

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



**“ESTUDIO DEL EFECTO DE LA APLICACIÓN DE
PRETRATAMIENTOS TÉRMICOS DE ENVEJECIDO EN LA
SOLDABILIDAD DE UNA SUPERALEACIÓN INCONEL 939”**

P R E S E N T A:

MARCO AURELIO GONZÁLEZ ALBARRÁN

T E S I S

**EN OPCIÓN AL GRADO DE DOCTOR EN INGENIERÍA DE
MATERIALES**

CD. UNIVERSITARIA

NOVIEMBRE 2012

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



**“ESTUDIO DEL EFECTO DE LA APLICACIÓN DE
PRETRATAMIENTOS TÉRMICOS DE ENVEJECIDO EN LA
SOLDABILIDAD DE UNA SUPERALEACIÓN INCONEL 939”**

PRESENTA:
MARCO AURELIO GONZÁLEZ ALBARRÁN

TESIS

**EN OPCIÓN AL GRADO DE DOCTOR EN INGENIERÍA DE
MATERIALES**

CD. UNIVERSITARIA

NOVIEMBRE 2012

DEDICATORIA

Es un placer para mí poder dedicar el presente trabajo a mí amada esposa Mónica quien día a día durante esta etapa de nuestras vidas se mantuvo firme y tuvo la paciencia de apoyarme y alentarme para seguir adelante. Así también doy gracias a dios por darme la oportunidad concluir de la mejor manera con dicha tarea.

AGRADECIMIENTOS

En primera instancia quisiera agradecer a mi asesora, Dra. Dora Irma Martínez Delgado, por todo el apoyo, consejos y comentarios tan acertados, los cuales de manera eficaz y oportuna me fueron de mucha utilidad durante la realización del presente trabajo. Así también por compartir conmigo su amplia experiencia como investigadora y profesora en temas de esta índole.

De igual manera este trabajo no se hubiera podido llevar a cabo sin la asesoría y apoyo de doctores como; Dra. Ana Ma. Guzmán, Dr. Hugo Guajardo Martínez, Dr. Alberto Pérez Unzueta, Dr. Alejandro Garza Gómez, así como de colaboradores MC. Enrique Días Barriga y Dra. Esmeralda Saucedo Salazar de centros de investigación como el CIQA quienes me permitieron usar un equipo muy esencial (TEM) y a la vez brindaron asesoría muy importante relacionada con la interpretación de los resultados obtenidos en dicho equipo. Por lo cual es importante para mí agradecer su apoyo y asesoría invaluable. Así mismo también me gustaría agradecer a algunos de mis amigos más cercanos por alentarme concluir de la mejor manera con este proyecto.

Finalmente pero no menos importante, me gustaría agradecer ampliamente por el soporte económico y tecnológico a COMIMSA así como también al CONACyT y al PAYCIT también por el apoyo económico brindado y sin el cual no hubiera sido posible llevar a cabo esta investigación.

RESUMEN

En la presente tesis se reportan los resultados obtenidos de la investigación de la respuesta microestructural de la superaleación Inconel 939 a la aplicación de diversos pre-tratamientos térmicos de soldadura (PTTS) y su efecto en la soldabilidad de la misma. El material inicial (álabes de turbina sobre envejecidos) presentaban una microestructura de precipitados γ' sobre envejecidos con morfologías de cubos deformados con tamaños entre $1.13\mu\text{m}$ a $1.5\mu\text{m}$ y fracción volumen (F_v) de $\sim 65\%$. Así mismo se observó la presencia de carburos del tipo MC en forma de bloques gruesos y carburos del tipo $M_{23}C_6$ como películas continuas. Principalmente una vez aplicados los PTTS de 1145 y $1160^\circ\text{C}/4\text{hr}$ a diferentes temperaturas de envejecido se observaron dos diferente microestructuras: 1) Precipitados γ' esféricos ($357\text{-}442\text{ nm}$) distribuidos homogéneamente y de manera ordenada así como partículas de carburos MC dispersos tanto en los núcleos dendríticos así como en los límites interdendríticos; y 2) precipitados γ' con morfologías de cubos irregulares (octo-cubos) distribuidos en forma homogénea así como carburos gruesos MC dispersos de igual manera en los núcleos de las dendritas así como en los límites interdendríticos.

Las muestras con precipitados esféricos posterior a ser soldadas mediante el proceso TIG y con parámetros de aplicación como: calor de entrada y velocidad de aplicación bajos, usando un material de aporte más dúctil, presentaron una considerable mejora en la soldabilidad atribuida a la disminución del fenómeno de agrietamiento intergranular asociado a la formación de micro-fisuras formadas por el fenómeno de licuación parcial.

En la misma manera también se observó como este mecanismo de agrietamiento se disminuyó considerablemente en estas mismas muestras debido a que la microestructura (fases γ y γ') presenta valores bajos referentes al desajuste de red γ/γ' así como ausencia de

dislocaciones interfaciales, lo cual provoca que esta microestructura tenga la capacidad de aliviar los esfuerzos que se generan durante el proceso de soldadura.

Por lo contrario las muestras que presentaron microestructura consistente de precipitados γ' irregulares, evidenciaron un grado severo de licuación parcial intergranular, lo cual por ende resulta en una mayor susceptibilidad al agrietamiento, así como también en este tipo de morfologías se observó un mayor desajuste de red γ/γ' tanto en el metal base (MB) así como en la zona afectada por el calor (ZAC), aunado a esto en la ZAC se observó una alta densidad de dislocaciones interfaciales, lo cual sugiere una mayor deformación coherente, por ende este tipo de microestructura no tiene la capacidad de aliviar los esfuerzos que se generan durante el procesos de soldadura y por consiguiente son más susceptibles a presentar agrietamiento intergranular.

Esta misma condición microestructural de precipitados γ' esféricos e irregulares, presentaron la misma tendencia durante los tratamientos térmicos finales de envejecido, es decir la microestructura de los precipitados esféricos mostro una considerable resistencia a presentar agrietamiento por envejecido comparada con la de los precipitados irregulares.

TABLA DE CONTENIDO

DEDICATORIA.....	i
AGRADECIMIENTOS.....	ii
RESUMEN.....	iii
Lista de Tablas.....	viii
Lista de Figuras.....	ix
Lista de Nomenclatura.....	xiii
CAPITULO 1 INTRODUCCIÓN.....	1
1.1 PROBLEMÁTICA, OBJETIVOS, HIPÓTESIS.....	3
1.2 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	5
CAPITULO 2 MARCO TEÓRICO.....	7
2.1 CLASIFICACIÓN DE LAS SUPERALEACIONES	7
2.2 APLICACIÓN DE LAS SUPERALEACIONES	9
2.3 DIAGRAMAS DE FASE.....	11
2.4 MICROESTRUCTURA DE SUPERALEACIONES BASE NÍQUEL.....	13
2.4.1 <i>Microestructuras formadas a partir de transformaciones en el estado sólido.....</i>	<i>14</i>
2.4.1.1 Precipitación de gamma prima γ' en gamma γ	14
2.4.1.2 Carburos.....	16
2.5 EFECTO DE LOS ELEMENTOS DE ALEACIÓN EN LA MICROESTRUCTURA.....	18
2.6 MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO DE LAS SUPERALEACIONES.....	20
2.6.1 <i>Endurecimiento por solución sólida.....</i>	<i>21</i>
2.6.2 <i>Endurecimiento por precipitación.....</i>	<i>24</i>
2.6.2.1 Fracción volumen de γ'	26
2.6.2.2 Carburos.....	28
2.7 FENÓMENOS IMPLÍCITOS EN LA REACCIÓN DE PRECIPITACIÓN	29
2.7.1 <i>Desajuste de la red cristalina $\gamma-\gamma'$.....</i>	<i>29</i>
2.7.2 <i>Formación de un Límite Anti-fases (APB- Anti-phase boundary).....</i>	<i>30</i>
2.7.3 <i>Ostwald ripening de partículas γ'.....</i>	<i>32</i>
2.7.3.1 Teoría LSW de Ostwald Ripening.....	33
2.8 MODELOS DEL MECANISMO DE ENDURECIMIENTO POR LA INTERACCIÓN $\gamma-\gamma'$	34
2.8.1 <i>Mecanismo de Oroawa.....</i>	<i>34</i>
2.8.2 <i>Corte de partículas.....</i>	<i>34</i>

2.9	TRATAMIENTOS TÉRMICOS Y SUS EFECTOS	35
2.9.1	<i>Tratamiento térmico de solubilizado</i>	35
2.9.2	<i>Tratamiento térmico de estabilización</i>	36
2.10	SOLDABILIDAD Y PROCESOS DE SOLDADURA	38
2.10.1	<i>Aspectos generales</i>	38
2.10.2	<i>Agrietamiento en los procesos de soldadura por fusión</i>	41
	2.10.2.1 Agrietamiento en caliente	41
	2.10.2.2 Agrietamiento por envejecido.....	45
2.10.3	<i>Clasificación de los procesos de soldadura</i>	48
	2.10.3.1 Proceso de soldadura por arco de Tungsteno.....	49
CAPITULO 3 ANTECEDENTES DE LA SUPERALEACIÓN INCONEL 939		53
3.1	MATERIAL	53
3.2	TRATAMIENTOS TÉRMICOS	54
3.3	SOLDABILIDAD	56
3.4	ALCANCE DE LA PRESENTE INVESTIGACIÓN.....	57
CAPITULO 4 DESARROLLO EXPERIMENTAL.....		58
4.1	MATERIAL	58
4.2	PREPARACIÓN DE MUESTRAS	59
4.3	TRATAMIENTOS TÉRMICOS	60
4.4	MEDICIÓN DE MICRODUREZA.....	63
4.5	PROCESO DE APLICACIÓN DE SOLDADURA TIG.....	63
4.6	MICROSCOPIA ÓPTICA Y ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	64
4.7	DETERMINACIÓN DE FRACCIÓN VOLUMEN DE γ'	65
4.8	MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN.....	65
4.9	DETERMINACIÓN DEL DESAJUSTE DE LA RED CRISTALINA γ - γ'	66
CAPITULO 5 DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....		66
5.1	MICROESTRUCTURA	66
5.1.1	<i>Microestructura inicial del material</i>	67
5.1.2	<i>Microestructura de los especímenes posterior a ser pre-tratados térmicamente</i>	74
5.1.3	<i>Microestructura de especímenes posterior a ser soldados (ZAC)</i>	83
5.1.4	<i>Efecto de la licuación constitucional intergranular en el agrietamiento de la ZAC</i>	87
5.2	EVALUACIÓN MICROESTRUCTURAL POR TEM.....	97
5.2.1	<i>Parámetro de red y determinación de desajuste de red $\gamma\gamma'$ (misfit)</i>	104
5.2.2	<i>Efecto del endurecimiento coherente en la formación de grietas en la ZAC</i>	108
	5.2.2.1 Cálculo de la deformación coherente a partir del desajuste δ	108
5.3	INFLUENCIA DE LA MICROESTRUCTURA EN EL AGRIETAMIENTO POR ENVEJECIDO	109

CAPITULO 6 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	112
6.1 CONCLUSIONES.....	112
6.2 RECOMENDACIONES.....	114
REFERENCIAS.....	115
ANEXO A Datos para selección y cálculo de parámetros de soldadura utilizados	
ANEXO B Fotografías utilizadas para cálculo de F_v y medición de tamaño de partícula en muestras tratadas térmicamente a 1160 y 1140°C/4hr	
ANEXO C Fotografías HRTEM y patrones FFT utilizadas para cálculo del parámetro de red (a)	
ANEXO D Datos para caculo de parámetro de red (a), desajuste (δ) y deformación coherente (ϵ)	

Lista de Tablas

Tabla 1. Rango de composición de los elementos de aleación principales en las superaleaciones; Fe-Ni y base Ni.....	18
Tabla 2. Efecto de los elementos de aleación en las superaleaciones base níquel.....	19
Tabla 3. Composición nominal de la superaleación Inconel 939.....	54
Tabla 4. Propiedades de resistencia a la ruptura a 816 y 870°C [32].....	55
Tabla 5. Composición química de la superaleación Inconel 939.....	59
Tabla 6. Nomenclatura de muestras para cada condición de pre-tratamiento térmico de envejecido.....	62
Tabla 7. Composición química de la aleación de aporte A230.....	64
Tabla 8. Lista de pre-tratamientos térmicos de soldadura.....	76
Tabla 9. Distribución y morfología de carburos como resultado del pre-tratamiento térmico de soldadura aplicado.....	77
Tabla 10. Distribución y morfología de γ' como resultado del pre-tratamiento térmico de envejecido.....	78
Tabla 11. Relación tamaño de precipitado con respecto a tratamiento térmico aplicado....	83
Tabla 12. Parámetros de red y valores de desajuste de red γ/γ'	106

Lista de Figuras

Figura 1. Diagrama de flujo de proceso experimental.....	6
Figura 2 Temperatura de fusión vs resistencia a alta temperatura [1].....	9
Figura 3. Comportamiento general de la resistencia a la ruptura de diversas superaleaciones [1].....	10
Figura 4. Esquema de turbina en el cual se ilustra el tipo de material acorde a la temperatura de operación [12].....	11
Figura 5. Diagrama de fase binario Ni-Al [13].....	12
Figura 6. Diagramas de fase ternarios Ni-Ti-Al [14].....	13
Figura 7. Modelo de celda unitaria de estructura cristalina de γ' [14].....	15
Figura 8. Esquema de la evolución del cambio de morfología de γ' durante enfriamiento continuo. Esfera \rightarrow cubo \rightarrow cubos degenerados (diced cubes) \rightarrow octodendritas \rightarrow dendritas [15,16].....	17
Figura 9. Elementos de aleación utilizados en las superaleaciones base níquel, los elementos de menor cantidad se marcan con líneas cruzadas [1].....	21
Figura 10. Diagrama esquemático, el cual ilustra el efecto de los elementos de aleación en el nivel de deformación coherente [3].....	24
Figura 12. Estructura L12, cP4 del precipitado Ni ₃ (Al,Ti), la letra b indica el vector $\frac{1}{2}(110)$ [21].....	25
Figura 13. Relación entre diámetro de partícula y dureza, para una aleación base níquel con 22% Cr, 2.8%Ti, 3.1%Al [3].....	26
Figura 14. Efecto del porcentaje de γ' en la resistencia de las superaleaciones base níquel a diferentes temperaturas [3].	28

Figura 15. Esfuerzo de cedencia en fusión de la temperatura y él % de γ' (diferente composición) [19].....	29
Figura 16. Limite anti-fase (APB) entre dos dislocaciones súper-parciales [21].....	32
Figura 17. Efecto de la temperatura y tiempo de envejecido en la resistencia a la ruptura [22].....	39
Figura 18. Diagrama de soldabilidad de superaleaciones base níquel [24].....	40
Figura 19. Licuación de los límites de grano en la región de ZAC [30].....	43
Figura 20. Tres mecanismos de licuación principales en la región de ZAC, uno dentro de la zona de solubilidad sólida y dos por arriba de la línea de solubilidad sólida [30].....	44
Figura 21. Representación esquemática de formación de películas ricas en solido en la zona de ZAC [30].....	46
Figura 22. Representación esquemática de agrietamiento por envejecido [30].....	49
Figura 23. a) Efecto de la velocidad de calentamiento en la tendencia al agrietamiento en el tratamiento térmico de solubilizado posterior a la soldadura (Rene 41), b) Efecto de la concentración de los elementos de aleación Hierro, Silicio, Manganeso, Azufre en la tendencia al agrietamiento durante el pos-tratamiento térmico de soldadura (Rene 41) [11].....	50
Figura 24. Esquema de equipo utilizado para proceso TIG [30].....	52
Figura 25. Ingeniería de álabe y zonas de obtención de muestras.....	62
Figura 26. Esquema de ciclos térmicos aplicados.....	63
Figura 27. Micrografía óptica de la microestructura de la raíz del álabe.....	70
Figura 28. Micrografía vía MEB de la distribución y morfología de los carburos en la raíz del álabe.....	70

Figura 29. EDS de los carburos MC en la raíz del álabe.....	71
Figura 30. EDS de carburos tipo M23C6.....	71
Figura 31. Micrografía vía MEB del precipitado γ' en su condición inicial.....	72
Figura 33. Micrografía vía MEB de carburos con morfología escritura china tipo MC y películas gruesas continuas tipo M23C6.....	74
Figura 34. EDS de los carburos MC en la raíz del álabe.....	74
Figura 35. EDS de carburos tipo M23C6.....	75
Figura 36. Micrografía vía MEB del precipitado γ' sobre envejecido.....	76
Figura 37. Micrografía vía MEB de la distribución de γ' primaria y secundaria posterior a PTTS.....	80
Figura 38. Micrografía vía MEB de la distribución de de carburos MC posterior a PTTS.....	81
Figura 39. EDS de los carburos MC posterior a PTTS.....	82
Figura 40. Micrografía vía MEB de la de la distribución de γ' primaria y secundaria posterior a PTTS (temperaturas de envejecido 900 y 850°C).....	84
Figura 41. Micrografía vía MEB de eutécticos γ - γ' sin disolver.....	84
Figura 42. Micrografía vía MEB de cadenas continuas de carburos M23C6 posterior a PTTS.....	85
Figura 43. % de Fracción volumen de γ' a las diferentes condiciones de PTTS.....	86
Figura 44. Micrografía vía MEB de la sección transversal de soldadura TIG de un solo paso (imagen con electrones retro-dispersados).....	87
Figura 45. Micrografía vía MEB muestra MPL adyacente a ZF.....	88

Figura 46. Micrografía vía MEB de agrietamiento zigzagueante en ZAC típico de grietas por licuación.....	89
Figura 47. Micrografía vía MEB de productos resolidificados asociado con licuación de carburos MC y partículas γ'	90
Figura 48. Micrografía vía MEB de la microestructura en la ZAC, se observa licuación constitucional de partículas γ' irregulares.....	92
Figura 49. Micrografía vía MEB de la microestructura en la ZAC, se observa licuación constitucional de partículas γ' (esféricas).....	93
Figura 50. Micrografía vía MEB de licuación constitucional de carburos MC.....	94
Figura 51. Micrografía vía MEB de licuación constitucional de carburos MC.....	94
Figura 52. Dureza del metal base de los especímenes PTTS.....	96
Figura 53. Distribución de dureza en la soldadura TIG.....	98
Figura 54. Micrografía vía MEB de distribución de microestructura (precipitados γ' esféricos), Zonas: 1) MB; 2) Centro de ZAC y 3) Cerca de ZF.....	98
Figura 55. Micrografía vía MEB de distribución de microestructura (precipitados γ' irregulares), Zonas: 1) MB; 2) Centro de ZAC y 3) Cerca de ZF.	99
Figura 56. Micrografías HRTEM de: (a) súper-red de la fase γ' ; (b) Patrón de difracción que muestra las reflexiones principales así como las reflexiones de súper-red correspondientes a la fase γ' -fcc; (c) red cristalina normal de la fase γ , (d) Patrón de difracción que muestra las reflexiones correspondientes a la fase γ -fcc.....	105
Figura 57. Micrografías de campo claro vía TEM de muestra H3: (a) morfología de precipitados γ' en MB y (b) morfología de precipitados γ' en ZAC.....	106
Figura 58. Micrografías de campo claro vía TEM de muestra H5: (a) morfología de precipitados γ' y dislocaciones en MB y (b) morfología de precipitados γ' y dislocaciones en ZAC.....	107

Figura 59. Micrografías HRTEM de la muestra H3: (a) fase γ en la ZAC; (b) FFT de la fase γ en el eje de zona $[01\bar{1}]$; (c) fase γ' en la ZAC; (d) FFT de la fase γ' en el eje de zona $[\bar{1}10]$	110
Figura 60. Micrografías HRTEM de la muestra H5: (a) fase γ en la ZAC; (b) FFT de la fase γ en el eje de zona $[01\bar{1}]$; (c) fase γ' en la ZAC; (d) FFT de la fase γ' en el eje de zona $[\bar{1}10]$	111
Figura 61. Micrografía vía MEB de las muestras con tratamiento final $11160^{\circ}\text{C}/4\text{hr} + 750^{\circ}\text{C}/18\text{hr}$: (a) sección transversal de soldadura TIG; (b) Distribución de carburos en ZAC; (c) distribución y morfología de precipitados γ' en MB y ZAC; (d) precipitación de partículas γ' en ZF.....	114
Figura 62. Distribución de dureza en la soldadura TIG.....	115

Lista de Nomenclatura

IN939 Superaleación base Níquel endurecible por precipitación de precipitados γ' ; marca registrada por International Nickel Co. Ltd.

Fcc Estructura cristalina cubica centrada en las caras

L1₂ Súper-red de la estructura fcc del tipo Cu₃Au.

γ' Precipitado Ni₃(Al,Ti) con súper-red L1₂.

Fv Fracción volumen.

PPTS Pre-tratamiento térmico de soldadura.

EH Enfriamiento en horno.

EA Enfriamiento en agua.

P_f Punto de fusión.

N_v Número de electrones de vacancia.

T_F Temperatura de fusión.

YS Esfuerzo de cedencia.

b Vector de Burguers

δ Desajuste de red cristalina

ϵ Deformación coherente

APB Limite anti-fase (Anti-phase boundary).

ϵ_c Deformación crítica.

CRSS Esfuerzo critico de corte.

LSW Teoría Lifshitz y Slyozov, y Wagner.

ZAC Zona afectada por el calor.

MB Metal base.

ZF Zona de fusión.

GTAW (TIG) Soldadura por arco de tungsteno.

MEB Microscopio electrónico de barrido.
TEM Microscopio electrónico de transmisión.
V_c Velocidad de calentamiento.
V_E Velocidad de enfriamiento.
V Voltaje.
A Amperaje.
HI Calor de entrada
S Velocidad de aplicación de soldadura
A230 Material base Níquel de electrodo de aporte, no endurecible por precipitación.
EDAX Espectrómetro de energía dispersa de rayos-X.
LG Límite de grano.
LID Límites interdendríticos.
MPL Migración de películas de líquido
HRTEM Imágenes de alta resolución por TEM
FFT Inversa rápida de Fourier.

Capítulo 1

INTRODUCCIÓN

Diferentes aleaciones han sido utilizadas en componentes que operan a temperaturas elevadas, estas aleaciones deben ser capaces de soportar condiciones como son; deterioro por efecto de la atmósfera de servicio, deben poseer suficiente resistencia acorde a las condiciones de diseño y tener la estabilidad adecuada para soportar los cambios metalúrgicos estructurales a las temperaturas de operación [1].

Las superaleaciones pertenecen a una importante clase de materiales complejos que exhiben alta resistencia y resistencia a la oxidación a temperaturas elevadas de 650°C a 1100°C en atmósferas agresivas tales como las que se tienen en la zona caliente de las turbinas de gas [2]. En los últimos 45 años la fabricación de turbinas de gas ha evolucionado, enfocándose principalmente al incremento de la eficiencia, reducción de costos y mejor desempeño, para cumplir con dicha demanda ha sido necesario desarrollar e innovar materiales que presenten mayor resistencia a temperaturas elevadas. Existen tres grupos de superaleaciones (base-Fe, base-Ni y base-Co), las cuales a su vez se subclasifican en vaciadas y forjadas. Las superaleaciones base níquel han sido de las más ampliamente utilizadas para cumplir con dichos requerimientos, debido a su excelente resistencia a la corrosión, alta resistencia combinada con ductilidad, resistencia a la fatiga, termo fluencia y principalmente debido a que presenta excelentes propiedades físicas y mecánicas a altas temperaturas. La gama de aleaciones base níquel desarrolladas y utilizadas, incluye desde; aleaciones diluidas, aleaciones endurecidas por solución sólida hasta las de alta aleación endurecidas por precipitación [3, 4, 5].

Las superaleaciones base níquel endurecidas por precipitación del tipo gama-gama prima (γ - γ'), son de las más utilizadas en los componentes de la sección caliente de las turbinas de gas, tales como alabes, paletas, etc. [6]. La presencia de precipitados de γ'

$\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ es la responsables de la alta resistencia mecánica que presentan éstas aleaciones a altas temperaturas [7].

Esta fase presenta una estructura de súper red y precipita fuera de la matriz desordenada de austenita γ -fcc (cubica centrada en las caras) en forma coherente. Su estructura cristalina primitiva fcc- $L1_2$ (donde los átomos de Ni se acomodan en el centro de las caras del cubo y los átomos de Al,Ti en las esquinas del cubo. La forma, tamaño, distribución y fracción en volumen de los precipitados de γ' , afectan directamente en las propiedades mecánicas resultantes en éste tipo de aleaciones. La composición química de una gran gama de superaleaciones base níquel fabricados por forja, es controlada para obtener una alta fracción en volumen de precipitados de γ' (mayores al 0.75%) [8, 9].

La superaleación base níquel IN939, es una de las aleaciones endurecidas por precipitación y de las más utilizadas de éste tipo actualmente en la fabricación de alabes de turbinas de gas terrestres y marinas. Sus mayores contenidos de Cr y Co, reducen la solubilidad de γ' dando lugar a la máxima precipitación de ésta fase. El tamaño de grano grueso de las fundiciones, comparado con el tamaño de grano fino del forjado, favorece la resistencia a muy altas temperaturas. Los productos trabajados o forjados presentan mejor resistencia y ductilidad que las fundiciones a temperaturas ambiente a moderadamente altas temperaturas cercanas a 540 °C, los productos trabajados generalmente presentan mejor resistencia a la fractura y propiedades de fatiga [4, 5].

Debido a que los componentes fabricados con estas superaleaciones, operan por periodos largos, es de esperarse que en zonas críticas como por ejemplo los alabes de la zona caliente en turbinas, sufran cierto tipo de degradación [6]. Un tipo de degradación típico en los alabes después de un periodo de servicio, es el daño interno de la microestructura por efecto del envejecimiento de los precipitados de la fase γ' [$\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$], crecimiento de grano, precipitación de carburos y/o formación de fases frágiles [10]. En este punto es importante reiterar que las propiedades de resistencia mecánica de las aleaciones base níquel, dependen directamente de la precipitación de la fase γ' .

Para reducir costos de mantenimiento e intervalos de optimización de inspección, las industrias requieren de un mejor entendimiento de los mecanismos y velocidad de degradación de éstos componentes cuando están en servicio, por lo cual definir la estabilidad térmica óptima de la microestructura de γ' en éstas superaleaciones es muy importante. Ésta estabilidad de la microestructura, se logra mediante la reducción del desajuste de la red γ/γ' (por lo tanto la energía interfazilla precipitado-matriz). El hablar de estabilidad microestructural, implica la capacidad del material a mantener su microestructura y propiedades mecánicas, posterior a haber estado expuesto a esfuerzos y temperaturas elevadas por periodos de tiempo largos [4, 6].

1.1 Problemática, Objetivos, Hipótesis

Problemática

La demanda de materiales requeridos en la fabricación de turbinas de mayor eficiencia utilizadas en la industria aeronáutica y para la generación de energía, se ha incrementado en las últimas décadas. El conocimiento en los métodos de fabricación y comportamiento de muchos de estos materiales es limitado. Actualmente existen proyectos relacionados con la fabricación así como para la recuperación de componentes de zonas críticas de las turbinas de gas. Superaleaciones como la Inconel 939 son de las más utilizadas para la fabricación de dichos componentes dados sus altos valores de resistencia mecánica y de corrosión a temperaturas elevadas, sin embargo es de las superaleaciones más difíciles de tratar desde el punto de vista metalúrgico, dado que ésta cuenta con una concentración de la fase gamma prima (γ') por arriba del 50 %. La información existente al respecto sobre ésta aleación es muy limitada y confidencial, por lo que es necesario y de gran importancia llevar a cabo un estudio como el que se propone y así contribuir con la generación de conocimiento

Objetivos

General

Optimización de tratamientos térmicos (Temperatura y tiempo, de exposición), con el fin de obtener información del comportamiento microestructural (distribución, fracción volumen y morfología de precipitados γ') y su efecto en la soldabilidad de una superaleación Inconel 939.

Particulares

- Evaluación de la formación de grietas en la zona afectada por el calor (ZAC) por medio de microscopía óptica y electrónica de barrido.
- Identificar por medio de microscopía electrónica de barrido las condiciones microestructurales que afectan el agrietamiento de la zona de ZAC.
- Determinación del parámetro de red de γ y γ' por medio de microscopía electrónica de transmisión.
- Determinación del desajuste de la red cristalina γ - γ' y su efecto en la deformación coherente de la misma.

Hipótesis

Mediante la aplicación de tratamientos térmicos se pueden controlar valores óptimos de fracción en volumen, tamaños y distribución, velocidad de engrosamiento y distorsión de la red cristalina de la fase γ' con respecto a la matriz, con el fin de definir las variables que permitan controlar el agrietamiento de la zona afectada por el calor durante los procesos de soldadura y por ende mejorar la soldabilidad de este tipo de superaleaciones base níquel.

1.2 Metodología Experimental

Optimización del tratamiento térmico de envejecido con el fin de proponer alternativas que mejoren la soldabilidad de éste tipo de superaleaciones.

Se realizará el tratamiento térmico en dos etapas, primera etapa: solubilizado (se pretende disolver los precipitados de la fase γ' sobre-envejecida), y posteriormente envejecido (crecimiento y engrosamiento controlado de precipitados). El tratamiento térmico se llevará a cabo de acuerdo a las siguientes condiciones de prueba:

- Equipo: Horno de resistencias con rangos de capacidad de 700 a 1500 °C,
- Software para control de rampas de calentamiento y enfriamiento,

Una vez realizados los tratamientos térmicos en las muestras se procederá con la caracterización mediante:

- Medición de dureza,
- Microscopía electrónica de barrido,
- Microscopía electrónica de transmisión,
- Determinación de la fracción volumen,
- Determinación del parámetro de red cristalina de la matriz γ y la fase γ' ,
- Determinación del desajuste de la red cristalina γ/γ' .

La evaluación de los diferentes tratamientos térmicos se llevara a cabo de la siguiente manera, determinación de microestructuras, tamaño de precipitado γ' y distribución resultantes en cada uno de los tratamientos (tratamiento en dos etapas), determinación de la fracción volumen de γ' . Posteriormente los especímenes tratados térmicamente serán soldados mediante un proceso de soldadura por fusión y se evaluará si se lleva a cabo o no la formación de grietas en la zona afectada por el calor (ZAC) durante el procesos de soldadura o en tratamientos posteriores de envejecido, así como los posibles mecanismos implícitos y el efecto de los tratamientos térmicos (microestructura) en dichos mecanismos de formación o ausencia de estas de grietas.

A continuación en la Figura 1 se muestra un diagrama de flujo de la secuencia y condiciones de los tratamientos térmicos que se van a llevar a cabo:

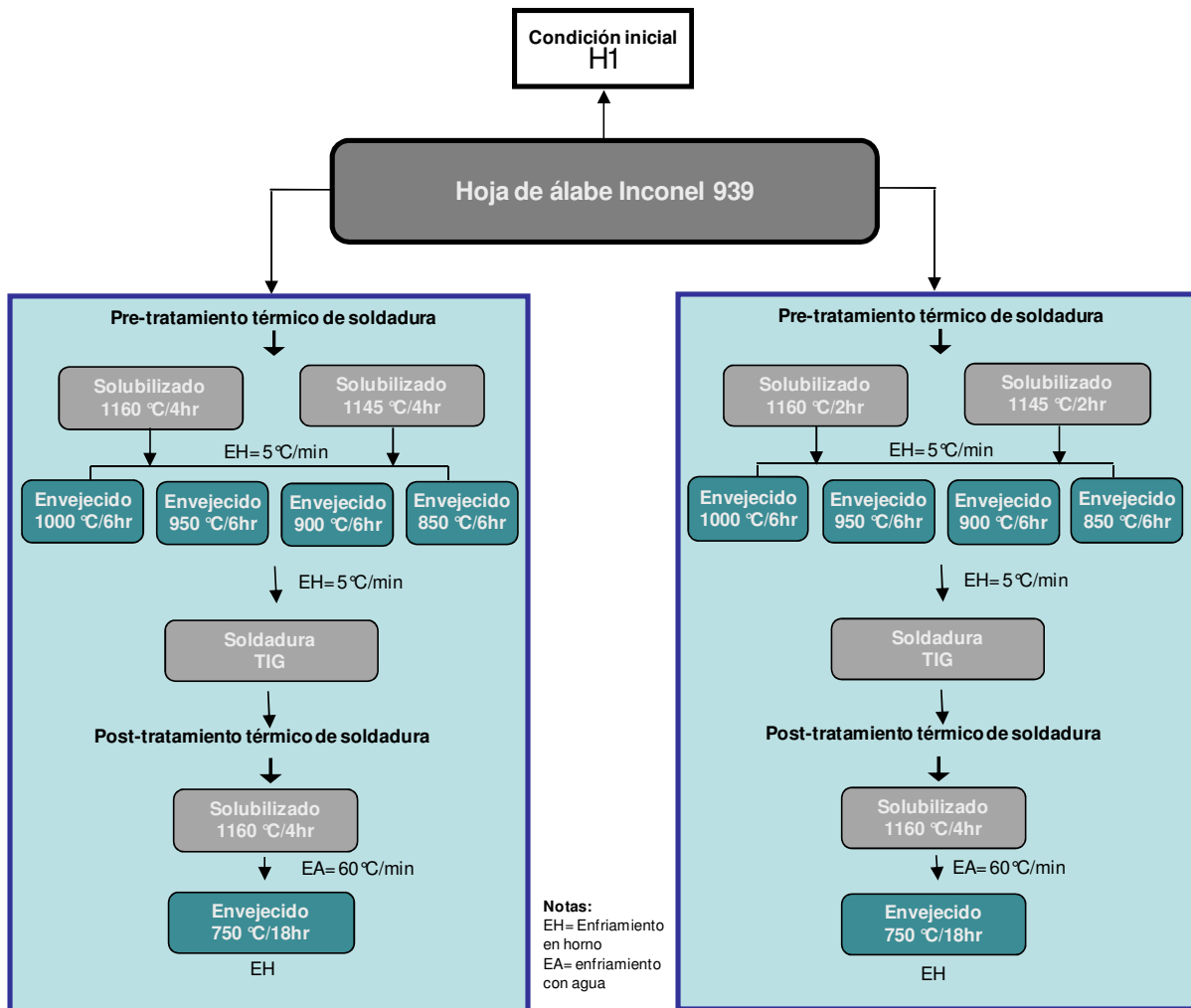


Figura 1. Diagrama de flujo de proceso experimental.

Capítulo 2

MARCO TEÓRICO

2.1 Clasificación de las superaleaciones

Se denominan superaleaciones a un grupo de materiales que generalmente son utilizados a temperaturas de aproximadamente 540°C y/o superiores y cuya composición puede ser; base níquel, Níquel-hierro y base Cobalto [1, 11]. Las superaleaciones pueden ser termo-tratables o vaciadas dependiendo de la aplicación/composición implícitas.

Debido a las propiedades que poseen a temperaturas elevadas como; resistencia mecánica alta (fatiga térmica y termo-fluencia), resistencia al ataque del medio en el cual operan (carbonización, oxidación, sulfuración etc.) y buena estabilidad metalúrgica, es que son ampliamente utilizadas en la industria aeroespacial y para la generación de energía. Por lo cual, en los últimos diez años se han realizado avances tecnológicos en el desarrollo de modernos motores de aviones turbinas y turbinas de gas para la generación de energía coincidiendo con significativos logros de ingeniería en el área de la metalurgia de superaleaciones base níquel.

Las superaleaciones pertenecen a un importante grupo de materiales complejos su fabricación se basa principalmente en los elementos del grupo VIII A, exhibiendo alta resistencia mecánica y resistencia a la oxidación a temperaturas elevadas de 650°C a 1100°C en atmósferas agresivas tales como las que se tienen en la zona caliente de la turbina de gas.

Tal como se mencionó previamente existen tres grupos de superaleaciones (base hierro-níquel, base níquel, y base cobalto) los cuales además se subdividen en vaciadas y forjadas (dentro de las forjadas se incluye también a las procesadas mediante metalurgia de polvos).

- **Aleaciones base hierro-níquel.** Estas aleaciones tienen cantidades considerables de hierro en algunos casos el hierro está por arriba del 50% de la composición total por lo que se considera como el elemento de aleación base. Comúnmente este tipo de aleaciones se utiliza en los rangos de temperatura de 540 a 760°C y se considera son endurecibles tanto por precipitación así como por solución sólida y comúnmente se fabrican mediante procesos termo-mecánicos.
- **Aleaciones base níquel.** Estas aleaciones por lo general poseen mejor resistencia a temperaturas elevadas (816 a 950°C). En este caso en particular el Níquel es considerado como el metal base y elementos como Cromo y Cobalto como principales aleantes. Este grupo de superaleaciones endurecen principalmente por precipitación y pueden ser fabricadas tanto mediante procesos termo-mecánicos así como vaciados.
- **Aleaciones base cobalto.** El metal base de éste grupo de materiales es el cobalto y el cromo como principal elemento de aleación. Los rangos de operación de este tipo de superaleaciones es muy similar al de las superaleaciones base hierro-níquel (540 a 760°C) y se consideran como endurecibles por la combinación y presencia de: 1) carburos; y 2) elementos endurecedores de solución sólida [1, 11].

Los elementos que le infieren el carácter de superaleación a los tres diferentes grupos previamente discutidos, como son el Ni, Fe y Co, se debe principalmente a que estos parte de poseer puntos de fusión altos tal y como se observa en la Figura 2, mantienen excelentes propiedades de resistencia mecánica incluso hasta $0.8P_f$ su punto de fusión.

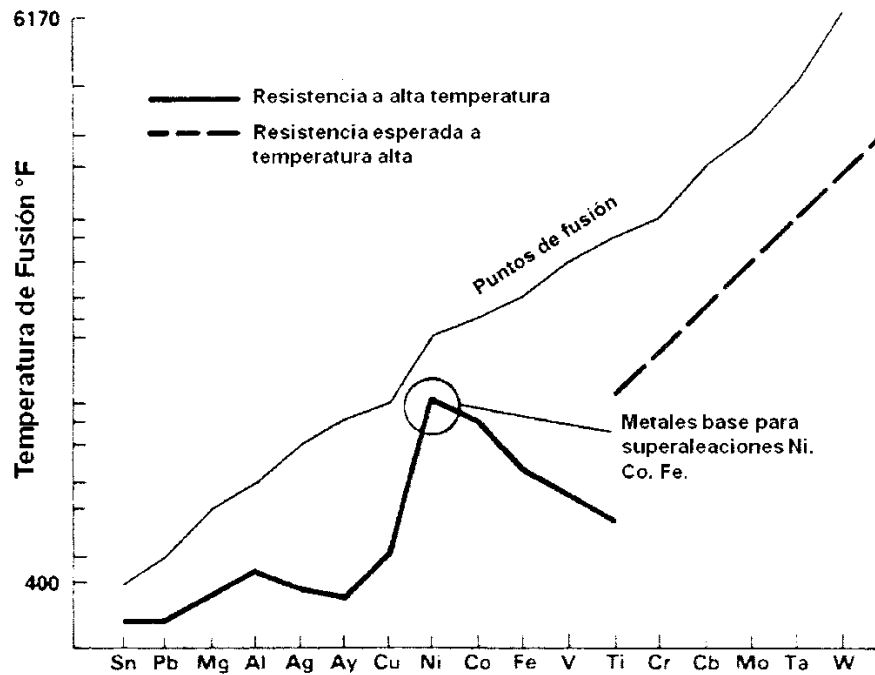


Figura 2. Temperatura de fusión vs resistencia a alta temperatura [1].

Como ya se discutió previamente no solo la composición química juega un papel importante en las propiedades de las superaleaciones, el tipo de procesamiento al cual sean sometidas influye de manera considerable en las propiedades de resistencia que posea cierto tipo de superaleación. Un ejemplo claro es la mayor resistencia a la termo-fluencia a temperaturas superiores a los 540°C que posee una superaleación en condición de vaciada con respecto al de una forjada [1, 3, 11].

2.2 Aplicación de las superaleaciones

Estos materiales se han venido utilizando ampliamente en la fabricación de componentes de turbinas de gas, y actualmente en mayor medida debido a los requerimientos actuales de operación a más altas temperaturas que estos sistemas modernos demandan. Uno de los factores de mayor importancia en lo que al diseño se refiere, es la

resistencia a los esfuerzos mecánicos que deben soportar este tipo de superaleaciones sin sufrir deformación.

En la Figura 3 se muestra una gráfica en la cual se indican diferentes tipos de superaleaciones y la resistencia que estas presentan dependiendo de la temperatura y el tiempo de exposición, esta tabla sirve como guía rápida para seleccionar el material acorde a las condiciones de operación (temperatura) a la cual va a estar expuesto [1, 11].

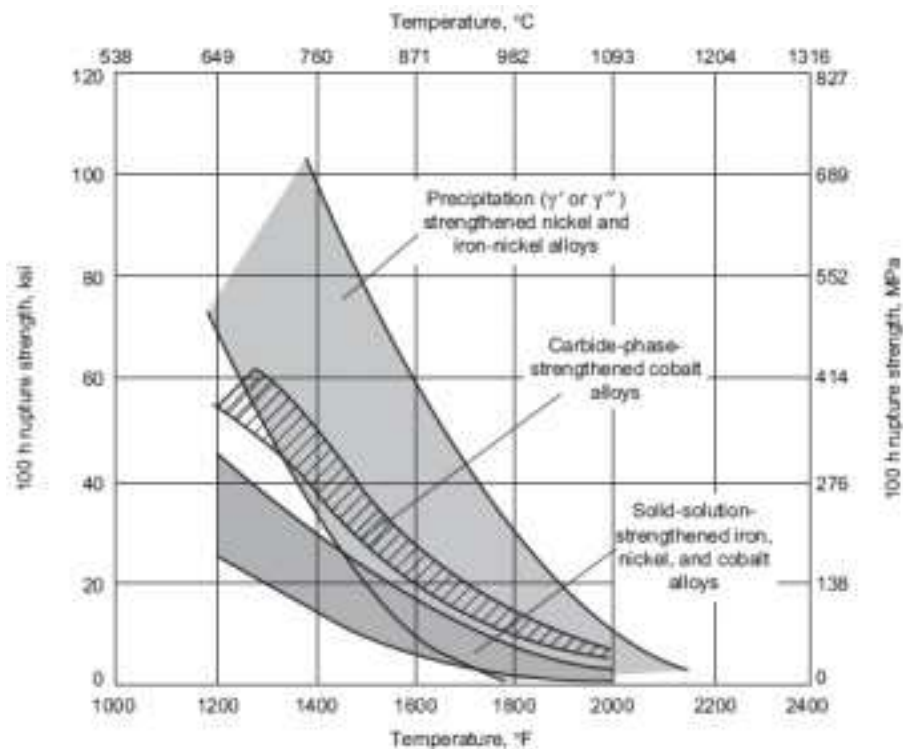


Figura 3. Comportamiento general de la resistencia a la ruptura de diversas superaleaciones [1].

De acuerdo con el gráfico anterior las superaleaciones que presentan mayor resistencia a temperaturas elevadas son las base níquel y base cobalto, es por ello que estas son las que comúnmente se emplean en la fabricación de las partes de la zona caliente de las turbinas, tal y como se ilustra en la Figura 4.

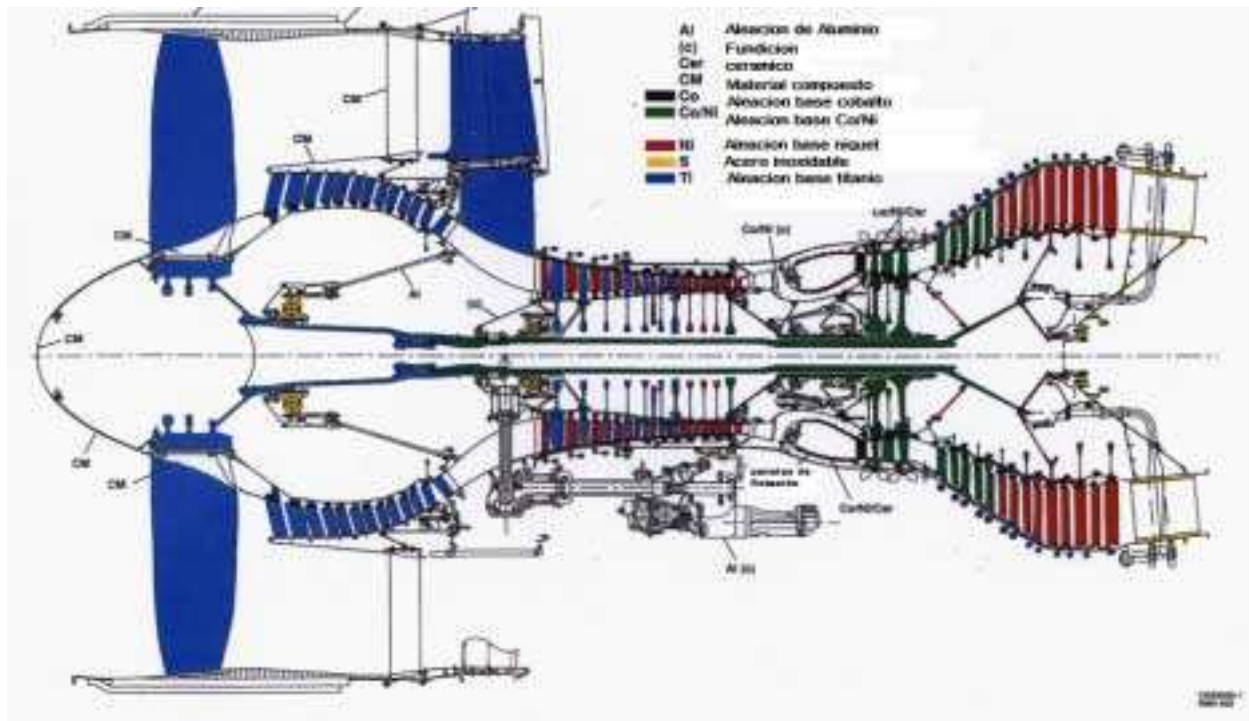


Figura 4. Esquema de turbina en el cual se ilustra el tipo de material acorde a la temperatura de operación [12].

2.3 Diagramas de fase

El diagrama fundamental para comprender las superaleaciones base níquel es el diagrama binario Ni-Al, ver Figura 5. Este ha sido extensamente estudiado y diversas modificaciones han sido hechas de la versión original. La zona más controversial de este es la naturaleza de la reacción que ocurre entre γ , γ' y el líquido (L) y entre β , γ' y L. las cuales corresponden con reacciones; eutéctica $\gamma/\gamma'/L$ y peritética $\gamma'/\beta/L$, en las cuales considerando un estrecho rango de temperaturas, es claro que una pequeña diferencia en cuanto a la composición o en las condiciones de solidificación pueden modificar el proceso de nucleación favoreciendo una o de otra fase [11,13].

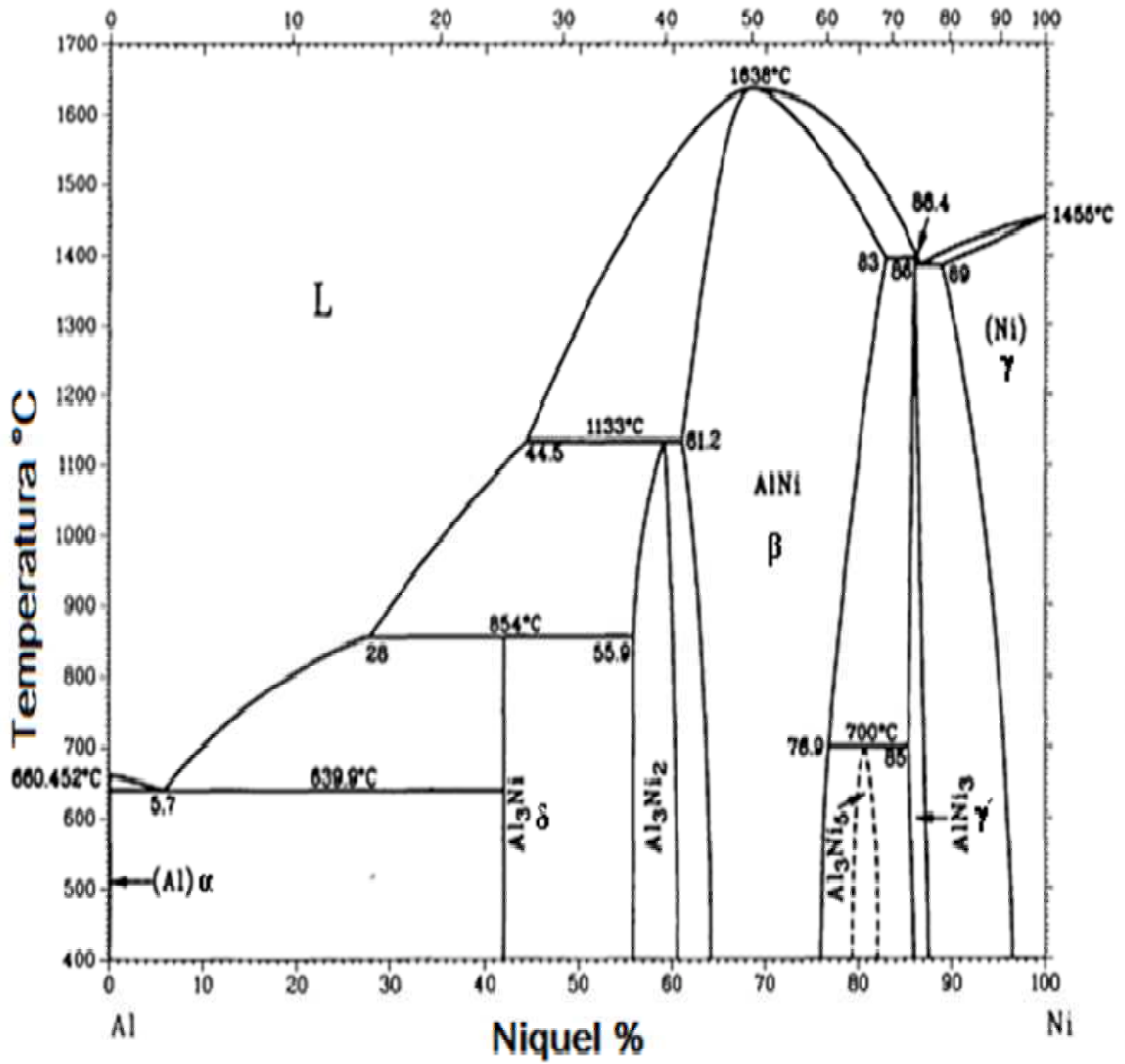


Figura 5. Diagrama de fase binario Ni-Al [13].

Como ya se mencionó previamente los solutos principales de este tipo de superaleaciones, son el aluminio y el titanio, cuyas concentraciones típicamente son menores a 10% atómico, siendo responsables de que se formen principalmente las dos microestructuras de gama (γ) y gama prima (γ'). Como ya se mostró en el diagrama primario la formación de una fase en específico dependerá de los parámetros de enfriamiento durante la solidificación, así como de la composición química, en la se muestra diagramas ternarios los cuales ilustran como la cantidad de γ' dependerá de la composición química y la temperatura [14].

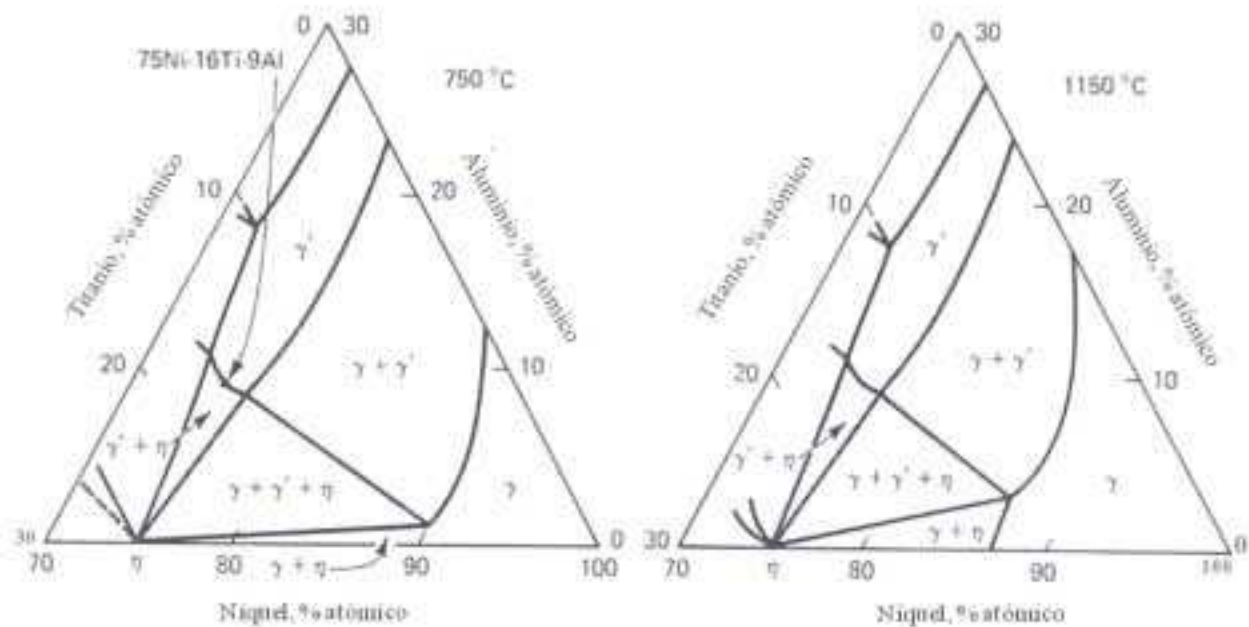


Figura 6. Diagramas de fase ternarios Ni-Ti-Al [14].

2.4 Microestructura de superaleaciones base Níquel.

El estudio y evolución de la microestructura de las superaleaciones base níquel, ha sido muy notable en los últimos años, principalmente debido a que ciertos elementos de aleación producen cambios considerables en esta y a la vez en conjunto con el tipo de procesamiento que experimente el material dará como resultado una microestructura capaz de conferirle a la superaleación excelentes valores de resistencia mecánica, así como presentar buena estabilidad a periodos prolongados de exposición a temperaturas elevadas. Una

herramienta muy importante durante el procesamiento de superaleaciones que proporciona datos confiables sobre el efecto de los elementos de aleación en la microestructura (fases) que se requieren en el material son los diagramas de fase.

2.4.1 Microestructuras formadas a partir de transformaciones en el estado sólido

La microestructura de las superaleaciones base níquel y hierro-níquel, consisten de una matriz austenítica γ -fcc además de una gran variedad de fases secundarias. Las fases secundarias que se presentan en casi todas las superaleaciones son los carburos del tipo; MC, $M_{23}C_6$, M_6C , y raramente M_7C_3 (cúbica centrada en las caras-fcc), así como compuestos intermetálicos gamma prima- γ' del tipo $Ni_3(Al, Ti)$ y gamma doble prima- γ'' del tipo $Ni_3(Nb, Ti)$ y con las siguientes estructuras cristalinas Ni_3Nb , Ni_3Ti (η -hexagonal); y Ni_3Nb (δ -ortorrómbico). El tamaño y morfología de estas fases así como de los límites de granos, son los responsables directos en propiciar las propiedades mecánicas requeridas por las superaleaciones [1,13].

2.4.1.1 Precipitación de gamma prima γ' en gamma γ

Esta fase se considera como un intermetálico de composición nominal $Ni_3(Al,Ti)$ presenta una estructura de súper red cuya estructura cristalina cubica centrada en las caras de orden fcc- $L1_2$ posee átomos de Ni ubicados en el centro de las caras del cubo y los átomos de Al y/o Ti en las esquinas del cubo tal y como se muestra en la Figura 7. La precipitación de este intermetálico en la matriz generalmente se considera como un proceso continuo el cual generalmente ocurre de manera ordenada y coherente con la red cristalina de la matriz γ (fcc), como resultado de esta similitud, γ' precipita con una orientación cubo-cubo con respecto a la matriz, esto quiere decir que los bordes de la celda de cada una de las fases serán exactamente paralelas [1, 13,14]. El grado de coherencia γ - γ' es considerado uno de los principales factores que influyen de manera positiva las propiedades que le infieren resistencia a temperaturas elevadas a las superaleaciones base níquel y hierro-níquel que endurecen por precipitación.

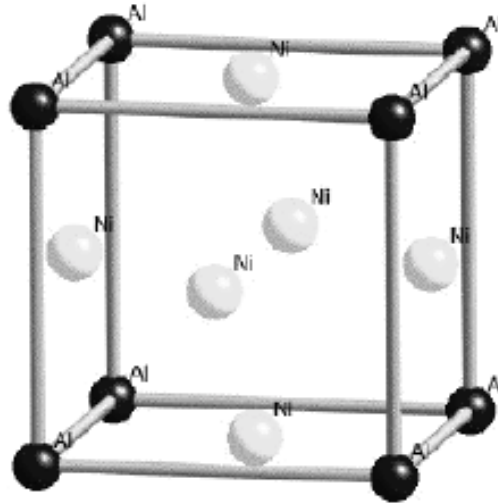


Figura 7. Modelo de celda unitaria de estructura cristalina de γ' [14]

La precipitación de γ' en la matriz de γ es un proceso continuo, desarrollado en tres pasos clásicos que son nucleación, crecimiento y maduración. El proceso de nucleación y crecimiento es claramente demostrado en el sistema binario Ni-Al en el campo $\gamma + \gamma'$, donde la nucleación ocurre de una manera completamente aleatoria. Generalmente esto indica que para ciertas composiciones al ser enfriadas rápidamente, la transformación se desarrolla mediante una descomposición espinoidal.

A temperaturas cercanas a las de solvus, la γ es capaz de disolver grandes cantidades de elementos formadores de γ' , pero el rango de solubilidad decrece bruscamente conforme la temperatura baja tal y como se observa en la Figura 6. Debido al pequeño desajuste de red entre las fases γ y γ' , los núcleos de precipitados son coherentes con la matriz y la energía requerida para la nucleación es baja dando lugar a que la precipitación se lleve a cabo fácilmente, es decir, no se requiere de grandes gradientes de enfriamiento y por consiguiente la precipitación inicia cuando la temperatura de enfriamiento iguala la temperatura de solvus.

Anteriormente se mencionó que la precipitación de γ' involucra tres pasos principales, durante la primera etapa se considera que el crecimiento del precipitado es controlado por la composición química en la interfaz y posteriormente cambia a morfologías más complejas cuyo crecimiento se establece está controlado por un proceso de difusión [13,16]. En este punto el precipitado pierde por completo la coherencia que tenía inicialmente con la matriz, ver Figura 8.

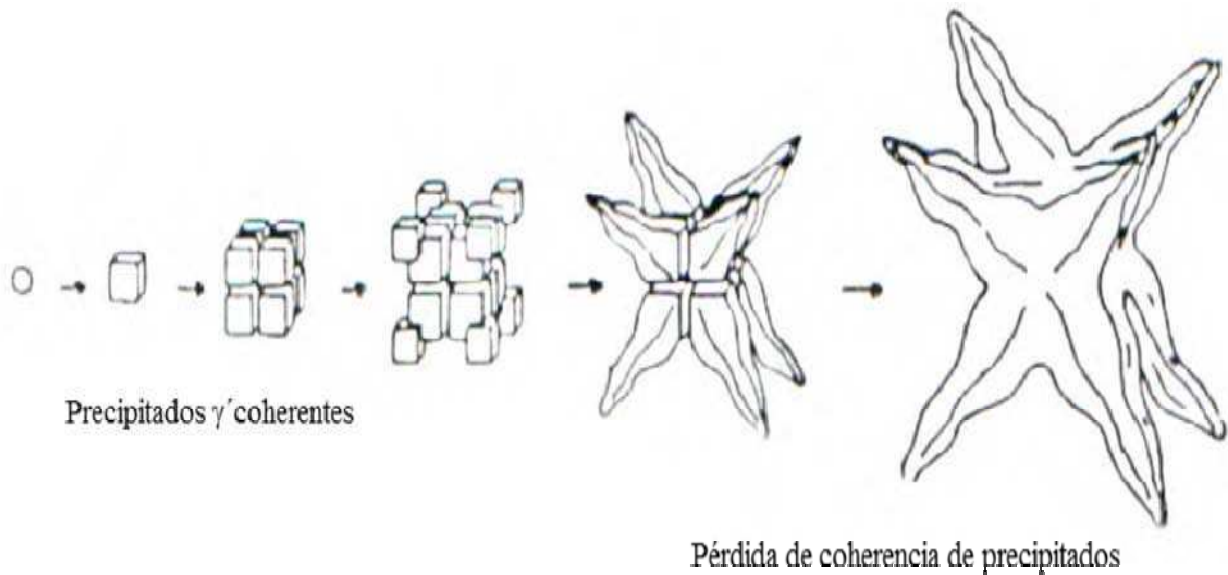


Figura 8. Esquema de la evolución del cambio de morfología de γ' durante enfriamiento continuo. Esfera \rightarrow cubo \rightarrow cubos irregulares (diced cubes) \rightarrow octodendritas \rightarrow dendritas [15, 16].

Generalmente el crecimiento anormal de los cubos en forma de dendritas se observa comúnmente en muestras que experimentan enfriamiento continuo desde la temperatura de solvus y posteriormente enfriadas rápidamente (templadas). Este crecimiento preferencial de las esquinas de los cuboides se atribuye a que el campo local de esfuerzos es mayor lo cual propicia la nucleación de partículas nuevas en las regiones adyacentes [13].

2.4.1.2 Carburos

Los carburos son un importante constituyente de las superaleaciones principalmente las que presentan granos equiaxiales y direccionales, ya que los carburos que se localizan en los límites de grano de este tipo de aleaciones, son esenciales infiriendo le al material

propiedades de resistencia a la termo-fluencia así como de ductilidad altas. Los niveles de carburos en las aleaciones forjadas siempre son menores que en las aleaciones vaciadas, es por ello que la resistencia a la termo-fluencia es mayor en las aleaciones vaciadas [1,11].

Algunos carburos en teoría no se ven afectados cuando la aleación es sometida a tratamiento térmico mientras que otros requieren de dicho proceso para precipitar en la matriz o sobre los límites de grano. Así mismo los carburos en cierto grado también dan lugar a cierto endurecimiento de la matriz, el tipo de carburo que precipita depende esencialmente de la composición de la aleación y el procesamiento al cual esta fue sometida, algunos de los más importantes son los del tipo; MC , M_6C , $M_{23}C_6$ y M_7C_3 , donde M corresponde para uno o más tipos de elemento metálico [17]. En muchos casos, los carburos existen conjuntamente, sin embargo, usualmente son formados por reacciones secuenciales en el estado sólido seguido de la descomposición del carburo tipo MC , el cual normalmente se forma durante el proceso de solidificación o por la precipitación de una solución sólida supersaturada a alta temperatura, a más de $1038^{\circ}C$. Generalmente, MC es un carburo de alta temperatura, los del tipo $M_{23}C_6$ y M_7C_3 son carburos de baja temperatura (790 a $816^{\circ}C$) y el carburo M_6C tiene una temperatura de formación intermedia (816 a $982^{\circ}C$) y tal vez tan alto como $1038^{\circ}C$ [1,11,17].

La morfología y distribución de los carburos principalmente de aquellos que precipitan sobre los límites de grano, influye de manera positiva en la resistencia de estas regiones, ya que retarda el deslizamiento de los límites de grano permitiendo la relajación de los esfuerzos. Así mismo, la precipitación de estas fases puede atar ciertas fases que se comportan de manera inestable en servicio. Comúnmente los carburos del tipo MC son muy estables y se componen de los siguientes elementos químicos Ti, Ta, Nb, por otro lado los carburos del tipo $M_{23}C_6$ se componen principalmente de Cr, Mo, Co y W [17,18]. Al referirse a la morfología, los carburos del tipo MC usualmente son globulares o de bloque y de tamaños gruesos tal que son visibles a bajas magnificaciones presentando una distribución aleatoria. A diferencia de los carburos del tipo $M_{23}C_6$ los cuales se encuentran principalmente en los límites de grano como partículas discretas redondeadas o gruesas, sin embargo también morfologías como placas y formas geométricas también han sido observadas [1,17].

Los carburos M_6C no precipitan tan fácilmente, más sin embargo también se ha observado que precipitan sobre los límites de grano en forma de bloques gruesos o como agujas tipo Widmanstätten al interior de los granos. Este tipo de precipitados al igual que las películas continuas y gruesas de carburos $M_{23}C_6$ sobre los límite de grano se generan como resultado de una mala práctica durante su procesamiento como sería las temperaturas de tratamiento térmico aplicadas, la presencia de estas fases reduce de manera drástica las propiedades de ductilidad y por ende la resistencia a temperaturas elevadas [1,17].

2.5 Efecto de los elementos de aleación en la microestructura

Como ya se ha venido mencionando las propiedades de las superaleaciones dependen de manera significativa de la composición química inicial, ya que dependiendo esta, se define el tipo de procesamiento aplicable (vaciado, forja más tratamiento térmico) y por ende los valores de resistencia final que la superaleación tendrá. Las superaleaciones contienen una variedad de elementos en un gran número de combinaciones para producir las propiedades adecuadas. En la Tabla 1 se muestran los rangos de los elementos de aleación para las superaleaciones base níquel.

Tabla 1. Rango de composición de los elementos de aleación principales en las superaleaciones; Fe-Ni y base Ni.

Elemento	Fe-Ni y Ni % peso
Cr	5-25
Mo, W	0-12
Al	0-6
Ti	0-6
Co	0-20
Nb	0-5
Ta	0-12
Re	0-6

Algunos de estos elementos quedan en solución sólida propiciándole al material algunas de las siguientes características: resistencia mecánica (Mo, Ta, W y Re); resistencia a la corrosión en caliente (Ti); estabilizador de fase γ (Ni); o precipitando mediante la formación de ciertos intermetálicos endurecedores de la red tales como γ' (Al y Ti) [1,11], ver Tabla 2. En la Figura 9 de manera representativa la altura de los bloques indica la cantidad en que cada elemento de aleación está presente dentro de este tipo de superaleaciones.

Tabla 2. Efecto de los elementos de aleación en las superaleaciones base níquel.

Efecto	Base Níquel
Endurecedores en solución sólida	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta, Re
Formador de carburo MC	W, Ta, Ti, Mo, Nb, Hf
Formador de carburo M_7C_3	Cr
Formador de carburo $M_{23}C_6$	Cr, Mo, W
Formador de carburo M_6C	Mo, W, Nb
Carbonitruros: M(CN)	C, N
Formadores de $\gamma' Ni_3$ (Al, Ti)	Al, Ti
Aumentar la temperatura de solvus de γ'	Co
Endurecimiento por precipitación y/o intermetálicos	Al, Ti, Nb
Resistencia a la oxidación	Al, Cr, Y, La, Ce
Mejorar la resistencia a la corrosión en caliente	La, Th
Resistencia a la sulfuración	Cr, Co, Si
Mejorar las propiedades a la deformación	B, Ta
Incrementa resistencia a la ruptura	B
Refinador de grano	B, C, Zr, Hf
Retarda el engrosamiento de γ'	Re

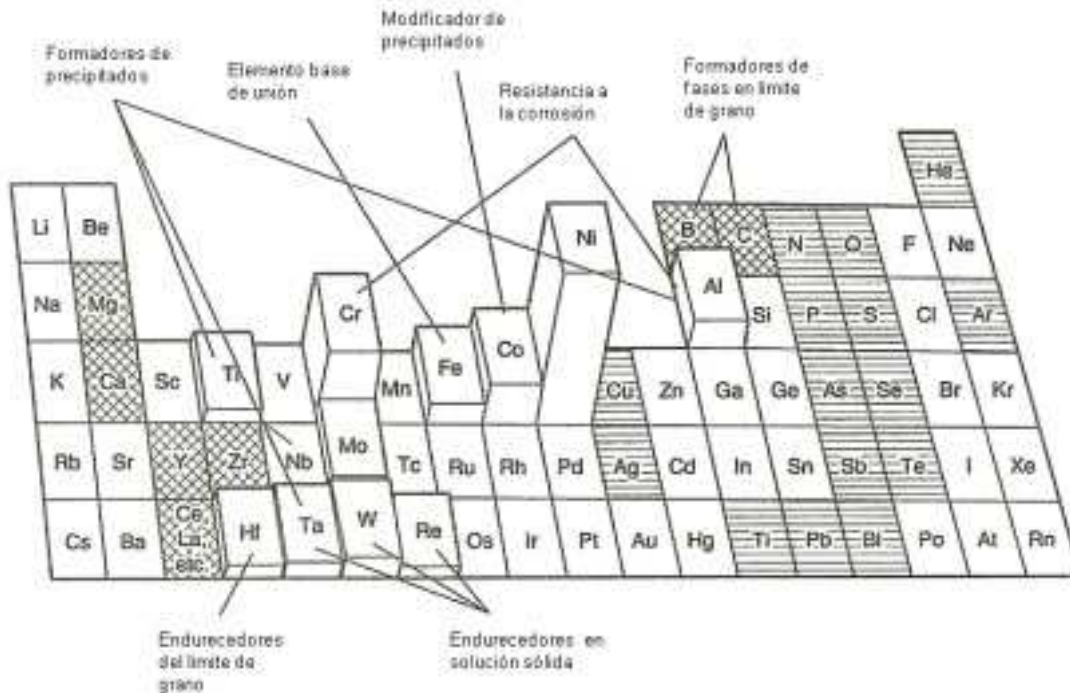


Figura 9. Elementos de aleación utilizados en las superaleaciones base níquel, los elementos de menor cantidad se marcan con líneas cruzadas [1].

2.6 Mecanismos de endurecimiento de las superaleaciones

Se sabe que un material se deforma cuando éste experimenta un movimiento considerable de dislocaciones, existe un punto en que dicho movimiento da como resultado a un ligero incremento de la resistencia del material y posteriormente a su deformación [19]. Tomando como punto de referencia ésta teoría, se ha establecido que para incrementar valores de resistencia como son el esfuerzo de cedencia y de resistencia a la ruptura, es necesario introducir mecanismos que disminuyan el movimiento de las dislocaciones y por ende la resistencia del material se incrementará considerablemente.

Las superaleaciones base níquel al igual que el resto de las aleaciones metálicas, presentan los mismos mecanismos de endurecimiento, más sin embargo a continuación se describen sólo los dos mecanismos principales y responsables de que estos materiales presenten excelente resistencia a temperaturas elevadas y por largos periodos de exposición.

2.6.1 Endurecimiento por solución sólida

Anteriormente se discutió que elementos como; Co, Fe, Cr, Mo, W, y Ta, son considerados como endurecedores en solución sólida, debido a que sus diámetros atómicos difieren al del Níquel de 1 a 13% y de 1 a 7 en lo que se refiere al número de electrones de vacancia (N_V).

El mayor tamaño en el diámetro atómico se traduce directamente en expansión de la red, la Figura 10 muestra de manera esquemática se ilustra el nivel de deformación que experimenta la red cristalina con base a los elementos de aleación. Así mismo el N_V le imparte un efecto adicional de endurecimiento adicional. Parte de este efecto extra resulta de la disminución de la energía de fallas de apilamiento, la correlación entre estos dos últimos parámetros, se muestra en la Figura 11. La disminución de la energía de falla de apilamiento como resultado de la presencia de éstos elementos de aleación, da lugar a que el mecanismo de deslizamientos cruzados de las dislocaciones en γ sea más difícil ya que estos funcionan como obstáculos. Así mismo se establece que la resistencia de este tipo de aleaciones endurecidas por solución sólida, persiste hasta $0.6 T_F$ [13, 19].

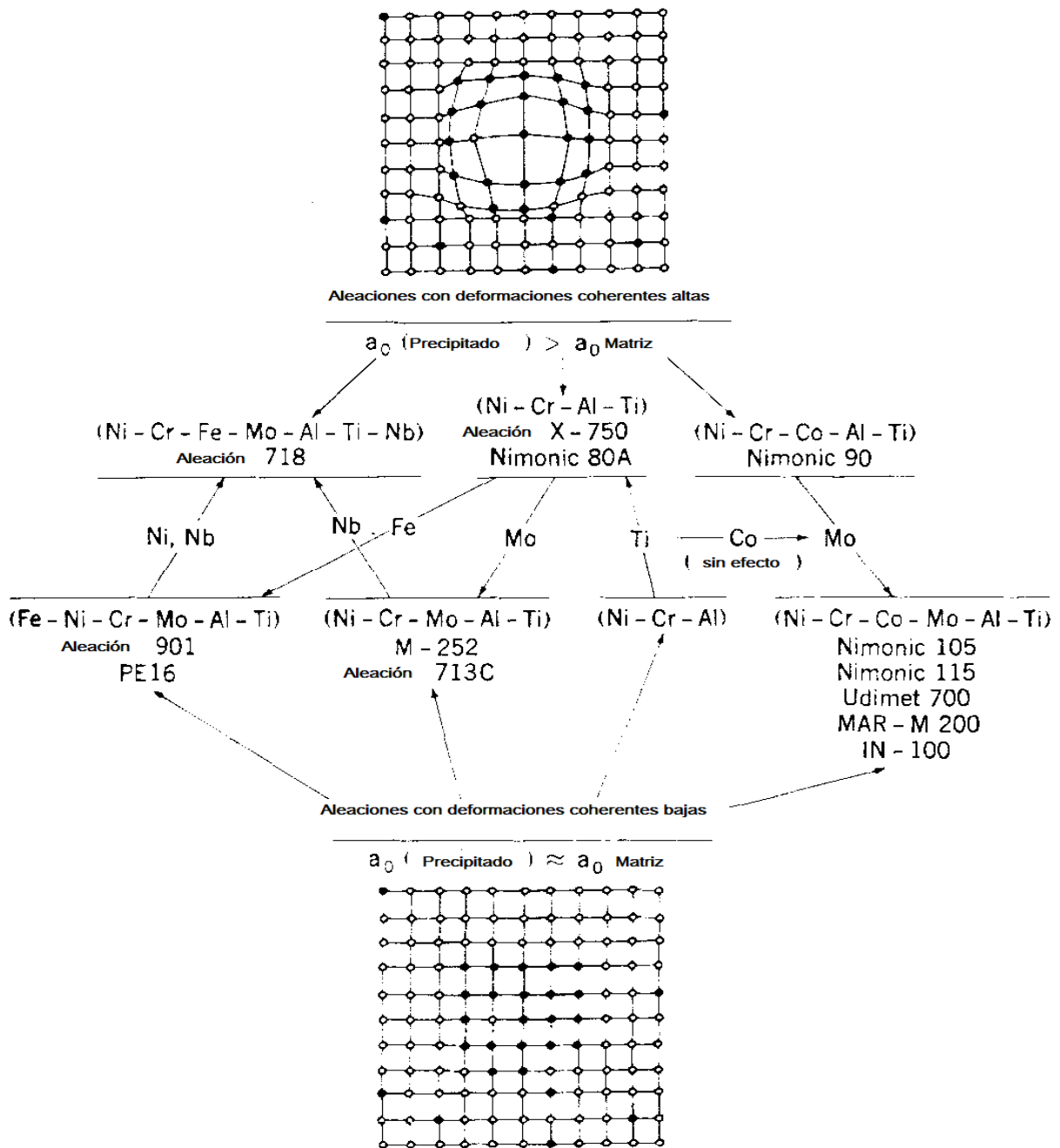


Figura 10. Diagrama esquemático, el cual ilustra el efecto de los elementos de aleación en el nivel de deformación coherente [3].

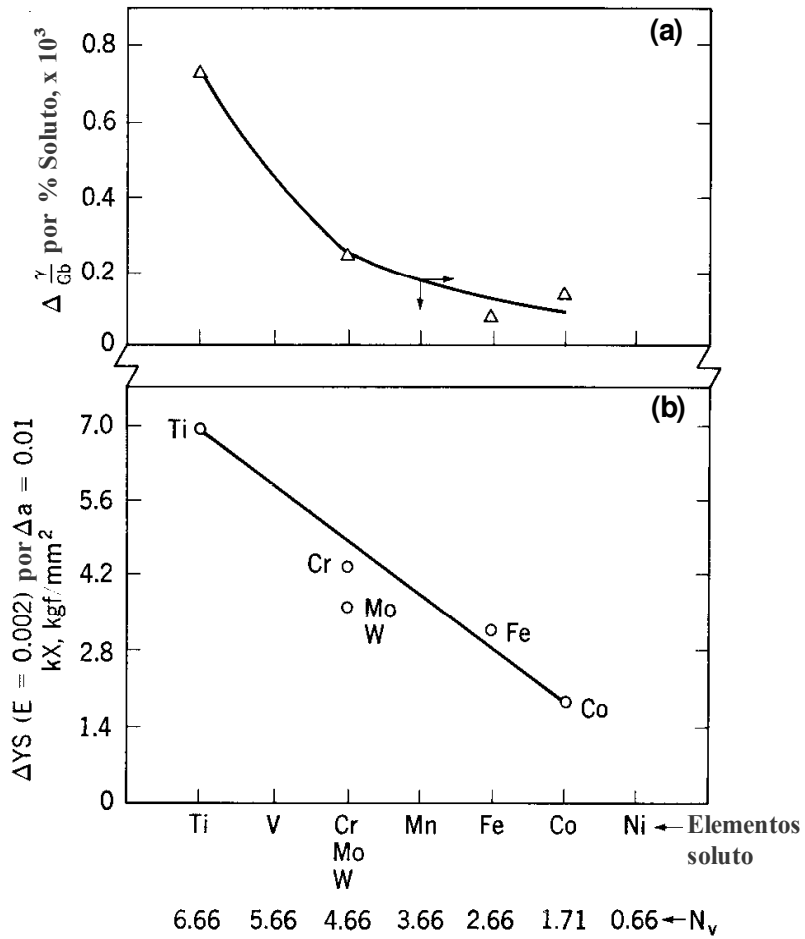


Figura 11. Efecto del soluto en función a su posición en la tabla periódica y a su N_v , en: a) Cambio en la energía de fallas de apilamiento, b) Cambio en el esfuerzo de cedencia a temperatura ambiente por unidad de cambio del parámetro de red [3].

2.6.2 Endurecimiento por precipitación

El principal interés comercial de la reacción de precipitación, reside en la utilidad que éste ofrece como mecanismo de reforzamiento. Este mecanismo es el que ha hecho posible el uso de las superaleaciones base níquel, bajo condiciones de esfuerzos altos y temperaturas elevadas. La formación de precipitados sub-microscópicos cuya formación ocurre a temperaturas por debajo de la temperatura de solvus de γ' son los responsables de tal reforzamiento debido a que el movimiento de dislocaciones activado considerablemente por las altas temperaturas, se ve restringido por la presencia de éstos [1,2,3].

Previamente se estableció que las superaleaciones base níquel se consideran esencialmente como una solución sólida Ni-Cr endurecida por la presencia de elementos como Al y Ti principalmente, los cuales son considerados formadores de los precipitados γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$) [3, 20]. Este tipo de precipitado posee una red cristalina coherente con la estructura de la matriz (fase γ). La , muestra el arreglo atómico de éste en la que se indica el vector de Burgers $\frac{1}{2}(110)$ considerado como la dislocación perfecta para la fase γ desordenada, y la cual se convierte en una dislocación súper-parcial en el precipitado γ' [21].

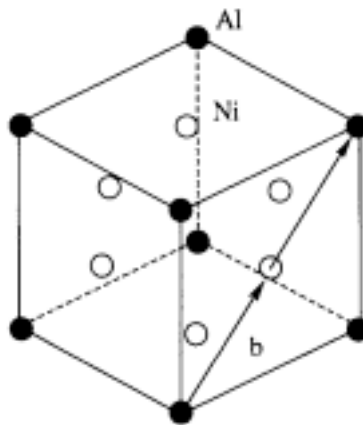


Figura 12. Estructura L1₂, cP4 del precipitado Ni₃(Al,Ti), la letra b indica el vector $\frac{1}{2}(110)$ [21].

La precipitación de γ' en las aleaciones base Níquel, se ve favorecida por la baja compresibilidad de los átomos de Ni debido a su estado de electrones 3d. La compatibilidad que existe entre las dos redes cristalinas (fcc) de γ - γ' y un valor del desajuste entre los parámetros de red de 0-1%, permite la nucleación de precipitados con baja energía superficial y por consiguiente mayor estabilidad a tiempos prologados de exposición a temperaturas relativamente altas.

El fenómeno de endurecimiento por precipitación en superaleaciones base níquel como, según Mitchell puede expresarse simplemente en términos de la dureza como función del tamaño de precipitado tal y como se ilustra en la Figura 13, en la zona de curva ascendente las dislocaciones cortan γ' y en la sección descendente las dislocaciones se deslizan transversalmente alrededor de γ' [3, 20].

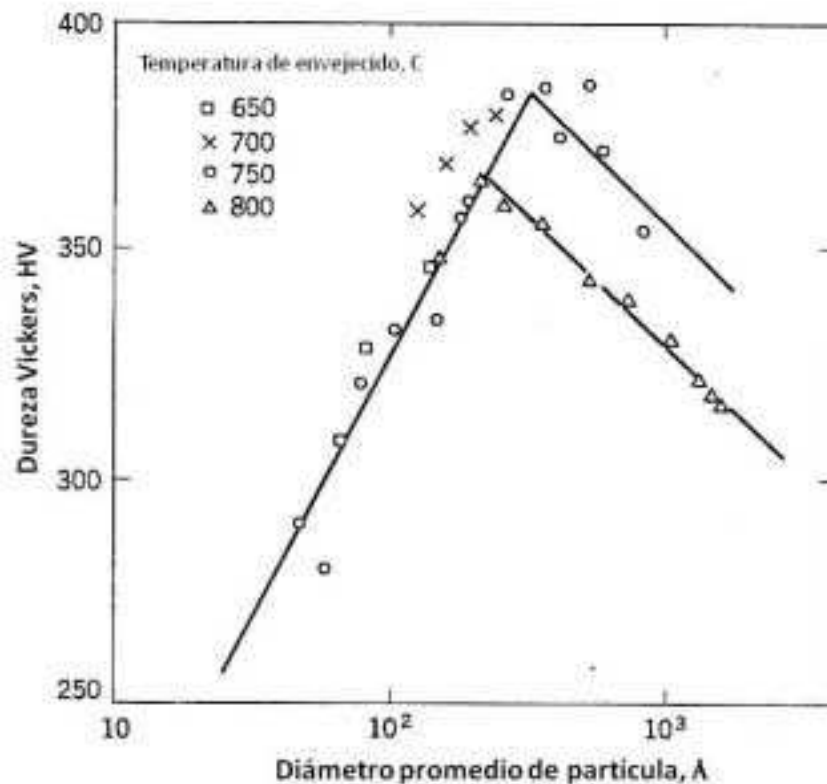


Figura 13. Relación entre diámetro de partícula y dureza, para una aleación base níquel con 22% Cr, 2.8%Ti, 3.1%Al [3].

Algunos fenómenos principales que se desarrollan durante el proceso de precipitación y que contribuyen con la magnitud total de endurecimiento de estas aleaciones son [1, 3]:

- Formación de límites anti-fases (defecto planar),
- Desajuste de la red γ - γ' .

2.6.2.1 Fracción volumen de γ'

En secciones previas, se ha comentado que el incremento de la fracción volumen de γ' puede ser considerado como una opción importante para el diseño de este tipo de superaleaciones. Ciertamente el incremento de este parámetro incrementa la resistencia del material a temperatura elevada, la Figura 14 y como al incrementar la fracción volumen de γ' la resistencia se incrementa. Con base a esto se establece que la resistencia puede cuadruplicarse con un incremento de 14 a 60 % γ' .

Las superaleaciones base níquel que presentan los mayores porcentajes de γ' son aquellas que poseen cantidades considerables de Al, Ti, Ta, Nb, los cuales son formadores de dicho precipitado, así mismo la solubilidad de γ' en la aleación se ajusta con variación en la composición de Co, Fe y Cr [3, 19].

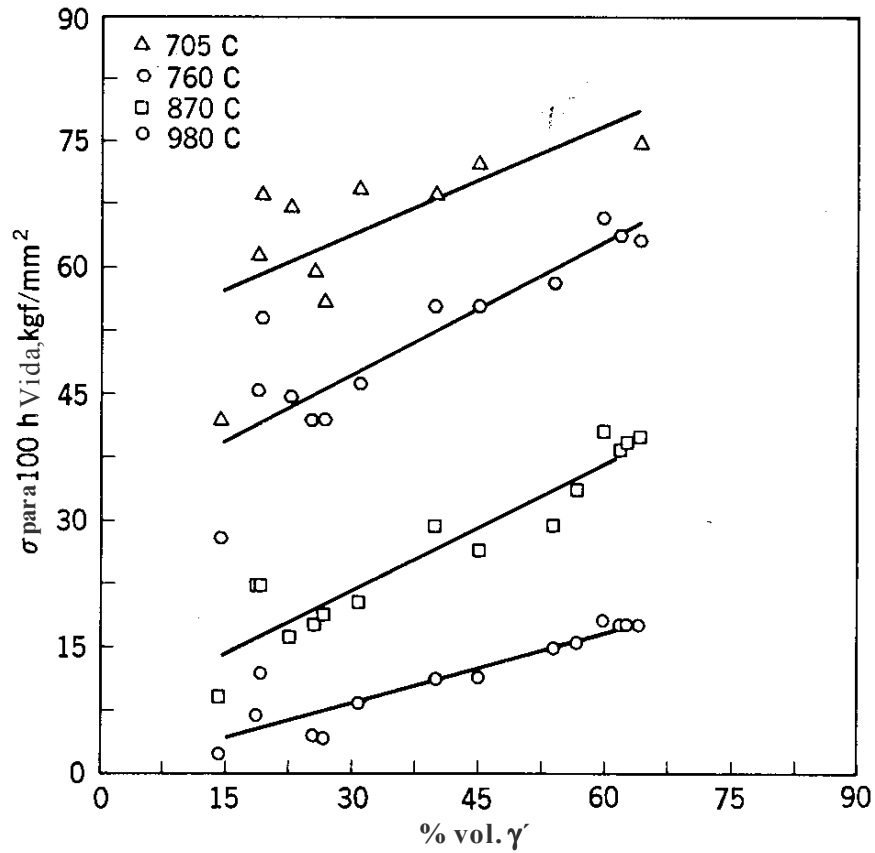


Figura 14. Efecto del porcentaje de γ' en la resistencia de las superaleaciones base níquel a diferentes temperaturas [3].

Uno de los principales elementos formadores de γ' es el Ti, si observamos la Figura 15, la energía de apilamiento se incrementa considerablemente, por lo que fenómenos implícitos para que se lleve a cabo la formación de un límite de anti-fase (APB-por su siglas en inglés anti phase boundary), se ven afectados y por consiguiente esto retarda el movimiento de dislocaciones o la formación de otro tipo de defectos cristalográficos [3, 20]. Al final esto da como resultado a que las superaleaciones de este tipo presenten el comportamiento mencionado de alta resistencia a temperaturas elevadas.

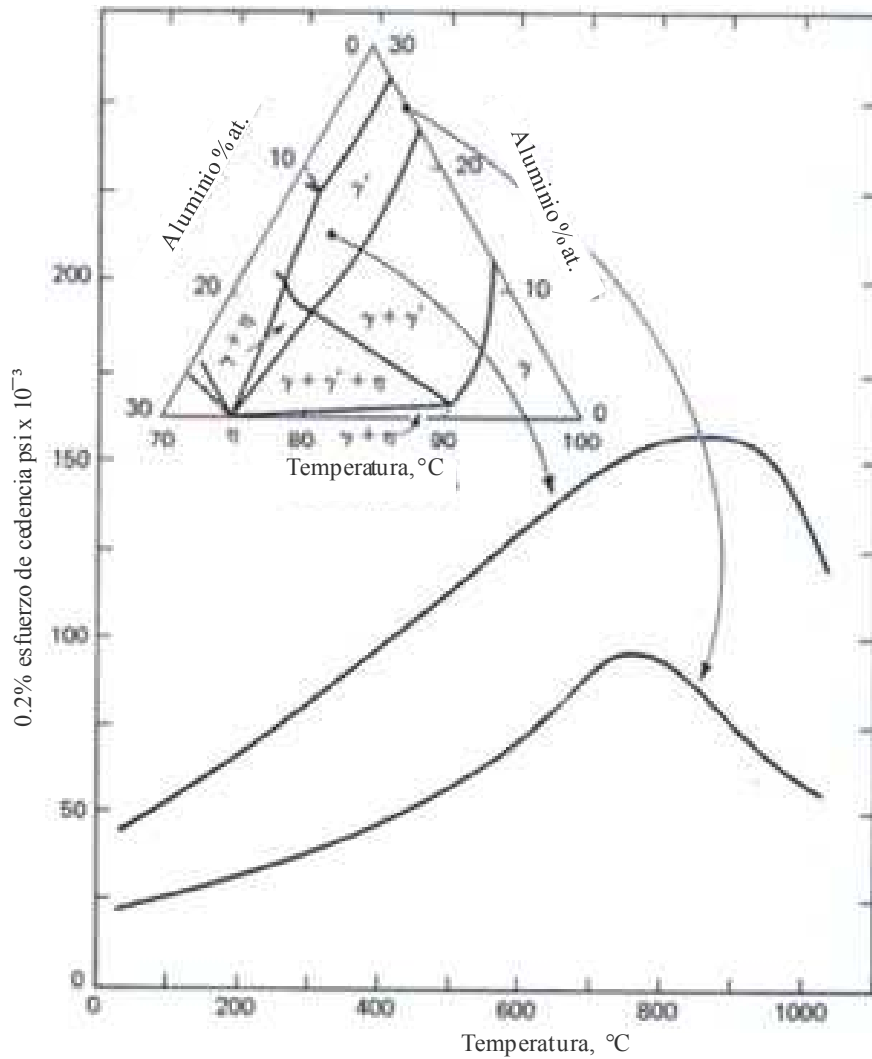


Figura 15. Esfuerzo de cedencia en función de la temperatura y el % de γ (diferente composición) [19].

2.6.2.2 Carburos

Previamente se comentó que los carburos del tipo $M_{23}C_6$ y que comúnmente precipitan en el límite de grano, pueden tener efectos positivos o negativos en las propiedades mecánicas tales como termo-fluencia, dependiendo de su morfología, tamaño y distribución. Como por ejemplo películas continuas de estos sobre los límites de grano, facilita el deslizamiento de los límites de grano y por ende la nucleación y propagación de grietas se presenta por la decohesión límite-matriz. Por el contrario partículas discretas de este tipo de carburos

mejoran considerablemente la resistencia a la termo-fluencia y la ductilidad, principalmente porque se suprime el deslizamiento de los límites de grano. Por lo que el espaciado entre partículas de carburos $M_{23}C_6$ juega un papel muy importante en la obtención de las propiedades mecánicas óptimas [1,4].

Los límites de grano controlan de manera directa la extensión de la precipitación de este tipo de carburos sobre estos mismos. Entre más largo sea el límite de grano, más pequeña es el área del límite de grano disponible para que ocurra la formación de precipitados. Por otro lado si el grano es muy fino, la densidad de partículas $M_{23}C_6$ precipitadas es tan pequeña que da lugar a la disminución en la resistencia a la ruptura de corto y largo plazo.

Es por ello que límites de grano con morfologías irregulares, promueven de manera favorable un balance de la resistencia que se requiere en estas regiones. Ya que estos puntos irregulares (serrated) impiden el deslizamiento por lo que se producirá una deformación irregular.

2.7 Fenómenos implícitos en la reacción de precipitación

2.7.1 Desajuste de la red cristalina γ - γ'

El desajuste de la red cristalina se define como la diferencia que existe entre los parámetros de red γ y γ' , y está definido por (1):

$$\delta = \frac{2(a' - a)}{(a' + a)} \dots\dots\dots (1)$$

Se ha estudiado la variación del parámetro de red de cada fase de manera individual por medio de la adición de elementos sustitucionales en aleaciones de níquel puro o Ni_3Al puro. Se ha encontrado que particularmente elementos como Ti y Ta incrementan de manera significativa los parámetros de ambas fases [4. 13].

Phillips demostró que el desajuste de la red γ - γ' contribuye considerablemente al proceso de endurecimiento principalmente durante el proceso donde las dislocaciones tienden a atravesar el precipitado. Algunas de sus deducciones fueron que hasta el 40% del esfuerzo de cedencia se derivaba de dicho desajuste [3].

Decker y Mihalisin determinaron que al incrementar el desajuste de la red, se genera una deformación coherente alrededor del precipitado, lo cual afecta directamente y de manera positiva el esfuerzo crítico de corte de la aleación [3].

Algunos autores [4], definen los precipitados γ' como partículas coherentes embebidas en una matriz γ , normalmente comprimidos. Estas partículas son forzadas a ajustar sus parámetros de red con respecto a la matriz. A la diferencia que existe entre esta y las partículas comprimidas se le tipifica como desajuste de la red comprimida ϵ , o como deformación coherente [3]. Por lo que de manera convencional y aproximada se define como $\epsilon = (2/3)\delta$. Por lo que la morfología del precipitado dependerá de ϵ así como del radio de la partícula. Si ϵ incrementa la morfología cambia de esferas a cubos, cubos irregulares y finalmente a dendritas.

2.7.2 Formación de un Límite Anti-fases (APB- Anti-phase boundary)

Williams, Merrick, Gleiter y Hornbogen, desarrollaron la teoría de endurecimiento por la formación de una anti-fase en los límites de los precipitados γ' [3]. Éste se considera como un defecto planar y es característico de las superaleaciones base níquel, y se explica de la siguiente manera. Si se consideran dos cristales perfectos de γ' desplazados por $a/2\langle\bar{1}01\rangle$ donde a es el parámetro de red; este vector liga los límites de los átomos de Ni y Al, pero éste no es un vector de red. Cuando se une con otras redes cristalinas perfectas se forma una interfase conocida como APB, la cual se localiza entre las dos redes cristalográficas perfectas. Adyacente a este defecto el número de uniones Ni-Al disminuye considerablemente debido a la formación de enlaces Ni-Ni y Al-Al, ver la Figura 16 [3, 20, 21].

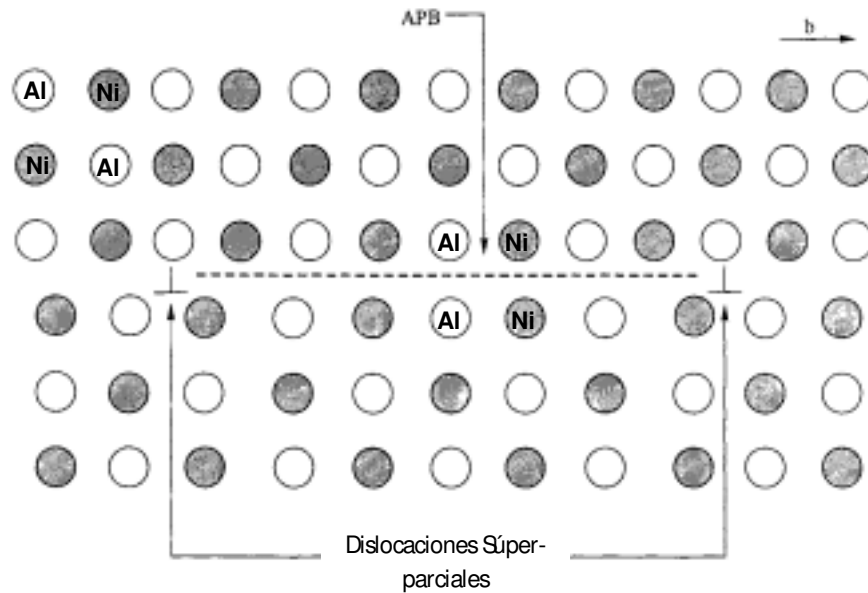


Figura 16. Limite anti-fase (APB) entre dos dislocaciones súper-parciales [21].

La energía implícita en la red cristalina por la formación del APB, oscila entre los 100mJ/m^2 y el número de éste tipo de uniones prohibidas depende del plano cristalográfico en el cual se forma el APB y por consiguiente la energía de éste se considera anisotrópica.

Esta falla cristalográfica es muy importante en la metalurgia de las superaleaciones, debido a que γ' deforma de manera diferente a la matriz desordenada de γ en la cual esta precipita. Como ya se mencionó anteriormente la deformación por deslizamiento de la matriz γ se lleva a cabo por el desplazamiento de las dislocaciones en el sistema $a/2 \langle 1\bar{1}0 \rangle \{111\}$ y el vector $a/2 \langle 1\bar{1}0 \rangle$ siendo éste el vector más corto disponible y se localiza en el plano compacto. Sin embargo en la estructura $L1_2$ los planos compactos se localizan en $\{111\}$, pero los vectores más cortos $\langle 100 \rangle$ no se localizan en éstos. Por consiguiente una dislocación $a/2 \langle 1\bar{1}0 \rangle \{111\}$ que se desliza en la matriz, no puede entrar a γ' sin la formación del defecto planar APB previamente inducido. La energía requerida para este proceso, se debe a que el

vector más cercano para reacomodar la red de γ' es dos veces el vector de Burgers de una dislocación sencilla de γ , por consiguiente este tipo de dislocaciones deben desplazarse en pares a través de γ' . Cada dislocación es referenciada como dislocación súper-parcial y un par de dos de estas dislocaciones se le conoce como súper-dislocación.

Como ya se mencionó anteriormente es necesario que las dislocaciones $b = a/2 \langle 110 \rangle$ deslicen en pares para que éstas puedan atravesar los precipitados de γ' durante la etapa de corte. Por consiguiente el máximo endurecimiento que se obtiene como resultado de este mecanismo de movimiento de dislocaciones, se verá influenciado directamente por: la fracción volumen de γ' , el tamaño de γ' así como la energía implícita en el APB [19, 20, 22]. Considerando lo anterior, es de gran importancia evidenciar el efecto algunos de los factores mencionados, como resultado del endurecimiento por precipitación de partículas directamente sobre el esfuerzo de cedencia (τ_p) así como sobre el esfuerzo crítico de corte (CRSS), para ello un factor de deformación crítica ha sido definido y se muestra en (2) [4, 3]:

$$\epsilon_c = \frac{\gamma}{\sqrt{3} G_F b} \dots\dots\dots(2)$$

donde γ es la energía del APB y es igual a $170 \times 10^{-3} \text{ J/m}^2$, G_F es el esfuerzo de corte la matriz del material (gama- γ) y b es el vector de Burgers. Si ϵ (deformación coherente excede ϵ_c , el endurecimiento que resulta por el desajuste de la red será mayor que el que se genera por el endurecimiento ordenado de las partículas [4].

2.7.3 Ostwald ripening de partículas γ'

Como ya se mencionó durante el proceso continuo de precipitación se distinguen tres fases principales:

- Nucleación,
- Crecimiento del núcleo hasta alcanzar su equilibrio de concentración de soluto con la matriz,
- Maduración controlado por difusión, o mejor conocido como Ostwald ripening.

En las primeras etapas, la deformación de la aleación ocurre por el corte de los precipitados más finos, lo cual contribuye directamente al esfuerzo total de corte de la aleación. Es por ello que los valores de resistencia a la cedencia y de corte, se obtendrán bajo condiciones donde el crecimiento de precipitados alcance su punto máximo de equilibrio tal y como se observó en la Figura 13.

2.7.3.1 Teoría LSW de Oswald Ripening

Esta es la teoría que más se ha relacionado con el fenómeno de Ostwald ripening, y fue desarrollada por Lifshitz y Slyozov, y Wagner (LSW). La teoría original asume que los precipitados son esféricos y dispersos con una separación mayor al diámetro promedio de las partículas en una matriz líquida de concentración constante. Así mismo sume que las partículas tienen una fracción volumen muy pequeña en la matriz, demostrándose que el diámetro promedio de la partícula varía con respecto al tiempo de acuerdo a (3):

$$\bar{r}^3 - \bar{r}_0^3 = kt \dots \dots \dots (3)$$

donde \bar{r}_0 es el radio de partícula promedio al iniciar del engrosamiento y k es una constante dada por (4) [4]:

$$k = \frac{8D C_e \gamma V}{g k T} \dots \dots \dots (4)$$

donde:

D = constante de difusión,

C_e = concentración de soluto en equilibrio,

γ = energía interfacial partícula/matriz,

V = Volumen atómico del precipitado,

k = constante numérica y depende de la distribución de la partícula,

T = Temperatura,

g = Aceleración debida a la gravedad.

2.8 Modelos del mecanismo de endurecimiento por la interacción $\gamma-\gamma'$

En capítulos anteriores se describió como las superaleaciones son endurecidas por dos mecanismos principales: 1) Precipitación de partículas y; 2) Solución sólida. Cada uno de estos contribuye en lo que se refiere al esfuerzo total de corte de la aleación. Para el caso de las superaleaciones que endurecen principalmente por precipitación, se han propuestos mecanismos mediante el los cuales se explica la interacción de estos con las dislocaciones ya que estos son considerados como barreras de las mismas:

2.8.1 Mecanismo de Oroawa

En este caso las dislocaciones permanecen en sus planos de deslizamiento y pueden penetrar un arreglo de partículas por medio de un mecanismo de escalonamiento, cuando el esfuerzo crítico de corte τ_c es excedido, el cual se representa con (5) [4, 3]:

$$\tau_c = A(\theta) \frac{Gb}{2\pi r_0 L_{min}} \ln \left(\frac{L_{min}}{r_0} \right) \dots \dots \dots (5)$$

donde $A(\theta)$ es un factor geométrico ~ 1 , r_0 es el radio del núcleo e la dislocación, b el vector de burguers, G_b el módulo de corte y L_{min} el espaciamiento entre partículas en el plano de deslizamiento si las partículas forman un arreglo secuencia, y está dado por 6:

$$L_{min} = 0.82r \left[\left(\frac{\pi}{V_F} \right)^{1/2} - 2 \right] \dots \dots \dots (6)$$

De acuerdo a esto al incrementar la fracción volumen del precipitado (disminuyendo el espacio entre partículas) o mediante el incremento del tamaño de partícula, la dureza de la superaleación tendera a incrementarse.

2.8.2 Corte de partículas

De acuerdo con Henderson y Mclean, cuando las partículas y la matriz posee estructuras cristalinas similares así como su orientación, tal es el caso de las superaleaciones base níquel que endurecen por precipitación, las dislocaciones de la matriz pueden cortar los precipitados cuando el esfuerzo es suficiente mente alto para generar un límite de antifase APB en la red cristalina del precipitado. El umbral de esfuerzo mínimo τ_{pc} en el cual el

precipitado es cortado, se presenta sólo si las dislocaciones propagan en pares, este último elimina el APB generado inicialmente y depende directamente de la morfología de la dislocación:

$$\tau_{pc} = \left(\frac{\gamma}{2b}\right) \left[\left(\frac{4f}{\pi}\right)^{1/2}\right] \dots\dots\dots (7)$$

donde γ es la energía del APB y f la fracción volumen de las partículas [3,4].

2.9 Tratamientos térmicos y sus efectos

Las superaleaciones base níquel sin duda son más fácil de tratar térmicamente comparadas con las de hierro-níquel. Dado que el níquel es un formador de la fase austenita, es bien sabido que no ocurren transformaciones alotrópicas es decir este tipo de aleaciones son austeníticas desde las temperaturas de fusión hasta el cero absoluto. A pesar de que algunos precipitados pueden formarse ninguno de estos cambia la estructura básica de la austenita.

Tratamientos térmicos por lo general son aplicados para preparar el material posterior a sus procesos de solidificación, para someterlo a procesos subsecuentes como: forja, o para promover cambios microestructurales requeridos para la aplicación deseada en el caso de piezas terminadas obtenidas directamente de vaciado, etc. A continuación se describen los principales tratamientos térmicos aplicados a las superaleaciones base níquel que endurecen por precipitación.

2.9.1 Tratamiento térmico de solubilizado

El solubilizado es la primera etapa del proceso de tratamiento térmico de las piezas terminadas en condición de vaciado, para el caso de algunas aleaciones forjadas, la aplicación del tratamiento de solución dependerá de las propiedades finales deseadas. El principal objetivo del tratamiento es poner en solución a las fases endurecibles y disolver la mayor cantidad de carburos así como homogenizar la segregación presente en el material como resultado del fenómeno de solidificación.

Generalmente dependiendo de la composición de la superaleación, se aplica en rangos de temperatura de 1120 a 1312 °C, como por ejemplo las temperaturas de solubilizado para las superaleaciones Inconel 738 e Inconel 939 son 1120 y 1160°C respectivamente. Para aquellas aleaciones con altos contenidos de γ' lo cual ocasiona que éstas respondan parcialmente al tratamiento de solubilizado, este se lleva a cabo generalmente por debajo del punto de fusión incipiente de la aleación por tiempos que van de 2 a 6 horas [1,23].

Generalmente los hornos en los que se aplica este tipo de tratamiento térmico cuentan con una atmosfera inerte para proteger al material de la oxidación y se realiza en cámaras al vacío. Una atmosfera protectora tal como vacío, argón, helio o hidrogeno se utiliza para prevenir la oxidación de la pieza.

Los precipitados de las superaleaciones base níquel, tal como las que se utilizan para la fabricación de álabes de turbina, generalmente precipitan por debajo de γ' solvus. El crecimiento de precipitados finos de γ' es muy rápido, por lo cual es necesario enfriar la pieza tan rápido como sea posible para disminuir el grado de precipitación de las partículas γ' así como el engrosamiento de las que logren precipitar. Esto es necesario para retener el máximo posible de solutos formadores de este tipo de precipitados en solución, para posteriormente en procesos subsiguientes estos materiales sean procesados dependiendo de lo que se requiera, aplicar tratamiento térmico de envejecido, reparar con soldadura, etc.

2.9.2 Tratamiento térmico de estabilización.

Anteriormente se mencionó que al final del solubilizado se obtiene un material rico en elementos formadores de precipitados en solución. De aquí que resulta importante aplicar un tratamiento térmico mediante el cual se lleve a cabo la precipitación de dicho soluto mediante la formación de partículas finas de γ' para el caso de las superaleaciones base níquel. Este proceso es sumamente importante para optimizar los tamaños y morfología de γ' , carburos MC y carburos en los límites de grano principalmente para al final obtener las propiedades de resistencia mecánica requeridas para operar a temperaturas elevadas.

Las temperaturas y tiempos del procesos de envejecido, dependen de igual manera de la composición de la aleación, en general los rangos de temperatura bajo los cuales se aplica este tipo de tratamiento y el cual como regla general debe aplicarse posterior a un proceso de solubilizado, van de los 480 a los 870°C, el enfriamiento puede ser tanto en el horno o fuera del horno, velocidades de enfriamiento altas no son necesarias.

Comúnmente este tipo de tratamientos se lleva a cabo en uno o más ciclos térmicos, y a diferentes tiempos de exposición. Algunos investigadores han reportado que posterior a las 16h de envejecido el crecimiento del precipitado se vuelve lineal con respecto al tiempo. Sin embargo se han reportado algunos tratamientos incluso hasta de 48 h. anteriormente este tipo de tratamientos incluía hasta 3 o 4 ciclos, en la actualidad se ha logrado obtener propiedades similares e incluso mayores aplicando solo dos ciclos e incluso a temperaturas entre los 900-1000°C.

En la Figura 17 se muestra claramente el efecto de la temperatura y tiempos de envejecido en la resistencia final de una superaleación se ve claramente que entre mayor sea el tiempo y temperatura de envejecido la resistencia es mayor.

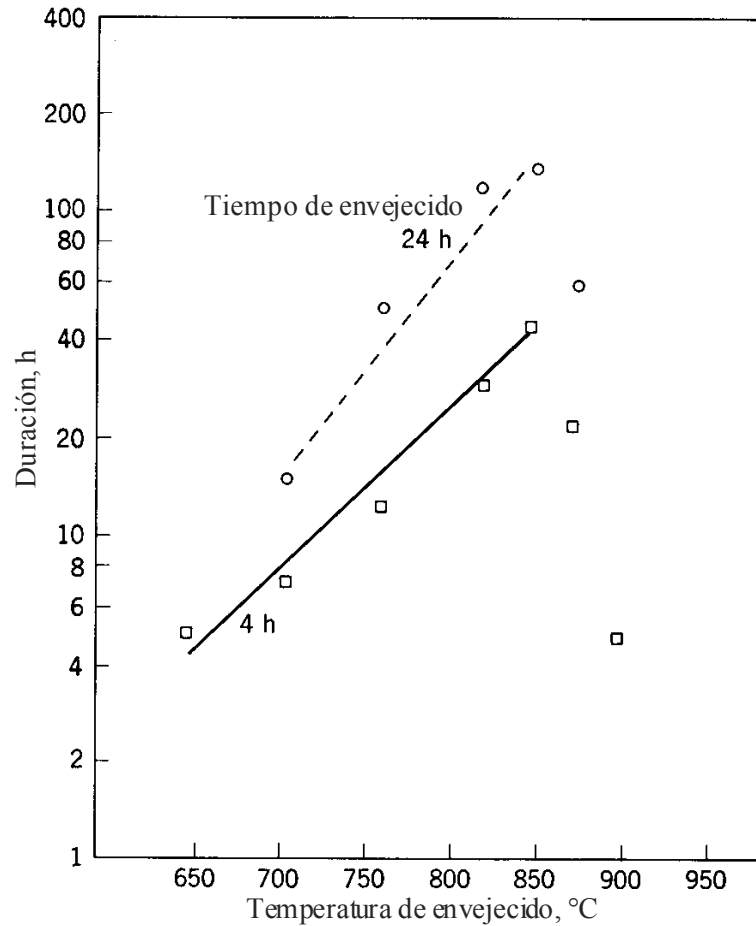


Figura 17. Efecto de la temperatura y tiempo de envejecido en la resistencia a la ruptura [22].

2.10 Soldabilidad y procesos de soldadura

2.10.1 Aspectos generales

El proceso de soldadura por fusión es actualmente la técnica más ampliamente utilizada para soldar superaleaciones. Este tipo de materiales, excepto aquellos que contienen altos contenidos de Aluminio y Titanio, se soldan fácilmente, las superaleaciones con altos contenidos de estos elementos, como es el caso de las superaleaciones base níquel endurecibles por precipitación de precipitados γ' son difíciles de soldar, la Figura 18 muestra diferentes tipos de aleaciones y su soldabilidad en función de los contenidos de Aluminio y Titanio [24].

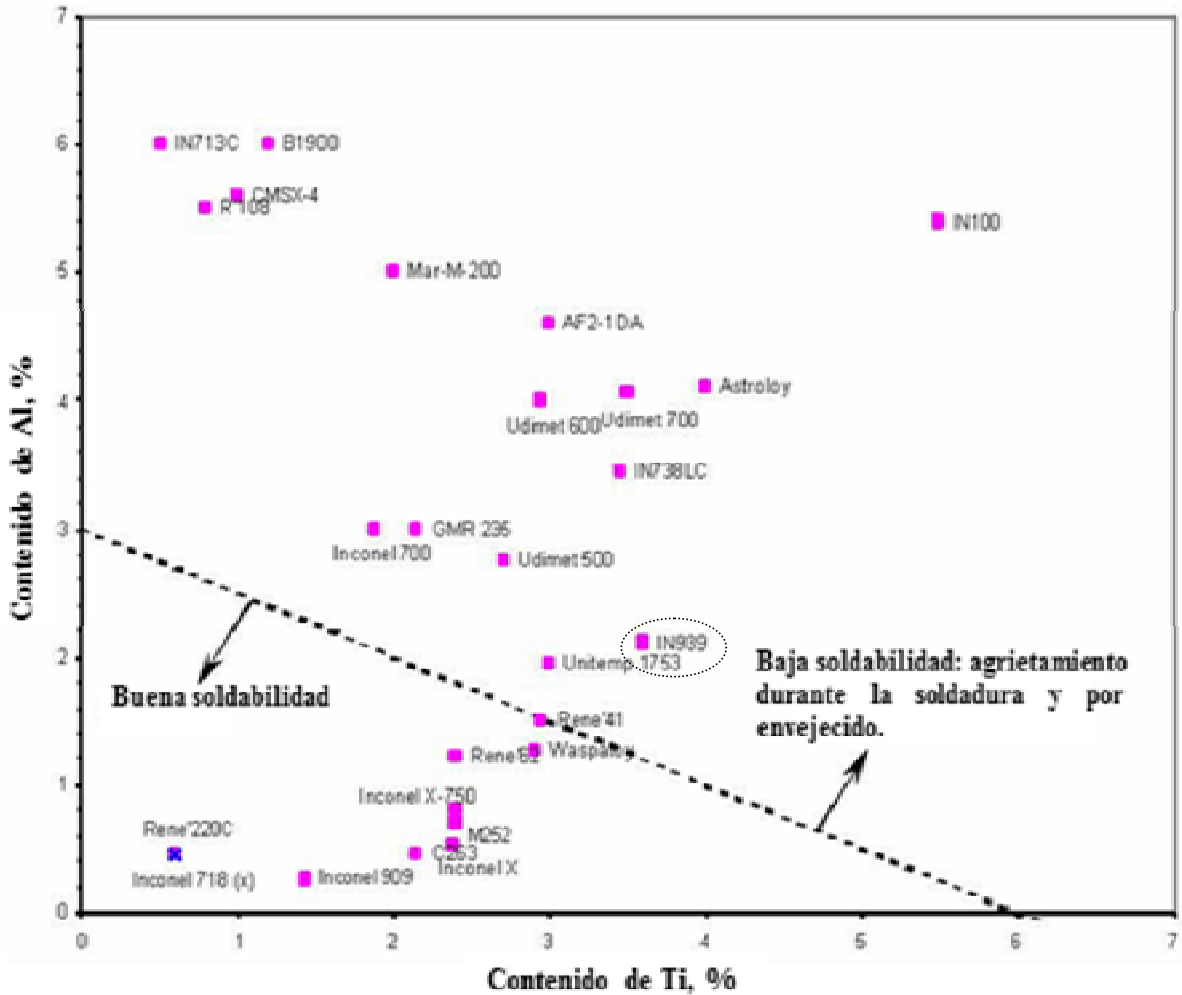


Figura 18. Diagrama de soldabilidad de superaleaciones base níquel [24].

Las superaleaciones base níquel que endurecen por la precipitación de grandes porcentajes de γ' , se utilizan en gran medida en la fabricación de alabes de turbina debido a que como ya se mencionó en capítulos anteriores, le confieren una alta resistencia a la termofluencia a temperaturas relativamente altas ($\sim 850^{\circ}\text{C}$). La reparación o reconstrucción de estos componentes mediante la aplicación de procesos de soldadura por fusión es de gran importancia dado los costos elevados de fabricación de piezas nuevas. Éste tipo de superaleaciones endurecibles por precipitación, son susceptibles a presentar agrietamiento en caliente (agrietamiento de la soldadura) y agrietamiento posterior al tratamiento térmico o

también llamado como agrietamiento por deformación por envejecido [1, 11], los cuales se discutirán más adelante.

Para mitigar este tipo de problemas es necesario evaluar cuidadosamente las condiciones del componente que se va a reparar y los procesos de tratamientos previos a la aplicación y posteriores, un punto importante es que la junta debe poseer mayor o por lo menos mantener las mismas propiedades mecánicas que el metal base. Para ello es necesario tomar en cuenta las siguientes consideraciones [1, 25]:

- Campo de esfuerzos del área que se va a soldar y los esfuerzos generados durante el proceso de soldadura.
- La composición nominal entre el metal base y el metal de aporte deben ser iguales o similares de tal forma que la combinación de ambos dé como resultado a propiedades de resistencia a la corrosión, oxidación y mecánicas al menos cercanas a las del metal base.

Los esfuerzos residuales como por ejemplo los que se desarrollan en los alabes de turbina durante los periodos largos de operación, como resultado de condiciones combinadas de rotación, fuerza centrífuga y gradientes térmicos, deben ser minimizados o eliminados, por lo general esto se lleva a cabo mediante la aplicación de pre-tratamientos térmicos (tratamiento térmico de solubilizado y en algunas ocasiones dependiendo de la superaleación tratamientos térmicos de envejecido), a diferencia de los esfuerzos generados durante el proceso de soldadura, los cuales son controlados mediante los parámetros del proceso de soldadura (calor de entrada y velocidad de aplicación principalmente). Por lo general el proceso de soldadura que se va a utilizar depende de los requerimientos de aplicación y las propiedades mecánicas características que se obtienen particularmente en cada proceso (integridad y estructura metalúrgica de la unión).

Los procesos de soldadura no sólo se utilizan en la reparación de componentes que han sido retirados de servicio por alguna falla o durante los mantenimientos programados como es el caso de las turbinas de gas (overhaul). Éstos también se pueden aplicar incluso en la producción de piezas vaciadas nuevas como en las fundiciones donde algunas veces se requiere de rellenar porosidades o algún otro defecto como traslapes, etc. [24, 25, 26].

2.10.2 Agrietamiento en los procesos de soldadura por fusión

Los diferentes fenómenos de agrietamiento que se presentan durante y posterior al procesos de soldadura de éste tipo de superaleaciones base Níquel endurecibles por precipitación, ocurre principalmente en regiones como son; la Zona Afectada por el Calor (ZAC) y/o en el cordón de soldadura, algunos de éstos no son característicos de éstas ya que se presentan durante los procesos posteriores de precipitación.

2.10.2.1 Agrietamiento en caliente

Este tipo de agrietamiento ocurre a diferentes grados de severidad dependiendo de la restricción de la junta, de las condiciones de soldadura y otros factores incluyendo la composición de la aleación. Estas grietas generalmente se presentan inmediatamente posteriores al proceso de soldadura, y se debe principalmente a la presencia de fases como son los carburos precipitados sobre los límites de grano, ya que éstos pueden dar lugar a fusión parcial y por ende al agrietamiento de los límites de grano en la zona afectada térmicamente.

Este tipo de fisuras por lo general son intergranulares y se presentan en forma perpendicular a la dirección de aplicación de soldadura y son muy comunes de observarse en procesos tales como el de soldadura por arco de tungsteno y gas (GTAW).

La licuación de las fases sobre los límites de grano es uno de los mecanismos que se ha considerado es responsable del agrietamiento en caliente y fue propuestos por Pepe y Seavage [27]. Otros autores también han demostrado que este fenómeno se presenta en la línea de fusión. Este mecanismo se atribuye principalmente a un fenómeno de licuación sub-solidus del tipo reacción eutéctica entre la matriz y las segundas fases presentes en esta, esto da como resultado a que se forme una película de soluto rica en elementos formadores de γ' en la interfase. Uno de los factores principales que da lugar a que la licuación de las segundas fases (A_xB_x) ocurra es el calentamiento rápido hasta la temperatura eutéctica o mayor de la aleación durante el procesos de soldadura.

Como resultado el precipitado no tiene el tiempo suficiente para disolverse en la matriz [28, 29]. En la Figura 19 se muestra un ejemplo de este fenómeno de licuación de los límites de grano observado en una aleación de aluminio endurecible por precipitación.

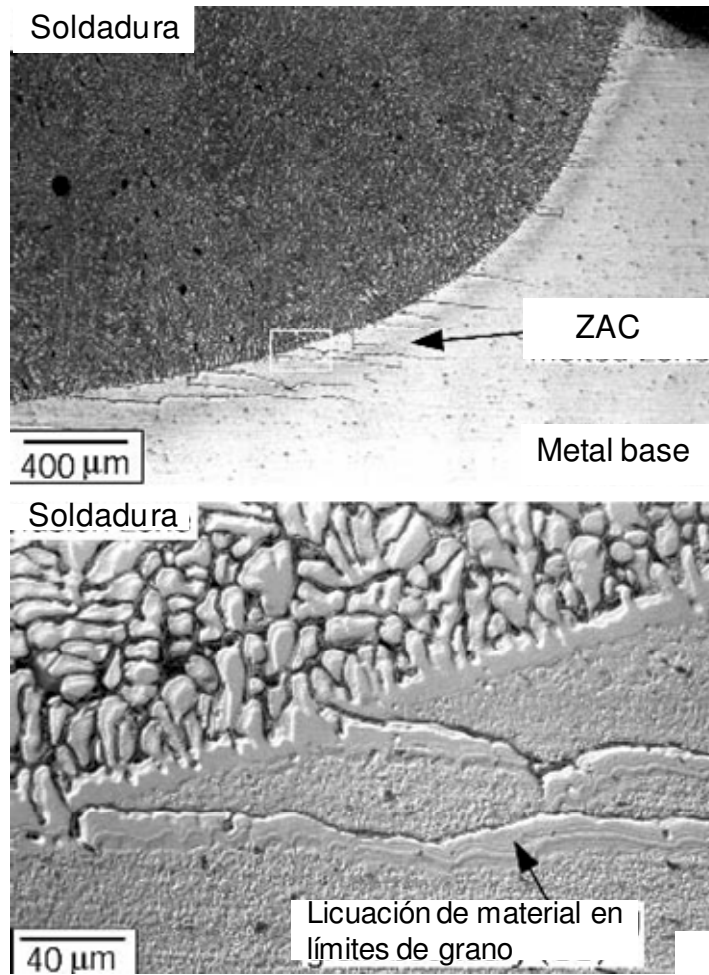
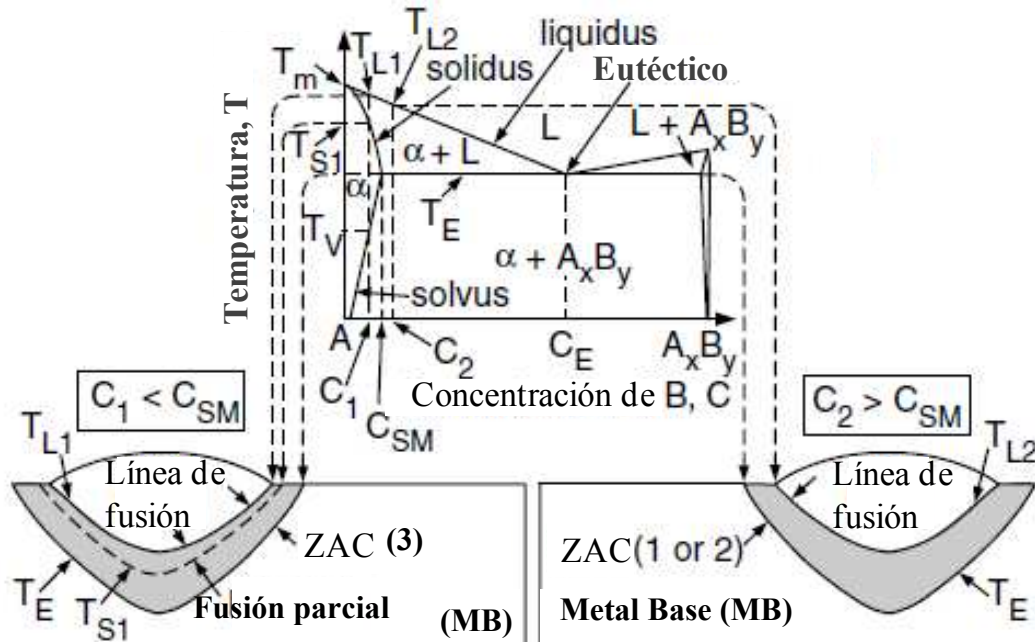


Figura 19. Licuación de los límites de grano en la región de ZAC [30].

En la Figura 20 se esquematiza este fenómeno de licuación cuando este tipo de partículas son calentadas por encima de la temperatura eutéctica T_E durante el proceso de soldadura. Como ya se comentó previamente cuando la temperatura alcanza T_E , la licuación inicia mediante una reacción eutéctica $A_xB_x + \alpha = L$ [29,30].



1. Partículas A_xB_x residuales reaccionando con la matriz:
(licuación constitucional)
 $A_xB_x + \alpha = L$ a T_E
si A_xB_x sigue presente a T_E
2. A_xB_x reaccionado con la matriz:
 $A_xB_x + \alpha = L$ a T_E
 A_xB_x siempre presente a T_E
independiente de la velocidad de calentamiento
3. Fusión del eutéctico :
eutéctico (S) = eutéctico (L) a T_E
eutéctico siempre presente a T_E
independientemente de la velocidad de calentamiento

Figura 20. Tres mecanismos de licuación principales en la región de ZAC, uno dentro de la zona de solubilidad sólida y dos por arriba de la línea de solubilidad sólida [30].

En la mayoría de las superaleaciones base níquel, el mecanismo de licuación no es suficiente para causar que el líquido penetre la mayoría de los límites de grano en la zona de ZAC, para que esto ocurra es necesario que se presente un fenómeno de migración sobre los límites de grano. Este fenómeno de formación de películas en los límites de grano como resultado de estos mecanismos, se esquematiza en la Figura 21.

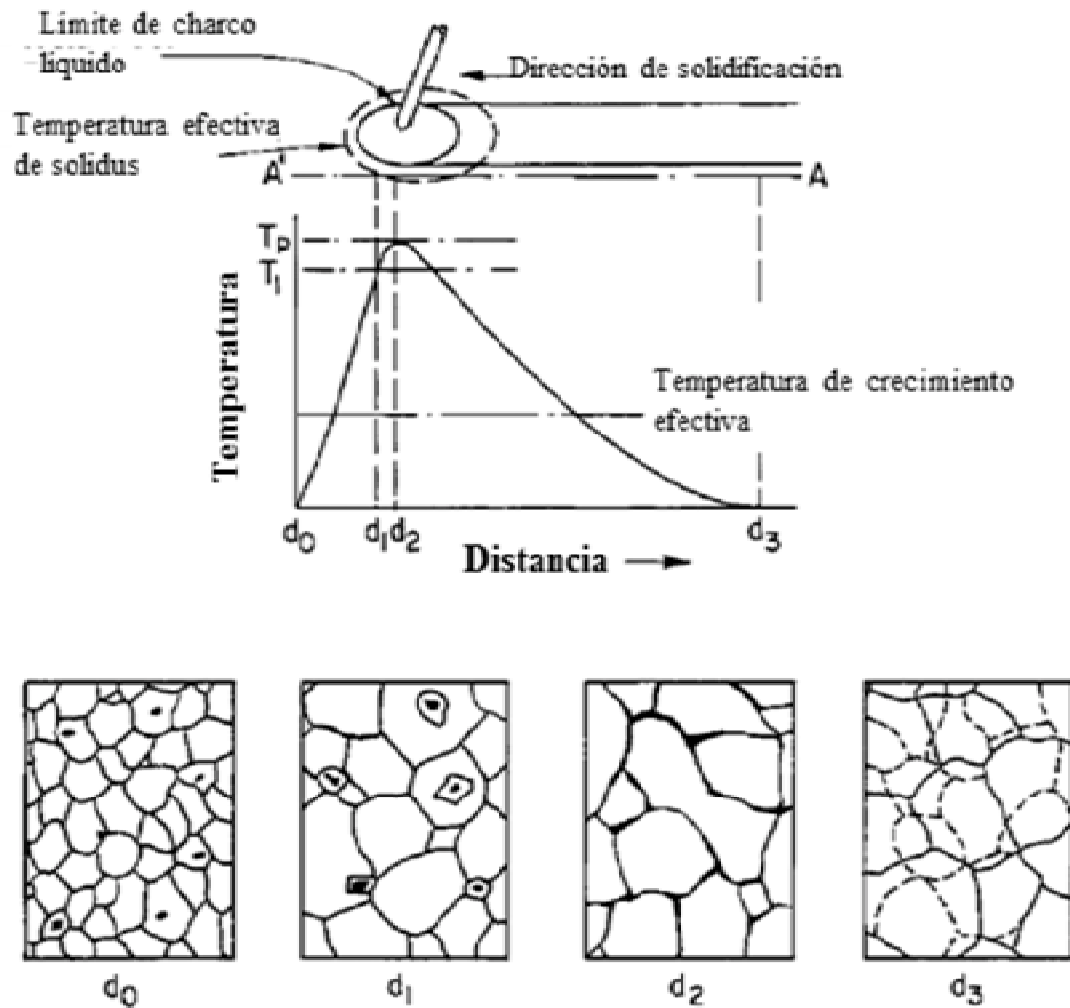


Figura 21. Representación esquemática de formación de películas ricas en sólido en la zona de ZAC [30].

La microestructura en la posición d_0 representa el material en su condición inicial, la posición d_1 considerable crecimiento de grano es observado por arriba de la temperatura de crecimiento de grano efectivo. Debido a esto, algunos de los límites de grano en movimiento intersecan las películas líquidas ricas en soluto y formadas por el fenómeno de licuación constitucional, por lo que esto da lugar a que este líquido penetre los límites de grano. En la posición d_2 el crecimiento de grano es mayor por lo que la penetración de líquido rico en soluto es aun mayor formando películas a lo largo de los límites de grano. Por consiguiente si el tiempo disponible para disipar el líquido rico en soluto no es suficiente para que esto ocurra antes de que la temperatura local disminuya a la temperatura efectiva de este, las películas de líquido en estas regiones, solidificarán como una red rica en soluto. Si durante la etapa de enfriamiento de dicho proceso existe la presencia de suficiente esfuerzo térmico, la formación de grietas ocurrirá fácilmente a través de los límites de grano localizados en el ZAC y en algunas ocasiones extendiéndose hasta la zona de fusión [27, 29, 30].

2.10.2.2 Agrietamiento por envejecido

Las aleaciones base níquel que endurecen por precipitación, generalmente son tratadas térmicamente posterior al proceso de soldadura principalmente por dos razones; relevar esfuerzos e impartir nuevamente las propiedades mecánicas requeridas en la aleación. Durante el tratamiento el cual consiste en solubilizar y posteriormente envejecer, algunos precipitados envejecen durante el calentamiento para llegar a la temperatura de solubilizado. Durante esta etapa los esfuerzos no se han eliminado considerablemente, por lo que el crecimiento de los precipitados es perjudicial ya que generalmente se presentan grietas durante el tratamiento térmico.

Este tipo de agrietamiento es también comúnmente llamado como; Agrietamiento por deformación por envejecido. Recibe este nombre debido a que el agrietamiento ocurre en soldaduras que experimentan deformaciones internas durante la etapa de calentamiento y en particular cuando la temperatura al punto donde el envejecimiento se lleva a cabo.

Como ya se mencionó anteriormente los contenidos de (Al +Ti), son responsables de que este tipo de aleaciones que endurecen por precipitación sean fáciles o difíciles de soldar (ver la Figura 18). Así mismo esta misma relación es responsable de que una aleación sea más o menos susceptible a presentar este tipo de agrietamiento, el cual ocurre principalmente a través de los límites de grano, bajo la influencia de los esfuerzos resultantes del proceso de solidificación de la soldadura y los cuales se transfieren principalmente a los límites de grano del ZAC, los cuales tienden a agrietarse al ocurrir la precipitación de γ' , debido al endurecimiento de la matriz. Existen algunos elementos que promueven este tipo de agrietamiento, S, C y B ya que se comportan como iniciadores de grietas, en capítulos anteriores ya se ha discutido con mayor detalle el efecto de éstos elementos.

En la Figura 22 se presenta de forma esquemática la secuencia en como ocurre el agrietamiento por envejecido. Para este caso el rango de temperatura de precipitación está definida entre T_1 y T_2 . La pieza es sometida a solubilizado para relevar los esfuerzos generados durante el proceso de soldadura, por lo que durante el calentamiento la pieza pasa por la temperatura de precipitación. Al menos que la velocidad de calentamiento sea suficientemente rápida para evadir esta intersección de precipitación de la curva C, la precipitación se llevará a cabo y por ende ocurrirá el crecimiento de grietas [1, 11, 30].

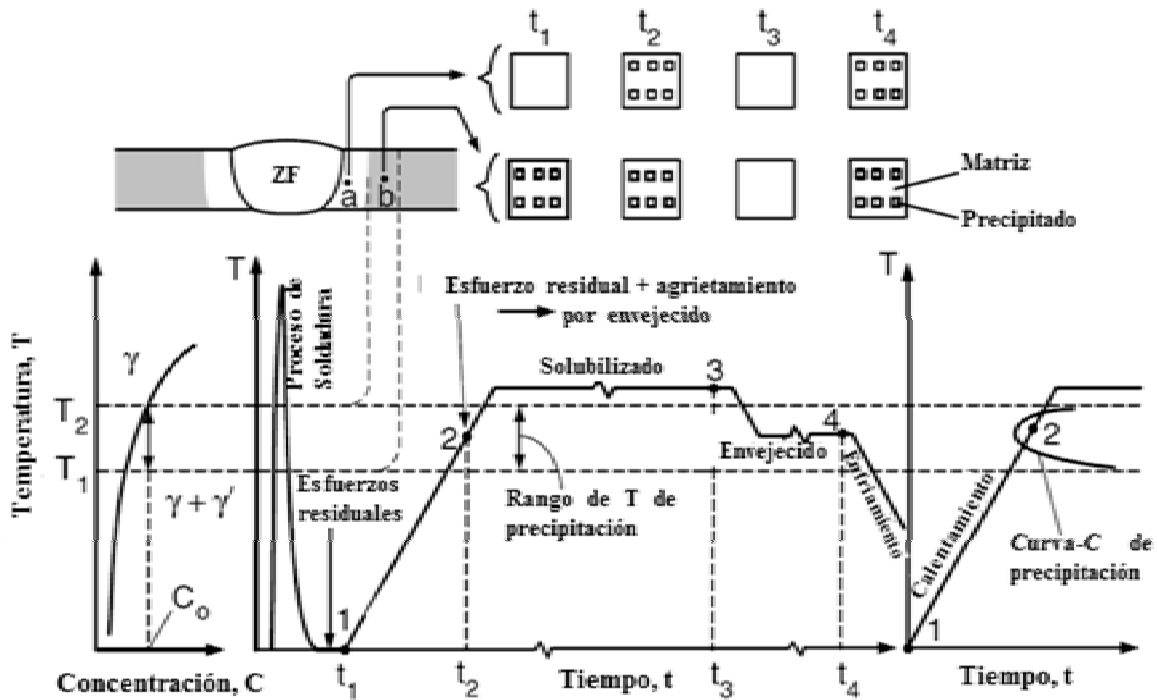


Figura 22. Representación esquemática de agrietamiento por envejecido [30].

Es importante comprender los mecanismos que dan lugar a que estos dos tipos de agrietamiento que se presentan en las superaleaciones base Níquel, con el fin de desarrollar guías prácticas del procesamiento que se debe de llevar a cabo y evitar la aparición de éstos defectos y de esta manera disminuir los costos directamente. Se han estudiado algunas rutas alternas las cuales se relacionan directamente con la aplicación de pre y post-tratamientos térmicos más elaborados.

Tomando como punto de lanza las siguientes consideraciones; se requiere de una distribución más homogénea de los elementos de aleación, microestructuras ordenadas cuyas propiedades de resistencia soporten los esfuerzos térmicos generados durante la aplicación y solidificación de la soldadura y que a la vez presenten un buen comportamiento elástico, evitar la precipitación de γ' en los procesos de post-tratamiento en específico durante el calentamiento en la etapa de solubilizado tomando como referencia las curvas de susceptibilidad al agrietamiento (curvas tipo C), este tipo de curvas son características de cada aleación y dependen en gran medida de la composición química, ver la [1, 11].

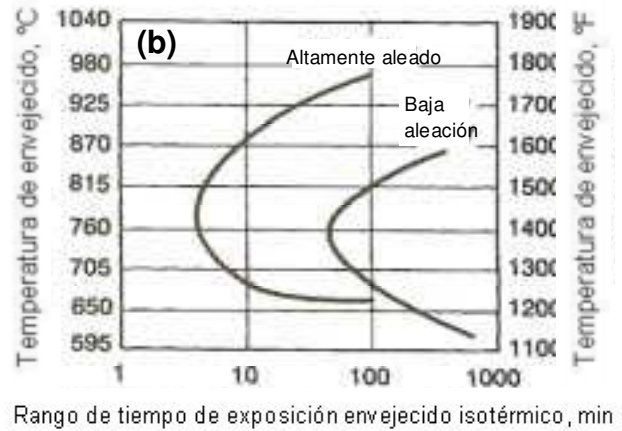
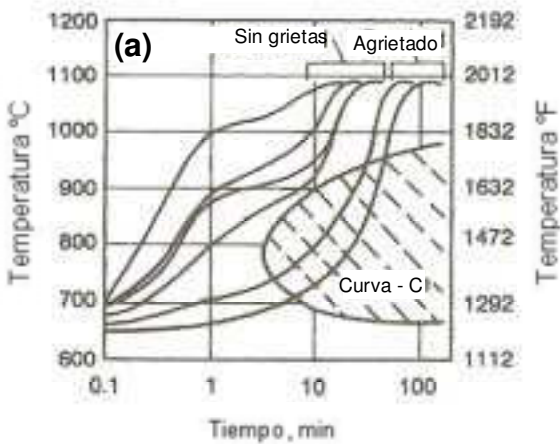


Figura 23. a) Efecto de la velocidad de calentamiento en la tendencia al agrietamiento en el tratamiento térmico de solubilizado posterior a la soldadura (Rene 41), b) Efecto de la concentración de los elementos de aleación Hierro, Silicio, Manganeso, Azufre en la tendencia al agrietamiento durante el pos-tratamiento térmico de soldadura (Rene 41) [11].

2.10.3 Clasificación de los procesos de soldadura

Las superaleaciones base Níquel que endurecen por solución sólida, pueden ser soldadas de buena manera por medio de casi todos los métodos de soldadura existentes, a excepción de los procesos de soldadura por forja y oxiacetileno. Para el caso de las superaleaciones vaciadas que endurecen por precipitación como es el caso de la aleación INCONEL 939 la cual es objeto de estudio en ésta investigación, los métodos de soldadura más comúnmente empleados son:

- Soldadura por arco de tungsteno y gas (GTAW)
- Soldadura por arco de metal y gas (GMAW)
- Soldadura por arco de metal protegido (SMAW)
- Soldadura por arco de plasma (PAW)
- Soldadura por rayo láser (LBM)

A continuación se describe en forma general solamente el proceso de soldadura por fusión GTAW, éste es el proceso que se utilizó en el desarrollo experimental con base a que históricamente es el procesos de soldadura por fusión más utilizado para la reparación de álabes de turbina de acuerdo a los requerimientos industriales implícitos en dicho proceso [24, 26].

2.10.3.1 Proceso de soldadura por arco de Tungsteno

Este proceso de soldadura por arco y gas (*GTAW-gas tungsten arc welding*) que utiliza un arco entre un electrodo de tungsteno (no consumible) y el charco de soldadura, se ha vuelto una herramienta indispensable en las industrias que manufacturan o reconstruyen piezas críticas de las turbinas como son los alabes, en virtud de la alta calidad de las soldaduras que se producen y el bajo costo del equipo.

En la actualidad este proceso ha recibido también los nombres de; soldadura con electrodo consumible y/o soldadura con tungsteno y gas inerte (TIG), más sin embargo la AWS (American Welding Society) para este proceso utiliza la terminología (GTAW), ya que en algunas aplicaciones es posible utilizar mezclas de gases protectoras que no son inertes.

En la Figura 24 se ilustra el equipo del proceso de soldadura (TIG) así como el proceso de soldadura, el cual como ya se mencionó anteriormente utiliza un electrodo de tungsteno no consumible soportado por un soplete a través del cual se inyecta el gas protector, el cual evita la contaminación (protege el electrodo, el charco y el metal de aporte). El arco eléctrico se produce por el paso de corriente a través del gas ionizado, que conduce la electricidad. El arco se establece entre la punta del electrodo y la pieza a soldar. El calor generado por el arco funde el metal base y una vez formado el charco de soldadura, el soplete se desplaza a lo largo de la unión y el arco funde progresivamente las superficies de empalme. Si se utiliza alambre de aporte, como es el caso de las superaleaciones base Níquel, éste se alimenta por el borde delantero del charco para llenar la unión [30, 31].

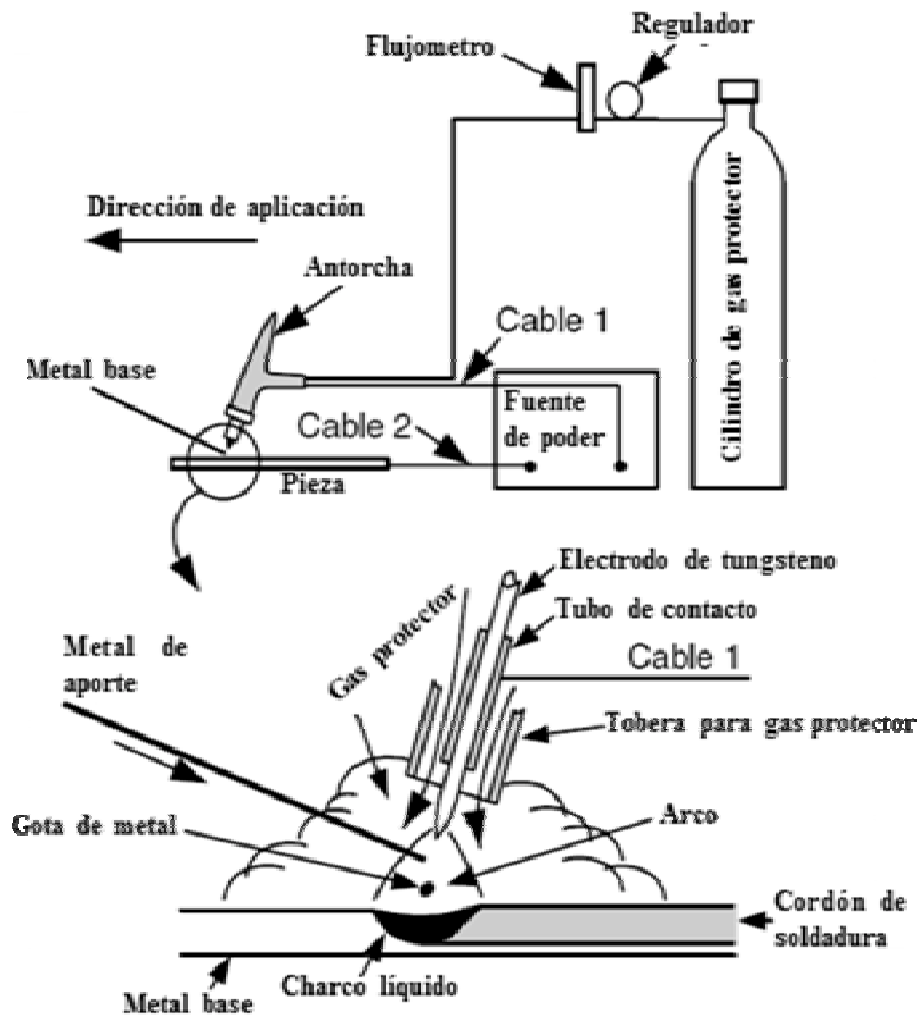


Figura 24. Esquema de equipo utilizado para proceso TIG [30].

A continuación se enumeran algunas de las ventajas que tienen las diferentes configuraciones del proceso GTAW:

- 1) Producen soldaduras de muy buena calidad, generalmente libres de defectos
- 2) Libre de salpicaduras que ocurren en otros procesos por arco
- 3) Se puede usar con metal de aporte o sin el

- 4) Ofrece un control excelente de penetración
- 5) Producción de soldaduras autógenas económicas a mayor velocidad
- 6) Puede utilizar fuentes de potencia de costo relativamente bajo
- 7) Permite controlar de manera precisa las variables de soldadura
- 8) Permite controlar de manera independiente la fuente de calor y las adiciones de metal de aporte.
- 9) Excelente para soldar secciones muy delgadas

Así también éste proceso puede presentar problemas potenciales como los siguientes si no se tienen los cuidados requeridos:

- 1) Inclusiones de tungsteno si se permite el contacto del electrodo con el charco de soldadura
- 2) Contaminación por una inapropiada cobertura de gas
- 3) El soldador requiere más destreza y coordinación
- 4) Para secciones mayores a 10mm de espesor, resulta menos económico que el proceso de electrodo consumible
- 5) Puede ocurrir el golpe o desviación del arco

Es de gran importancia controlar las principales variables de éste proceso como son el voltaje del arco (longitud del arco), la corriente de la soldadura, la velocidad de recorrido y el gas protector, para obtener soldaduras de buena calidad y no se presenten problemas como los mencionados anteriormente. Como ya se discutió este proceso es ampliamente utilizado en la reparación de alabes de turbina, ya que se pueden soldar secciones muy delgadas debido a que el arco se concentra en un área muy pequeña y el calor producido puede ser regulado en una manera muy precisa.

Antorchas. En la práctica durante la aplicación de soldadura a piezas vaciadas de aleaciones endurecidas por precipitación base níquel principalmente, recomiendan utilizar antorchas que permitan la mejor protección de gas, mejor visión de trabajo (de preferencia trabajar a un ángulo de 90°) sin perder la atmósfera protectora o contaminación de la misma por el aire que la rodea.

Protección con gas. La tobera de gas debe ser lo más larga posible para mantener una distancia mínima entre la pieza a soldar y la tobera. La mezcla de gas protector puede ser argón o helio o una mezcla de los dos, comúnmente cuando se utiliza metal de aporte sólo se emplea argón en éste tipo de aleaciones.

Electrodos. Los electrodos deben ser de tungsteno puro o aleado preferentemente con zirconio y de preferencia con un ángulo en la punta de 30° para tener mejor control de la penetración y de la estabilidad del arco. La extensión de éste debe ser corta y principalmente se basa en el diseño de la junta, como por ejemplo una extensión de 4.8 mm puede utilizarse en juntas a tope en piezas delgadas.

Técnicas de aplicación. Generalmente cuando se sueldan alabes de turbina, se utiliza metal de aporte, el diámetro de éste debe ser similar al espesor de la pieza que se va a soldar, durante el proceso la punta caliente del electrodo debe mantenerse dentro de la atmósfera protectora para evitar su oxidación así mismo debe mantenerse un arco de longitud corta para asegurar la transferencia de los elementos desoxidantes al charco de soldadura. Dependiendo del espesor de la pieza y propiedades de la aleación como son conductividad térmica y capacidad calorífica principalmente, se determina un rango máximo y mínimo de velocidad de avance, por lo tanto para tener una buena penetración, espesor óptimo del cordón así como su integridad, la velocidad debe mantenerse entre dicho rango. En las superaleaciones endurecibles por precipitación con espesores delgados como es el caso de los alabes de turbina, se requiere que el calor de entrada sea el más bajo posible, por lo cual se incrementa la formación de porosidades y se debe principalmente al incremento considerable de la velocidad de solidificación del charco de soldadura [1, 26].

Capítulo 3

ANTECEDENTES DE LA SUPERALEACIÓN INCONEL 939

3.1 Material

La superaleación Inconel 939 es una aleación vaciada base níquel con altos contenidos de cromo, la cual se utiliza ampliamente en la fabricación de álabes de turbinas de gas. El alto contenido de cromo con el que cuenta esta aleación, le infiere excelentes propiedades de resistencia a la oxidación a temperaturas elevadas. Sus propiedades a temperaturas relativamente bajas y altas, son excelentes y resultan de la precipitación en el estado sólido de la fase γ' , cuya formación y precipitación se discutió ampliamente en capítulos anteriores. La fracción volumen de este precipitado en la aleación Inconel 939 es alto (~60%) y se considera para este caso en particular es del tipo $(Ni_3, Co_3)(Al, Ti \text{ o } Ta)$ [1, 18].

Algunos investigadores han demostrado que los carburos del tipo MC precipitan en mayor medida y son formados principalmente por Ti y Nb en menor cantidad y distribuidos sobre los límites de grano como partículas discretas carburos del tipo $M_{23}C_6$ compuestos principalmente por Cr dadas las cantidades considerables de este elemento en la aleación.

El contenido alto de cobalto presente en esta aleación reduce la solubilidad de los elementos formadores de γ' en la matriz, lo cual maximiza la precipitación de éste intermetálico. La composición nominal de esta aleación se muestra en la Tabla 3 [18].

Dado lo anterior esta superaleación alcanza sus propiedades máximas como resultado de la precipitación del intermetálico γ' de manera coherente con la matriz, lo cual da como resultado a la formación de deformaciones coherentes, así como a una distribución y morfología deseables para incrementar dicho mecanismo de endurecimiento como son precipitados principalmente esféricos con altos valores de fracción volumen de los mismos [32].

Tabla 3. Composición nominal de la superaleación Inconel 939.

Elemento	Inconel 939 % peso
C	0,15
Cr	22,4
Co	19
Ti	3,7
Al	1,9
W	2
Ta	1,4
Nb	1
Zr	0,1
B	0,01

3.2 Tratamientos térmicos

Dado que este tipo de superaleación (Inconel 939) endurece por precipitación, resulta de gran importancia aplicar tratamientos térmicos adecuados con el fin de obtener las propiedades de resistencia tanto mecánicas así como de oxidación adecuadas para el tipo de operación final que se pretende.

Anteriormente se mencionó el endurecimiento se desarrolla principalmente por la precipitación de intermetálicos γ y en menor medida por la precipitación fases de reacción secundaria como los carburos. Algunos investigadores han demostrado que la aleación Inconel 939 desarrolla considerablemente sus propiedades de resistencia a temperatura ambiente así como a su resistencia a corto plazo y temperaturas elevadas cuando se aplican tratamientos de tres etapas (14 h de tratamiento).

Así mismo determinaron que las propiedades de resistencia a la termo-fluencia a temperatura elevada y por periodos largos, al compararla con el de la superaleación Inconel 738, los resultados son muy similares entre ambas aleaciones.

Se ha establecido que no existe gran diferencia entre los tratamientos convencionales que se aplicaban en un principio a este tipo de aleaciones, como son el de cuatro etapas y el más reciente propuesto por Shaw *et.al* [33] de dos etapas. Todos estos mostraron que en la última etapa de envejecido ocurría la precipitación de pequeños intermetálicos esféricos de γ' secundaria, con tamaños entre ~40 a 80 nm. Los cuales influenciaban de manera positiva las propiedades de termo-fluencia a tiempos largos. Los precipitados más finos fueron obtenidos en los tratamientos de cuatro y dos etapas, lo cual influye todavía en mayor medida la resistencia comparada con la microestructura observada en los tratamientos de tres etapas.

Las propiedades de resistencia a la ruptura bajo condiciones de elevada temperatura (800-900°C) y tiempos largos de operación (>25000h) que requieren las turbinas industriales es de gran importancia. A estas condiciones de operación, las partículas de γ' secundaria entran en solución, y contribuyen al engrosamiento de los precipitados de γ' primaria así como al incremento de la fracción volumen de la misma dando como resultado al incremento de la resistencia la ruptura a los niveles deseados. En la Tabla 4 se presentan las temperaturas más típicas para cada uno de los tratamientos mencionados anteriormente [18, 32, 33].

Tabla 4. Propiedades de resistencia a la ruptura a 816 y 870°C [32].

Tratamiento térmico (Inconel 939)	Resistencia a la ruptura, MNm²	Tiempo de vida hr
Cuarta etapa a 870°C 1150°C/4h + 1000°C/6h + 900°C/24h + 700°C/16h	124	11127
Tres etapas 1160°C/4h + 1000°C/6h + 800°C/16h + 816°C	379	1725
Dos etapas 1160°C/4h + 1000°C/6h + 870°C	120	15202

3.3 Soldabilidad

Como resultado del alto contenido de elementos formadores de γ' Al y Ti ($\geq 6\%$), la aleación Inconel 939 presenta fracciones volumen de este precipitado de $\sim 60\%$. Previamente se mencionó que las superaleaciones base níquel con altos porcentajes del precipitado γ' presentan baja soldabilidad (ver la Figura 18), ya que estas presentan alta susceptibilidad a presentar agrietamiento durante el proceso de soldadura o en tratamientos de envejecido posteriores a dicho proceso [34, 35].

Se han realizado estudios en forma extensa y profunda en aleaciones similares con el fin de disminuir o eliminar el agrietamiento que se presenta en este tipo de aleaciones en la ZAC. Shaw et al. [32] describe un método mediante el cual se mejora considerablemente la soldabilidad de esta aleación mediante la aplicación de pre-tratamientos térmicos de soldadura (PTTS); sin embargo, la información disponible al respecto es muy limitada y no se describe el mecanismo de agrietamiento en la ZAC. Sin embargo para otras aleaciones existe una gran cantidad de información disponible en la cual se describe este comportamiento de agrietamiento intergranular, el cual se menciona es afectado por lo siguiente: (1) la presencia de precipitados sobre los límites de grano; y (2) la morfología de los límites de grano, el cual puede afectar la posibilidad de que se lleve a cabo la propagación de una grieta en esta region de límites de grano [35, 36].

Previamente se discutió en forma más amplia como este tipo de agrietamiento intergranular en la ZAC, ocurre como resultado de un fenómeno de licuación fuera del equilibrio y en la interfase y por debajo de la línea de solidus de la aleación mediante una reacción de equilibrio supersolidus [30, 35]. Algunos investigadores han reportado un incremento a la resistencia al agrietamiento intergranular en la ZAC, por medio de la aplicación de PTTS más la aplicación de un procedimiento adecuado de soldadura. Este comportamiento es atribuido a la creación de una microestructura capaz de relajar los esfuerzos generados durante el proceso de soldadura, reduciendo considerablemente el agrietamiento por licuación intergranular [35,36].

3.4 Alcance de la presente investigación

Considerando los antecedentes de la aleación Inconel 939, los cuales establecen que esta superaleación base níquel presenta baja soldabilidad, debido que ésta experimenta un fenómeno de agrietamiento intergranular en la ZAC, durante el proceso de soldadura o posterior a post-tratamientos térmicos de soldadura. Dado que la información disponible referente al comportamiento microestructural con respecto a este mecanismo de agrietamiento en la ZAC, es muy limitada en específico para esta superaleación, es por ello que resulta de gran importancia comprender la evolución microestructural en la ZAC en respuesta a un calentamiento rápido de soldadura así como la relación microestructural de un pre- y post-tratamiento térmico de soldadura. Es por ello que el objetivo del presente estudio es el de entender los efectos de los pre-tratamientos térmicos de soldadura en las reacciones metalúrgicas que contribuyen al agrietamiento por licuación en la ZAC durante el proceso de soldadura de la superaleación Inconel 939.

Para ello se utilizaron técnicas de análisis como Microscopio electrónico de barrido (MEB) y transmisión (TEM), con el objeto de caracterizar los cambios microestructurales de las diferentes muestras, para finalmente interpretar y generar el conocimiento requerido para comprender y manipular dicho fenómeno de agrietamiento, mediante los siguientes aspectos:

- Morfología del grano, así como morfología y distribución de fases del material en su condición inicial (como se recibió posterior a estar en operación),
- Morfología del grano, así como morfología y distribución de las fases presentes en función de los tratamientos térmicos de envejecido,
- Fracción volumen de los precipitados γ' primaria con respecto a los tratamientos térmicos de envejecido,
- Identificación de las diferentes fases por medio de su morfología y composición química,
- Identificación de fenómenos involucrados en la aparición de grietas por licuación y su relación con la microestructura (tratamiento térmico de envejecido),
- Efecto de los parámetros de soldadura en la aparición de grietas en la ZAC,
- Determinación de los parámetros de red así como el desajuste de la red γ/γ' ,
- Efecto del desajuste de red γ/γ' en la aparición de grietas en la ZAC.

Capítulo 4

DESARROLLO EXPERIMENTAL

4.1 Material

El material utilizado en el presente estudio fue una superaleación base níquel Inconel 939 proporcionado por Corporación Mexicana de Investigación en Materiales, S.A de C.V. (COMIMSA), en la forma de álabes de turbina. Estos alabes fueron fabricados mediante el proceso de vaciados convencional, los alabes de acuerdo a información proporcionada por COMIMSA, estuvieron operando en la primera etapa de la zona caliente de una turbina de gas Ruston TB5000, la cual se clasifica como una turbina de alto desempeño y que opera comúnmente de forma continua. Los álabes estuvieron en operación por aproximadamente ~40,000h a temperaturas variantes entre los 600 y 850°C.

El análisis químico se realizó mediante la técnica de espectrometría de fluorescencia de rayos X y espectrometría de emisión óptica obteniéndose los resultados que se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5. Composición química de la superaleación Inconel 939.

Elemento	% en peso
C	0.14
S	<0.002
Si	0.01
Cr	23.23
Mo	0.16
Nb	1.04
Ti	3.83
Co	19.31
W	1.83
Zr	0.10
Al	1.85
Fe	0.20
Ta	1.37
Ni	Balance

Nota: con la técnica utilizada no fue posible determinar el contenido de Boro (B).

4.2 Preparación de muestras

En la sección 4.1 se comentó que este tipo de álabes (primera etapa zona caliente) en operación están expuestos a temperaturas elevadas, por lo cual a estos se les aplica un recubrimiento del tipo cerámico-metálico (MCrAlY) donde M en este caso se indicó correspondía con Co. Este tipo de recubrimientos comúnmente para proteger al metal base de la oxidación a temperatura elevada así como barrera térmica (evita el contacto directo del metal base (Inconel 939) con los gases calientes de la turbina). Es por ello que fue necesario

someter los álabes a un proceso de limpieza con granalla (proceso sand-blast) para retirar el dicho recubrimiento, posteriormente especímenes de prueba de aproximadamente (30 x 5 mm) se cortaron con una velocidad de 0.1 mm/s de la zona identificada como hoja del alabe, tal y como se ilustra en la Figura 25.

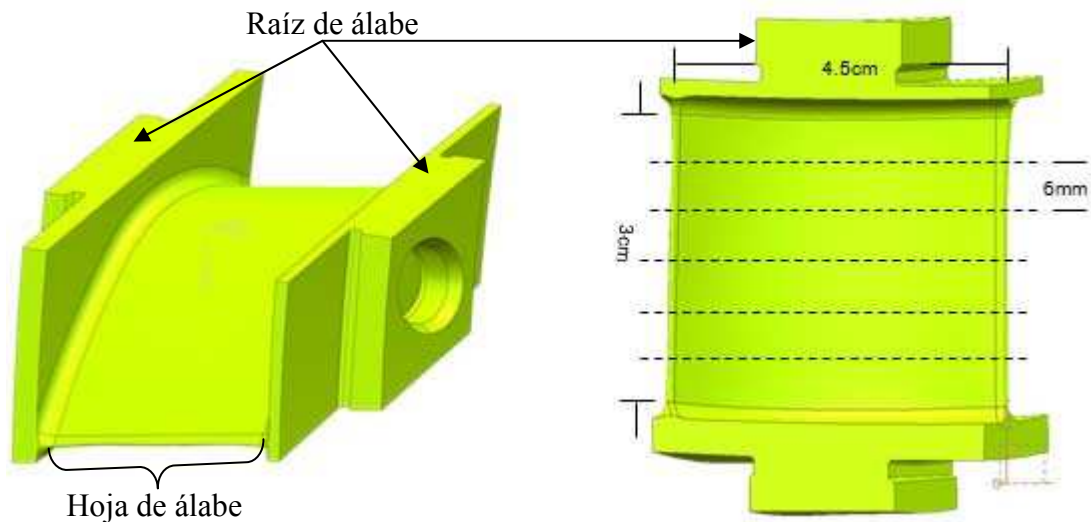


Figura 25. Ingeniería de álabe y zona de hoja de álabe de donde se obtuvieron las muestras.

4.3 Tratamientos térmicos

Las muestras obtenidas fueron sometidas a varios pre-tratamientos térmicos de soldadura y lo cuales consistieron de dos etapas: (1) en esta etapa se aplicó un solubilizado a temperaturas de 1145°C y 1160°C, la velocidad de calentamiento utilizada fue de 15°C/min por tiempos de 2 y 4 horas, posteriormente el enfriamiento se realizó en el interior del horno a una velocidad promedio de $\pm 6^\circ\text{C}/\text{min}$ hasta alcanzar la temperatura isotérmica de envejecido siguiente; y (2) en esta etapa se aplicaron tratamientos de envejecido a temperaturas de 850°C, 900°C, 950°C y 1000°C por un periodo de 6 horas, el enfriamiento se realizó en horno a una velocidad de $\pm 14.5^\circ\text{C}/\text{min}$, hasta alcanzar la temperatura ambiente.

La Figura 26 muestra un ejemplo de las rampas de los ciclos térmicos descritos previamente en la sección 1.2, mientras que la Tabla 6, muestra la designación de las muestras para cada ciclo térmico. Los tratamientos térmicos se realizaron por cuadruplicado.

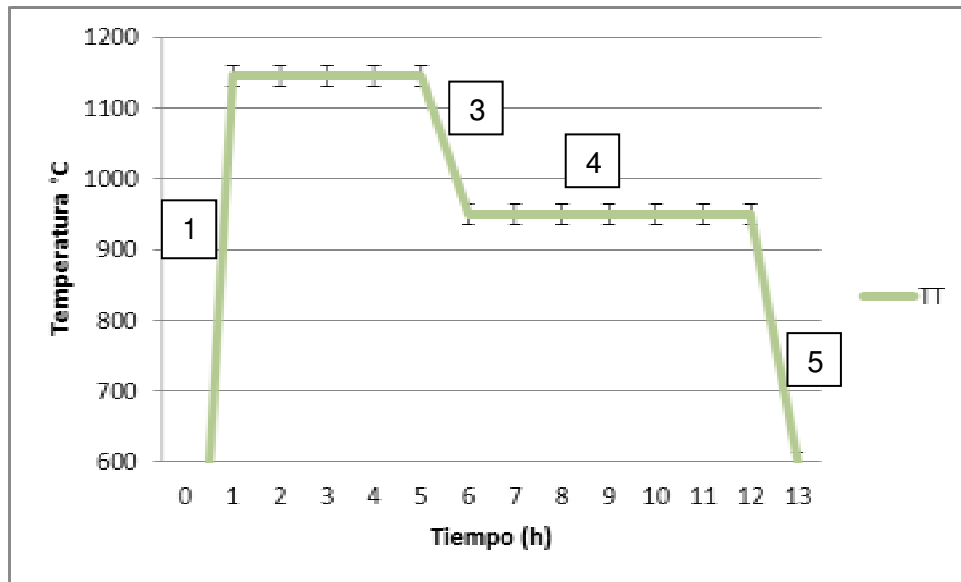


Figura 26. Esquema de ciclos térmicos aplicados.

1. Calentamiento a la temperatura de solubilización (1145°C y 1160°C) $V_c=15^\circ\text{C}/\text{min}$.
2. Mantenimiento a la temperatura de solubilización (2 y 4 h).
3. Enfriamiento en el interior del horno hasta la temperatura de envejecido $V_E=\pm 6^\circ\text{C}/\text{min}$.
4. Mantenimiento a la temperatura isotérmica de 1000°C, 950°C, 900°C y 850°C por 6 h.
5. Enfriamiento hasta la temperatura ambiente en el interior del horno.

Tabla 6. Nomenclatura de muestras para cada condición de pre-tratamiento térmico de envejecido.

ALEACIÓN INCONEL 939	Solubilizado	1000 °C	950 °C	900 °C	850 °C
	1160 °C/ 4 h	H2-1	H3-1	H4-1	H5-1
		H2-2	H3-2	H4-2	H5-2
		H2-3	H3-3	H4-3	H5-3
		H2-4	H3-4	H4-4	H5-4
	1145 °C/ 4 h	H6-1	H7-1	H8-1	H9-1
		H6-2	H7-2	H8-2	H9-2
		H6-3	H7-3	H8-3	H9-3
		H6-4	M7-4	H8-4	H9-4
	1160 °C/ 2 h	H10-1	H11-1	H12-1	H13-1
H10-2		H11-2	H12-2	H13-2	
H10-3		H11-3	H12-3	H13-3	
H10-4		H11-4	H12-4	H13-4	
1145 °C/ 2 h	H14-1	H15-1	H16-1	H17-1	
	H14-2	H15-2	H16-2	H17-2	
	H14-3	H15-3	H16-3	H17-3	
	H14-4	H15-4	H16-4	H17-4	

4.4 Medición de microdureza

La medición de dureza Vickers, se realizó en un microdurometro Future-Tech modelo FM7 empleando un indentador de diamante con una carga de 0.5 Kg por 15s, se realizaron un total de 6 indentaciones por muestra y se obtuvo un promedio de estas.

4.5 Proceso de aplicación de soldadura TIG

La superficie transversal de corte de las probetas tratadas térmicamente, fue pulida y límpida con acetona, con el fin de remover el óxido presente así como cualquier otra contaminación, para posteriormente aplicar soldadura por medio de un proceso TIG semiautomático. Los parámetros utilizados fueron; cordón de soldadura de un simple paso utilizando como material de aporte la aleación A230 cuya composición química se muestra en la Tabla 7 y se considera como una aleación estándar (no endurece por precipitación). Esta aleación fue seleccionada ya que de acuerdo a algunos reportes sobre reparación de este tipo de componentes (álabes de turbinas de gas), al utilizar una aleación más dúctil como es el caso de la A230, afecta de manera positiva disminuyendo los esfuerzos que se generan en la unión, así mismo también se establece que esta aleación es una de las pocas cuyos electrodos cuentan con las dimensiones para reparar bordes delgados y restringidos de las puntas de los álabes [24, 26,37]. La velocidad de aplicación fue constante (45mm/min) con una corriente (I) de 25 A y un voltaje (V) de 10 V utilizando argón como gas protector. El calor de entrada fue de 0.33 kJ/mm, y se calculó utilizando la expresión $HI = (V \times I \times 60/S \times 1000)$, donde S es la velocidad de aplicación de soldadura. En el anexo A se describe con más detalle cómo considerando el comportamiento observado por algunos investigadores, se llevó a cabo la selección de los parámetros mencionados [34, 44].

Tabla 7. Composición química de la aleación de aporte A230.

Elemento	% en peso
C	0.05
Al	0.041
Cr	21.8
Mo	0.98
Nb	0.002
Ti	0.42
Co	0.017
W	13.5
Zn	0.37
Fe	0.68
Mn	0.50
Ni	Balance

4.6 Microscopía óptica y electrónica de barrido

Las microestructuras de las muestras en sus diferentes condiciones; condición inicial, tratadas térmicamente así como la ZAC de las muestras soldadas, fueron evaluadas por medio de microscopía convencional y microscopía electrónica de barrido (MEB) utilizando un equipo JEOL-6490 equipado con un detector Oxford del tipo espectrómetro de energía dispersa de Rayos-X (EDAX) . Para ello las muestras fueron preparadas utilizando técnicas convencionales de metalografía: corte, montaje, desbaste, pulido y ataque. Para revelar la microestructura las muestras fueron atacadas mediante ataque electrolítico utilizando una solución de 10ml de HNO₃, 50 ml de H₂SO₄, 40 ml de H₃PO₄ y 100 ml de agua, aplicando un voltaje de 5V durante 5 a 6 segundos.

4.7 Determinación de fracción volumen de γ'

La medición del porcentaje de fracción volumen del precipitado γ' primaria se realizó mediante un analizador de imágenes con el que cuenta el microscopio electrónico de barrido mencionado previamente y cuyo nombre comercial es SCANDIUM. Se cuantificó el porcentaje por área de los precipitados. Varios investigadores [38, 39] han establecido que el porcentaje por área que se obtiene es igual al porcentaje en volumen del precipitado en el material.

4.8 Microscopía electrónica de transmisión

Se prepararon muestras de las tres condiciones mencionadas previamente (inicial, tratadas térmicamente y posterior a la aplicación de soldadura ZAC), las muestras seleccionadas fueron las que mejores resultados en cuanto a mitigación de agrietamiento mostraron y las que no evidenciaron mejora alguna, esto con el fin de observar mediante esta técnica si el desajuste de la red γ/γ' influyó de alguna manera al respecto. Las muestras obtenidas mediante corte fueron de aproximadamente 5x5mm las cuales se desbastaron mecánicamente hasta aproximadamente 1mm de espesor y posteriormente utilizando la técnica de desbaste iónico (FIB) instalado en un microscopio electrónico FEI Dual Beam Quanta 200 3D, las muestras fueron adelgazadas hasta obtener laminillas de $\sim 25 \times 1.6 \mu\text{m}$. Posteriormente estas laminillas fueron sometidas a un mayor adelgazamiento utilizando un Haz de iones de Ga y con un voltaje de aceleración de 20 kV. El equipo utilizado para observar las muestras fue un microscopio electrónico de transmisión (TEM) FEI-TITAN 80-300kV, el cual cuenta con un cañón de emisión de campo, una cámara Gatan de 1024X1024 pixeles de resolución digital y un espectrómetro de energía dispersa de Rayos X (EDAX).

4.9 Determinación del desajuste de la red cristalina γ - γ'

La determinación del desajuste de red cristalina, se llevó a cabo en primera instancia mediante la determinación de los parámetros de red de las partículas γ' y la matriz γ a partir de patrones de la inversa de Fourier obtenidos de imágenes de alta resolución obtenidas con del TEM y procesados por medio del software Gatan Digital Micrograph. Una vez obtenidos los parámetros de red, el desajuste se calculó aplicando la ecuación (1) indicada en la sección 2.7.1.

Capítulo 5

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.1 Microestructura

Previamente se mencionó que los álabes estuvieron operando por alrededor de 40,000h a temperaturas variantes de 600 a 850°C, es de esperarse que bajo estas condiciones el material haya experimentado cierto grado de degradación microestructural. Comúnmente la zona que presenta mayor degradación es la zona identificada previamente como hoja del álabe, motivo por el cual de esta región se obtuvieron las muestras para llevar a cabo el estudio y comparar si se obtenían cambios microestructurales considerables al aplicar los tratamientos térmicos descritos. Así mismo se considera que la raíz del álabe, no experimenta cambios microestructurales considerables por lo cual se podría considerar como referencia de la microestructura original del álabe previo a entrar a operación [41, 42].

5.1.1 Microestructura inicial del material

La microestructura de la zona de raíz observada por medio de microscopía óptica se observa en la Figura 27 y consiste de granos equiaxiales de tamaño promedio $156\mu\text{m}$, lo cual es indicativo de que estos álabes fueron procesados mediante un proceso convencional de vaciado a la cera perdida. Así mismo se observa una red dendrítica fina sobre la cual se observa segregación interdendrítica ligera (áreas negras). Se observan también la presencia de carburos dispersos (puntos negros). La Figura 28 corresponde con una vista cercana de los carburos, los cuales se observa con claridad se encuentran dispersos en su mayoría en la matriz y en menor cantidad sobre los límites de grano (LG) y/o interdendríticos (LID) como partículas discretas. Los carburos dispersos en la matriz presentan morfologías principalmente del tipo bloque o cilíndricos, y corresponden de acuerdo a su morfología y a su composición química con carburos del tipo MC compuestos principalmente de; Ti, Ta y Nb con base a diferentes microanálisis realizados (técnica de energía dispersa de rayos X - EDS), como el que se observa en la Figura 29 y los cuales fueron realizados sobre varias de estas partículas.

También se observaron algunas partículas discretas y distribuidas de manera aislada sobre los LG al igual que los carburos MC, estos fueron identificados por medio de su composición química, encontrándose que estos se encuentran formados principalmente por Cr, Co y W de acuerdo al microanálisis observado en la Figura 30, las cuales se consideran son las especies químicas típicas de las cuales se forman los carburos del tipo $M_{23}C_6$. Este tipo de microestructura corresponde con la microestructura observada por varios investigadores [18, 32] discutida en capítulos anteriores.

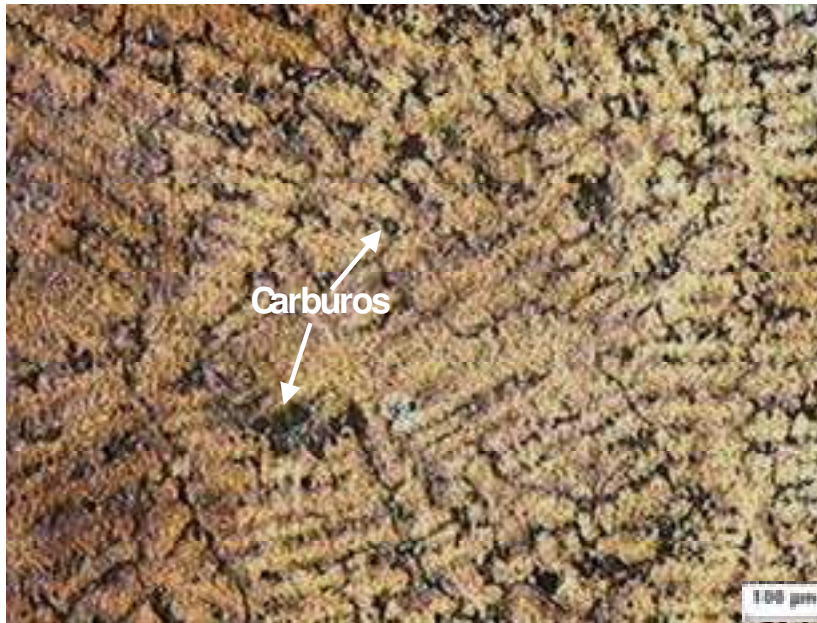


Figura 27. Micrografía óptica de la microestructura de la raíz del álabe.

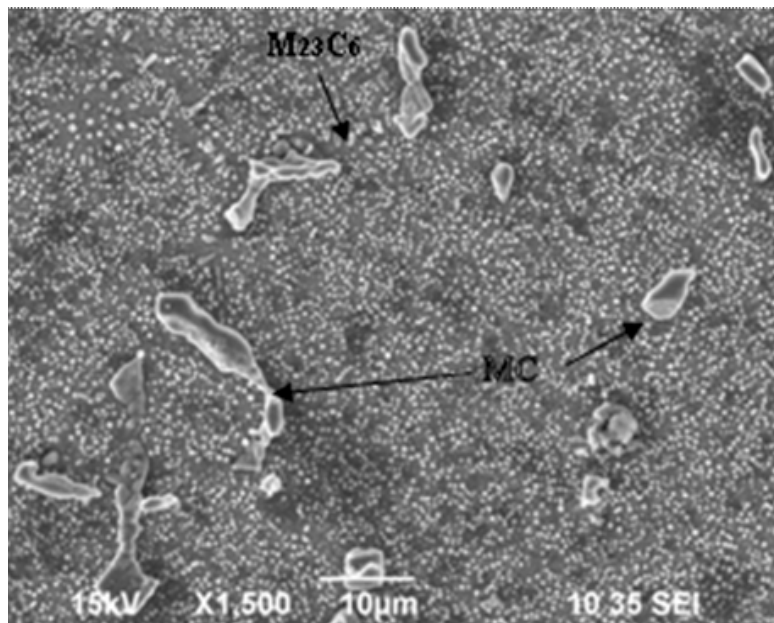


Figura 28. Micrografía vía MEB de la distribución y morfología de los carburos en la raíz del álabe.

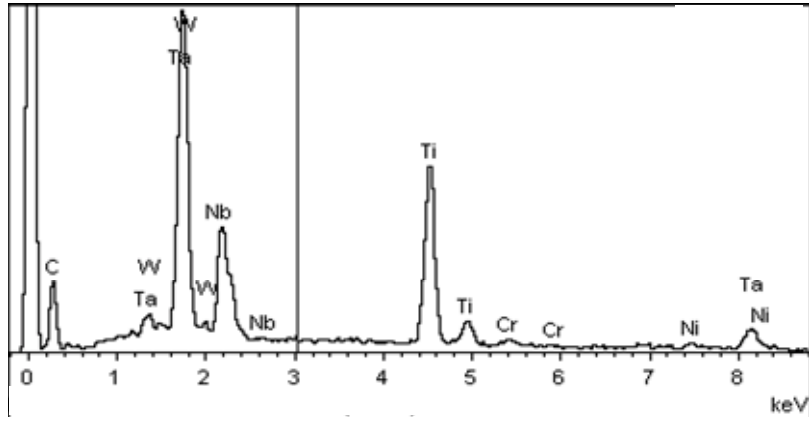


Figura 29. EDS de los carburos MC en la raíz del álabe.

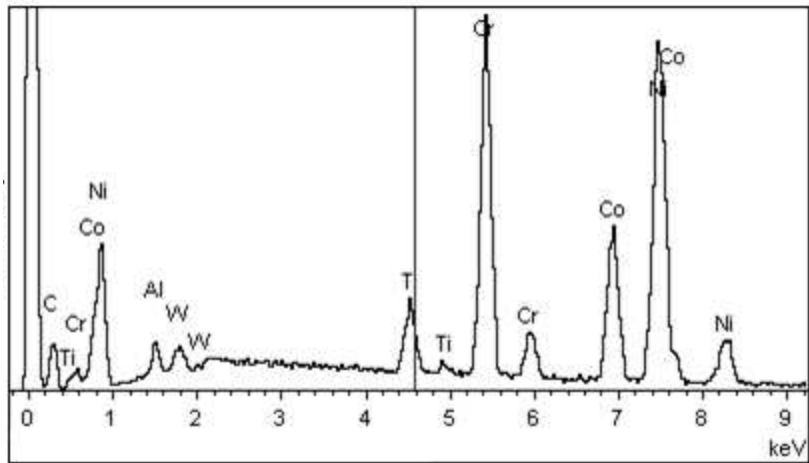


Figura 30. EDS de carburos tipo $M_{23}C_6$.

En la Figura 31 se muestra la distribución de los precipitados γ' , los cuales previamente se discutió son los responsables principales del endurecimiento por precipitación de este tipo de superaleaciones y se distingue como este presenta una morfología de cubos con esquinas redondeadas o semi-esférico, cuyo tamaño y fracción volumen son 320nm y 56% F_V , respectivamente. Los precipitados no presentan gran variación en su morfología. También se distingue presencia mínima de partículas más pequeñas de γ' secundaria. Es decir no existe evidencia de deformación y/o engrosamiento severo de los precipitados así como tampoco elongación de estos que pudiera resultar de la exposición a altas temperaturas por tiempos prolongados. Es por ello que este tipo de microestructura se considera como la microestructura original que tenía el álabe previo a entrar a operación si la comparamos con la de la zona caliente del este.

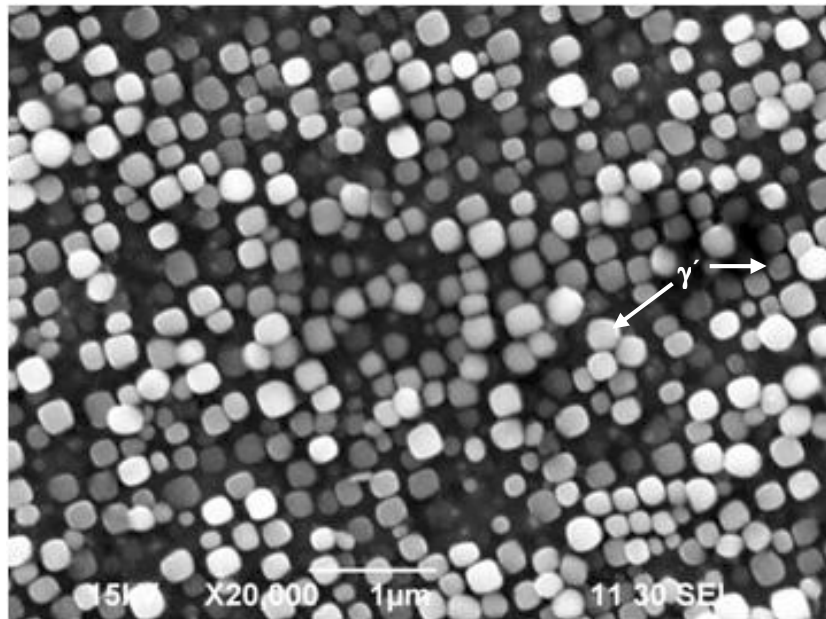


Figura 31. Micrografía vía MEB del precipitado γ' en su condición inicial.

A diferencia de la microestructura observada en la raíz del álabe, se espera que la microestructura de la hoja del álabe al estar expuesta a los gases calientes de combustión, experimente degradación considerable. En la Figura 32 se muestra la microestructura presente en esta zona, se observan granos equiaxiales con tamaños promedio de $205\mu\text{m}$, los cuales comparadas con los de la raíz se observa un crecimiento considerable de éstos. Persiste la presencia de partículas dispersas en la matriz y los límites de grano se observan ligeramente más gruesos. Así mismo se observa mayor segregación sobre los LID, ambos fenómenos se atribuyen a las altas temperaturas a las cuales estuvieron expuestos los álabes por periodos largos de operación.



Figura 32. Micrografía óptica de la microestructura de la hoja del álabe.

Vistas más cercanas permitieron evidenciar como las partículas dispersas principalmente en la matriz, corresponden con carburos, los cuales también se alojan sobre los LID y/o LG ver la Figura 33. De estos se distinguen principalmente dos diferentes morfologías, películas gruesas y continuas y precipitados tipo escritura china. Por medio de la composición química se logró identificar los intermetálicos tipo escritura china corresponden

con carburos del tipo MC y las películas continuas con carburos del tipo $M_{23}C_6$. Evidencia de esto son las especies químicas detectadas en los microanálisis observados en la Figura 34 y la Figura 35; MC (Ti, Ta y Nb) y $M_{23}C_6$ (Cr, Co, W), como se mencionó para esta aleación en específico, son los elementos formadores de los carburos [17, 40]. Se ha establecido que la formación de este tipo de películas gruesas y continuas de carburos $M_{23}C_6$ ocurre por la descomposición de los carburos MC mediante la siguiente reacción; $MC + \gamma = M_{23}C_6 + \gamma'$ (gruesa), lo cual es indicativo claro del grado de envejecido que experimento la microestructura como resultado de la exposición a temperaturas elevadas y periodos de operación prolongados. Así mismo se observó la formación considerable de eutécticos γ - γ' tanto sobre los núcleos de las dendritas así como en los LID y/o LG. Así mismo se observa una clara variación del tamaño de precipitados de γ' entre los núcleos de las dendritas y las regiones interdendríticas, lo cual resulta por la difusión de elementos formadores de dicho precipitado hacia estos sitios.

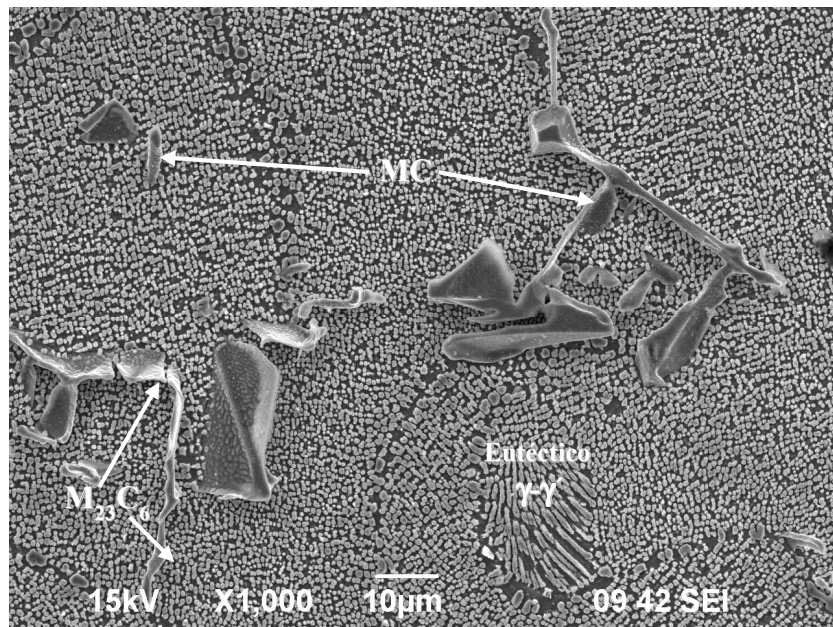


Figura 33. Micrografía vía MEB de carburos con morfología escritura china tipo MC y películas gruesas continuas tipo $M_{23}C_6$.

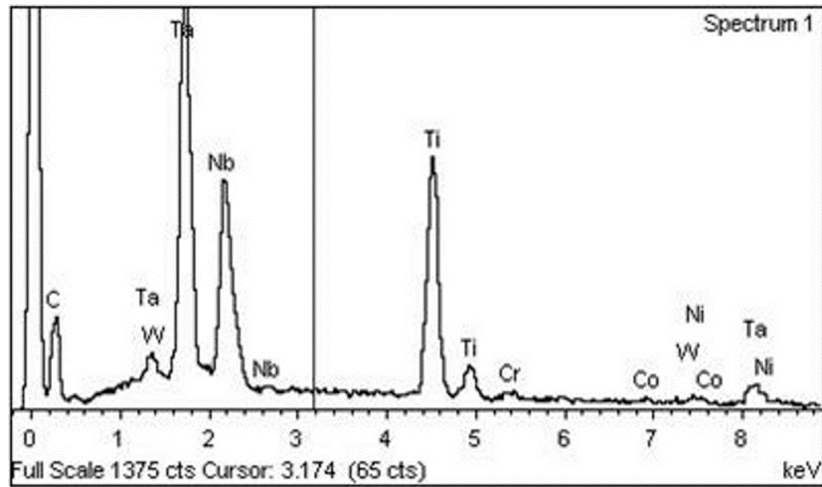


Figura 34. EDS de los carburos MC en la raíz del álabe.

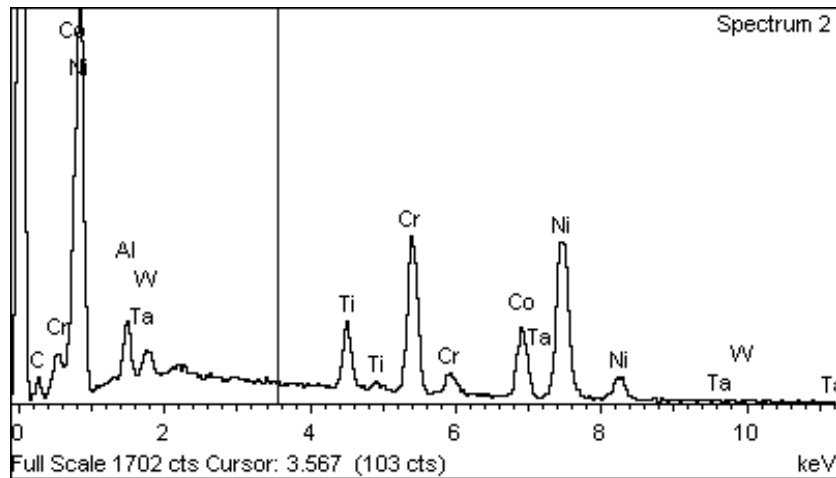


Figura 35. EDS de carburos tipo $M_{23}C_6$.

En la Figura 36 se muestra una vista cercana de los precipitados γ' cuya morfología consiste de cubos deformados (octo-cubos) con tamaños que varían entre $1.13\mu\text{m}$ a $1.5\mu\text{m}$, es evidente como los precipitados de mayor tamaño crecen a expensas de los más pequeños mediante un mecanismo de coalición [41, 42]. La fracción volumen en esta zona también es mayor comparada con la de la raíz aproximadamente $65\%F_v$, así mismo algunas partículas evidencian cierto alargamiento orientada de manera perpendicular al esfuerzo principal que experimentan esta zona de los álaves.

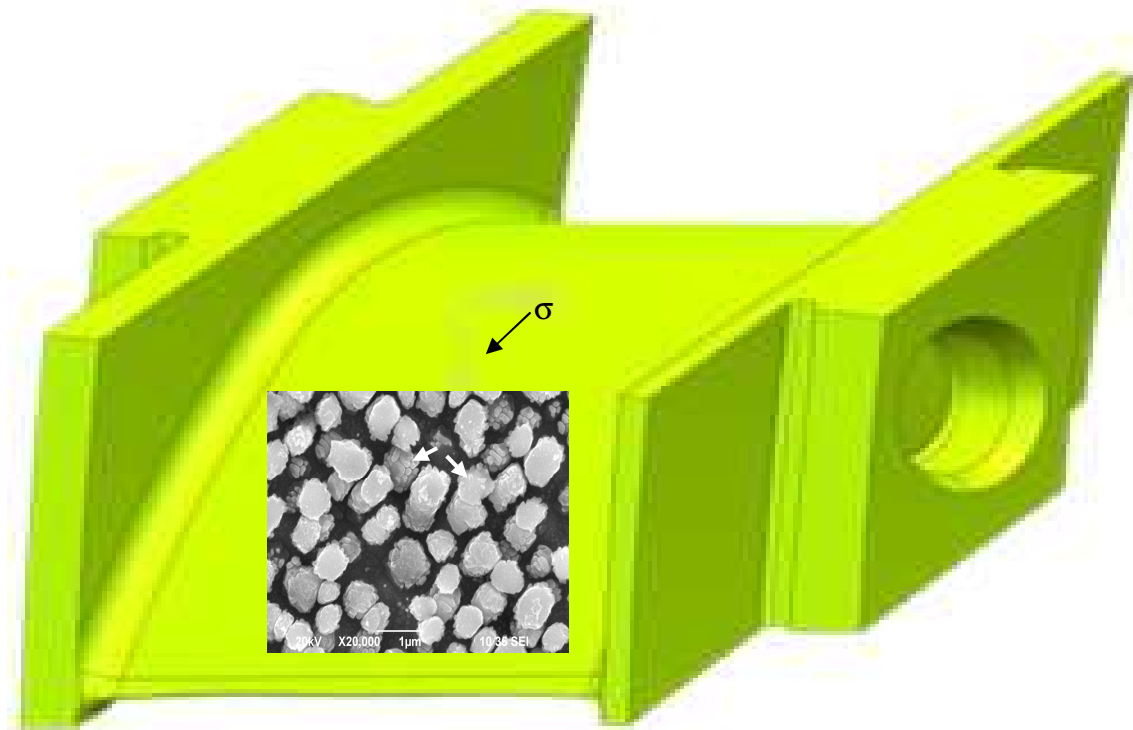


Figura 36. Micrografía vía MEB del precipitado γ' sobre envejecido.

5.1.2 Microestructura de los especímenes posterior a ser pre-tratados térmicamente.

En la Tabla 8 se muestran los pre-tratamientos térmicos aplicados a las muestras las temperaturas de solubilizado aplicadas fueron 1160°C y 1145°C con tiempos de dos y cuatro horas. De acuerdo a la evaluación microestructural realizada y de manera general, se observaron cambios significativos en la morfología y distribución de los carburos tal y como se observa en la Tabla 9. Las cadenas gruesas de carburos así como los carburos gruesos tipo escritura china desaparecieron por completo en las muestras H2 a H8, sin embargo algunas películas continuas persisten en los tratamientos H9 a H17. De igual manera se observan cambios considerables en lo que se refiere a la morfología y distribución de los precipitados γ' (ver Tabla 10), variando principalmente en morfología con respecto al tratamiento térmico de envejecido y con respecto al de solubilizado para las dos diferentes temperaturas utilizadas.

Tabla 8. Lista de pre-tratamientos térmicos de soldadura.

Identificación	Tratamiento térmico
H2	1,160 °C/4 h/ EH + 1,000 °C/6 h/ EH
H3	1,160 °C/4 h/ EH + 950 °C/6 h/ EH
H4	1,160 °C/4 h/ EH + 900 °C/6 h/ EH
H5	1,160 °C/4 h/ EH + 850 °C/6 h/ EH
H6	1,145 °C/4 h/ EH + 1,000 °C/6 h/ EH
H7	1,145 °C/4 h/ EH + 950 °C/6 h/ EH
H8	1,145 °C/4 h/ EH + 900 °C/6 h/ EH
H9	1,145 °C/4 h/ EH + 850 °C/6 h/ EH
H10	1,160 °C/2 h/ EH + 1,000 °C/6 h/ EH
H11	1,160 °C/2 h/ EH + 950 °C/6 h/ EH
H12	1,160 °C/2 h/ EH + 900 °C/6 h/ EH
H13	1,160 °C/2 h/ EH + 850 °C/6 h/ EH
H14	1,145 °C/2 h/ EH + 1,000 °C/6 h/ EH
H15	1,145 °C/2 h/ EH + 950 °C/6 h/ EH
H16	1,145 °C/2 h/ EH + 900 °C/6 h/ EH
H17	1,145 °C/2 h/ EH + 850 °C/6 h/ EH

EH-Enfriamiento en horno

Tabla 9. Distribución y morfología de carburos como resultado del pre-tratamiento térmico de soldadura aplicado.

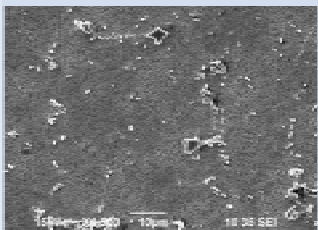
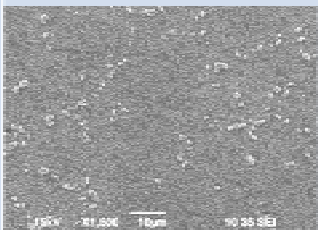
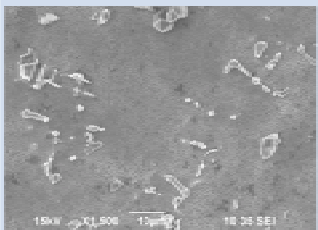

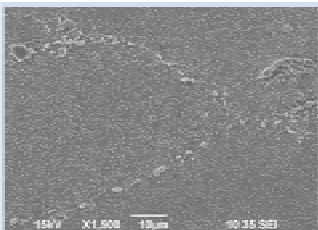
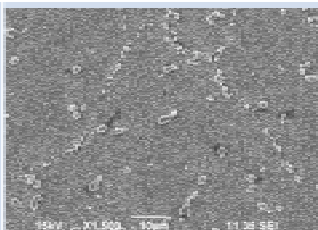
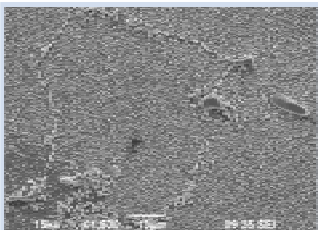
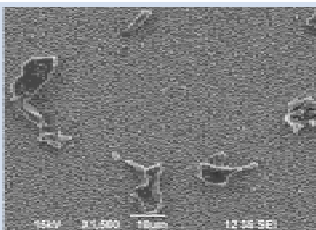

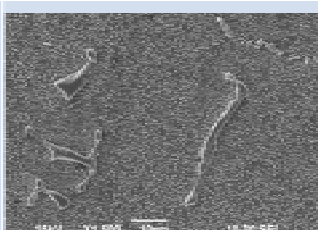
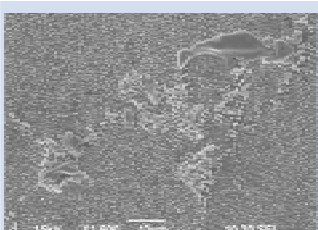
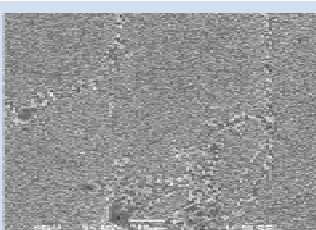
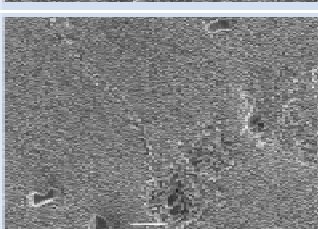

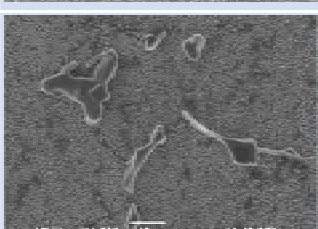
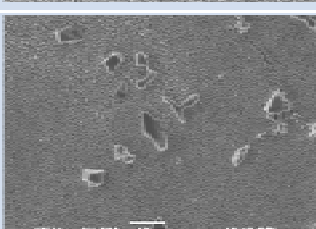
INCONEL 939		Temperatura de Envejecido			
		1000°C	950°C	900°C	850°C
Temperatura de solubilizado	1160°C/4 hr				
	1145°C/4 hr				
	1160°C/2 hr				
	1145°C/2 hr				

Tabla 10. Distribución y morfología de γ' como resultado del pre-tratamiento térmico de envejecido.

INCONEL 939		Temperatura de Envejecido			
		1000°C	950°C	900°C	850°C
Temperatura de solubilizado	1160°C/4 hr				
	1145°C/4 hr				
	1160°C/2 hr				
	1145°C/2 hr				

Los tratamientos térmicos H2, H3, H6 y H7, presentaron una disolución completa de los intermetálicos observados en la microestructura inicial, dando como resultado a una microestructura bi-modal de precipitados esféricos γ' primaria con tamaño promedio de aproximadamente 362nm y precipitados esféricos de γ' secundaria más pequeños con tamaños entre 30 a 50nm, los cuales se distribuyen homogéneamente tanto en los núcleos dendríticos así como en las regiones interdendríticas, ver la Figura 37. Así mismo se observa que la mayoría de los carburos presentes son del tipo MC y con morfologías de bloque, estos se encuentran distribuidos principalmente en los núcleos de las dendritas, y en menor cantidad sobre los límites de grano y/o interdendríticos, ver la Figura 38. Al realizar análisis químico sobre estos, se determinó que se componen principalmente de; Ti, Nb y Ta, ver la Figura 39.

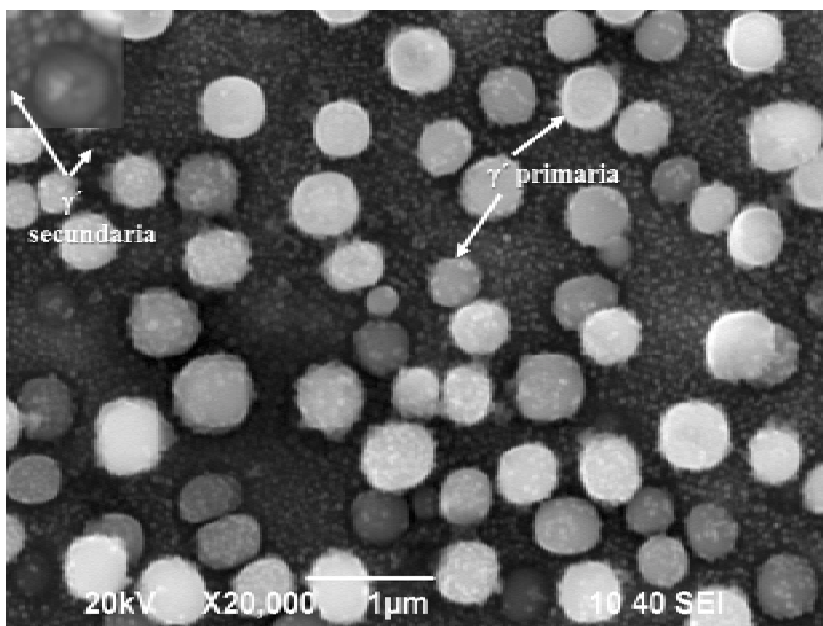


Figura 37. Micrografía vía MEB de la distribución de γ' primaria y secundaria posterior a PTTS.

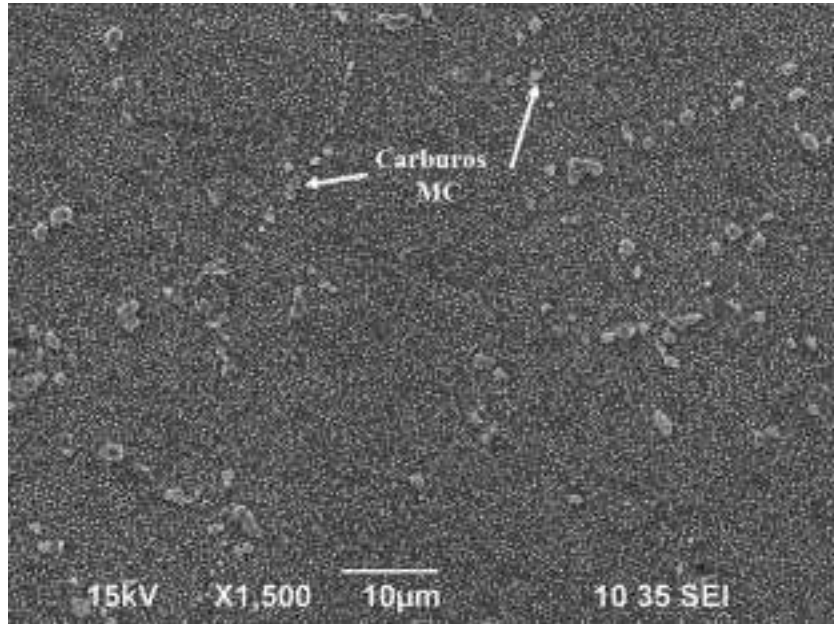


Figura 38. Micrografía vía MEB de la distribución de de carburos MC posterior a PTTS.

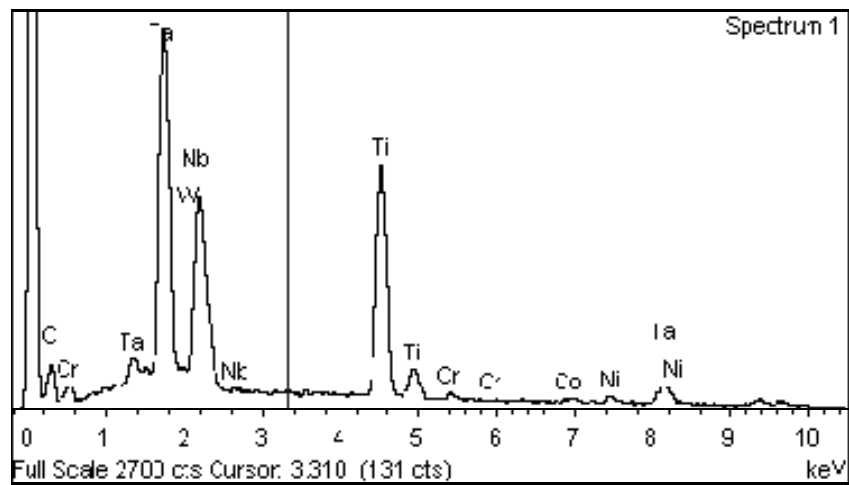


Figura 39. EDS de los carburos MC posterior a PTTS.

Previamente se mencionó que los intermetálicos γ' que precipitan hacia los límites interdendriticos, comúnmente son de mayor tamaño comparados con los de los núcleos como resultado de la difusión de elementos como Ti y Al [41, 42]. Sin embargo en las muestras correspondientes a los tratamientos H2, H3, H6 y H7, los tamaños de partícula son muy similares es decir no existe una diferencia considerable, siendo esto indicativo de la distribución homogénea lograda durante la etapa de solubilizado, así como de una precipitación también más homogénea y controlada durante las etapas de envejecido a 1000 y 950°C.

Las muestras H4, H5 y H8 a H17, también presentaron disolución completa de los intermetálicos γ' primaria y secundaria. Algunas de estas presentaron precipitados γ' con morfologías semiesféricas (H10 y H11). El resto de los tratamientos, presentó una microestructura de octo-cubos deformados de intermetálicos γ' , los cuales de acuerdo con O. A. Ojo et. al [43], corresponde con clusters de cuatro planos orientados en las direcciones {001}, así mismo de estas mismas muestras se puede asumir que a las temperaturas de envejecido de 900 y 850°C, no ocurre la precipitación de partículas γ' secundaria, ver la Figura 40. Así mismo las muestras solubilizadas por dos horas, no presentaron una disolución completa de las cadenas continuas y gruesas de carburos MC así como de eutécticos γ - γ' , ver la Figura 41 y la Figura 42. Los tamaños de partícula obtenidas en los distintos tratamientos se muestran en la Tabla 11. De igual manera en la Figura 43 se muestran los valores de fracción volumen de precipitado γ' obtenidos para las distintas condiciones.

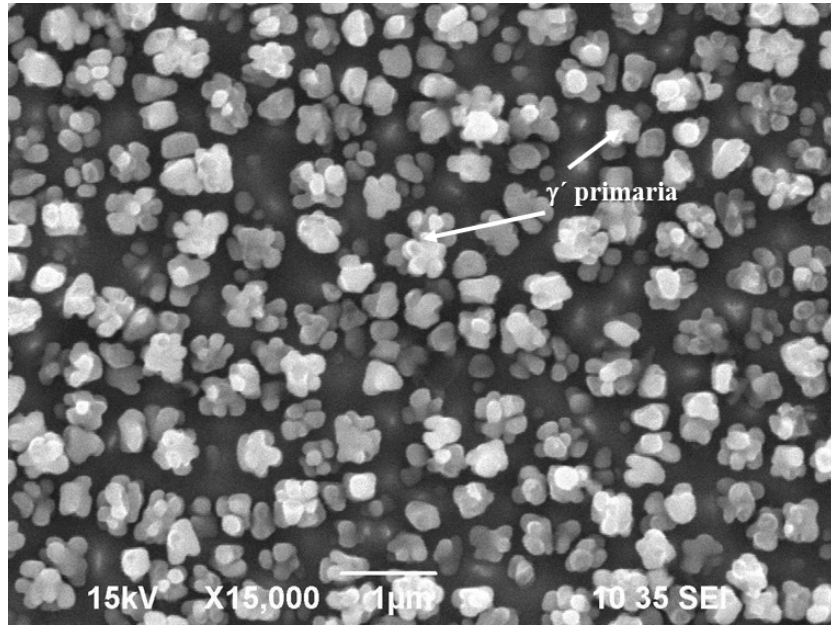


Figura 40. Micrografía vía MEB de la de la distribución de γ' primaria y secundaria posterior a PTTS (temperaturas de envejecido 900 y 850°C).

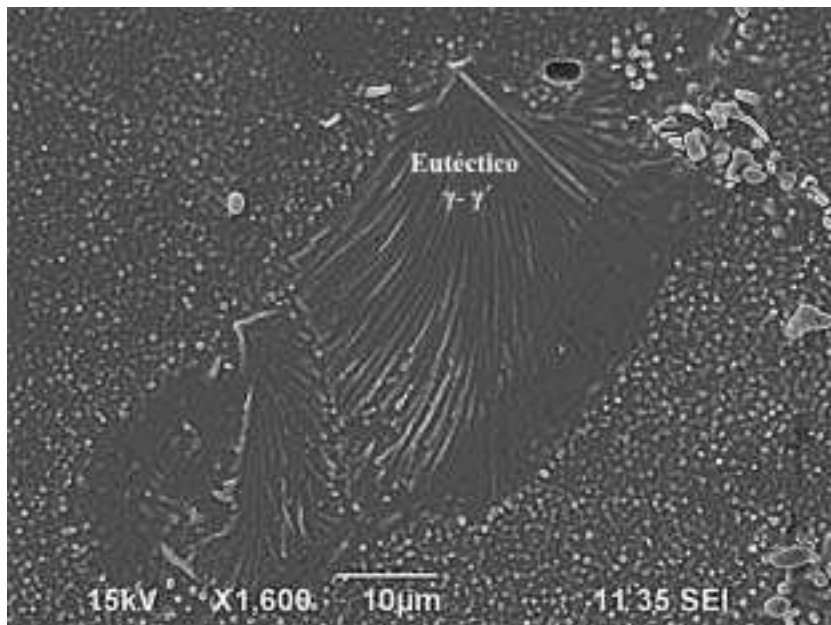


Figura 41. Micrografía vía MEB de eutéticos $\gamma-\gamma'$ sin disolver.

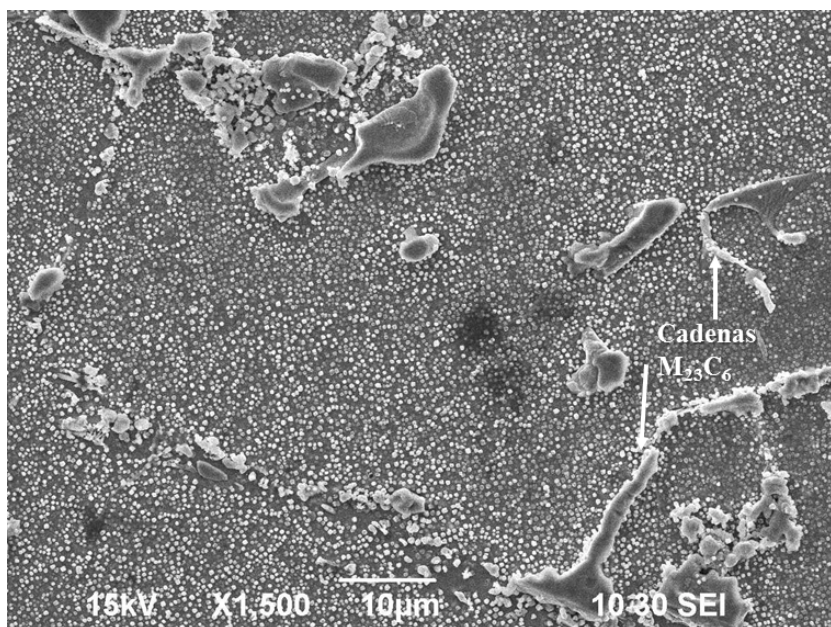


Figura 42. Micrografía vía MEB de cadenas continuas de carburos $M_{23}C_6$ posterior a PTTS.

Tabla 11. Relación tamaño de precipitado con respecto a tratamiento térmico aplicado.

Temperatura de Solubilizado	Tamaño de precipitado (nm)			
	Temperatura de envejecido			
	1000°C	950°C	900°C	850°C
1160°C/ 4h	357	359	391	386
1145°C/ 4h	368	366	387	398
1160°C/ 2h	406	386	432	410
1145°C/ 2h	398	442	495	511

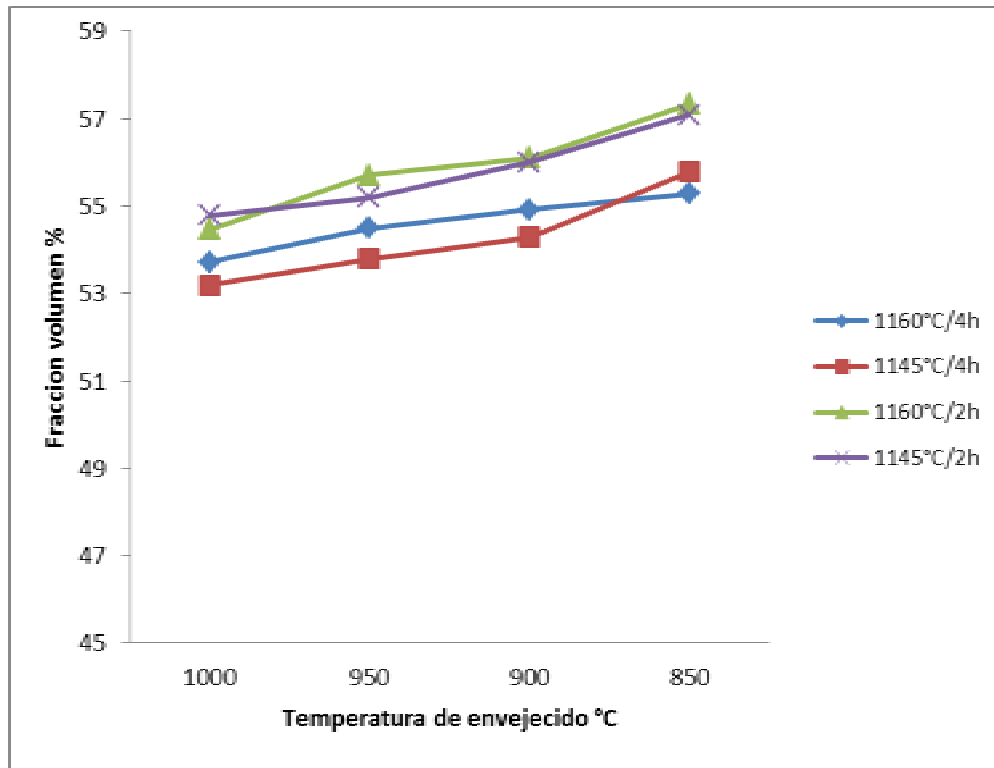


Figura 43. % de Fracción volumen de γ' a las diferentes condiciones de PTTS.

5.1.3 Microestructura de especímenes posterior a ser soldados (ZAC)

En la Figura 44 se muestra una vista general representativa de cómo se observa la sección transversal de los especímenes posterior a ser soldados por TIG. Se observa una microestructura dendrítica fina en la zona de fusión (ZF), así mismo la mayoría de las muestras presentaron una extensión de zona afecta por el calor (ZAC) de aproximadamente 200 μ m, lo cual se debe a que los parámetros utilizados para aplicar la soldadura fueron los mismos.

Las muestras correspondientes a los tratamientos H2, H3, H6 y H7, exhibieron rasgos semejantes a los que se presentan cuando ocurre un fenómeno de migración de películas de líquido (MPL), ver Figura 45, lo cual ocurre principalmente sobre los límites de grano cercanos a la interfase de la zona de fusión. Aparentemente la ausencia de agrietamiento sobre estos límites de grano con licuación, fue posible debido a: 1) que el

esfuerzo generado a través de los límites de grano durante la etapa de enfriamiento, no fue tan alto, ó 2) el efecto de recuperación de las grietas que resulten por decohesión, atribuido a un fenómeno de rellenado por la presencia de volúmenes considerables de líquido intergranular. Más sin embargo es importante mencionar que estas zonas sin agrietamiento aparente durante el proceso de soldadura, pueden exhibir una deformación incoherente durante el proceso de post-tratamiento térmico, como resultado de la relajación de esfuerzos. Se ha demostrado que estas regiones de licuación intergranular en las superaleaciones base Níquel, son más propensas a presentar agrietamiento por envejecido [29, 43, 44, 45]; sin embargo esta etapa de tratamiento térmico y su efecto en las distintas muestras se discutirá más adelante.

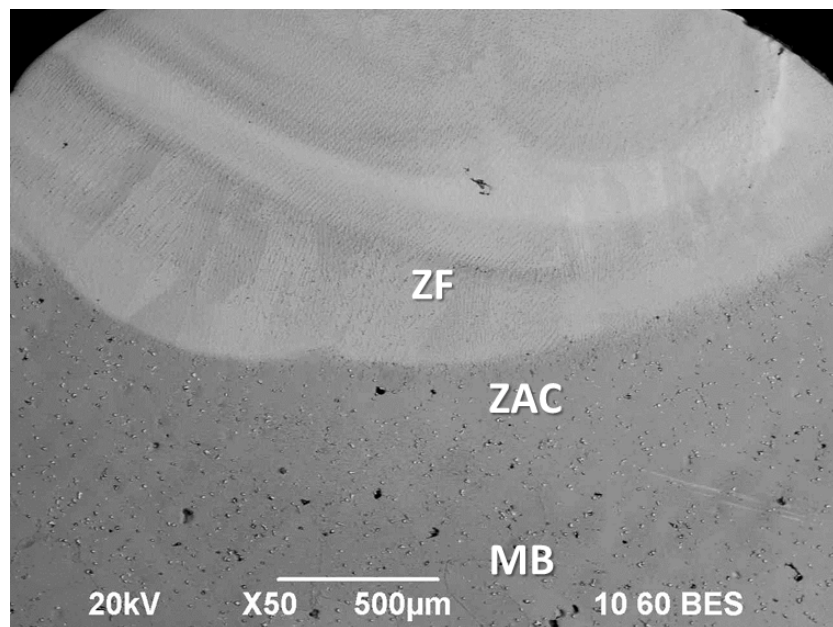


Figura 44. Micrografía vía MEB de la sección transversal de soldadura TIG de un solo paso (imagen con electrones retro-dispersados).

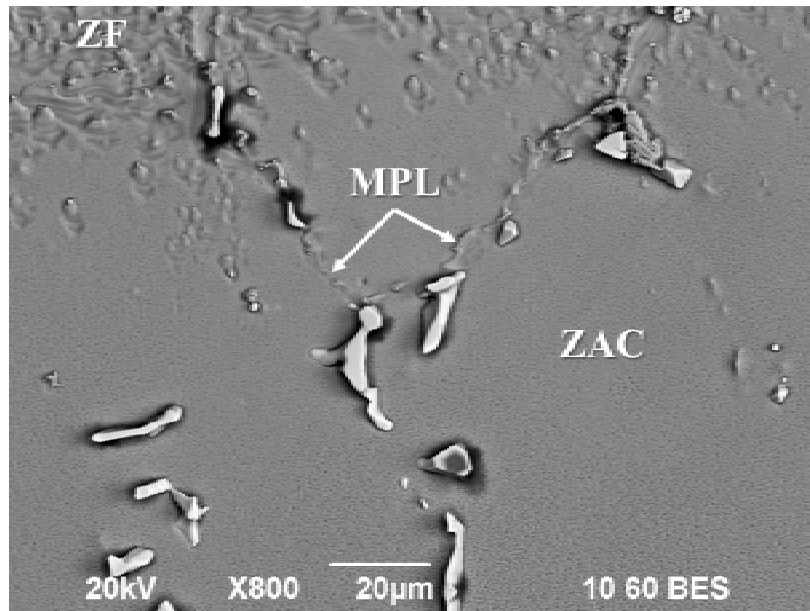


Figura 45. Micrografía vía MEB muestra MPL adyacente a ZF.

A diferencia de los especímenes anteriores y los cuales se observó presenta morfologías de γ esféricas, los especímenes cuya microestructuras consistía de γ con morfologías de octo-cubos (irregulares) así como la presencia de eutécticos y cadenas continuas de carburos, presentaron agrietamiento, el cual en su mayoría se observó ligeramente separado de la interfase de la ZF y en algunos casos extendiéndose hasta 220µm hacia el metal base y ocasionalmente dentro de la ZF, ver la Figura 46.

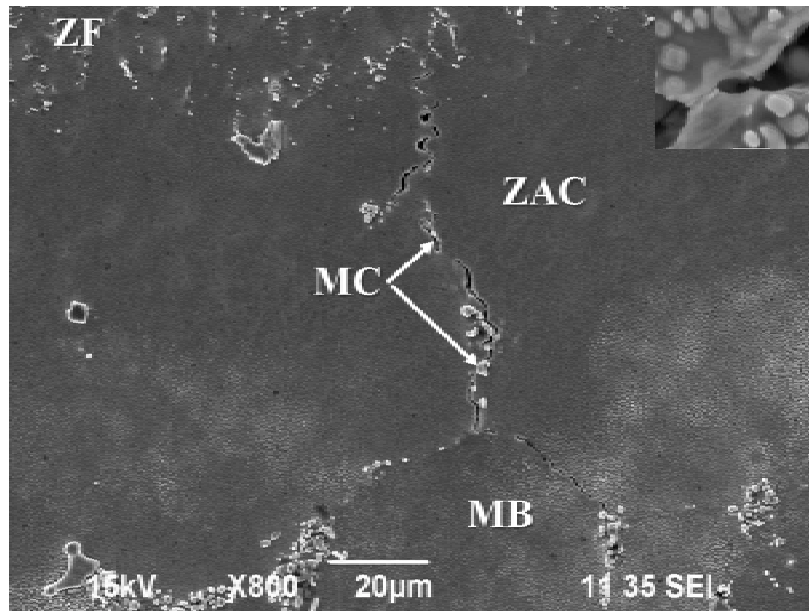


Figura 46. Micrografía vía MEB de agrietamiento zigzagueante en ZAC típico de grietas por licuación.

Las grietas propagan en forma zigzagueante a través de los límites de grano, lo cual es típico de grietas que ocurren bajo el fenómeno de licuación. En la Figura 47 se muestra la presencia de material re-solidificado alrededor de los precipitados γ' , lo cual da lugar a que el material parcialmente licuado de las partículas que se localizan adyacentes a los límites de grano, penetre a lo largo de estos promoviendo la formación de micro-fisuras. Algunos investigadores [46, 47] han atribuido a que la formación de micro-fisuras en este tipo de materiales se debe a que las regiones con licuación intergranular parcial, no son capaces de acomodar los esfuerzos que se generan durante la etapa de enfriamiento del procesos de soldadura, por lo que la resistencia disponible es sobrepasada, resultando en la decohesión a través de la interfase líquido-sólido.

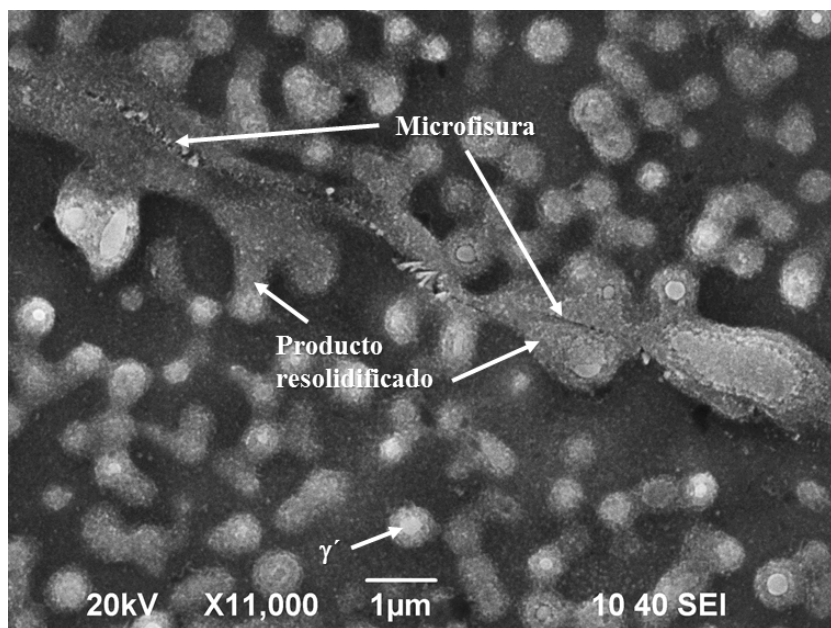


Figura 47. Micrografía vía MEB de productos resolidificados asociado con licuación de carburos MC y partículas γ' .

5.1.4 Efecto de la licuación constitucional intergranular en el agrietamiento de la ZAC.

Anteriormente se mencionó que uno de los mecanismos mediante los cuales ocurre la licuación en la ZAC, a parte de la licuación extensiva observada sobre los límites de grano, resulta del calentamiento que el material experimenta por arriba de la temperatura de solidus. Como ya se mencionó este fenómeno fue propuesto primeramente por Pepe y Savage [48] y posteriormente observado por otros investigadores en superaleaciones base níquel, y se relaciona principalmente con la licuación de la fase endurecedora principal γ' , así como también de partículas de segunda reacción como son los carburos, boruros y sulfuros, es decir se atribuye a la licuación sub-sólido de las segundas fases presentes en la aleación [29, 35, 43,45].

Este fenómeno ocurre mediante una reacción del tipo eutéctica en la interfase de las segundas fases y la matriz, ya que se forma una película de soluto rica en formadores de γ' , la cual no está en equilibrio. Este fenómeno de licuación constitucional mediante esta reacción, se lleva a cabo cuando los precipitados (intermetálicos A_xB_y) experimentan un calentamiento rápido hasta la temperatura eutéctica o mayor, este tipo de calentamiento rápido comúnmente se genera durante el proceso de soldadura. Como resultado los precipitados no tienen el tiempo suficiente para disolver completamente en la matriz [28,30]. Por lo que la susceptibilidad de las segundas fases a experimentar licuación constitucional puede ser atribuida a comportamiento de disolución en el estado sólido y a la disolución incompleta que experimentan los precipitados al alcanzar la temperatura eutéctica.

Algunos investigadores han reportado como el tamaño inicial de las partículas intermetálicas, la morfología y la velocidad de calentamiento, afectan el tiempo requerido para que ocurra la homogenización del proceso de difusión durante un proceso de calentamiento continuo y rápido, esto da como resultado a que los precipitados γ' de las superaleaciones base níquel, persistan a temperaturas mayores a la temperatura de equilibrio de solvus [29,47,48]. Ellos reportaron que si la partícula inicial presentaba morfologías de octo-cubos (formas irregulares) así como tamaños grandes, la temperatura requerida para completar la disolución incrementa.

En el presente trabajo, se observó que durante el calentamiento rápido típico del proceso del soldadura TIG, el comportamiento de disolución de las partículas γ' se desvía significativamente del equilibrio, esto ocurre debido a que las partículas persisten aun por arriba de la temperatura de disolución, lo cual como ya se mencionó da lugar a que se llevara a cabo el fenómeno de licuación constitucional en la interfase del precipitado por medio de una reacción eutéctica, este fenómeno se observa tanto en los precipitados adyacentes a los límites de grano (observado previamente en la Figura 47) así como en los núcleos dendríticos (ver la Figura 48). Como ya se mencionó previamente la licuación constitucional de los precipitados adyacentes a los límites de grano, contribuye de manera considerable a la licuación intergranular.

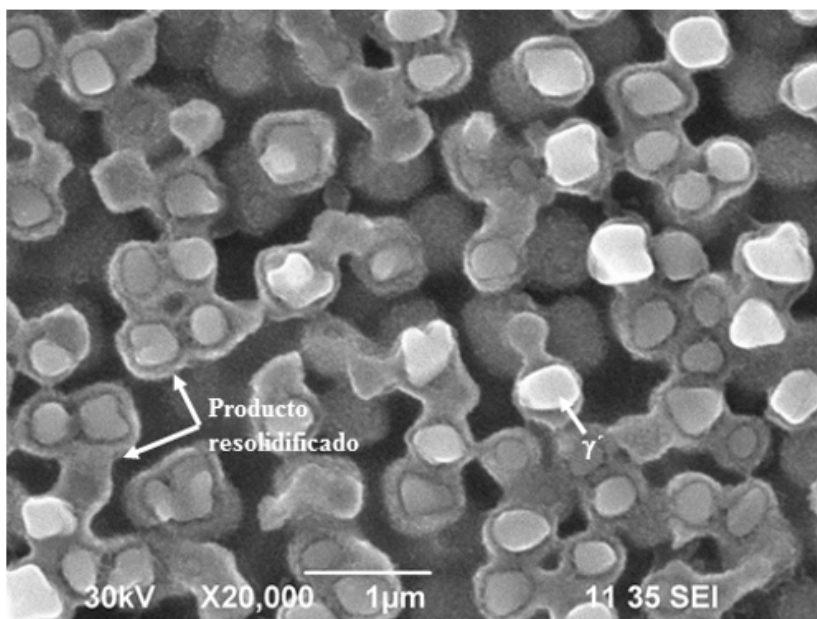


Figura 48. Micrografía vía MEB de la microestructura en la ZAC, se observa licuación constitucional de partículas γ' irregulares.

De esta manera se establece que las muestras PTTS que presentaron morfologías irregulares (octo-cubos) mostraron una tendencia considerable a persistir por arriba de la temperatura de solvus y por ende a presentar licuación constitucional tanto en los límites de grano así como en los núcleos dendríticos. A diferencia de los especímenes con partículas con morfologías esféricas, los cuales evidenciaron ligera licuación constitucional de algunos precipitados, más sin embargo este fenómeno es casi despreciable comparado con el observado en los precipitados de morfologías irregulares, ver la Figura 49.

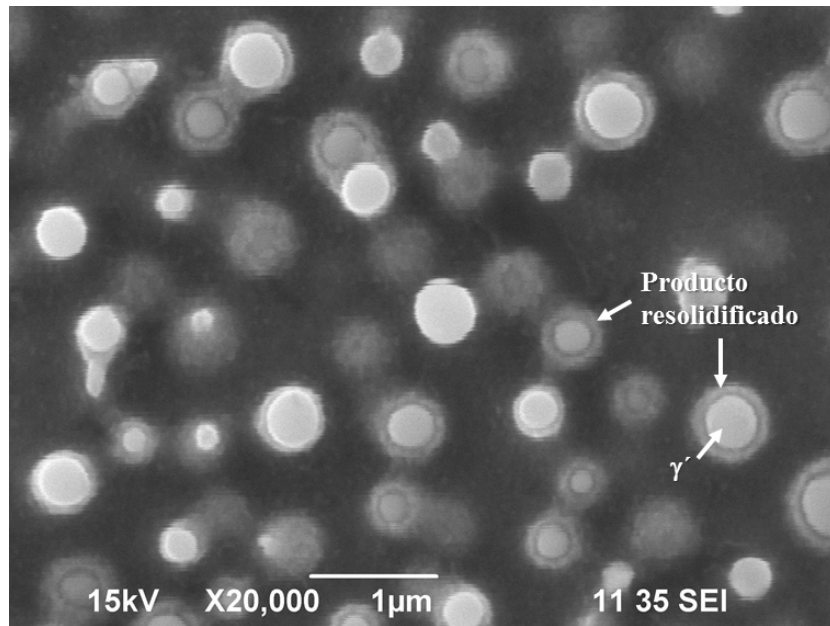


Figura 49. Micrografía vía MEB de la microestructura en la ZAC, se observa licuación constitucional de partículas γ' (esféricas).

Como se mencionó previamente este comportamiento dependiente de la morfología y el tamaño principalmente, se debe a que los precipitados que presentan superficies planas, requieren de un tiempo mayor para que se complete la homogenización por difusión (aproximadamente dos órdenes de magnitud) con respecto al tiempo que requiere el precipitado para disolver completamente. Por otro lado los precipitados con geometrías esféricas, la concentración en el centro del precipitado al alcanzar la temperatura de disolución, disminuye casi de manera instantánea a un valor menor al de la solubilidad de equilibrio la cual como resultado se obtiene en la interfase matriz-precipitado, incrementado la velocidad de disolución del precipitado [49]; y como ya se observó las partículas esféricas al experimentar calentamiento rápido durante el proceso de soldadura, disolverán casi en su mayoría y casi por completo antes de que se alcance la temperatura de solvus.

La evaluación detallada de las grietas observadas en la ZAC, evidenció más claramente que además de la licuación de las partículas γ' , los carburos MC los cuales se considera se forman a partir de reacciones secundarias de solidificación, también presentaron licuación tal y como se observa en las Figura 50 y Figura 51.

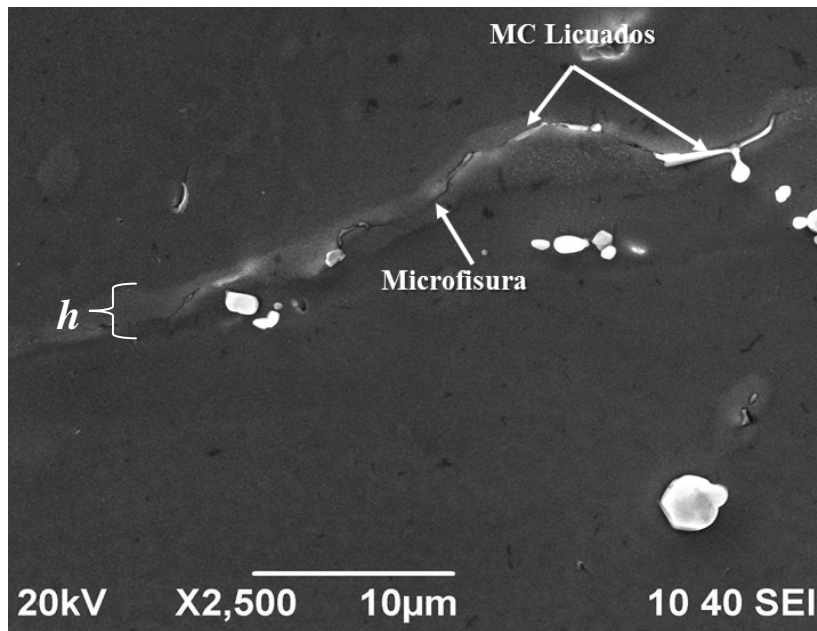


Figura 50. Micrografía vía MEB de licuación constitucional de carburos MC.

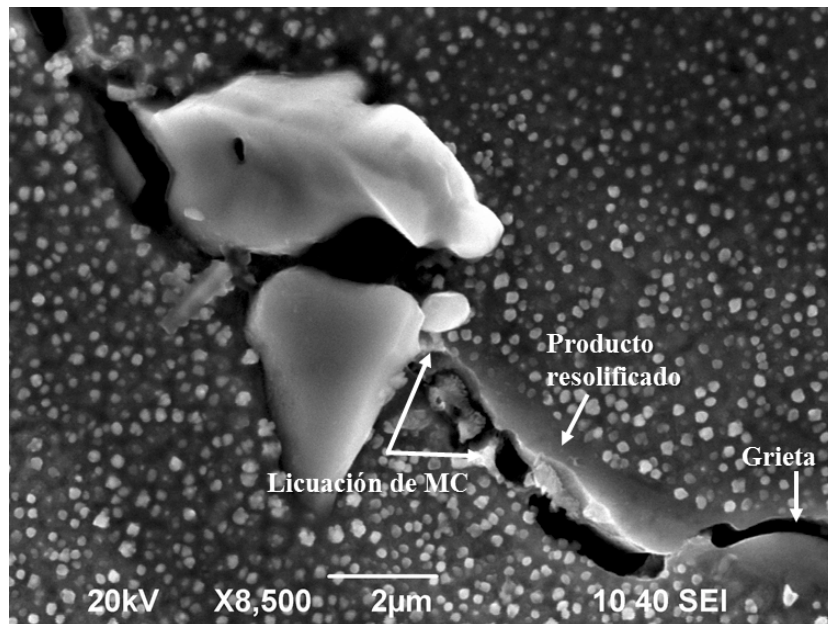


Figura 51. Micrografía vía MEB de licuación constitucional de carburos MC.

Tal y como se mencionó previamente, el agrietamiento de la soldadura en la ZAC resulta de la competencia entre la fuerza mecánica que se requiere para generar una grieta debida a los esfuerzos de tensión generados durante el proceso y los factores metalúrgicos tales como; licuación intergranular, la cual le infiere cierto efecto de fragilización a los límites de grano. Por otro lado de la expresión $\sigma = 2\gamma_{SL} / h$, sugerida en un principio por Miller et al. [50] (donde σ es el esfuerzo de tensión requerido para sobrepasar la tensión superficial γ_{SL} de la interfase líquido-sólido y cuando la película líquida tiene un espesor h - ver la Figura 50 para mayor referencia), cualquier parámetro que dé lugar a la disminución del espesor de la película líquida intergranular, incrementa la resistencia al agrietamiento de la ZAC, debido a que el esfuerzo requerido para lograr la decohesión, será mayor.

Sin embargo en el presente trabajo, los especímenes PTTS, que mostraron agrietamiento intergranular por licuación severo o muy poco; en ambos casos principalmente el espesor de las películas líquidas fueron muy similares, por lo tanto esto difiere con lo establecido en la ecuación de Miller. Para este caso en particular la mayor resistencia al agrietamiento intergranular por licuación, se atribuye al porcentaje de fracción volumen de precipitados γ' licuados, los cuales presentaban tamaños del orden de aproximadamente 400nm, ya que al compararlo con el alto grado de licuación de los precipitados γ' cuando los tamaños son del orden de aproximadamente 800nm, este último comportamiento se ha observado en aleaciones similares, en las cuales se reportó licuación intergranular severa [45,47].

Algunos investigadores [44,47,51] han utilizado condiciones similares de PTTS en aleaciones similares a la Inconel 939, tal como la Inconel 738, reportando que la distribución de esfuerzos que se generan durante la etapa de enfriamiento en la ZAC pueden ser redistribuidos de manera más homogénea mediante un metal base adyacente capaz de relajar parte de estos esfuerzos, dicho comportamiento demostraron se relaciona directamente con la dureza con la que cuenta el material previo a ser soldado. Se ha demostrado que aleaciones similares como la Inconel 738, cuando presentan durezas altas la relajación de esfuerzos es menor lo cual da como resultado a una mayor presencia de grietas intergranulares por licuación en la ZAC [52].

En la Figura 52 se muestra la variación en dureza obtenida de las diferentes muestras PTTS, los valores obtenidos revelan que las durezas son muy similares para todos los tratamientos; por lo que se establece que las piezas que presentaron licuación limitada a las cercanías de la interfase de la línea de fusión (muestras con precipitados γ esféricos), fueron capaces de relajar los esfuerzos generados en la ZAC, dando como resultado a límites de grano sin agrietamiento aparente. Este efecto de relajación de esfuerzos, también es evidente en las muestras con morfologías irregulares, y las cuales presentaron no más de tres grietas en la ZAC, este bajo porcentaje de grietas se atribuye de igual manera a la capacidad con que cuenta el material para relajar los esfuerzos, más sin embargo el nivel de licuación constitucional intergranular en estas muestras es mucho mayor e influyendo directamente en la susceptibilidad al agrietamiento de esta zona.

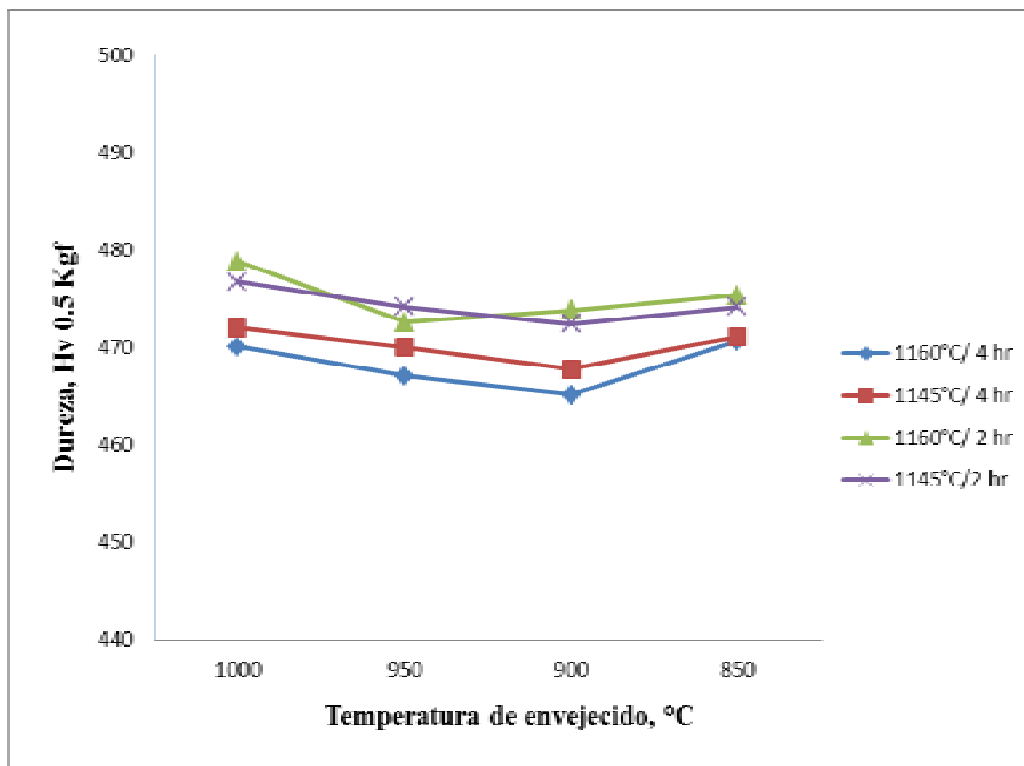


Figura 52. Dureza del metal base de los especímenes PTTS.

Lo anterior sugiere que con la aplicación de PTTS, se pueden obtener durezas en el metal base (microestructuras) capaces de acomodar los esfuerzos de tensión que se generan en la ZAC durante el ciclo térmico del procesos de soldadura.

En la misma manera hasta ahora se ha observado como también la microestructura inicial (morfología de los precipitados) influye directamente en la microestructura final en la zona de ZAC y por lo tanto es de esperarse que los valores de dureza para las distintas muestras también se vean afectados. En la Figura 53 se muestra el comportamiento de la distribución de dureza entre el metal base, ZAC y la zona de fusión. Las muestras con precipitados γ esféricos presentan una clara disminución de manera gradual de la dureza a través de la ZAC hasta la ZF. Este comportamiento se atribuye al fenómeno de disolución completa (ver distribución microestructural en la Figura 54) que experimentan estas muestras y el cual se explicó previamente. Por lo tanto se asume que la tendencia al agrietamiento intergranular en esta región disminuye considerablemente debido a la presencia de una microestructura capaz de relajar los esfuerzos que se generan en la ZAC, por lo que al final el estado de esfuerzos adyacente a aquellas regiones (LG) que experimentan licuación parcial serán lo suficientemente altos como para dar lugar a que se lleve a cabo la formación de grietas.

Por otro lado en las muestras con precipitados γ irregulares, la dureza en la ZAC es muy similar a la del metal base, este comportamiento se atribuye al fenómeno de re-precipitación que experimentan estas muestras en la zona de ZAC (distribución microestructural en la Figura 55), incluso adyacente a la zona de fusión se observa un ligero incremento en la dureza lo cual sugiere un mayor grado de re-precipitación en esta región.

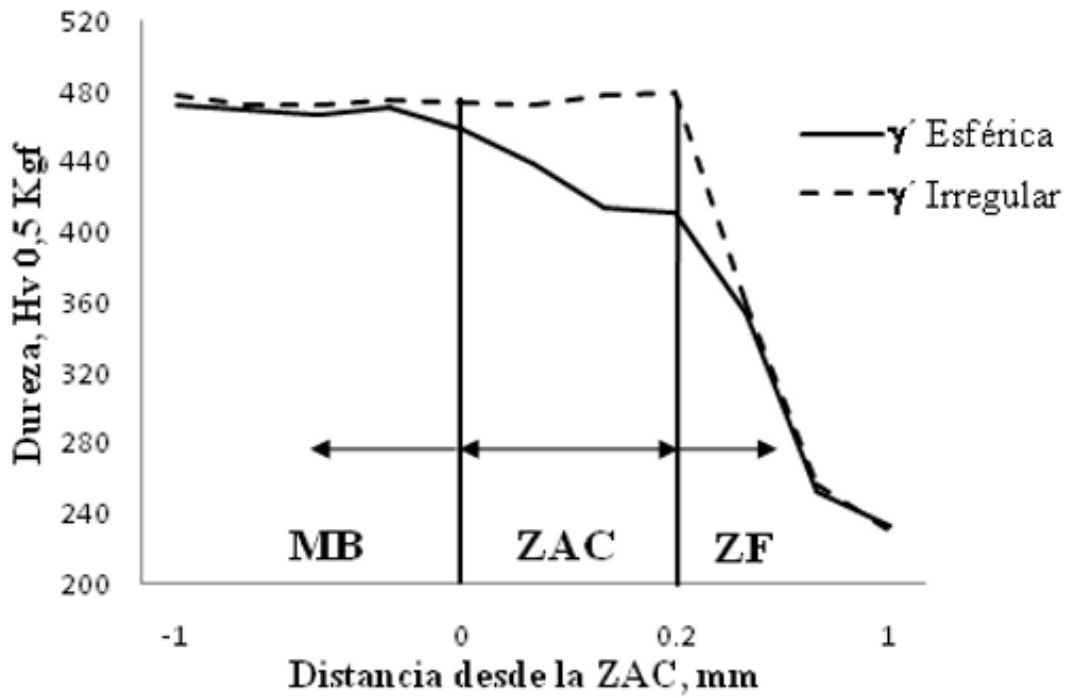


Figura 53. Distribución de dureza en la soldadura TIG.

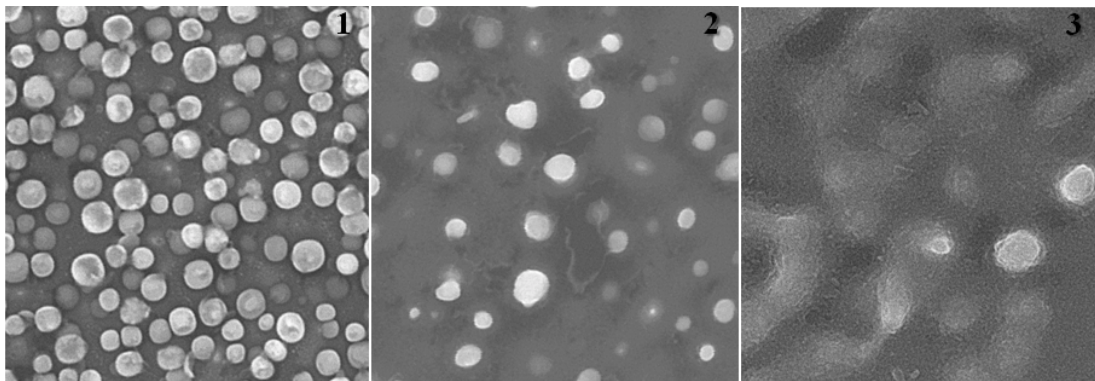


Figura 54. Micrografía vía MEB de distribución de microestructura (precipitados γ' esféricos), Zonas: 1) MB; 2) Centro de ZAC y 3) Cerca de ZF.

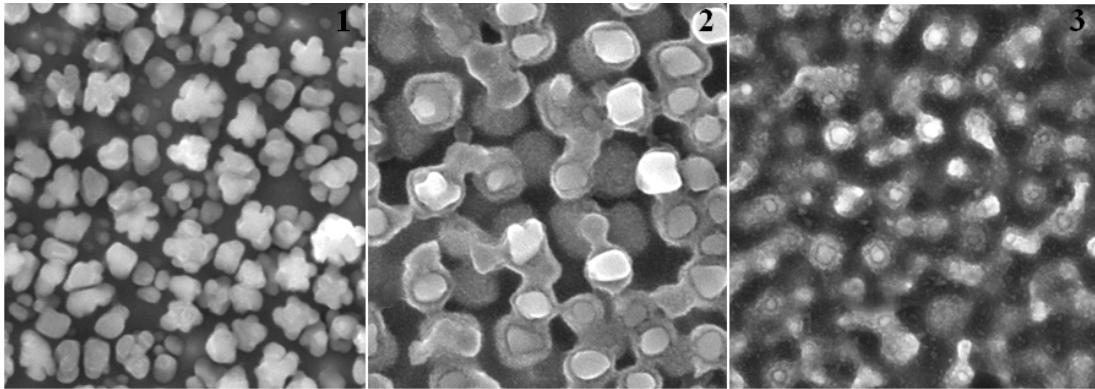


Figura 55. Micrografía vía MEB de distribución de microestructura (precipitados γ irregulares), Zonas: 1) MB; 2) Centro de ZAC y 3) Cerca de ZF.

Varios investigadores han establecido que la cantidad de esfuerzos que se generan durante el ciclo térmico del proceso de soldadura, puede ser controlada en cierto grado, mediante la selección de los parámetros de soldadura adecuados [51,53]. Han reportado que velocidades menores de aplicación de soldadura, menor valor de calor de entrada y utilizar aleaciones más dúctiles como metal de aporte, pueden afectar de manera significativa la cantidad de esfuerzos generados durante los procesos de reparación que implican fusión [54,55].

Tal y como se indicó anteriormente en el procedimiento experimental, los parámetros seleccionados tales como velocidad (45mm/min) y calor de entrada (0.33kJ/mm) se consideran como bajos en comparación con los que se han utilizado en aleaciones similares como la Inconel 738 [34,53,55]. Ambos factores afectan directamente el gradiente térmico; la velocidad determina la fracción de tiempo (t) en el cual la antorcha del proceso TIG, transfiere energía en una sección de la pieza de trabajo; conforme se incrementa la velocidad de aplicación, t se reduce, y por consiguiente menor energía es transferida a la pieza. La energía de calentamiento transferida al material, no sólo calienta el área localizada bajo el charco de soldadura, sino que también una cantidad del calor de entrada se conduce al material adyacente a este. Entre más tiempo pase la antorcha en cada sección,

mayor será el calor de entrada transferido y conducido a la pieza de trabajo, dando como resultado a que el gradiente térmico sea menor.

Es bien sabido que el gradiente térmico que se genera en la ZAC durante el ciclo térmico de soldadura, afecta directamente la magnitud de esfuerzos en esta zona y en el material base adyacente a esta. Los resultados de este estudio, muestran que aparte de la influencia que presentó la microestructura de los especímenes PTTS en la formación de grietas en la ZAC, la selección de los parámetros adecuados, disminuye de manera significativa los esfuerzos que resultan del gradiente térmico del proceso y por consiguiente también reducen la susceptibilidad del material a presentar agrietamiento en la ZAC.

Considerando que en buen medida los esfuerzos que resultan del gradiente térmico fueron disminuidos de manera considerable por medio de la disminución del calor de entrada, más adelante se discutirá la relación que existe entre el desajuste de red con respecto a la morfología de los precipitados y su interacción con los esfuerzos que se generan en la ZAC y de esta manera inferir cuál de los siguientes dos factores es el que tiene más influencia en que el estado de esfuerzos en esta zona sea tal que disminuya de manera considerable la formación de grietas; 1) parámetros de soldadura idóneos (menor calor de entrada) o 2) microestructura inicial (morfología de los precipitados).

5.2 Evaluación microestructural por TEM

Hasta este punto y de acuerdo a los resultados presentados previamente, se establece una clara dependencia del tamaño, distribución y morfología de los precipitados γ' con respecto al tratamiento térmico de envejecido y a la vez la influencia de cada condición microestructural en la susceptibilidad al agrietamiento intergranular en la ZAC. Por lo que de acuerdo a este comportamiento se decidió seleccionar las muestras representativas de las diferentes condiciones microestructurales (precipitados γ' esféricos y/o irregulares) que disminuyeron considerablemente el agrietamiento y aquellas que mostraron un efecto contrario. Laminillas de metal base y ZAC de las muestras H3 y H5 fueron preparadas para llevar a cabo la evaluación por TEM.

Una vez procesadas las imágenes obtenidas por TEM y mediante las cuales se llevó a cabo la siguiente evaluación, se observó que en base a los patrones de difracción mostrados en la Figura 56, las imágenes fueron tomadas cerca del eje de zona $[\bar{1}10]$. Esto se observó tanto para las imágenes correspondientes a la muestra H3 así como H5. Este dato es importante ya que en base a esto se establece que permite llevar a cabo la comparación directa de la morfología de los precipitados γ' así como de la posible formación de dislocaciones en ambas muestras y la pérdida de coherencia entre las diferentes regiones será congruente.

Los patrones de difracción también se utilizaron para identificar plenamente la ubicación y distribución de las fases γ y γ' , si se observa los patrones son muy similares más sin embargo el patrón de la fase γ' se distingue por la presencia de reflexiones (pequeños puntos) intercalados entre las reflexiones principales de la estructura fcc y las cuales se delimitan con los círculos blancos para su mayor ubicación (Figura 56b). Por otro lado la fase γ no presenta este tipo de reflexiones.

Este mismo comportamiento se evidencia en las imágenes filtradas las cuales se muestran en la Figura 56a y 56b, claramente se distingue el arreglo interatómico de súper-red para el caso de la fase γ' . Al comparar los precipitados γ' esféricos (muestra H3) entre el MB y la ZAC, no se observó un cambio notable en cuanto a la morfología, sólo se observa una ligera reducción del tamaño (de $\sim 0.360\mu\text{m}$ a $\sim 0.227\mu\text{m}$) y cantidad de precipitados sin evidenciar cambios considerables en la morfología. Así mismo no se evidencio la formación de dislocaciones interfaciales que pudieran haber surgido por la pérdida de coherencia γ/γ' (ver la Figura 57). Algunos investigadores han observado que la formación de dislocaciones en la ZAC se debe en buena medida a los esfuerzos que resultan del gradiente térmico que se genera durante el procesos de soldadura [56,57]. Este comportamiento o ausencia de dislocaciones en la ZAC, en este caso se atribuye a: 1) Tal y como se observó previamente en la Figura 54 no se lleva a cabo el fenómeno de re-precipitación, y 2) las partículas presentes de γ' se mantienen coherentes con la matriz. Este comportamiento es congruente con lo observado por Ricks et al. [58] en la superaleación Nimonic 80A, ellos observaron que los precipitados con morfologías esféricas se mantenían

coherentes incluso hasta tamaños tan grandes como 300nm aproximadamente y sin la presencia de dislocaciones en la interfase γ/γ' . Para el caso de los precipitados γ' irregulares (muestra H5), no se observó un cambio notable en cuanto a la morfología, sólo se observa una ligera reducción del tamaño (de aproximadamente 0.390 μm a 0.273 μm) y cantidad de precipitados sin evidenciar cambios considerables en la morfología. Así mismo se observó la presencia de dislocaciones interfaciales que resultan del desajuste γ/γ' (ver la Figura 58) así como loops. De acuerdo a lo observado por algunos autores este tipo de dislocaciones corresponden con dislocaciones de borde [59].

La presencia de las dislocaciones tipo-loops, sugiere que la formación de las dislocaciones de interfaciales pudo ocurrir como resultado del colapso y alineamiento a lo largo de la interfase del precipitado de este tipo de dislocaciones en particular. Este comportamiento ha sido observado por otros investigadores en aleaciones similares posterior a dos horas de envejecido lo cual es evidencia de la pérdida de coherencia por el simple efecto de la precipitación mediante este tipo de morfologías [57,59,60,61]. Por otro lado un considerable incremento en la cantidad de dislocaciones interfaciales fue observado en la ZAC (ver la Figura 58b), en la imagen insertada en la esquina superior izquierda de esta figura, se aprecia de manera más detallada la presencia de este tipo de dislocaciones formado pequeñas redes alrededor de los precipitados. Esto sugiere que el desajuste γ/γ' (pérdida de coherencia) es más severo en esta zona.

Este comportamiento se atribuye por un lado a la presencia de esfuerzos generados por el gradiente térmico durante el proceso de soldadura así como a la disolución parcial y re-precipitación de precipitados γ' , esta última condición da como resultado a que la difusión de Ti y Al se intensifique en las interfaces de los precipitados que experimentan licuación parcial y de los que re-precipitan. Se ha demostrado que dependiendo del contenido de Ti y Al en la interfase γ/γ' la pérdida de coherencia se ve afectada de manera considerable, debido a que entre menor sea la concentración de estos elementos formadores de γ' en la interfase, el desajuste de tiende a ser más negativo como resultado de la disminución del parámetro de red del precipitado [62,63,64].

Es por ello que bajo esta consideración se asume que los gradientes químicos (concentración de Ti y Al) en la interfase de los precipitados con disolución parcial y los de re-precipitación es tal que da lugar a que este comportamiento se llevara a cabo. En estas mismas zona se observó como las dislocaciones pasan a través de las regiones donde los precipitados disolvieron parcialmente debido a que la interfase tiende a desvanecerse permitiendo que las dislocaciones pasen a través de estas regiones para posteriormente acomodarse por sí solas de manera paralela en frente del siguiente obstáculo. Por lo tanto se establece que estas condición microestructural de precipitados incoherentes y presencia considerable de dislocaciones contribuyeron de manera considerable en la formación de grietas debido a que la microestructura se considera como una región ligeramente endurecida, dicha condición la vuelve en una microestructura que no es capaz de aliviar los esfuerzos generados durante el procesos de soldadura. Este procesos de endurecimiento es congruente con la teoría básica de los mecanismos de endurecimiento [65] y a la vez se corrobora con los valores de dureza de la ZAC de la muestra H5 observados previamente en la Figura 53.

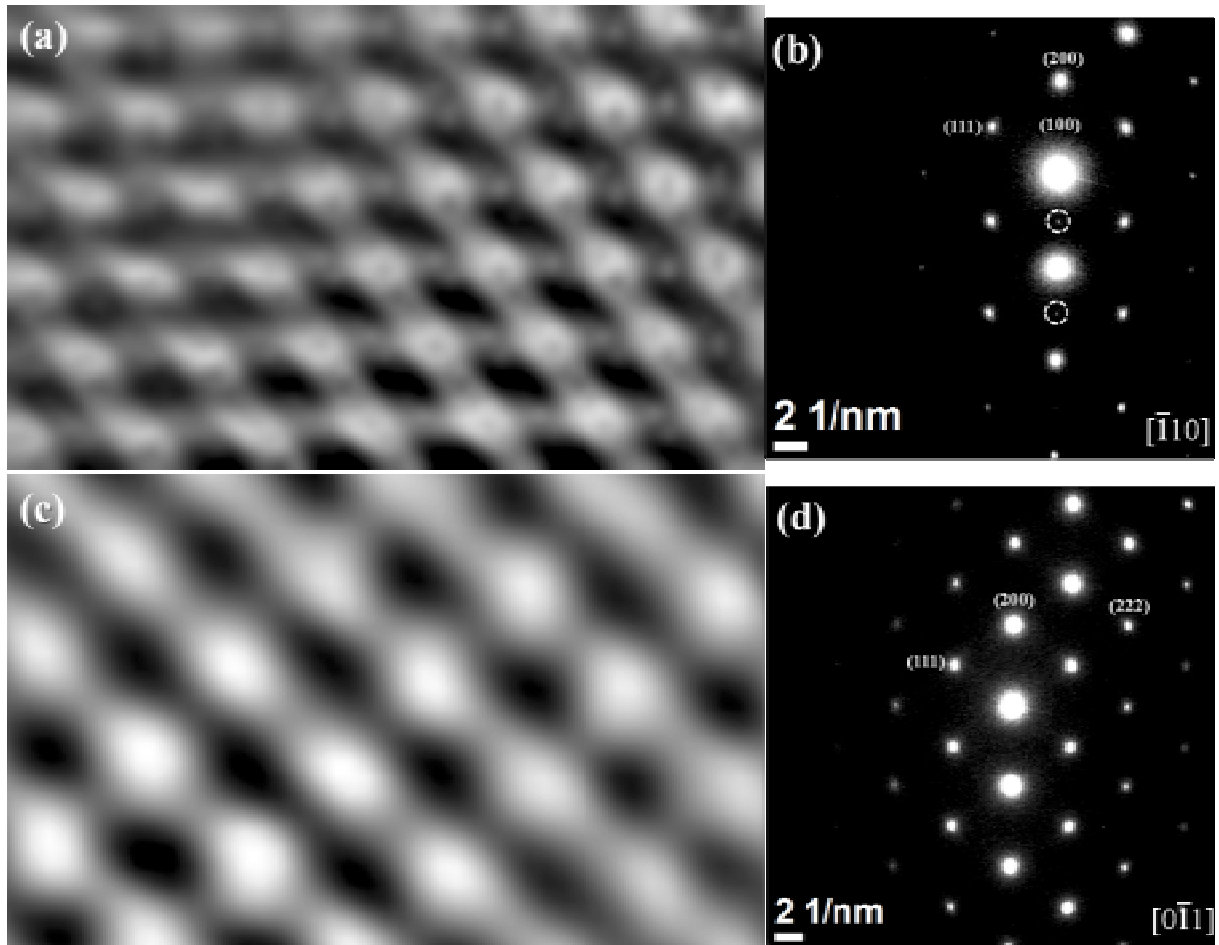


Figura 56. Micrografías filtradas HRTEM de: (a) súper-red de la fase γ' ; (b) Patrón de difracción que muestra las reflexiones principales así como las reflexiones de súper-red correspondientes a la fase γ' -fcc; (c) red cristalina normal de la fase γ , (d) Patrón de difracción que muestra las reflexiones correspondientes a la fase γ -fcc.

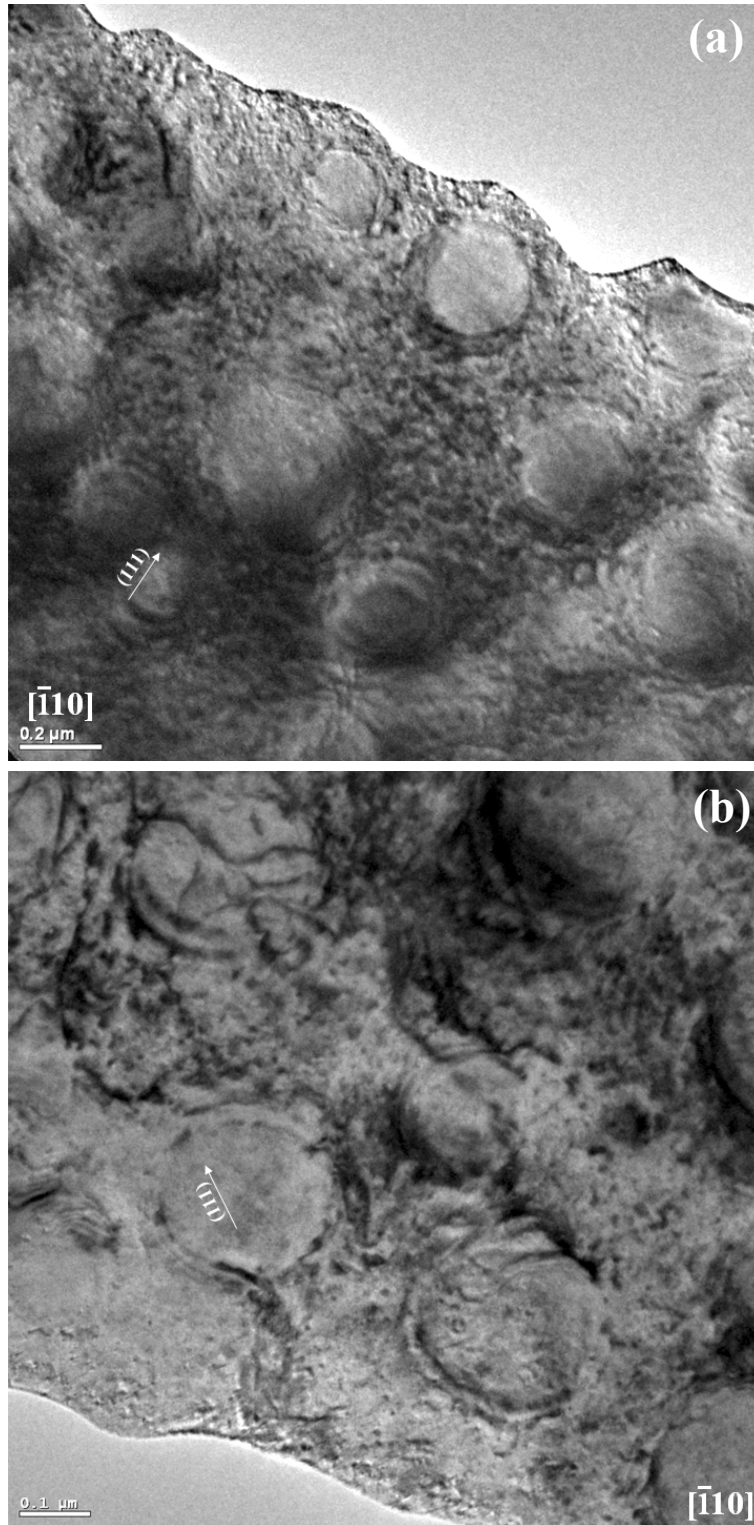


Figura 57. Micrografías de campo claro vía TEM de muestra H3: (a) morfología de precipitados γ' en MB y (b) morfología de precipitados γ' en ZAC.

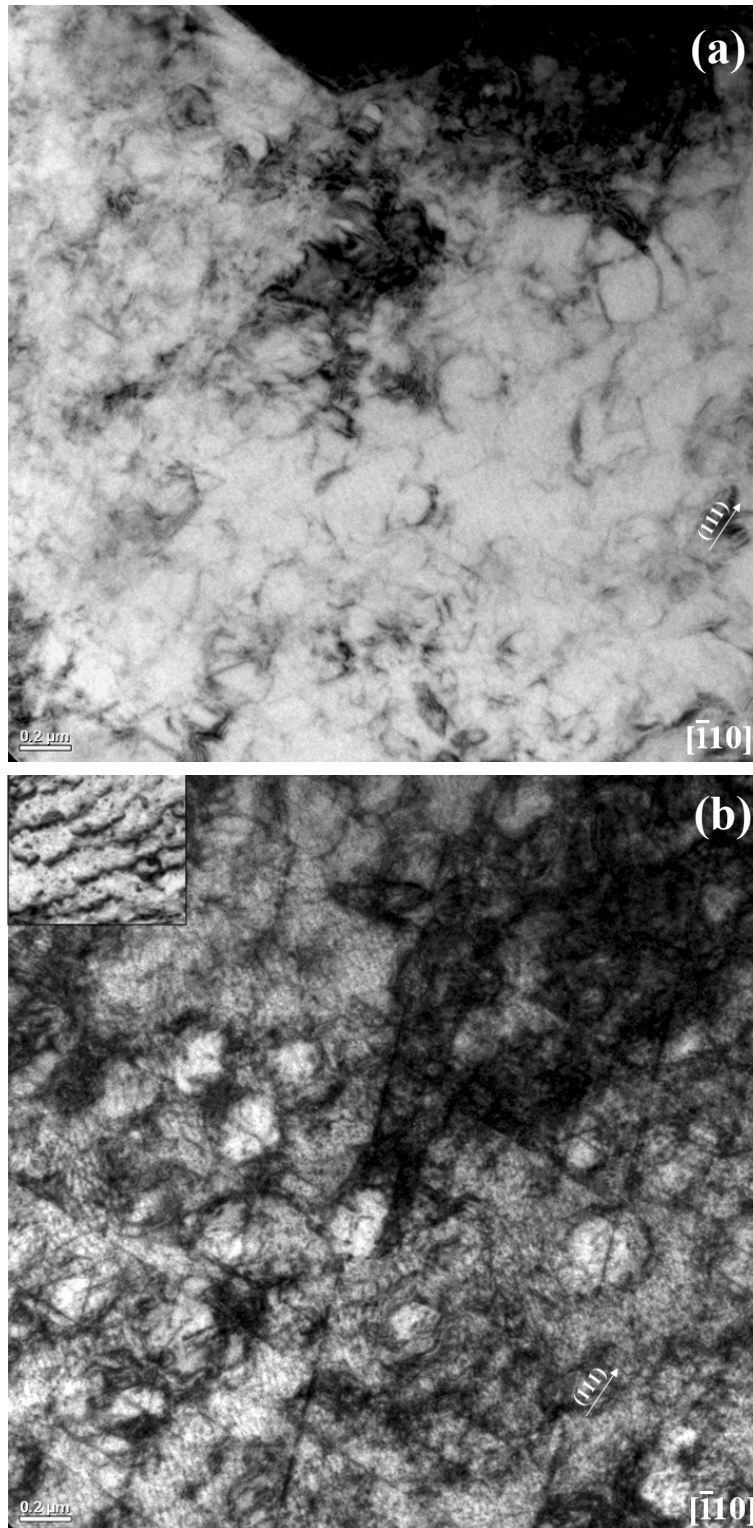


Figura 58. Micrografías de campo claro vía TEM de muestra H5: (a) morfología de precipitados γ' y dislocaciones en MB y (b) morfología de precipitados γ' y dislocaciones en ZAC.

5.2.1 Parámetro de red y determinación de desajuste de red γ/γ' (misfit)

El desajuste de red γ/γ' de las dos muestras evaluadas previamente fue medido por medio de imágenes de alta resolución (HRTEM) y sus respectivos patrones de transformada rápida de Fourier (FFT). En la Tabla 12 se muestran los valores correspondientes a los parámetros de red tanto del MB así como de la ZAC obtenidos para cada una de las muestras. Las imágenes HRTEM utilizadas así como los correspondientes patrones FFT de los cuales se obtuvieron estos datos se muestran en la Figura 59 y la Figura 60. Los valores de parámetro de red de los precipitados γ' esféricos en la zona de MB fueron 0.3573nm y en la ZAC 0.35708nm, con un desajuste de red (δ) de +0.04% y 0.016% respectivamente. Por otro lado los valores de parámetros de red de los precipitados γ' irregulares en la zona de MB fueron 0.3583nm y en la ZAC 0.3576nm, con un desajuste de red de -0.58% y 0.99%. Los valores de desajuste de ambas muestras indican un cambio claro en el valor del desajuste de red γ/γ' de positivo (MB) a negativo (ZAC) para el caso de los precipitados esféricos y para el caso de los precipitados el cual de inicio es negativo en el MB, este se vuelve aun más negativo. Este efecto como ya se discutió previamente se atribuye al proceso de disolución de los precipitados (difusión intensa de Ti) la cual da como resultado a que el contenido de este elemento disminuya gradualmente y de manera considerable en la interfase γ/γ' dando como resultado a que el desajuste disminuya volviéndose más negativo. Así mismo este comportamiento así como los valores de desajuste obtenidos, son similares a los obtenidos por otros investigadores [58,66,67,68] tanto para precipitados esféricos así como irregulares. Claramente se observa como el desajuste de las muestras de precipitados esféricos es muy pequeño, comparado con el mayor desajuste de las muestras con precipitados irregulares. Por lo tanto se sugiere que la morfología inicialmente afecta o no el desajuste por simple precipitación y crecimiento de los precipitados durante el tratamiento térmico (perdida de coherencia). Posteriormente en la ZAC el fenómeno de disolución parcial y re-precipitación para el caso de las morfologías irregulares asevera el grado de desajuste γ/γ' en comparación del observado en los precipitados esféricos, en este caso la disolución rápida de este tipo de precipitados y la ausencia de re-precipitación dan lugar a que dicho valor sea cercano a cero.

Tabla 12. Parámetros de red y valores de desajuste de red γ/γ' .

Muestras		a (nm)		δ (%)
		γ	γ'	
H3	MB	0.3571	0.3573	+0.04
	ZAC	0.3571	0.35708	-0.016
H5	MB	0.3604	0.3583	-0.58
	ZAC	0.3611	0.3576	-0.99
δ - Desajuste de red				

En la ZAC de ambas muestras de acuerdo con los patrones FFT, observados en las Figuras 59 y 60 se establece que la coherencia γ/γ' se mantiene de acuerdo a la siguiente relación cristalográfica: $[\bar{1}10]_{\gamma'} \parallel [01 \bar{1}]_{\gamma}$, $(111)_{\gamma'} \parallel (111)_{\gamma}$. Lachowicz et al. [57] observó una relación similar en una superaleación 713C soldada mediante la técnica de rayo de electrones.

Si se observan los semicírculos localizados en las Fotografías 69a y 60b, la secuencia interplanar se ve interrumpida por la formación de defectos cristalográficos (dislocaciones de borde), como ya se mencionó previamente la presencia de este tipo de defectos es el resultado de la pérdida de coherencia γ/γ' que experimentan estas regiones. Zhang et al. [69] establecieron que valores negativos grandes de δ tal como los obtenidos en las muestras con precipitados irregulares, son lo suficientemente grandes como para incrementar de manera considerable la densidad de dislocaciones. Así mismo demostraron que el incremento de dislocaciones específicamente en la ZAC, contribuyen en gran medida a la formación de grietas, debido a que se incrementa la interacción entre estas y por ende el movimiento de las mismas se ve restringido, este efecto da lugar a que estas regiones presenten condiciones de endurecimiento considerable. La teoría de formación de dislocaciones establece que este tipo de defectos se incrementa a medida que se incrementa el estado de esfuerzos aplicados y en zonas donde ocurre la nucleación de manera preferencial, como son en este caso en particular las interfaces incoherentes γ/γ' [70].

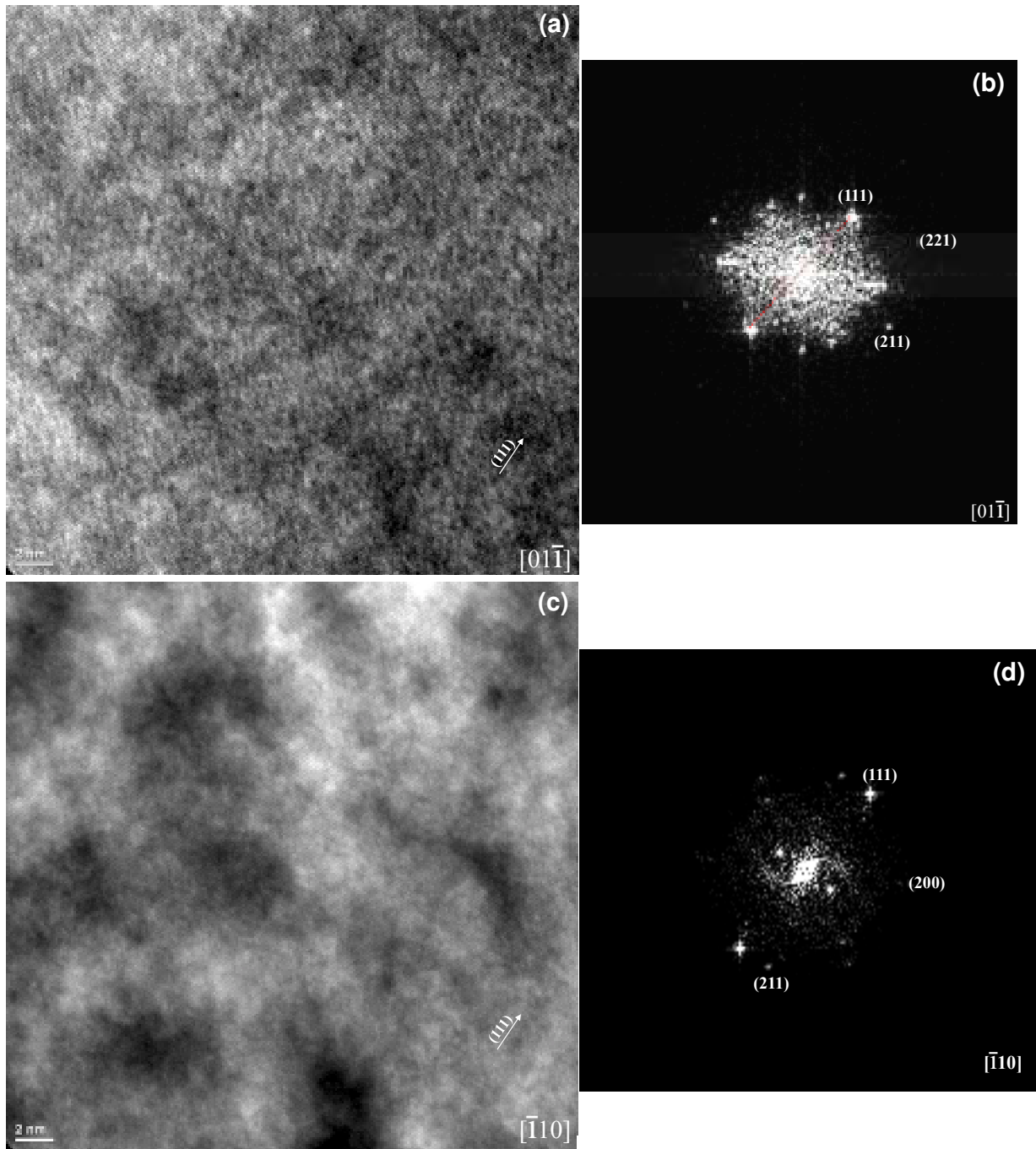


Figura 59. Micrografías HRTEM de la muestra H3: (a) fase γ en la ZAC; (b) FFT de la fase γ en el eje de zona $[01\bar{1}]$; (c) fase γ' en la ZAC; (d) FFT de la fase γ' en el eje de zona $[\bar{1}10]$.

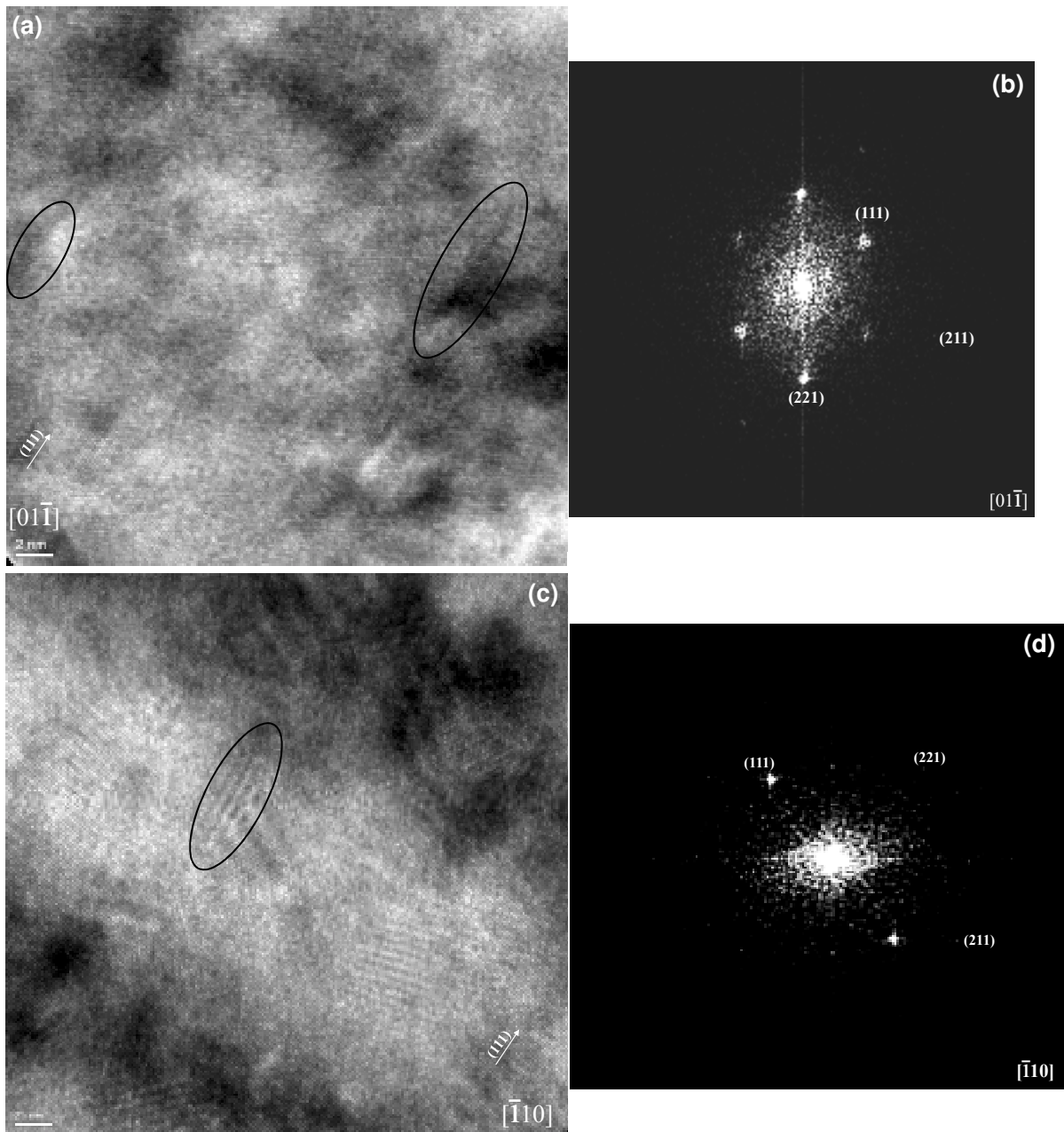


Figura 60. Micrografías HRTEM de la muestra H5: (a) fase γ en la ZAC; (b) FFT de la fase γ en el eje de zona $[01\bar{1}]$; (c) fase γ' en la ZAC; (d) FFT de la fase γ' en el eje de zona $[\bar{1}10]$.

5.2.2 Efecto del endurecimiento coherente en la formación de grietas en la ZAC

5.2.2.1 Calculo de la deformación coherente a partir del desajuste δ

En capítulos anteriores se ha venido discutiendo como este tipo de superaleaciones base Níquel endurecen como resultado de la precipitación de partículas γ' , así mismo se ha establecido como otros factores afectan la resistencia así como la ductilidad de estos materiales. Algunos autores [13,71,72] han demostrado que cuando este tipo de aleaciones son sometidas a tratamiento térmico, uno de estos factores que influyen en el endurecimiento es el desajuste $\delta-\gamma/\gamma'$. Sugieren que cuando el valor de este factor es lo suficientemente negativo, esfuerzos y deformaciones locales internos se desarrollan. Este fenómeno se ve reflejado en la aparición de dislocaciones las cuales inicialmente nuclean en forma de loops o como interfaciales [73,74]. El mecanismo de formación de dislocaciones, da como resultado el alivio de los esfuerzos y deformaciones que se generan, más sin embargo el grado de alivio de esfuerzos dependerá de la movilidad que tengan las dislocaciones que se forman. En este caso en particular, previamente se observó una alta densidad de estas principalmente en la ZAC, esta condición tiende a disminuir de manera considerable la movilidad de las dislocaciones y por consecuencia solo un porcentaje bajo del nivel de esfuerzos generados será aliviado. A partir de esto, y considerando la condición microestructural de las muestras H3 y H5, el nivel de esfuerzo y deformación tenderá a ser mayor tanto en el MB así como en la ZAC de la muestra H5. Dentro de los alcances de este trabajo no se tenía contemplado medir el nivel de esfuerzos en cada una de las diferentes zonas, es por ello que no se presentan valores al respecto, más sin embargo la deformación coherente la cual resulta del desajuste γ/γ' , fue calculada aplicando la ecuación (8) [4,75]:

$$\epsilon = \frac{2}{3} \delta \dots\dots\dots 8$$

se ha demostrado que mediante esta ecuación se pueden obtener aproximaciones buenas de los valores de deformación coherente. Los resultados obtenidos mediante esta ecuación, indican como la muestra H3 con valores de % ϵ en MB de 0.011% y en la ZAC de 0.11% en comparación con los valores observados en la muestra H5 de 0.38% en MB y 0.66% en

la ZAC, siguen un comportamiento similar al observado con los valores de desajuste, es decir es mayor en las muestras H5 y en específico en la ZAC. Valores similares fueron observados por algunos autores [4,75] en superaleaciones como la Inconel 738 e Udiment 720 posterior a ser tratadas térmicamente.

Considerando los valores obtenidos, se asume que la ductilidad de la muestra H3 en ambas regiones (MB y ZAC) será mayor en comparación de la que se espera en la muestra H5. Por lo cual se considera que la microestructura de esta muestra será mucho más susceptible a presentar agrietamiento y de manera preferencial en aquellas regiones como son los límites de grano que presentaron licuación parcial. Lo anterior se debe a que estas muestras presentan una microestructura más estresada la cual no es capaz de aliviar los esfuerzos que se generan durante el proceso de soldadura en la ZAC.

5.3 Influencia de la microestructura en el agrietamiento por envejecido

Algunos autores [76,77] han demostrado como aleaciones similares (Inconel 738 y Rene 41), cuando se les aplica el tratamiento térmico final para impartir al material las propiedades mecánicas requeridas principalmente en la zona de ZAC, estas durante la etapa de calentamiento, tocan la nariz de precipitación de las curvas tipo C presentadas en la sección 2.10.2.2 (Figura 23) al momento que esto ocurre, se lleva a cabo la precipitación y/o crecimiento de los precipitados γ' . Está claro que al llevarse a cabo este fenómeno, las aleaciones experimentan cierto grado de endurecimiento, lo cual da lugar a que regiones susceptibles o que posteriormente durante el procesos de soldadura experimentaron algún tipo de fragilización como resultado de fenómenos como licuación parcial sobre los límites de grano, microestructuras con concentración de esfuerzos considerables (como las obtenidas en las muestras con precipitados γ' irregulares) serán más susceptibles a presentar agrietamiento o a que las grietas presentes crezcan aun más. Se ha establecido factores como: 1) microestructura inicial (dúctil) tanto en el MB así como en la ZAC, 2) velocidad de calentamiento durante la etapa de solubilizado; reducen considerablemente la tendencia a presentar agrietamiento durante esta etapa de tratamiento térmico.

En el presente trabajo sólo se evaluará el efecto de la microestructura inicial, en la aparición de grietas por envejecido durante la etapa de tratamiento térmico final, el cual consistió en calentar las muestras desde temperatura ambiente hasta 1160°C manteniendo ahí por 4hr , temple posterior y finalmente un envejecido a 750°C por 18h. Las muestras con precipitados irregulares, tal y como ya se mencionó, presentaron cierto crecimiento en el tamaño de las grietas existentes, así como la aparición de nuevas grietas (en promedio 3 grietas por zona evaluada). Por otro lado las muestras con morfologías esféricas, no experimentaron formación de grietas nuevas, así como tampoco crecimiento de las existentes (en promedio ½ grieta por zona evaluada). En la Figura 61 se muestra la distribución y morfología de los carburos observado en todas las muestras, esto debido a que todas fueron sometidas al mismo tratamiento térmico. Se observan carburos tipo bloque MC disperso tanto en la matriz así como de manera discreta sobre los límites de grano la presencia de carburos del tipo $M_{23}C_6$ (imagen insertada en la esquina superior derecha de la Figura 61). Los precipitados γ mantienen morfologías esféricas con tamaños $\sim 113\text{nm}$.

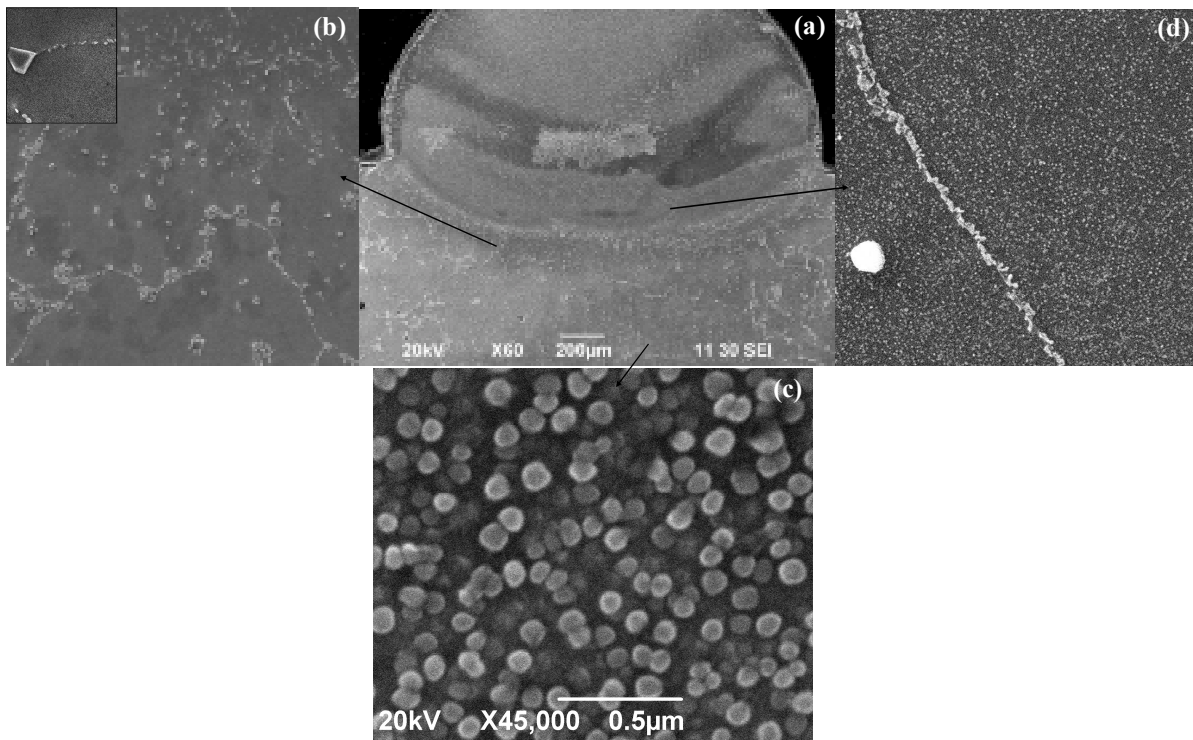


Figura 61. Micrografía vía MEB de las muestras con tratamiento final 11160°C/4hr + 750°C/18hr: (a) sección transversal de soldadura TIG; (b) Distribución de carburos en ZAC; (c) distribución y morfología de precipitados γ en MB y ZAC; (d) precipitación de partículas γ en ZF.

Así finalmente se observó cierto grado de precipitación de partículas identificadas como γ' en cierta extensión de la ZF tal y como se observa en la Figura 61, este fenómeno ciertamente se debe a que durante esta etapa de tratamiento térmico y considerando que esta región durante el proceso de fusión, experimenta cierta combinación química (metal base/metal de aporte) y aunado al proceso de difusión existente, se obtienen gradientes de composición química (concentración considerable de elementos-Ti y Al, formadores de γ') tal que dan lugar a que ocurra dicho fenómeno de precipitación. Este fenómeno ciertamente es importante ya que la resistencia en esta región se incrementará de manera considerable a pesar de que la aleación inicial utilizada como metal de aporte no sea del tipo que endurecen por precipitación. Este efecto de endurecimiento se corroboró al comparar los valores de durezas obtenidos en estas regiones de la soldadura con respecto a los obtenidos en esta misma región de las probetas posterior a ser soldadas, ver la Figura 62.

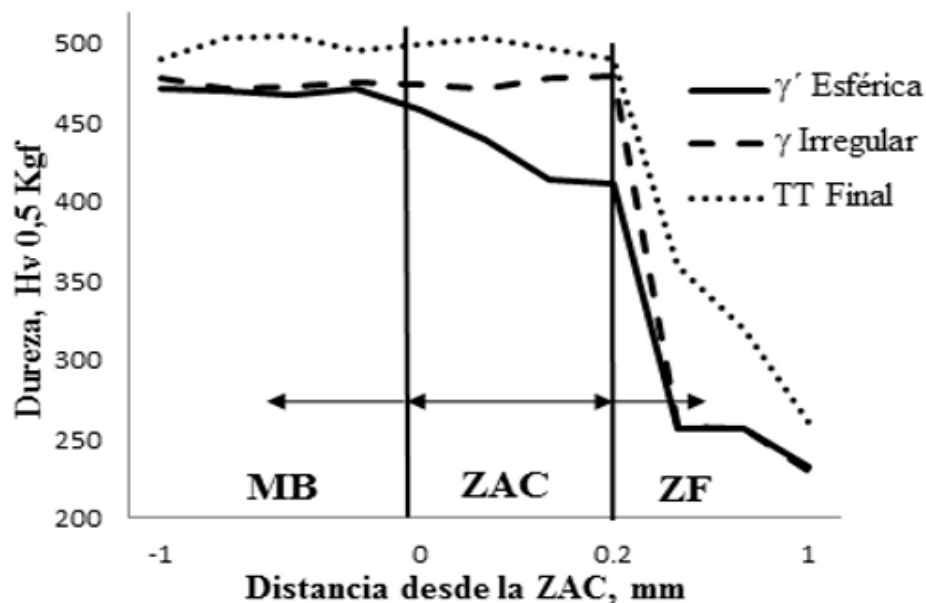


Figura 62. Distribución de dureza en la soldadura TIG.

En este punto es importante mencionar que las microestructura con precipitados esféricos ciertamente influyen considerablemente en la disminución de formación de grietas en caliente durante el proceso de soldadura así como grietas por envejecido durante el tratamiento térmico final. Esto debido a las condiciones metalúrgicas discutidas previamente y de manera detallada en este trabajo.

Capítulo 6

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.1 Conclusiones

En base a los resultados presentados en lo que se refiere a la aplicación de soldadura mediante el proceso TIG sobre especímenes pre-tratados térmicamente, se puede establecer que hasta este punto se ha generado información relevante en lo que se refiere a la comprensión del efecto de la microestructura inicial en la soldabilidad de la aleación. Por lo cual se presentan las siguientes conclusiones:

1. La condición microestructural resultante de la aplicación de los tratamientos térmicos evaluados en este trabajo fue la siguiente: 1) microestructura bi-modal homogénea de precipitados γ' primaria y γ' secundaria esféricos, así como carburos de segunda reacción del tipo MC; y 2) microestructura de precipitados γ' primaria con morfologías de cubos irregulares (octo-cubos) así como también carburos MC.
2. La disolución completa de los precipitados γ' así como disolución y redistribución de los carburos sólo se observó en las muestras tratadas a: 1160°C/4hr y 1145°C/4, el resto de las muestras sólo presentaron una disolución parcial de los precipitados γ' y muy ligera disolución y redistribución de los carburos.
3. Se establece que los parámetros de tratamiento aplicados a las muestras H3, H4, H6 y H7 y con base en la condición microestructural que estas muestras presentaron (precipitados γ' esféricos), se establece estos tratamientos pueden ser utilizados para rejuvenecer la microestructura sobre-envejecida. Esta misma condición microestructural, se

considera como la teórica requerida por este tipo de aleaciones para obtener buenos valores de resistencia de corto y largo plazo (termo-fluencia) así como a la fatiga térmica.

4. Las muestras de la superaleación Inconel 939 posterior a ser soldadas mediante el proceso TIG evidenciaron un fenómeno de licuación intergranular en la ZAC. El cual se observó fue generado por la licuación principalmente de las partículas γ' así como también de los precipitados de segunda reacción (carburos MC).

5. Todos los especímenes evidenciaron en menor o mayor medida dicho fenómeno de licuación. Se evidencio que las muestras que presentaron muy poca o nada de licuación intergranular fueron aquellas que presentaban una microestructura de precipitados γ' esférica. Por otro lado las muestras con microestructura de precipitados γ' irregulares presentaron licuación severa tanto intergranular como transgranular.

6. Por otro lado se observó que el agrietamiento asociado a la licuación intergranular, se veía disminuido debido a la dureza tanto del metal base así como de la ZAC. Ya que en base a los valores de dureza observados en los especímenes con precipitados γ' irregulares en estas zonas y los cuales son mayores a los observados en los especímenes con precipitados γ' esféricos, se establece que dicha condición metalúrgica es capaz o no de relajar los esfuerzos generados durante el periodo de enfriamiento (etapa en la cual se a severa ocurre el proceso de agrietamiento) del proceso de soldadura.

7. Este mismo comportamiento de alivio de esfuerzos se atribuye también a la utilización de un material de aporte que se presente un comportamiento dúctil, así como a ciertos parámetros de soldadura como son; menor velocidad de aplicación y calor de entrada.

8. Previamente se comentó que las muestras con precipitados γ' irregulares evidenciaron cierto incremento en la dureza en la ZAC en comparación con las muestras con precipitados γ' esféricos. Esto se atribuye a los siguiente: 1) re-precipitación de partículas γ' para el caso las muestras con precipitados γ' irregulares; y 2) a un fenómeno de reversión (disolución completa) en las muestras con precipitados γ' esféricos.

9. Se estableció la relación que existe entre la condición microestructural inicial (morfología de los precipitados γ') con respecto al desajuste de red- γ/γ' observado en MB y ZAC. En base a los valores obtenidos se observa como las muestras con precipitados γ' esféricos se mantienen coherentes con la matriz en ambas zonas esto influye directamente a que en estas muestras no se lleve a cabo la formación de dislocaciones. Por otro lado en las muestras con precipitados γ' irregulares se observó la formación de dislocaciones en el MB y en mayor densidad en la ZAC. Este comportamiento se atribuyo al desajuste- γ/γ' (perdida de coherencia) y el cual se vuelve más negativo en la ZAC. Este comportamiento se atribuye en mayor medida a los esfuerzos que se generan en esta zona durante el proceso de soldadura y en menor medida al fenómeno de re-precipitación.

10. Por consiguiente en base a lo establecido previamente, se asevera que las muestras con microestructura de precipitados γ' esféricos, presentan excelente soldabilidad comparada con la observada en las muestras con microestructura de γ' irregulares. Es decir se disminuye de manera considerable la formación de grietas intergranulares por licuación, debido a que el fenómeno de licuación en estas muestras casi desaparece por completo y también a que la microestructura que resulta en la ZAC es capaz de aliviar los esfuerzos generados durante el procesos de soldadura.

6.2 Recomendaciones

Considerando los resultados de los tratamientos térmicos y procesos de aplicación de soldadura de las muestras de superaleación Inconel 939, se establece que resulta de gran importancia realizar estudios de resistencia a la termo fluencia a temperaturas elevadas (~800, 850 y 870°C) y diferentes condiciones de esfuerzo, con el fin de evaluar el comportamiento de la unión soldada bajo dichas condiciones.

Así mismo resulta de gran importancia estudiar el comportamiento de la aplicación de este tipo de tratamientos y/o similares así como los parámetros de aplicación de soldadura TIG en otro tipo de superaleaciones base Níquel de última generación como las que se fabrican de un solo cristal.

REFERENCIAS

-
- [1] Matthew J. Donachie., Stephen J. Donachie., “Superalloys a Technical Guide”, ASM International, Second Edition, (2003) pp. 26-30.
- [2] Indranil Roy, “Precipitate Growth Features in the Duplex Size Gamma Prime Distribution in the Superalloy IN738LC”, Bengal Engineering College, India, (1996) pp.1-3.
- [3] R.F. Decker “Strengthening Mechanism of Nickel Base Alloys”, Steel strengthening Mechanism Symposium, (1969) 1-24.
- [4] Anurag Thakur, “Microstructural Response of a Niquel Base Cast In-738 Super Alloy to a Variety of Pre-weld Heat Treatments”, Metallurgical Science Laboratory, Winnipeg Manitoba, (1987) pp.1-51.
- [5] Aikaterini Plati, “Modelling of γ Precipitation in Superalloys”, Materials Science and Metallurgy Department, University of Cambridge, (2003), pp.1-4, 42-48.
- [6] Krongtong V., Tuengsook P., Homkrajai W, “The Efect of Re-Heat Treatments on Microstructural Restoration in Cast Nickel Superalloy Turbine Blade, GTD-111”, Acta Metallurgica Slovaca, (2005) 171-182.
- [7] Walter John L., Jackson Melvin R., Sims Chester T., Alloying, Metals Park, Ohio: ASM International, (1988).
- [8] Mangonon Pat L., The Principles of Materials Selection for Engineering Design, New Jersey, (1999).
- [9] Arvind Kumar, “Study of Particle Growth and Breakdown in Single Size Gamma Prime Distribution and High Temperature Creep in IN738LC Nickel Superalloy”, Nagarjuna University, India, (2006) pp. 1-3.

-
- [10] Z. Mazur, A. Luna-Ramírez, L.A. Juárez-Islas, A. Campos-Amezcuca, “Failure Analysis of a Gas Turbine Blade Made of Inconel 738LC Alloy”, Instituto de Investigaciones Eléctricas, (2004) 474-476.
- [11] ASM Specialty Handbook, “ Nickel, Cobalt, and Their alloys” ASM International, (2000) pp. 68-85.
- [12] H.T. Lee, S. W. Lee, “The morphology and formation of gamma prime in nickel-base superalloy”, Institute of mechanical engineering, National Cheng-Kung University, Taiwan. (1990).
- [13] Madeleine Durand-Charre, “The Microstructure of Superalloys”, CRC press, (1997) pp. 15-45.
- [14] H.K.D.H. Bhadeshia, “Nickel Based Superalloys”, University of Cambridge, (2002).
- [15] Juraj Belan, “Study of Advanced Materials for Aircraft Jet Engines Using Quantitative Metallography”, Recent Advances in Aircraft Technology, University of Zilina, (2002) 49-74.
- [16] Charles Hays, “Size and Shape Effects for Gamma Prime in Alloy 738”, Journal of Materials Engineering and Performance, 17 (2008) 254-259.
- [17] G.Lvov, V.I. Levit, and M.J. Kaufman, “Mechanism of Primary MC Carbide Decomposition in Ni-Base Superalloy”, Metallurgical and Materials Trans., 35A, (2004) 1669-1679.
- [18] Z. Miskovic, MJovanovic, M. Gligic and B. Lukic, “Microstructural Investigation of IN939 Superalloy”, Vacuum, 43, (1992) 709-711.
- [19] Charlie R. Brooks, “Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys”, ASM, (1995) pp. 95-112, 164-183.
- [20] D. P. Pope and S. S. Ezz, “Mechanical properties of Ni₃Al and nickel-base alloys with high volume fraction of γ ’”, International Metals, 29 (1984)136-167.

-
- [21] J.H. Weterbrook, "Superalloys (Ni-base) and Dislocations – An Introduction" Dislocation in solids, Brookline Technologies, (1996) 1-24.
- [22] Roger C. Reed, "The Superalloys, Fundamentals and Applications", Cambridge, (2006) pp. 70 -75.
- [23] Donald J. Tillack, James M. Manning and J.R. Hensley, Heat Treating of Nonferrous Alloys, (ASM Metals Handbook, (1991) pp. 907-912.
- [24] M. B. Henderson, D. Arrel, M. Heobel, R. Larsson and G. Marchant, Nickel-based superalloy welding practices for industrial gas turbine applications, ALSTOM Power Technology Centre, Whetstone, UK.
- [25] A.C. Lingenfelter, "The Welding Metallurgy of Nickel alloys in Gas Turbine Components", ASM International Joining and Repair of Gas Turbine Components Symposium, (1997).
- [26] D.W. Gandy and G. Frederick, "Overview of Hot Section Component Repair Methods", EPRI/RAC, (2002).
- [27] J.J. Pepe and W. F. Savage, "Effects of Constitutional Liquation in 18-Ni Maraging Steel Weldment", Welding J., 46 (1967) 411-s – 422-s.
- [28] B. Radhakrishnan, "Interface controlled precipitate dissolution and constitutional liquation", Interface Science, 1 (1993) 175-182.
- [29] J. L. robinson and M. H. Scott, Liquation cracking during the welding of austenitic stainless steels and nickel alloys, The Welding Institute, Cambridge CB 6AL, UK., p.104-116.
- [30] Sindo Kou, Formation of the Partially Melted Zone, Welding Metallurgy, Wiley-Interscience, Inc., (2003) 303-319.
- [31] Guidelines for the Welded Fabrication of Nickel Alloys for Corrosion-resistance Service, A Nickel Development Institute, Reference Book, (1994) 1-43.

-
- [32] K.M. Delargy, S. W. K. Shaw, G. D. W. Smith, "Effects of Heat Treatment on Mechanical Properties of High-chromium Nickel-base Superalloy IN 939", *Material Science*, 2 (1986) 1031-1037.
- [33] S.W.K. Shaw, "Response of In-939 to process variations", *Proc. Symp. on Superalloys*, Birmingham, (1980) 275-284.
- [34] Dae-Young Kim, Jong-Hyun Hwang, Kwang-Soo Kim, Joong-Geun Youn, "A study on fusion repair process for a precipitation hardened IN738 Ni-based superalloy", *Engineering for Gas Turbines and Power J*, 122 (2000) 457-461.
- [35] O.A. Ojo and M. C. Chaturvedi, "Liquation microfissuring in the weld heat-affected zone of an overaged precipitation-hardened nickel-base superalloy", *Metall. Mater. Trans. A*, 38 (2007) 356-368.
- [36] K. Benerjee, N.L. Richards, and M.C. Chaturvedi, "Effect of Filler Alloys on Heat-Affected Zone Cracking in Prewelded Heat-treated IN-738LC Gas-tungsten-arc Welds", *Metal. Mater. Trans. A*, 36A (2005) 1881-1890.
- [37] G.A. Young, T.E. Capobianco, M.A. Penik, B.W. Morris and J.J. McGee, "The Mechanical of Ductility Dip Cracking in Nickel-Chromium Alloys", *Welding J.*, 87 (2008) 31-44.
- [38] Mike Meier, "Measuring Volume Fraction", Department of Chemical Engineering and Materials Science (University of California), (2004) p 1-3.
- [39] J.L. McCall, "Practical Applications of Quantitative Metallography", ASTM Special technical publication, (1916) p. 65-84
- [40] K.M. Delargy and G.D.W. Smith, "Phase Composition and Phase Stability of a High-chromium Nickel-based Superalloy, IN939" *Metallurgical Trans. A*, 14A, 1771 (1983) 1771-1783.
- [41] V. Krongtong, P. Tuengsook, W. Homkrajai, E. Nisaratanapor and P. Wangyao, "The Effect of Re-heat Treatments on Microstructural Restoration in Cast Nickel Superalloy Turbine Blade, GTD-111", *Acta Metall. Slov.* 11, 171 (2005) 171-182.

-
- [42] P. Wangyao, N. Chuankrerkkul, S. Polsilapa, P. Sopon and W. Homkrajai, "Gamma Prime Phase Stability After Long-Term Thermal Exposure in Cast Nickel Based Superalloy, IN738", *J. Sci.* 36(3), 312 (2009) 312-319.
- [43] O. A. Ojo, M. C. Chaturvedi, "On the Role of Liquefied γ' Precipitates in Weld Heat Affected Zone Microfissuring of a Nickel-based Superalloy", *Mater. Sci. Eng. A*, 403 (2005) 77-86
- [44] R.K. Sidhu, O. A. Ojo, and M. C. Chaturvedi, "Microstructural Response of Directionally Solidified Rene 80 Superalloys to Gas-tungsten Arc Welding", *Metall. Mater. Trans. A*, 40 (2009) 150-162.
- [45] O. A. Ojo, N. L. Richards and M. C. Chaturvedi, "Liquation of Various Phases in HAZ During Welding of Cast Inconel 738LC", *Mater. Sci. Tech.*, 20 (2004) 1027-1034.
- [46] O. A. Ojo, N. L. Richards and M. C. Chaturvedi, "Study of the Fusion Zone and Heat-Affected Zone Microstructures in Tungsten Inert Gas-welded INCONEL 738LC Superalloy", *Metall. Mater. Trans. A*, 37 (2006) 421-433.
- [47] O.A. Ojo, N.L. Richards, M.C. Chaturvedi, "Contribution of Constitutional Liquation of Gamma Prime Precipitate to Weld HAZ Cracking of Cast Inconel 738 Superalloy", *Scripta Mater.*, 50 (2004) 641-646.
- [48] J.J. Pepe and W. F. Savage, "Effects of Constitutional Liquation in 18-Ni Maraging Steel Weldment", *Welding J.*, 46 (1967) 411-422.
- [49] M. Sinder and J. Pelleg, "On Homogenization of a Binary Alloy After Dissolution of Planar and Spherical Precipitates", *Metall. Mater. Trans. A*, 31 (2000) 1525-1530.
- [50] W. A. Miller, G. A. Chadwick, "On the Magnitud of the Solid-liquid Interfacial Energy of Pure Metals and its Relation to Grain Boundary Melting", *Acta. Metall.* 15, (1967) 607-614.

-
- [51] A. T. Egbewande, R. A. Buckson, O. A. Ojo, "Analysis of Laser Beam Weldability of Inconel 738 Superalloy", *Mater. Charact.*, 61 (2010) 569-574.
- [52] A. T. Egbewande, H. R. Zhang, R. K. Sidhu and O. A. Ojo, Improvement in laser weldability of INCONEL 738 superalloy through microstructural modification, *Metall. Mater. Trans. A*, 40 (2009) 2694-2704.
- [53] R. K. Sidhu, O. A. Ojo, N. L. Richards and M. C. Chaturbedi, "Metallographic and OIM Study of Weld Cracking in GTA Weld Build-up of Polycrystalline, Directionally Solidified and Single Crystal Ni Based Superalloys", *Science and Technology of Welding and Joining*, 14 (2009) 125-131.
- [54] G. H. Chen and C. Chen, J. "Investigation of the Heat-affected Zone Fracture in Ni3Al Welds", *Mater. Res.*, 7 (1992) 1076-1082.
- [55] J. Durocher and N. L. Richards, "Characterization of Micro-welding Process for Repair of Nickel Base Superalloys", *J. Mater. Eng. Perform.*, 16 (2007) 710-719.
- [56] O.M. Barabash, J.A. Horton, S.S. Babu, J.m. Vitek, S.A. David, J. W. Park, G.E. Ice and R. I. Barabash, "Evolution of Dislocation Structure in the Heat Affected Zone of a Nickel-based Single Crystal", *Applied Physics J.*, 96(2004) 3673-3679.
- [57] Maciej Lachowicz, Wlodzimierz, Marzena Podrez-Radziszewska, "TEM Observation of the Heat-affected Zone in Electron Beam Welded Superalloy Inconel 713C", *Mater. Char.*, 59 (2008) 560-566.
- [58] R.A. Ricks, A.J. Porter and R.C. Ecob, The Growth of γ' Precipitates in Nickel-base Superalloys", *Acta Metall.*, 31 (1983) 43-53.
- [59] J.K. Tien and R.P. Gamble, "Effects of Stress Coarsening on Coherent Particles Strengthening", *Metall. Trans.*, 3 (1972) 2157-2162.

[60] A.K. Singh, N. Louat and K. Sadananda, “Dislocation Network Formation and Coherency Loos Around Gamma-prime Precipitates in a Nickel-base Superalloy”, *Metall. Trans. A*, 19 (1988) 2965-2973.

[61] A. Somoza, G. Santos, A. Ges, R. Versaci and F. Plazaola, “Age-hardening and Precipitation Phenomena in the Inconel-713C Superalloy Studied by Means of Positron Lifetime Spectroscopy”, *Phys. Stat. Sol.*, 174 (1999) 189-198.

[62] Antariksh Rao Pratap Singh, “Mechanisms of Ordered Gamma Prime Precipitation in Nickel Base Superalloys”, Thesis. University of North Texas (2011).

[63] W. Neumann, H. Kirmse, I. Hausler, A. Mogilatenko, CH. Sheng and W. Hetab, “Advanced Microstructure Diagnostic and Interface Analisis of Modern Materials by High-Resolution Analytical Transmission Electron Microscopy”, *Bulletin of the Polish Academy of Sciences*, 58 (2010) 237-253.

[64] D. Mukherji, R. Gilles, B. Barbier, D. Del. Genovese, B. Hasse, P. Struz, T. Wroblewski, H. Fuess, J. Rosler, “Lattice Misfit Measurement in Inconel 706 Containing Coherent γ' and γ'' Precipitates”, *Scripta Mater.*, 48 (2003) 333-339.

[65] J.H. Westbrook, “Superalloys (Ni-base) and Dislocations-an Introduction”, *Dislocations in Solids*, (1996) 1-26.

[66] A. Medina-Flores, Hector Carreón, L. Béjar-Gómez, E. Días Barriga-Castro, J.L. Bernal, L. Zamora-Rangel, “Caracterización de la Evolución de la Capa Nitrurada de un Acero por Microscopía Electrónica de Transmisión de Alta Resolución (HRTEM)”, *Iberomet XI X CONAMET/SAM*, (2010) 1-9.

[67] J. Li and R.P. Wahi, Investigation of γ/γ' Lattice Mismatch in the Polycrystalline Nickel-base Superalloy IN738: Influence of heat treatment and creep deformation”, *Acta Metall. Mater.*, 43 (1995) 507-517.

[68] A. Hazotte, A. Racine and S. Denis, “Internal Mismatch Stresses in Nickel-based Superalloys: A Finit Element Approach”, *Phys. IV J.*, 6 (1996) 119-128.

-
- [69] J.X. Shang, J.C. Wang, H. Harada, Y. Koizumi, The effect of lattice misfit on the dislocation motion in superalloys during high-temperature low-stress creep, *Acta Mater.*, 53 (2005) 4623-4633.
- [70] T. Link, A. Ephishin, M. Klaus, U. Bruckner, A. Reznicek, $\langle 100 \rangle$ Dislocation in nickel-base superalloys: Formation and role in creep deformation, *Mat. Sci. Eng. A*, 405 (2005) 254-265.
- [71] Joy RP Djuansjah, Kisaragi Yashiro and Yoshihiro Tomita, Computational Study on misfit dislocation in Ni-based superalloys by quasicontinuum method, *Mater. Trans.*, 49 (2008) 2507-2514.
- [72] M. J. Donachie, S. J. Donachie, Structure-Property relationship, *Superalloys a technical guide*, ASM International (2003) 211-258.
- [73] M.Yu Gutkin, Misfit stress relaxation in composite nanoparticles, *Eng. Sci. J.*, (2012) 1-16.
- [74] Lawrence Whitmore, Harald Leitner, Erwin Povoden-Karadeniz, Rene Radis, Martin Stockinger, Transmisión electron microscopy of single and double aged 718Plus superalloy, *Mater. Sci. Eng. A*, 534 (2012) 413-423.
- [75] M.V. Nathal, R.A. Mackay and R. Garlick, Temperature dependance of γ - γ' lattice mismatch in nickel-base superalloys, *Mater. Sci. Eng.*, 75 (1985) 195-205.
- [76] Yann Danis, Corinne Arvieu, Eric Lacoste, Thiabaut Larrouy, Jean-Michel Quenisset, an invetigation on thermal, metallurgical and mechanical states in weld cracking of Inconel 738LC superalloy, *Mater. Des.*, 31 (2010) 402-416.
- [77] Sindo Kou, Precipitation-hardening materials II: Nickel-base alloys, *Welding Metallurgy*, Wiley-Interscience, Inc., Second Edition (2003) 375-391.

ANEXO A

Datos para selección y cálculo de parámetros de soldadura utilizados

De acuerdo al comportamiento observado por algunos investigadores [34,43] durante el proceso de aplicación de soldadura en aleaciones similares, es que se decidió utilizar los parámetros mostrados en la Tabla A.1. En esta misma tabla se presentan los parámetros utilizados por estos autores, y en base a los cuales indican que a menor velocidad de aplicación, menor calor de entrada (ecuación A.1), la formación de grietas disminuía considerablemente debido a que el gradiente térmico en la soldadura era menor y por ende los esfuerzos generados por este mismo fenómeno serían menores.

$$HI = (V \times I \times 60/S \times 1000) \dots \dots \dots (A.1)$$

donde (I) es la corriente, (V) el voltaje y (S) es la velocidad de aplicación de soldadura.

$$HI = (10 \times 25 \times 60 \times 10 / (45 \times 1000)) = 0.33 \text{ kJ/mm}$$

Tabla A.1.

Descripción	Parámetros del Proceso			Calor de entrada ^{A.1} , kJ/mm
	Corriente, I	Voltaje, V	Velocidad, mm/min	
UI^a	25	10	45	0.33
D. Y. Kim et. al	138	12	100	0.82
R. K. Sidhu et. al	60	10	76	0.47

^a=UI-Utilizados en investigación

ANEXO B

**Fotografías utilizadas para cálculo de Fv y
medición de tamaño de partícula en muestras
tratadas térmicamente a 1160 y 1140°C/4hr**

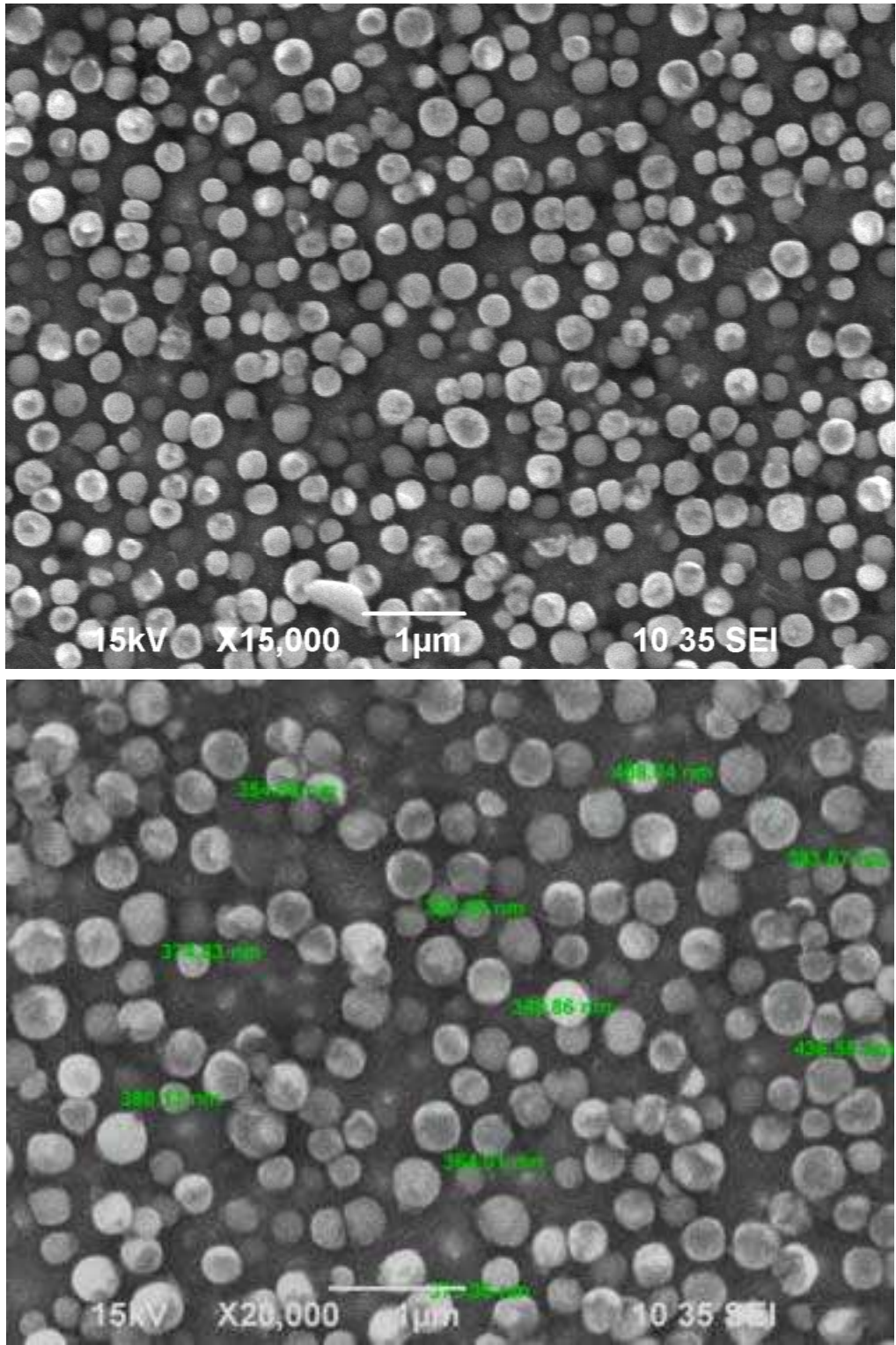


Figura B- 1. Micrografías correspondientes a precipitados en muestra H2.

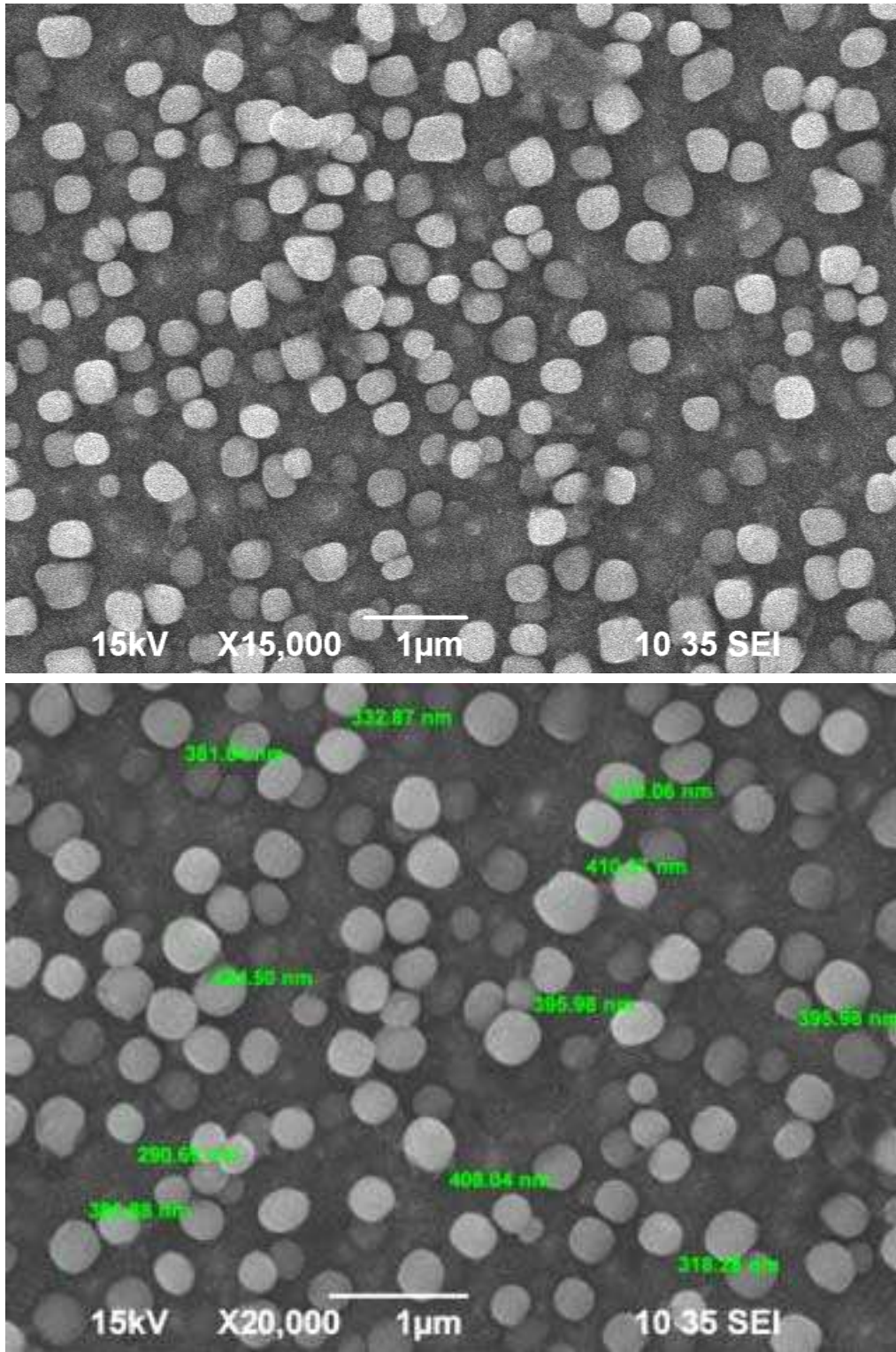


Figura B- 2 Micrografías correspondientes a precipitados en muestra H3.

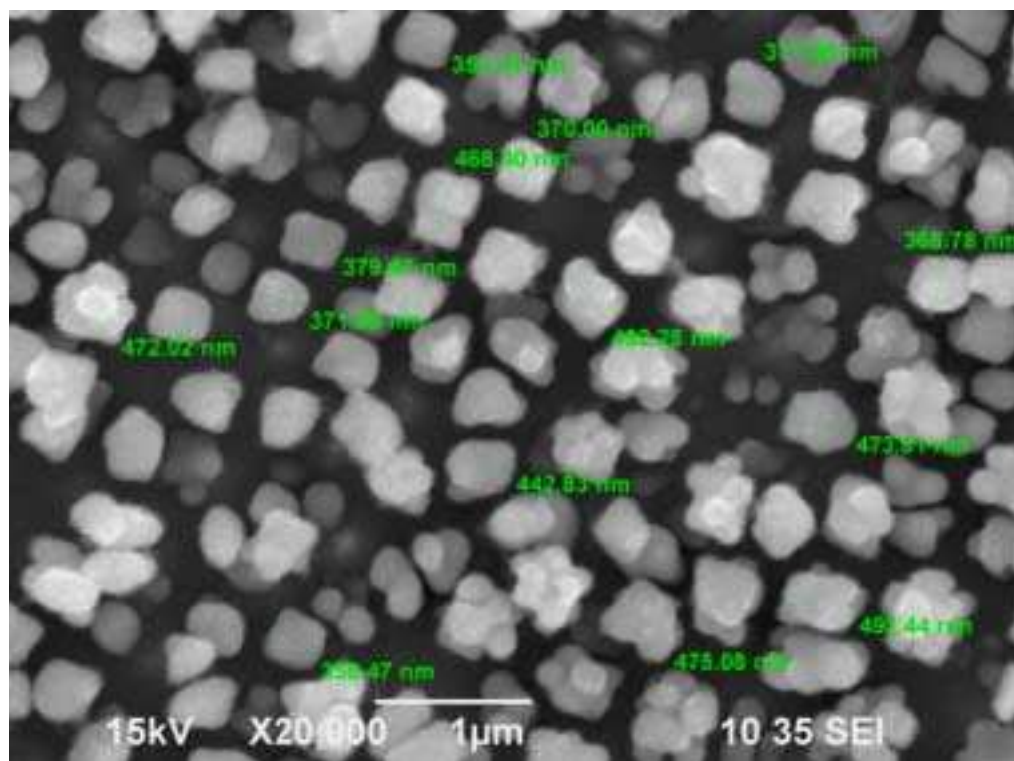
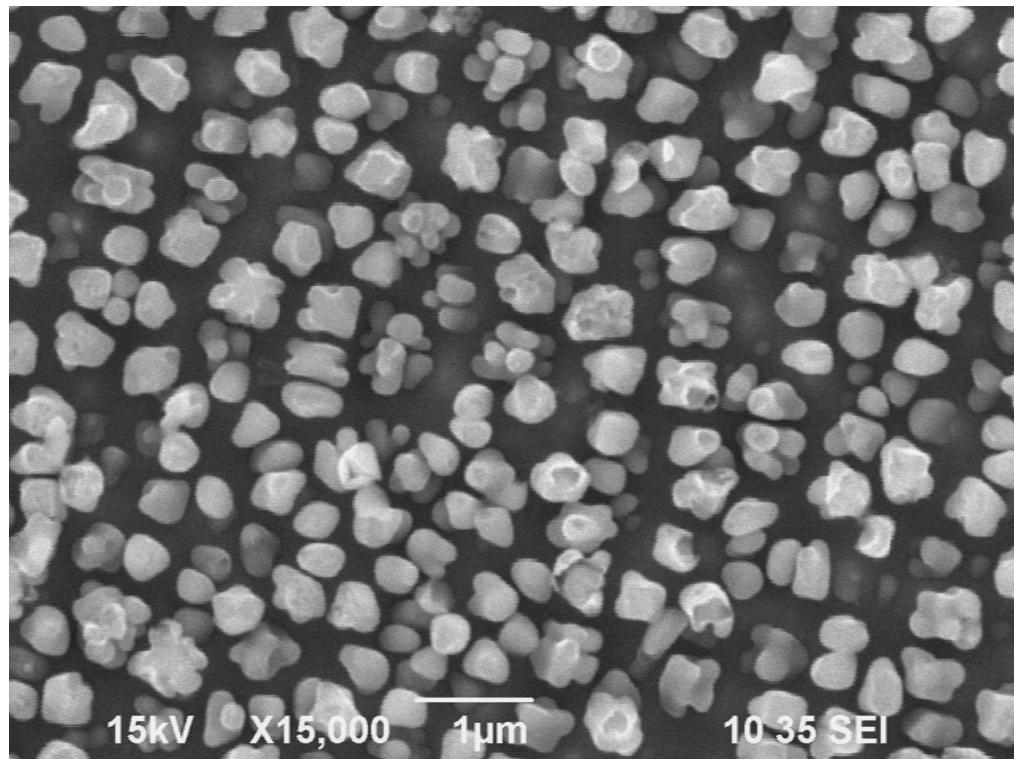


Figura B- 3 Micrografías correspondientes a precipitados en muestra H4.

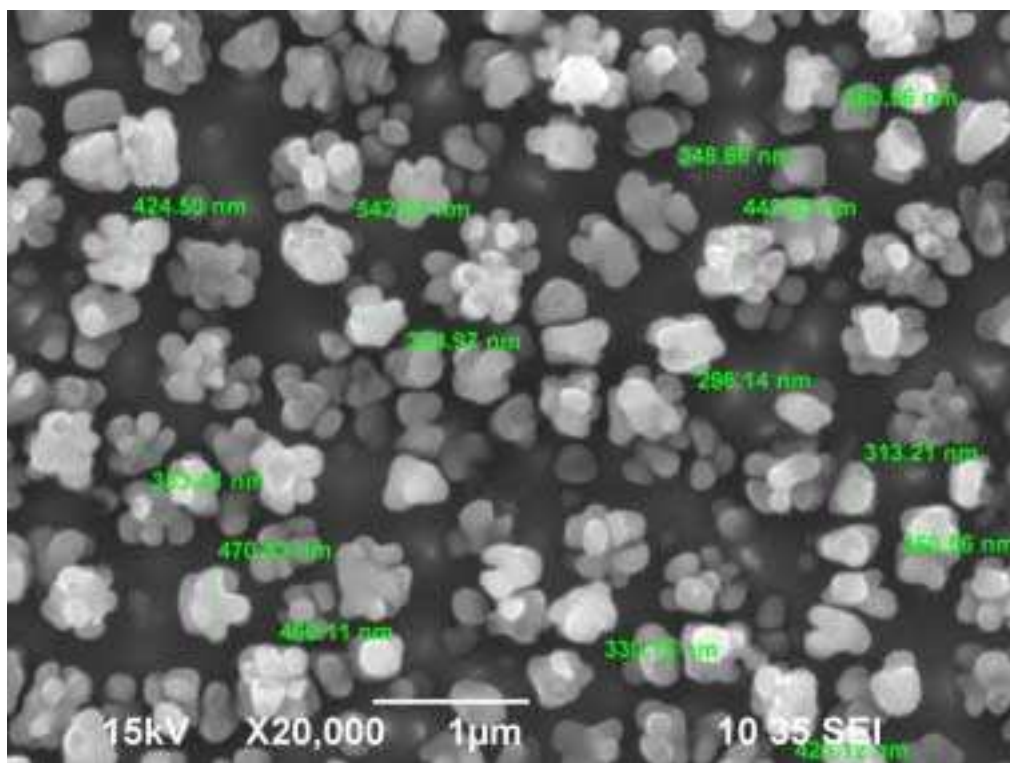
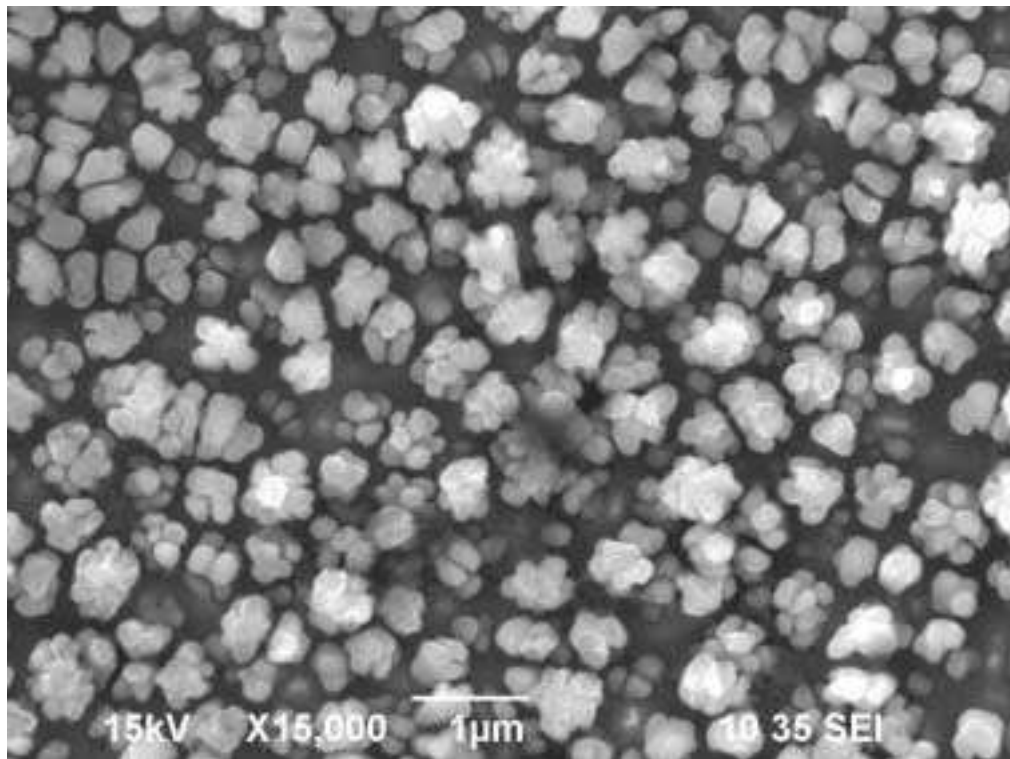


Figura B- 4 Micrografías correspondientes a precipitados en muestra H5.

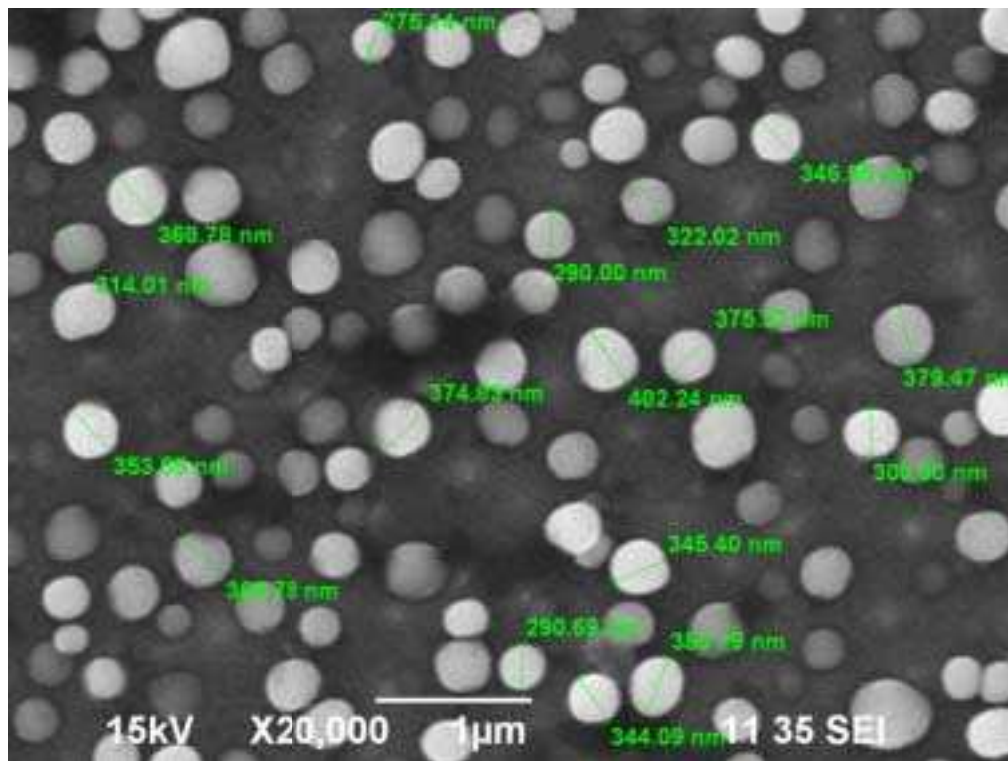
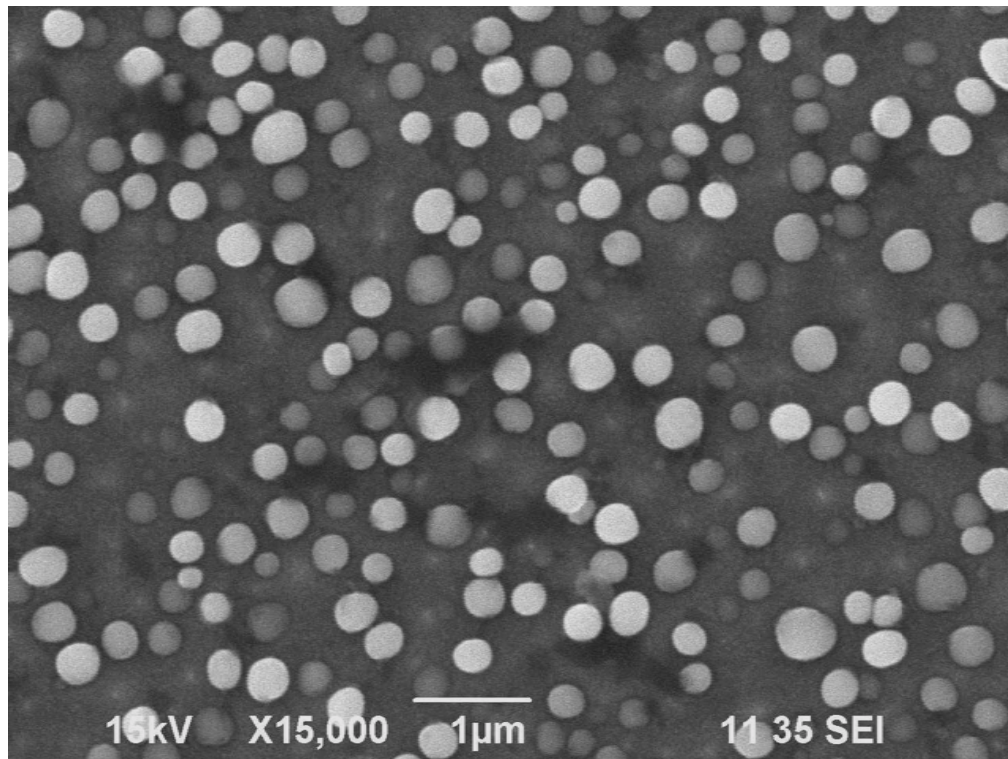


Figura B- 5 Micrografías correspondientes a precipitados en muestra H6.

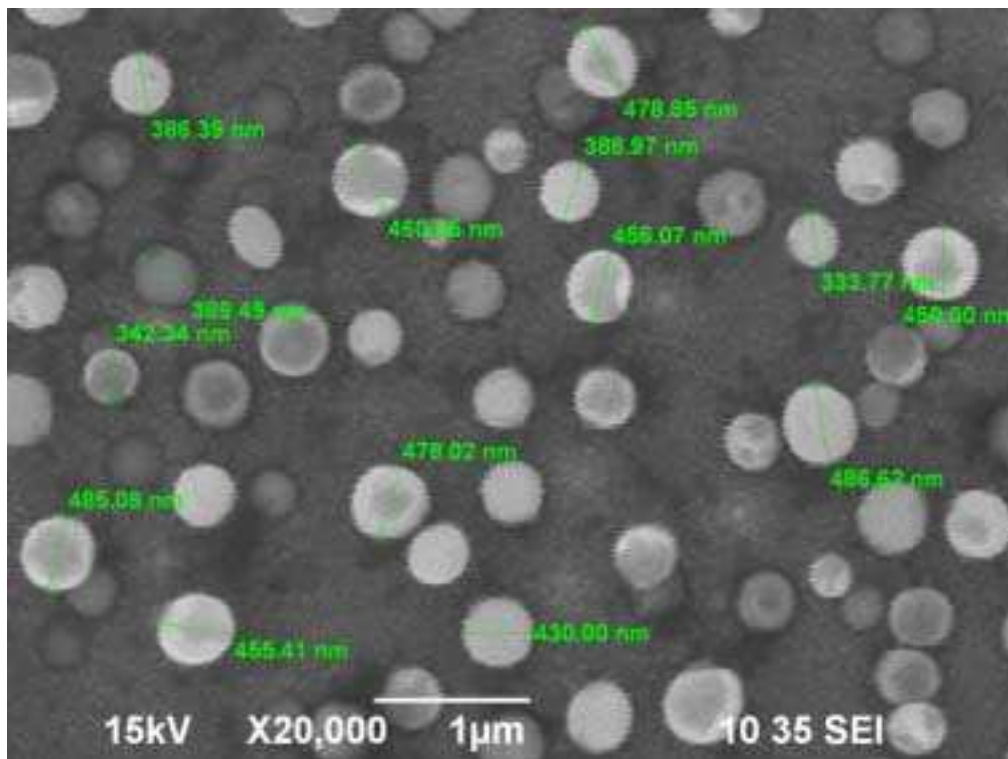
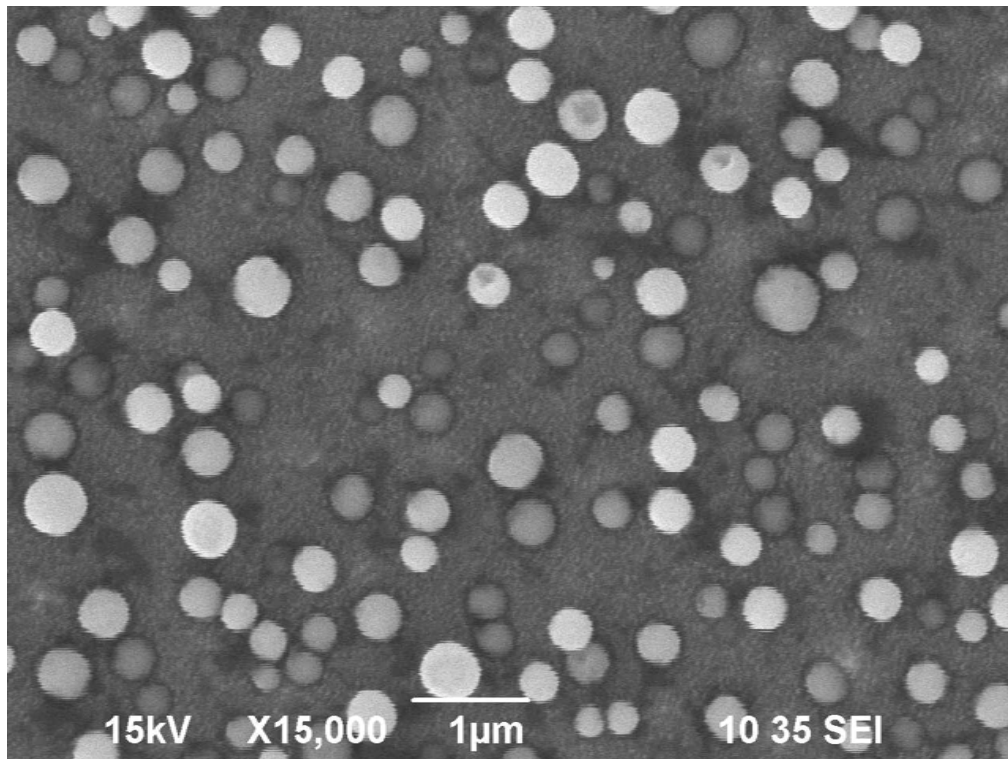


Figura B- 6 Micrografías correspondientes a precipitados en muestra H7.

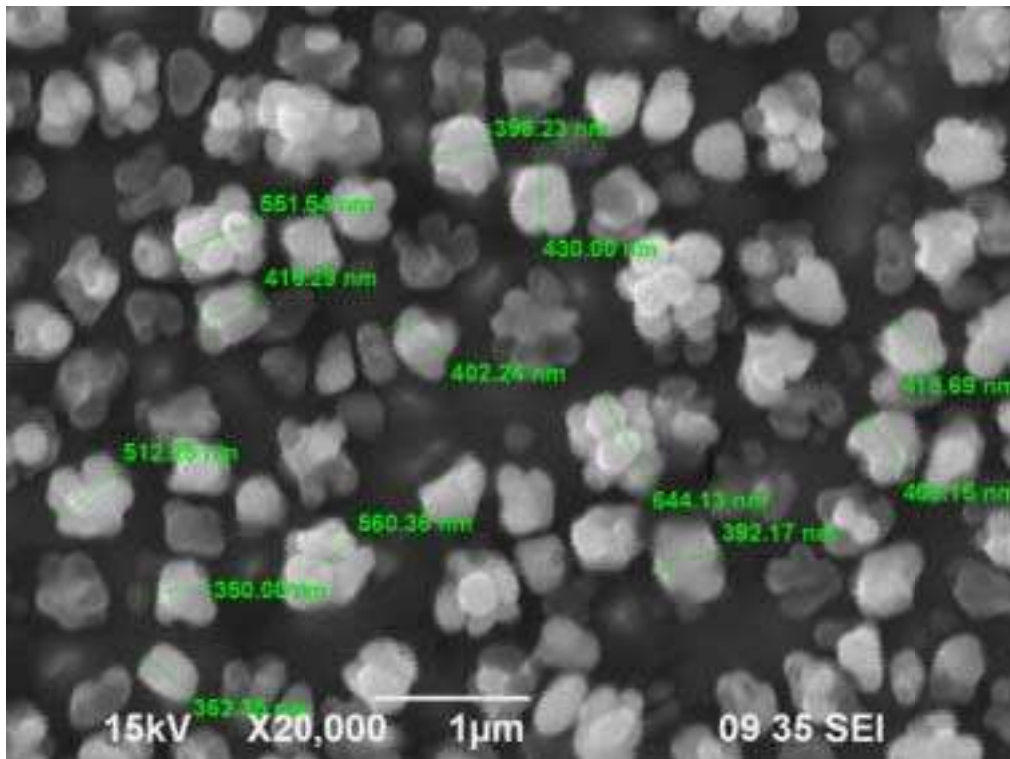
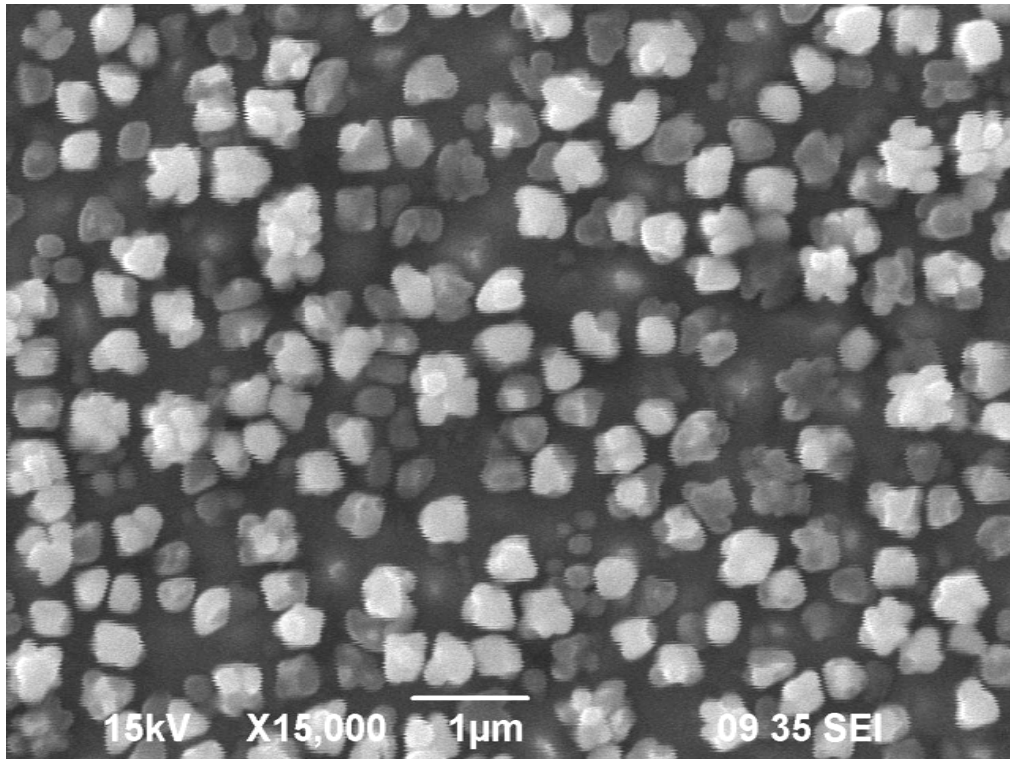


Figura B- 7 Micrografías correspondientes a precipitados en muestra H8.

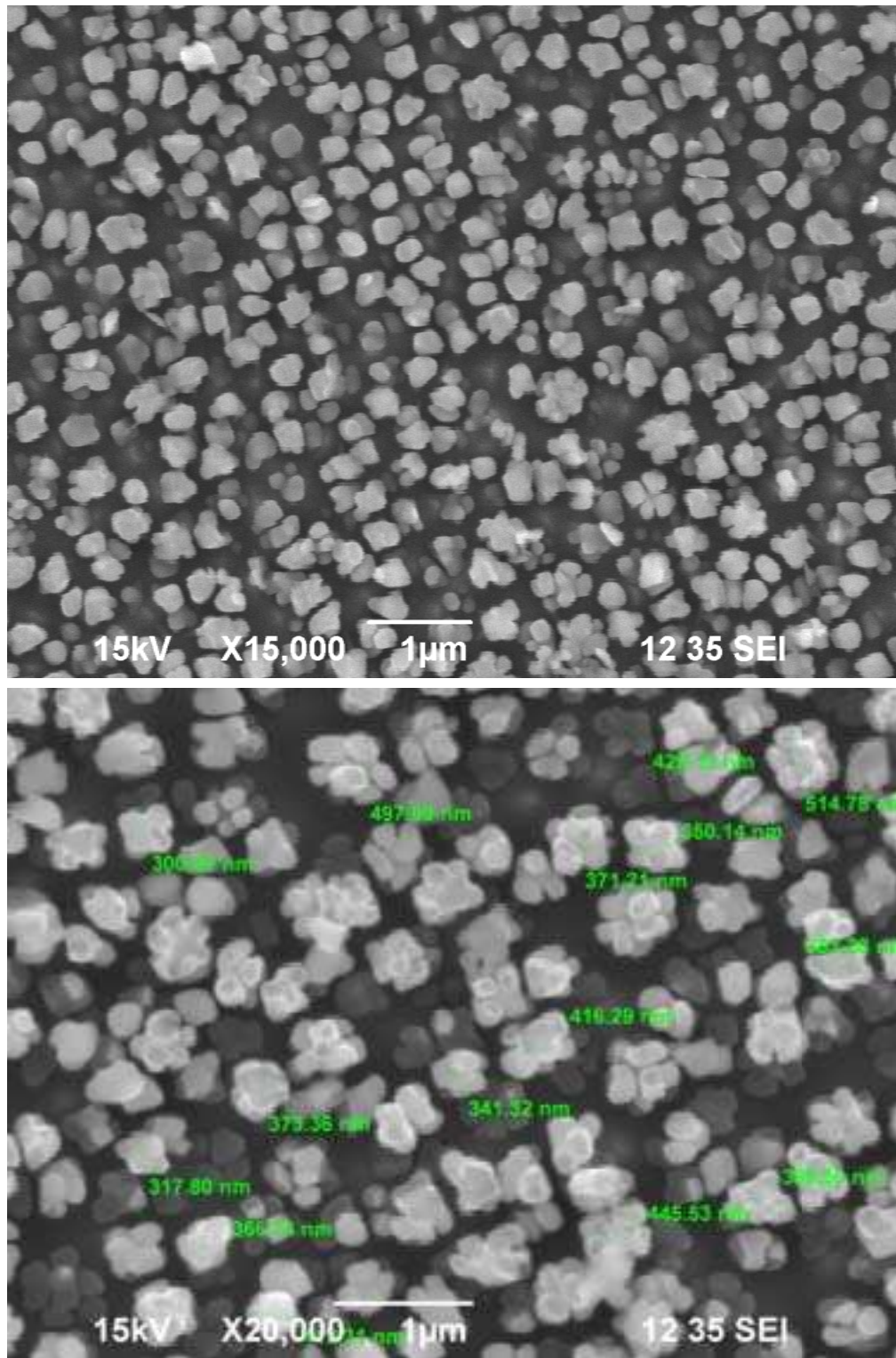


Figura B- 8 Micrografías correspondientes a precipitados en muestra H9.

ANEXO C

Fotografías HRTEM y patrones FFT utilizadas para cálculo de parámetros de red (a)

Los parámetros de red fueron obtenidos utilizando C.1:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \rightarrow a = d(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \dots \dots \dots (C.1)$$

donde h,k,l son los índices de Miller, los cuales se obtuvieron a partir de los patrones de difracción recíprocos (FFT) generados a partir de diversas imágenes HRTEM correspondientes a las fases γ y γ' . Estos se obtuvieron mediante la medición de las distancias interplanares y cartas de difracción correspondientes a ambas fases donde en base a la distancia medida esta corresponde a cierto plano tal y como se muestra en las fotografías siguientes.

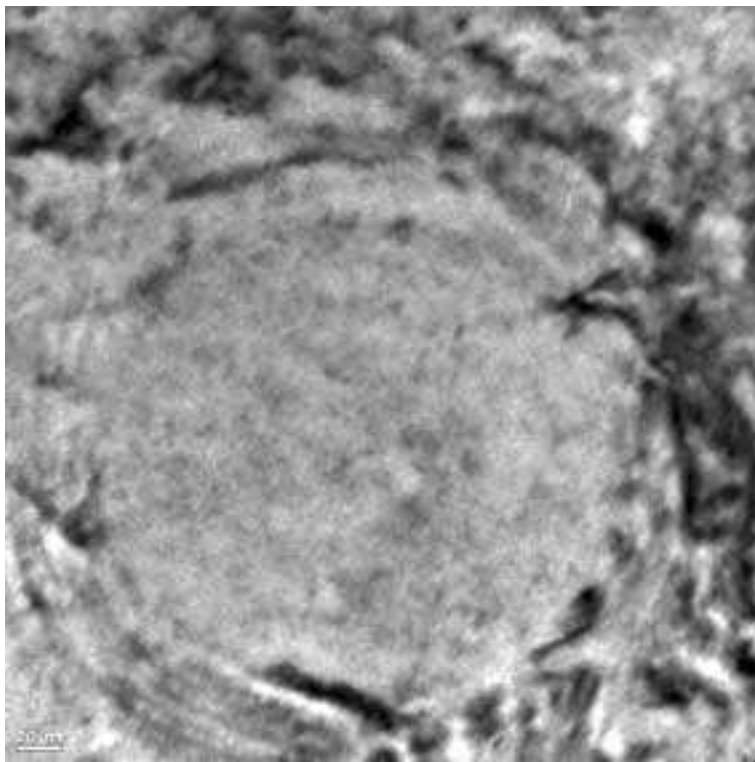
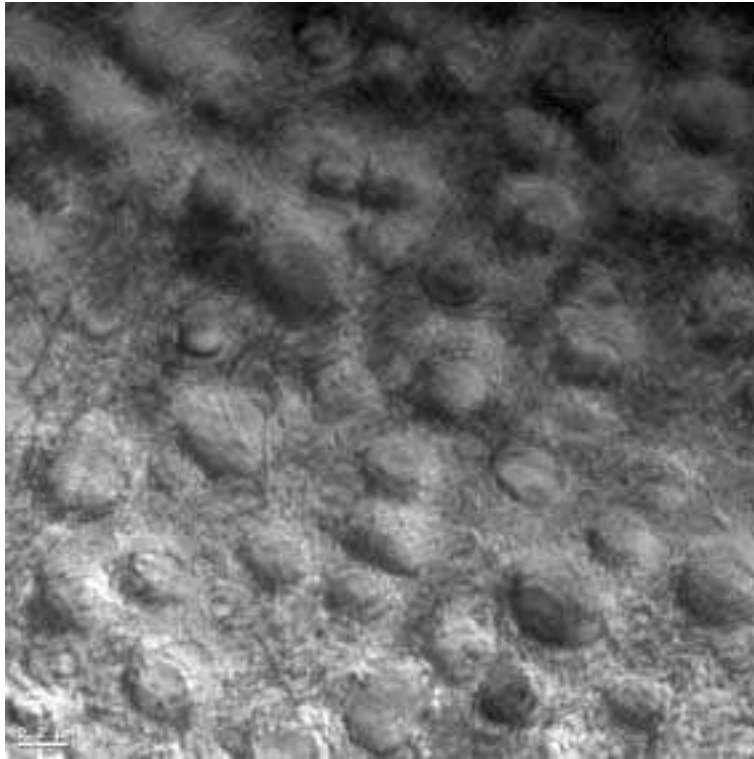


Figura C- 1 Micrografías vía TEM de precipitados γ' esféricos observados en MB.

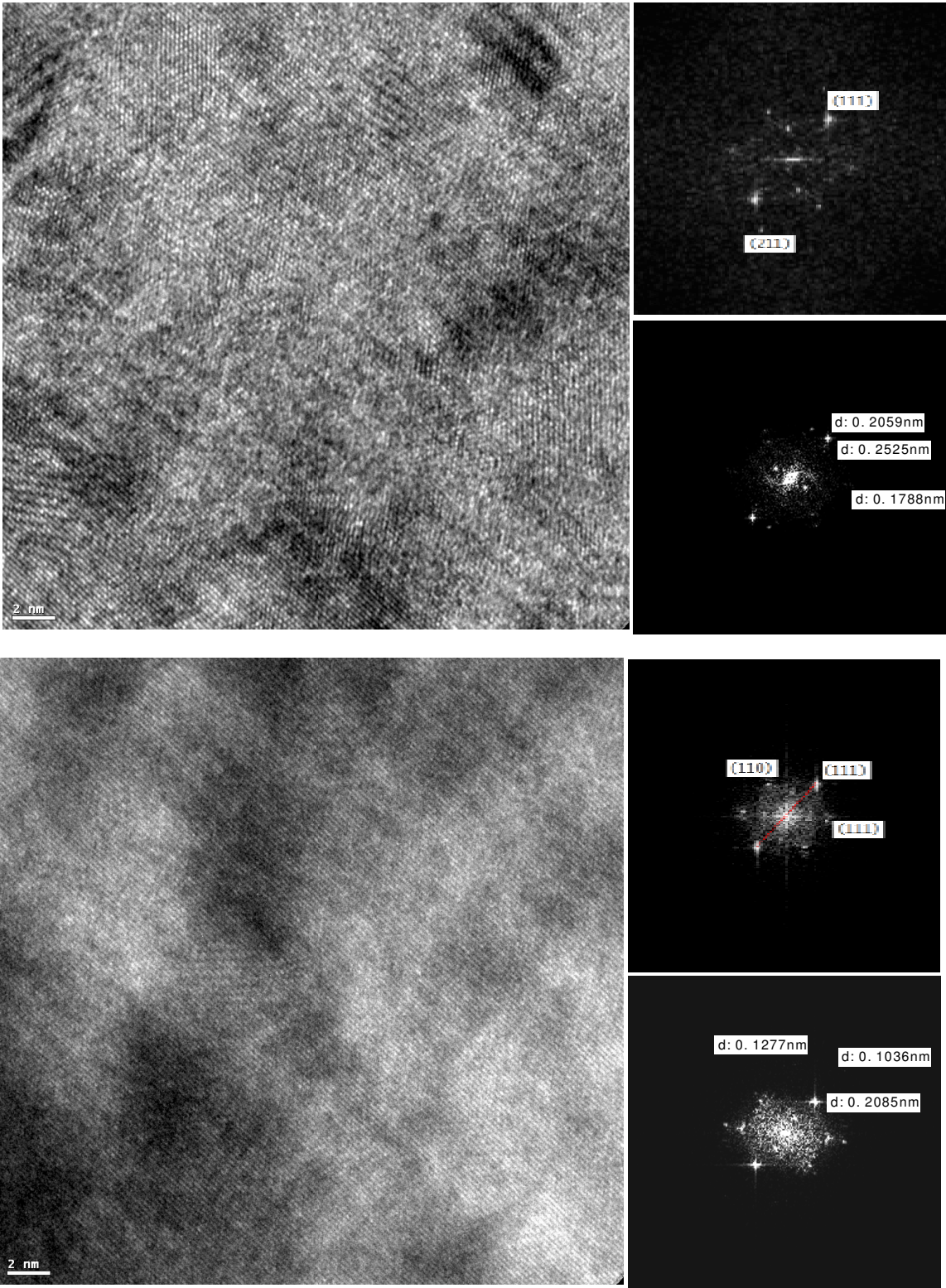


Figura C- 2 Micrografías HRTEM de fases γ y γ' esféricas en MB así como sus respectivos patrones FFT.

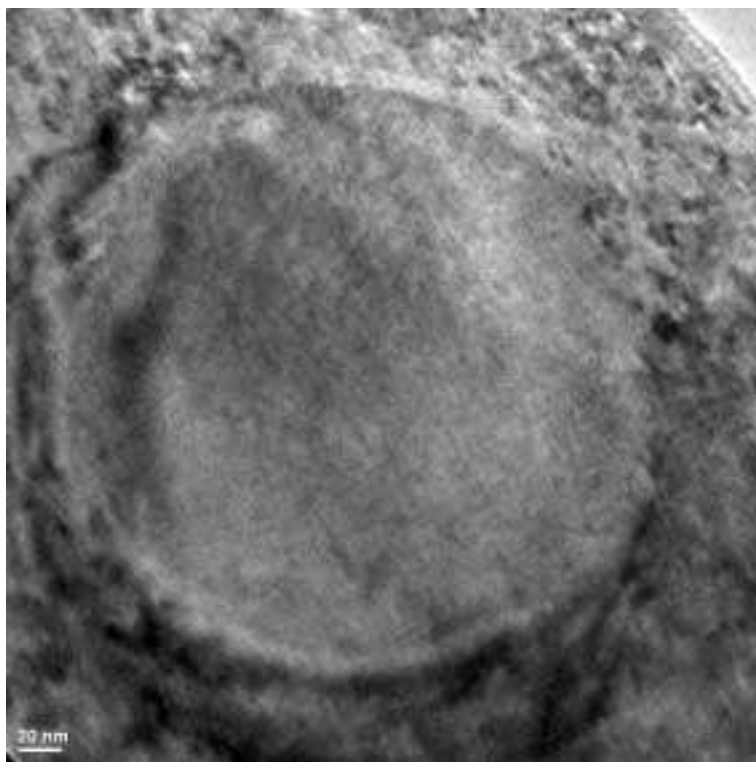
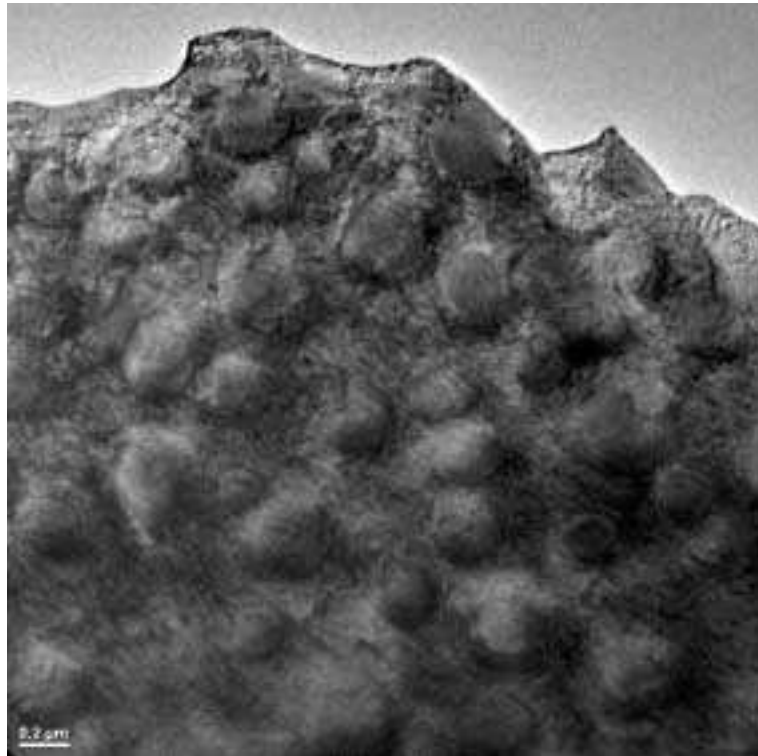


Figura C- 3 Micrografías vía TEM de precipitados γ' esféricos observados en ZAC.

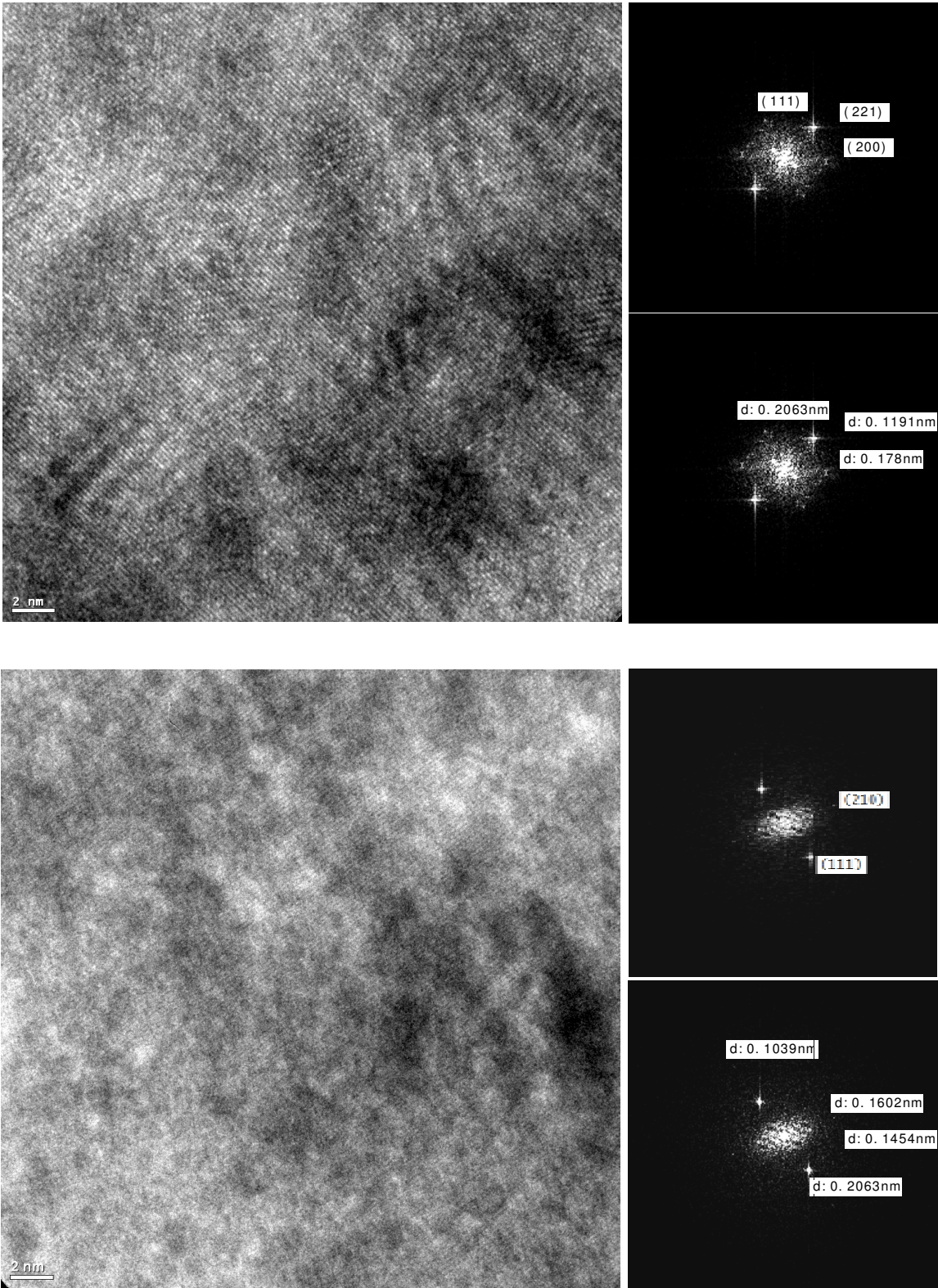


Figura C- 4 Micrografías HRTEM de fases γ y γ' esféricas en ZAC así como sus respectivos patrones FFT.

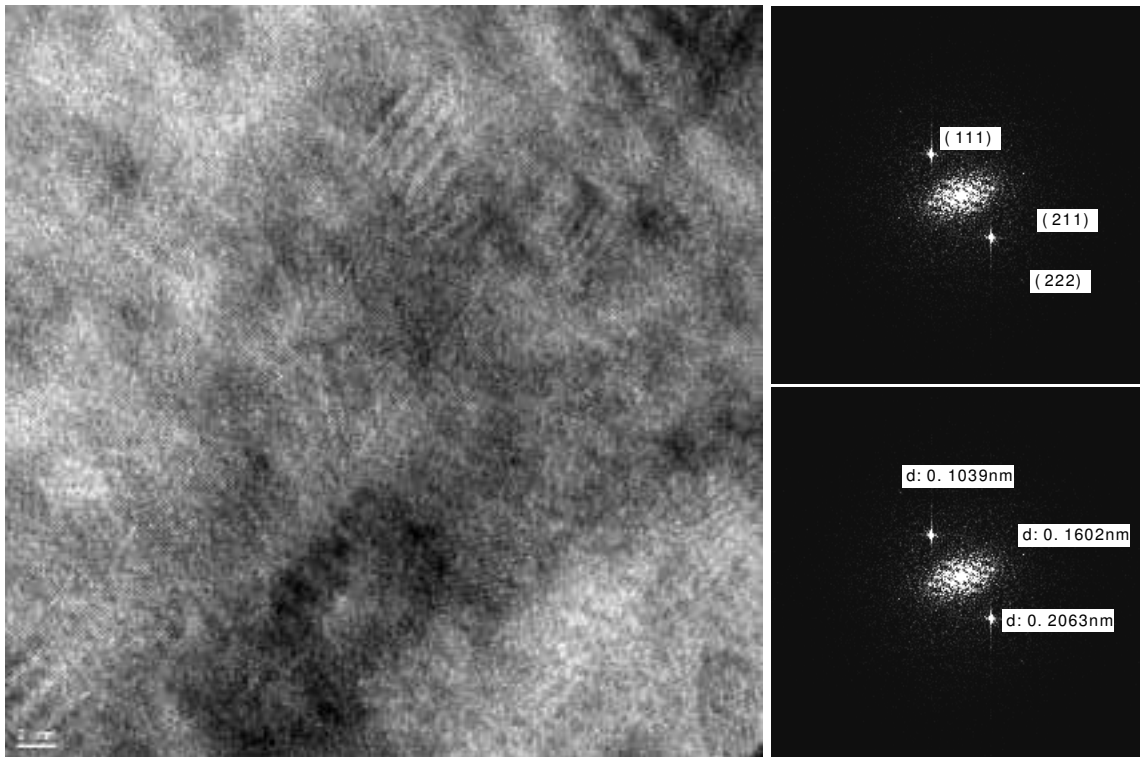
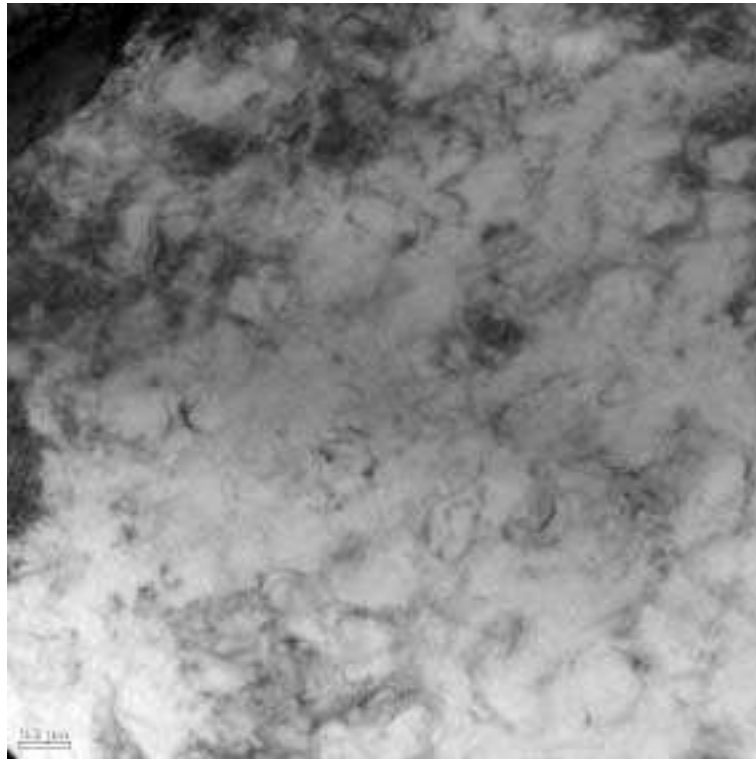


Figura C- 5 Micrografías vía TEM de precipitados γ' irregulares observados en MB, así como imagen HRTEM y patrón FFT correspondientes a fase γ' .

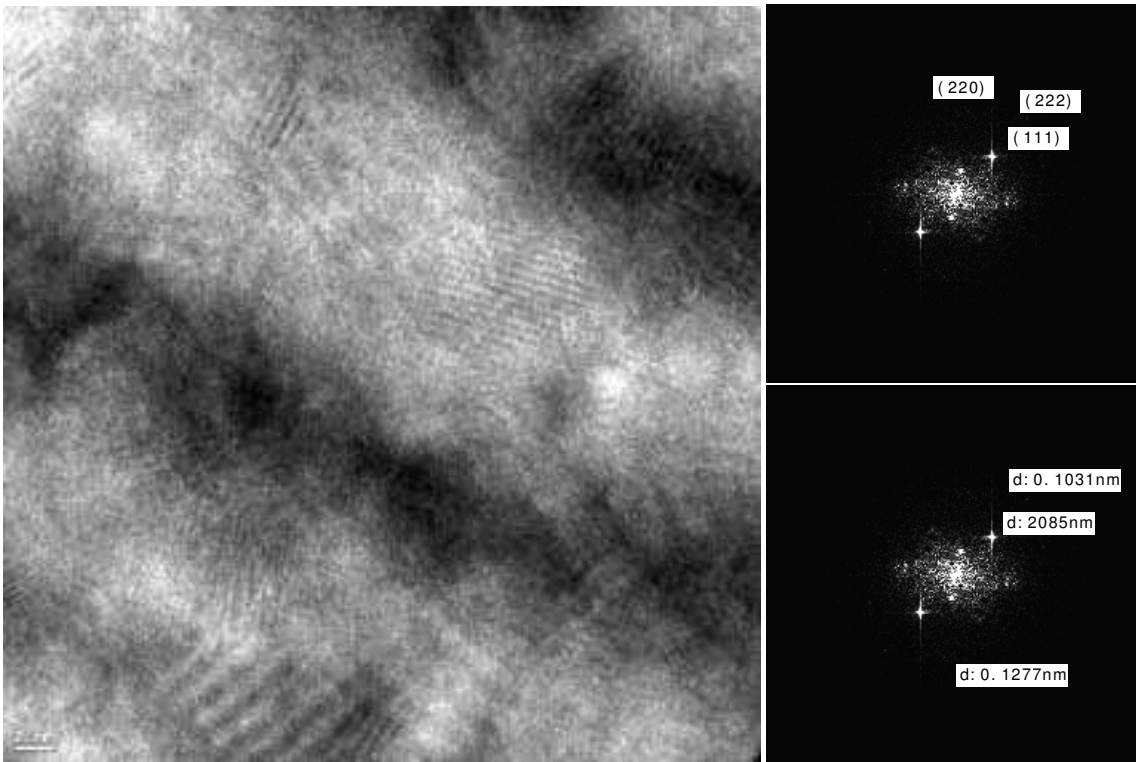
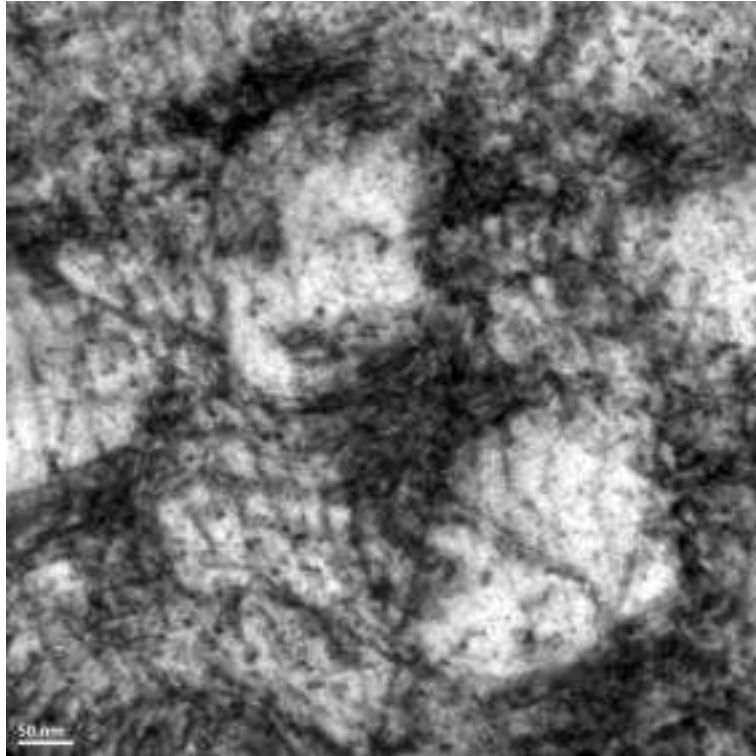


Figura C- 6 Micrografías vía TEM de precipitados γ' irregulares observados en ZAC, así como imagen HRTEM y patrón FFT correspondientes a fase γ' .

ANEXO D

Datos para caculo de parámetro de red (a), desajuste (% δ) y deformación coherente (% ϵ)

Los parámetros de red fueron indexados de algunas de las fotografías de imágenes HRTEM así como patrones FFT, incluidos en el texto en la sección de medición de desajuste de red, así como de algunas otras incluidas en el Anexo C.

Muestras (morfología de precipitados)		Parámetro de red (a)		Desajuste		Deformación coherente (ϵ)
		γ	γ'	$\delta = \frac{2(a' - a)}{(a' + a)}$	% δ	$\epsilon = (2/3)\delta$
Esféricos	MB	0.3571	0.3573	0.000423	0.0423	0.028
		0.3588	0.3594	0.00167	0.167	0.111
	ZAC	0.3594	0.3588	-0.001670	-0.1670	-0.111
		0.3571	0.3570	-0.000167	-0.0167	-0.011
Irregulares	MB	0.3604	0.3583	-0.005843	-0.5843	-0.389
		0.3588	0.3570	-0.004806	-0.4806	-0.32
	ZAC	0.3611	0.3576	-0.009989	-0.9989	-0.665
		0.3611	0.3560	-0.010607	-1.0607	-0.707

RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

M.C. Marco Aurelio González Albarrán

Candidato al Grado de Doctor en Ingeniería de Materiales

Nacido en el Estado de México, municipio de Villa Guerrero, realizó estudios de Ingeniería en el Instituto tecnológico de Morelia en el periodo (1995-2000), posteriormente de Enero a junio del 2001 laboro en Corporación Mexicana de Investigación en Materiales, S.A. de C.V. (COMIMSA) sede Saltillo como analista de fallas, de Agosto del 2001 a Diciembre del 2003 realizo sus estudios de Maestría en el Centro de Investigación y Estudios Avanzados (CINVESTAV), sede Saltillo en el área de Metalurgia. De agosto del 2004 a la fecha ha laborado en el departamento de análisis de fallas en COMIMSA llevando a cabo estudios de análisis de fallas en diversos componentes así como materiales, principalmente en componentes de turbo maquinaria, lo cual lo llevo a iniciar con sus estudios de doctorado en la Universidad Autónoma de nuevo León, en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica en el área de Ingeniería de Materiales (2009-2011).

Publicaciones en revistas indexadas:

- David Villegas Hernández*, Alfredo Flores Valdés, Marco A. González Albarrán, Jose C. Escobedo Bocardo, A kinetic study of the Magnesium removal from aluminum using SF₆ gaseous mixtures, Light Metals (TMS), (2004) 799-804.
- M.A. González*, D.I. Martínez, A. Pérez and A. Garza, Aging Effect on the Microstructure of the Superalloy Inconel 939, Mater. Res. Soc. Symp. Proc., 1275 (2010) p.1-10.
- M.A. González*, D. I. Martínez, A. Pérez, H. Guajardo. Microstructural rejuvenation through non-conventional heat treatments of an Inconel 939 superalloy. Mater. Res. Soc. Symp. Proc., 1372 (2012) p. 114-121.

- M. A. González*, D. I. Martínez, A. Pérez, H. Guajardo, A. Garza, Microstructural response to heat affected zone cracking of prewelding heat-treated Inconel 939 superalloy, Mater. Char., 62 (2011) p.1116-1123
- M.A. González*, D.I. Martínez, C.T. Saucedo, I. Guzmán and J.C. Díaz, Characterization of the microstructural degradation of Platinum modified aluminide coating, Forum of Science J.,(2012).
- M.A. González*, D.I. Martínez, C.T. Saucedo, I. Guzmán and J.M. Rodríguez, Microstructural evolution of Pt- aluminide coating influenced by cycle oxidation service conditions, Eng. Fail. Anal., (2012).

Artículos en revision:

- M. A. González*, D. I. Martínez, E. Díaz, J.C. Díaz, I. Guzman, E. Saucedo and A. Ma. Guzman, Study of the effect of precipitate morphology and coherency loss in the HAZ cracking of a TIG welded Inconel 939 superalloy, Mat. Sci. Eng. A.