



Instituto Politécnico Nacional

Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias
Extractivas

Departamento de Ingeniería en Metalurgia y Materiales

**Análisis del Diseño de los
Tratamientos Térmicos Aplicados a la
Superaleación Inconel IN-718
Utilizando el Programa de Simulación
Numérica Thermo-Calc**

Tesis

Que para obtener el título de
Ingeniero en Metalurgia y Materiales

Presenta

Erick Habid Romero Sánchez

Asesores

**Víctor Manuel López Hirata
Maribel Leticia Saucedo Muñoz**



Ciudad de México. Agosto 2018

SEP

SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA



Instituto Politécnico Nacional



Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas
DEPARTAMENTO DE EVALUACIÓN Y SEGUIMIENTO ACADÉMICO

70 Aniversario de la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas
40 Aniversario del CECyT 15 Diódoro Antúnez Echegaray
30 Aniversario del Centro de Innovación y Desarrollo Tecnológico en Computo
25 Aniversario de la Escuela Superior de Cómputo

T-064-18

Ciudad de México, a 20 de junio de 2018.

Al C. Pasante:
ERICK HABID ROMERO SÁNCHEZ

Boleta:
2013321239

Carrera:
IMM

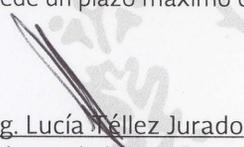
Generación:
2013-2017

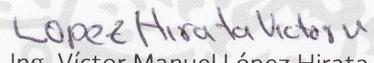
Mediante el presente se hace de su conocimiento que la Subdirección Académica a través de este Departamento autoriza que el C. **Ing. Víctor Manuel López Hirata** y la C. **Ing. Maribel Leticia Saucedo Muñoz**, sean asesores en el tema que propone usted desarrollar como prueba escrita en la opción **Tesis Individual**, con el título y contenido siguiente:

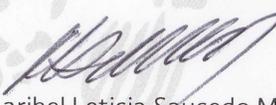
“Análisis del diseño de los tratamientos térmicos aplicados a la superaleación Inconel IN-718 utilizado en el programa de simulación numérica Thermo-Clac”

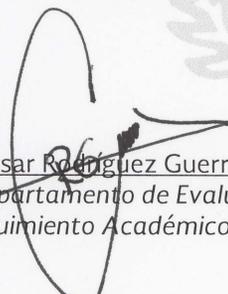
Resumen.
Introducción.
I.- Objetivo.
II.- Metodología experimental.
III.- Resultados y discusión.
Conclusiones.
Referencias.

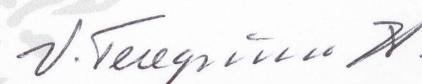
Se concede un plazo máximo de un año, a partir de esta fecha, para presentarlo a revisión por el Jurado asignado.


Ing. Lucía Méñez Jurado
Presidenta de la Academia de
Metalurgia física


Ing. Víctor Manuel López Hirata
Director
Ced. Prof. 762196


Ing. Maribel Leticia Saucedo Muñoz
Director
Ced. Prof. 1411134


Ing. César Rodríguez Guerrero
Jefe del Departamento de Evaluación y
Seguimiento Académico.


Ing. Víctor Manuel Feregrino Hernández
Subdirector Académico

SEP

SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA



Instituto Politécnico Nacional



Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas
Departamento de Evaluación y Seguimiento Académico

70 Aniversario de la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas
40 Aniversario del CECyT 15 Diódoro Antúnez Echegaray
30 Aniversario del Centro de Innovación y Desarrollo Tecnológico en Computo
25 Aniversario de la Escuela Superior de Cómputo

T-064-18

Ciudad de México, a 02 julio de 2018.

Al C. Pasante:

ERICK HABID ROMERO SÁNCHEZ
PRESENTE

Boleta:
2013321239

Carrera:
IMM

Generación:
2013-2017

Los suscritos tenemos el agrado de informar a usted, que habiendo procedido a revisar el borrador de la modalidad de titulación correspondiente denominado:

“Análisis del diseño de los tratamientos térmicos aplicados a la superaleación Inconel IN-718 utilizado en el programa de simulación numérica Thermo-Clac”

encontramos que el citado Trabajo escrito de **Tesis Individual**, reúne los requisitos para autorizar el Examen Profesional y **PROCEDER A SU IMPRESIÓN** según el caso, debiendo tomar en consideración las indicaciones y correcciones que al respecto se le hicieron.

Atentamente
JURADO

Lopez Hirata Victor
Ing. Víctor Manuel López Hirata
Presidente

Maribel Leticia Saucedo Muñoz
Ing. Maribel Leticia Saucedo Muñoz
Secretario

Héctor Javier Dorantes Rosales
Dr. Héctor Javier Dorantes Rosales
1er. Vocal

M. en C. Lucía Graciela Díaz Barriga Arceo
M. en C. Lucía Graciela Díaz Barriga Arceo
2º Vocal

Sergio Javier García Núñez
Ing. Sergio Javier García Núñez
3er. Vocal



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E
INDUSTRIAS EXTRACTIVAS



CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad México del día **02** del mes de **julio** del año **2018**, el/la que suscribe: **Erick Habid Romero Sánchez** estudiante del Programa de: **Ingeniería en Metalurgia y Materiales** con número de Boleta: **2013321239**, manifiesta que es autor/a intelectual del presente trabajo escrito, por la opción: **Tesis Individual** bajo la dirección del profesor/a **Ing. Víctor Manuel López Hirata** y la **Ing. Maribel Leticia Saucedo Muñoz** ceden los derechos del trabajo intitulado **Análisis del diseño de los tratamientos térmicos aplicados a la superaleación Inconel IN-718 utilizado en el programa de simulación numérica Thermo-Clac**, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección de correo electrónico **ehrs-bars@hotmail.com** Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Atentamente

Erick Habid Romero Sanchez

Nombre y Firma del/la estudiante

Maribel Leticia Saucedo Muñoz

Nombre y Firma del profesor/a

Lopez Hirata Victor M.

Nombre y Firma del profesor/a

Agradecimientos

La vida es hermosa, y una de las principales características de esta es que la podemos compartir y disfrutar con quienes amamos, podemos ayudar y guiar a muchas personas si ellas lo permiten, pero también podemos ser ayudados y guiados durante nuestra vida; por esto mismo, mediante estos agradecimientos de tesis, quiero exaltar la labor de todos mis familiares, amigos, y a todos aquellos que estuvieron presentes durante toda o la mayor parte de la realización y el desarrollo de esta tesis, gracias a aquellos que con respeto y decencia realizaron aportes a esta, gracias a todos.

Al Instituto Politécnico Nacional, a la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas y al Departamento de Ingeniería en Metalurgia y Materiales. Por darme una identidad como Politécnico y Metalúrgico, de la cual estoy orgulloso

A mi familia por apoyarme en cada decisión y proyecto, gracias a la vida porque cada día me demuestra lo hermosa que es la vida y lo justa que puede llegar a ser; gracias a mi familia por permitirme cumplir con excelencia en el desarrollo de esta tesis. Gracias por creer en mí.

A mis padres por ser los principales promotores de mis sueños, gracias a ellos por cada día confiar y creer en mí y en mis expectativas, gracias a mi madre por estar dispuesta a acompañarme cada larga y agotadora noche de estudio, agotadoras noches en las que su compañía y la llegada de sus cafés era para mí como agua en el desierto; gracias a mi padre por siempre desear y anhelar siempre lo mejor para mi vida, gracias por cada consejo y por cada una de sus palabras que me guiaron durante mi vida.

A mis asesores, el Dr. Víctor Manuel López Hirata y a la Dra. Maribel Leticia Saucedo Muñoz, que con su incansable guía hicieron posible este trabajo y hacerlo cada vez más completo con cada observación, por llenar mis dudas con entendimiento y siempre encontrar tiempo para escucharlas.

A la Dra. Lucía Graciela Días Barriga Arceo, al Dr. Héctor Javier Dorantes Rosales y al M. en C. Sergio Javier García Núñez, por tomarse el tiempo para leer y revisar este trabajo, a fin de mejorarlo.

El desarrollo de esta tesis no lo puedo catalogar como algo fácil, pero lo que sí puedo hacer, es afirmar que durante todo este tiempo pude disfrutar de cada momento, que cada investigación, proceso, y proyectos que se realizaron dentro de esta, lo disfruté mucho, y no fue porque simplemente me dispuse a que así fuera, fue porque mis amigos siempre estuvieron ahí, fue porque la vida misma me demostró que de las cosas y actos que yo realicé, serán los mismos que harán conmigo.

Gracias a la vida por este nuevo triunfo, gracias a todas las personas que me apoyaron y creyeron en la realización de esta tesis.

E. H. R. S.

Dedicatoria

Siempre me he sentido maravillado por la linda familia que tengo, se han preocupado de mi desde el momento en que llegue a este mundo, me han formado para saber cómo luchar y salir victorioso ante las diversas adversidades de la vida. Muchos años después, sus enseñanzas no cesan, y aquí estoy, con un nuevo logro exitosamente conseguido, mi proyecto de tesis.

Quiero agradecerles por todo, no me alcanzan las palabras para expresar el orgullo y lo bien que me siento por tener una familia tan asombrosa.

Contenido

Resumen	I
Lista de figuras	II
Lista de tablas	IV
Introducción	1
1 Antecedentes Teóricos.....	3
1.1 Las superaleaciones.....	3
1.2 Aleaciones base cobalto.....	5
1.3 Aleaciones base titanio	6
1.4 Aleaciones base níquel	6
1.4.1 Fabricación de superaleaciones de níquel	9
1.4.2 Operaciones de tratamiento térmico.....	10
1.5 Inconel IN-718	12
1.5.1 Tratamiento térmico de Inconel 718	12
1.5.2 Fases principales presentes en la aleación.....	14
1.6 Simulación numérica.....	16
1.6.1 Thermo-Calc.....	16
1.6.2 TC-DICTRA.....	17
2 Metodología Numérica.....	19
2.1 Simulación en Thermo-Calc.....	19
2.2 Simulación en TC-PRISMA	20
2.3 Simulación en TC-DICTRA	21
3 Metodología experimental	22
3.1 Caracterización Microestructural	23
3.1.1 Preparación metalográfica.....	23
3.1.2 Microscopia Óptica	25
3.1.3 Microscopia electrónica de barrido	25
3.1.4 Difracción de rayos X	26

3.1.5	Caracterización mecánica por microdureza Vickers	26
4	Resultados y Discusión.....	27
4.1	Programa de simulación numérica Thermo-Calc.....	27
4.1.1	Descripción de las fases de equilibrio según Thermo-Calc.....	27
4.1.2	Descripción de las fases de no equilibrio según Thermo-Calc.....	29
4.2	Diagrama TTP calculado por TC- PRISMA	31
4.3	Diseño del tratamiento térmico de homogeneización por Thermo-Calc	32
4.4	Caracterización microestructural del Inconel IN-718	33
4.4.1	Microscopía óptica	33
4.4.2	Microscopía electrónica de barrido	34
4.4.3	Caracterización por DRX del Inconel IN-718.....	38
4.5	Caracterización mecánica del Inconel IN-718	39
4.6	Comparación de resultados calculados y experimentales.....	42
	Conclusiones.....	43
	Referencias	44

Resumen

En el presente trabajo se analizó el diseño de los tratamientos térmicos que se aplican industrialmente a la superaleación Inconel IN-718. El tratamiento de homogeneizado se realiza a 1070°C por 5 h, el solubilizado a 1080°C por 3 h y el envejecido a 600°C por 8 h. Con el programa de simulación numérica Thermo-Calc se calcularon los diagramas de punto simple, Scheil, pseudobinario del sistema Ni-Cr y un diagrama de cantidad de todas las fases. Las fases encontradas fueron γ , γ' , γ'' , (Nb,Ti)C, TiB₂, (Mo,Cr)B, σ y μ , las cuales concuerdan con lo obtenido por la caracterización microestructural por Microscopía Óptica, Microscopía Electrónica de Barrido y Difracción de Rayos X. Es importante señalar que no se observaron los precipitados de γ' formados durante el envejecido debido a su tamaño y la baja fracción volumétrica que presentan. El diagrama Tiempo-Temperatura-Precipitación se calculó para la fase γ' . El tiempo de homogeneización de la superaleación se calculó con el programa TC-DICTRA y los resultados indican que una homogeneización a 1070 °C por 200h permite uniformizar la composición química de la superaleación. La caracterización mecánica se realizó midiendo microdurezas en la matriz, precipitados y de manera al azar de las cuatro muestras. Los resultados de la caracterización mecánica mostraron que la dureza disminuye en el caso de la superaleación homogeneizada lo que sugiere una mayor homogeneidad química y aumenta considerablemente en la superaleación envejecida. Con lo anterior, queda comprobado que los programas de simulación numérica son una excelente herramienta que ayuda a reducir costos de experimentación y al estudio de las transformaciones de fase que ocurren dentro de una aleación durante su tratamiento térmico.

Lista de figuras

Figura	Descripción	Pág.
1.	Elementos empleados en superaleaciones [7].....	4
2.	En el diagrama de fases binario Ni-Cr. Tenga en cuenta que la extrapolación del líquido + la región BCC de 2 fases hasta la región de Ni puro da una transformación metaestable de líquido a BCC a la temperatura de 700 C [12].	8
3.	Diagrama de transformación de Inconel IN-718 fundido.....	11
4.	Interacción de los módulos de Thermo-Calc.....	17
5.	Interacción de los módulos de TC-Dictra.....	18
6.	Metodología para el programa de simulación numérica Thermo-Calc.	19
7.	Metodología para el programa de simulación numérica TC-Prisma.	20
8.	Metodología para el programa de simulación numérica TC-Prisma.	21
9.	Diagrama de Flujo del Desarrollo Experimental.	22
10.	Pulidora marca Struers modelo labopol-5.	23
11.	Tina de baño ultrasónico marca Elmasonic modelo S10H.....	24
12.	Microscopio Óptico marca Nikon modelo eclipse MA200.....	25
13.	Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL modelo JSM6300.	25
14.	Difractómetro marca Bruker modelo D8 Advance.....	26
15.	Durómetro marca Future Tech modelo F-810.	26
16.	Diagrama de precipitación de fases de la aleación Inconel IN-718.....	27

17. Diagrama de Scheil de la aleación Inconel IN-718.	29
18. Composición química de la fase γ obtenida por Thermo-Calc.	30
19. Diagrama TTP para la precipitación intergranular.	31
20. Gráfica de concentración de Nb versus distancia para un homogeneizado a 1070 °C.	32
21. Gráfica de concentración de Mo versus distancia para un homogeneizado a 1070 °C.	33
22. Micrografías obtenidas por microscopía óptica de la aleación IN-718.	34
23. Mapeo de elementos por MEB de la Superaleación.	35
24. Mapeo de elementos por MEB de la Superaleación.	36
25. Micrografías por MEB de las muestras.	37
26. Difractograma de la superaleación IN-718 de la muestra MP.	38
27. Difractograma de la superaleación IN-718 de la muestra H.	38
28. Difractograma de la superaleación IN-718 de la muestra S.	39
29. Difractograma de la superaleación IN-718 de la muestra E.	39
30. Gráficas de dureza Vickers vs. Número de indentación de las muestras MP, H, S y E.	40
31. Promedio de las durezas en la matriz de la superaleación IN-718.	41

Lista de tablas

Tabla	Descripción	Pág.
1.	Especificación de la composición química para la aleación Inconel IN-718 [21]	12
2.	Propiedades de tracción y ruptura por tensión del Inconel 718.....	13
3	Designación de las muestras de estudio	23
4.	Composición del reactivo Carapella.....	24
5.	Composición química (% masa), por elemento calculado por Thermo-Calc para las fases presentes a las temperaturas de 700°C, 800°C, 900°C Y 1000°C.	28
6.	Valores de dureza Vickers.....	41
7.	Resultados obtenidos durante la experimentación de las muestras MP, H, S y E.	42

Introducción

A lo largo de la historia, el hombre ha acumulado información y experiencia acerca de los materiales utilizados en la industria en general y esto ha permitido el desarrollo de nuevos materiales con las propiedades mecánicas adecuadas para una función dada de cada uno de los componentes industriales. En particular, en la industria aeroespacial, ha sido determinante el desarrollo de las llamadas superaleaciones que son aleaciones base níquel, cobalto, hierro y titanio. El empleo de las superaleaciones se dio después de la Segunda Guerra Mundial, asegurando el mejor desempeño en cada uno de los componentes que conforman la turbina de las aeronaves. En los últimos diez años se ha modificado el contenido de elementos aleantes como el aluminio y el niobio con el propósito de mejorar aún más sus propiedades mecánicas como la resistencia a la tensión y particularmente a la corrosión. [1-2].

El método convencional para la fabricación de la mayoría de las superaleaciones es por fusión. Más recientemente, las superaleaciones son fabricadas mediante moldeo por inmersión o cera pérdida, fundición con poliestireno expandido o pulvimetalurgia.

La superaleación base Níquel IN-718 se desarrolló en los años 60's y es la aleación más utilizado para la fabricación de discos de turbina además de muchas otras aplicaciones como material de alta resistencia para temperaturas de hasta 650 °C. La superaleación Inconel IN-718 contiene principalmente Fe y Ni aleados con un mínimo contenido de Al y Ti, aunque la adición más importante es el elemento refractario Nb. Esta aleación generalmente se usa en la condición de colada por lo que se somete a un tratamiento térmico de recocido de homogeneización para uniformizar la composición química y homogeneizar su resistencia mecánica y a la corrosión. Posteriormente, se someten a solubilizado y envejecido para su endurecimiento por precipitación [4-5]. El diseño de todos estos tratamientos térmicos se basa en el uso de los diagramas experimentales de Temperatura-Tiempo-Transformación que se encuentran en la literatura por lo que en ocasiones es necesario ajustar las condiciones de temperatura y velocidad de enfriamiento para conseguir las propiedades mecánicas deseadas.

Desde el comienzo de éste siglo, los programas de simulación numérica como Thermo-Calc son utilizados por la industria para calcular los diagramas pseudobinarios, scheil y TTP entre

otros, utilizando datos termodinámicos contenidos en el programa y el usuario proporciona la composición química de la aleación en cuestión para determinar la temperatura de los tratamientos térmicos, de esta forma se pueden predecir las transformaciones de fase que ocurrirán durante el calentamiento y/o enfriamiento del material y con esto obtener las propiedades mecánicas deseadas. El empleo de estos programas de simulación numérica son una valiosa herramienta que permiten un ahorro económico y de tiempo sustancial.

Por lo anterior, el objetivo de este trabajo es analizar el diseño de los tratamientos térmicos que se aplican en la industria a la aleación Inconel IN-718, para romper la microestructura del proceso de colada utilizando el programa de simulación numérica Thermo-Calc y comparando los resultados con la microestructura experimental obtenida después de cada tratamiento térmico aplicado.

1 Antecedentes Teóricos

1.1 Las superaleaciones

Se conocen como superaleaciones a las aleaciones metálicas que tienen un elemento químico principal que le confiere propiedades mecánicas específicas como resistencia a la tensión, resistencia a trabajos a altas temperaturas, resistencia al desgaste y resistencia a la corrosión, entre otras. Estos elementos aleantes pueden ser el níquel, cobalto, titanio, hierro o una combinación entre estos. Sus usos son muchos y variados, pero buenos ejemplos de estos son las turbinas, cohetes e intercambiadores de calor sujetos a condiciones de operación a temperaturas en un rango de 400 hasta 700°C por largos periodos de tiempo y en ambientes corrosivos.

Un criterio importante en la selección de materiales se refiere a las propiedades del material para mantener su integridad física y química en ambientes altamente corrosivos y en general, buena resistencia al ataque del medio ambiente. Por ejemplo, los combustibles usados en los motores de las aeronaves desprenden altos contenidos de azufre y por lo tanto los productos de combustión son altamente corrosivos.

Como se mencionó anteriormente las superaleaciones tienen elementos químicos como Fe, Ni, Co y Cr que, por ser elementos de alto punto de fusión, dan origen a aleaciones que pueden operar a temperaturas antes mencionadas. Al combinarse con otros elementos como el W, Mo, Ta, Nb, Ti y Al entre otros, figura 1, las propiedades resultantes se modifican de manera sobresaliente, variando de acuerdo al efecto que tienen los elementos en la aleación. [7].

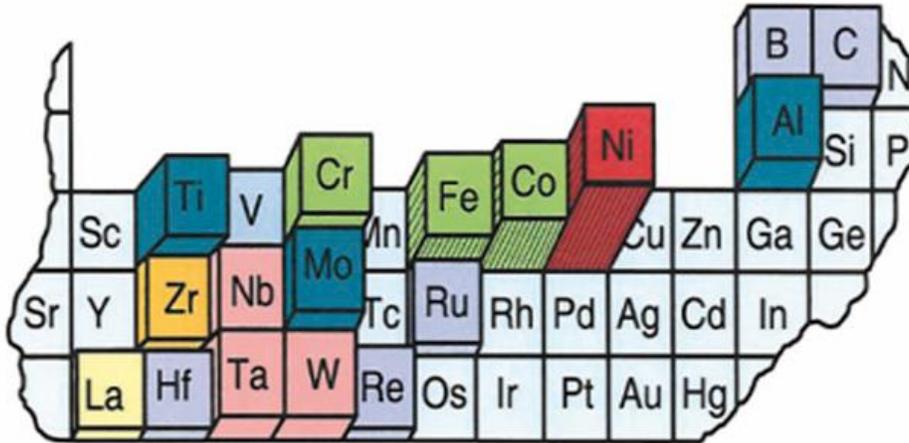


Figura 1. Elementos empleados en superaleaciones [7].

Las superaleaciones tienen una matriz austenítica (fcc) formada por níquel, cobalto, titanio, o níquel-hierro. Las superaleaciones base níquel-hierro son una extensión de la tecnología de acero inoxidable y generalmente son forjadas, mientras que las superaleaciones a base de cobalto y níquel pueden ser forjadas o moldeadas, dependiendo de la aplicación / composición implicada.

Las principales propiedades mecánicas de las superaleaciones son controladas mediante el porcentaje de sus elementos aleantes y por los tratamientos térmicos a las que son sometidas estas aleaciones [8].

Algunos ejemplos de superaleaciones comerciales son:

- Hastelloy
- Inconel, Waspaloy
- Aleaciones Rene (Aleaciones base Ni)
- Aleaciones de Haynes
- Incoloy, MP98T
- Aleaciones de TMS
- Aleaciones de monocristal CMS

1.2 Aleaciones base cobalto

Las superaleaciones de níquel tienen limitaciones a temperaturas superiores a 1000 °C y es por ello que algunos componentes especiales como los componentes en zonas de la cámara de combustión en turbinas, álabes de la turbina cercanas a la cámara de combustión las cuales son piezas sometidas a temperaturas de 1100 °C se fabrican de superaleaciones de cobalto. Estas superaleaciones presentan ventajas respecto a las de níquel, como la mayor temperatura de fusión, la superior resistencia a la corrosión debido al mayor contenido en cromo (del 20 al 30%). También presentan una mayor resistencia a la corrosión-fatiga.

Las aleaciones base cobalto son resistentes al choque térmico y pueden obtenerse por moldeo. El aluminio refuerza el comportamiento a la corrosión. La resistencia mecánica de las superaleaciones de cobalto es inferior a las de níquel, aunque mantienen su resistencia a temperaturas elevadas. Su resistencia en estas condiciones se debe principalmente, a la distribución de carburos refractarios (combinaciones de metales tales como el tungsteno y el molibdeno con el carbono), que tienden a precipitar en los límites de grano de matriz austenítica. La mejora de las propiedades de la aleación con la red de carburos se mantiene hasta temperaturas próximas a su punto de fusión.

Generalmente, las aleaciones de cobalto, además de llevar metales refractarios y carburos metálicos, contienen niveles elevados de cromo, lo que aumenta la resistencia a la corrosión provocada por la presencia de los gases calientes de la combustión. Las aleaciones de cobalto son más fáciles de soldar y se forjan con facilidad. Por estas razones, se aplican para fabricar la intrincada estructura de la cámara de combustión de las turbinas de gas, donde algunos de los componentes deben ser además soldables.

Los elementos de aleación más utilizados, Cr, Ti, W, Mo y Ni, entran en solución sólida en la matriz cubica centrada en las caras y contribuyen al reforzamiento a través de los efectos normales de endurecimiento por solución sólida. El efecto endurecedor relativo dependerá de los diámetros atómicos [9].

1.3 Aleaciones base titanio

Las superaleaciones base titanio tienen una combinación de resistencia y ligereza que no es asequible para cualquier otro sistema de aleación, y por esta razón se usan ampliamente en las piezas estructurales de los aviones. Es decir, cuando el peso es un factor crítico, se emplean estas superaleaciones de titanio.

Las superaleaciones base titanio, se describen como una fase α precipitada dentro de una matriz de fase β . La densidad es mucho menor que las de las superaleaciones basadas en Co y Ni, sin embargo, la resistencia a elevadas temperaturas es bastante menor. Solo se pueden emplear con garantías de buenas propiedades mecánicas hasta $T=1/2$ del punto de fusión (temperaturas en Kelvin), mientras que las de Ni y Co se pueden utilizar hasta $T=7-8/10$ del punto de fusión.

Hay compuestos intermetálicos del tipo TiAl y Ti₃Al que prometen buen desempeño mecánico a temperaturas altas. Tan importante como las fases presentes en los materiales y su estequiometría es el procesamiento del material, ya que altera la microestructura y por tanto las propiedades mecánicas [10-11].

1.4 Aleaciones base níquel

Las superaleaciones basadas en Ni se han desarrollado más o menos empíricamente en los últimos 60 años, a partir de una simple matriz Ni-Cr hasta los actuales sistemas de múltiples elementos y fases. Estas aleaciones tienen una estructura cúbica centrada en la cara totalmente austenítica (fcc) que mantiene una resistencia máxima a la tracción, la fatiga y termofluencia a alta temperatura en comparación con una estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc). Una de las principales aplicaciones de las superaleaciones de Ni son los motores de turbina de gas. Comprenden más del 50% del peso de los motores de aviación avanzados e incluyen álabes de turbina forjada y fundida y discos de turbina procesados vía ruta de metalurgia de polvo (por sus siglas en inglés P/M) [11].

La resistencia a altas temperaturas de todas las superaleaciones se basa en el principio de la combinación de una matriz fcc con el fortalecimiento por la precipitación y / o el

endurecimiento por la solución sólida. En las aleaciones base níquel endurecibles por envejecido, la fase intermetálica γ' (Ni_3Al , Ti) está generalmente presente para endurecer. Mientras que las aleaciones no endurecibles de níquel, cobalto y hierro se basan en el endurecimiento por solución sólida de la matriz fcc γ . Las superaleaciones base hierro y níquel-hierro también pueden desarrollar, además de γ' , el fortalecimiento por la segunda fase intermetálica γ'' (Ni_3Nb) y tal vez la fase η (Ni_3Ti). Las superaleaciones de base de cobalto pueden desarrollar un mayor endurecimiento por la precipitación de carburos (Cr_7C_3 , M_{23}C_6), pero no se compara con el endurecimiento por la precipitación de la fase intermetálica γ' de las aleaciones base de Ni y Co.

Los solutos esenciales de las superaleaciones base níquel son de aluminio y / o de titanio, con una concentración total que es típicamente menor al 10 % at. Esto genera una microestructura de equilibrio de dos fases, que consta de gamma (γ) y gamma prima (γ'). Es la fase γ' la que es en gran parte responsable de la resistencia mecánica del material a altas temperaturas y de su buena resistencia a la termofluencia. La cantidad de la fase γ' depende de la composición química de la aleación y de la temperatura de tratamiento térmico y/o operación.

Dado que la fase de matriz fcc es la base para las superaleaciones, es deseable cuantificar su estabilidad con respecto a otras posibles estructuras cristalinas. Esto es importante ya que cualquier transformación de fase, ya sea durante el ciclo térmico o durante períodos prolongados de operación, puede causar la disminución de las propiedades mecánicas a alta temperatura. También es relevante para la relación del diagrama de fase con los datos termoquímicos para el análisis de la estabilidad microestructural de las superaleaciones. Se puede empezar por estimar la fuerza motriz requerida para la transformación de Ni puro a una estructura cristalina distinta de la forma fcc. Considere el binario Ni-Cr diagrama de fase binaria, figura 2. El soluto de Cr muestra una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (BCC) y una extrapolación del campo de las 2 fases (líquido + BCC) en el lado rico en Cr y el diagrama binario da un líquido metaestable teórico BCC [12].

Las superaleaciones base níquel son fácilmente deformables por su red fcc, poseen una excelente resistencia a la corrosión y a la oxidación a altas temperaturas, buena resistencia

mecánica a altas temperaturas, alta conductividad eléctrica y propiedades magnéticas. Las superaleaciones base níquel tienen como objeto mejorar las características de resistencia a la tensión, fluencia, fatiga y estabilidad superficial del material.

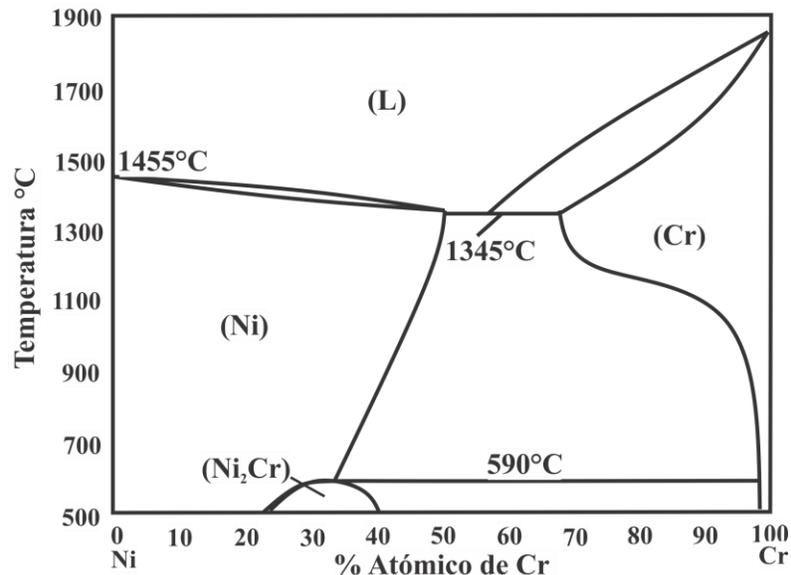


Figura 2. En el diagrama de fases binario Ni-Cr. Tenga en cuenta que la extrapolación del líquido + la región BCC de 2 fases hasta la región de Ni puro da una transformación metaestable de líquido a BCC a la temperatura de 700 C [12].

Las superaleaciones base níquel principalmente se emplean en los procesos industriales químicos y de petróleo, en cámaras de combustión, en alabes de turbinas de gas de aviones, en la industria aeroespacial y en algunos otros componentes para aplicaciones especiales [13-15].

Algunos ejemplos de superaleaciones base níquel son:

- El *Inconel* (níquel-cromo-hierro), que posee una alta resistencia al calor y es inoxidable
- *Hastelloy* (níquel-molibdeno-hierro-cromo) o *Nimonic* (que incorpora al titanio)

- *Duraniquel* (níquel-aluminio), que posee una alta resistencia a la corrosión y una gran resistencia mecánica similar a los aceros
- *Permaníquel* (níquel-cobalto-hierro-carbono-manganeso-silicio-titanio-magnesio), que posee una buena resistencia a la corrosión, una buena conductividad eléctrica.

1.4.1 Fabricación de superaleaciones de níquel

Una superaleación de níquel, normalmente se fabrica fundiendo una pieza de níquel y agregando cromo y pequeñas cantidades de otros elementos, como el aluminio o el titanio, para formar la fase gamma prima. El cromo protege el producto final de la corrosión, mientras que otros metales como titanio y wolframio, incrementan la dureza. Después la mezcla líquida se enfría, apareciendo una masa de fase γ de níquel-aluminio.

Cuando la aleación experimenta un enfriamiento posterior ya en estado sólido, se precipitan pequeños cubos de fase γ' dentro de la matriz de fase gamma. El tamaño final de las partículas de gamma prima se controla variando la velocidad de enfriamiento del material.

Después, las piezas así deformadas se tratan térmicamente, se enfrían rápidamente y se envejecen para conseguir una microestructura más resistente y estable a alta temperatura que la ofrecida por granos pequeños de la estructura superplástica. Los materiales fabricados superplásticamente son menos costosos para conformar.

Recientemente ha aparecido una nueva técnica de fabricación, la solidificación rápida, gracias a la cual los metales fundidos se enfrían a velocidades de hasta un millón de grados por segundo. Estas aleaciones así formadas tienden a ser bastante homogéneas y presentan de salida alta resistencia mecánica y altos puntos de fusión.

Tan importantes como las propias aleaciones son las nuevas técnicas de procesamiento de metales. Las técnicas de procesamiento posibilitan que la metalurgia saque el máximo provecho de los nuevos conocimientos microestructurales. Estas técnicas permiten fabricar las aleaciones tradicionales de maneras hasta ahora desconocidas, y facilitan la creación de nuevos metales que jamás se hubieran obtenido con las técnicas históricas.

Una de las técnicas más importantes de procesado es la solidificación direccional. El concepto de solidificación direccional se inició con los trabajos realizados, en 1960, por técnicos de General Electric. Con ellos demostraron que la resistencia a la termofluencia de ciertas aleaciones de níquel puede aumentar drásticamente si en el momento de la obtención de estas aleaciones, se opera de modo que los límites de los granos se orienten paralelamente a un esfuerzo aplicado uniaxialmente, tal como sería el caso de la fuerza centrífuga existente en los álabes de una turbina y debida a la elevada velocidad de rotación. Las muestras ofrecen menor tendencia a deformarse o a agrietarse si los límites de los granos no son perpendiculares al esfuerzo principal [16].

1.4.2 Operaciones de tratamiento térmico

El alivio de tensión de las superaleaciones con frecuencia implica un compromiso entre el alivio máximo de la tensión residual y los efectos deletéreos a las propiedades a alta temperatura y / o la resistencia a la corrosión. El verdadero alivio del estrés del material forjado normalmente, pero no siempre, se limita a aleaciones no endurecibles por envejecido debido a que un tratamiento de solución completa es útil antes del endurecimiento de la edad. Además, la temperatura de alivio de tensión típicamente caería dentro del rango de temperatura superior para el endurecimiento por envejecido [13].

1.4.2.1 Tratamiento térmico de aleaciones de níquel-hierro-base reforzadas por γ''

El tratamiento térmico de las superaleaciones de níquel-hierro reforzadas por la fase γ'' se forman usando muchos de los mismos principios que guían los tratamientos térmicos de A-286 e Incoloy 901. En estas aleaciones, la fase δ , que está presente a las temperaturas por encima del γ'' solvus, se puede usar para el control del tamaño del grano, igual que la fase η se puede utilizar en A-286 o Incoloy 901. Sin embargo, se requiere un tratamiento térmico cuidadoso para asegurar una precipitación adecuada de γ'' en lugar de δ Ortorrómica de la misma composición de Ni_3Nb . Este último es invariablemente incoherente y no confiere resistencia cuando está presente en grandes cantidades. En ausencia de hierro a las temperaturas y tiempos mostrados en el diagrama de transformación de una aleación que contiene hierro, figura 3, la fase δ se forma en lugar de la fase γ'' [13].

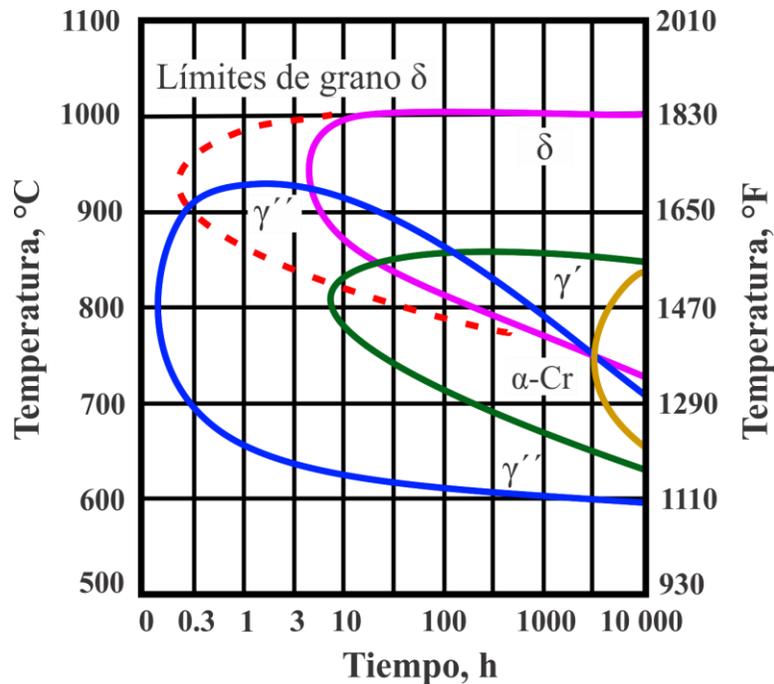


Figura 3. Diagrama de transformación de Inconel IN-718 fundido.

La fase γ'' se forma en aleaciones tales como Inconel 718 e Inconel 706. En la aleación 718 de Inconel, γ'' se forma en el intervalo de 705°C a 900°C y tiene una temperatura de solvus de aproximadamente 910°C (1675 ° F). La fase δ , dependiendo del tiempo de exposición (Fig.3), precipita en el intervalo aproximado de temperaturas de 870°C a 1010 ° C y tiene una temperatura de solvus de aproximadamente 1010°C (1850 F). La aleación puede ser trabajada y tratarse térmicamente en disolución por encima del δ solvus o a una temperatura por debajo del δ solvus, pero por encima del γ'' solvus para el control del tamaño del grano. Gamma doble prima a menudo precipita junto con γ' en Inconel 718, pero γ'' es la principal fase de fortalecimiento en tales circunstancias. A diferencia de γ' , que provoca el fortalecimiento a través de la necesidad de desordenar las partículas a medida que son cortadas, γ'' se fortalece en virtud de la alta coherencia en la red [17-19].

1.5 Inconel IN-718

La aleación IN-718 contiene Fe y Ni aleadas con un pequeño porcentaje de Al y Ti, aunque la adición más importante es el elemento refractario Nb. En la Tabla 1 se presenta una composición típica de la aleación 718. Contiene una pequeña cantidad de carbono, así como niveles muy bajos de otras especies tales como Si, Ta, Mn, Cu, S, B, P y Mg, pero generalmente controlada. La resistencia de la aleación 718 proviene de una pequeña parte de precipitados de γ (Ni_3Al), pero principalmente de γ'' (Ni_3Nb). Ambos precipitados son formas ordenadas de la matriz fcc rica en Ni ($L1_2$) en el caso de γ' y DO_{22} en el caso de γ'' . El solvus de estos precipitados está en alrededor de 900-920 °C. Además, los precipitados de γ'' son metaestables mientras que la fase estable de Ni_3Nb es la llamada fase delta (δ) que presenta una estructura ortorrómbica. El forjado de la aleación 718 se hace a aproximadamente 980 °C ligeramente por debajo del solvus de la fase delta, de tal manera que esta fase es suficientemente abundante para ser efectiva en la limitación del crecimiento de grano, pero no demasiado abundante para evitar un agotamiento significativo de Nb en la matriz que afectaría al posterior fortalecimiento por la precipitación de γ'' . Esta última precipitación se obtiene generalmente después de dos períodos sucesivos de envejecimiento isotérmico a 750°C y 650 °C [20-21].

Tabla 1. Especificación de la composición química para la aleación Inconel IN-718 [21]

	Ni	Fe	Cr	Nb	Ti	Al	C	Co
Especificación	50-55	balance	17-21	4.75- 5.50	0.75- 1.15	0.20- 0.80	<0.08	1

1.5.1 Tratamiento térmico de Inconel 718

La aleación de Inconel 718 se usa generalmente solubilizada y envejecida; las condiciones exactas de las temperaturas y tiempos, y las velocidades de enfriamiento dependen de la aplicación y las necesidades mecánicas de la propiedad. Muchas aplicaciones aeroespaciales

que requieren alta resistencia a la tracción y a la fatiga, así como buenas propiedades de ruptura de tensión, utilizan un tratamiento de solubilizado por debajo de δ solvus y un tratamiento de envejecimiento en dos pasos de la siguiente manera:

- Solubilizado a 925 a 1010 ° C durante 1 a 2 h enfriamiento por aire o más rápido
- Envejecido a 720 ° C durante 8 h seguido de enfriamiento en el horno a 620 ° C
- Mantener a 620 ° C para un tiempo total de envejecimiento de 18 h enfriado por aire

Los niveles de resistencia más altos se consiguen forjando por debajo del solvus δ , enfriando después de la forja, y realizando el proceso de envejecimiento en dos etapas directamente sin un tratamiento de solubilizado. Este enfoque, llamado envejecimiento directo, requiere un material de palanquilla uniforme de alta calidad y un control cuidadoso del proceso de forjado para lograr las altas resistencias y el tamaño de grano ASTM 10 uniforme a lo largo de la forja.

Tabla 2. Propiedades de tracción y ruptura por tensión del Inconel 718

Tratamiento Térmico de Solubilizado	propiedades de tracción a temperatura ambiente						
	0.2 % Limite elástico	UTS	Elongación (%)	Reducción de área (%)	Ruptura de tensión a 650 ° C con 690 Mpa		
	Mpa	Mpa			Vida (h.)	Elongación (%)	Reducción de área (%)
ninguno (envejecido directo)	1330	1525	19	34	95	24	31
940°C por 1h. Enfriado al aire	1240	1460	18	34	194	11	16
955°C por 1h. Enfriado al aire	1180	1420	20	38	122	14	19
970°C por 1h. Enfriado al aire	1145	1405	23	41	218	13	15
980°C por 1h. Enfriado al aire	1175	1405	24	43	200	6	10

El efecto de la temperatura del solubilizado, o envejecimiento directo (sin tratamiento de solubilizado), sobre las propiedades de tracción y ruptura por tensión de Inconel 718 se muestra en la Tabla [2]. La mayor resistencia a la tracción se logra con el material de envejecimiento directo, -la vida de ruptura. Las temperaturas más bajas de la solución producen una mejor resistencia, mientras que las temperaturas más altas de la solución (hasta 1010 ° C o 1850 ° F) dan como resultado una mejor resistencia a la rotura por esfuerzo [17].

Para las aplicaciones de Inconel 718 en la industria del petróleo y gas, los niveles de resistencia muy altos son necesarios mientras que en aplicaciones aeroespaciales son innecesarios. En cambio, los tratamientos térmicos están diseñados para abordar otras necesidades, incluida una buena tenacidad y resistencia a la fragilización por hidrógeno y agrietamiento por corrosión bajo tensión. Los tratamientos de envejecimiento en un solo paso se utilizan para desarrollar propiedades mecánicas en aplicaciones de petróleo y gas. El tratamiento de solución en el rango de 1010 a 1065°C es seguido por un envejecimiento en una sola etapa a 650 a 815 ° C. Los tratamientos de envejecimiento en una sola etapa dan como resultado menores resistencias, pero mayor resistencia a la fractura. Tanto la resistencia a la corrosión general como a la picadura pueden reducirse a temperaturas de envejecimiento más altas. Este comportamiento se ha atribuido a la formación de carburo y al agotamiento de cromo en áreas localizadas.

1.5.2 Fases principales presentes en la aleación

Matriz gamma (γ), en la que la matriz continua es una fase fcc de base níquel que contiene generalmente un alto porcentaje de elementos de solución sólida tales como cobalto, hierro, cromo, molibdeno y tungsteno. Todas las aleaciones de níquel-base contienen esta fase como la matriz

Gamma prima (γ'), en la que se añaden aluminio y titanio en cantidades necesarias para precipitar γ' fcc (Ni_3Al , Ti), que precipita coherentemente con la matriz gamma austenítica. Otros elementos, notablemente el niobio, el tantalio y el cromo, también entran γ' . Esta fase se requiere para resistencia a alta temperatura y resistencia a la fluencia.

Gamma doble prima (γ''), en el que el níquel y el niobio se combinan en presencia de hierro para formar el Ni_3Nb tetragonal (bct) centrado en el cuerpo, que es coherente con la matriz gamma, incluyendo grandes tensiones de desconexión del orden del 2,9%. Esta fase proporciona una resistencia muy alta a temperaturas bajas a intermedias, pero es inestable a temperaturas por encima de aproximadamente 650°C (1200°F). Este precipitado se encuentra en aleaciones de níquel-hierro. Gamma doble prima precipita a menudo junto con γ' en Inconel 718, pero γ'' es la principal fase de fortalecimiento en tales circunstancias. A diferencia de γ' , que provoca el fortalecimiento a través de la necesidad de desorden de las partículas a medida que se cortan, γ'' se fortalece en virtud de la alta coherencia en la red.

Carburos, en los que el carbono que se añade en cantidades de aproximadamente 0,02 a 0,2% en peso se combina con elementos reactivos, tales como titanio, tantalio, hafnio y niobio, para formar carburos metálicos (MC). Durante el tratamiento térmico y el servicio, estos carburos MC tienden a descomponerse y generar otros carburos, tales como M_{23}C_6 y / o M_6C , que tienden a formar en los límites de grano. Los carburos en aleaciones de solución sólida nominal pueden formarse después de exposiciones prolongadas de servicio [18].

En aleaciones de solución sólida tales como Inconel 600 y Hastelloy C, sólo está presente la matriz gamma. En superaleaciones de base de níquel, sin embargo, las fases anteriores, excepto γ'' , están generalmente presentes. Los tratamientos de solución están diseñados para disolver la mayoría de las fases precipitadas. Por otra parte, varias superaleaciones de níquel-hierro, tales como Inconel 706 e Inconel 718, contienen Ni_3Nb como el precipitado principal, así como γ' . Además, las aleaciones reforzadas con dispersión de óxido contienen un pequeño porcentaje en volumen de una fase dispersa tal como Y_2O_3 en una matriz γ - γ' , mientras que los compuestos (incorporados mecánicamente) contienen fibras de tungsteno o aleación de tungsteno.

La temperatura máxima de uso de Inconel 718 es de aproximadamente 650°C debido a la inestabilidad del precipitado γ'' . Otros problemas que han surgido con esta aleación son la sensibilidad de muesca de aproximadamente 525 a 750°C cuando se ensaya en aire (generalmente causado por un procesamiento inadecuado) y una velocidad

significativamente mayor de crecimiento de grietas en el aire que en vacío. Trabajos recientes han demostrado que la reducción del contenido de carbono puede dar como resultado propiedades iguales o mejores que las del estándar Inconel 718. Además, el aumento del contenido de aluminio y niobio y la relación de aluminio a titanio en Inconel 718 aumenta sus propiedades mecánicas produciendo más de la fase γ estable y menos de la fase δ indeseable [19-20].

1.6 Simulación numérica

1.6.1 Thermo-Calc

Thermo-Calc es un programa confiable para realizar cálculos termodinámicos de gran exactitud y simpleza, algunas de sus principales funciones son el cálculo de diagramas de fases, la obtención de datos termodinámicos como entalpia, capacidad calorífica y actividades, simulación de solidificación apoyada con el modelo Scheil-Gulliver

Una ventaja es el contar con una base de datos de difusión con movilidad atómica. Como se sabe, la movilidad considera no solamente la influencia del gradiente de concentración o de temperatura, sino también considera la influencia que tiene todo tipo de energías al proceso de difusión de los átomos en el material. Este factor hace que este software tenga una de las mayores exactitudes.

Thermo-Calc también permite calcular diagramas de multicomponentes que se presentan de la forma de pseudobinarios o pseudoternarios. Los diagramas con multicomponentes que muestra este programa considera los elementos a analizar variando su composición y los demás elementos presentes fijo en la aleación para realizar los cálculos. Esto significa que se realizan cálculos para aleación con más de tres elementos y así considerar como afectan los otros elementos aleantes dentro de los diagramas de fases. Ofrece la posibilidad de no solamente mostrar el porcentaje de solidificación tras el análisis, sino que permite también obtener los rangos de solidificación de las fases presentes en la aleación. La versatilidad de este programa permite que la reducción de materiales, sea cada vez menos costosa y así tengan procesos de mayor calidad del producto.

Desde hace unos años, el uso de los programas de simulación numérica como Thermo-Calc, han permitido un ahorro substancial en el tiempo de investigación y por consiguiente un ahorro económico significativo en la industria manufacturera gracias a su precisión [21].

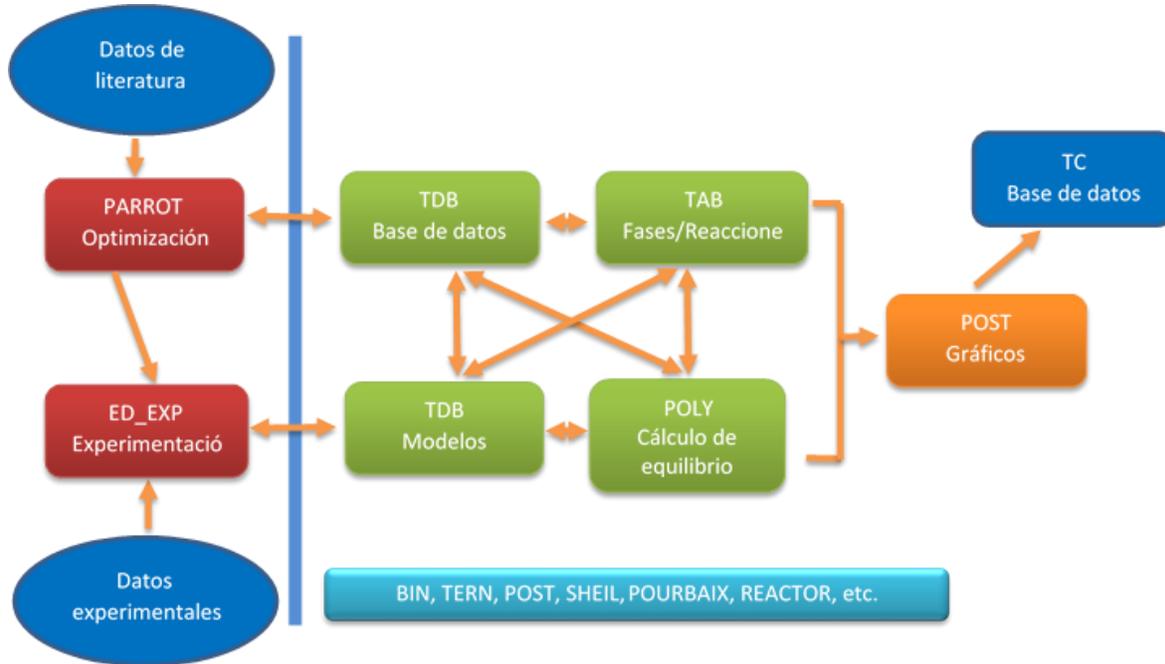


Figura 4. Interacción de los módulos de Thermo-Calc.

1.6.2 TC-DICTRA

DICTRA que por sus siglas en inglés significa Diffusion Controlled Transformations es un software único para la simulación de transformaciones controladas por difusión en aleaciones de multicomponentes y se basa en una solución numérica de las ecuaciones de difusión para multicomponentes.

En el desarrollo de DICTRA, se ha puesto énfasis en vincular los métodos fundamentales a los datos termodinámicos y cinéticos evaluados críticamente, permitiendo que se lleven a cabo simulaciones en condiciones reales en aleaciones de importancia.

Las simulaciones son en una dimensión y pueden utilizarse tres geometrías diferentes, cilíndrica, esférica y plana.

La geometría cilíndrica puede utilizarse por ejemplo para la modelación de difusión a través de la pared de un tubo, así como en la disolución de precipitados en forma circular.

Algunos ejemplos de las aplicaciones del programa DICTRA es en la homogeneización de aleaciones, carburación y descarburación de aceros, nitrocarburización de aceros, microsegregación durante la solidificación, engrosamiento de precipitados, etc.

DICTRA está interconectado con Thermo-Calc, el cual realiza todos los cálculos termodinámicos necesarios. La simulación de difusión está basada en la evaluación de datos cinéticos y termodinámicos, los cuales han sido almacenados en una base de datos. Utiliza datos termodinámicos como la energía libre de Gibbs que obtiene del Thermo-Calc y una base de datos de movilidad y difusividad para resolver la ecuación de la primera ley de Fick, pero es necesario establecer condiciones de frontera externa e interna [22].

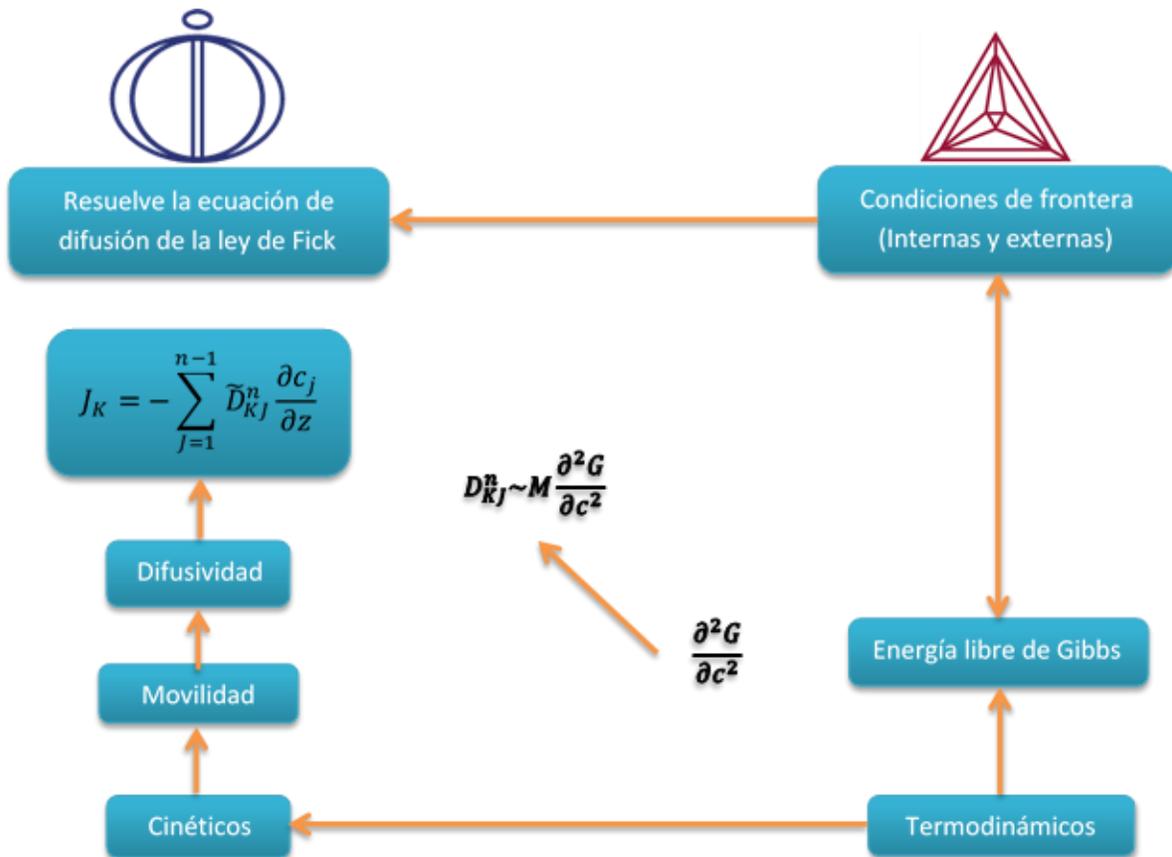


Figura 5. Interacción de los módulos de TC-Dictra.

2 Metodología Numérica

2.1 Simulación en Thermo-Calc

Se utilizó el software Thermo-Calc para obtener los diagramas de equilibrio de la aleación con respecto a la temperatura para determinar las fases presentes y el diagrama de Scheil que muestra la solidificación fuera del equilibrio y las fases presentes en el estado de colada.

Se utilizaron los módulos “single point” para equilibrio simple, “phase diagram” para diagramas de fases en modo gráfico, mientras que para el diagrama de scheil se utilizó el módulo “old scheil diagram” en modo consola.

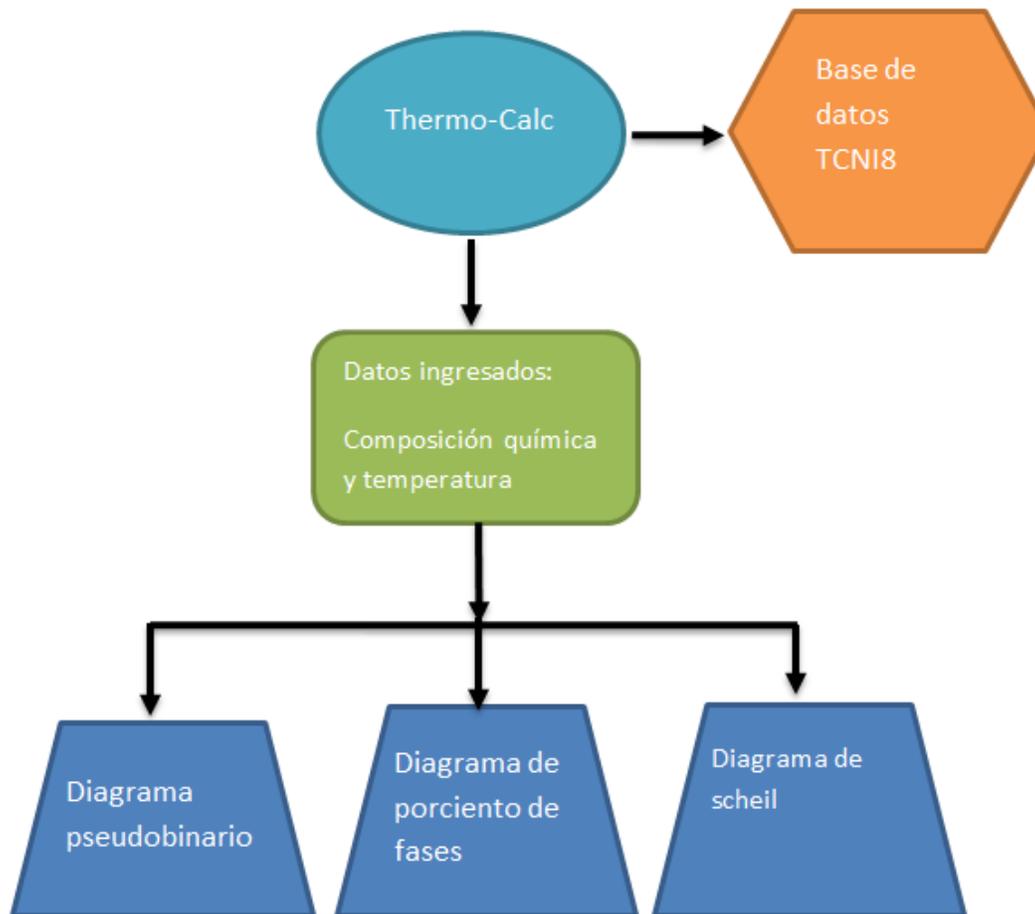


Figura 6. Metodología para el programa de simulación numérica Thermo-Calc.

2.2 Simulación en TC-PRISMA

TC-PRISMA se utilizó para obtener el diagrama Tiempo Temperatura Precipitación que sugiere el tratamiento térmico que presenta la aleación.

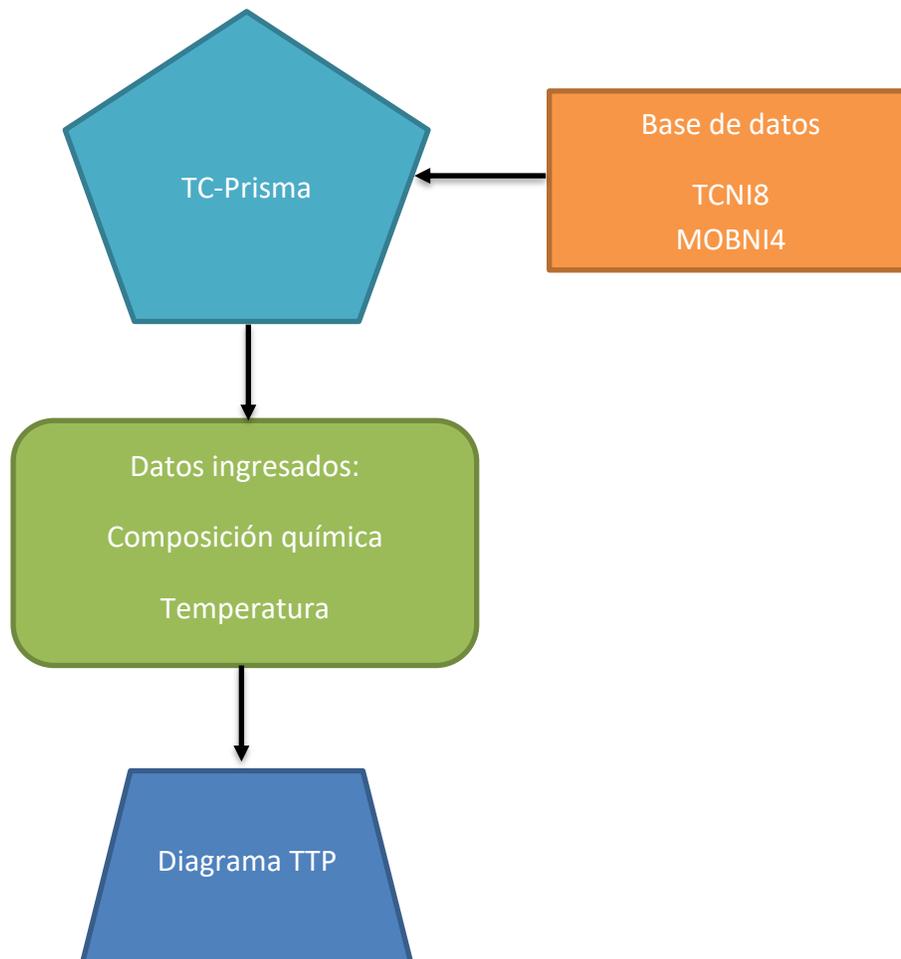


Figura 7. Metodología para el programa de simulación numérica TC-Prisma.

2.3 Simulación en TC-DICTRA

Por otra parte, se utilizó TC-DICTRA para obtener los diagramas de homogenización de la aleación.

Para realizar estos cálculos se usó la versión “” de Thermo-Calc. Las bases de datos termodinámicas y de difusión utilizada para superaleaciones fue “TNi8” y MobNi8, que contiene todas las fases importantes de superaleaciones dentro de un marco de 25 elementos.

Para la simulación primeramente de los resultados del microanálisis del MEB de la pieza en estado de colada se detectó que elementos mostraron mayor segregación, estos fueron el Nb y Mo en una distancia de 140 μm . Por lo que, TC-DICTRA permitió obtener la variación del perfil de concentración para diferentes tiempos hasta lograr la homogeneización.

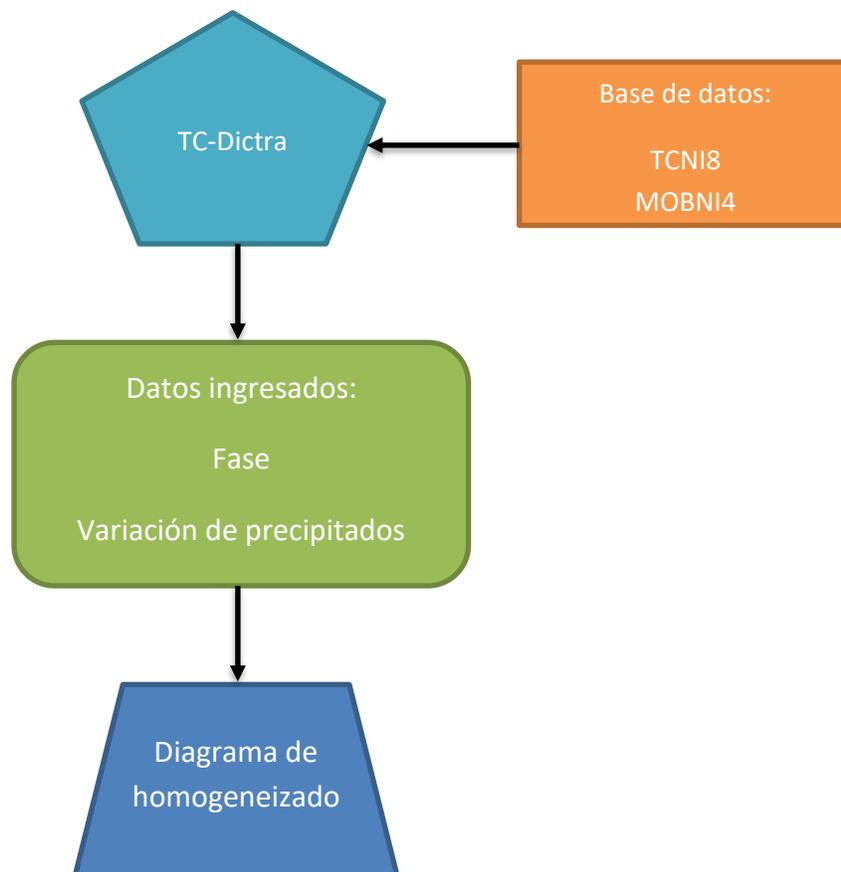


Figura 8. Metodología para el programa de simulación numérica TC-Prisma.

3 Metodología experimental

La metodología experimental utilizada para cumplir el objetivo de este trabajo se muestra en la figura x indicando con detalle las etapas con la que se llevó acabo la experimentación

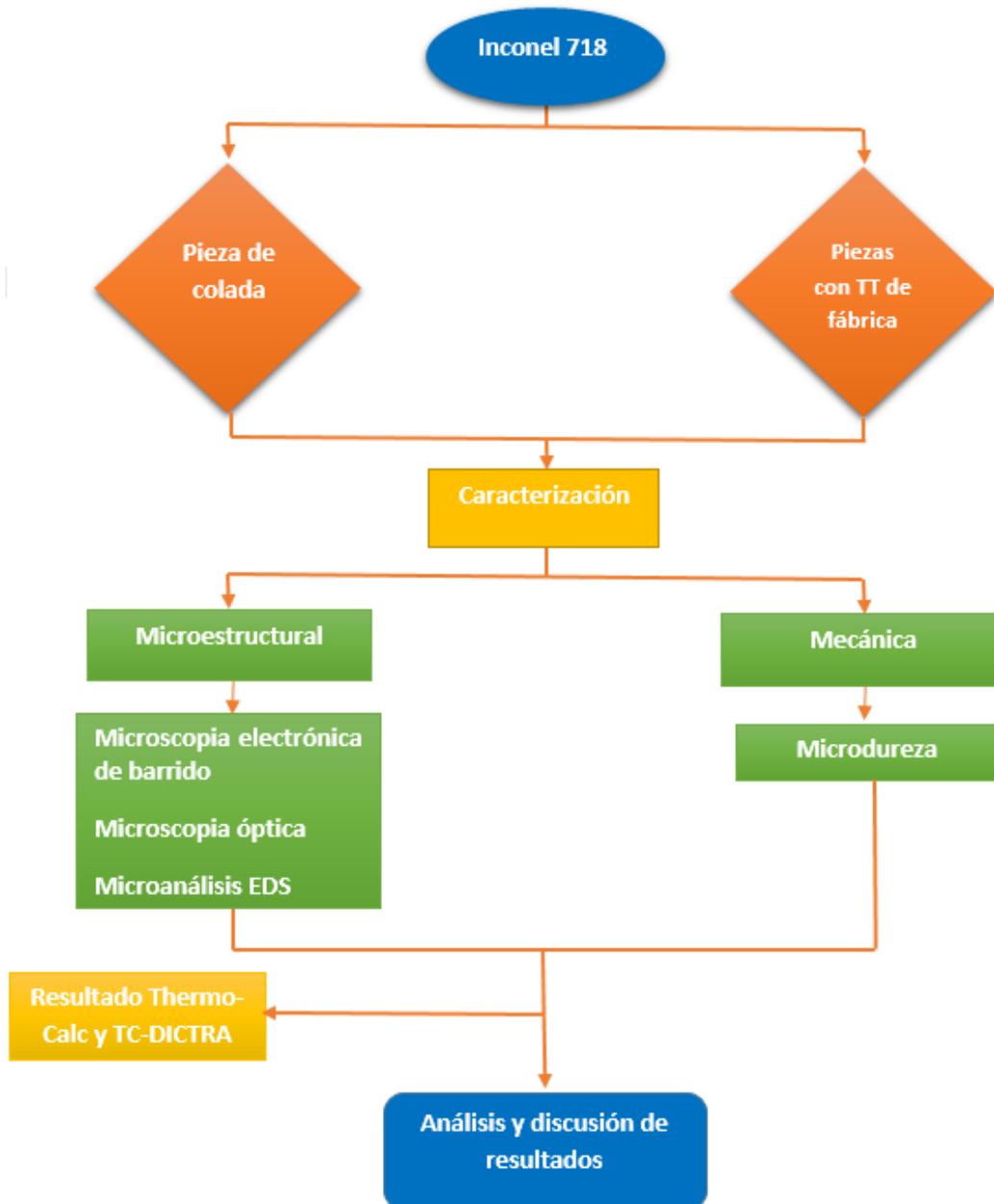


Figura 9. Diagrama de Flujo del Desarrollo Experimental.

El material de estudio fueron cuatro muestras de una aleación de Inconel 718, tres de ellas tratadas térmicamente, debido a su tamaño no fue necesario cortar ni montar, por lo que solo se identificaron de la siguiente manera

Tabla 3 Designación de las muestras de estudio

Condición	Designación
Colada	MP
Homogeneizado a 1070 °C por 5h.	H
Solubilizado a 1080 °C por 3h	S
Envejecido 600 °C por 8h	E

3.1 Caracterización Microestructural

3.1.1 Preparación metalográfica

Las muestras se prepararon realizando el procedimiento marcado por la norma ASTM E3-1. Se desbastaron con papel abrasivo de carburo de silicio a partir de la lija 600 hasta la lija 1500, posteriormente se pulió con alúmina de 1 y 0.3 μm , hasta obtener una superficie con acabado a espejo a una velocidad de pulido de 150 rpm en una pulidora Struers labopol-5.



Figura 10. Pulidora marca Struers modelo labopol-5.

Se retiró cualquier clase de residuo existente en las muestras mediante baño ultrasónico; esto para asegurar que la superficie se encuentre limpia para poder proceder con el ataque químico, que nos revelará la microestructura del material. El equipo empleado fue una tina de Elmasonic S10H, que se muestra en la figura 11.



Figure 11. Tina de baño ultrasónico marca Elmasonic modelo S10H.

Las muestras se atacaron químicamente con el reactivo carapella durante 30 segundos para revelar la microestructura. La composición química del reactivo utilizado se muestra en la tabla 4.

Tabla 4. Composición del reactivo Carapella.

Reactivo	Cantidad
$FeCl_3$	5 g
HCl	2 mL
Etanol	100 mL

3.1.2 Microscopia Óptica

La aleación se observó en un microscopio óptico eclipse MA200 marca Nikon, figura [11]. Se tomó evidencia fotográfica de la microestructura de la aleación a 50X, 100X y 200X.



Figura 12. Microscopio Óptico marca Nikon modelo eclipse MA200.

3.1.3 Microscopia electrónica de barrido

La aleación IN-718 se observó en un microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JSM6300 (figura 13). Con este equipo se tomaron imágenes de la microestructura, se realizó un mapeo de los elementos Ni, Ti, Nb, Cr, Fe, Cu, Al, Mn y un microanálisis lineal.



Figura 13. Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL modelo JSM6300.

3.1.4 Difracción de rayos X

La caracterización de la aleación por rayos X se llevó a cabo en el difractómetro marca Bruker D8 Advance, figura 14, empleando radiación $k\alpha$ de cobre con una λ de 1.54 Å y un barrido continuo desde de 0° a 110°, con una velocidad de 2° por minuto para evaluar las fases presentes en la aleación.



Figure 14. Difractómetro marca Bruker modelo D8 Advance.

3.1.5 Caracterización mecánica por microdureza Vickers

Se determinó la microdureza en el microdurómetro marca Future Tech modelo F-810 Hv, figura 14. El procedimiento se llevó a cabo acorde a la norma ASTM E384. Se tomaron 15 mediciones con una carga de 100 gf. con un tiempo de exposición de 12 segundos.



Figura 15. Durómetro marca Future Tech modelo F-810.

4 Resultados y Discusión

4.1 Programa de simulación numérica Thermo-Calc

4.1.1 Descripción de las fases de equilibrio según Thermo-Calc

La figura 16, muestra la gráfica de la cantidad de todas las fases en equilibrio en función de la temperatura. En él se observa que la fase estable arriba de aproximadamente 1330 °C es el líquido y al disminuir lentamente la temperatura, la primera fase sólida que aparece es la fase γ . Posteriormente solidifica el carburo (Nb,Ti)C y el boruro TiB₂. Posteriormente en el intervalo de temperatura de 980 a 1200 °C, la fase γ permanece estable. Al disminuir más la temperatura por debajo de 1025 °C, las fases γ'' , σ y γ' podrían precipitar entre otras. Pero la reacción de precipitación más probable sería:

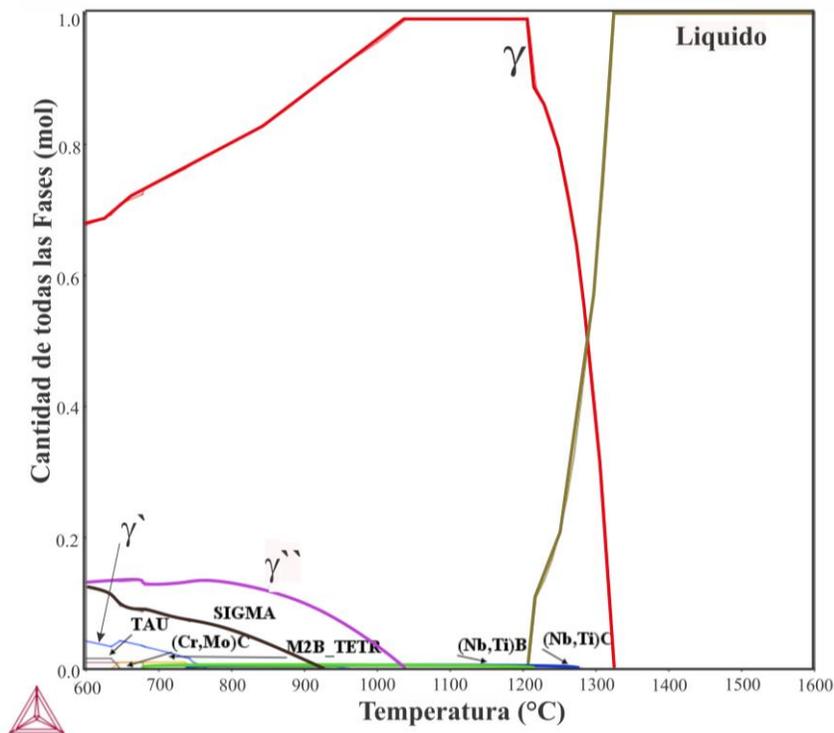


Figura 16. Diagrama de precipitación de fases de la aleación Inconel IN-718.

La tabla 5, muestra las fases formadas en equilibrio, obtenidas con el programa Thermo-Calc para el Inconel IN-718. Aquí se observa la presencia de diferentes fases con su correspondiente composición química y fracción.

Tabla 5. Composición química (%masa), por elemento calculado por Thermo-Calc para las fases presentes a las temperaturas de 700°C, 800°C, 900°C Y 1000°C.

Temperatura	Fase estable	Fracción volumen	Composición (fracción mol)												
			Nb	C	Ti	Mo	Cr	Fe	Ni	Co	Mn	B	Cu	Si	Al
1000°C	(Nb,Ti)C	0.0038985	0.434	0.469	0.096	5E-04	3E-04	2E-05	2E-06	2E-07	1E-07	1E-07	2E-10	5E-13	6E-12
	γ	0.9543173	0.024	5E-05	0.007	0.019	0.22	0.172	0.523	0.01	0.004	6E-06	0.003	0.008	0.011
	TiB ₂	0.0034836	2E-04	0	0.333	1E-04	2E-05	0	0	0	4E-08	0.667	0	0	3E-13
	γ''	0.0383005	0.191	0	0.051	0.006	0.016	0.025	0.708	0.003	0	0	0	0	7E-04
900°C	fase estable	fracción volumen	composición (fracciónmol)												
	(Nb,Ti)C	0.0038635	0.409	0.474	0.116	3E-04	3E-04	1E-05	7E-07	7E-08	7E-08	2E-08	6E-11	5E-13	8E-13
	γ	0.866896	0.012	3E-05	0.005	0.015	0.231	0.184	0.515	0.011	0.004	2E-06	0.003	0.008	0.012
	(Mo,Cr)3B ₂	0.0049834	0	0	0	0.379	0.143	0.078	6E-04	0	0	0.4	0	0	0
	TiB ₂	0.0012772	8E-05	0	0.333	7E-05	9E-06	0	0	0	1E-08	0.667	0	0	3E-13
	γ''	0.1081438	0.188	0	0.055	0.005	0.011	0.018	0.719	0.002	0	0	0	0	6E-04
σ	0.0148361	0.001	0	2E-06	0.178	0.45	0.156	0.205	0.009	2E-04	0	0	2E-05	2E-05	
800°C	Fase Estable	Fracción Volumen	Composición (fracción mol)												
	(Nb,Ti)C	0.0038322	0.395	0.127	0.478	4E-04	2E-04	5E-06	3E-07	3E-08	4E-08	3E-09	2E-11	5E-13	5E-13
	γ	0.7888934	0.006	0.003	2E-05	0.227	0.008	0.192	0.522	0.011	0.005	5E-07	0.003	0.009	0.013
	(Mo,Cr)3B ₂	0.0042015	0	0	0	0.128	0.377	0.094	4E-04	0	0	0.4	0	0	0
	TiB ₂	0.0016286	3E-05	0.333	0	5E-06	3E-05	0	0	0	4E-09	0.667	0	0	3E-13
	γ''	0.1408135	0.19	0.056	0	0.007	0.003	0.012	0.73	0.002	0	0	0	0	5E-04
σ	0.0606308	4E-04	4E-07	0	0.468	0.165	0.151	0.204	0.01	2E-04	0	0	2E-05	9E-06	
700°C	fase estable	Fracción volumen	composición (fracción mol)												
	(Nb,Ti)C	0.0038123	0.392	0.127	0.481	5E-04	9E-05	3E-06	9E-08	1E-08	3E-08	2E-10	4E-12	5E-13	5E-13
	γ'	0.0288853	0.084	0.09	2E-05	0.002	5E-05	0.005	0.743	0.001	2E-04	1E-07	7E-04	3E-05	0.074
	γ	0.7270754	0.003	0.001	9E-06	0.22	0.004	0.203	0.528	0.012	0.005	1E-07	0.004	0.01	0.012
	M2B_TETR#	0.0089484	1E-04	0	0	0.451	0.206	0.005	0.002	0.002	0.001	0.333	0	0	2E-10
	γ''	0.1402208	0.194	0.053	0	0.004	0.002	0.008	0.737	0.001	0	0	0	0	3E-04
σ	0.0910578	1E-04	6E-08	0	0.489	0.15	0.15	0.199	0.012	2E-04	0	0	1E-05	3E-06	

En el caso de 1000 °C, se observa que la fase en mayor proporción es la fase γ con aproximadamente 95 % vol. y está compuesta principalmente por Ni, Fe y Cr. A esta temperatura también está presente el carburo (Nb,Ti)C, el boruro TiB₂ en una muy baja proporción y γ'' Ni₃(Nb,Ti), en una muy baja proporción, menor a 0.4 % vol. Al disminuir

la temperatura de 950 a 700 °C, aparecen consecutivamente, otro boruro ((Mo,Cr)₃B₂, fase σ rica en Cr, y la fase γ' en muy baja proporción.

4.1.2 Descripción de las fases de no equilibrio según Thermo-Calc

La figura 17 muestra la variación de la temperatura versus la fracción mol de las fases sólidas presentes durante la solidificación. Esto es, este gráfico es el resultado básico para el análisis de no equilibrio basado en la ecuación de Scheil-Guliver [23].

Para comenzar, el gráfico sugiere que la temperatura de fusión de la aleación es de aproximadamente 1325 °C, indicada por el punto “1” sobre la curva. Aquí también se observa que la primera fase que solidifica es el (Nb,Ti)C, línea roja con número “2”, y posteriormente la fase γ , línea verde con número “3”. Finalmente, se forman diferentes fases como σ y γ'' .

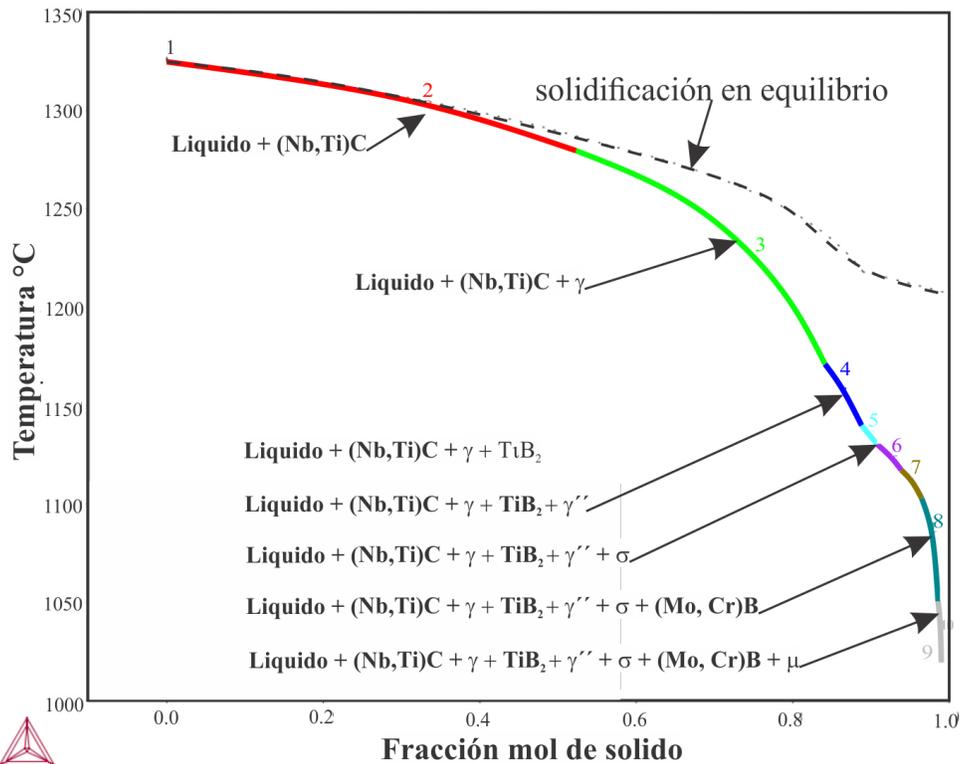


Figura 17. Diagrama de Scheil de la aleación Inconel IN-718.

En la figura 18 se ve claramente el cambio en fracción mol de los elementos aleantes contenidos en la fase γ durante la solidificación en el estado de no equilibrio calculada por Thermo-Calc. Es decir, esta composición es la esperada en las dendritas de la fase γ en la aleación Inconel IN-718 en estado de colada. La composición indica que es rica principalmente en Ni-Cr y Fe. Esta composición química se utilizó para el estudio cinético de la precipitación por TC-PRISMA y el diseño del tratamiento térmico de homogeneización con TC-DICTRA. También se ve que la fase matriz γ es rica en Ni, Cr y Fe.

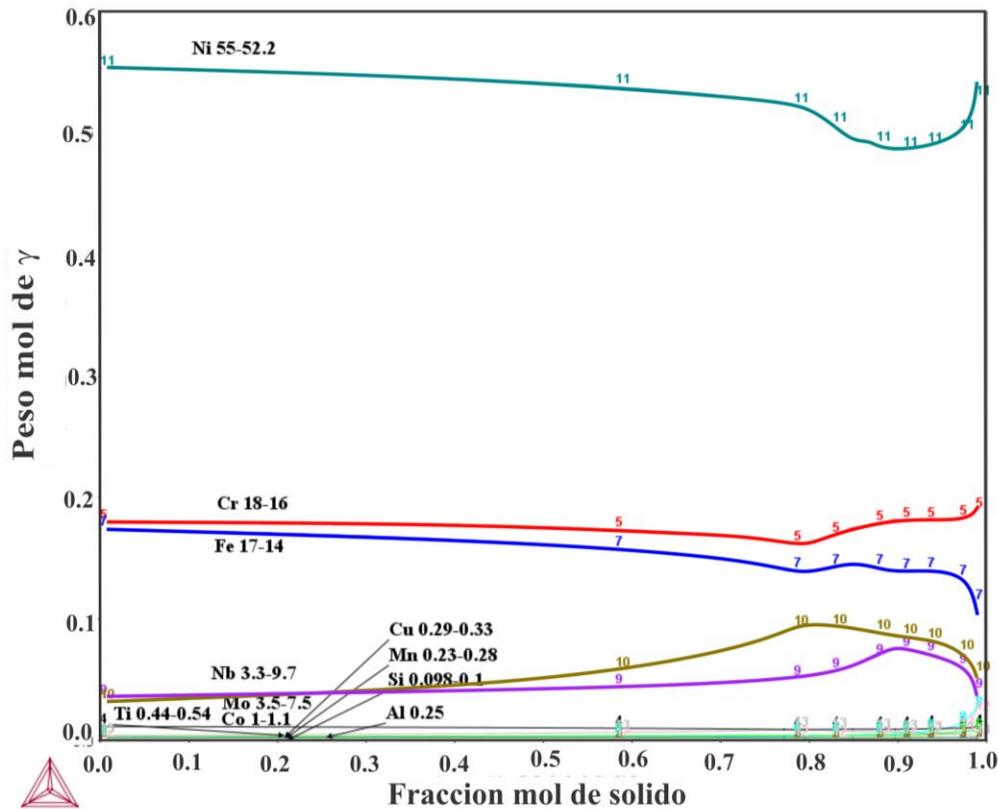


Figura 18. Composición química de la fase γ obtenida por Thermo-Calc.

4.2 Diagrama TTP calculado por TC- PRISMA

La figura 19 muestra el diagrama de Tiempo-Temperatura Precipitación (TTP) del Inconel 718. En él se observa que arriba de 1000 °C, la fase estable es la fase γ . Es decir, las temperaturas de homogeneización y solubilizado (1070 y 1080 °C, respectivamente) son adecuadas. Adicionalmente, se observa que durante el envejecido a una temperatura de 600 °C ocurre muy rápidamente la siguiente reacción de precipitación:



La cinética más rápida ocurre a aproximadamente 900 °C. Este diagrama concuerda con el diagrama de la literatura [17] de la figura 4.

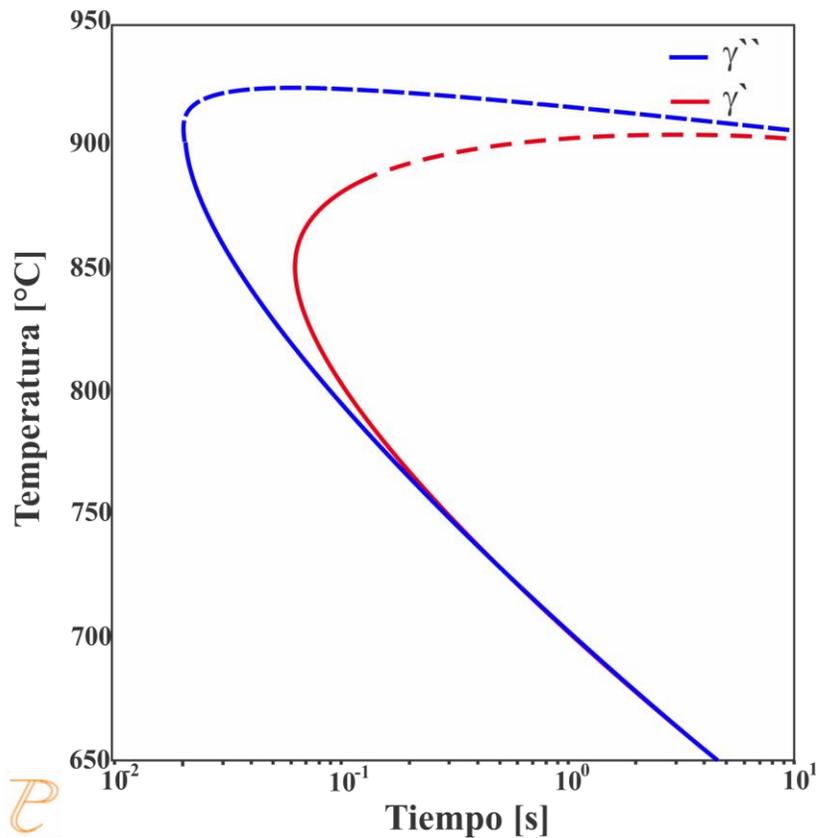


Figura 19. Diagrama TTP para la precipitación intergranular.

4.3 Diseño del tratamiento térmico de homogeneización por Thermo-Calc

La figura 20 muestra la gráfica de la concentración de Nb versus la distancia para un homogeneizado a 1070 °C. La zona más pobre tiene 4 % Nb y la más rica 10 % Nb, figura 3. En este diagrama se observa que a un tiempo de 1000000 s, el Nb que se encuentra en la fase (Nb,Ti)C no se alcanza a homogeneizar en la matriz, por lo éste se encontrará presente a pesar del tratamiento térmico.

Por lo anterior, se consideró la variación del contenido de Mo mostrado en la figura 7 y la figura 20 muestra los resultados de la homogeneización a 1070 °C para el Mo. Aquí se observa que para 720000 s (200 h) ya se alcanzó la uniformidad en el contenido de Mo. Esto es, la temperatura y tiempo experimentales de homogeneización de 1070 °C por 5 h, no son suficientes para alcanzar la homogeneización; sin embargo, con el tratamiento adicional de solubilizado a 1080 °C por 3 h se logra una mayor homogeneización.

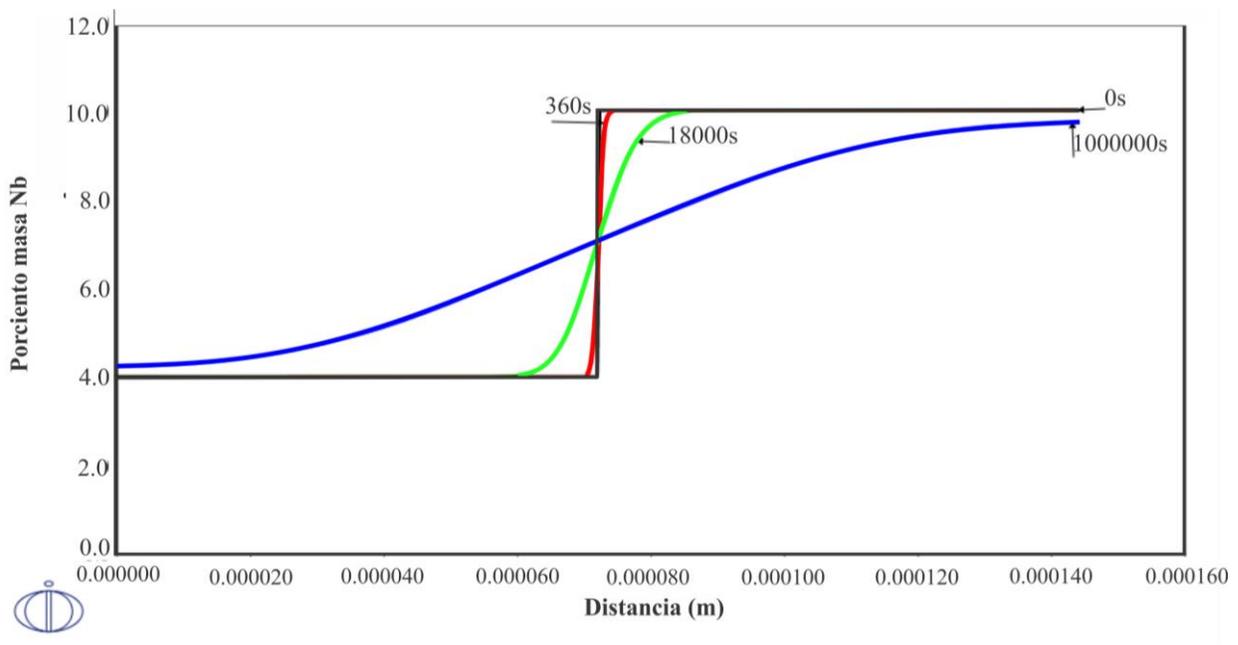


Figura 20. Gráfica de concentración de Nb versus distancia para un homogeneizado a 1070 °C.

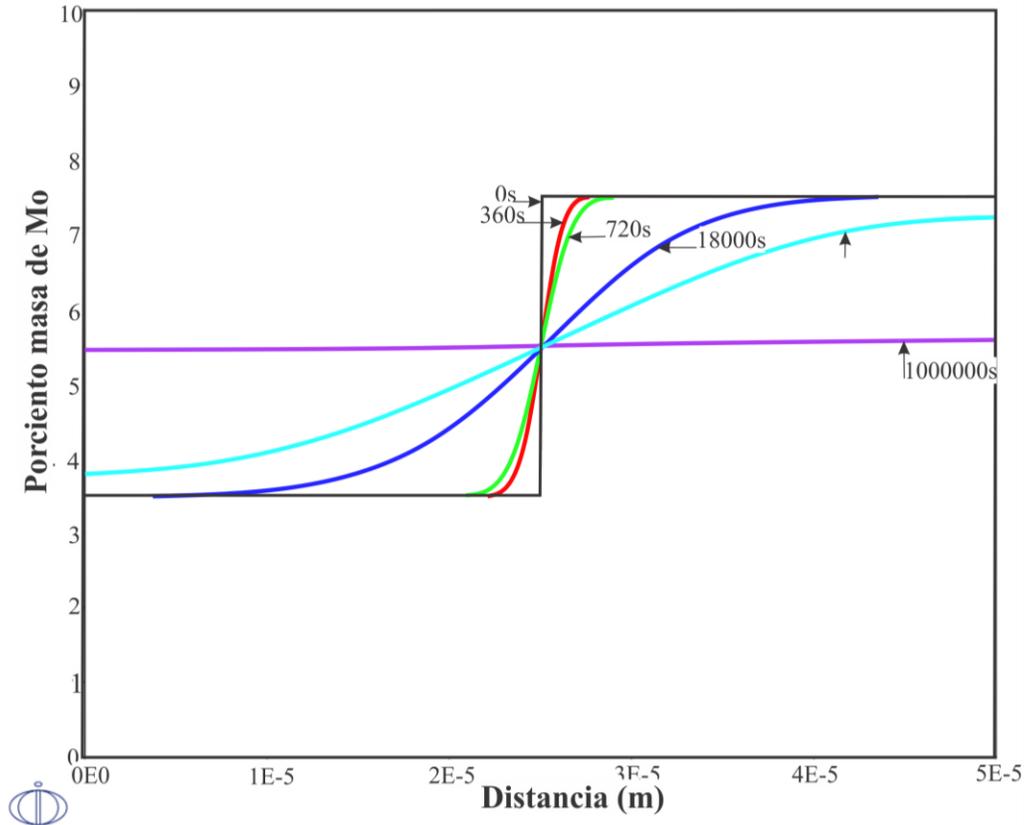


Figura 21. Gráfica de concentración de Mo versus distancia para un homogeneizado a 1070 °C.

4.4 Caracterización microestructural del Inconel IN-718

4.4.1 Microscopia óptica

La figura 22 corresponde a las microfotografías obtenidas por microscopia óptica. Se observa la microestructura de las muestras en estado de colada (MP), homogeneizada (H), solubilizada (S) y envejecida (E). En la muestra MP se observa claramente una microestructura dendrítica que se rompe con el tratamiento térmico de homogeneizado, muestra H. En las muestra solubilizada y envejecida, S y E respectivamente, se siguen observando la presencia de precipitados de menor tamaño y homogéneamente distribuidos en la matriz.

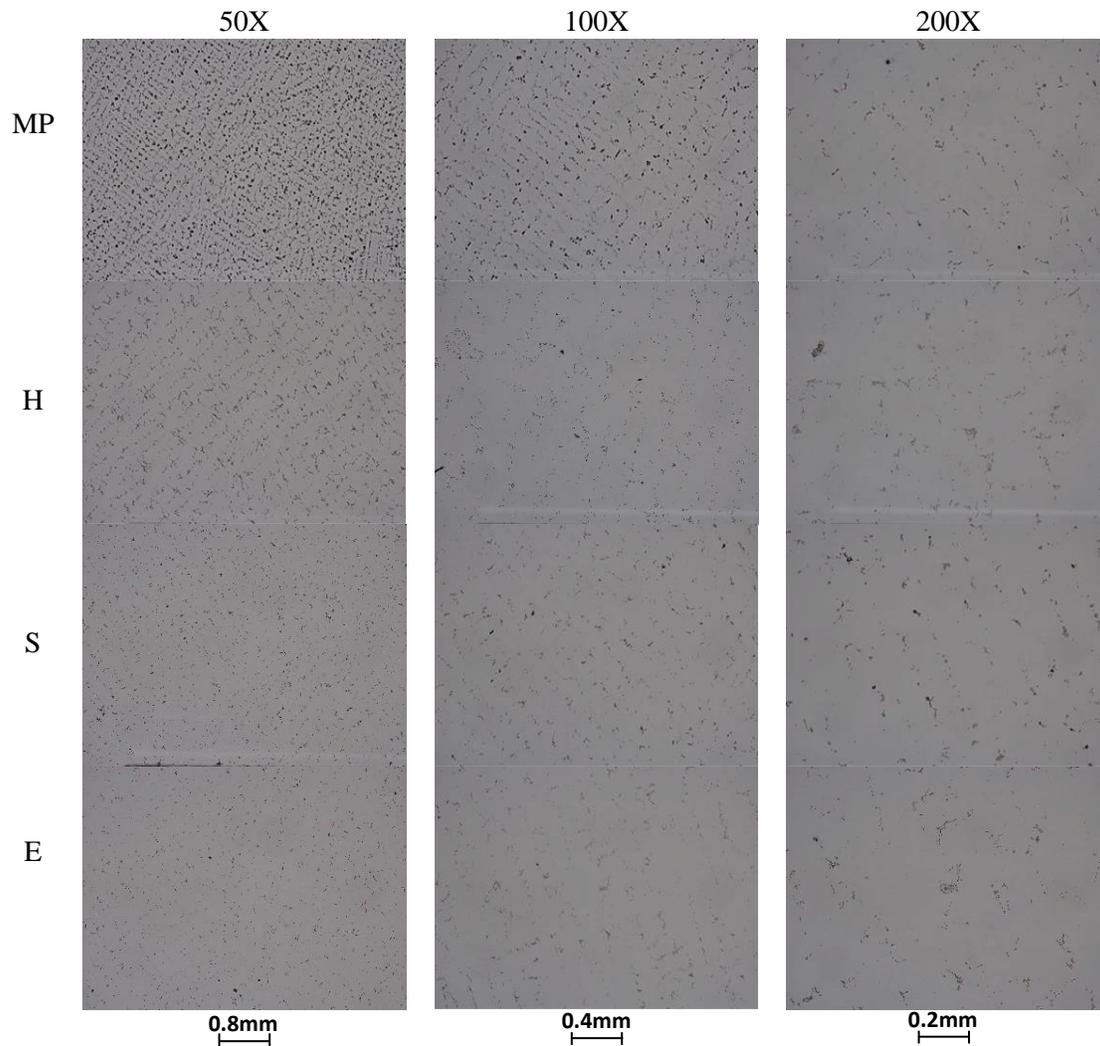


Figura 22. Micrografías obtenidas por microscopía óptica de la aleación IN-718.

4.4.2 Microscopía electrónica de barrido

Las figuras 23 corresponden al mapeo elemental del Inconel IN-718 para los cuatro diferentes estados de ésta aleación. De acuerdo al microanálisis se ve claramente que los precipitados están formados principalmente de Nb, Mo y Ti. En la muestra MP además se aprecia que el Nb y Mo rodean a los precipitados. Es importante mencionar que también se realizó el mapeo de los elementos Fe, Mn, Al, Co y Cu presentes en el Inconel IN-718 y están homogéneamente contenidos en la aleación, figura 24.

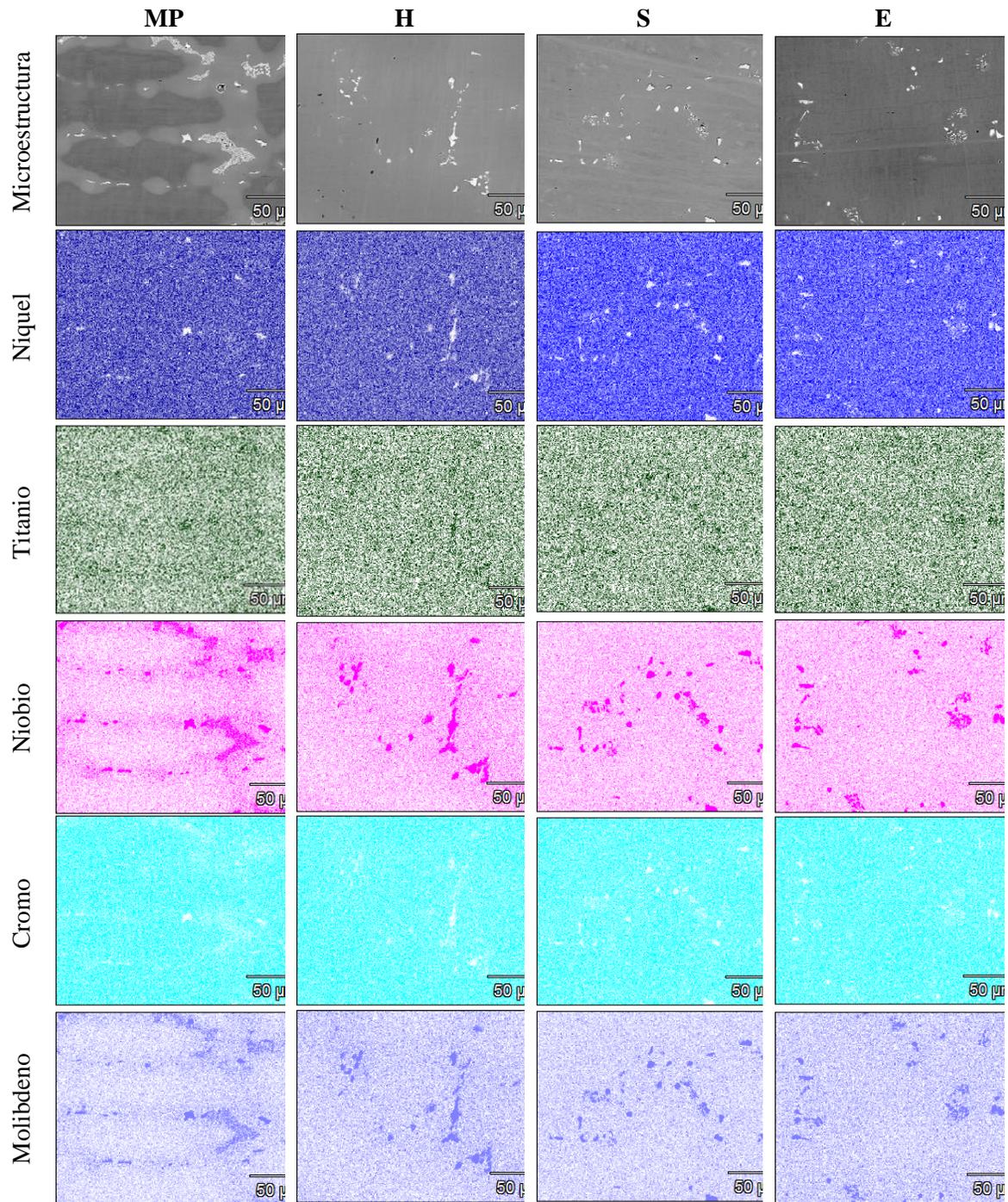


Figura 23. Mapeo de elementos por MEB de la Superaleación

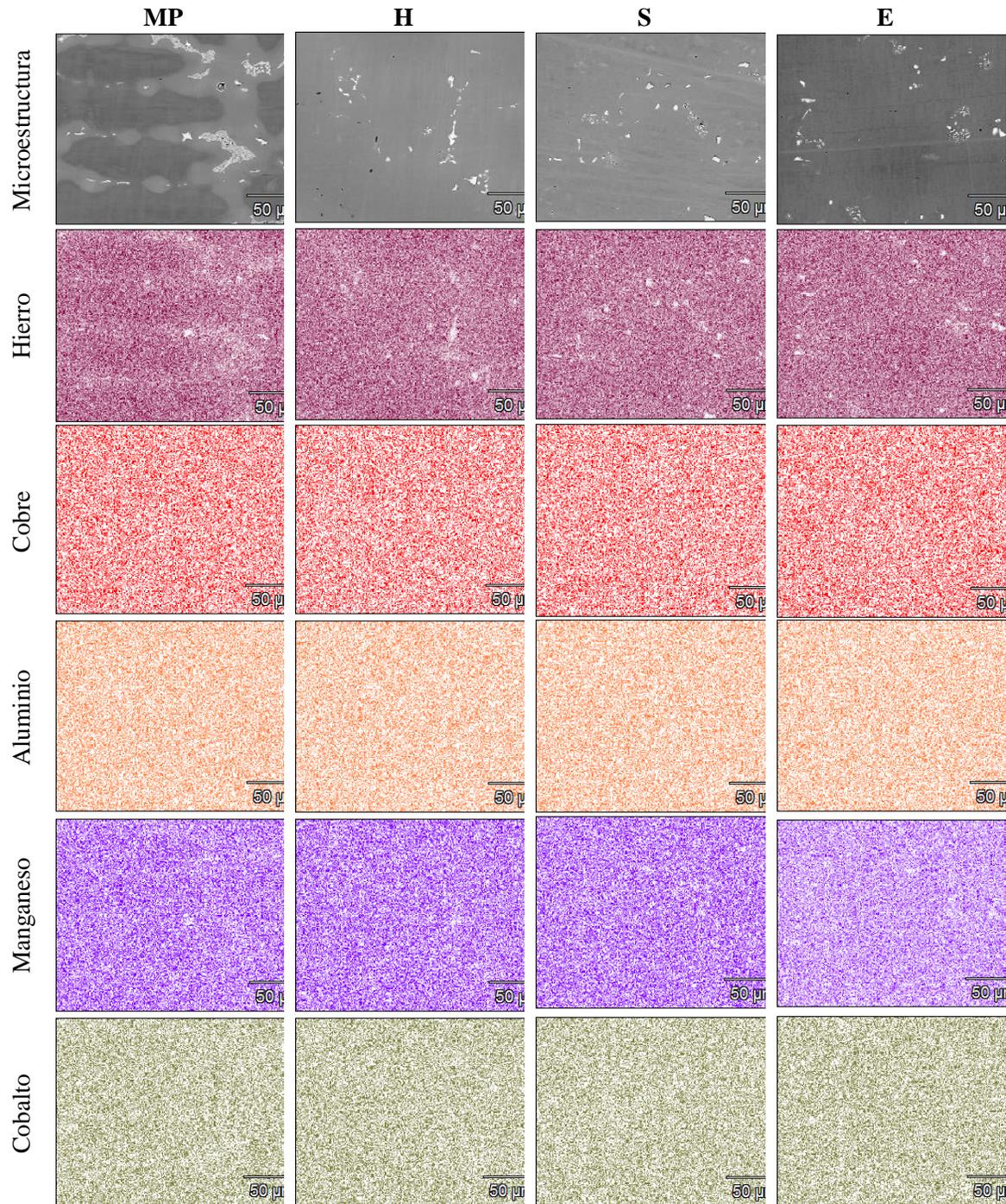


Figure 24. Mapeo de elementos por MEB de la Superaleación

La figura 25 corresponde a las muestras MP y E, Envejecido a 600°C y por 8h. Los precipitados de Nb, Mo y Ti de la muestra MP se fraccionan con los tratamientos térmicos de homogeneizado, solubilizado y finalmente en el envejecido estos son más pequeños como se puede apreciar en dicha figura.

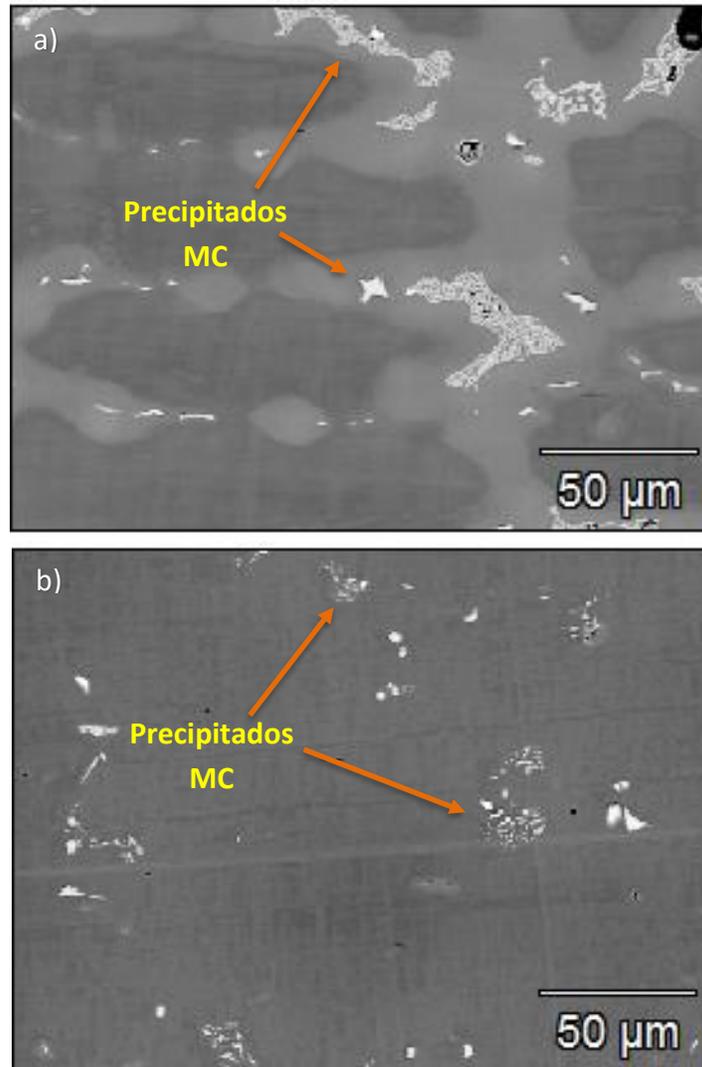


Figura 25. Micrografías por MEB de las muestras

4.4.3 Caracterización por DRX del Inconel IN-718

Las figuras 26, 27, 28 y 29 corresponden a los patrones de difracción de rayos X de las muestras MP, H, S y E respectivamente. La velocidad de x y un ángulo de x de las muestras. En todas ellas se observa que los picos de difracción de rayos X corresponden a las fases γ y precipitados del tipo MC, en donde la M puede ser Nb, Mo y Ti. Esto concuerda con lo predicho por Thermo-Calc. Sin embargo, además de estas dos fases, Thermo-Calc predice la existencia de una tercera fase: γ' , que no fue observada por MEB ni por DRX. Es importante mencionar que todas éstas fases tienen una estructura cristalina fcc (cubica centrada en las caras).

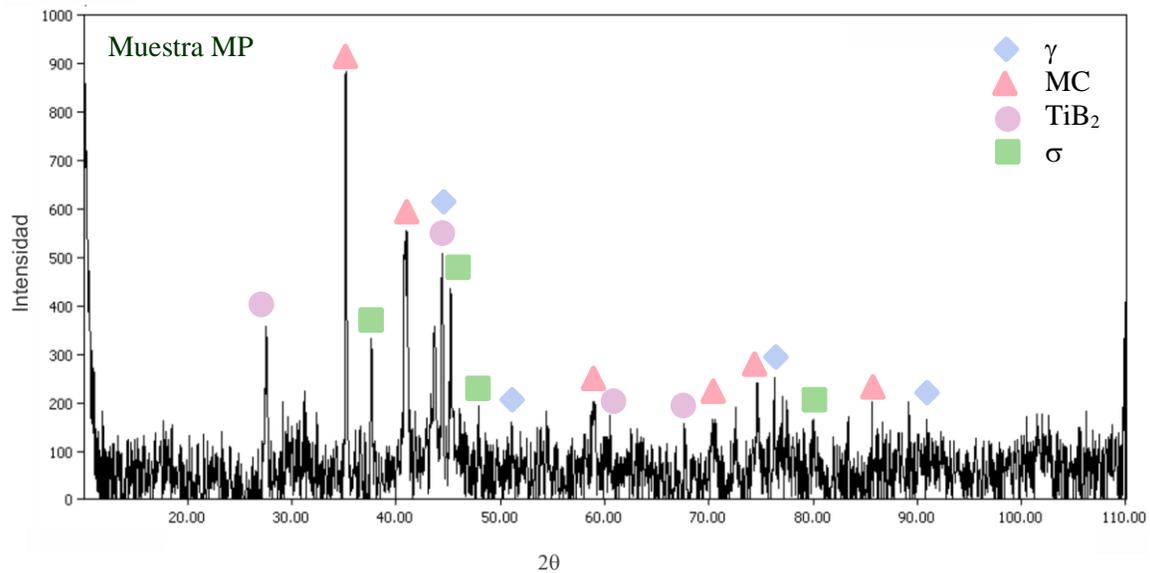


Figure 26. Diffractograma de la superaleación IN-718 de la muestra MP.

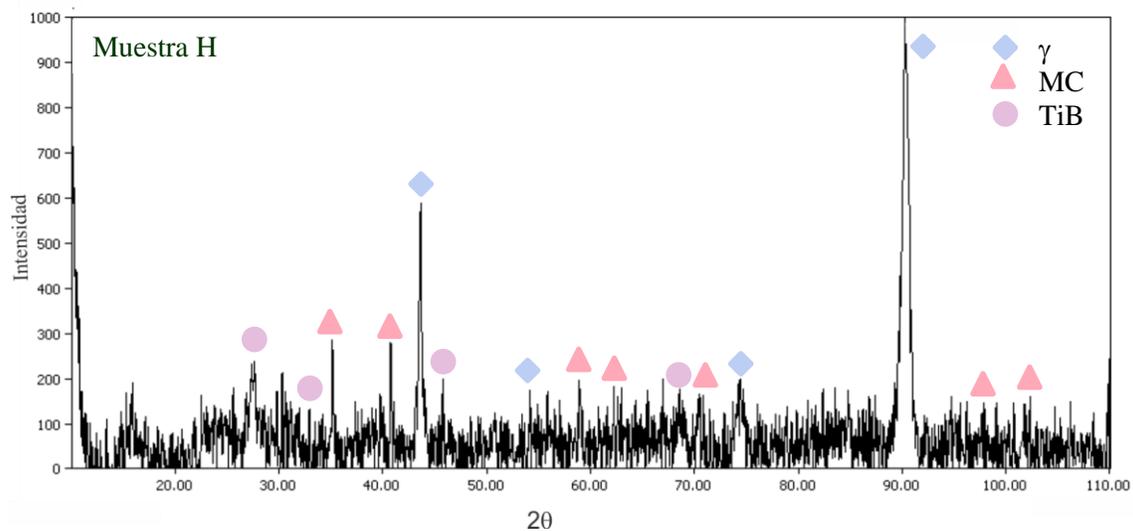


Figura 27. Diffractograma de la superaleación IN-718 de la muestra H

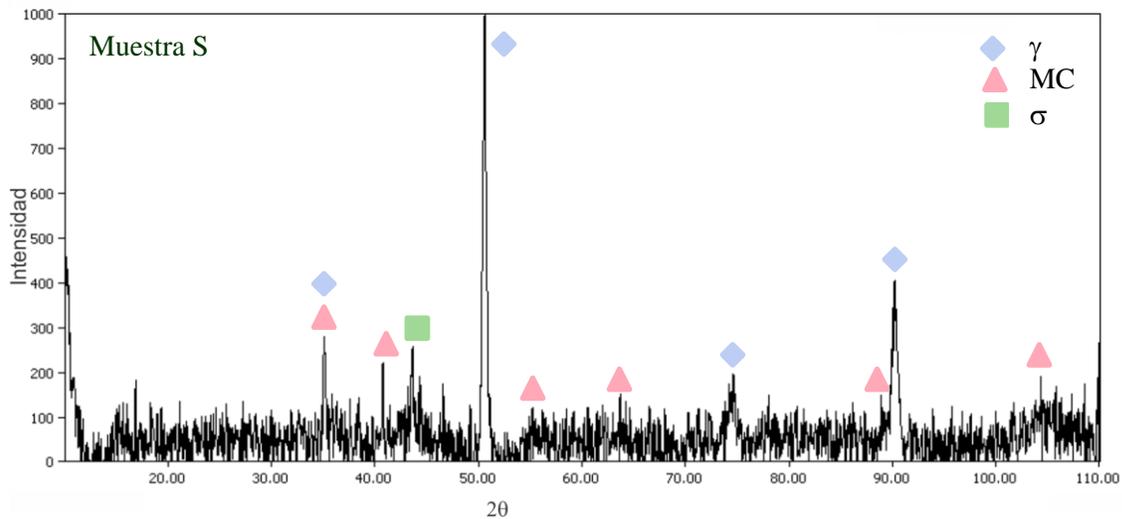


Figura 28. Diffractograma de la superaleación IN-718 de la muestra S.

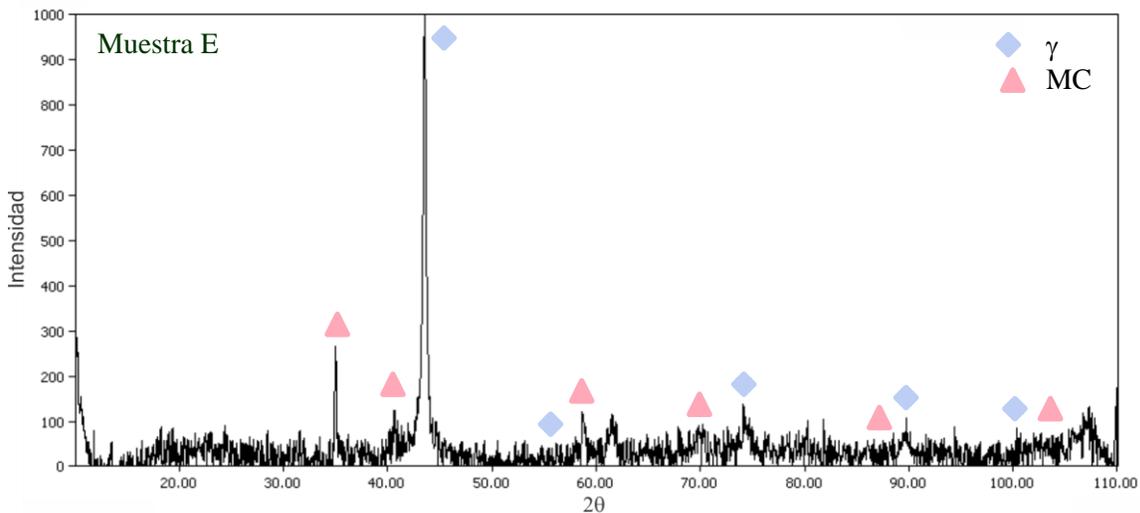


Figura 29. Diffractograma de la superaleación IN-718 de la muestra E.

4.5 Caracterización mecánica del Inconel IN-718

Para la caracterización mecánica de la superaleación Inconel IN-718, se determinó la microdureza Vickers aplicando una carga de 100 gf. La microdureza se determinó en la matriz, los precipitados y al azar. La figura 30 corresponde a las gráficas de dureza de las muestras MP, H, S y E del Inconel IN-718. Se ve claramente que la dureza en la matriz, además de aumentar, se uniformiza con cada tratamiento térmico, mientras que en los precipitados solo aumenta su dureza.

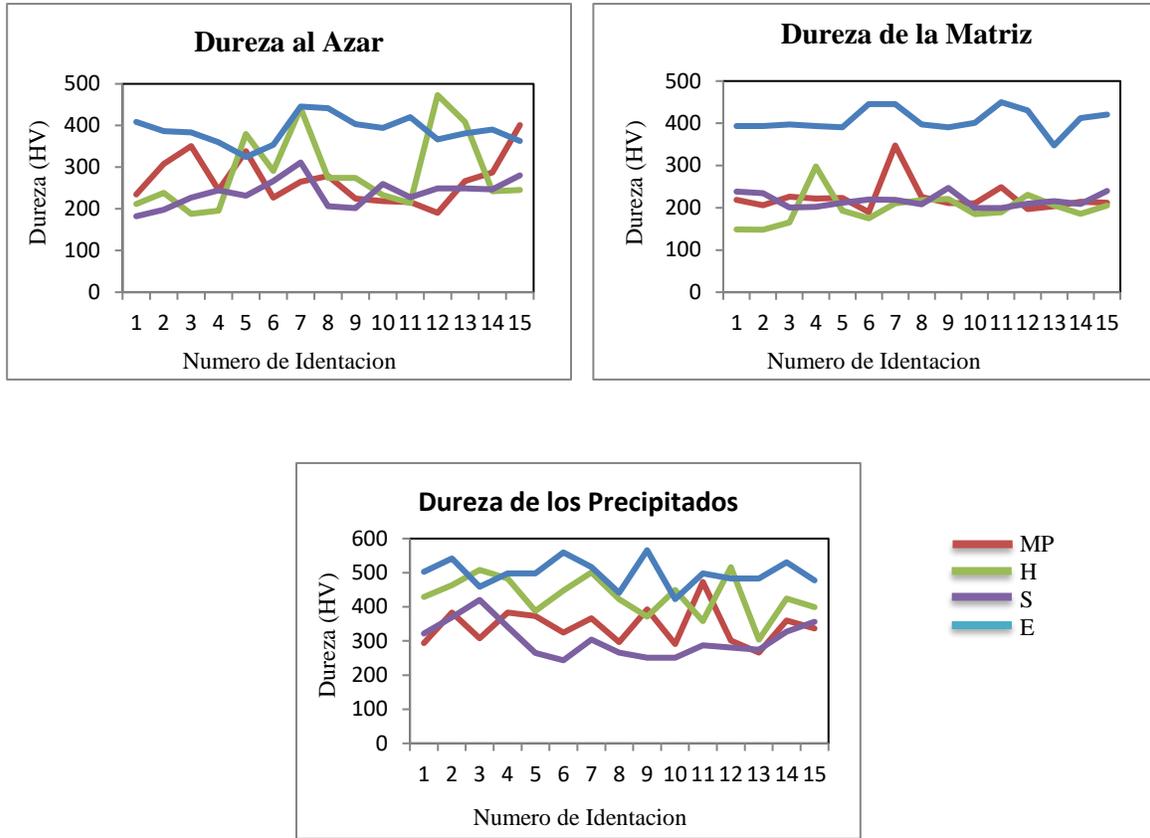


Figura 30. Graficas de dureza Vickers vs. Número de indentación de las muestras MP, H, S y E.

La tabla 6 corresponde al promedio de la dureza medida de las cuatro muestras y la figura x es una gráfica de barras en donde se aprecia que la dureza es casi la misma para las condiciones de colada y homogeneizado. En la condición de solubilizado se ve que la dureza disminuye muy poco y esto se explica porque se rompe la estructura dendrítica y se uniformiza la composición química. La dureza en la muestra envejecida es mayor, de acuerdo a Thermo-Calc, se presume que es debido a la formación de la fase γ' , aunque no pudo ser identificada por MEB ni por DRX.

Tabla 6. Valores de dureza Vickers

Muestra		Dureza (HV)
		Promedio
MP	Al Azar	270,133
	Matriz	223,633
	Precipitados	343,327
H	Al Azar	287,313
	Matriz	198,540
	Precipitados	431,033
S	Azar	238,820
	Matriz	216,907
	Precipitados	303,940
E	Azar	388,080
	Matriz	407,313
	Precipitados	498,420



Figura 31. Promedio de las durezas en la matriz de la superaleación IN-718.

4.6 Comparación de resultados calculados y experimentales

La tabla 7 resume los resultados experimentales y calculados por Thermo-Calc. En las microestructuras obtenidas de la caracterización experimental se ve claramente como transforma la estructura dendrítica. Aquí se reporta que la estructura dendrítica va desapareciendo gradualmente y las fases observadas coinciden con las predichas por Thermo-Calc, a excepción de la condición de envejecido, donde no se detectó la presencia de precipitados de la fase γ' . Asimismo, se observa que la dureza disminuye en el caso de la aleación homogeneizada, lo que sugiere una mayor homogeneidad química y aumenta considerablemente en el caso de la superaleación envejecida.

Estos resultados indican que, aunque no hay una homogeneidad completa, ésta es buena, tanto que permite casi eliminar la estructura dendrítica y uniformizar la dureza.

Tabla 7. Resultados obtenidos durante la experimentación de las muestras MP, H, S y E.

Condición	Temp./t	Microestructura	Fases Experimentales	Fases Thermo-Calc	Dureza promedio en la matriz	Comentarios
MP	-	Dendrítica con precipitados	γ (Ti,Nb)C TiB ₂ σ	γ (Ti,Nb)C TiB ₂ (Cr,Mo)C γ' σ	223.6	Estructura dendrítica
H	1070°C por 5 horas	Precipitados y Rompimiento de dendritas	γ (Ti,Nb)C TiB ₂	γ Ti,Nb)C TiB ₂ γ'	198.5	Se empieza a eliminar estructura dendrítica
S	1080°C por 3 horas	Precipitados y Rompimiento de dendritas	γ (Ti,Nb)C σ	γ (Ti,Nb)C TiB ₂ γ'	216.9	Casi se eliminó la estructura dendrítica
E	600 °C por 8 horas	No se observan precipitados	γ (Ti,Nb)C	γ (Ti,Nb)C TiB ₂ γ'	407.3	Casi se eliminó la estructura dendrítica

Conclusiones

Se llevó a cabo un análisis microestructural de los tratamientos térmicos aplicados a una superaleación de Inconel IN-718 y se llegó a las siguientes conclusiones:

1. Al utilizar el programa de simulación numérica Thermo-Calc fue posible hacer el análisis de los tratamientos térmicos que se llevan a cabo en la industria
2. El módulo de Scheil de Thermo-Calc predice primero la solidificación del (Nb,Ti)C y posteriormente de la fase γ lo que concuerda con las fases observadas experimentalmente.
3. El tratamiento térmico de homogeneización permitió prácticamente destruir la microestructura dendrítica. Esto concuerda con el tiempo de tratamiento térmico de 200 h calculados por Thermo-Calc. Esto es, con los tiempos usados no se logra la completa homogeneidad química.
4. La dureza de la aleación se uniformizó como el resultado de la homogeneización química durante el tratamiento térmico.
5. El envejecido de la superaleación aumenta considerablemente la dureza debido a la precipitación de la fase γ' ; sin embargo, debido a su tamaño y fracción no fue posible detectarla.
6. Por lo hecho experimentalmente y los resultados de Thermo-Calc, se concluye que es necesario darle un mayor tiempo de solubilizado para romper completamente la estructura dendrítica.

Referencias

1. Raymond, R. Out of the Fiery Furnace. Penn State Press. (1986).
2. Madeleine Durand- Charre. CRC. La microestructura de superaleaciones United States of America. 1998
3. Tin S. and Pollock T.M. Illinois. Nickel based superalloys for blade application: production, performance and application. Institute of Technology. EUA. 2010
4. Roger C. Reed The superalloys, fundamentals and applications. Cambridge University Press. EUA. 2006
5. Tian, X., Zhao, J., Gong, Z., et al.: Effect of cutting speed on cutting forces and wear mechanisms in high-speed face milling of Inconel 718 with Sialon ceramic tools. Int. J. Adv. Manuf. Technol. 69, 1–10 (2013)
6. Herlinda Valdez Reyes y Leandro Barragán. ITT. Materiales avanzados: Las superaleaciones. México. 1980.
7. Juan M. de la Torre Cursach Montecorvo Metales y aleaciones para altas temperaturas España. 1964
8. ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys (#06178G)
9. F.R. Morral. Cobalt and cobalt alloys. Cobalt Information Center. Third Edition. Belgium. 1967
10. Roger C. Reed, the Superalloys, Fundamentals and Applications. Cambridge University Press. 2006
11. G.W. Meetham, The Development of Gas Turbine Materials 1st ed., Applied Science, London, 1981.
12. Superalloys, Edited by Mahmood Aliofkhazraei, InTech Publishers 2015.
13. ASM Metals Handbook Heat Treating Volume 04
14. H. Hucek, Ed., Aerospace Structural Metals Handbook, MPDC, Battelle Columbus, 1990, Section 4105, p7

15. J.W. Brook and PJ Bridges, in Superalloys. The Metallurgical Society. 1988, p 33-42
16. D. F. Paulonis, J. M. Oblak, and D. S. Duvall, "Precipitation in nickel-base alloy 718," Trans. ASM, vol. 62, no. 3, pp. 611–622, 1969.
17. Kirman and D. H. Warrington, "The precipitation of Ni₃Nb phases in a Ni-Fe-Cr-Nb alloy," Metallurgical Transactions, vol. 1, no. 10, pp. 2667–2675, 1970.
18. J.M. Moyer, en Proceedings of Superalloys 1984 Conference, The Metallurgical Society, 1984, pág. 445
19. J.P. Collier, A.O. Selius y J.K. Tien, en Proceedings of Superalloys 1988 Conference, The Metallurgical Society, 1988, p 43
20. Andreas Öchsner Holm Altenbach Editors Machining, Joining and Modifications of Advanced Materials
21. Manual. Thermo-Calc User Interface and Modules. Thermo-Calc Software System. Foundation of Computational Thermodynamics Stockholm pp.49-51.2008.
22. Manual. DICTRA. ThermoCalc Software. Thermo-Calc Software System. Foundation of Computational Thermodynamics Stockholm pp.1-2.2010.
23. Apuntes V. López. de Transformaciones de Fase. Agosto 2013.