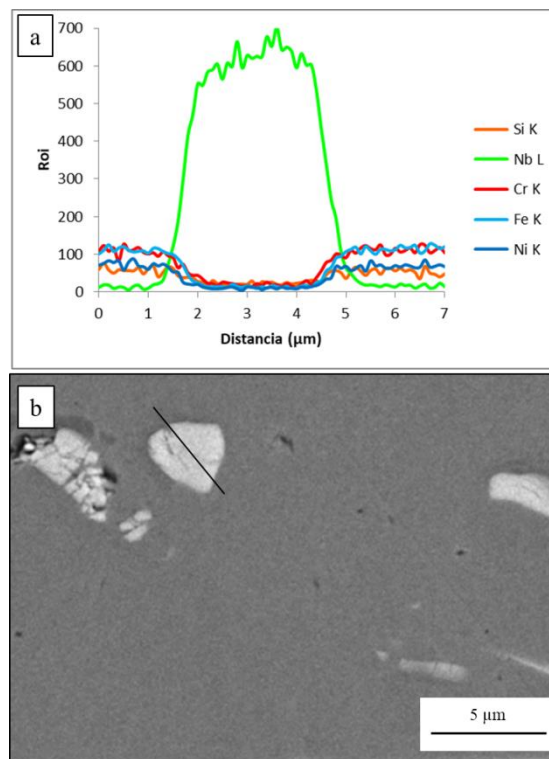


Figura 57 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de niobio en la aleación B en su condición de colada mostrado en la imagen (b).

A continuación, se muestran los espectros de los análisis puntuales de carburos de niobio en la aleación B, envejecidos a 750°C durante 512 (Figura 58a) y 1024 horas (Figura 58b).

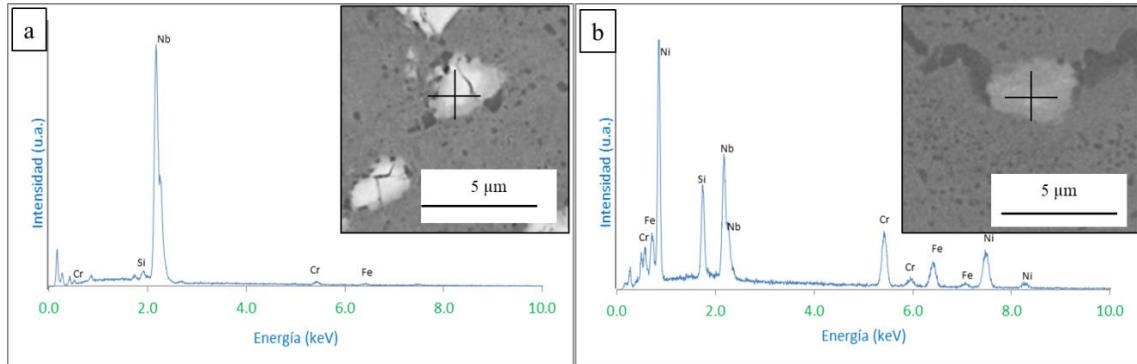


Figura 58 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio de la aleación B envejecida a 750°C durante (a) 512h y (b) 1024h.

Las gráficas de las Figura 59 a y c, muestran los resultados de los EDX lineales de carburos de niobio en la aleación B envejecidas a 750°C durante 512 (b) y 1024 h (d).

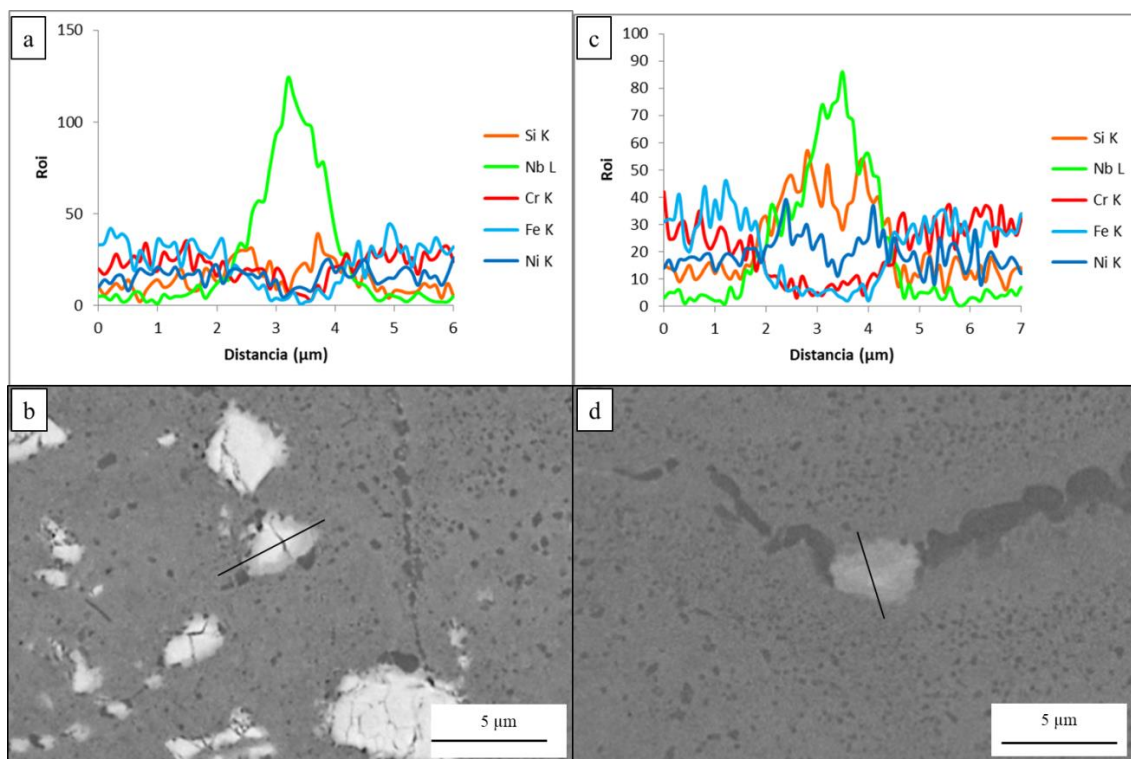


Figura 59 Gráficos e imágenes de EDX lineales de los carburos de niobio en la aleación B envejecida a 750°C durante (a)(b) 512 y (c)(d) 1024h.

La Figura 60 muestra los espectros de los carburos de niobio de la aleación B envejecida a 950°C durante (a) 512 y (b) 1024 h.

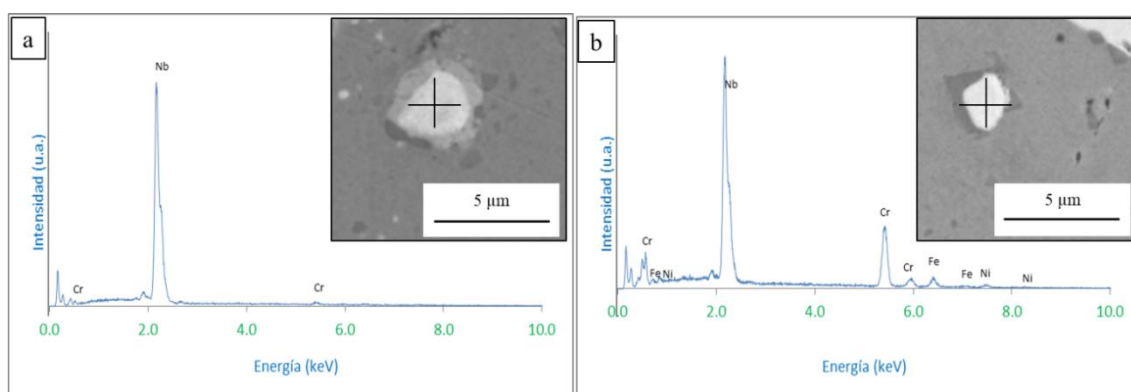


Figura 60 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio para la aleación B envejecida a 950°C durante (a) 512 y (b) 1024h.

Las gráficas de la Figura 61 a y c, muestran los resultados de los EDX lineales de carburos de niobio en la aleación B envejecidas a 950°C durante 512 (b) y 1024 h (d).

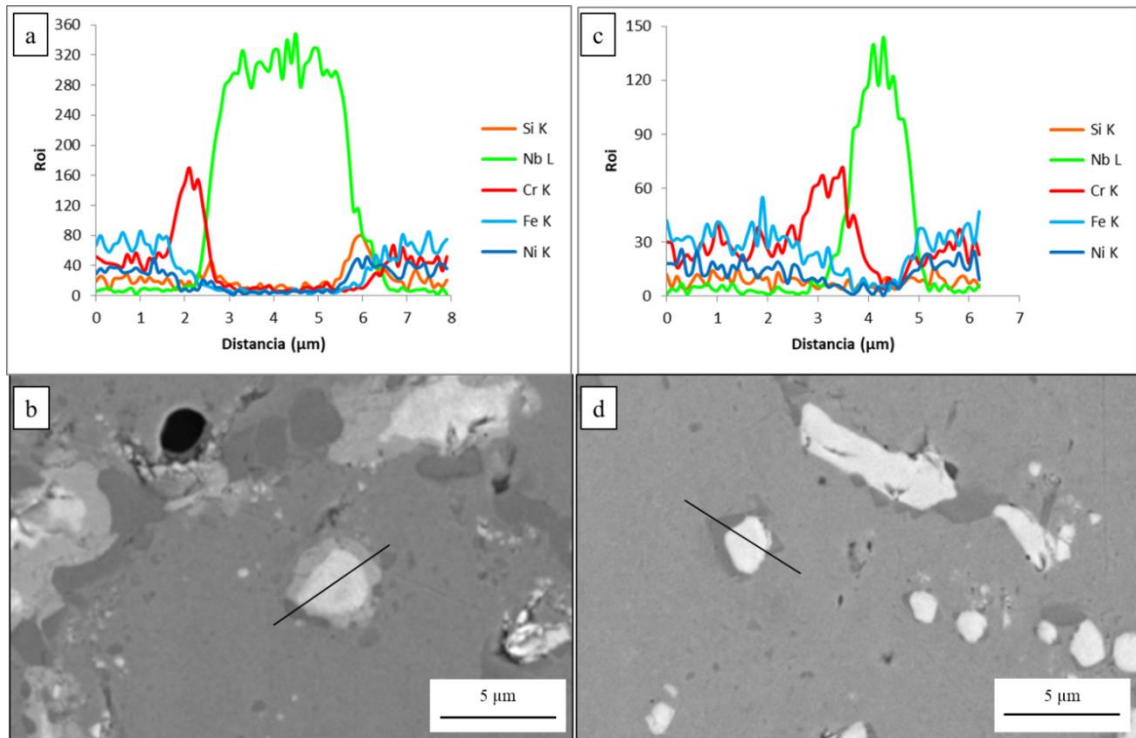


Figura 61 Gráficos e imágenes de EDX lineales de carburo de niobio en la aleación B envejecida a 950°C durante (a)(b) 524 y (c)(d) 1024h.

4.2.3 Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas obtenidas de la aleación B en su condición de colada, así como envejecidas a 750 y 950°C se presentan resumidas en la TABLA VIII.

TABLA VIII Resumen de propiedades mecánicas de la aleación B.

Tiempo envejecimiento (h)		Resistencia a la tensión (MPa)	Dureza (Brinell)
Colada		627	167
750°C	4	638	169
	64	-	182
	256	666	192
	512	427	182
	1024	678	183
950°C	4	625	165
	64	572	165
	256	322	164
	512	460	162
	1024	539	176

4.2.3.1 Dureza

En la gráfica de la Figura 62 se presentan los resultados de las tomas de dureza Brinell para la aleación B. Se observa como al inicio del tratamiento térmico hay un ligero incremento que tiende a disminuir para estabilizarse, conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, mientras que a 950°C se observa un incremento al final y no logra observarse una estabilización en la dureza.

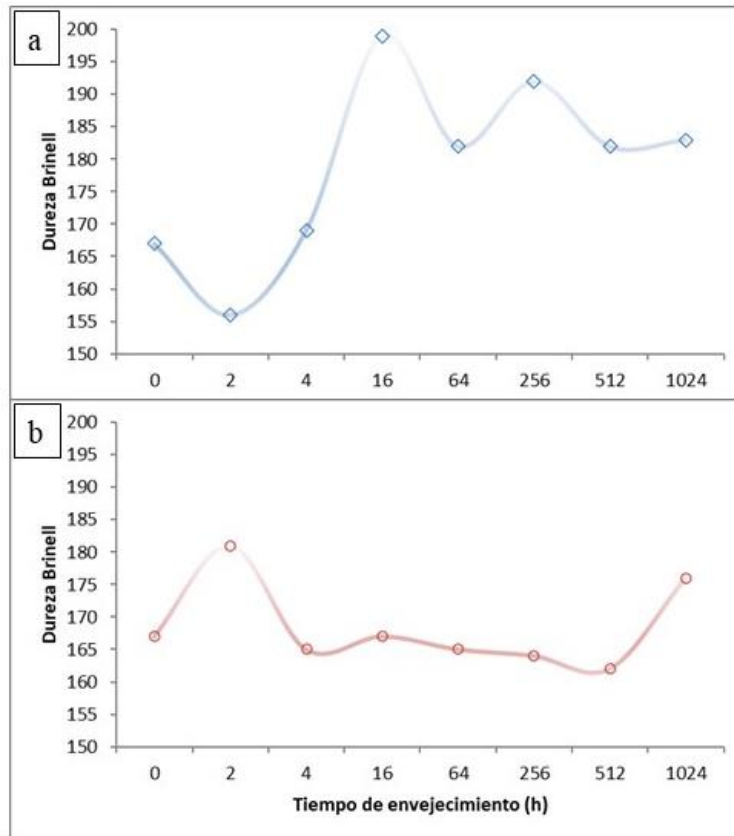


Figura 62 Gráfico de dureza Brinell para la aleación B en su condición de colada, así como envejecida a (a) 750 y (b) 950°C.

4.2.3.2 Ensayos de tensión y compresión

Al igual que la aleación A, esta aleación proviene de colada convencional en molde de arena, provocando una microestructura gruesa y con alta cantidad de poros provocando que el material se fracture rápidamente al someterlo a tensión (Figura 63).

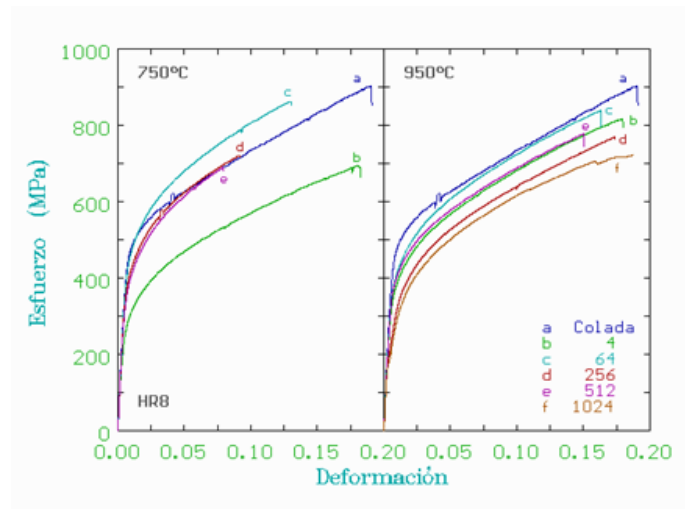


Figura 63 Ensayo de tensión en probetas de la aleación B.

Por lo que al igual que con la aleación A, se realizaron ensayos de compresión en la aleación B para evitar la falta de ductilidad del material y evaluar las propiedades mecánicas a partir del análisis de la curva esfuerzo deformación (σ - ϵ).

Para la corrección de los datos carga-desplazamiento por el uso de la cinta de PTFE se utilizaron tanto los datos de las muestras de la aleación A como de la aleación B como se muestra en las Figuras 37 a 39.

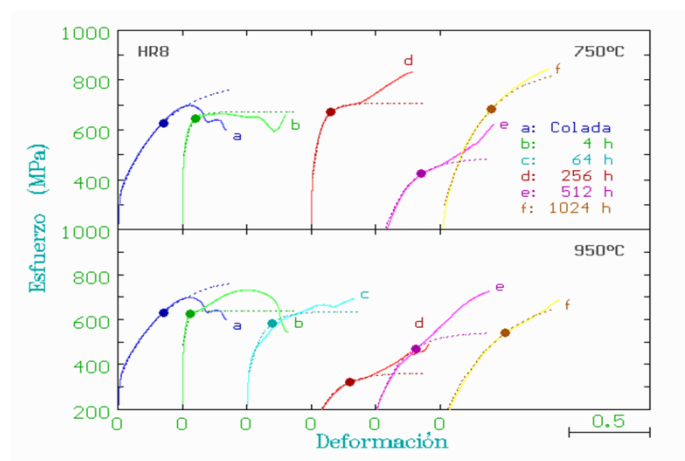


Figura 64 Curva de compresión de la aleación B

La Figura 64 corresponde a la aleación B y la curva se calculó con un coeficiente de fricción de 0.1. En la imagen se incluye la curva ajustada del tipo exponencial.

4.2.4 Difracción de rayos X

La Figura 65 presenta el difractograma obtenido de la aleación B en su condición de colada, con presencia de carburos de cromo del tipo Cr_7C_3 y carburos de niobio del tipo NbC.

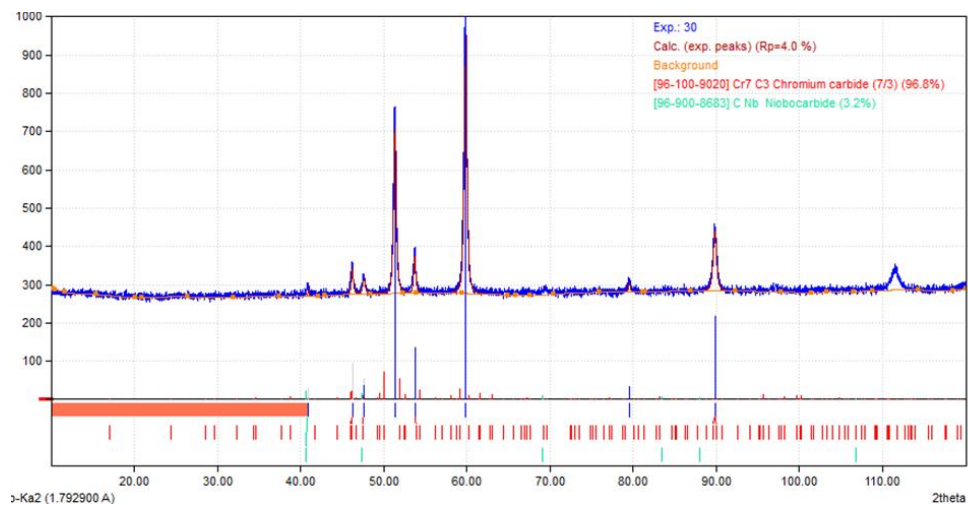


Figura 65 Espectro de difracción de rayos X de la aleación B en su condición de colada.

Los difractogramas obtenidos de la aleación B envejecidos a 750°C durante 512 y 1024h se presentan en las Figuras 66 y 67, en ellos se muestra la presencia de los carburos de cromo del tipo Cr_7C_3 y Cr_{23}C_6 , así como los carburos de niobio del tipo NbC.

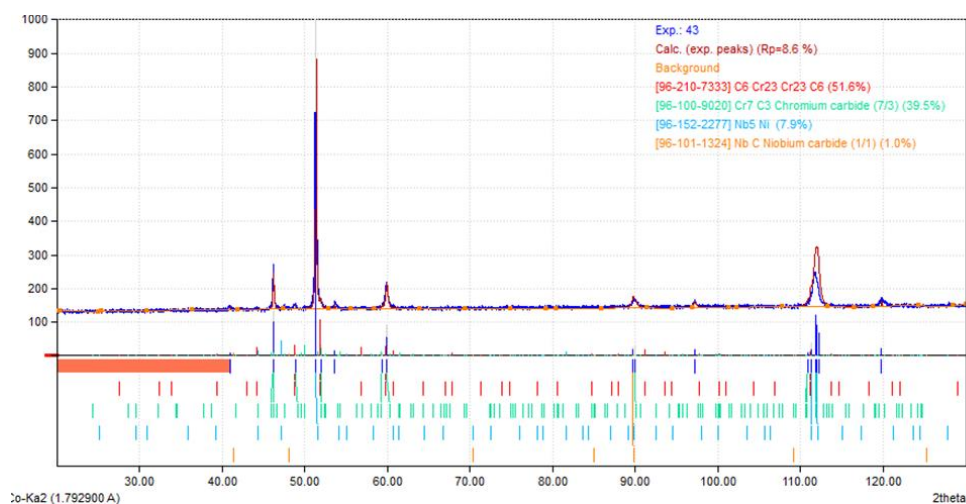


Figura 66 Espectro de difracción de rayos X de la aleación B envejecida a 750°C durante 512h.

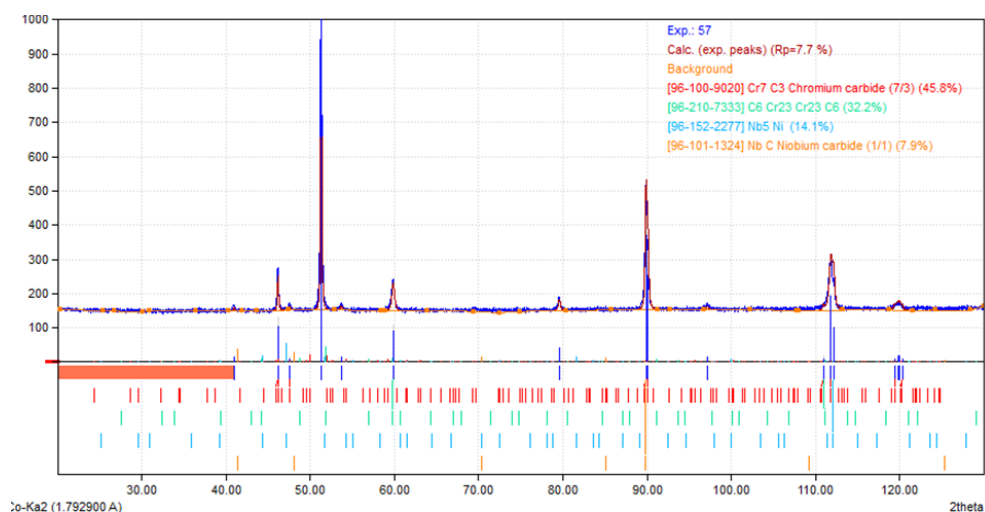


Figura 67 Espectro de difracción de rayos X de la aleación B envejecida a 750°C durante 1024h.

En las muestras con envejecimiento de la aleación B también se buscó el siliciuro de niobio, encontrando únicamente el intermetálico, con estequiometría Nb_5Ni , con las mismas características que el encontrado en la aleación A: estructura cristalina cúbica y parámetro de red de 1.16.

En cuanto al carburo de cromo del tipo Cr_{23}C_6 , también se pudo determinar que presenta un parámetro de red de 1.06 nm con una estructura cristalina cúbica.

4.2.5 Discusión de resultados aleación B

En base a los resultados anteriores, los principales cambios a analizar en la aleación B se presentan en: a) Evolución microestructural de la aleación B durante el envejecimiento, b) Efecto del envejecimiento sobre las propiedades mecánicas de la aleación. A continuación, se detalla el análisis.

4.2.5.1 Evolución microestructural de la aleación B durante el envejecimiento

La aleación B en su condición de colada cuenta con una matriz de austenita primaria con carburos eutécticos interdendríticos, los cuales son de 2 tipos: carburos de niobio (los más claros) del tipo NbC y carburos de cromo (los más oscuros) del tipo M_7C_3 .

Durante el envejecimiento los carburos primarios de niobio NbC se vuelven inestables y facilita la transformación en la Fase G, como se puede notar en las imágenes de las Figuras 48 a 51, al compararlas con las imágenes de las Figuras 46 y 47 (en su condición de colada), donde se observa el crecimiento de una fase gris intermedia alrededor del carburo de niobio (el cual aparece con una coloración más clara) conforme aumenta el tiempo de envejecimiento. Esto se confirma con los análisis puntuales de la Figura 58, donde el centro del carburo

mantiene una composición rica en niobio y carbono y conforme aumenta el envejecimiento, prácticamente todo el carburo cambia de color y aparece níquel y silicio, mientras que el carbono difunde hacia la matriz, propiciando la formación de los carburos secundarios $M_{23}C_6$ [13]. Al hacer un comparativo de las Figuras 57 y 59 el contenido de silicio y níquel, que aparecen en solución en la matriz en su condición de colada, incrementa en los límites del carburo, aproximadamente de 1 μm a aproximadamente 2 μm , conforme aumenta el tiempo de envejecimiento y esto coincide con lo encontrado en la literatura, en donde la fase G es rica en silicio y níquel [6, 13, 14, 15, 16, 17, 18].

Los espectros obtenidos a 950°C (Figura 60), aparecen muy similares a los obtenidos a 750°C, la muestra envejecida a 512h muestran al niobio como elemento principal, mientras que la envejecida a 1024h aparecen algunos otros elementos como silicio y níquel en el centro del carburo. Pero al correr los análisis lineales de ambas muestras (Figura 61), la presencia de silicio tanto dentro del carburo como en las periferias disminuye conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, se podría inferir que, al incrementar la temperatura, el silicio difunde más rápido que el níquel, por lo cual no se alcanza a detectar en las periferias del carburo de niobio; mientras que el níquel y cromo si permanecen en las periferias e incluso se incrementa en la matriz con mayor tiempo de envejecimiento. Por lo que se puede considerar que la tonalidad gris que rodea el carburo de niobio a 750°C (más clara) es el siliciuro de niobio del tipo Nb_3Ni_2Si , mientras que lo que rodea el carburo de niobio a 950°C a 1024 h (Figura 61b) es otra fase compuesta principalmente por níquel y cromo, mientras que el silicio se encuentra en solución en la matriz.

Las imágenes presentadas son las más claras obtenidas durante el estudio, pero se analizaron un mayor número de carburos ya que durante estudios anteriores [22] y aun con el incremento de temperatura, generalmente se presenta la formación del siliciuro de niobio en los alrededores del carburo de niobio. De hecho, al observar la imagen de la Figura 53 (muestra envejecida a 950°C por 512h), aun en los carburos más grandes se puede observar la

presencia de la fase G, mientras que en la Figura 55 (muestra envejecida a 950°C por 1024h), todos los carburos de niobio presentan una sola tonalidad.

En cuanto a la precipitación de carburos $M_{23}C_6$, estos aparecen de manera uniforme en las muestras conforme aumenta el tiempo de envejecimiento en ambas temperaturas, sin embargo, a 950°C se perciben áreas sin concentración de estos, sobre todo en zonas cercanas a los carburos de niobio.

En la Figura 68 se resumen los espectros de difracción de las muestras analizadas para la aleación B: en su condición de colada, así como envejecida durante 512 y 1024 h a 750°C. Con lo cual se confirma la presencia de las fases M_7C_3 y NbC en su condición de colada, así como la presencia de la Fase $M_{23}C_6$ conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, sin embargo, al igual que en la aleación A, para la transformación del siliciuro de niobio o fase G, no fue posible identificarla con la estequiometría Nb_3Ni_2Si , la fase encontrada con estequiometría Nb_5Ni presenta un parámetro de red de 1.16 nm, lo cual es similar a lo encontrado en la literatura [6, 13, 14, 15, 16, 17, 18] con respecto al siliciuro o fase G.

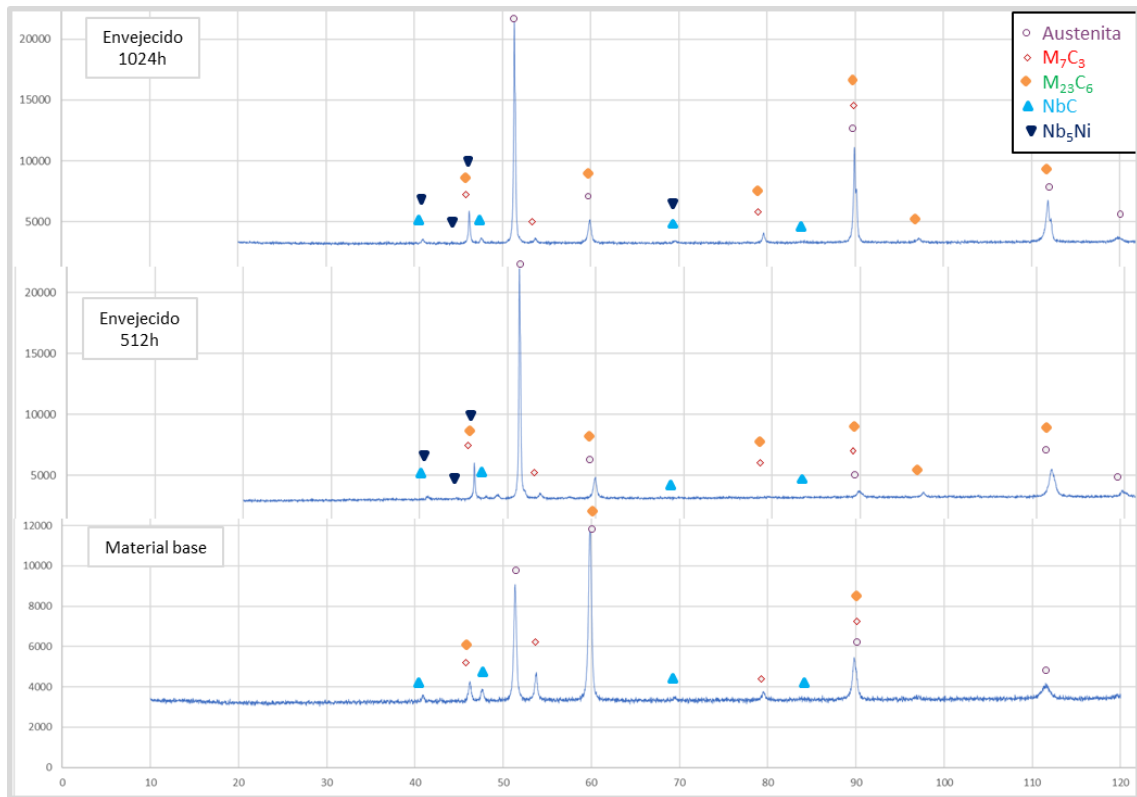


Figura 68 Difractogramas de la aleación B en su condición de colada y envejecida a 750°C durante 512 y 1024h.

4.2.5.2 Efecto del envejecimiento sobre las propiedades mecánicas de la aleación B

Los efectos del envejecimiento sobre la resistencia a la compresión y dureza de la aleación B, se observan en la gráfica de la Figura 69. A 750°C (Figura 69a), se observa que en las primeras horas de envejecimiento se presenta un endurecimiento de la aleación, lo cual disminuye su resistencia a la compresión, mientras que la muestra a 512h muestra una degradación en su resistencia a la compresión, lo cual no coincide con los resultados de dureza, ya que ésta empieza a estabilizarse. Por lo que se considera que se requieren más

datos para determinar si después de 1024h de envejecimiento las propiedades mecánicas de la aleación empiezan a estabilizarse.

Mientras a que a 950°C (Figura 69b), se observa un incremento en la dureza y una disminución de la resistencia a la compresión en las primeras horas de tratamiento, para después empezar a estabilizarse, aunque no se observa ésta.

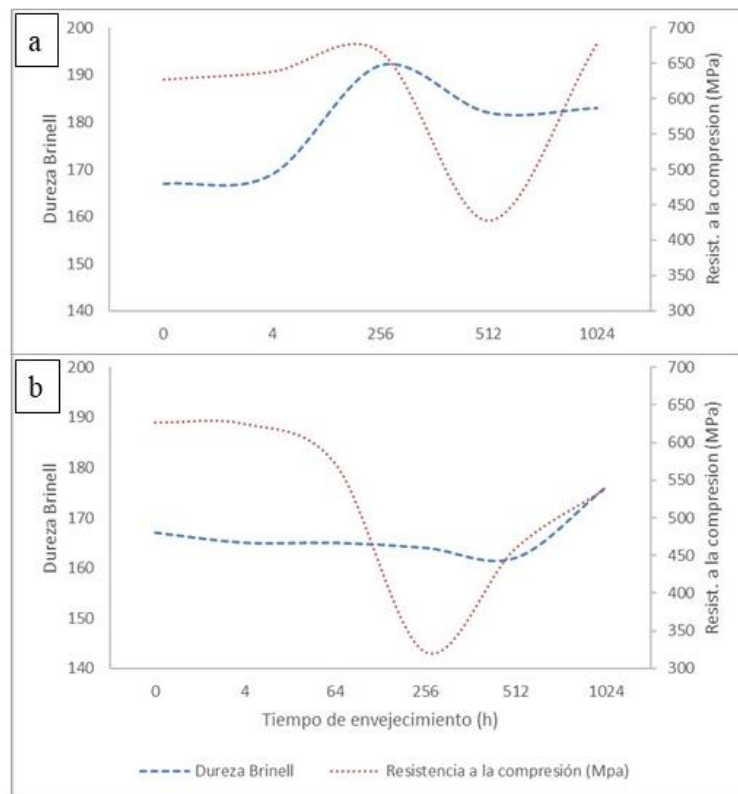


Figura 69 Resumen de propiedades mecánicas de la aleación B en su condición de colada, así como envejecida a 750 y 950°C

4.3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE ALEACIÓN C

4.3.1 Evolucion microestructural

En las Figuras 70 y 71 se muestra la microestructura de la aleación C en su condición de colada, las cuales se obtuvieron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) con detector de electrones retrodispersados (BE). Al igual que las aleaciones A y B, ésta cuenta con una matriz de austenita primaria con carburos eutécticos interdendríticos, los cuales son de 2 tipos: Carburos de niobio (los más claros) del tipo NbC y carburos de cromo (los más oscuros) del tipo M_7C_3 .

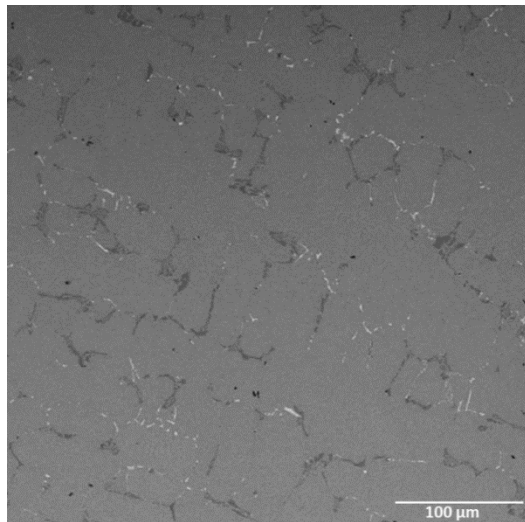


Figura 70 Microestructura de la aleación C en su condición de colada, 500X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).

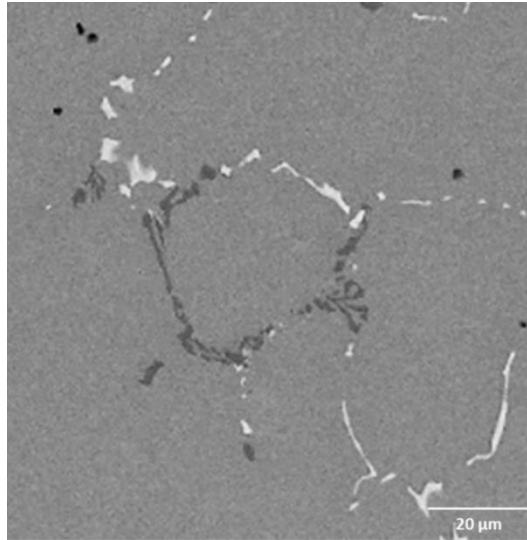


Figura 71 Microestructura de la aleación C en su condición de colada, 1000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).

A continuación, se muestran micrografías tomadas con SEM mediante electrones retrodispersados de la aleación C envejecidas a 750°C durante el periodo de tiempo de 512 h (Figuras 72 y 73) y 1024 h (Figuras 74 y 75).

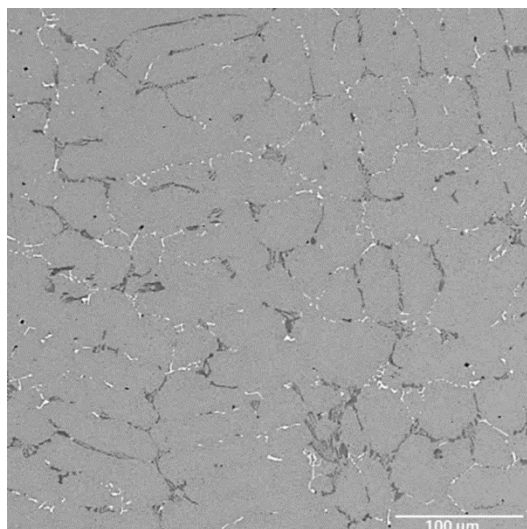


Figura 72 Microestructura de la aleación C, envejecida a 750°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

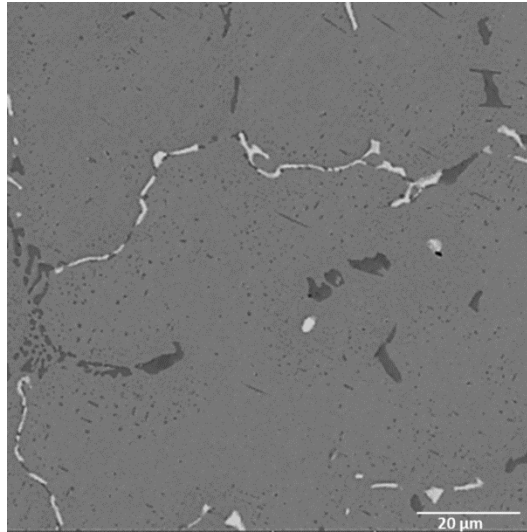


Figura 73 Microestructura de la aleación C, envejecida a 750°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

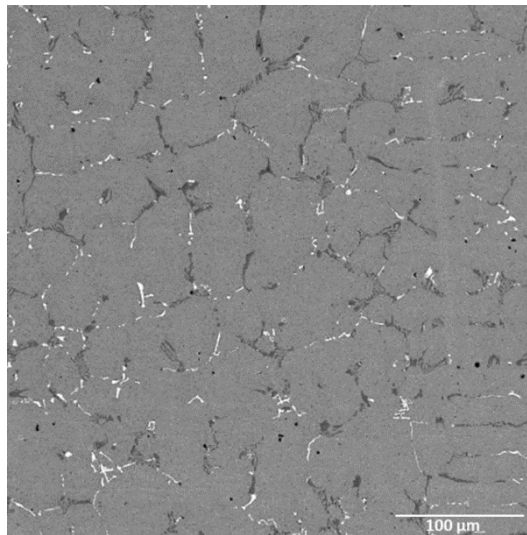


Figura 74 Microestructura de la aleación C, envejecida a 750°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

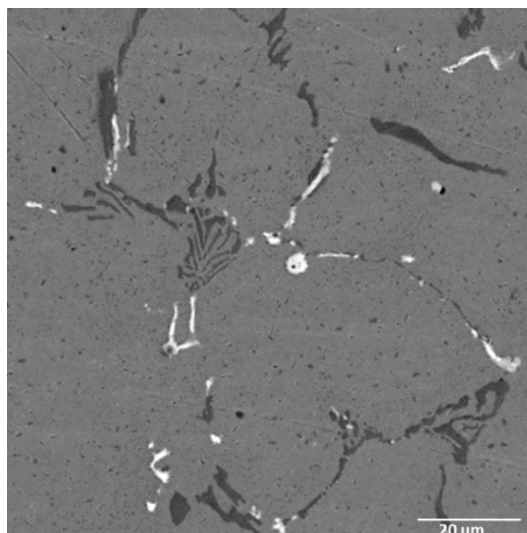


Figura 75 Microestructura de la aleación C, envejecida a 750°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

A continuación, se muestran micrografías tomadas con SEM mediante electrones retrodispersados de la aleación C envejecidas a 950°C durante el periodo de tiempo de 512 h (Figura 76 y 77) y 1024 h (Figura 78 y 79).

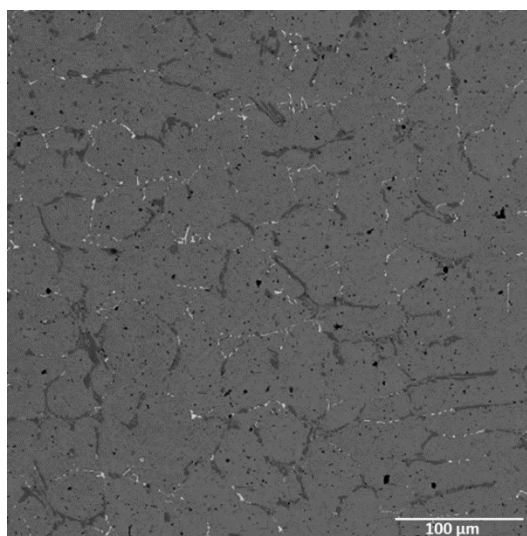


Figura 76 Microestructura de la aleación C, envejecida a 950°C durante 524 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

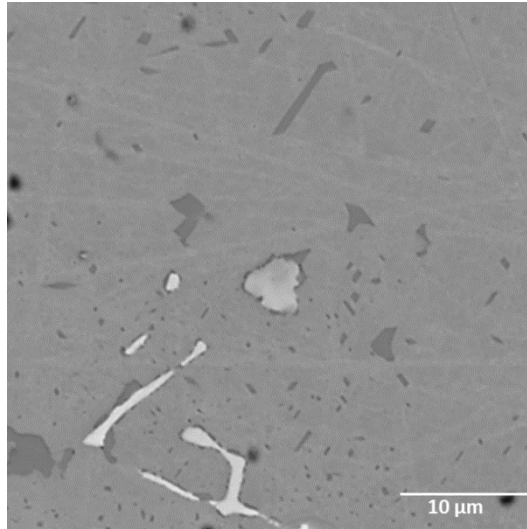


Figura 77 Microestructura de la aleación C, envejecida a 950°C durante 524 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

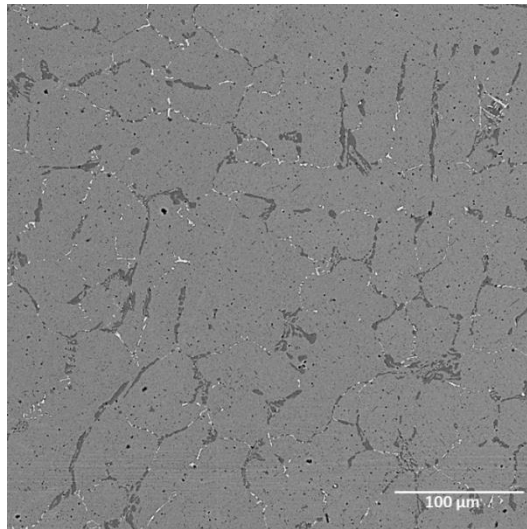


Figura 78 Microestructura de la aleación C, envejecida a 950°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

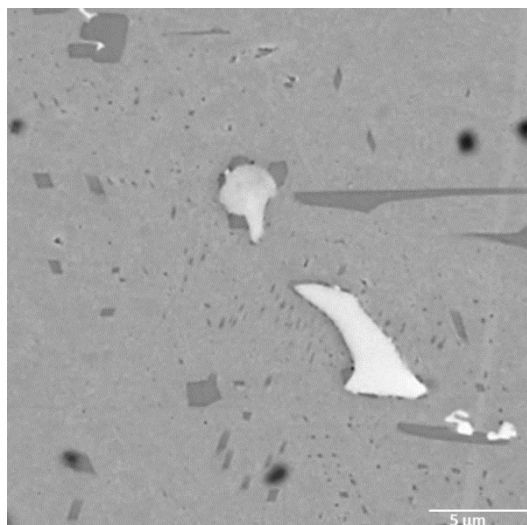


Figura 79 Microestructura de la aleación C, envejecida a 950°C durante 1024 h, 7500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

Conforme aumenta el tiempo de envejecimiento se observa la presencia de precipitación de carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$ en la matriz. También, hay un cambio en la morfología de los carburos de cromo y niobio, volviéndose más redondeados.

4.3.2 Espectroscopía de rayos X

Se llevó a cabo un análisis químico elemental de los carburos primarios de niobio (claros) con formas globulares de la aleación C en su condición de colada, así como envejecida a 750 y 950°C por periodos de tiempo de 512 y 1024 h para ambas temperaturas.

En la Figura 80 se muestra el espectro obtenido de un carburo de niobio de la aleación C en su condición de colada. Mientras que en la Figura 81a se muestra la gráfica obtenida del análisis lineal mediante EDX, con referencia a la imagen Figura 81b.

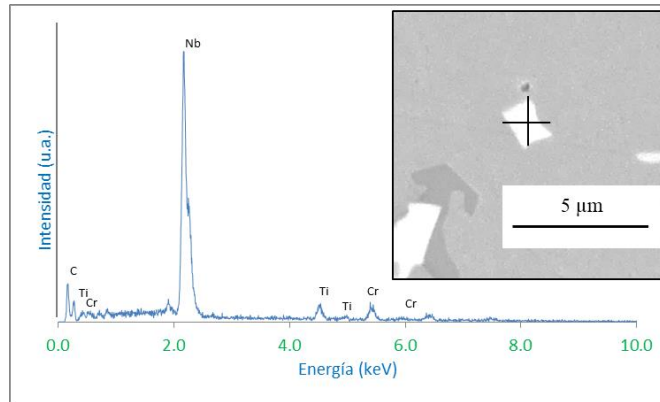


Figura 80 Análisis EDX puntual de carburo primario de niobio para la aleación C en su condición de colada.

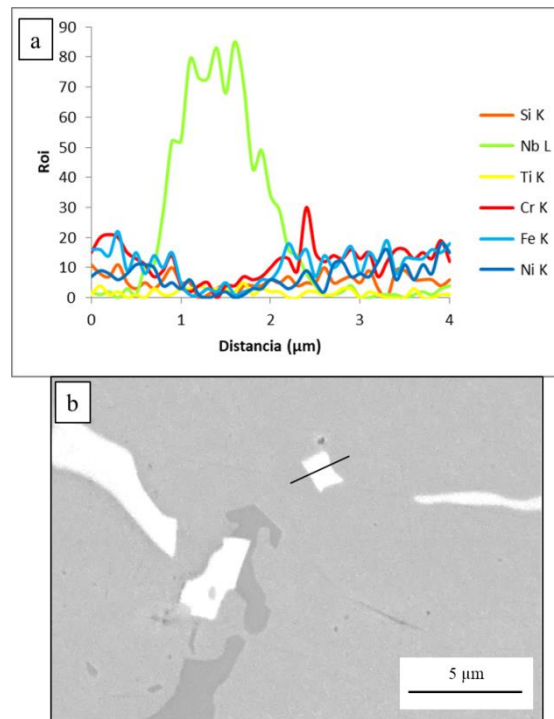


Figura 81 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de niobio en la aleación C en su condición de colada mostrado en la imagen (b).

A continuación, se muestran los espectros de los análisis puntuales de carburos de niobio en la aleación C, envejecidos a 750°C durante 512 (Figura 82a) y 1024 horas (Figura 82b).

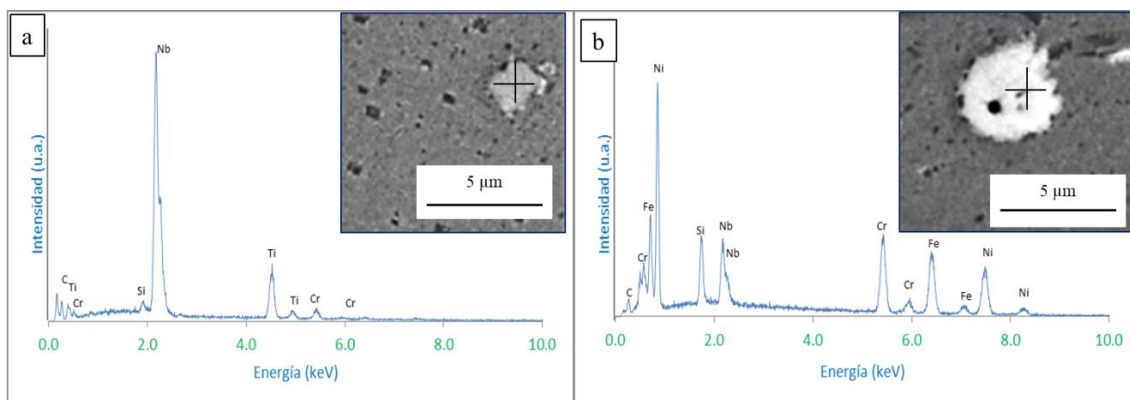


Figura 82 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio de la aleación C envejecida a 750°C durante (a) 512h y (b) 1024h.

Las gráficas de las Figura 83a y c muestran los resultados de los EDX lineales de carburos de niobio en la aleación C envejecidas a 750°C durante 512 (b) y 1024 h (d).

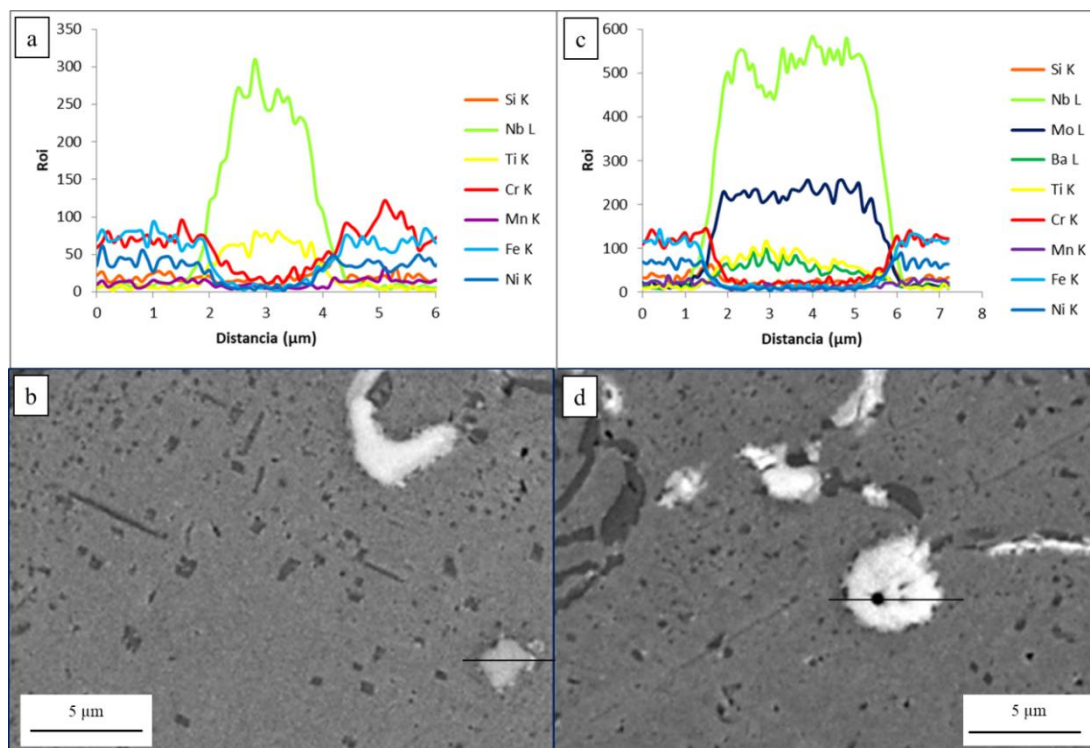


Figura 83 Gráficos e imágenes de EDX lineales de los carburos de niobio en la aleación C envejecida a 750°C durante (a)(b) 512 y (c)(d) 1024h.

La Figura 84 muestra los espectros de los carburos de niobio de la aleación C envejecida a 950°C durante (a) 512 y (b) 1024 h.

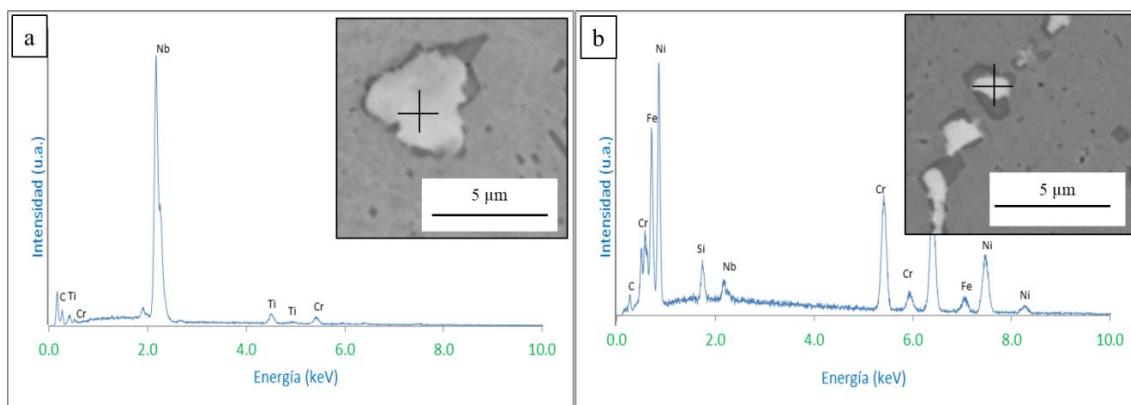


Figura 84 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio para la aleación C envejecida a 950°C durante (a) 512 y (b) 124h.

Las gráficas de las Figura 85a y c muestran los resultados de los EDX lineales de carburos de niobio en la aleación C envejecidas a 950°C durante 512 (b) y 1024 h (d).

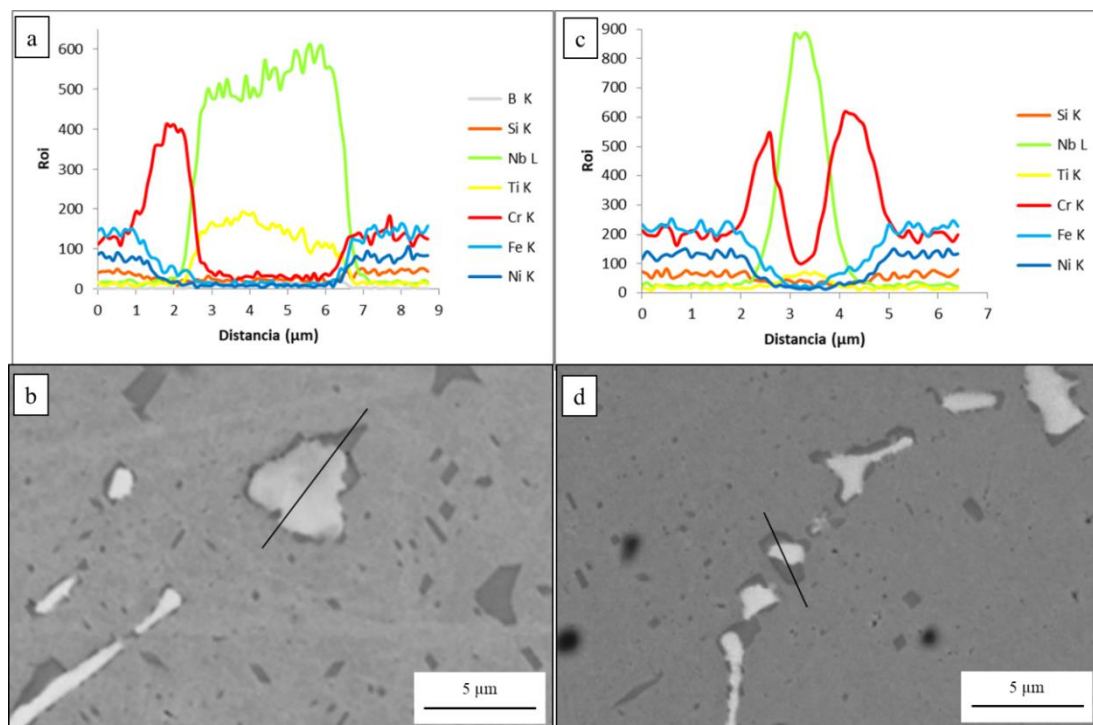


Figura 85 Gráficos e imágenes de EDX lineales de carburo de niobio en la aleación C envejecida a 950°C durante (a)(b) 524 y (c)(d) 1024h.

4.3.3 Propiedades mecánicas

Para la aleación C, solo se obtuvieron mediciones de dureza debido a la poca disponibilidad de material para pruebas de tensión/compresión. A continuación, se presenta el resumen de dureza en la TABLA IX de la aleación C en su condición de colada, así como envejecida a 750 y 950°C.

TABLA IX Resumen de propiedades mecánicas de aleación C.

Tiempo envejecimiento (h)		Dureza (Brinell)
Colada		167
750°C	4	206
	64	191
	256	190
	512	186
	1024	210
950°C	4	203
	64	182
	256	191
	512	191
	1024	179

4.3.3.1 Dureza

En la gráfica de la Figura 86 se presentan los resultados de las tomas de dureza Brinell para la aleación C. Se observa como al inicio del tratamiento térmico hay un ligero incremento que tiende a disminuir para estabilizarse, conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, aunque esta estabilización no se mantiene a 750°C ya que al final se observa nuevamente un incremento.

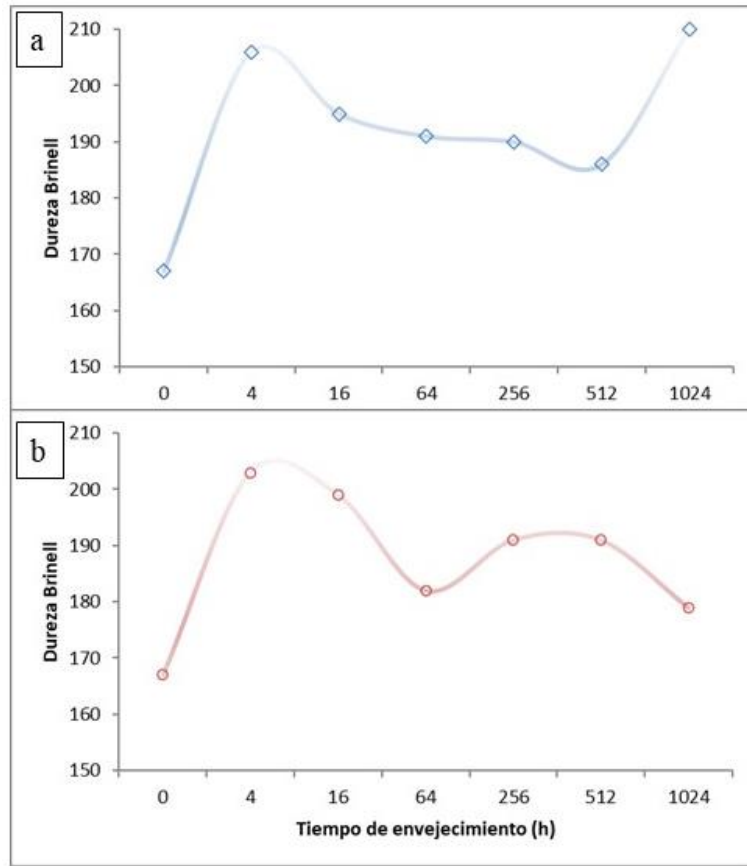


Figura 86 Gráfico de Dureza Brinell de la aleación C en su condición de colada, así como envejecida a a) 750 y b) 950°C.

4.3.4 Discusión de resultados de la aleación C

De los resultados anteriores, se puede inferir que los principales cambios a analizar en la aleación C se presentan en: a) Evolución microestructural de la aleación C durante el envejecimiento, b) Efecto del envejecimiento sobre las propiedades mecánicas de la aleación. A continuación, se detalla el análisis:

4.3.4.1 Evolución microestructural de la aleación C durante el envejecimiento

La aleación C, en su condición de colada, cuenta con una matriz de austenita primaria con carburos eutécticos interdendríticos, los cuales son de 2 tipos: Carburos de niobio (los más claros) del tipo NbC y carburos de cromo (los más oscuros) del tipo M_7C_3 .

Al igual que las aleaciones A y B, durante el envejecimiento los carburos primarios de niobio NbC se vuelven inestables y facilita la transformación en la Fase G, como se puede notar en las imágenes de las Figuras 73, 75, 77 y 79 al compararlas con las imágenes de las Figuras 70 y 71 (en su condición de colada), sin embargo, esta aleación presenta algo de contenido de titanio, como se puede observar en los análisis puntuales de las Figuras 82 y 84, , así como en los lineales de las Figuras 83 y 85. Este contenido de titanio no está reportado en la TABLA V, ya que no aparece en la hoja técnica del fabricante.

Al analizar los lineales de la muestra C envejecidas a 750 y 950°C (Figuras 83 y 85), se puede observar que el titanio se mantiene en el centro del carburo de niobio y la presencia de silicio en los límites del carburo es muy baja. Incluso la tonalidad gris intermedia no aparece tan clara en las Figuras 73, 75, 77 y 79, al compararlas con las imágenes de las Figuras 70 y 71.

En cuanto a la precipitación de carburos $M_{23}C_6$, estos aparecen de manera uniforme en las muestras conforme aumenta el tiempo de envejecimiento en ambas temperaturas, sin embargo, a 950°C se perciben áreas sin concentración de estos, sobre todo en zonas cercanas a los carburos de niobio.

4.3.4.2 Efecto del envejecimiento sobre las propiedades mecánicas de la aleación C

Al analizar la gráfica de dureza Brinell de la Figura 86, se observa un incremento en la dureza cuando inicia el tratamiento térmico de envejecimiento a 750°C (Figura 86a) y éste se ve que desciende conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, sin embargo, con los datos presentados, no se alcanza a ver una estabilización en el incremento de la dureza, ya que, a 1024 h, la dureza aumenta con respecto a 512 h.

Analizando la Figura 86b, a 950°C si se observa que la dureza se mantiene una reducción estable después de las 64h y conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, logrando que a 1024h la dureza esté muy cerca de la condición de colada del material debido al ablandamiento que sufre el material conforme aumenta su tiempo de envejecimiento.

4.4 Aleación D

4.4.1 Evolución microestructural

En las Figuras 87 y 88 se muestra la microestructura de la aleación D en su condición de colada, las cuales se obtuvieron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) con detector de electrones retrodispersados (BE). Al igual que las aleaciones A, B y C, ésta cuenta con una matriz de austenita primaria con carburos eutécticos interdendríticos, los cuales son de 2 tipos: Carburos de niobio (los más claros) del tipo NbC y carburos de cromo (los más oscuros) del tipo M_7C_3 .

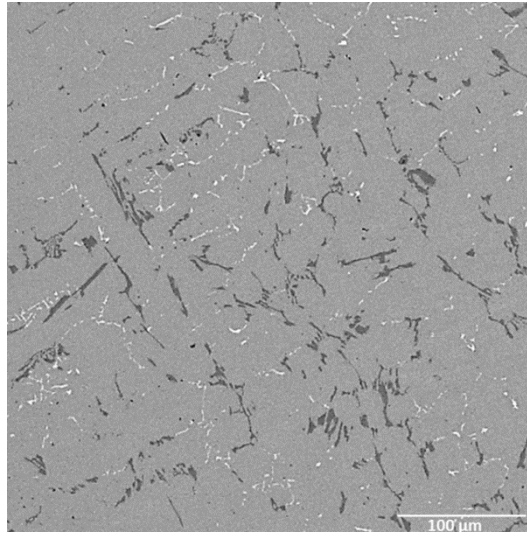


Figura 87 Microestructura de la aleación D en su condición de colada, 500X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).

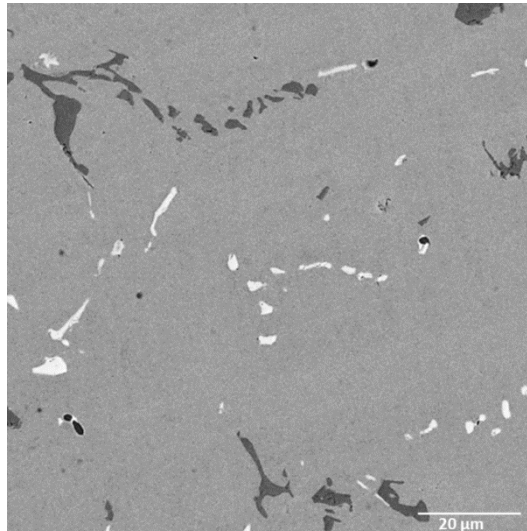


Figura 88 Microestructura de la aleación D en su condición de colada, 2000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).

A continuación, se muestran micrografías tomadas con SEM mediante electrones retrodispersados de la aleación D envejecidas a 750°C durante el periodo de tiempo de 512 h (Figuras 89 y 90) y 1024 h (Figuras 91 y 92).

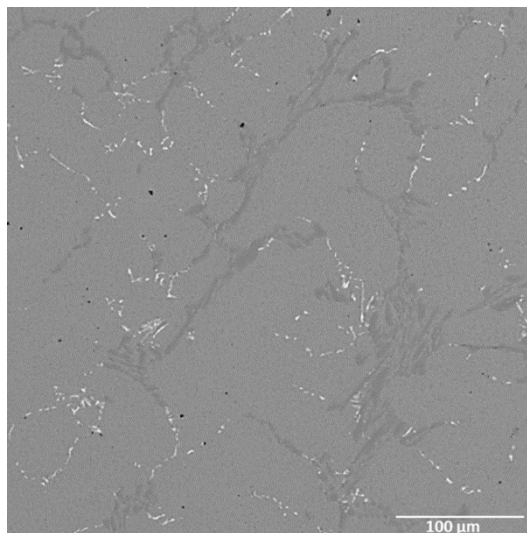


Figura 89 Microestructura de la aleación D, envejecida a 750°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

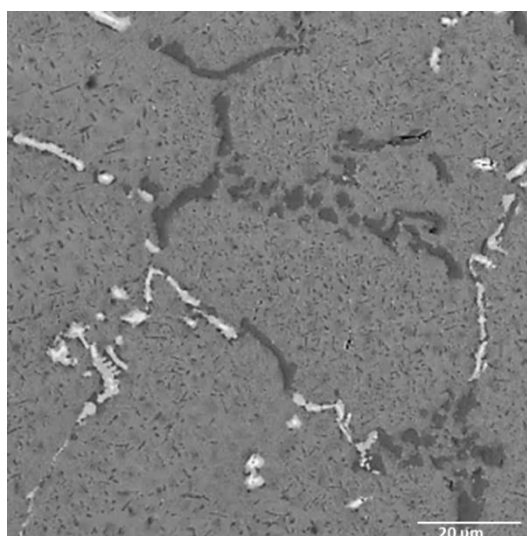


Figura 90 Microestructura de la aleación D, envejecida a 750°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

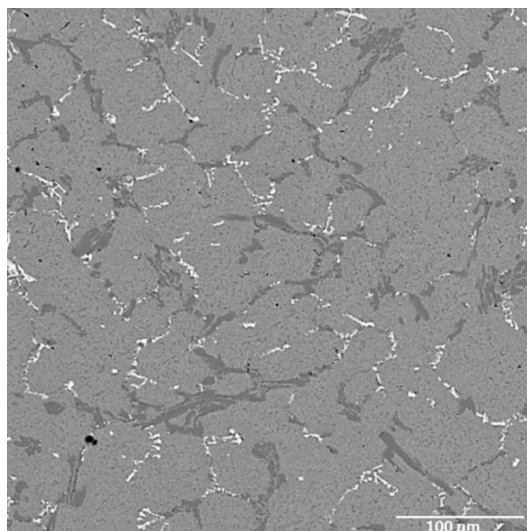


Figura 91 Microestructura de la aleación D, envejecida a 750°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

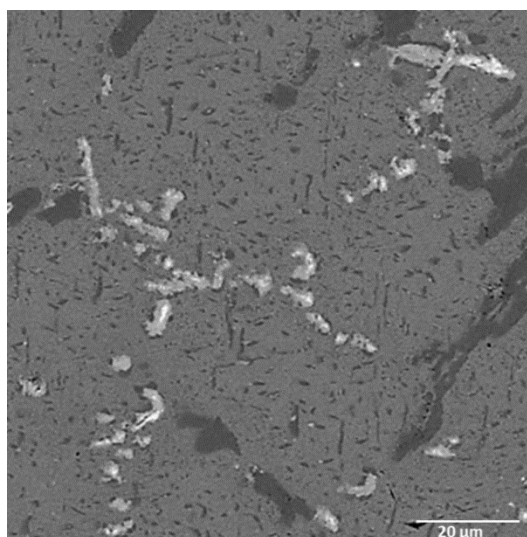


Figura 92 Microestructura de la aleación D, envejecida a 750°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

A continuación, se muestran micrografías tomadas con SEM mediante electrones retrodispersados de la aleación D envejecidas a 950°C durante el periodo de tiempo de 512 h (Figuras 93 y 94) y 1024 h (Figuras 95 y 96).

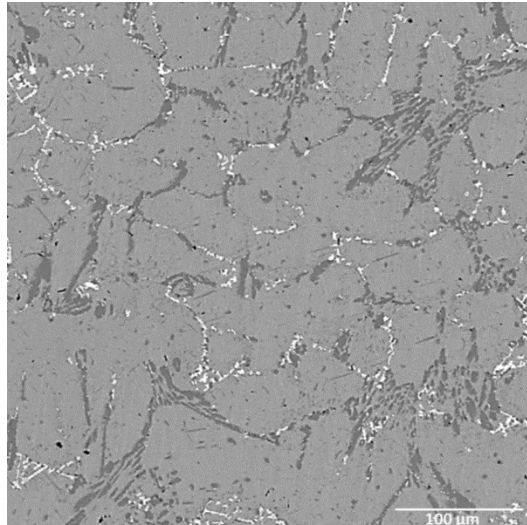


Figura 93 Microestructura de la aleación D, envejecida a 950°C durante 524 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

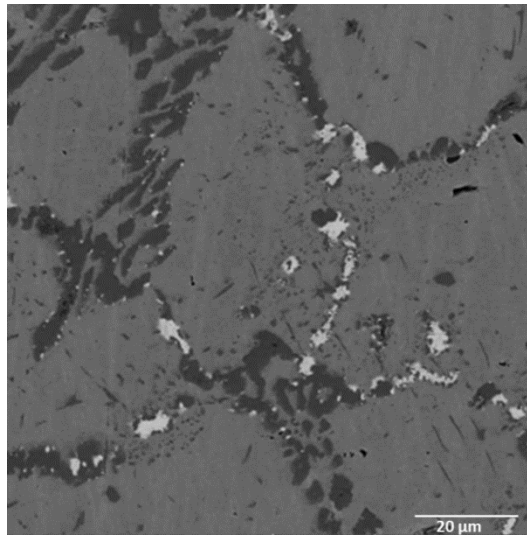


Figura 94 Microestructura de la aleación D, envejecida a 950°C durante 524 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

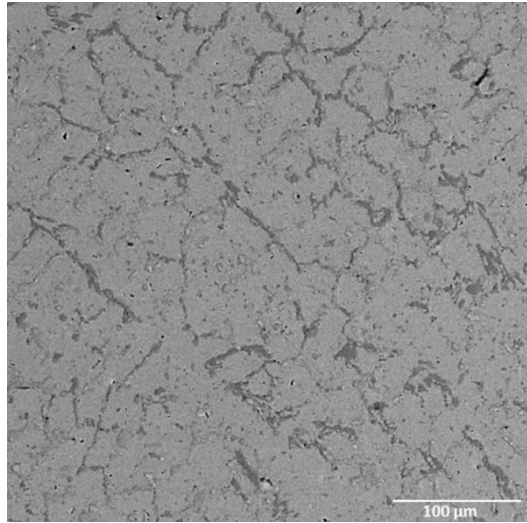


Figura 95 Microestructura de la aleación D, envejecida a 950°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

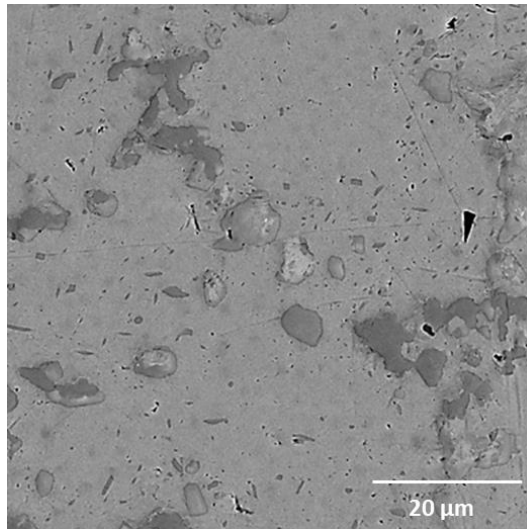


Figura 96 Microestructura de la aleación D, envejecida a 950°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

Conforme aumenta el tiempo de envejecimiento se observa la presencia de precipitación de carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$ en la matriz. También, hay un cambio en la morfología de los carburos de cromo y niobio, volviéndose más redondeados.

4.4.2 Espectroscopía de rayos X

A continuación, se presentan los resultados del análisis químico elemental de los carburos de niobio (claros) de la aleación D en su condición de colada, así como envejecida a 750 y 950°C por periodos de tiempo de 512 y 1024 h para ambas temperaturas.

La Figura 97 muestra el análisis puntual de un carburo de niobio y en la Figura 98a se muestra la gráfica obtenida del análisis lineal mediante EDX, con referencia a la imagen de la Figura 98b.

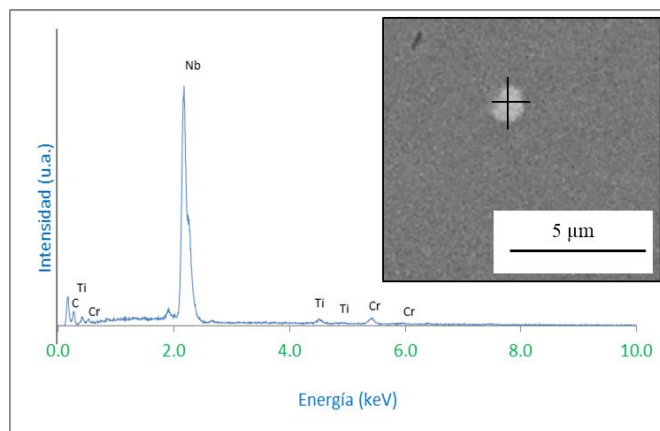


Figura 97 Análisis EDX puntual de carburo primario de niobio para la aleación D en su condición de colada.

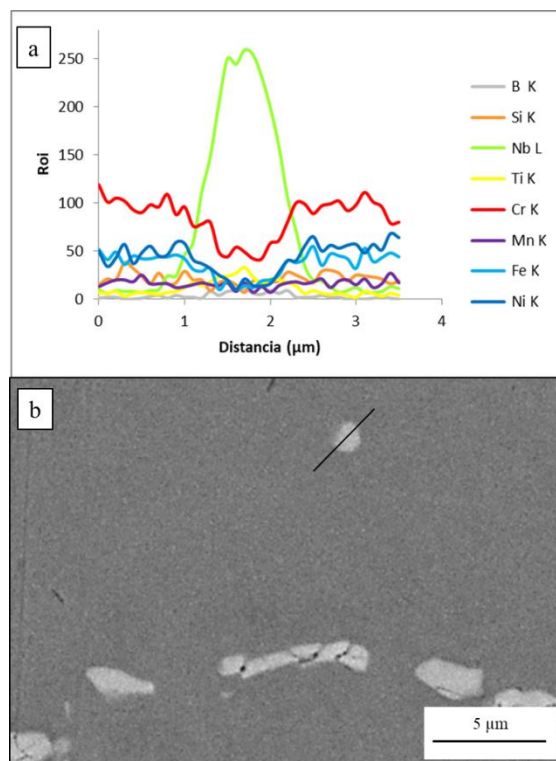


Figura 98 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de niobio en la aleación D en su condición de colada mostrado en la imagen (b).

Las siguientes imágenes muestran los espectros de los análisis puntuales de carburos de niobio presentes en la aleación D, envejecidos a 750°C durante 512 (Figura 99a) y 1024 h (Figura 99b).

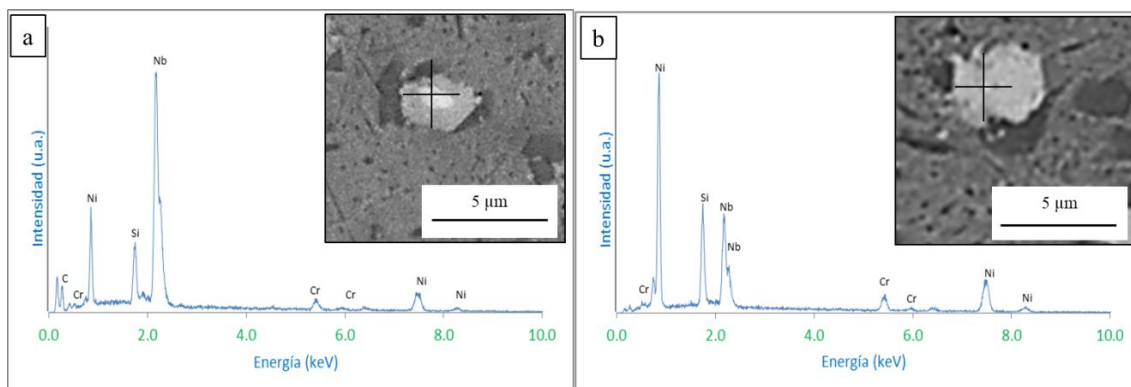


Figura 99 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio de la aleación D envejecida a 750°C durante (a) 512h y (b) 1024h.

Las gráficas de las Figura 100a y c muestran los resultados de los EDX lineales de carburos de niobio en la aleación D envejecidas a 750°C durante 512 (b) y 1024 h (d).

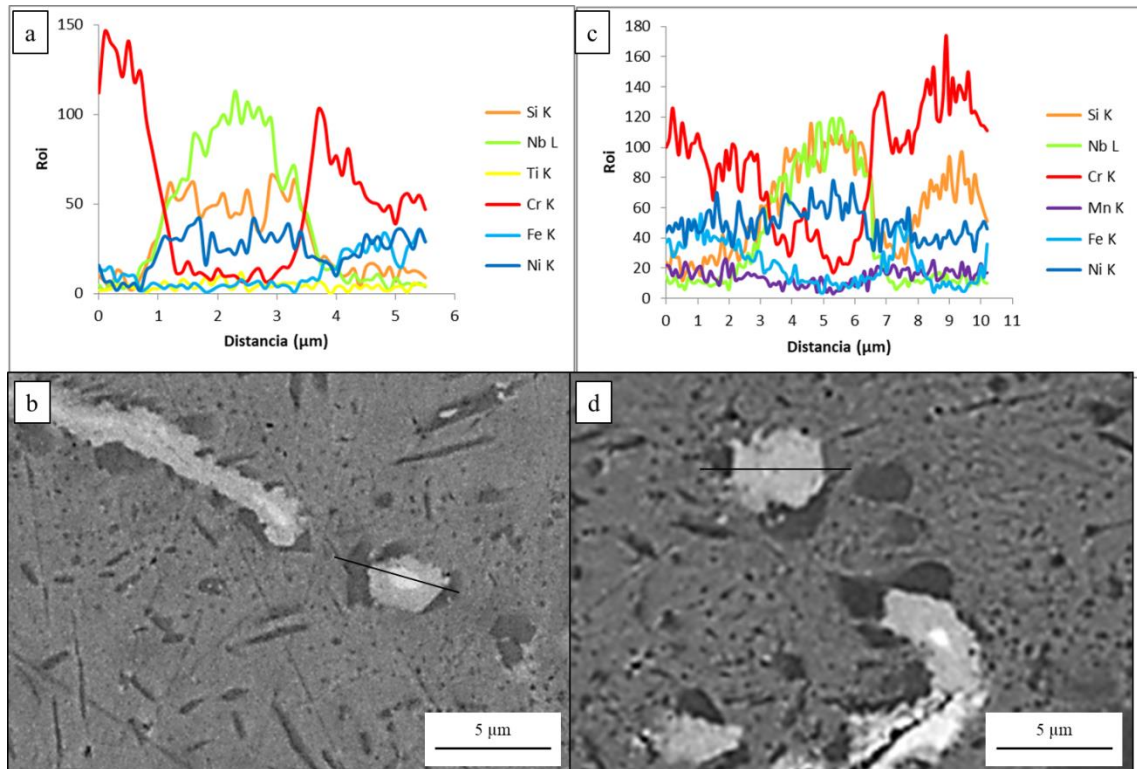


Figura 100 Gráficos e imágenes de EDX lineales de los carburos de niobio en la aleación D envejecida a 750°C durante (a)(b) 512 y (c)(d) 1024h.

La Figura 101 muestra los espectros de los carburos de niobio de la aleación D envejecida a 950°C durante (a) 512 y (b) 1024 h.

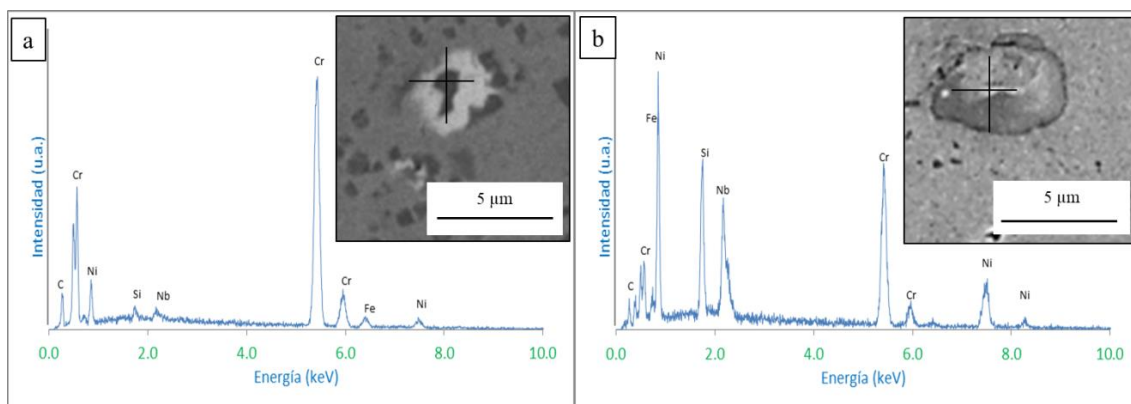


Figura 101 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio para la aleación D envejecida a 950°C durante (a) 512 y (b) 1024h.

Las gráficas de las Figura 102a y c muestran los resultados de los EDX lineales de carburos de niobio en la aleación D envejecidas a 950°C durante 512 (b) y 1024 h (d).

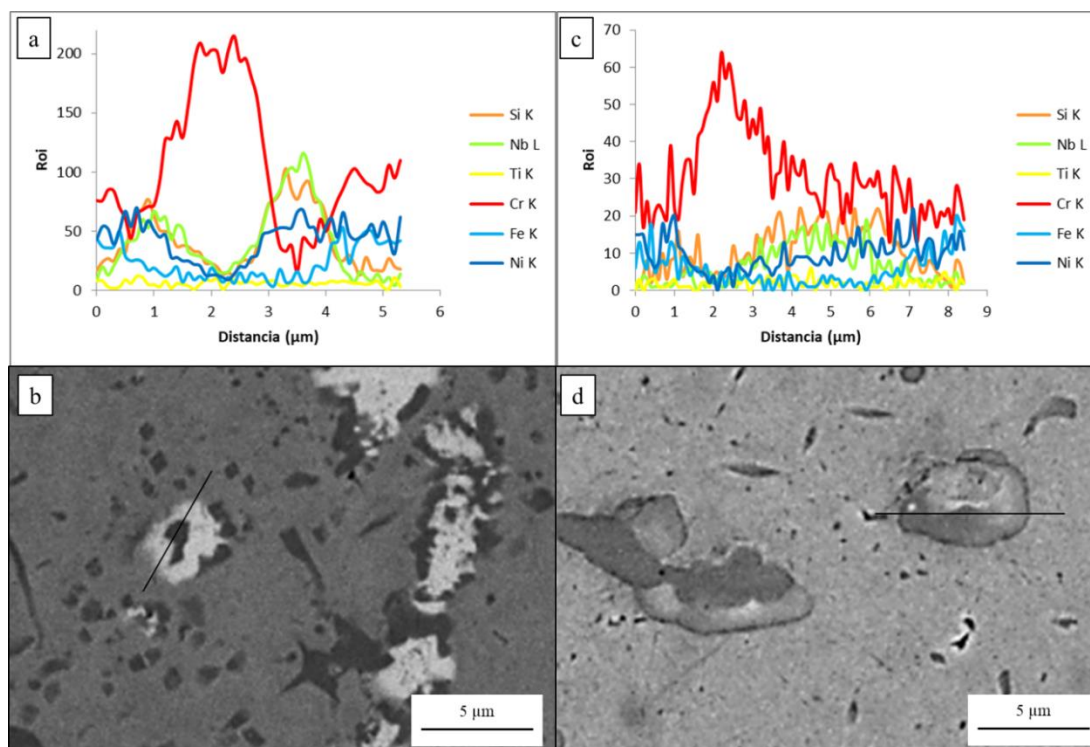


Figura 102 Gráficos e imágenes de EDX lineales de carburo de niobio en la aleación D envejecida a 950°C durante (a)(b) 524 y (c)(d) 1024h.

4.4.3 Propiedades mecánicas

Solo se obtuvieron mediciones de dureza para la aleación D, debido a la poca disponibilidad de material para pruebas de tensión/compresión. A continuación, se presenta el resumen de dureza en la TABLA X de la aleación D en su condición de colada, así como envejecida a 750 y 950°C.

TABLA X Resumen de propiedades mecánicas de aleación D.

Tiempo envejecimiento (h)		Dureza (Brinell)
Colada		179
750°C	4	180
	64	208
	256	243
	512	246
	1024	249
950°C	4	200
	64	209
	256	200
	512	218
	1024	213

4.4.3.1 Dureza

En la gráfica de la Figura 103 se presentan los resultados de las tomas de dureza Brinell para la aleación D. Se observa como al inicio del tratamiento térmico hay un ligero incremento que tiende a disminuir para estabilizarse, conforme aumenta el tiempo de envejecimiento.

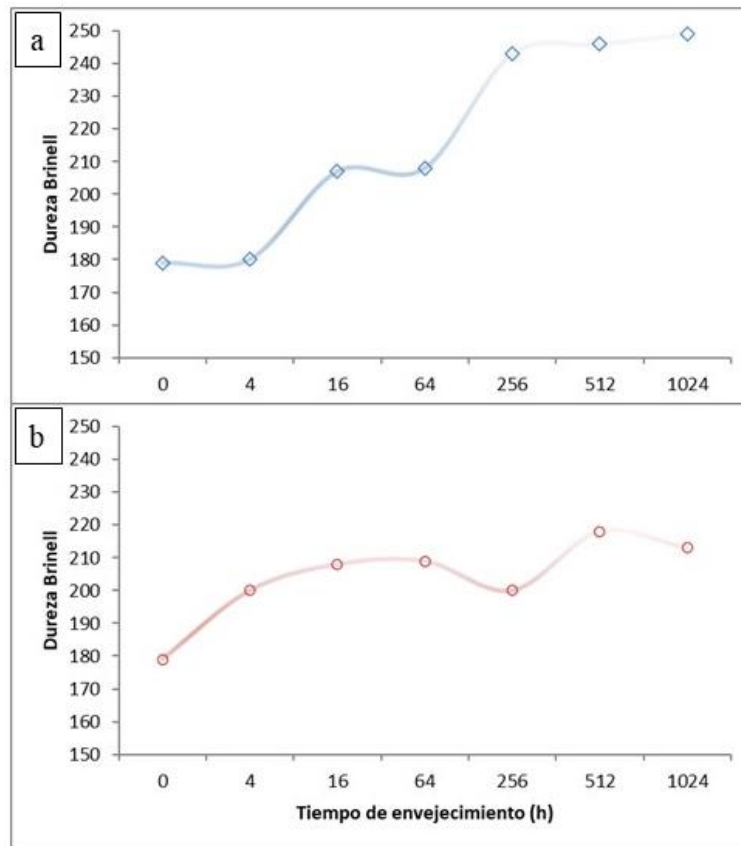


Figura 103 Gráfico de Dureza Brinell de la aleación D en su condición de colada, así como envejecida a 750 y 950°C.

4.4.4 Discusión de resultados de la aleación D

De los resultados anteriores, se puede inferir que los principales cambios a analizar en la aleación D se presentan en: a) Evolución microestructural de la aleación D durante el envejecimiento, b) Efecto del envejecimiento sobre las propiedades mecánicas de la aleación. A continuación, se detalla el análisis:

4.4.4.1 Evolución microestructural de la aleación D durante el envejecimiento

La aleación D en su condición de colada cuenta con una matriz de austenita primaria con carburos eutécticos interdendríticos, los cuales son de 2 tipos: Carburos de niobio (los más claros) del tipo NbC y carburos de cromo (los más oscuros) del tipo M_7C_3 .

Al igual que las aleaciones anteriores, durante el envejecimiento los carburos primarios de niobio NbC se vuelven inestables y facilita la transformación en la Fase G, como se puede notar en las imágenes de las Figuras 90 y 92, envejecidas a 750°C, al compararlas con las imágenes de las Figuras 87 y 88 (en su condición de colada), los cambios de tonalidad alrededor de los carburos de niobio son muy claros y los lineales de la Figura 100, así lo confirman. Si se compara el lineal de la Figura 100, el silicio aparece disuelto en la matriz y conforme aumenta el tiempo de envejecimiento el silicio y el níquel aparecen en los límites del carburo, incrementando el silicio de 1 a 5 μm (Figura 100a y b).

Al analizar las muestras envejecidas a 950°C (Figuras 94 y 96) se puede observar como si los carburos de niobio fueran desapareciendo. A 512 (Figuras 93 y 94), aun se pueden encontrar algunos carburos de niobio como el presentado en la gráfica de la Figura 102a y b, sin embargo, al analizar el centro de este aparece con una tonalidad oscura tanto como los carburos de cromo y en el puntual de la Figura 101a, presenta cromo en el centro y la transformación del siliciuro en los límites del carburo debido a la presencia de silicio, níquel y niobio (Figura 102a). Mientras que a 1024h (Figuras 95 y 96) es prácticamente imposible encontrar carburos de niobio. El carburo analizado en el puntual de la Figura 101b, presenta niobio en el centro de tonalidad más clara, sin embargo, el

cromo está presente en casi todo el carburo (Figura 102b), así como silicio y níquel en los límites del carburo.

La aleación D, es la de menor contenido de niobio (TABLA V), de las analizadas en esta investigación y su contenido de cromo también es alto, por lo que puede ser la causa de la transformación más rápida conforme aumenta el tiempo de envejecimiento de la aleación.

En cuanto a la precipitación de carburos $M_{23}C_6$, estos aparecen de manera uniforme en las muestras conforme aumenta el tiempo de envejecimiento en ambas temperaturas, sin embargo, a 950°C se perciben áreas sin concentración de estos, sobre todo en zonas cercanas a los carburos de niobio.

4.4.4.2 Efecto del envejecimiento sobre las propiedades mecánicas de la aleación D

Al analizar la gráfica de dureza Brinell de la Figura 103, se observa un incremento en la dureza cuando inicia el tratamiento térmico de envejecimiento a 750°C (Figura 103a) y éste mantiene su incremento constante el tiempo aun al mayor tiempo de envejecimiento, sin alcanzar a percibir una estabilización o reducción de la dureza a 750°C.

Analizando la Figura 103b, a 950°C si se observa que la dureza se mantiene más estable conforme aumenta el tiempo de envejecimiento y su incremento no es tan elevado como a 750°C, e incluso a 1024h pudiera observarse que empieza a decrecer con respecto al inicio del envejecimiento.

4.5 Resultados y discusión de la aleación E

4.5.1 Evolución microestructural

En las Figuras 104 y 105 se muestra la microestructura de la aleación E en su condición de colada, las cuales se obtuvieron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) con detector de electrones retrodispersados (BE). Al igual que las aleaciones anteriores, ésta cuenta con una matriz de austenita primaria con carburos eutécticos interdendríticos, los cuales son de 2 tipos: Carburos de niobio (los más claros) del tipo NbC y carburos de cromo (los más oscuros) del tipo M_7C_3 [28].

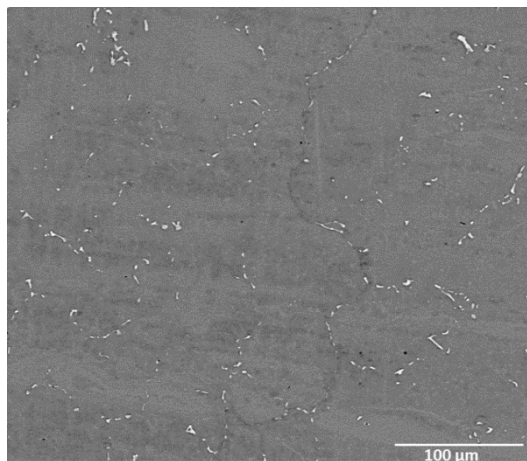


Figura 104 Microestructura de la aleación E en su condición de colada, 500X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).

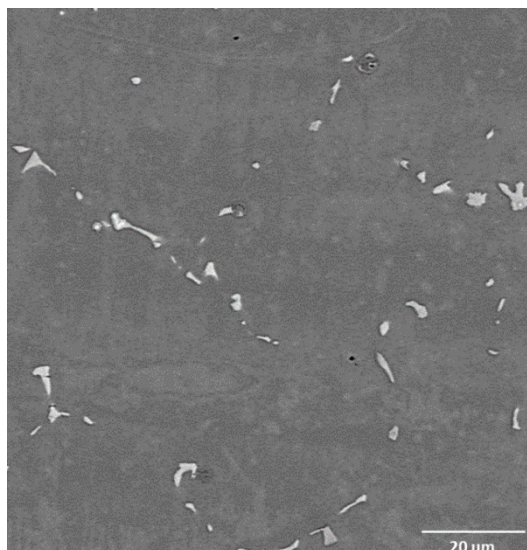


Figura 105 Microestructura de la aleación E en su condición de colada, 2000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).

A continuación, se muestran micrografías tomadas con SEM mediante electrones retrodispersados de la aleación E envejecidas a 750°C durante el periodo de tiempo de 512h (Figuras 106 y 107) y 1024h (Figuras 108 y 109). Debido a que no se contaba con material suficiente para los envejecimientos a 950°, estos no se corrieron para la aleación E.

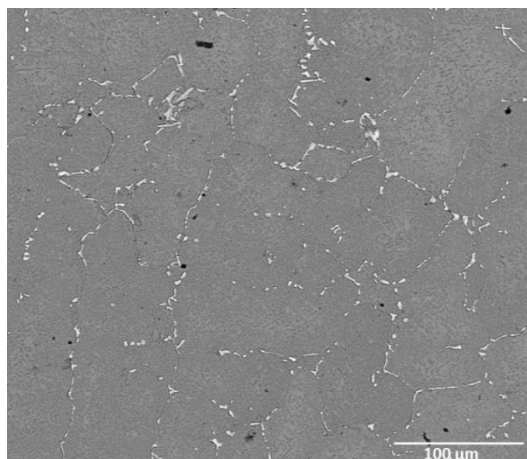


Figura 106 Microestructura de la aleación E, envejecida a 750°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

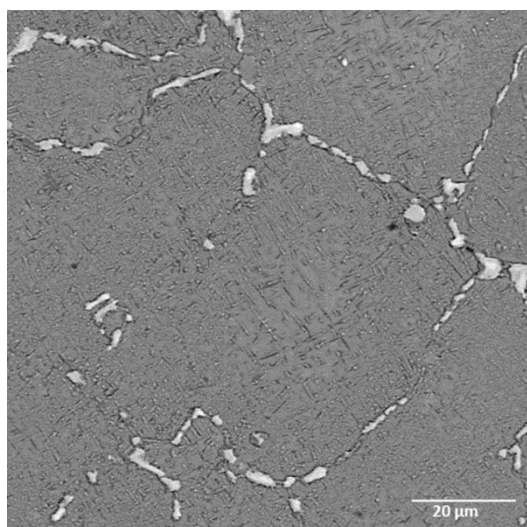


Figura 107 Microestructura de la aleación E, envejecida a 750°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

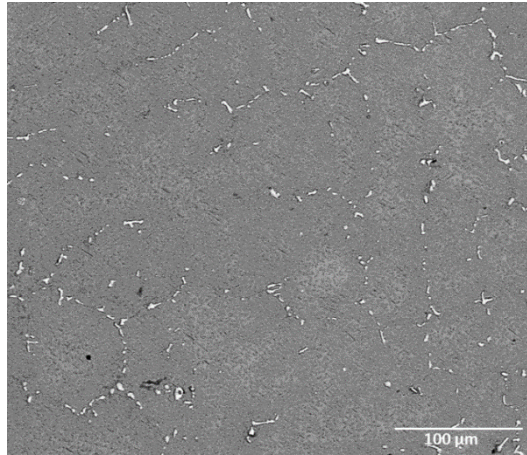


Figura 108 Microestructura de la aleación E, envejecida a 750°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

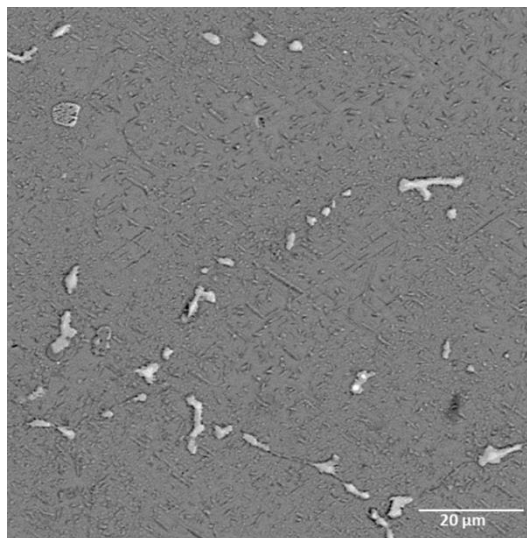


Figura 109 Microestructura de la aleación E, envejecida a 750°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

Conforme aumenta el tiempo de envejecimiento se observa la formación de carburos secundarios $M_{23}C_6$ en la matriz, así como el cambio de forma en los carburos primarios de niobio a cromo a una forma más redondeada.

4.5.2 Espectroscopía de rayos X

Para la aleación E se utilizaron muestras de estudios anteriores previamente envejecidas a 750°C a 512 y 1024h por lo cual no se contó con material adicional para correr las muestras a 950°C. A continuación, se presentan los resultados del análisis químico elemental de los carburos de niobio en su condición de colada y los obtenidos de las muestras envejecidas a 750°C.

La Figura 110 muestra el análisis puntual de un carburo de niobio en la Figura 111a se muestra la gráfica obtenida del análisis lineal mediante EDX, con referencia a la imagen de la Figura 111b.

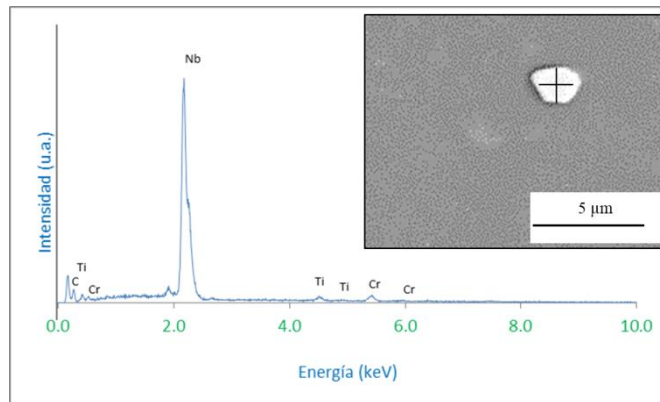


Figura 110 Análisis EDX puntual de carburo primario de niobio para la aleación E en su condición de colada.

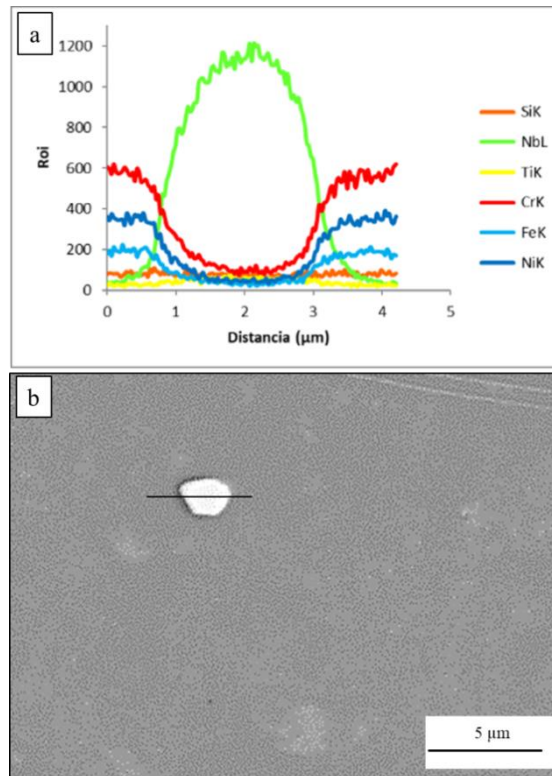


Figura 111 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de niobio en la aleación E en su condición de colada mostrado en la imagen (b).

Las imágenes de la Figura 112a y b muestran los espectros de los análisis puntuales de carburos de niobio presentes en la aleación E, envejecidos a 750°C durante 512 y 1024 h (respectivamente).

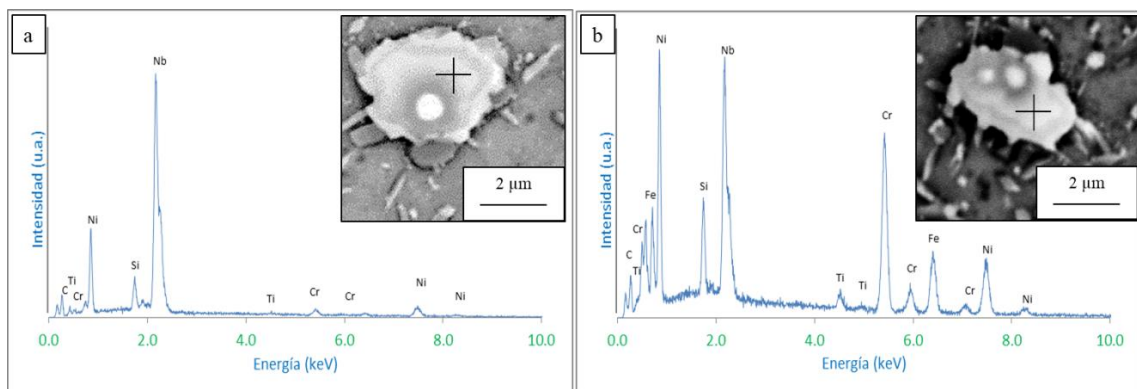


Figura 112 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio de la aleación E envejecida a 750°C durante (a) 512 y (b) 1024h.

Las gráficas de las Figura 113a y c muestran los resultados de los EDX lineales de carburos de niobio en la aleación E envejecidas a 750°C durante 512 (b) y 1024 h (d).

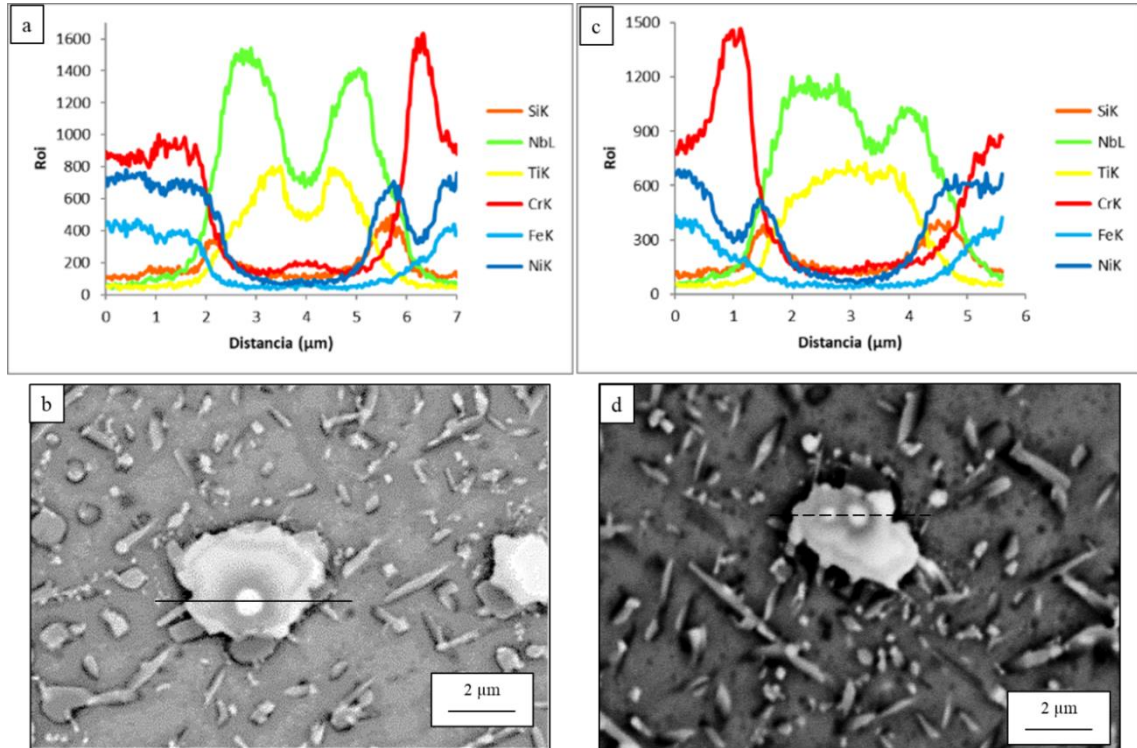


Figura 113 Gráficos e imágenes de EDX lineales de los carburos de niobio en la aleación E envejecida a 750°C durante (a)(b) 512 y (c)(d) 1024 h.

4.5.3 Discusión de resultados de la aleación E

De los resultados anteriores, se puede inferir que los principales cambios a analizar en la aleación E se presentan en: a) Evolución microestructural de la aleación E durante el envejecimiento, ya que no se tuvo material suficiente para analizar su comportamiento mecánico, sin embargo, para el comparativo entre

aleaciones estudiadas en la presente investigación, se considerará lo presentado por Sustaita [28].

4.5.3.1 Evolución microestructural de la aleación E durante el envejecimiento

La aleación E, en su condición de colada, cuenta con una matriz de austenita primaria con carburos eutécticos interdendríticos, los cuales son de 2 tipos: Carburos de niobio (los más claros) del tipo NbC y carburos de cromo (los más oscuros) del tipo M_7C_3 .

Al igual que las aleaciones anteriores, durante el envejecimiento los carburos primarios de niobio NbC se vuelven inestables y facilita la transformación en la Fase G, como se puede notar en las imágenes de las Figuras 107 y 109, envejecidas a 750°C, al compararlas con las imágenes de las Figuras 104 y 105 (en su condición de colada), los cambios de tonalidad alrededor de los carburos de niobio son muy claros y los lineales de la Figura 113, así lo confirman. Esta aleación es la que cuenta con un mayor contenido de titanio reportado en la TABLA V. Por lo que las tonalidades que aparecen en los carburos de niobio de la Figura 112 son muy variados, pero al analizar los lineales de la Figura 113 se puede confirmar niobio y titanio en el centro del carburo de niobio y silicio y níquel en los límites del carburo aumentando de 0.5 a 1 μm de 512 a 1024 h de envejecimiento, por lo que la transformación de los carburos de niobio está muy lejos de terminar.

En cuanto a la precipitación de carburos $M_{23}C_6$, estos aparecen de manera uniforme en las muestras conforme aumenta el tiempo de envejecimiento.

4.6 Resultados y discusión de la aleación F

4.6.1 Evolución microestructural

En las Figuras 114 y 115 se muestra la microestructura de la aleación F en su condición de colada, las cuales se obtuvieron mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) con detector de electrones retrodispersados (BE). La aleación F cuenta con una matriz de austenita con carburos eutécticos interdendríticos, pero a diferencia de las aleaciones A, B, C, D y E, solo se aprecian los carburos de cromo del tipo M_7C_3 , esto debido a la ausencia de niobio en su composición química (TABLA V).

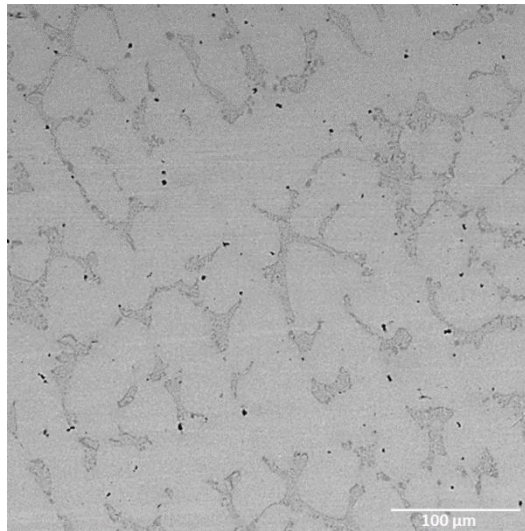


Figura 114 Microestructura de la aleación F en su condición de colada, 500X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).

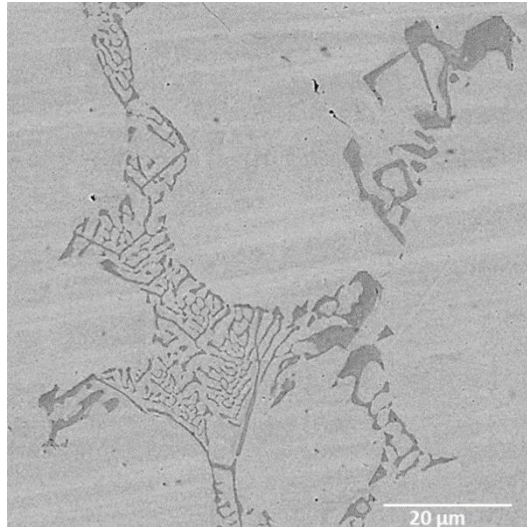


Figura 115 Microestructura de la aleación F en su condición de colada, 2000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).

A continuación, se muestran micrografías tomadas con SEM mediante electrones retrodispersados de la aleación F envejecida a 750°C durante el periodo de tiempo de 512 h (Figuras 116 y 117) y 1024 h (Figuras 118 y 119).

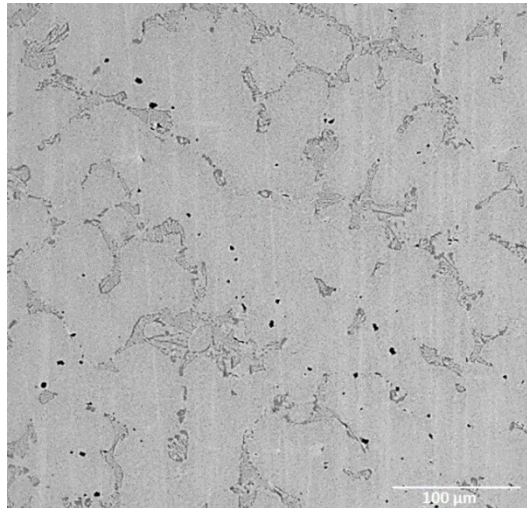


Figura 116 Microestructura de la aleación F, envejecida a 750°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

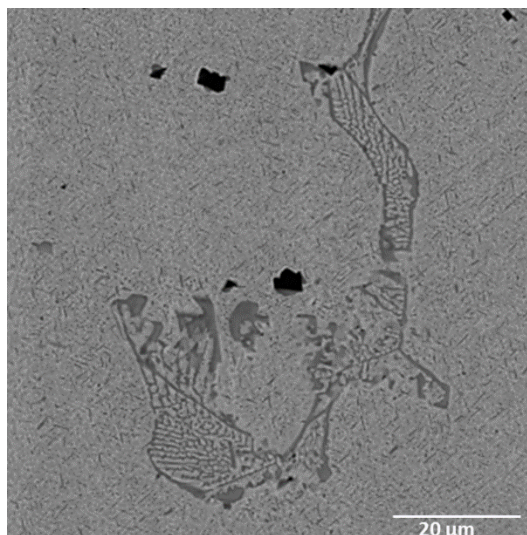


Figura 117 Microestructura de la aleación F, envejecida a 750°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

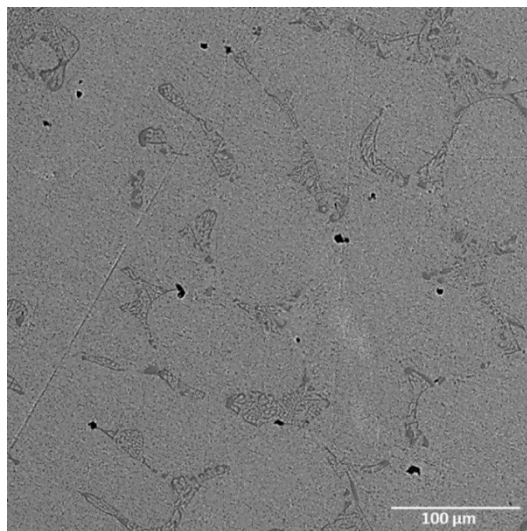


Figura 118 Microestructura de la aleación F, envejecida a 750°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

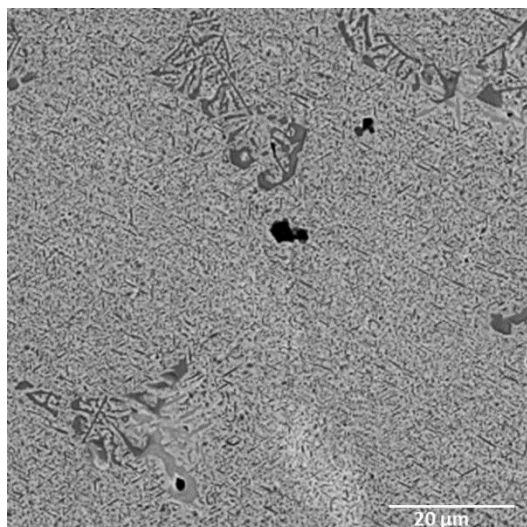


Figura 119 Microestructura de la aleación F, envejecida a 750°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

A continuación, se muestran micrografías tomadas con SEM mediante electrones retrodispersados de la aleación F envejecidas a 950°C durante el periodo de tiempo de 512 h (Figuras 120 y 121) y 1024 h (Figuras 122 y 123).

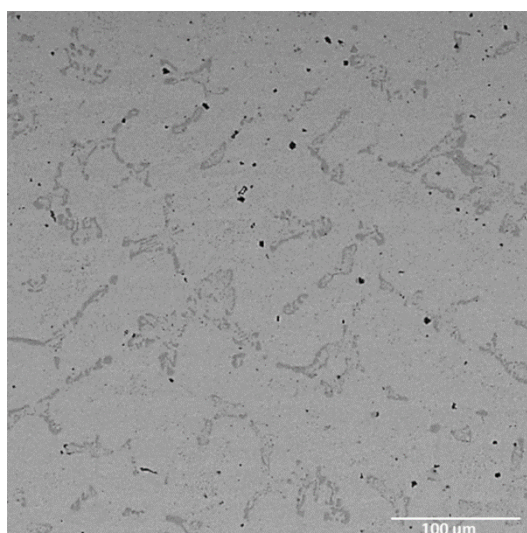


Figura 120 Microestructura de la aleación F, envejecida a 950°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

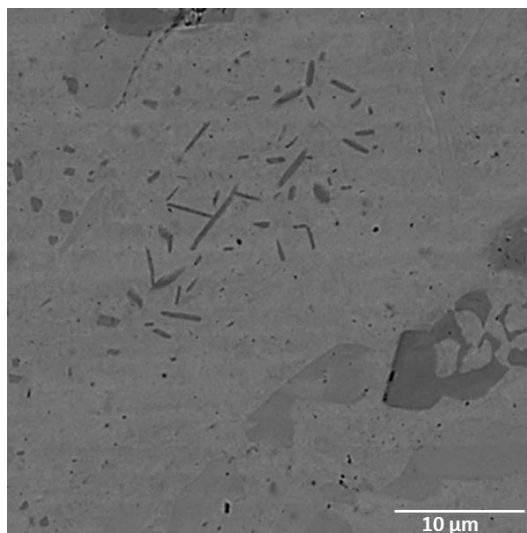


Figura 121 Microestructura de la aleación F, envejecida a 950°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

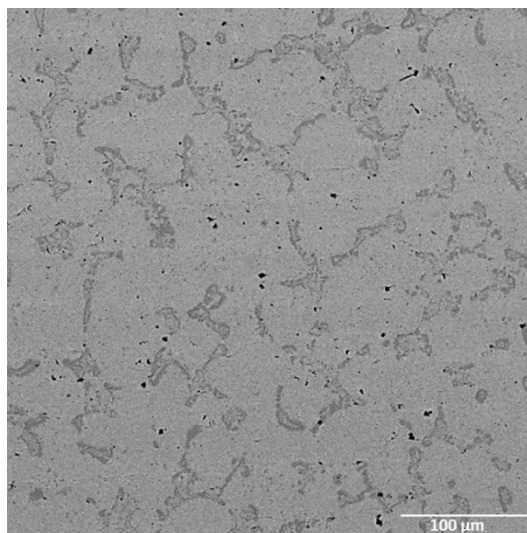


Figura 122 Microestructura de la aleación F, envejecida a 950°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

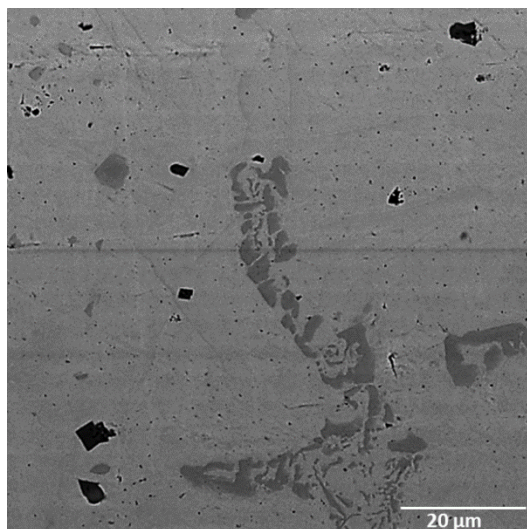


Figura 123 Microestructura de la aleación F, envejecida a 950°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).

Al incrementar el tiempo de envejecimiento se observa la precipitación de carburos en la matriz, así como el cambio en la forma de los carburos primarios de cromo.

4.6.2 Espectroscopía de rayos X

Al igual que las aleaciones anteriores, se llevó a cabo un análisis químico elemental tanto de la matriz como de los carburos primarios eutécticos utilizando la técnica de espectroscopía de rayos X (EDX) en el microscopio electrónico de barrido. Como se puede observar en las imágenes de SEM no se distinguen los carburos de niobio, esto debido a su composición química TABLA V, ya que es la aleación con el menor contenido de niobio, en comparación con las aleaciones anteriores, por lo cual se decidió agregar el análisis la matriz y los diferentes elementos presentes en la aleación.

En la Figura 124 se presenta el espectro obtenido de un área de la matriz. Mientras que en la Figura 125 se presenta el espectro obtenido del carburo primario de cromo de la aleación C en su condición de colada.

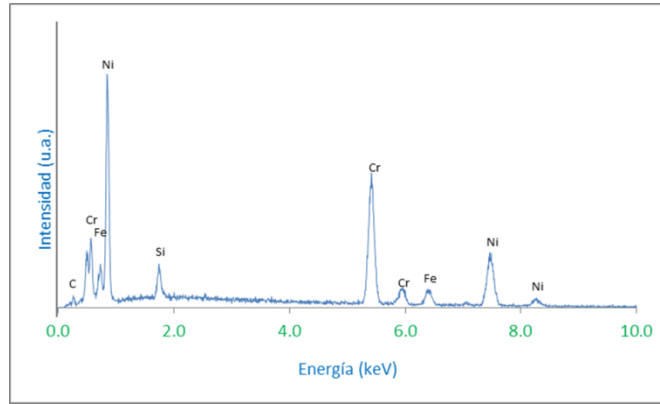


Figura 124 Análisis EDX de un área de la matriz para la aleación F en su condición de colada.

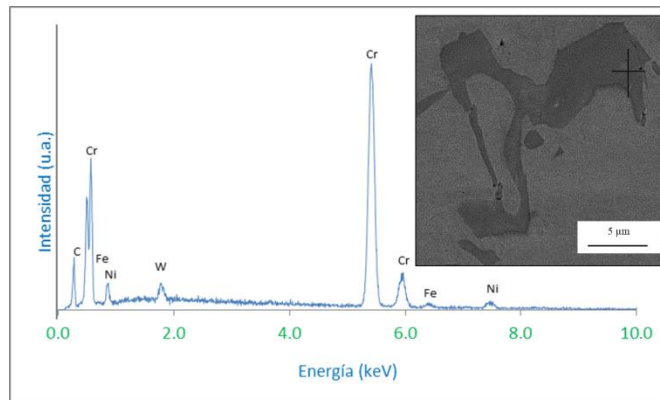


Figura 125 Análisis EDX puntual de carburo primario de cromo para la aleación F en su condición de colada.

Las imágenes de la Figura 126a y b muestran los espectros de los análisis puntuales de titanio y carburos de cromo presentes en la aleación F, envejecidos a 750°C durante 512h.

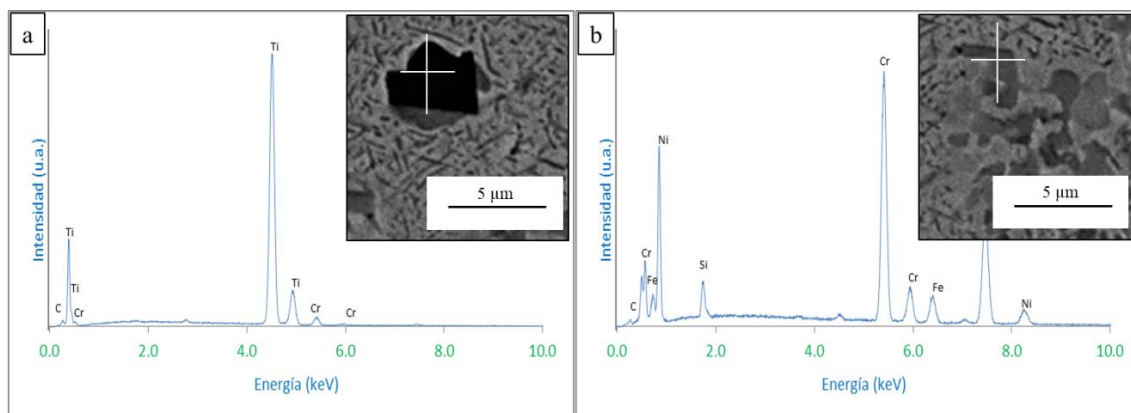


Figura 126 Análisis EDX puntuales en titanio (a) y carburo de niobio (b) de la aleación F envejecida a 750°C durante 512 h.

Aun cuando en la imagen de la Figura 126b se observan 2 tonalidades en los carburos de cromo, estos presentan básicamente la misma composición al realizar un análisis puntual del área, para confirmarlo se corrió un análisis lineal (Figura 127a), el cual se presenta en la imagen de la Figura 127b.

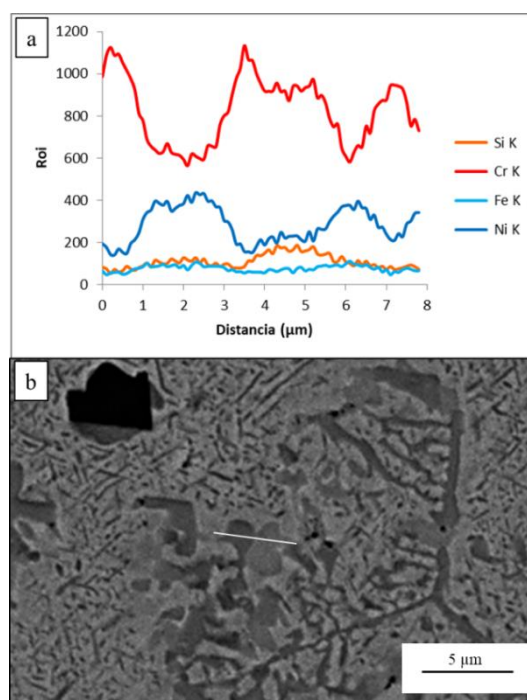


Figura 127 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de cromo en la aleación F envejecido a 750°C durante 512h.

Las imágenes de la Figura 128a, b y c muestran los espectros de los análisis puntuales del carburo de cromo en sus dos tonalidades, así como del titanio, presentes en la aleación F, de la imagen de la Figura 128d envejecidos a 750°C durante 1024h.

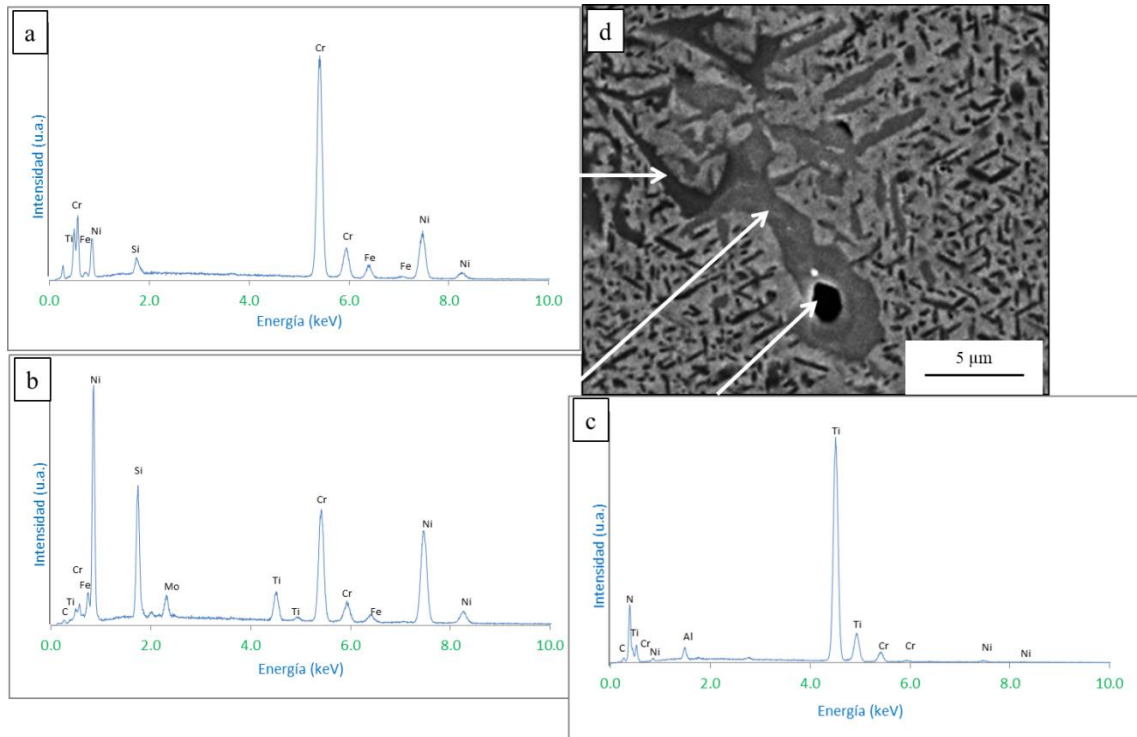


Figura 128 Análisis EDX puntuales en carburo de cromo (a)(b) y del titanio (c) de la aleación F envejecida a 750°C durante 1024h.

El análisis lineal de la Figura 129a, se realizó en zona de la Figura 129b, misma área de la figura anterior, para confirmar las composiciones que se presentan en ambas tonalidades del carburo de cromo. Mientras que el lineal de la Figura 129c se hizo en un carburo de titanio a lo largo de las diferentes tonalidades.

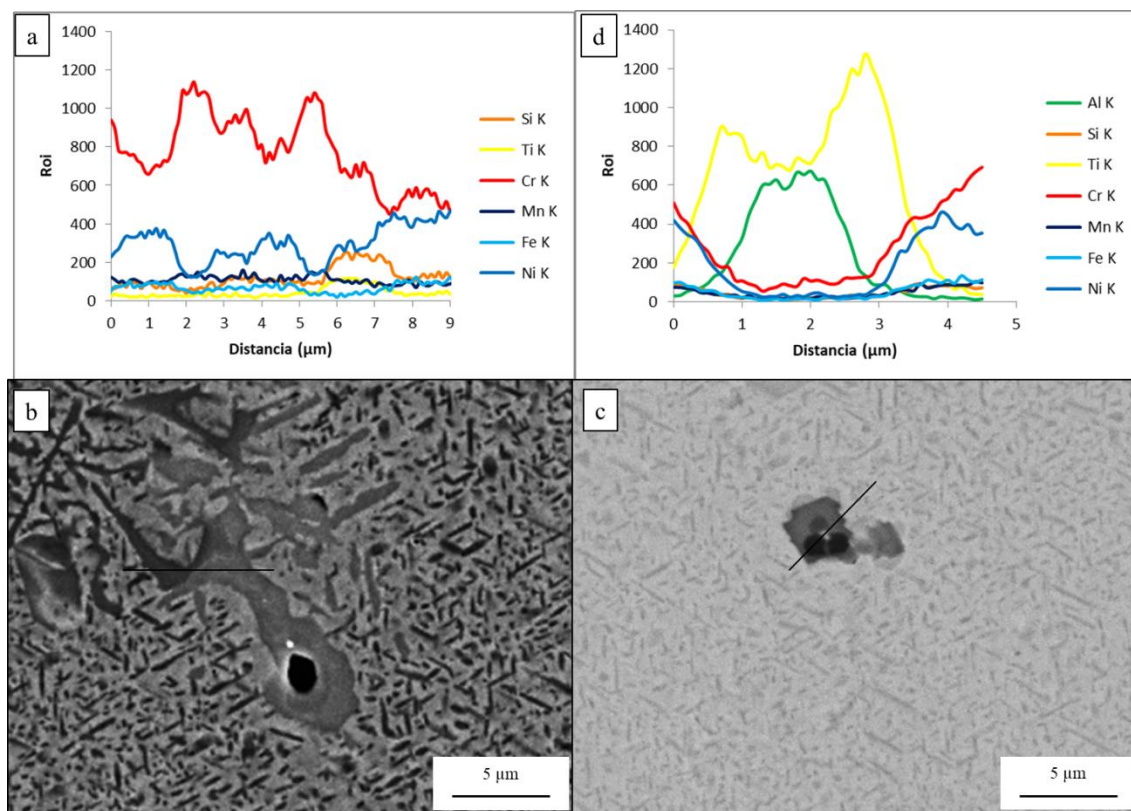


Figura 129 (a)(c) Gráfico EDX lineal de (b) carburo de cromo y (d) carburo de titanio (respectivamente) en la aleación F envejecida a 750° durante 1024h.

Las Figuras 130 y 131 muestran los espectros de los análisis puntuales carburos de cromo (Figura 130a) y de titanio (Figura 131a) presentes en la aleación F, envejecidos a 950°C durante 512h.

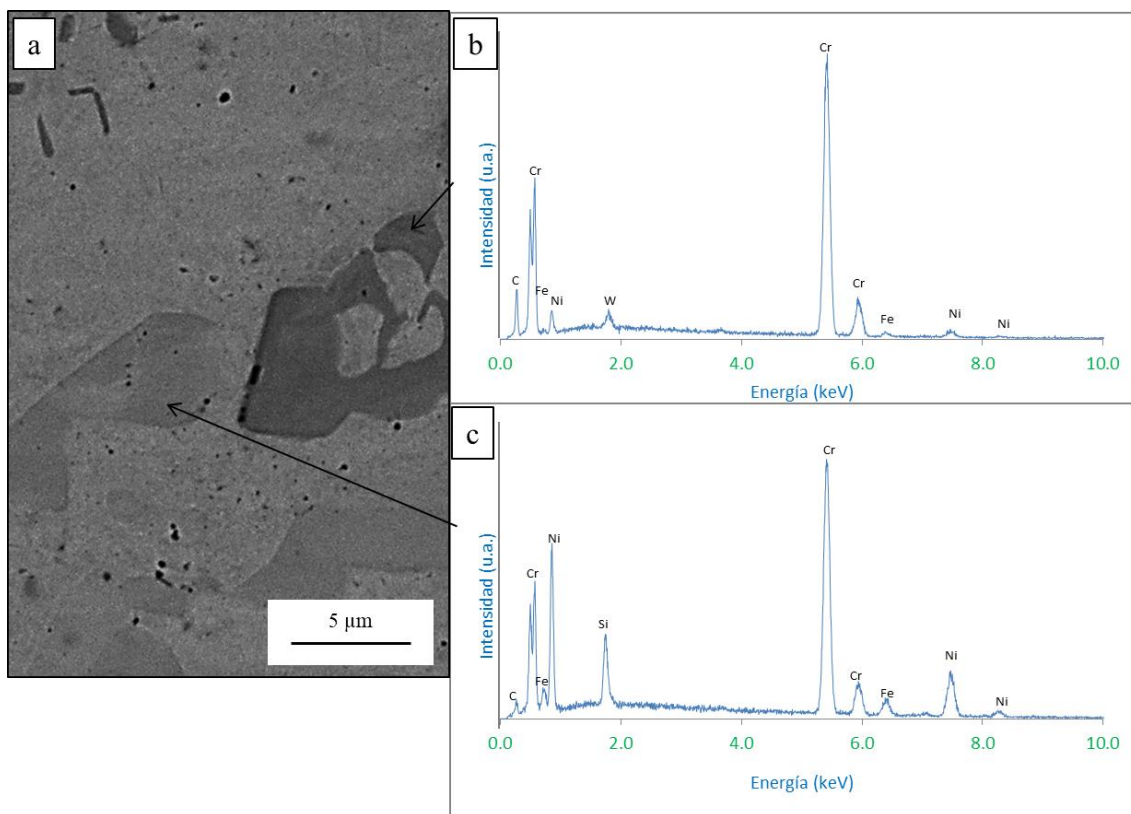


Figura 130 Análisis EDX puntuales en carburos de cromo (a) para las 2 tonalidades presentes (b)(c) de la aleación F envejecida a 950°C durante 512h.

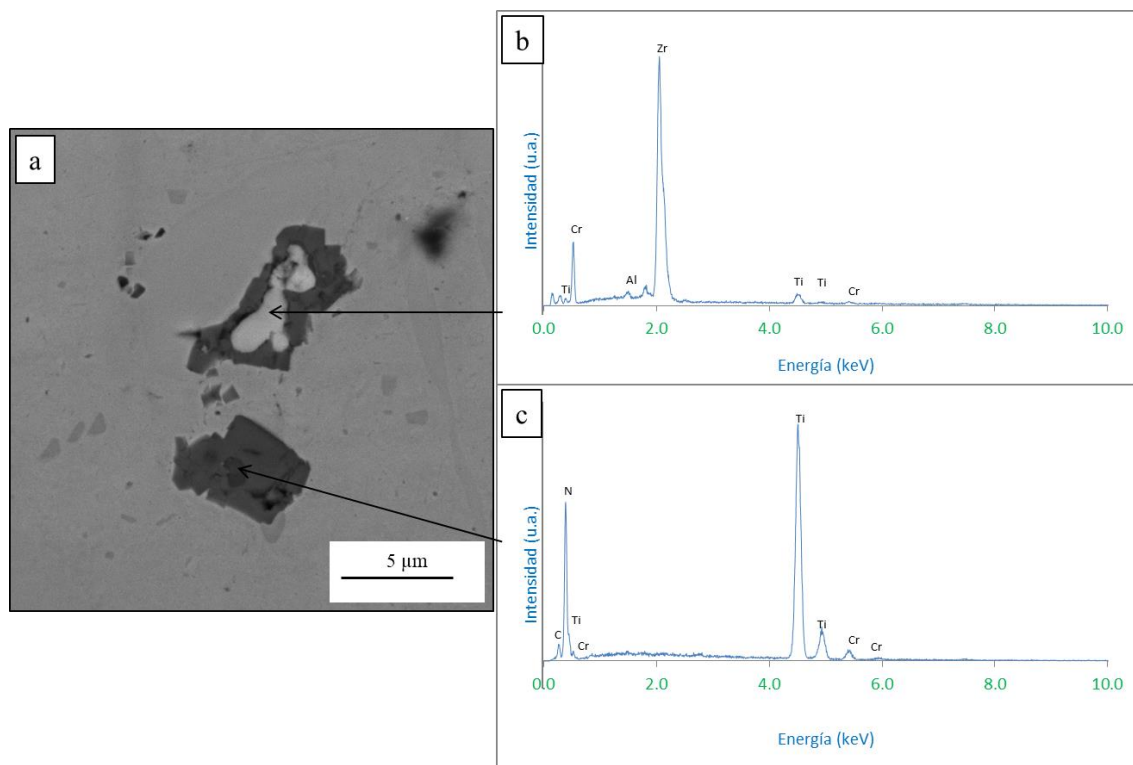


Figura 131 Análisis EDX puntuales en carburos de titanio (a) para las 2 tonalidades presentes (b)(c) de la aleación F envejecida a 950°C durante 512h.

A continuación, se presenta un lineal del carburo de titanio (Figura 132a) con referencia a la Figura 132b.

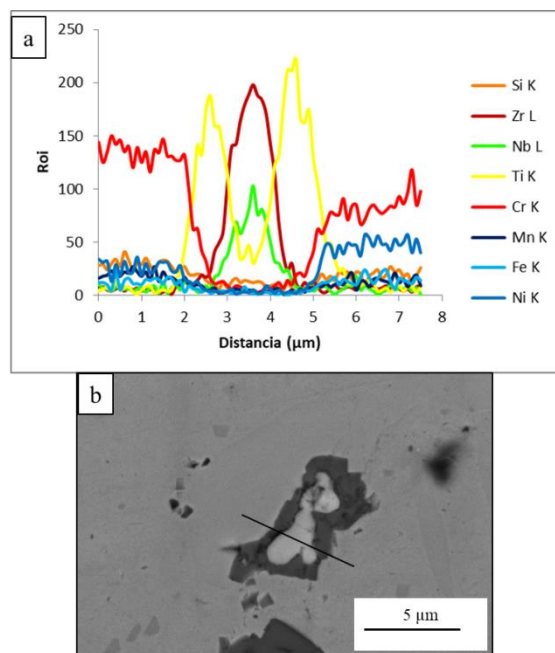


Figura 132 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de titanio en la aleación F envejecido a 950°C durante 512h.

Los gráficos de la Figura 133b, c y d muestran los espectros de los análisis puntuales del carburo de cromo en sus dos tonalidades, así como del titanio, presentes en la aleación F de la imagen de la Figura 133a, envejecidos a 950°C durante 1024h.

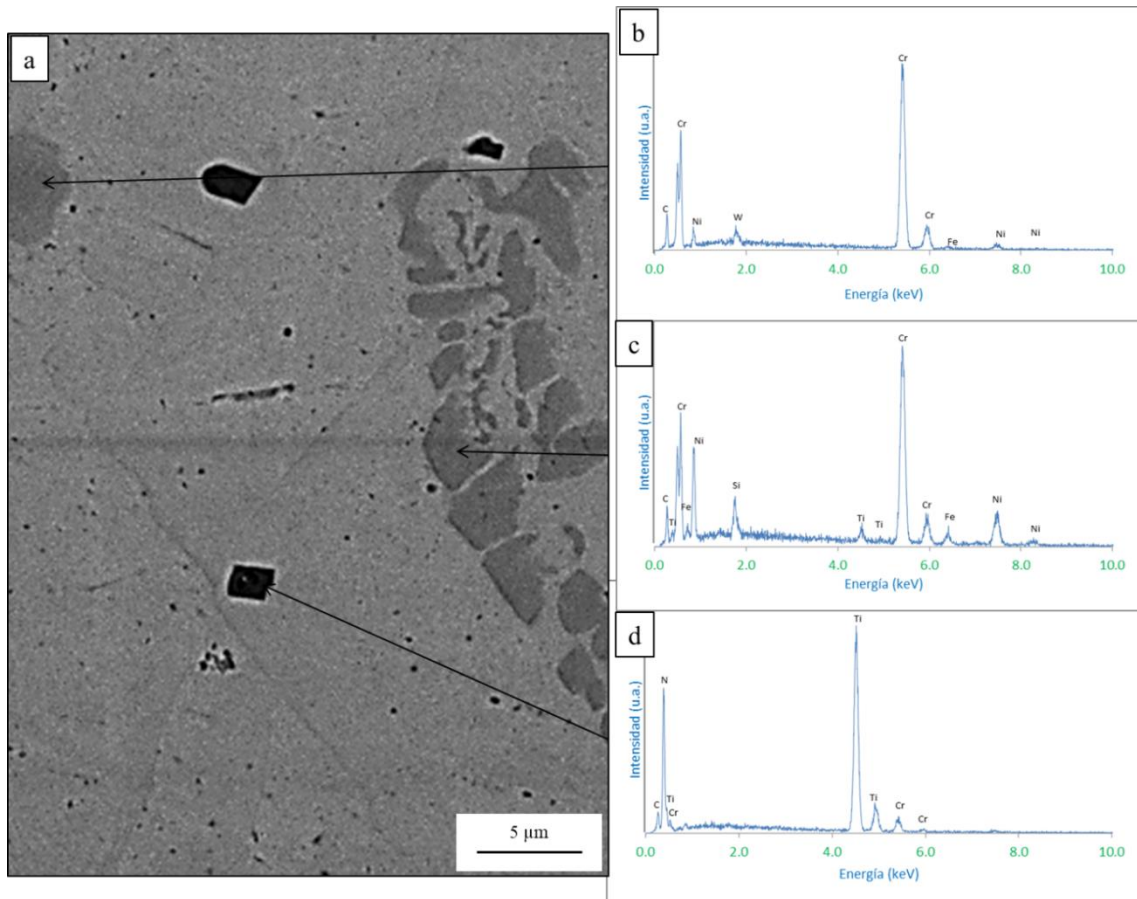


Figura 133 Análisis EDX puntuales en carburo de cromo (b) (c) y del titanio (d) de la aleación F envejecida a 950°C durante 1024h.

El análisis lineal de la Figura 134a, se realizó en zona de la Figura 134b, en TiN.

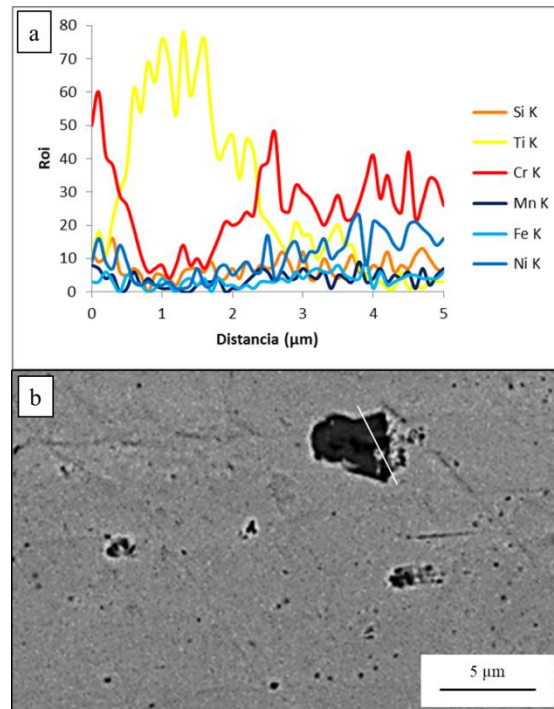


Figura 134 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de titanio en la aleación F envejecida a 950°C durante 1024 h.

4.6.3 Propiedades mecánicas

Para la aleación F, solo se obtuvieron mediciones de dureza debido a la poca disponibilidad de material para pruebas de tensión/compresión. A continuación, se presenta el resumen en la TABLA XI de la aleación en su condición de colada, así como envejecida a 750 y 950°C.

TABLA XI Resumen de propiedades mecánicas de aleación F.

Tiempo envejecimiento (h)		Dureza (Brinell)
Colada		176
750°C	4	374
	64	399
	256	378
	512	345
	1024	349
950°C	4	318
	64	302
	256	276
	512	284
	1024	260

4.6.3.1 Dureza

En la gráfica de la Figura 135 se presentan los resultados de las tomas de dureza Brinell para la aleación F. Se observa un incremento en la dureza del material en las primeras horas de envejecimiento, sin embargo, al incrementarse el tiempo, ésta se estabiliza e incluso empieza a disminuir al final del tratamiento.

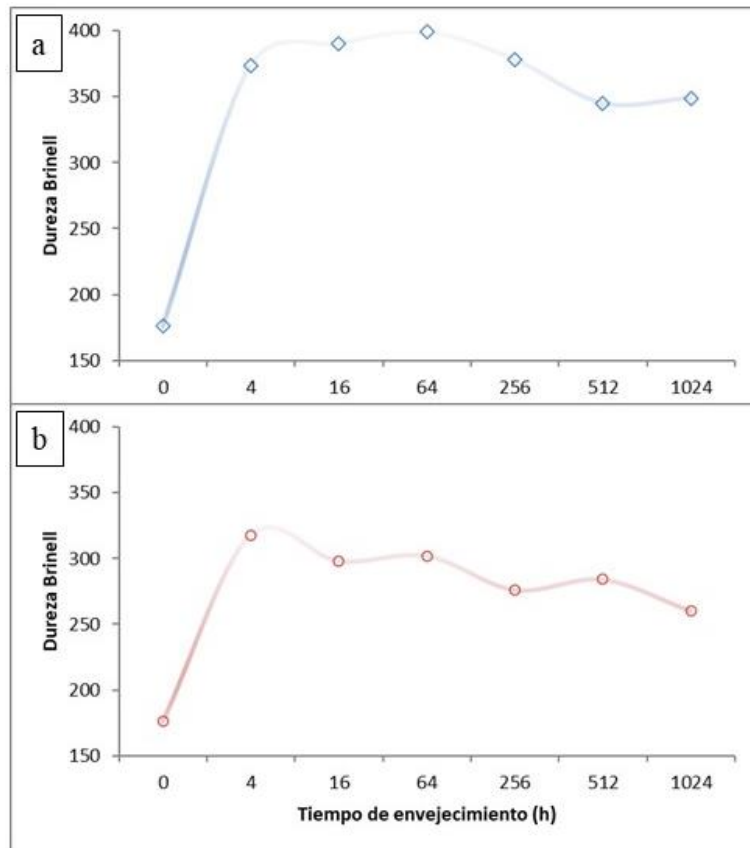


Figura 135 Gráfico de Dureza Brinell de la aleación C en su condición de colada, así como envejecida a 750 y 950°C.

4.6.4 Discusión resultados de la aleación F

De los resultados anteriores, se puede inferir que los principales cambios a analizar en la aleación F se presentan en: a) Evolución microestructural de la aleación F durante el envejecimiento, b) Efecto del envejecimiento sobre las propiedades mecánicas de la aleación. A continuación, se detalla el análisis:

4.6.4.1 Evolución microestructural de la aleación F durante el envejecimiento

La aleación F cuenta con una matriz de austenita con carburos eutécticos primarios interdendríticos de cromo, se pudiera inferir que son del tipo M_7C_3 . Al ser muy baja la cantidad de niobio (0.07% wt., TABLA V) no se aprecian carburos de niobio en su microestructura en las Figuras 114 y 115. Con los espectros de los análisis puntuales de la Figura 125 se confirma que los carburos observados en las Figuras 114 y 115 son de cromo, aunque no se corrieron análisis de difracción para confirmar su estequiometría. Mientras que el espectro de la Figura 124 muestra que el níquel y el silicio se encuentran disueltos en la matriz en su condición de colada.

Para efectos de la presente investigación, lo más relevante de esta aleación sería la presencia de los carburos de cromo y sus transformaciones a lo largo de sus tratamientos térmicos de envejecimiento, así como la presencia de titanio concentrado en diferentes partes de la microestructura una vez envejecida la aleación. Sin embargo, al contar con muy baja cantidad de niobio no fue posible analizar la transformación de los carburos de niobio a la Fase G y al no ser parte del alcance el proyecto no se analizaron otras fases que se presentan durante el envejecimiento, solo se mencionan a continuación, los principales cambios encontrados,

Las Figuras 116 a 119, muestran las transformaciones a 750°C de envejecimiento, mostrando carburo de titanio en las tonalidades más oscuras en los espectros puntuales de las Figuras 126a y 128c y en el lineal de la Figura 129d. Mientras que, en los carburos con tonalidad más clara, espectros de las Figuras 126b, 128a y b, presenta presencia de cromo y otros elementos como níquel y silicio en algunas áreas. También se aprecian otras fases, como la

mostrada en el lineal de la Figura 129c, que no son objeto de estudio de la presente investigación.

A 950°C, Figuras 120 a 123, muestran cambios en la forma de los carburos de cromo, haciéndolos más redondeados. La presencia de cromo se confirma en los espectros de los análisis puntuales de las Figuras 130 y 133a, y en el lineal de la Figura 132, así como níquel y silicio en las tonalidades más claras de los carburos de cromo. Mientras que los espectros de las Figuras 131 y 133 y en el lineal de la Figura 134 se muestra el carburo de titanio y algunas otras fases presentes.

4.6.4.2 Efecto del envejecimiento sobre las propiedades mecánicas de la aleación F

Para el análisis del comportamiento de la dureza Brinell de la aleación F se encuentra que esta sube rápidamente desde el inicio del envejecimiento a 750°C (Figura 135a) y se mantiene constante hasta las 1024h que concluye el estudio. En cuanto al envejecimiento a 950°C (Figura 135b), la dureza también se incrementa rápidamente cuando inicia el tratamiento y se ve una ligera disminución que es constante hasta concluir las 1024 h de envejecimiento.

4.7 Comparación de aleaciones resistentes al calor

4.7.1 Composición química

En la gráfica de la Figura 136 se comparan las composiciones químicas de las seis aleaciones estudiadas en la presente investigación para poder analizar los cambios microestructurales y en sus propiedades mecánicas durante su tratamiento térmico de envejecimiento.

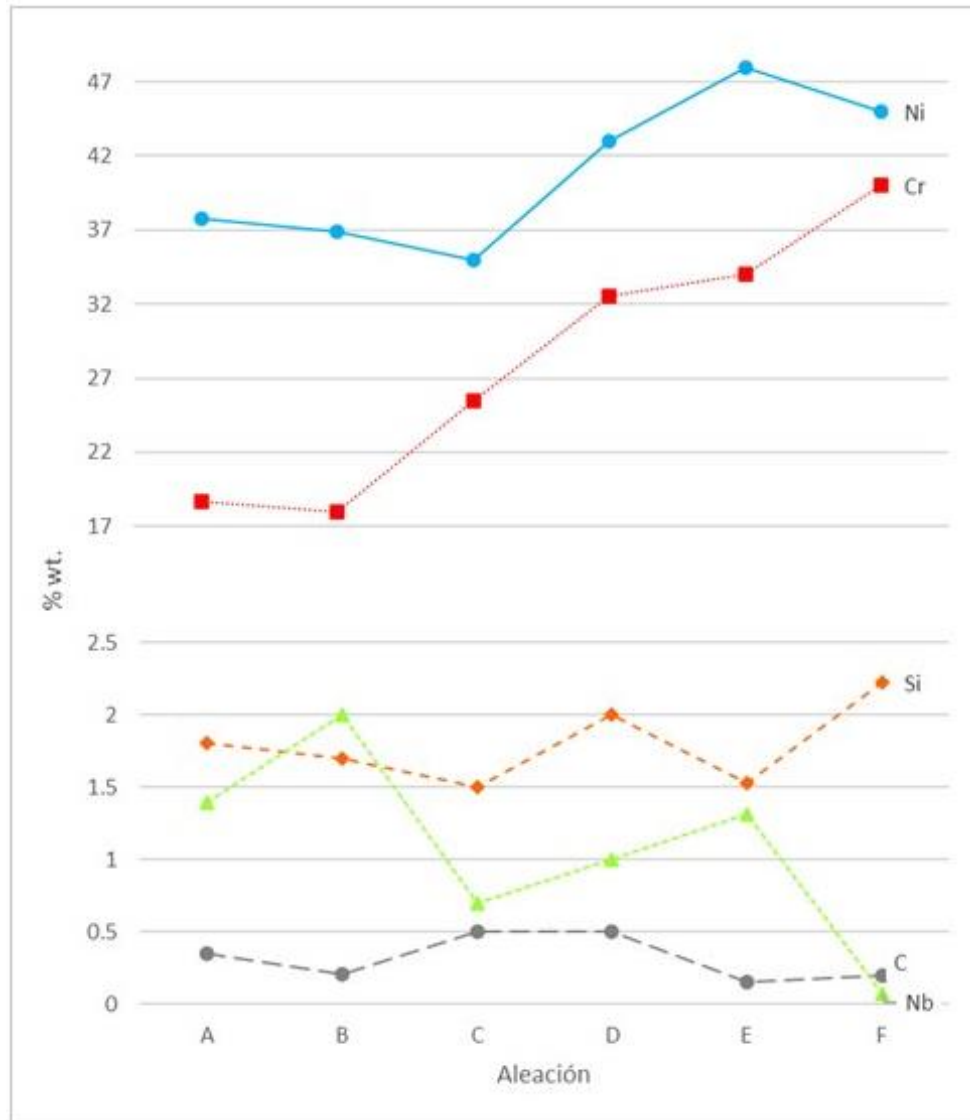


Figura 136 Gráfica de los principales elementos presentes en la composición química (% en peso) de las 6 aleaciones.

Como se puede observar, sus diferencias son muy amplias, aunque las que pudieran tener una influencia en sus comportamientos analizados en esta

investigación radica principalmente en sus variaciones en carbono, niobio y silicio, así como la presencia de titanio en la aleación F.

4.7.2 Evolución microestructural

En la Figura 137 se pueden observar la microestructura de las seis aleaciones en su condición de colada a 500 aumentos. Todas cuentan con una matriz de austenita con carburos primarios eutécticos, de los cuales se identifican 2 tipos M_7C_3 y NbC, a excepción de la aleación F, que debido a su falta de niobio solo cuenta con los carburos de cromo.

La proporción de carburos de cromo (de tonalidad más oscuros) y carburos de niobio (de tonalidad más clara) se ve muy similar para las aleaciones A, C y D (Figura 137a, c y d), sin embargo, las aleaciones B y F, muestran una menor cantidad de carburos de cromo (Figura 137b y d) y esto pudiera deberse a que son las aleaciones de menor contenido de carbono.

Otra diferencia importante es la forma en que se agrupan los carburos de niobio, parecidas a espinas de pescado, en las aleaciones A y B (Figura 137a y b), debido al mayor contenido de niobio, presente en ambas aleaciones.

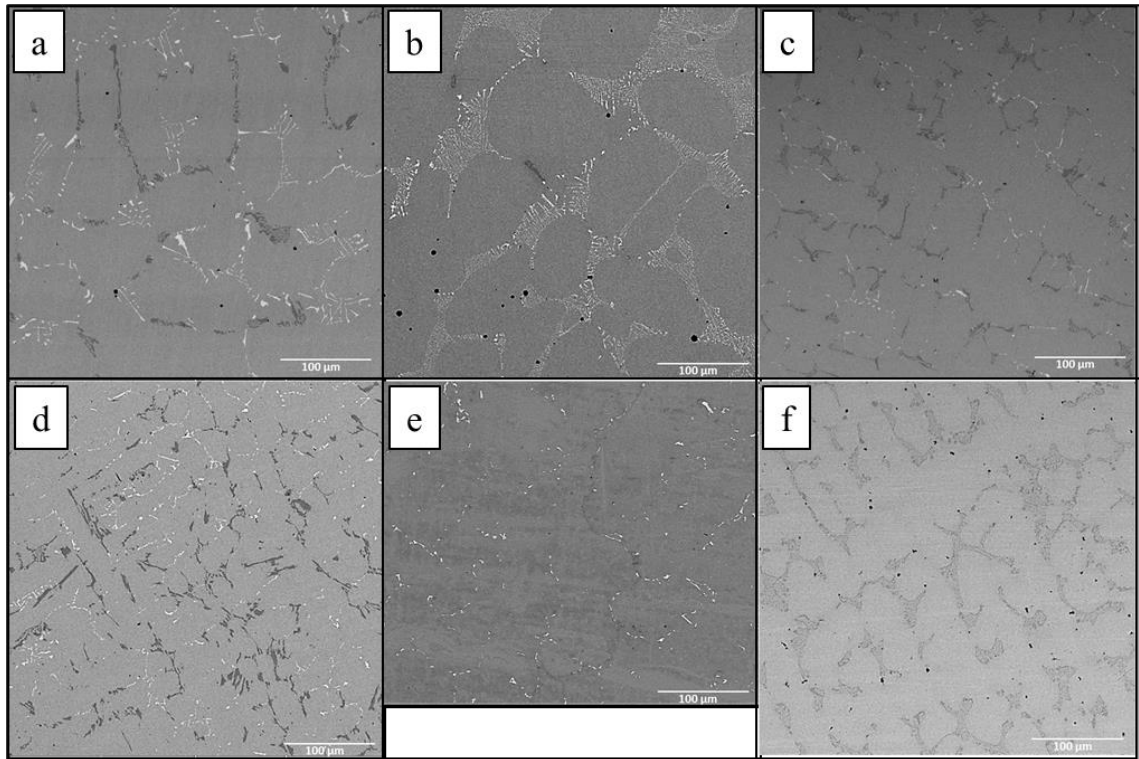


Figura 137 Microestructura de las aleaciones analizadas en su condición de colada, 500X, microscopio electrónico de barrido, (a) Aleación A, (b) aleación B, (c) aleación C, (d) aleación D, (e) aleación E, (f) aleación F.

A continuación, se presenta la Figura 138 comparando la microestructura de las 6 aleaciones en su condición de colada (Figura 138a, d, g, j, n y q), con la microestructura de las aleaciones envejecidas a 750°C por 1024 h (Figura 138b, e, h, k, p, y r), así como envejecidas a 950° por 1024 h (Figura 138 c, f, i, m y s).

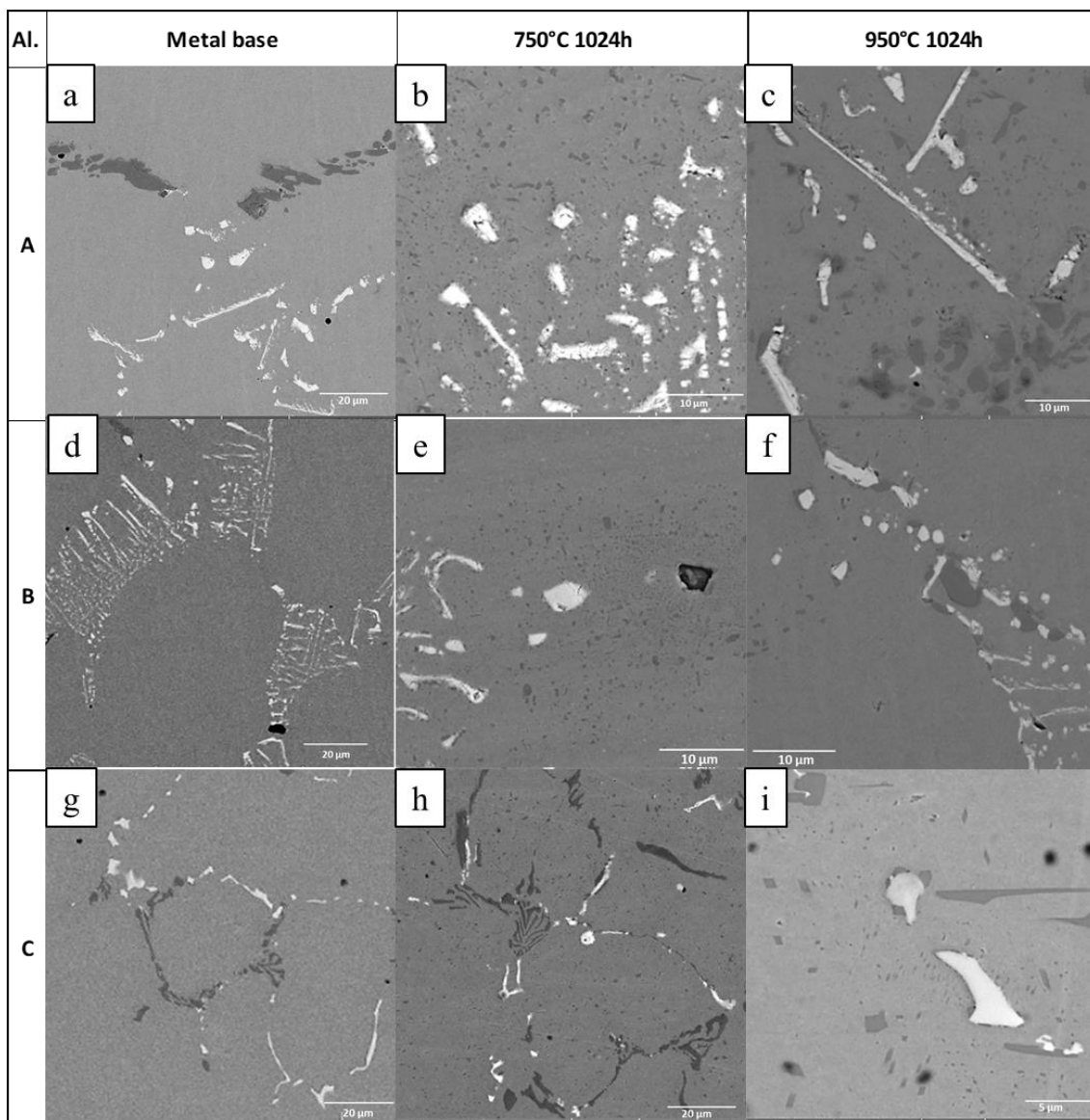


Figura 138 Microestructura de las aleaciones analizadas, 1000X, microscopio electrónico de barrido, Aleación A: (a) Colada, (b) Envejecida a 750°C 1024 h, (c) Envejecida a 950°C 1024 h; aleación B: (d) Colada, (r) Envejecida a 750°C 1024 h, (f) Envejecida a 950°C 1024 h; aleación C: (g) Colada, (h) Envejecida a 750°C 1024 h, (i) Envejecida a 950°C 1024 h.

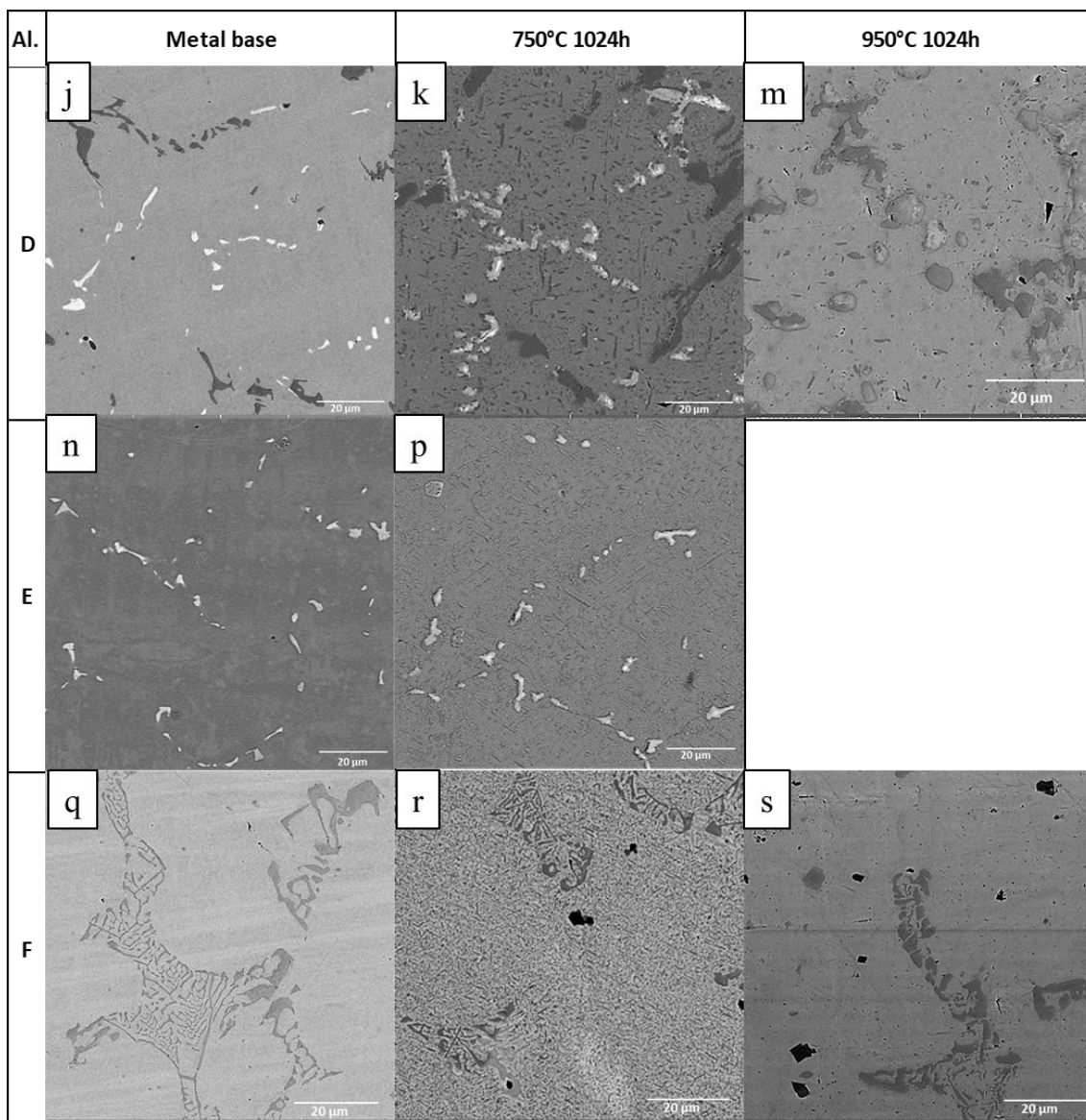


Figura 132 cont. Microestructura de las aleaciones analizadas, 1000X, microscopio electrónico de barrido, Aleación D: (j)Metal base, (k) Envejecida a 750°C 1024 h, (m) Envejecida a 950°C 1024 h; Aleación E: (n)Metal base, (p) Envejecida a 750°C 1024 h; Aleación F: (q)Metal base, (r) Envejecida a 750°C 1024 h, (s) Envejecida a 950°C 1024 h.

Las microestructuras envejecidas a 750°C muestran cómo se van redondeando los carburos de niobio, así como engrosando con la presencia del siliciuro de niobio, el otro cambio es la presencia de los carburos $M_{23}C_6$ en

prácticamente toda la matriz, con formas redondeadas y pequeñas. La aleación F al no tener carburos de niobio, solo se puede ver la precipitación de carburos $M_{23}C_6$.

En cuanto a los cambios en la microestructura en las muestras envejecidas a 950°C, los carburos de niobio pareciera que se han transformado por completo al aparecer con una tonalidad gris intermedia, mientras que los carburos de cromo aparecen más redondeados, la precipitación de carburos $M_{23}C_6$ no se ven tan cerca de los carburos de niobio y su tamaño se percibe un poco más grande que en las muestras envejecidas a 750°C. En cuanto a la aleación D (Figura 132m) se observan todos los carburos con formas semi circulares, muy diferente a las demás aleaciones.

A continuación, se muestran los cambios en los contenidos de niobio, níquel y silicio de la aleación A comparadas en su condición de colada, y envejecidas a 750 y 950°C durante 512 y 1024 h, considerando varias mediciones dentro de la muestra (Figura 139). También se incluyen las mediciones para la aleación E, al ser la de mayor contenido de titanio de las aleaciones estudiadas (Figura 140).

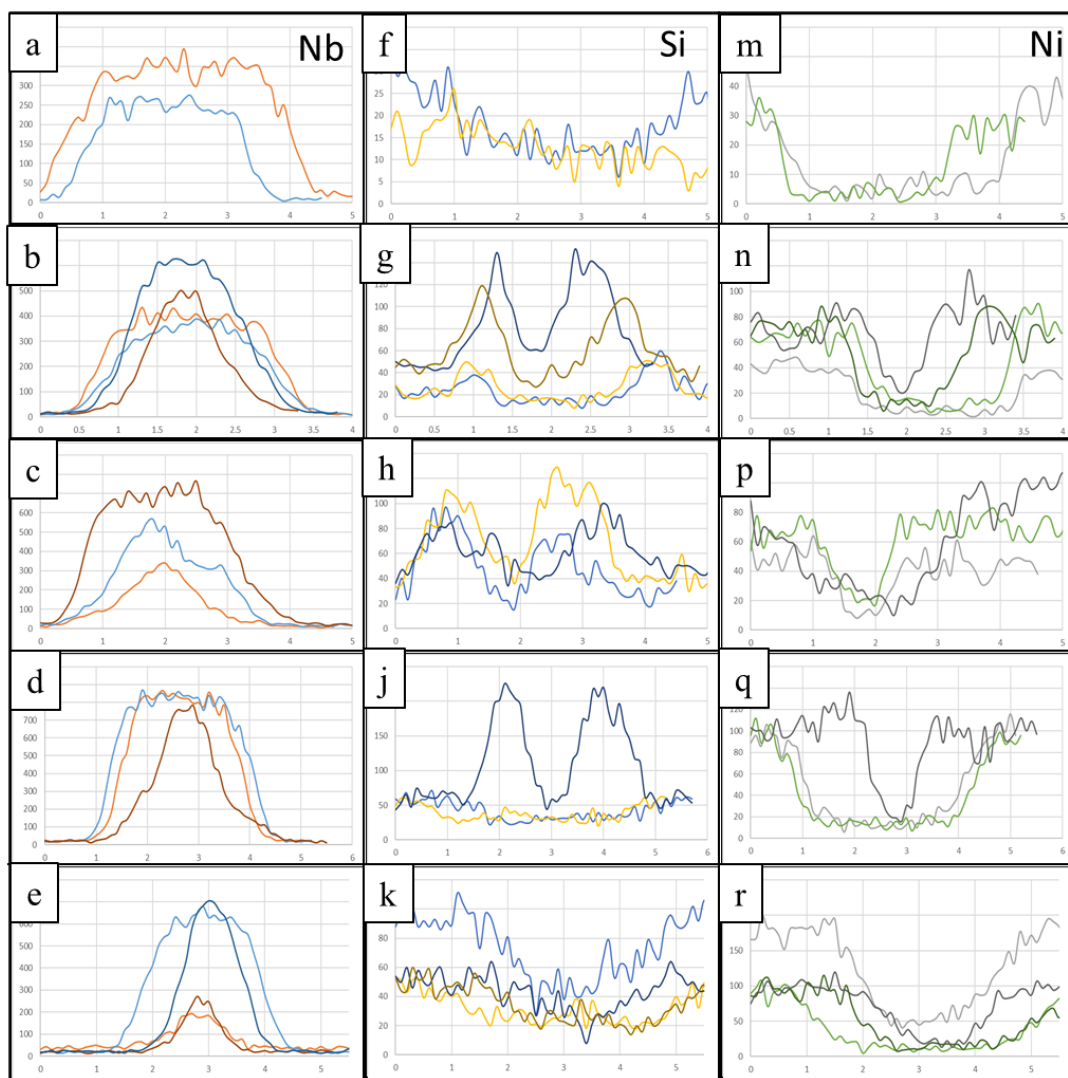


Figura 139 Cambios en los contenidos de niobio (a, b, c, d y e), silicio (f, g, h, j y k), y níquel (m, n, p, q y r) de la aleación A en su condición de colada (a, f, m), envejecida a 750°C durante 512h (b, g, n), 1024 h (c, h, p), 950°C durante 512h (d, j, q) y 1024h (e, k, r).

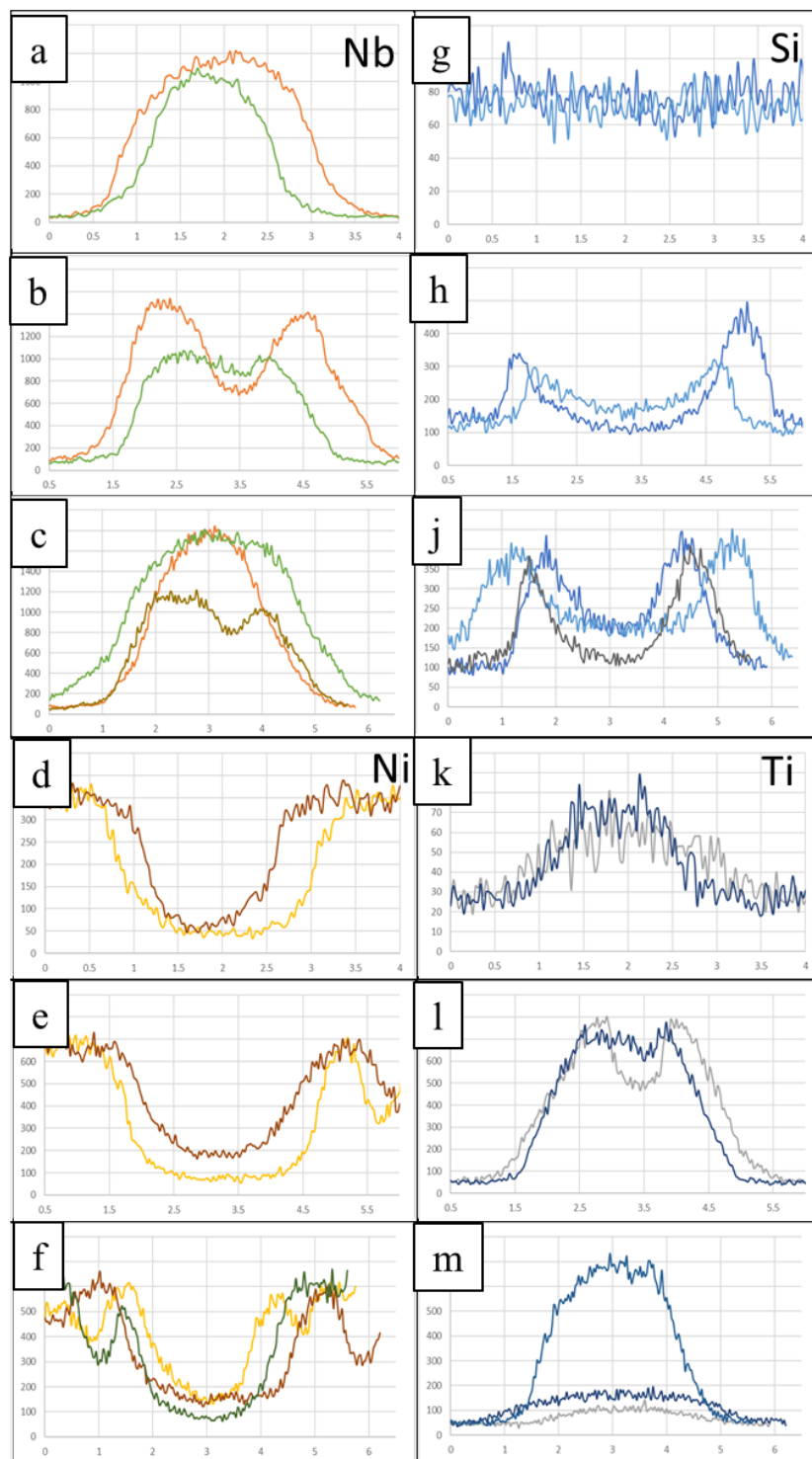


Figura 140 Cambios en los contenidos de niobio (a, b, c), níquel (d, e, f), silicio (g, h, j), y titanio (k, l, m), de la aleación E en su condición de colada (a, d, g, k), envejecida a 750°C durante 512h (b, e, h, l), 1024 h (c, f, j, m).

Todas las aleaciones fueron analizadas de esta manera, pero se decidió poner la aleación A y la aleación E como referencia, ya que las aleaciones con contenido de niobio (aleaciones A - D) se comportan de manera similar, y la aleación E es la de mayor contenido de titanio (0.08%) con alto contenido de niobio. Aun cuando no fue posible realizar un análisis cuantificable del proceso de difusión, en las gráficas de la Figuras 139 y 140, se pueden observar los siguientes cambios:

Niobio: Los carburos de niobio analizados tienen un tamaño similar (2 nm), conforme aumenta el tiempo de envejecimiento en la aleación A se puede observar cómo se ven más delgados y con una frecuencia menor (Figura 139b-e) aunque mantiene su forma puntiaguda, mientras que en la aleación E (Figura 140b-c) el tamaño aparentemente no cambia, y su forma aparece achatada o incluso un valle en el centro de la medición, debido a que no avanza su transformación tan rápido como en la aleación A.

Silicio: Aparece en solución en la matriz en su condición de colada en ambas muestras (Figuras 139f y 140g). Conforme aumenta el tiempo de envejecimiento a 750°C (Figura 139g y h), se observa cómo se va aumentando su concentración en los límites del carburo de 1 a 2 nm y esto mismo se observa en la aleación E (Figura 140h y j). Sin embargo, a 950°C (Figura 139j y k), solo uno de los carburos presenta presencia de silicio en el límite de grano después de 524h, pero después de 1024h el contenido de silicio se ve similar a la condición de colada (Figura 139f).

Níquel: El comportamiento se ve muy similar en ambas aleaciones, en su condición de colada (Figura 139m y Figura 140d) aparece en solución en la matriz y conforme va aumentando el tiempo de envejecimiento (Figura 139n, p y Figura 140e y f) empieza a difundir hacia los límites del carburo, sin llegarlo a cubrir por completo, ni siquiera en los envejecimientos a 950°C (Figura 140q y r).

Titanio: Para la aleación E, con contenido de titanio, este aparece en el centro del carburo de niobio desde su condición de colada (Figura 140k), y conforme aumenta su tiempo de envejecimiento (Figura 140l y m), este aparece con una mayor frecuencia en el centro del carburo, como si fuera desplazando al niobio del centro de este, y debido a eso la frecuencia del niobio en el centro del carburo va creando un valle.

Basado en el análisis anterior se puede inferir que los carburos primarios de niobio sufren una transformación al siliciuro de niobio durante el tratamiento térmico de envejecimiento, aun cuando en los análisis de difracción de rayos X no se pudo determinar su estequiometría, sin embargo, existen referencias de otros autores donde se determina la presencia de éste [6, 13, 14, 15, 16, 17, 18]. Esta transformación inicia desde los inicios del tratamiento y no termina después de las 1024h, esta transformación ha sido reportada por algunos autores desde las primeras horas. El proceso de difusión que sufren los carburos de niobio durante el envejecimiento se resume en la siguiente imagen (Figura 141):

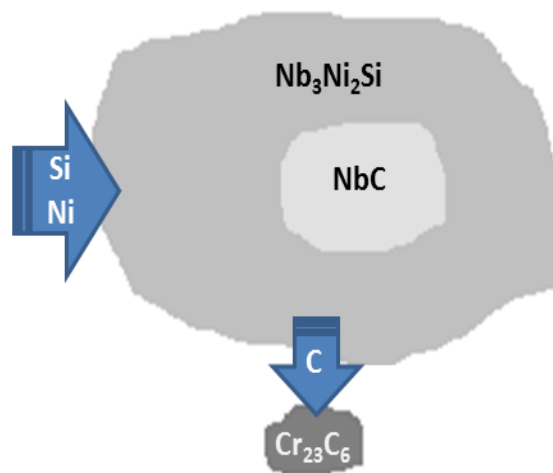


Figura 141 Proceso de difusión de los carburos primarios NbC al siliciuro de niobio.

Durante el proceso de envejecimiento, el níquel y el silicio difunden hacia el centro del carburo de niobio, mientras que el carbono difunde hacia la matriz, propiciando la formación de los carburos secundarios de cromo del tipo $M_{23}C_6$.

En cuanto a la temperatura de 950°C, la presencia de silicio se va volviendo más difícil de identificar conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, y esto pudiera ser debido a que el silicio difunde más rápido que el níquel al incrementar la temperatura a 950°C.

4.7.3 Cambios en las propiedades mecánicas

Debido a que no fue posible utilizar la información de las pruebas de tensión para el análisis, no se obtuvieron algunos elementos, como la elongación, para poder compararlo con otras aleaciones de estudios anteriores [11]. En la gráfica de la Figura 142 se puede observar el comparativo de resistencia a la compresión y dureza de la aleación A y B.

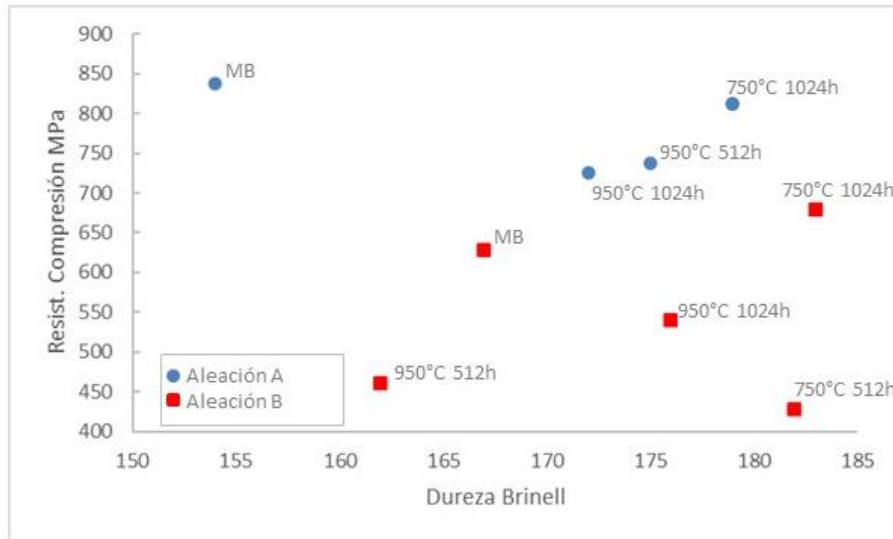


Figura 142 Propiedades mecánicas de las aleaciones A y B en su condición de colada y envejecidas a 750 y 950°C.

La gráfica de la Figura 143, muestra el comparativo de dureza entre las aleaciones A, B, C y D, la aleación F se descartó ya que su comportamiento es muy diferente al de estas aleaciones.

A 750°C se puede observar como la dureza se incrementa desde los inicios del tratamiento térmico, pero después de 64h tiende a estabilizarse, a excepción de la aleación C que aun después de las 1024h su incremento no se ha estabilizado conforme aumenta el tiempo de envejecimiento (después de 256 horas), esta disminución en la dureza es debido a que se presenta un ablandamiento con el tiempo similar a un recocido, el cual propicia que la dureza se disminuya o se mantenga y se puede verificar en su resistencia a la compresión (para las aleaciones A y B), la cual tiende a incrementarse o mantenerse después de 512h de tratamiento.

En cuanto a 950°C, las aleaciones A y B mantienen un incremento mínimo y muy parecido entre ellas, mientras que las aleaciones C y D incrementan más alto su dureza desde las primeras horas de tratamiento, pero después de 64h tienden a tener una estabilización en sus mediciones de dureza.

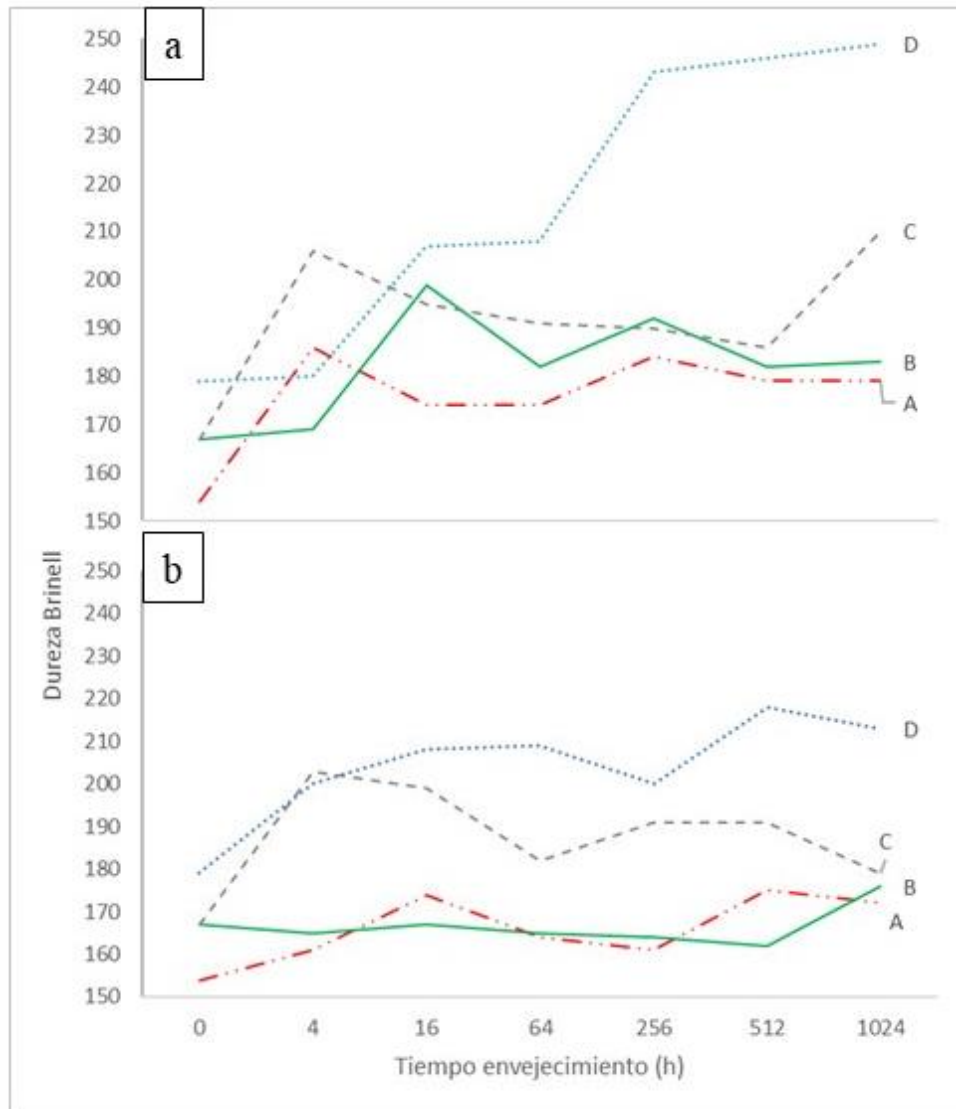


Figura 143 Gráfica comparativa del comportamiento de la dureza en las aleaciones A, B, C y D en su condición de colada y envejecidas a (a) 750° y (b) 950°C.

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

La presente investigación incluye el análisis del efecto del tratamiento térmico de envejecimiento sobre la microestructura y propiedades mecánicas de seis aleaciones resistentes al calor con diferente composición química. El tratamiento térmico consistió en el calentamiento a temperaturas de 750 y 950°C por diferentes periodos de tiempo, iniciando en 2h y hasta alcanzar las 1024 h se analizó la evolución microestructural en las aleaciones y su efecto en las propiedades mecánicas.

La microestructura de las aleaciones en su condición de colada es dendrítica, compuesta de una matriz de austenita y con carburos primarios interdendríticos. Se identificaron dos tipos de carburos primarios al analizar los resultados de SEM, EDX y XRD en las aleaciones, los primeros son del Tipo M_7C_3 , presentes en las seis aleaciones, los cuales son ricos en cromo. Los segundos del tipo NbC, presentes en las primeras cinco aleaciones, los cuales son ricos en niobio, la sexta aleación no contiene niobio.

Los cambios microestructurales y mecánicos en las aleaciones provocados por el tratamiento de envejecimiento desde las primeras horas, hasta completar las 1024h, se resumen como:

- Los carburos primarios ricos en niobio se transforman al siliciuro por medio de una difusión del silicio y níquel desde la matriz y del carbono del carburo a la matriz. Esta transformación se inicia en las primeras horas de tratamiento y no concluye aun después de las 1024h del mismo. Sin embargo, no fue posible determinar con certeza la estequiometría del siliciuro, pero sí su parámetro de red de 1.16 nm.
- Conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, a 950°C dificulta la identificación del silicio en la partícula, solo se encuentra níquel, debido a que el silicio difunde más rápido conforme se aumenta la temperatura.
- El niobio tiende a permanecer en el centro de los carburos conforme aumenta el tiempo de envejecimiento y tiende a reducirse en las fronteras del carburo.
- La transformación de los carburos de niobio al siliciuro en la aleación E, no se completa, debido a la presencia de titanio (0.08% wt.) en comparación con las aleaciones A-D, este incremento en el contenido provoca la formación de nitruros de titanio durante la solidificación de la austenita, éstos se forman antes de los carburos ricos en niobio después de que termina la solidificación de la austenita y rechaza la presencia de otros elementos dentro del carburo. En la aleación D no es posible observar la forma cuboide de los nitruros de titanio, sin embargo en la aleación F que contiene un mayor contenido de titanio (0.22% wt.), es muy fácil identificarlos.
- El carbono difunde de los carburos ricos en niobio hacia la matriz y favorece la formación de carburos secundarios del tipo $M_{23}C_6$ alrededor de ellos.

- Se encuentra un comportamiento de transformación muy similar, aun cuando existen diferencias en las composiciones químicas de las aleaciones A-E debido a la presencia de niobio, silicio y níquel. Sin embargo, en la aleación F las transformaciones que se llevan a cabo varían mucho en comparación con las primeras cinco aleaciones por la ausencia de niobio, pero ayuda a aclarar el efecto del titanio en mayores concentraciones.
- La dureza en las aleaciones A-D, se incrementa durante las primeras horas de tratamiento de manera similar, y después de cierto tiempo, ésta tiende a disminuir y lograr una estabilidad. Esto sucede en ambas temperaturas, con excepción de la aleación C que no se observa la reducción a 750°C. Este comportamiento se debe a un ablandamiento con el tiempo similar a un recocido y pudiera ser debido a la precipitación de carburos secundarios $M_{23}C_6$ en las primeras horas del envejecimiento y su estabilización en la formación de éstos, conforme aumenta el tiempo de envejecimiento, este comportamiento es muy similar en ambas temperaturas.
- Los resultados de las pruebas de compresión en las aleaciones A y B, muestran que a 750°C su resistencia se mantiene prácticamente constante, mientras que a 950°C hay una reducción aproximada del 14% para ambas aleaciones.

RECOMENDACIONES:

En base a la presente investigación, se sugieren las siguientes recomendaciones:

- Mejorar la identificación del siliciuro y su estequiometría mediante las técnicas de análisis de TEM o EBSD ya que en la presente investigación solo fue

posible identificarlo por EDX sin validar completamente su estequiometría por la técnica de difracción de rayos X.

- Ejecutar ensayos de tensión en las aleaciones obtenidas por fundición centrífuga, ya que así se producen a alta tasa de solidificación y enfriamiento, reduciendo el tamaño entre dendritas y se evitan la gran cantidad de poros presentes y es posible obtener mejores resultados para poder compararlos con investigaciones anteriores.
- Incluir en estudios futuros, condiciones donde se varíe la presión y temperatura durante el estudio.

REFERENCIAS

- [1] D. Roach y Van Echo, «"Coparison of the Properties of the HK-40 and HP-45 Cast Heat -Resistant Alloys",» de *Stainless Steel Castings*, ASTM STP 756, West Conshohocken, PA, ASTM International, 1982, pp. 275-312.
- [2] H. Wen-Tai y R. Honeycombe, «Structure of centrifugally cast austenitic stainless steels. Part 1. HK 40 as cast and after creep between 750 an 1000°C,» *Mater. Sci. Technol.*, vol. 1, pp. 385-389, 1985.
- [3] H. Wen-Tai y W. Honeycombe, «Structure of centrifugally cast austenitic stainless steels: Part 2. effects of Nb, Ti and Zr,» *Mater. Sci. Technol.*, vol. 1, pp. 390-397, 1895.
- [4] S. Zhu, J. Zhao y F. Wang, «"Creep Crack Growth of Hk40 Steel",» *Metall. Trans. A.*, vol. 21, nº 8, pp. 2237-2241, 1990.
- [5] C. Thomas, M. Borshevski y A. Marshall, «"Assessment of Thermal History of Niobium Modified HP50 Reformer Tubes by Microstructural Methods",» *Mater. Sci. Technol.*, vol. 8, nº 10, pp. 855-861, 1992.
- [6] G. Barbabela, L. Almeida, T. Silveira y I. Le May, «"Role of Nb in Modifying the Microstructure of Heat-Resistant Cast HP Steel",» *Mater. Charact.*, vol. 26, nº 3, pp. 193-197, 1991.
- [7] G. de Almeida Soares, L. de Almeida, T. da Siveira y I. Le May, «Niobium additions in HP heat-resistant cast stainless,» *Mater. Charact.*, vol. 29, pp. 387-396, 1992.

- [8] J. Rodríguez, S. Haro, A. Velasco y R. Colás, «"A Metallographic Study of Aging in a Cast Heat Resisting Alloy",» *Mater. Charact.*, vol. 45, nº 1, pp. 25-32, 2000.
- [9] J. Rodríguez, S. Haro y R. Colás, «"Aging of a Cast Ni-Base Heat Resistant Alloy",» *Int. J. Cast Met. Res.*, Vol. 17, No. 3, vol. 17, nº 3, pp. 188-192, 2004.
- [10] S. Haro, D. López, A. Velasco y R. Viramontes, «"Microstructural Factors That Determine the Weldability of a High Cr-High Si HK 40 Alloy",» *Mater. Chem. Phys.*, vol. 66, nº 1, pp. 90-96, 2000.
- [11] I. Sustaita-Torres, S. Haro-Rodríguez y R. Colás, «Aging of Cast 35Cr-45Ni Heat Resistant Alloys With Different Carbon Content,» *Materials Performance & Characterization*, vol. 5, nº 5, pp. 675-700, 2016.
- [12] I. Sustaita-Torres, S. Haro-Rodríguez y R. Colás, «"Aging of a Cast Heat Resistant Alloys 35Cr-45Ni0.1C (MORE40X) and 40Cr-45Ni-0.2C (UCX)",» *Materials Characterization*, R. Pérez Campos, A. Contreras Cuevas, and R. Esparza Muñoz, Eds., Springer, New York, pp. 79-87, 2015.
- [13] D. Powell, R. Polkington y D. Miller, «"The Precipitation Characteristics of 20 % Cr/25 % Ni-Nb Stabilized Stainless Steel",» *Acta Metall.*, vol. 36, nº 3, pp. 713-724, 1998.
- [14] J. Molina, "Evolución Microestructural del Acero Refractario HR40+Nb", México: Ph.D. thesis, Universidad Autónoma de Nuevo León, 1992.
- [15] K. Shinozaki, H. Kuroki, Y. Nakao, K. Nishimoto, M. Inui y M. Takahashi, «"Deterioration of Weldability of Long-Term Aged HP Heat-Resistant Cast Steel Containing Nb, Mo and W",» *Weld. Int.*, vol. 13, nº 4, pp. 39-48, 1999.
- [16] L. de Almeida, A. Ribeiro y I. Le May, «"Microstructural Characterization of Modified 25Cr-35Ni Centrifugally Cast Steel Furnace Tubes",» *Mater. Charact.*, vol. 49, nº 3, pp. 219-229, 2002.
- [17] B. Piekarski, «"Effect of Nb and Ti Additions on Microstructure, and Identification of Precipitates in Stabilized Ni-Cr Cast Austenitic Steels",» *Mater. Charact.*, vol. 47, nº 3-4, pp. 181-186, 2001.
- [18] L. de Almeida, P. Emygdio, I. Le May y F. Ferraz, «"Microstructural Characterization and Geometrical Analysis of Welded Joints of High Temperature Stainless Steel Tubes,

Microstructural Science",» de *Understanding Microstructure: Key to Advances In Materials*, Vol. 24, OH, American Society for Metals, 1996, pp. 193-198.

- [19] S. Shi y J. Lippold, «"Microstructure Evolution During Service Exposure of two cast, Heat-Resisting Stainless Steels - HP-Nb Modified and 20-32Nb",» *Mater. Charact.*, nº 59, pp. 1029-1040, 2008.
- [20] C. Liu y Y. Chen, «"Variations of the Microstructure and Mechanical Properties of HP40Nb Hydrogen Reformer Tube with Time at Elevated Temperature",» *Mater. and Design*, nº 32, pp. 2507-2512, 2011.
- [21] X. Guo, X. Jia, J. Gong, L. Geng y J. Tang, «"Effect of Long Term Aging on Microstructural Stabilization and Mechanical Properties of 20Cr32Ni1Nb Steel",» *Mater. Sci. & Engineer. A*, nº 690, pp. 62-70, 2017.
- [22] R. Ortega-Reyes, Comportamiento Microestructural y Mecánico en la Aleación Resistente al Calor HR32 Sometida a Tratamiento de Envejecimiento, Nuevo León, México: Universidad Autónoma de Nuevo León, 2016.
- [23] D. Josep, ASM Specialty Handbook: Heat Resistant Materials, ASM International, 1997.
- [24] D. Askeland, de *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, International Thompson S.A. de C.V., 1998, pp. 105-111.
- [25] H. Bakker, de *Difussion in Solid Metals and Alloys Vol. 26*, Mehrer, Helmut, 1990, pp. 1-14.
- [26] W. Callister, de *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, Reverté, S. A., 2016, pp. 95-107.
- [27] D. Josep, «Heat Resistant Casting Alloys,» de *Handbook ASM: Metallography And Microstructures*, Vol. 9, ASM International.
- [28] I. Sustaita-Torres, Envejecimiento de Aleaciones Resistentes al Calor 35Cr-45Ni Alto y Bajo Carbono, San Nicolás de los Garza, México: UANL, 2012.
- [29] D. Josep, ASM Handbook: Mechanical Testing and Evaluation Vol. 8, ASM International, 2000, p. 322.

- [30] V. Espinoza-Cantú, M. Guerrero-Mata, T. Lozano y R. Colás, «Evaluation of the Frictional Characteristics,» *Ingeniería Mecánica Tecnología y Desarrollo*, vol. 2, nº 6, pp. 200-2004, 2008.
- [31] A. Canales, J. Talamantes-Silva, D. Gloria, S. Valtierra y R. Colás, «Thermal Analysis during the solidification of Cast Al-Si Alloys,» *Therm. Acta*, pp. 82-87, 2010.
- [32] B. Roebuck, J. Lord, R. Varma y M. Loveday, *Measuring Flow Stress in Hot Axisymmetric Compression Tests*, Teddington: National Physical Laboratory, 1997.
- [33] A. Airod, H. Vandekinderen, J. Barros, R. Colás y Y. Houbaert, «Constitutive Equations for the Room Temperature Deformation of Commercial Purity Aluminum,» *J. Mat. Proc.*, nº 134, pp. 398-404, 2003.
- [34] E. Voce, «A Practical Strain-Hardening Function,» *Metallurgia*, nº 51, pp. 219-225, 1955.
- [35] E. Voce, «The Relation Between Stress and Strain for Homogeneous Deformation,» *J. Inst. Met.*, nº 74, pp. 537-562, 1948.
- [36] G. Wolberg y I. Alf, «An Energy-Minimization Framework for Monotonic Cubic Spline Interpolation,» *J. Comp. Appl. Math*, nº 143, pp. 145-188, 2002.
- [37] A. Airod, R. Petrov, R. Colás y Y. Houbaert, «Analysis of the Trip Effect by Means of Axisymmetric Compressive Test on Si-Mn Bearing Steel,» *ISIJ Int.*, nº 44, pp. 179-186, 2004.
- [38] A. Considère, «Mémoire sur l'emploi du fer et de l'acier dans les constructions,» *Annales des Ponts et Chaussées*, nº 9, pp. 574-775, 1985.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 Resistencia a la tensión en periodos cortos de tiempo para varios aceros inoxidables estándares. Todos los aceros fueron probados en condición de recocido, excepto el tipo martensítico 410, que fue tratado con un templado en aceite a 980°C 1800°F) y templado a 650°C (1200°F) [23]. 16
- Figura 2 Termofluencia a baja y alta temperatura de un material bajo un esfuerzo constante. A y B se refieren a la parte elástica de la carga; C muestra la transición de la primera etapa a un estado estable (segunda etapa); D muestra la transición del estado estable a la falla por termofluencia (tercera etapa) [23]...... 17
- Figura 3 Condiciones de termofluencia para aceros inoxidables austeníticos. (a) 1% de termofluencia a 100,000h, (b) 1% de termofluencia a 10,000h [23]...... 18
- Figura 4 Difusión de átomos en la superficie de un material, ilustrando el uso de la segunda ley de Fick [24]. 25
- Figura 5 Mecanismo de difusión directa (donde el círculo negro es el átomo foráneo saltando del intersticio 1 al 2, del 2 al 3, etc.) [25] 27

Figura 6 Ilustración del mecanismo de vacancias: el átomo marcado con negro se mueve saltando a la vacancia de su lado derecho (a) como se muestra en (b) [25].	28
Figura 7 Ilustración del mecanismo intersticial. En (a) un intersticio (círculo abierto en el centro del parámetro de red de la celda) se aproxima a un átomo foráneo (círculo negro), en (b) el átomo intercambia su posición con el que está en el intersticio. De esta forma, el átomo se ha vuelto un intersticial temporalmente, mientras que el original ha desaparecido ocupando un sitio regular del parámetro de red. En (c) el átomo ha saltado a un sitio regular empujando un átomo al sitio intersticial [25].	29
Figura 8 La energía de activación para la auto difusión es mayor conforme aumenta el punto de fusión de metal [24].	31
Figura 9 Imágenes SEM con electrones retrodispersados de aleación 34Cr-1.31Nb-0.49C a) en condición de colada y b) envejecida a 750°C después de 500 h [11].	34
Figura 10 Imagen TEM de aleación HP-NbTi envejecida a 900°C por 1000h, donde se muestran los carburos primarios (P-Cr) los carburos secundarios de cromo (S-Cr) y la fase G (G) [16].	35
Figura 11 Imagen SEM en electrones retrodispersados de aleación 20Cr32Ni1Nb después de envejecimiento a 950°C por a) 200 h y b)2000h [21].	35
Figura 12 Aleación HP40Nb después de 130,000h de servicio a 900°C [20].	36
Figura 13 Imagen SEM en electrones restrodispersados de aleación 20Cr32Ni1Nb envejecida a 950°C por 1000 h [21].	36
Figura 14 Cambios en la resistencia a la tensión y ductilidad debido al envejecimiento [11].	37

Figura 15 Diagrama experimental.....	40
Figura 16 Temperaturas de envejecimiento y tiempos utilizados en las muestras de a) 750°C aleaciones A-E, b) 950°C aleaciones A-E [22].....	41
Figura 17 Dimensiones probeta tensión [29].....	44
Figura 18 Dibujo probetas de compresión.	45
Figura 19 Microestructura de la aleación A en su condición de colada, 500X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).....	50
Figura 20 Microestructura de la aleación A en su condición de colada, 2000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).....	51
Figura 21 Microestructura de la aleación A, envejecida a 750°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	51
Figura 22 Microestructura de la aleación A, envejecida a 750°C durante 512 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	52
Figura 23 Microestructura de la aleación A, envejecida a 750°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	52
Figura 24 Microestructura de la aleación A, envejecida a 750°C durante 1024 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	53
Figura 25 Microestructura de la aleación A, envejecida a 950°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	53
Figura 26 Microestructura de la aleación A, envejecida a 950°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	54

Figura 27 Microestructura de la aleación A, envejecida a 950°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	54
Figura 28 Microestructura de la aleación A, envejecida a 950°C durante 1024 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	55
Figura 29 Análisis EDX puntual de carburo primario de niobio para la aleación A en su condición de colada.....	56
Figura 30 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de niobio en la aleación A en su condición de colada mostrado en la imagen (b).....	57
Figura 31 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio de la aleación A envejecida a 750°C durante (a) 512h y (b) 1024h.	58
Figura 32 Gráficos e imágenes de EDX lineales de los carburos de niobio en la aleación A envejecida a 750°C durante (a)(b) 512 y (c)(d) 1024h.	59
Figura 33 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio para la aleación A envejecida a 950°C durante (a) 512 y (b) 1024h.	59
Figura 34 Gráficos e imágenes de EDX lineales de carburo de niobio en la aleación A envejecida a 950°C durante (a)(b) 512 y (c)(d) 1024h.	60
Figura 35 Dureza Brinell para aleación A en su condición de colada y envejecida a a) 750 y b) 950°C.....	62
Figura 36 Ensayo de tensión en probetas de la aleación A.	63
Figura 37 Corrección de los datos carga-desplazamiento por el uso de la cinta de PTFE.....	65
Figura 38 Curvas $\sigma - \varepsilon$ sin corrección y corregida usando un coeficiente de fricción de 0.1.....	68

Figura 39 Ajuste de la curva experimental $\sigma - \varepsilon$ a la descrita por la ecuación (27).	68
Figura 40 Curvas de compresión de la aleación A.....	70
Figura 41 Espectro de difracción de rayos X de la aleación A en su condición de colada.	71
Figura 42 Espectro de difracción de rayos X de la aleación A envejecida a 750°C durante 512h.....	71
Figura 43 Espectro de difracción de rayos X de la aleación A envejecida a 750°C durante 1024h.....	72
Figura 44 Difractogramas de la aleación A en su condición de colada y envejecida a 750°C durante 512 y 1024h.	76
Figura 45 Resumen de propiedades mecánicas de la aleación A en su condición de colada y su comportamiento envejecida a a) 750 y b) 950°C.	77
Figura 46 Microestructura de la aleación B en su condición de colada, 500X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).....	78
Figura 47 Microestructura de la aleación B en su condición de colada, 2000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).....	79
Figura 48 Microestructura de la aleación B, envejecida a 750°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	79
Figura 49 Microestructura de la aleación B, envejecida a 750°C durante 512 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	80

Figura 50 Microestructura de la aleación B, envejecida a 750°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	80
Figura 51 Microestructura de la aleación B, envejecida a 750°C durante 1024 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	81
Figura 52 Microestructura de la aleación B, envejecida a 950°C durante 524 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	81
Figura 53 Microestructura de la aleación B, envejecida a 950°C durante 524 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	82
Figura 54 Microestructura de la aleación B, envejecida a 950°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	82
Figura 55 Microestructura de la aleación B, envejecida a 950°C durante 1024 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	83
Figura 56 Análisis EDX puntual de carburo primario de niobio para la aleación B en su condición de colada.....	84
Figura 57 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de niobio en la aleación B en su condición de colada mostrado en la imagen (b).....	84
Figura 58 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio de la aleación B envejecida a 750°C durante (a) 512h y (b) 1024h.	85
Figura 59 Gráficos e imágenes de EDX lineales de los carburos de niobio en la aleación B envejecida a 750°C durante (a)(b) 512 y (c)(d) 1024h.	86
Figura 60 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio para la aleación B envejecida a 950°C durante (a) 512 y (b) 1024h.	86
Figura 61 Gráficos e imágenes de EDX lineales de carburo de niobio en la aleación B envejecida a 950°C durante (a)(b) 524 y (c)(d) 1024h.	87

Figura 62 Gráfico de dureza Brinell para la aleación B en su condición de colada, así como envejecida a (a) 750 y (b) 950°C.....	89
Figura 63 Ensayo de tensión en probetas de la aleación B.	90
Figura 64 Curva de compresión de la aleación B	90
Figura 65 Espectro de difracción de rayos X de la aleación B en su condición de colada.	91
Figura 66 Espectro de difracción de rayos X de la aleación B envejecida a 750°C durante 512h.....	92
Figura 67 Espectro de difracción de rayos X de la aleación B envejecida a 750°C durante 1024h.....	92
Figura 68 Difractogramas de la aleación B en su condición de colada y envejecida a 750°C durante 512 y 1024h.	96
Figura 69 Resumen de propiedades mecánicas de la aleación B en su condición de colada, así como envejecida a 750 y 950°C	97
Figura 70 Microestructura de la aleación C en su condición de colada, 500X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).....	98
Figura 71 Microestructura de la aleación C en su condición de colada, 1000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).....	99
Figura 72 Microestructura de la aleación C, envejecida a 750°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	99
Figura 73 Microestructura de la aleación C, envejecida a 750°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	100

Figura 74 Microestructura de la aleación C, envejecida a 750°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	100
Figura 75 Microestructura de la aleación C, envejecida a 750°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	101
Figura 76 Microestructura de la aleación C, envejecida a 950°C durante 524 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	101
Figura 77 Microestructura de la aleación C, envejecida a 950°C durante 524 h, 5000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	102
Figura 78 Microestructura de la aleación C, envejecida a 950°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	102
Figura 79 Microestructura de la aleación C, envejecida a 950°C durante 1024 h, 7500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	103
Figura 80 Análisis EDX puntual de carburo primario de niobio para la aleación C en su condición de colada.....	104
Figura 81 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de niobio en la aleación C en su condición de colada mostrado en la imagen (b).....	104
Figura 82 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio de la aleación C envejecida a 750°C durante (a) 512h y (b) 1024h.	105
Figura 83 Gráficos e imágenes de EDX lineales de los carburos de niobio en la aleación C envejecida a 750°C durante (a)(b) 512 y (c)(d) 1024h.....	105
Figura 84 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio para la aleación C envejecida a 950°C durante (a) 512 y (b) 124h.	106
Figura 85 Gráficos e imágenes de EDX lineales de carburo de niobio en la aleación C envejecida a 950°C durante (a)(b) 524 y (c)(d) 1024h.....	107

Figura 86 Gráfico de Dureza Brinell de la aleación C en su condición de colada, así como envejecida a a) 750 y b) 950°C.	109
Figura 87 Microestructura de la aleación D en su condición de colada, 500X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).....	112
Figura 88 Microestructura de la aleación D en su condición de colada, 2000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).....	112
Figura 89 Microestructura de la aleación D, envejecida a 750°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	113
Figura 90 Microestructura de la aleación D, envejecida a 750°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	113
Figura 91 Microestructura de la aleación D, envejecida a 750°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	114
Figura 92 Microestructura de la aleación D, envejecida a 750°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	114
Figura 93 Microestructura de la aleación D, envejecida a 950°C durante 524 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	115
Figura 94 Microestructura de la aleación D, envejecida a 950°C durante 524 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	115
Figura 95 Microestructura de la aleación D, envejecida a 950°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	116
Figura 96 Microestructura de la aleación D, envejecida a 950°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	116

Figura 97 Análisis EDX puntual de carburo primario de niobio para la aleación D en su condición de colada.....	117
Figura 98 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de niobio en la aleación D en su condición de colada mostrado en la imagen (b).....	118
Figura 99 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio de la aleación D envejecida a 750°C durante (a) 512h y (b) 1024h.	118
Figura 100 Gráficos e imágenes de EDX lineales de los carburos de niobio en la aleación D envejecida a 750°C durante (a)(b) 512 y (c)(d) 1024h.	119
Figura 101 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio para la aleación D envejecida a 950°C durante (a) 512 y (b) 1024h.	120
Figura 102 Gráficos e imágenes de EDX lineales de carburo de niobio en la aleación D envejecida a 950°C durante (a)(b) 524 y (c)(d) 1024h.	120
Figura 103 Gráfico de Dureza Brinell de la aleación D en su condición de colada, así como envejecida a 750 y 950°C.....	122
Figura 104 Microestructura de la aleación E en su condición de colada, 500X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).....	125
Figura 105 Microestructura de la aleación E en su condición de colada, 2000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).....	126
Figura 106 Microestructura de la aleación E, envejecida a 750°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	127
Figura 107 Microestructura de la aleación E, envejecida a 750°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).	127

Figura 108 Microestructura de la aleación E, envejecida a 750°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	128
Figura 109 Microestructura de la aleación E, envejecida a 750°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	128
Figura 110 Análisis EDX puntual de carburo primario de niobio para la aleación E en su condición de colada.	129
Figura 111 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de niobio en la aleación E en su condición de colada mostrado en la imagen (b).....	130
Figura 112 Análisis EDX puntuales en carburos de niobio de la aleación E envejecida a 750°C durante (a) 512 y (b) 1024h.	130
Figura 113 Gráficos e imágenes de EDX lineales de los carburos de niobio en la aleación E envejecida a 750°C durante (a)(b) 512 y (c)(d) 1024 h.	131
Figura 114 Microestructura de la aleación F en su condición de colada, 500X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).....	133
Figura 115 Microestructura de la aleación F en su condición de colada, 2000X, tomada con microscopio electrónico de barrido con electrones retrodispersados (BE).....	134
Figura 116 Microestructura de la aleación F, envejecida a 750°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	134
Figura 117 Microestructura de la aleación F, envejecida a 750°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	135
Figura 118 Microestructura de la aleación F, envejecida a 750°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	135

Figura 119 Microestructura de la aleación F, envejecida a 750°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	136
Figura 120 Microestructura de la aleación F, envejecida a 950°C durante 512 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	136
Figura 121 Microestructura de la aleación F, envejecida a 950°C durante 512 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	137
Figura 122 Microestructura de la aleación F, envejecida a 950°C durante 1024 h, 500X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	137
Figura 123 Microestructura de la aleación F, envejecida a 950°C durante 1024 h, 2000X, SEM con electrones retrodispersados (BE).....	138
Figura 124 Análisis EDX de un área de la matriz para la aleación F en su condición de colada.	139
Figura 125 Análisis EDX puntual de carburo primario de cromo para la aleación F en su condición de colada.	139
Figura 126 Análisis EDX puntuales en titanio (a) y carburo de niobio (b) de la aleación F envejecida a 750°C durante 512 h.	140
Figura 127 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de cromo en la aleación F envejecido a 750°C durante 512h.....	140
Figura 128 Análisis EDX puntuales en carburo de cromo (a)(b) y del titanio (c) de la aleación F envejecida a 750°C durante 1024h.....	141
Figura 129 (a)(c) Gráfico EDX lineal de (b) carburo de cromo y (d) carburo de titanio (respectivamente) en la aleación F envejecido a 750° durante 1024h.	142

Figura 130 Análisis EDX puntuales en carburos de cromo (a) para las 2 tonalidades presentes (b)(c) de la aleación F envejecida a 950°C durante 512h.	143
Figura 131 Análisis EDX puntuales en carburos de titanio (a) para las 2 tonalidades presentes (b)(c) de la aleación F envejecida a 950°C durante 512h.	144
Figura 132 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de titanio en la aleación F envejecido a 950°C durante 512h.....	145
Figura 133 Análisis EDX puntuales en carburo de cromo (b) (c) y del titanio (d) de la aleación F envejecida a 950°C durante 1024h.....	146
Figura 134 (a) Gráfico EDX lineal de carburo de titanio en la aleación F envejecida a 950°C durante 1024 h.....	147
Figura 135 Gráfico de Dureza Brinell de la aleación C en su condición de colada, así como envejecida a 750 y 950°C.....	149
Figura 136 Gráfica de los principales elementos presentes en la composición química (% en peso) de las 6 aleaciones.....	152
Figura 137 Microestructura de las aleaciones analizadas en su condición de colada, 500X, microscopio electrónico de barrido, (a) Aleación A, (b) aleación B, (c) aleación C, (d) aleación D, (e) aleación E, (f) aleación F.....	154
Figura 138 Microestructura de las aleaciones analizadas, 1000X, microscopio electrónico de barrido, Aleación A: (a) Colada, (b) Envejecida a 750°C 1024 h, (c) Envejecida a 950°C 1024 h; aleación B: (d) Colada, (r) Envejecida a 750°C 1024 h, (f) Envejecida a 950°C 1024 h; aleación C: (g) Colada, (h) Envejecida a 750°C 1024 h, (i) Envejecida a 950°C 1024 h.	155

Figura 139 Cambios en los contenidos de niobio (a, b, c, d y e), silicio (f, g, h, j y k), y níquel (m, n, p, q y r) de la aleación A en su condición de colada (a, f, m), envejecida a 750°C durante 512h (b, g, n), 1024 h (c, h, p), 950°C durante 512h (d, j, q) y 1024h (e, k, r).....	158
Figura 140 Cambios en los contenidos de niobio (a, b, c), níquel (d, e, f), silicio (g, h, j), y titanio (k, l, m), de la aleación E en su condición de colada (a, d, g, k), envejecida a 750°C durante 512h (b, e, h, l), 1024 h (c, f, j, m).	159
Figura 141 Proceso de difusión de los carburos primarios NbC al siliciuro de niobio.	161
Figura 142 Propiedades mecánicas de las aleaciones A y B en su condición de colada y envejecidas a 750 y 950°C.	163
Figura 143 Gráfica comparativa del comportamiento de la dureza en las aleaciones A, B, C y D en su condición de colada y envejecidas a (a) 750° y (b) 950°C.....	164

LISTA DE TABLAS

TABLA I FUNCIÓN ERROR CORRESPONDIENTE A LA SEGUNDA LEY DE FICK [24].....	26
TABLA II DATOS DE DIFUSIÓN PARA MATERIALES SELECCIONADOS [24]	30
TABLA III ROL DE ELEMENTOS EN SUPERALEACIONES [27]	32
TABLA IV INFORMACIÓN RELACIONADA A LA FASE G Y η [11].	34
TABLA V COMPOSICIÓN QUÍMICA EN % EN PESO PARA LAS ALEACIONES.	39
TABLA VI RESUMEN DE PRUEBAS REALIZADAS A LAS DIFERENTES ALEACIONES.	49
TABLA VII RESUMEN DE PROPIEDADES MECÁNICAS ALEACIÓN A.	61
TABLA VIII RESUMEN DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE LA ALEACIÓN B.	88
TABLA IX RESUMEN DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE ALEACIÓN C.	108

TABLA X RESUMEN DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE ALEACIÓN D.. 121

TABLA XI RESUMEN DE PROPIEDADES MECÁNICAS DE ALEACIÓN F. 148