



DOCTORADO EN CIENCIAS EN METALURGIA  
Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES  
INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES  
UNIVERSIDAD MICHOACANA DE  
SAN NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE DOCTORADO EN  
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL, MECÁNICA Y DE TERMOFLUENCIA DE  
LA UNIÓN SOLDADA DE INCONEL 600

Tesis que para obtener el grado de  
Doctor en Ciencias en Metalurgia y Ciencias de los Materiales

Presenta:

M.C. Lourdes Yareth Herrera Chávez

Asesores:

Dr. Alberto Ruíz Marín

Dr. Víctor Hugo López Morelos

Morelia Michoacán, Febrero 2020

# HOJA DE TITULO

## OFICIO DE ASIGNACIÓN DE SINODALES



Instituto de Investigación  
en Metalurgia y Materiales

Of. Núm. IIMM-ST-009-2020.

Morelia, Mich., Enero 23 del 2020.

**M. C. LOURDES YARETH HERRERA CHAVEZ**

**Presente**

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que, para presentar su examen de grado de Doctor en Ciencias en Metalurgia y Ciencias de los Materiales, con la tesis titulada **"CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL, MECANICA Y DE TERMOFLUENCIA DE LA UNION SOLDADA DE INCONEL 600"**, le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

9700394-8	DR. ALBERTO RUIZ MARINES	(Director)
0500269-9	DR. VICTOR HUGO LOPEZ MORELOS	(Co-Director)
0100048-9	DR. JORGE A. VERDUZCO MARTINEZ	(Vocal)
1201014-9	DR. CARLOS RUBIO GONZALEZ	(Vocal)
0300379-5	DR. HECTOR G. CARREON GARCIDUEÑAS	(Vocal)
1501007-3	DRA. NOEMI ORTIZ LARA	(Suplente)

Agradeciendo de antemano las atenciones que se sirva prestar a la presente, aprovecho para enviarle un cordial saludo.

U. M. S. N. H.

Atentamente

  
**Dr. Victor Hugo López Morelos**  
Director

  
Instituto de Investigación  
en Metalurgia y Materiales  
**Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales**  
**Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo**

VHLM/ea

## DEDICATORIA

Esta tesis está dedicada a:

A mis padres Heriberto y Lourdes quienes con su amor, paciencia y esfuerzo me han permitido llegar a cumplir hoy un sueño más, gracias por inculcar en mí el ejemplo de esfuerzo y valentía.

A mis hermanos Heriberto, Adrián y Valeria por su cariño y apoyo incondicional, durante todo este proceso, por estar conmigo en todo momento gracias. A toda mi familia porque con sus, consejos y palabras de aliento hicieron de mí una mejor persona y de una u otra forma me acompañan en todos mis sueños y metas.

## AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT-México) le agradezco la oportunidad de haber sido beneficiaria de una beca durante mis estudios de doctorado, así como los múltiples apoyos para estancias, congresos y financiamiento para llevar a cabo mi proyecto de investigación.

A SENER-CONACyT México que gracias al financiamiento del proyecto: CEMIE-Geo-P18 se logró de logro realizar esta investigación.

Al Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales (IIMM-UMSNH), a su personal académico y técnico, por la oportunidad de desarrollo personal, académico, y convivencia durante mi estadía en el programa de doctorado.

Expreso mi profundo agradecimiento a mi asesor de tesis Dr. Alberto Ruíz Marines por la oportunidad, confianza y apoyo económico que me brindó para llevar a cabo este proyecto de investigación. Así mismo por su motivación y valiosos consejos durante mi estadía en este posgrado.

De la misma manera agradezco a mi co-asesor de tesis Dr. Víctor Hugo López Morelos por su apoyo y comprensión. Además de sus valiosos y acertados comentarios durante la asesoría de la presente tesis.

A los sinodales revisores de tesis: Dr. Jorge A. Verduzco Martínez, Dr. Carlos Rubio González, Dr. Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas, Dra. Noemí Ortiz Lara. Por sus observaciones y recomendaciones, en pro de siempre aportar ideas para obtener resultados confiables y la discusión de los mismos.

A los técnicos y amigos MC. Antonio Rodríguez, MC. Sayil López, Ing. Fernando León por su apoyo, comprensión y ayuda en este proyecto de investigación.

A mis amigos en el IIMM: no terminaría de nombrarlos a cada uno, sin embargo, quiero agradecerles a todos y cada uno de ustedes su apoyo, brindarme su amistad incondicional y hacerme más placentera mi estadía durante el tiempo que nos tocó coincidir en el IIMM. Sin duda los extrañaré ya que se han vuelto parte de mi familia.

## INDICE GENERAL

HOJA DE TITULO .....	i
OFICIO DE ASIGNACIÓN DE SINODALES .....	ii
DEDICATORIA .....	iii
AGRADECIMIENTOS .....	iv
ÍNDICE DE TABLAS .....	viii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	ix
RESUMEN .....	xiv
ABSTRACT .....	xvi
<b>CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN</b> .....	1
1.1 Introducción .....	1
1.2 Justificación .....	4
1.3 Objetivos .....	5
1.3.1 Objetivo general .....	5
1.3.2 Objetivos particulares .....	5
1.4 Hipótesis .....	6
<b>CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA</b> .....	7
2.1 Revisión y discusión del estado de arte. ....	7
2.1.1 Aleaciones base níquel. ....	7
2.1.1.1 Aleaciones endurecidas por precipitación. ....	8
2.1.1.2 Aleaciones endurecidas por solución sólida. ....	9
2.1.2 Metalurgia física y propiedades mecánicas de las aleaciones endurecidas por solución sólida. ....	9
2.1.3 Metalurgia de la soldadura. ....	12
2.1.3.1 Segregación de elementos en la zona de fusión .....	14
2.1.3.2 Zona afectada térmicamente. ....	16
2.2 Termofluencia. ....	17
2.2.1 Mecanismos responsables del fenómeno de termofluencia .....	18
2.2.2 Nucleación y crecimiento de cavidades. ....	21
2.3 Termoelectricidad .....	24
2.3.1 El efecto Seebeck. ....	24
<b>CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL</b> .....	28
3.1 Materiales. ....	28
3.2 Caracterización mecánica y metalúrgica del Inconel 600. ....	28

3.3 Tratamiento Térmico. ....	28
3.3.1 Caracterización de Inconel 600 envejecido a 700°C.....	29
3.3.2 Caracterización mediante técnicas no destructivas. ....	29
3.3.2.1 Potencial Termoeléctrico (PTE). ....	29
3.3.2.2 Caída de potencial de corriente alterna.....	31
3.3.3 Evaluación de microdureza Vickers (HV) en piezas envejecidas.....	32
3.4 Preparación de placas.....	33
3.5 Soldadura de las juntas. ....	33
3.6 Medición de temperatura ....	34
3.7 Caracterización microestructural y mecánica de las uniones soldadas.....	35
3.7.1 Caracterización metalográfica.....	35
3.7.2 Evaluación de microdureza Vickers (HV). ....	36
3.7.3 Caracterización mecánica.....	36
3.7.4 Ensayos de termofluencia.....	36
<b>CAPÍTULO 4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....</b>	<b>38</b>
4.1 Microestructura del metal base. ....	38
4.2 Caracterización de muestras sometidas a tratamiento térmico. ....	40
4.2.1 Caracterización metalográfica.....	40
4.2.1.1 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD).....	46
4.2.2 Potencial termoeléctrico (PTE) y microdureza Vickers.....	47
4.2.3 Mediciones de caída de potencial de corriente alterna.....	49
4.3 Caracterización de la unión soldada. ....	50
4.3.1 Caracterización metalográfica.....	50
4.3.2 Análisis de distribución de temperatura durante la soldadura.....	58
4.3.3 Propiedades mecánicas del MB y las uniones soldadas.....	61
4.3.3.1 Microdureza Vickers de la unión soldada. ....	61
4.3.3.2 Ensayo de tensión de las uniones soldadas y MB. ....	63
4.3.3.3 Análisis del comportamiento elasto- plástico.....	65
4.3.3.4 EBSD de muestras sometidas a tensión.....	68
4.4 Comportamiento de la soldadura a la termofluencia ....	74
4.4.1 Fractografía de las uniones sometidas a termofluencia.....	78
4.4.2 Evaluación de micro-dureza Vickers de muestras sometidas a termofluencia. ...	86
<b>CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES.....</b>	<b>89</b>
<b>CAPÍTULO 6. TRABAJO A FUTURO ....</b>	<b>92</b>

REFERENCIAS ..... 93

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 3.1.</b> Composición química de los materiales empleados (% peso).....	28
<b>Tabla 3.2.</b> Parámetros de soldadura.....	33
<b>Tabla 3.3.</b> Condiciones de temperatura y esfuerzo de las pruebas de termofluencia. ....	37
<b>Tabla 4.1.-</b> Porcentaje atómico de los elementos del análisis puntual por EDS.....	40
<b>Tabla 4.2.</b> Concentración de elementos presentes en el MB de acuerdo con el análisis EDS de la Figura 4.5 respectivamente (% atómico). ....	44
<b>Tabla 4.3.</b> Concentración de elementos presentes en la muestra envejecida por 100 h de acuerdo al análisis EDS de la Figura 4.6 respectivamente (% atómico). ....	45
<b>Tabla 4.4.</b> Concentración de elementos presentes en la muestra envejecida por 100 h de acuerdo con el análisis EDS de la Figura 4.7, respectivamente (% atómico). ....	46
<b>Tabla 4.5.</b> Concentraciones de Nb y Ti en núcleo de la dendrita (% peso).....	57
<b>Tabla 4.6.</b> Resultados experimentales de pruebas mecánicas de tensión en la unión soldada. ....	65
<b>Tabla 4.7.</b> Exponentes de endurecimiento ( $n$ ) y valores de $K$ obtenidos para MB y unión soldada. ....	68

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 2.1.</b> Solubilidad de carbono en la aleación Inconel 600 [32].	11
<b>Figura 2.2.</b> Diagrama de precipitación de carburos para la aleación Inconel 600 con dos diferentes contenidos de carbono [32].	11
<b>Figura 2.3.</b> Esquema de límites de grano observado en soldaduras de aleaciones que solidifica como austenita [7].	13
<b>Figura 2.4.</b> Proyección de liquidus en la aleación NiCrMo [37].	14
<b>Figura 2.5.</b> Secciones isoterma de la aleación NiCrMo a) 1250°C, b) 1250°C y c) 600°C [37].	15
<b>Figura 2.6.</b> Solubilidad de Ni y C en austenita a varias temperaturas para un contenido de Cr de 18% en peso [38].	16
<b>Figura 2.7.</b> Curvas de termofluencia a diferentes esfuerzos, manteniendo la temperatura constante [40].	18
<b>Figura 2.8.</b> Curvas de termofluencia a diferentes temperaturas, manteniendo un esfuerzo constante [40].	18
<b>Figura 2.9.</b> Flujo de vacancias acorde a los mecanismos a) Nabarro y Herring b) Coble [40].	19
<b>Figura 2.10.</b> Deslizamiento de límite de grano por difusión bajo el modelo de Ashby-Verrall [43]	21
<b>Figura 2.11.</b> Mecanismos de nucleación de cavidades a) deslizamiento de límites de grano que conduce a la formación de cavidades en puntos triples b) nucleación de cavidades por acumulación de vacancias en regiones de alto estrés c) acumulación de dislocaciones en límites de grano d) formación de cavidades a partir de una partícula [25].	22
<b>Figura 2.12.</b> Formación de microhuecos que conducen a la fractura en un espécimen sometido a termofluencia[47]	23
<b>Figura 2.13.</b> Modo de fractura en termofluencia (a) cuña (o tipo w) formada en puntos triples asociada con el deslizamiento de límite de grano y (b) punta de grieta por acumulación de cavidades esféricas.	24
<b>Figura 2.14.</b> Esquema del circuito utilizado para medir la fuerza electromotriz térmica [52].	25

<b>Figura 3.1.</b> Diagrama esquemático de las mediciones de PTE usando el método de punta caliente.....	30
<b>Figura 3.2.</b> Curva de ajuste para el cálculo del PTE. ....	31
<b>Figura 3.3.</b> (a) Imagen del equipo para la determinación de la resistencia eléctrica usando CPCA y (b) esquema de la zapata. ....	32
<b>Figura 3.4.</b> Diseño y dimensiones de la junta.....	33
<b>Figura 3.5.</b> Posición de los termopares en la placa de Inconel 600.....	34
<b>Figura 3.6.</b> Código de programación para la adquisición de datos de temperatura.....	35
<b>Figura 3.7.</b> Dibujo esquemático de las mediciones de microdureza Vickers.....	36
<b>Figura 3.8.</b> Dimensiones de probetas usadas para pruebas de tensión (cotas en mm). ....	36
<b>Figura 3.9.</b> Dimensiones del espécimen sometido a termofluencia (cotas en mm). ....	37
<b>Figura 4.1.</b> Microestructura del metal base (a) utilizando una magnificación de 1000x y (b) utilizando una magnificación de 5000x.....	38
<b>Figura 4.2.-</b> (a) Imagen de MEB a altas magnificaciones, (b) mapeo elemental, (c) Ni, (d) Cr, (e) Fe y (f) C. ....	39
<b>Figura 4.3.</b> Microestructura del Inconel 600 sometida a diferentes tiempos de envejecido (a) MB, (b) 10 min, (c) 1 h, (d) 10 h, (e) 100 h y (f) 200 h.....	41
<b>Figura 4.4.</b> Microestructura del Inconel 600 sometida a diferentes tiempos de envejecido (a) 300 h, (b) 500 h, (c) 1000 h y (d) 2000 h. ....	42
<b>Figura 4.5.</b> Microestructura obtenida por MEB de muestra sometidas a diferentes tiempos de envejecido, (a) MB, (b) 10 h, (c) 100 h, (d) 200 h y (e) 300 h. ....	43
<b>Figura 4.6.</b> Micrografía del MB donde indica las posiciones en las que se realizó EDS....	44
<b>Figura 4.7.</b> Micrografía de la muestra envejecida por 100 h donde indica las posiciones en las que se realizó EDS. ....	45
<b>Figura 4.8.</b> Micrografía de la muestra envejecida por 300 h donde indica las posiciones en las que se realizó EDS. ....	45
<b>Figura 4.9.</b> Imágenes adquiridas por EBSD de granos austeníticos (a) MB, (b) 100 h y (c) 300 h. ....	47
<b>Figura 4.10.</b> Mapa de fases mediante EBSD (a) MB, (b) 100 h y (c) 300 h. ....	48
<b>Figura 4.11.</b> Comportamiento del PTE y microdureza Vickers en función del tiempo de envejecido.....	49

<b>Figura 4.12.</b> Conductividad eléctrica contra tiempo de tratamiento de las muestras de Inconel 600. ....	50
<b>Figura 4.13.</b> Macrografía de la sección transversal de la unión soldada de Inconel 600. ...	51
<b>Figura 4.14.</b> Microestructura de la soldadura por ambos lados del cordón, a-b) parte superior de la soldadura, c-d) centro y e-f) raíz de la soldadura.....	52
<b>Figura 4.15.</b> Microestructura de la unión soldada, en la interface metal de soldadura/ZAT. ....	53
<b>Figura 4.16.</b> Micrografías del centro de la zona de fusión. ....	54
<b>Figura 4.17.</b> Microestructura del cordón de soldadura.....	54
<b>Figura 4.18.</b> Evidencia de precipitados en la zona de fusión. ....	55
<b>Figura 4.19.</b> (a) Micrografía de segundas fases en ZF, (b) análisis puntual EDS, (c) mapeo de Nb, (d) mapeo de Mo, (e) mapeo de Cr y (f) mapeo de Ni.....	56
<b>Figura 4.20.</b> Resultados de las mediciones de los ciclos térmicos de soldadura durante el depósito de raíz en la soldadura de Inconel 600 (a) termopares ubicados en la parte inferior de la placa, (b) termopares ubicados en el centro de la placa y (c) termopares ubicados en la superficie de la placa. ....	59
<b>Figura 4.21.</b> Resultados de las mediciones de los ciclos térmicos de soldadura durante el depósito de relleno en la soldadura de Inconel 600 (a) termopares ubicados en la parte inferior de la placa, (b) termopares ubicados en el centro de la placa y (c) termopares ubicados en la superficie de la placa. ....	60
<b>Figura 4.22.</b> Resultados de las mediciones de los ciclos térmicos de soldadura durante el depósito de vista en la soldadura de Inconel 600 (a) termopares ubicados en la parte inferior de la placa, (b) termopares ubicados en el centro de la placa y (c) termopares ubicados en la superficie de la placa. ....	61
<b>Figura 4.23.</b> Perfiles de microdureza obtenidos a lo largo del (a) depósito de vista (L1), (b) depósito de relleno (L2) y (c) depósito de raíz (L3) sobre la sección transversal mostrada en la Figura 4.13.....	62
<b>Figura 4.24.</b> Imagen de la probeta de tensión al fracturar. ....	63
<b>Figura 4.25.</b> Fractografía los especímenes sometidos a tensión (a) y (b) unión soldada (c) y (d) MB. ....	64

<b>Figura 4.26.</b> Curvas de pruebas de tensión (a) curvas esfuerzo-elongación y (b) curvas esfuerzo-deformación de MB y unión soldada. ....	65
<b>Figura 4.27.</b> Curvas esfuerzo-deformación ajustadas con dos pendientes (a) MB y (b) unión soldada. ....	67
<b>Figura 4.28.</b> Valores experimentales contra curvas modeladas en zona elástica y zona plástica bajo el modelo de Ramberg-Osgood (a) MB y (b) unión soldada. ....	67
<b>Figura 4.29.</b> Figuras de MEB con la técnica de EBSD que muestran la evolución microestructural de muestras deformadas (a) IPFZ del MB sin deformación, (b) patrón de calidad del MB sin deformación, (c) IPFZ del MB deformado cerca de la zona de fractura, (d) patrón de calidad del MB deformado cerca de la fractura, (e) IPFZ de la unión soldada deformada cerca de la zona de fractura, (f) patrón de calidad de la unión soldada sometida a deformación cerca de la fractura y (g) esquema de colores para IPFZ. ....	70
<b>Figura 4.30.</b> Imágenes mediante EBSD de desorientación de granos cristalinos de muestras deformadas (a) MB sometido a deformación cerca de la fractura y (b) unión soldada sometida a deformación cerca de la fractura. ....	71
<b>Figura 4.31</b> Imágenes mediante EBSD de desorientación por medio de kernel (a) MB sin deformación, (b) MB sometido a deformación y (c) unión sometida a deformación. ....	72
<b>Figura 4.32.</b> Mapa de fases mediante EBSD (a) MB sometido a deformación cerca de la zona de falla (b) patrón de calidad del MB sometido a deformación, (c) unión soldada sometida a deformación cerca de la zona de falla y (b) patrón de calidad de la unión soldada sometida a deformación. ....	73
<b>Figura 4.33.</b> Falla del espécimen sometido a termofluencia. ....	74
<b>Figura 4.34.</b> Representación esquemática de las zonas en el espécimen soldado sometido a termofluencia. ....	75
<b>Figura 4.35.</b> Gráficas de termofluencia (a) unión soldada con diferentes esfuerzos a 600°C, (b) Material base a 600°C utilizando 200 MPa y 300 MPa, (c) unión soldada a 500°C con 200 MPa y (d). ....	76
<b>Figura 4.36.</b> Gráfico del parámetro de Larson Miller. ....	78
<b>Figura 4.37.</b> Fracturas las muestras de la unión soldadas sometidas a termofluencia a una temperatura de 600 °C (a) 350 MPa, (b) 300 MPa, (c) 275 MPa, (d) 250 MPa y (e) 200 MPa. ....	80

<b>Figura 4.38.</b> Fracturas muestras de MB sometidas a termofluencia, a) 300 MPa y b) 200 MPa.....	81
<b>Figura 4.39.</b> Fracturas de los especímenes sometidos a termofluencia a 650 °C (a) unión soldada con 200 MPa, (b) MB con 200 MPa, (c) unión soldada con 150 MPa y (e) MB con 150 MPa.....	81
<b>Figura 4.40.</b> Fracturas de los especímenes sometidos a termofluencia a 700 °C con un esfuerzo de 150 MPa (a) unión soldada y (b) MB.....	82
<b>Figura 4.41.</b> Corte longitudinal de fracturas de especímenes sometidos a termofluencia (a) 350 MPa, (b) 300 MPa y (c) 250 MPa. ....	83
<b>Figura 4.42.</b> Microhuecos y microfracturas en la unión soldada sometida a 600 °C (a) 350 MPa y (b) 250 MPa. ....	83
<b>Figura 4.43.</b> Microhuecos y microfracturas de muestras sometidas a 650 °C con 150 MPa (a) unión soldada y (b) MB. ....	85
<b>Figura 4.44.</b> Precipitados en límites de grano en muestra sometida a 350 MPa a 600°C. ...	85
<b>Figura 4.45.</b> Mapeo elemental en espécimen sometido a termofluencia con un esfuerzo de 350 MPa a 600°C.....	87
<b>Figura 4.46.-</b> Perfiles de microdureza de las uniones soldadas sometidas a termofluencia a 600 °C (a) 350 MPa y 300 MPa, (b) 275 MPa y 250 MPa (c) 200 MPa.....	88

## RESUMEN

En la primera parte de este estudio se investigó la factibilidad de la aplicación del potencial termoeléctrico (PTE) y la caída de potencial de corriente alterna (CPCA) como alternativas no destructivas para detectar cambios microestructurales causados por un envejecimiento térmico a una temperatura de 700°C y diferentes tiempos de permanencia en especímenes de la aleación de Inconel 600. Para ello, los cambios microestructurales se analizaron mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) y se monitorearon usando mediciones de microdureza.

En las muestras envejecidas el PTE presenta un incremento gradual conforme se incrementa el tiempo de envejecimiento en el rango de tiempo de 0.166 hasta 100 h. Después de 100 h, el PTE decrece rápidamente hasta alcanzar valor mínimo en un tiempo de permanencia de 500 h. Después de 500 h, el PTE vuelve a incrementar ligeramente para un tiempo de 1000 h y continúa para después no mostrar cambios en un tiempo de 2000 h. Interesantemente, las mediciones de microdureza muestran un comportamiento similar al PTE. Estos datos pueden proporcionar información útil para relacionar las propiedades termoeléctricas con cambios microestructurales de la aleación Inconel 600.

En una segunda parte del proyecto, placas de la aleación Inconel 600 fueron soldadas mediante el proceso de GMAW utilizando un electrodo ERNiCrMo-3, con el objetivo de evaluar el efecto de las variables del proceso de soldadura en la microestructura, propiedades y comportamiento mecánicos a altas temperaturas (termofluencia). La caracterización microestructural de las muestras soldadas reveló la presencia de precipitados ricos en Mo y Nb en espacios interdendríticos localizados en la zona de fusión (ZF), además de un crecimiento de grano significativo en la zona afectada térmicamente de alta temperatura (ZATAT). Los resultados de las pruebas mecánicas en los especímenes de la unión soldada sometida a tensión mostraron que el proceso de soldadura causa una disminución global en la respuesta mecánica de aproximadamente de 87 MPa en comparación con los resultados de probetas de MB. La fractura de las muestras soldadas ocurrió en la zona afectada térmicamente de baja temperatura (ZATBT), el espécimen soldado y el MB sometidos a tensión presentaron una fractura del tipo dúctil. El comportamiento en la región elastoplástica de las curvas esfuerzo-deformación de las probetas de MB y unión soldada fueron analizadas mediante el modelo de Ramberg-Osgood, utilizando dos pendientes en la curva  $\log(\sigma)$ - $\text{Log}(\epsilon)$

de los datos de la zona de endurecimiento por deformación en el rango de deformación  $0 \leq \epsilon \leq 0.1$ . Un análisis de difracción de electrones retrodispersados (EBSD por sus siglas en inglés) reveló que la muestra del MB sometida a deformación tiene una menor cantidad de deformación plástica (textura) en comparación con la unión soldada, además de que el proceso de soldadura promovió un incremento de carburos en la región de fractura.

Los resultados de los especímenes sometidos a termofluencia muestran que, al utilizar una temperatura de 600°C y un esfuerzo de 300 MPa, la unión soldada tiene una disminución en el tiempo que ocurre la falla del 22% en comparación con el MB. Para la misma temperatura y un esfuerzo de 200 MPa la probeta de la unión soldada presenta una disminución del 7.7% en tiempo en el que ocurre la falla. Cuando la temperatura aumenta a 650 °C y con esfuerzo de 150 MPa, la unión soldada aumenta el tiempo de ocurrencia de la falla en un 5% en comparación de la muestra de MB. Los resultados de la superficie de fractura muestran que la falla por efectos de termofluencia se da en forma intergranular.

Palabras clave: Propiedades termoeléctricas, Caracterización mecánica, Inconel 600, Termofluencia, EBSD.

## ABSTRACT

The first part of this study investigated the feasibility of the application of thermoelectric power (TEP) and alternating current potential drop (ACPD) as non-destructive alternatives to detect microstructural changes caused by aging at a temperature of 700 ° C and different holding times in specimens of the Inconel 600 alloy. For this, microstructural changes were analyzed by scanning electron microscopy (SEM) and monitored using microhardness measurements.

The thermoelectric power gradually increases with increasing holding time from 0.166 h to 100 h. After 100 h, the thermoelectric power starts to rapidly decrease to a minimum value at 500 h. After 500 h, TEP slightly increases at 1000 h and remains unchanged at 2000 h. Interestingly, microhardness measurements show similar behavior to TEP. These data can provide useful information for future work related to thermoelectric properties of IN600 alloy.

In a second part of the project, Inconel 600 alloy plates were welded using the GMAW process with an ERNiCrMo-3 filler wire and the effect of welding process was evaluated in the as-welding joint in terms of microstructure, mechanical properties and behavior at high temperatures (creep). The microstructural characterization of the as-welded samples revealed Mo-Nb rich precipitates in inter-dendritic spaces located in the weld metal and significant grain growth in the high affected zone at high temperature (HAZHT). The results of the specimens of the welded joint under tension showed a decrease of 87 MPa compared to the MB. The failure of the as-welded samples consistently occurred in the high affected zone at low temperature (HAZLT), the as-welded joint and BM showing a ductile fracture. The behavior in the elastoplastic region of the stress-strain curve of BM and as-welding joint were analyzed using the Ramberg-Osgood model, using two slopes in the  $\log(\sigma)$ - $\log(\epsilon)$  curve of the data of the deformation hardening zone in the deformation range to  $0 \leq \epsilon \leq 0.1$ . Characterization of the failure zone by EBSD analysis revealed that fracture as-received base metal sample exhibit an overall lower residual strain (texture) compared to the grains of the fractured welded sample and that near the fracture region the welding process promoted an increment in carbides. The specimens subjected to creep show that when using a temperature of 600 ° C and 300 MPa, in the welded joint the time required for fracture has a 22% decrease compared to the BM. When using a stress of 200 MPa, the welded joint shows a 7.7%

decrease in fracture time. While using a temperature of 650 °C and 150 MPa the welded joint increases by 5% the time in presenting the fracture compared to the BM. The observation of the fracture surface shows that the failure due to creep occurs in an intergranular form.

# CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

## 1.1 Introducción

El Inconel 600 es una súper aleación base níquel utilizada en componentes estructurales para diferentes aplicaciones como tubería de generadores de vapor de los reactores de agua a presión cuya función principal es la extracción de calor del núcleo del reactor. Desde 1970, el Inconel 600 ha sido ampliamente utilizado en las centrales nucleares [1-4]. Esta aleación se utiliza en aplicaciones demandantes debido a su buena resistencia mecánica y resistencia a la corrosión a altas temperaturas. Si esta aleación se expone a temperaturas superiores a 550 °C, durante tiempos prolongados, se presenta la precipitación de carburos de cromo en los límites de grano con la consecuente disminución de su resistencia a la corrosión [5]. Los estudios previos sobre la degradación de las propiedades del Inconel 600, muestran problemas de corrosión tales como: agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo en ambiente acuoso, corrosión intergranular, picaduras debido al agotamiento de cromo y formación de carburos en los límites de grano. El cromo confiere a las superaleaciones buena resistencia al agrietamiento por corrosión bajo esfuerzo en ambiente acuoso, ataque intergranular y picaduras [6]. El contenido de cromo en aleaciones base níquel oscila entre valores de 15% a 30%. Altas concentraciones de cromo promueven la precipitación de carburos de cromo del tipo  $M_7C_3$  y  $M_{23}C_6$  así como de fases intermetálicas ricas en cromo [7]. Estos compuestos precipitan entre 400 y 900 °C de acuerdo con los contenidos de carbono, cromo y molibdeno. La formación de los carburos de cromo en los límites de grano, provocan zonas de empobrecimiento de cromo. Por ejemplo, cuando el material se expone a una temperatura de 700 °C durante tiempos mayores de una hora, se induce la precipitación y crecimiento de carburos tipo  $M_7C_3$  y  $M_{23}C_6$  a lo largo de los límites de grano. El proceso de precipitación dependerá del contenido de carbono que contenga la aleación [8-11]. Las zonas empobrecidas de Cr se forman después de la precipitación de estos carburos, debido a que la difusión del Cr es relativamente baja comparada con la del carbono.

En la industria, los procesos de soldadura por fusión se han utilizado con éxito para unir estos componentes [12, 13]. La principal ventaja de utilizar estos métodos de soldadura, es la rápida implementación de soluciones de reparación en campo y que, comparada con otras técnicas de unión, este es un proceso relativamente más económico. Algunos inconvenientes

de los procesos de soldadura por fusión están relacionados con algunos aspectos metalúrgicos, como la precipitación de carburos, el agotamiento de cromo que afecta la resistencia a la oxidación y la corrosión, además de incrementar la susceptibilidad a la corrosión bajo tensión [14-16] y problemas de formación de defectos, como socavaduras y fragilización en caliente [17]. Un factor clave en la soldadura por fusión de superaleaciones requiere un control cuidadoso del calor de aporte, particularmente para placas donde el espesor es grande y se necesita hacer múltiples depósitos.

Entender el comportamiento mecánico de la unión soldada es de primordial importancia y ha sido de interés para los investigadores. Durante muchos años, diversos investigadores estudiaron el comportamiento de endurecimiento por deformación de un material, esto se ha descrito utilizando diferentes modelos en las curvas esfuerzo-deformación obtenidas de pruebas de tensión cuasiestáticas; y a partir de estas curvas, el exponente de endurecimiento por deformación se puede calcular a partir de parámetros de ajuste. Conocer estas características es importante en el diseño de componentes para asegurar su integridad estructural. Además, modelar el comportamiento no lineal de materiales, permite una caracterización de materiales más sistemática posibilitando el uso de modelos de componentes por medio de elemento finito [18, 19]. En un ensayo de deformación cuasiestático, los materiales exhiben un comportamiento de endurecimiento por deformación distinto, los datos experimentales en la región plástica generalmente resultan en una o dos etapas de deformación plástica. Este comportamiento de endurecimiento por deformación en dos etapas se ha sido representado con gran aceptación mediante el uso de la ecuación de Ramberg-Osgood [18, 20].

La termofluencia se define como la deformación dependiente del tiempo en un material sujeto a esfuerzos que se encuentra a altas temperaturas. Es bien sabido que cuando una aleación se somete a altas temperaturas las propiedades mecánicas decrecen. Las fallas por termofluencia están relacionadas con la temperatura y el tiempo al que es sometida la aleación. Existen fenómenos que se activan térmicamente desde temperaturas por encima de un tercio de la temperatura de fusión de los metales [21].

El comportamiento de los materiales bajo una carga constante en función del tiempo es comúnmente representado en una gráfica deformación-tiempo. Esta gráfica se conoce como la curva de fluencia y se divide en tres regiones [22, 23]. La etapa uno se presenta al aplicar

el esfuerzo, la cual es seguida de una fase donde la tasa de deformación disminuye, hasta que se alcanza una velocidad de fluencia constante o segunda etapa, la cual está caracterizada por un flujo plástico lento pero constante. En la etapa terciaria, la tensión se acelera y el componente finalmente falla. Cabe mencionar que en ensayos a baja temperatura esto es, por debajo de  $0.3T_m$  donde  $T_m$  es la temperatura de fusión, el endurecimiento por deformación es dominante y apenas se alcanza el estado estacionario, es decir, los metales muestran fluencia primaria y la fluencia secundaria suele ser despreciable porque la temperatura es demasiado baja para la recuperación de la fluencia por difusión. A temperaturas altas la formación de vacancias puede ocurrir después de la región primaria, donde la región del estado estacionario es pequeña o inclusive inexistente [23, 24].

Desde el punto de vista físico, el daño por fluencia de los metales es esencialmente la nucleación y el crecimiento de micro grietas intergranulares, las cuales inician en puntos triples en límites de grano donde la coalescencia de micro fracturas induce a una mesofractura [21, 25]. También, ocurre una combinación de varios mecanismos, como endurecimiento por deformación, recuperación, precipitación de carburos, formación de cavidades, etc [26-28]. El mecanismo de termofluencia más significativo a nivel microestructural es el deslizamiento de dislocaciones acompañado de la difusión de vacancias [26].

Mediante la prueba de termofluencia se pueden determinar los efectos de temperatura y el esfuerzo sobre la velocidad de deformación, ya que muchas de las pruebas de fluencia se llevan a cabo utilizando diferentes niveles de esfuerzo a temperatura constante o diferentes temperaturas a esfuerzo constante [24].

Las estructuras soldadas hechas de aleaciones resistentes a la termofluencia, se utilizan a temperaturas y esfuerzos aplicados altos y son susceptibles a una falla prematura en regiones que presentan una microestructura de grano fino de la zona afectada térmicamente de baja temperatura [29]. Debido a que el uso principal de esta aleación es a altas temperaturas, en este trabajo de investigación se realizaron pruebas de termofluencia en material en condición de recepción y en juntas soldadas, para conocer el comportamiento de la unión a diferentes temperaturas y esfuerzos. Lo anterior en base a conocer la evolución de la microestructura de la junta soldada durante este tipo de ensayos a alta temperatura y bajo diferentes cargas estáticas (termofluencia). Esto no ha sido ampliamente estudiado y desde el punto de vista de la integridad estructural, es de primordial importancia conocer el comportamiento a la

termofluencia para establecer adecuadamente las condiciones de operación de componentes soldados.

En este trabajo se estudió primeramente el efecto del envejecimiento térmico de la aleación de Inconel 600 con el fin de relacionar los cambios microestructurales y se analizaron probetas con diferentes tiempos de envejecimiento mediante la técnica no destructiva de potencial termoelectrónico (PTE).

También se realizó la soldadura por múltiples pasadas de placas de Inconel 600 con el alambre de aporte ERNiCrMo-3 que se caracteriza por tener un alto contenido de Nb, esto para suprimir la precipitación de carburos de cromo en la zona de fusión (ZF). Además, se evaluó el efecto del proceso de soldadura en las propiedades mecánicas y el comportamiento de endurecimiento por deformación en las uniones soldadas sometidas a tensión.

Los resultados de esta investigación son de gran interés en la industria relacionada con esta aleación, ya que contribuye a la comprensión de los efectos de la soldadura por fusión, así como en el modelado de estructuras y componentes soldados con alta precisión.

## **1.2 Justificación**

Las superaleaciones son materiales utilizados a altas temperaturas, debido a que tienen una excelente resistencia a la degradación mecánica y química [7, 26, 30]. Sus usos son muchos y variados, pero buenos ejemplos incluyen componentes para turbinas, cohetes e intercambiadores de calor. Una de las razones por las cuales el uso de estas superaleaciones es importante, es debido a que muestran una estructura FCC bastante resistente y dúctil. Además de que el níquel es estable en la estructura cristalina FCC desde la temperatura ambiente hasta su punto de fusión, de modo que no existen transformaciones de fase que causen expansiones y contracciones que puedan complicar su uso en componentes de altas temperaturas. Otra característica importante es que las tasas de difusión para metales FCC como el Ni son bajas es por eso de la importancia la utilización de aleaciones base Ni a altas temperaturas [30].

El uso de soldadura en superaleaciones es necesaria tanto para unir componentes, como para la reparación de algunas piezas. Los procesos de soldadura por fusión se han utilizado con éxito en superaleaciones [12, 13]. La principal ventaja de utilizar estos métodos de unión de

soldadura es la rápida implementación de soluciones para reparación en campo y que comparada con otras técnicas es un proceso relativamente menos caro. Algunos inconvenientes de los procesos de soldadura por fusión están relacionados con algunos aspectos metalúrgicos, como la precipitación de carburos, el agotamiento de cromo que afecta la resistencia a la oxidación y la corrosión, así como el incremento a la susceptibilidad a la corrosión bajo tensión [14-16] y problemas de formación de defectos [17]. Un factor clave en la soldadura por fusión de superaleaciones requiere un control cuidadoso de la entrada de calor, particularmente para placas donde el espesor es grande y es necesario hacer múltiples depósitos.

Entender el comportamiento mecánico de una junta soldada a baja y alta temperatura es de primordial importancia en el diseño de componentes. El estudio del efecto de pruebas a baja y alta temperatura en la microestructura de la unión de soldada de Inconel 600 es de gran interés, esto es debido al impacto de los cambios microestructurales que se pueden presentar durante la soldadura de esta superaleación.

### **1.3 Objetivos**

#### **1.3.1 *Objetivo general***

Evaluar el comportamiento microestructural, mecánico y a la termofluencia de la unión soldada de placas de Inconel 600.

#### **1.3.2 *Objetivos particulares***

- Realizar tratamientos térmicos de envejecido a la superaleación de Inconel 600, con la finalidad de generar condiciones envejecimiento térmico y poder relacionar los cambios microestructurales con técnica de PTE.
- Establecer las variables operativas del proceso de soldadura de Inconel 600 utilizando una placa de ½ pulgada, para así obtener uniones sanas.
- Caracterizar metalúrgicamente la unión soldada, en las distintas zonas generadas durante el proceso de soldadura.
- Realizar ensayos mecánicos en la aleación IN600 y en la junta soldada estudiar y caracterizar microestructuralmente la zona de falla.
- Modelar curvas de esfuerzo-deformación bajo de modelo de Ramberg-Osgood.

- Estudiar el comportamiento a la termofluencia del metal en condición de recepción y en juntas soldadas utilizando diferentes cargas y temperaturas.

#### **1.4 Hipótesis**

El uso de soldaduras en superaleaciones es necesario en la fabricación de componentes en las diferentes industrias de la generación de energía. Las uniones sanas de Inconel 600 son posibles siempre y cuando se utilice un material de aporte y parámetros de soldadura adecuados debido a los problemas de fluidez que presenta la aleación. La afectación térmica que presenta la superaleación al ser unida provoca cambios microestructurales que pueden afectar su comportamiento mecánico. Se espera que las uniones soldadas de Inconel 600 presenten buenas propiedades al ser sometidas a termofluencia.

## CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Revisión y discusión del estado de arte.

En esta sección se muestran algunos trabajos realizados sobre la caracterización, unión y pruebas de termofluencia de superaleaciones base níquel, en particular Inconel 600. Además de una revisión de la teoría existente del comportamiento metalúrgico, mecánico y de termofluencia de estos materiales.

#### 2.1.1 Aleaciones base níquel.

Las aleaciones base níquel son utilizadas a altas temperaturas debido a que muestran una excelente resistencia mecánica y buena resistencia a la corrosión. Desde su aparición en la década de los 50's han permitido grandes avances en la industria aeronáutica. Las superaleaciones base níquel son utilizadas en las secciones más calientes de las turbinas, bajo las cargas más altas, garantizando así la integridad del componente fabricado a partir de ellas. En pocas palabras, un avión moderno no podría volar sin ellas. Las superaleaciones se emplean cada vez más en sistemas de turbinas terrestres utilizados para generar electricidad, ya que la economía de combustible se mejora y las emisiones de carbono se reducen por condiciones de operación a mayor temperatura [30].

Las temperaturas a las que operan estas superaciones base níquel varían desde temperaturas criogénicas hasta temperaturas cercanas a 1200°C esto debido a que la matriz de estas aleaciones en solución sólida permanece con una fase austenítica desde la solidificación hasta el cero absoluto. Con la adición algunos elementos, estas aleaciones son utilizadas en una amplia gama de industrias, incluidas en la generación de energía, la petroquímica, el procesamiento químico, el aeroespacial y en control de contaminación [7].

Existen tres características deseables en un material utilizado a altas temperaturas, la primera, es la capacidad de soportar carga a alta temperatura en funcionamiento cercana a su punto de fusión, la segunda, es su resistencia a la degradación mecánica durante largos periodos de tiempo. Para aplicaciones de alta temperatura, se debe considerar una deformación inelástica e irre recuperable, que es dependiente del tiempo y temperatura, conocida como termofluencia, debido a la activación de fenómenos metalúrgicos a altas temperaturas. Las propiedades de estas superaleaciones base níquel como límite elástico, resistencia a la tracción y tenacidad a

la fractura, deben mantenerse a lo largo del tiempo de servicio en condiciones extremas. La tercera característica es la resistencia a la corrosión en entornos operativos severos. Ya que altas temperaturas de funcionamiento aumentan la posibilidad de oxidación y cualquier degradación de la superficie reduce la vida útil del componente [30].

La metalurgia de las superaleaciones base níquel es bastante compleja debido a la adición de elementos para proporcionar características como endurecimiento por solución sólida (Cr, Co, Fe, Mo, W y Ta), formación de precipitados (Ti, AL y Nb), resistencia a la corrosión (Cr, Al y Ta), resistencia a la corrosión en caliente (Cr, La y Th) y ductilidad a temperaturas intermedias (Hf) [7].

La soldadura por fusión es una técnica crítica de fabricación para aleaciones base níquel. Es importante cuidar los parámetros utilizados, debido a que en la zona afectada térmicamente (ZAT) existe una segregación de elementos hacia los límites de grano promoviendo la formación de precipitados que afectan de manera significativa la soldabilidad y la resistencia de las estructuras soldadas. Para restaurar propiedades de la unión soldada, es necesario el uso de tratamientos térmicos de post soldadura [7].

#### ***2.1.1.1 Aleaciones endurecidas por precipitación.***

El endurecimiento por precipitación en una matriz austenítica (FCC) se da debido a la deformación de la red cristalina provocada por la formación de fases secundarias e intermetálicas. Con la adición de algunos elementos y condiciones apropiadas de tratamiento térmico, se forman algunos precipitados que deforman la red cristalina provocando un endurecimiento. El precipitado endurecedor primario es conocido como gama prima ( $\gamma'$ ) el cual se forma debido a la presencia de Al y Ti, su estequiometría es  $Ni_3(Ti, Al)$ . La fase gama bi-prima ( $\gamma''$ ) de la forma  $Ni_3Nb$  es otro precipitado que provoca endurecimiento por solución sólida. La resistencia de este tipo de aleaciones depende de la cantidad de  $\gamma'$ , a la energía de los límites de anti-fase  $\gamma/\gamma'$  (límite que se forma a través del plano de deslizamiento que representa una capa atómica con una unión incorrecta), y el grado de desorientación de la fase  $\gamma'$  con respecto a la matriz austenítica rica en níquel  $\gamma$  [7].

### ***2.1.1.2 Aleaciones endurecidas por solución sólida.***

El endurecimiento por solución sólida de aleaciones base níquel es primeramente endurecido por la adición de elementos de aleación sustitucionales tales como Cr, Fe, Mo, W y Cu. La adición de Co, Ta y Re en algunas aleaciones puede contribuir al endurecimiento por solución sólida. que proporcionan un endurecimiento en solución sólida de la microestructura austenítica. El Nb puede proporcionar endurecimiento por solución sólida, pero se agrega principalmente como formador de carburos o formador de  $Ni_3Nb$  como precipitado de refuerzo. Los elementos anteriormente descritos endurecen a la aleación por solución sólida siempre y cuando no excedan el límite de solubilidad de la fase austenítica. Con la adición de estos elementos la red austenítica FCC es distorsionada provocando un endurecimiento de la misma [7].

Las aleaciones endurecidas por solución sólida son descritas a mayor detalle siguiente apartado debido a que el presente trabajo se realizó utilizando una de ellas.

### ***2.1.2 Metalurgia física y propiedades mecánicas de las aleaciones endurecidas por solución sólida.***

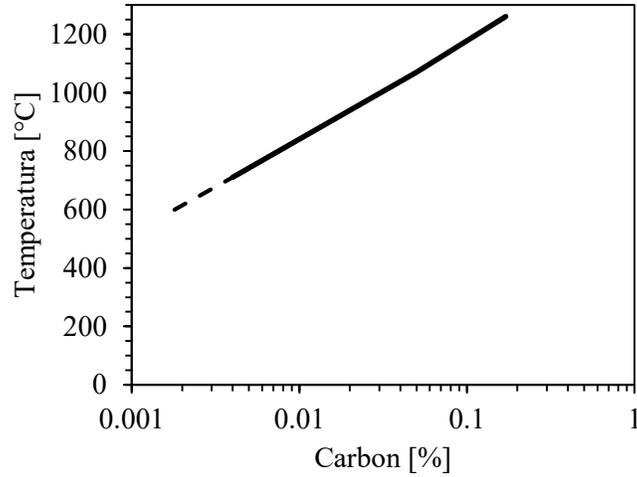
La adición de elementos de aleación sustitucionales tiene como resultado la expansión de los parámetros de red en la estructura FCC de la aleación rica en níquel, resultando como un endurecimiento de la fase austenítica. Estas aleaciones normalmente contienen carburos, cuya naturaleza está determinada por una combinación de composición y tratamiento térmico [7]. Los carburos en las aleaciones base níquel se forman principalmente en los límites de grano. Existen dos efectos competitivos que provocan los carburos sobre las propiedades mecánicas a alta temperatura: los carburos dispersos en el límite de grano tienen un efecto beneficioso sobre la resistencia a la ruptura al reducir el deslizamiento del límite de grano, mientras que los carburos de ciertas morfologías pueden tener efectos adversos sobre la ductilidad. También existe un efecto químico debido a la difusión de elementos para la formación de carburos de la matriz hacia los límites grano. El objetivo de estas aleaciones es utilizar carburos para mejorar las propiedades mecánicas a temperatura elevada y reducir su efecto perjudicial sobre la ductilidad mediante la selección de morfologías adecuadas [30]. Existen cuatro tipos de carburos en estas aleaciones. La adición de elementos como Nb, Ti, W, Mo y Ta formarán carburos del tipo MC [7]. Este carburo se forma primero después de

solidificar y se encuentra tanto en límites como dentro de la matriz. Teóricamente, el HfC es el compuesto más estable, seguido de los carburos de titanio, tantalio, niobio y vanadio [30]. Los carburos MC pueden transformar a bajas temperaturas en un carburo más estable como  $M_{23}C_6$  [30]. Los carburos  $M_{23}C_6$  son promovidos por la adición de elementos como Cr, Mo y W [7]. Este tipo de carburos tiene un efecto significativo sobre las propiedades mecánicas de las aleaciones. Estos carburos precipitan en forma de bloques discontinuos sobre el límite de grano y son beneficiosos porque evitan el deslizamiento de límite de grano. Pero si forman películas continuas pueden tener efectos negativos provocando límites de grano quebradizo. Sin embargo, incluso como carburo en forma de bloque se puede limitar la ductilidad de una aleación fracturando la interfaz carburo-matriz [30]. En la mayoría de condiciones de procesamiento, los carburos MC y  $M_{23}C_6$  son los más comúnmente encontrados en estas aleaciones [7].

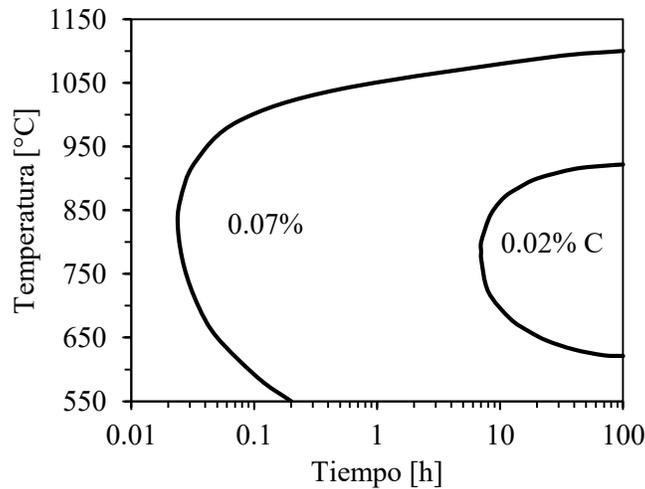
La adición de Cr puede estabilizar el carburo  $M_7C_3$  [7], el cual se forma como un precipitado en límite de grano con forma de bloques en aleaciones ricas en cromo. En aleaciones más complejas, estos carburos son inestables y se transforman en  $M_{23}C_6$  [30]. Se ha reportado que al exponer a  $700^\circ\text{C}$  por 1 a 30 horas los carburos del tipo  $M_7C_3$  son observados a lo largo del límite de grano [31].

El carburo  $M_6C$  se promueve por la adición de Mo y W [7], este tipo de carburo tiene efectos en las propiedades mecánicas similares a los que produce el carburo  $M_{23}C_6$ , excepto que son estables a altas temperaturas [30].

La solubilidad del carbono en la aleación Inconel 600 es baja. Scarberry y colaboradores realizaron un estudio de la aleación Inconel 600 con diferentes contenidos de carbono y tratado a diferentes temperaturas hasta 100 de permanencia. En la Figura 2.1 se muestra un gráfico de solubilidad para la aleación, donde se observa el porcentaje de carbono soluble a medida que se aumenta la temperatura. Muestras curvas de precipitación en dos aleaciones con contenidos diferentes de carbono (Figura 2.2) donde se puede ver una variación en el tiempo de precipitación a medida que el contenido de carbono es mayor. El proceso de precipitación de carburos es bastante dependiente de la composición y temperatura [32].



**Figura 2.1.** Solubilidad de carbono en la aleación Inconel 600 [32].



**Figura 2.2.** Diagrama de precipitación de carburos para la aleación Inconel 600 con dos diferentes contenidos de carbono [32].

Al realizar tratamientos térmicos en la aleación Inconel 600 se reportaron carburos del tipo  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  y  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  sobre el límite de grano dependiendo del tiempo y la temperatura de tratamiento térmico. Las morfologías de los precipitados se clasifican en cuatro tipos: partículas finas discretas, precipitado semicontinuo, precipitado semicontinuo grueso y grandes precipitados discretos. Se reportan zonas empobrecidas de cromo cerca de los límites de grano [33].

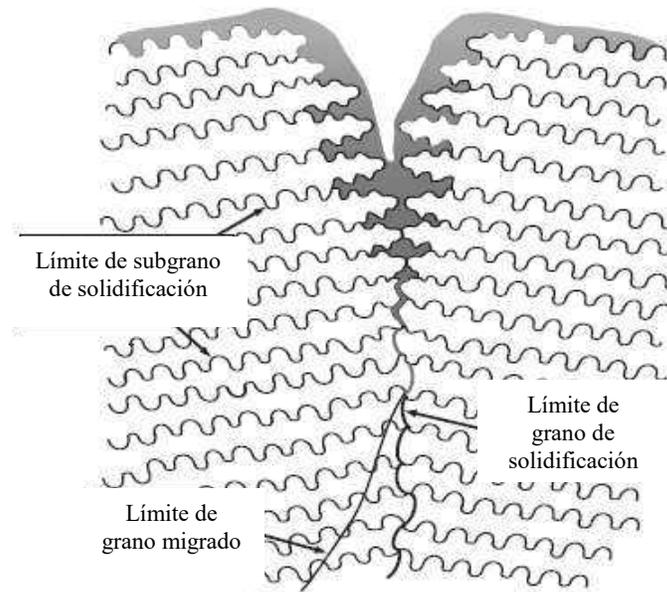
Kai y colaboradores observaron precipitados sobre el límite de grano del tipo  $M_7C_3$  con estructura hexagonal. Dentro del grano austenítico identificaron precipitados del tipo  $M_{23}C_6$  con una estructura cristalina FCC. Todos estos precipitados tuvieron un alto contenido en cromo, mostrando una distribución semicontinua [34].

En el caso de aceros inoxidable 316 la precipitación de carburos sobre el límite de grano provocan un daño en las propiedades mecánicas[35, 36]. Wang y colaboradores realizan un estudio en la aleación Inconel 600, donde precipitan carburos en el límite de grano y observan que la precipitación de carburos de tipo  $M_7C_3$  tiene un pequeño efecto sobre las propiedades de tracción a excepción de la reducción de área la cual se reduce significativamente [8].

### ***2.1.3 Metalurgia de la soldadura.***

Las aleaciones base níquel endurecidas por solución sólida solidifican de forma austenítica y son esencialmente austeníticas hasta el final de la solidificación. Es decir, la austenita es estable durante el enfriamiento en el rango de temperaturas de solidificación y a temperatura ambiente la microestructura es completamente austenítica. La segregación durante la solidificación de estas aleaciones resulta en una variación local de la composición a nivel de subgrano de solidificación. La segregación de elementos de aleación e impurezas puede conducir a la formación de segundas fases al final de la solidificación [7].

Existen diferentes límites o interfaces que están presentes en el metal de soldadura de una aleación base níquel, ya que muchos de los defectos asociados con la zona de fusión están asociados con estos límites. La Figura 2.3 muestra un esquema de al menos tres tipos de límites diferentes.



**Figura 2.3.** Esquema de límites de grano observado en soldaduras de aleaciones que solidifica como austenita [7].

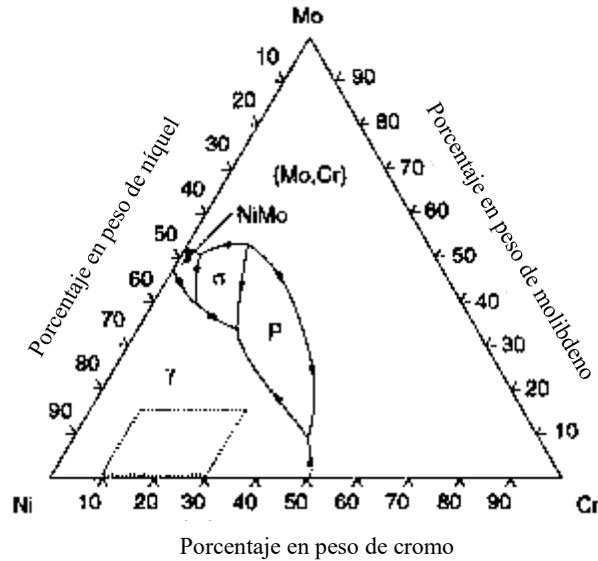
Los subgranos normalmente están presentes como células o dendritas y el límite que separa los subgranos adyacentes se le conoce como como límite de subgrano de solidificación (SSGB). Prácticamente no existe una desorientación cristalográfica a través del SSGB y estos límites caracterizan como límites de ángulo bajo [7].

El límite de grano de salificación (SGB) resulta de la intersección o grupos de subgranos. Debido a que cada uno de estos paquetes de subgrano tiene una dirección y orientación de crecimiento diferente, su intersección da como resultado un límite con una alta desorientación angular (límite de ángulo alto). El SGB exhibe un componente de composición resultante de la redistribución de solutos durante la solidificación. Cuando se produce un agrietamiento por solidificación de la soldadura en la zona de fusión base níquel, casi siempre ocurre a lo largo de los SGB [7].

En algunas situaciones es posible que el componente cristalográfico de SGB migre fuera. Este nuevo límite conlleva la desorientación de ángulo alto del SGB “padre” y se denomina límite de grano migrado (MGB). Es posible una mayor migración del límite durante el recalentamiento, como durante una soldadura de multipasos [7].

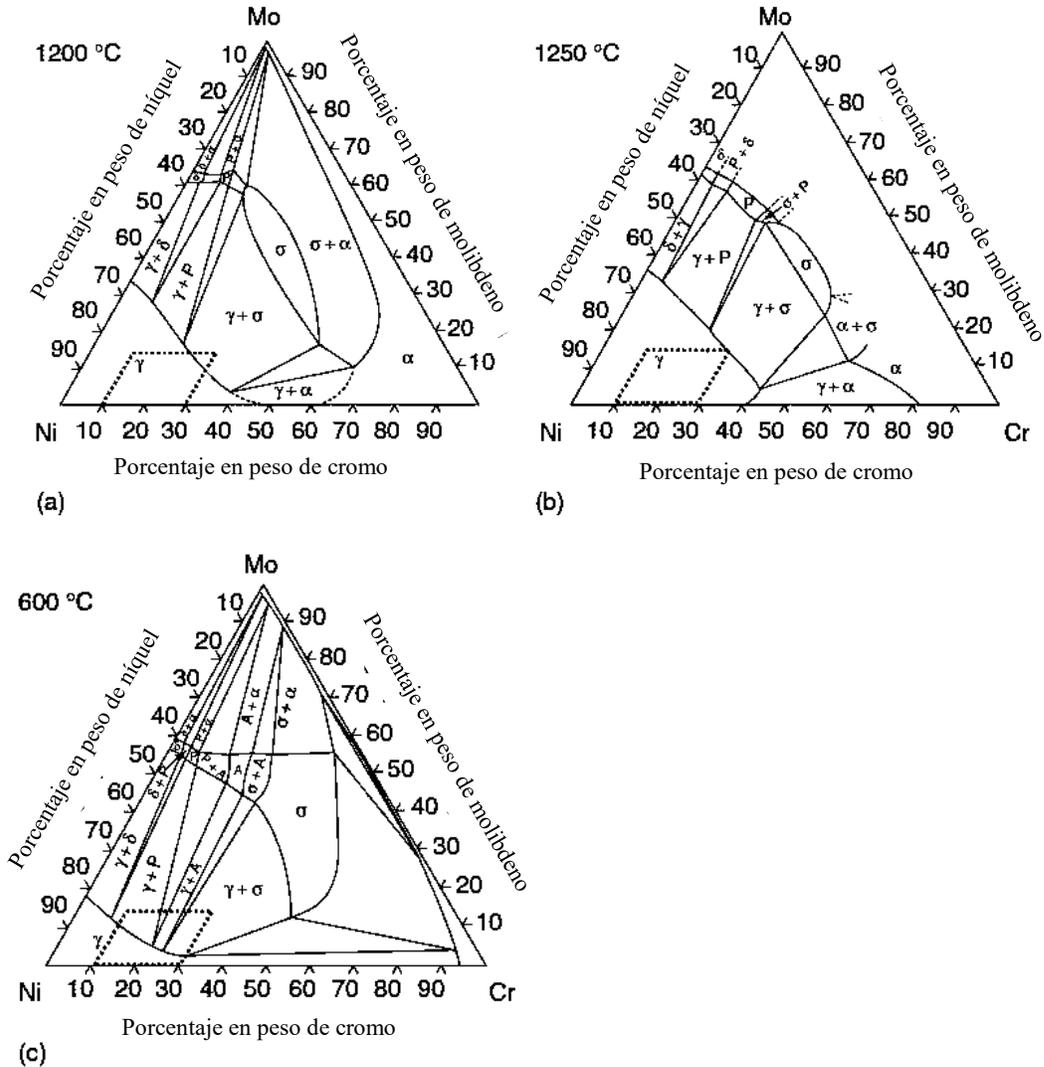
### 2.1.3.1 Segregación de elementos en la zona de fusión

La segregación en la zona de fusión conduce a la formación de segundas fases. El sistema NiCrMo es descrito a mayor detalle debido a que el presente trabajo se desarrolló utilizando este sistema. En la Figura 2.4 se muestra el sistema NiCrMo en liquidus y una serie de secciones isotérmicas de 1250° a 600 °C se pueden observar la Figura 2.5.



**Figura 2.4.** Proyección de liquidus en la aleación NiCrMo [37].

La solidificación de este tipo de aleaciones siempre inicia con austenita, si se agrega molibdeno en estado líquido este promoverá la formación de compuestos intermetálicos en regiones interdendríticas al final de la solidificación. Estas fases intermetálicas también pueden formarse en estado sólido por precipitación debido a la disminución de solubilidad de molibdeno y cromo en el níquel al disminuir la temperatura [7].

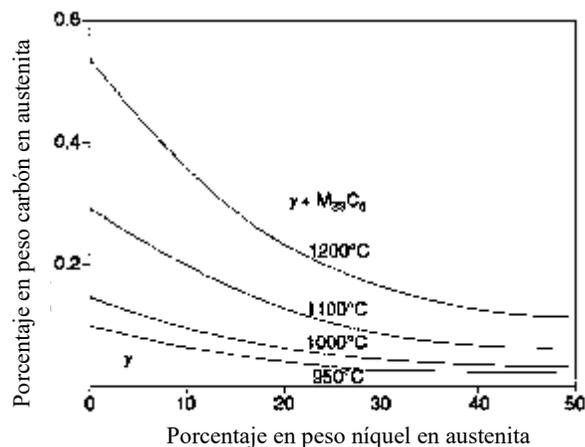


**Figura 2.5.** Secciones isotermas de la aleación NiCrMo a) 1250°C, b) 1250°C y c) 600°C [37].

La adición de carbono en este tipo de aleaciones conduce a la precipitación de carburos del tipo  $M_{23}C_6$  en estado sólido durante la parte de enfriamiento del ciclo térmico de soldadura. En la Figura 2.6 se muestra la solubilidad de Ni y C en austenita en una aleación de 18% en peso de cromo [38]. La solubilidad disminuye apreciablemente con la disminución de temperatura y la precipitación del carburo  $M_{23}C_6$  se espera cerca de 950°C, para contenidos superiores a 0.02% en peso cuando la concentración de níquel es mayor al 35% en peso. La presencia de C, Ti y Nb pueden conducir la formación de carburos del tipo MC en regiones

interdendríticas en etapas terminales de solidificación por reacciones de tipo eutéctico precipitando fases  $\gamma$  y MC [7].

La evolución de la microestructura en la zona de fusión en aleaciones del tipo NiMo y NiCrMo es complicada debido a la posible formación de fases intermetálicas como  $\sigma$  (tetragonal),  $\mu$  (hexagonal) y P (ortorrómbica) las cuales estabilizan por la presencia de Mo y W. Las fases  $\sigma$  y P han sido observadas en aleaciones comerciales [39]. Estas fases no son deseables ya que se extienden en un alto rango temperatura de solidificación y aumenta la susceptibilidad al agrietamiento. Su compleja estructura cristalina conduce a sistemas de deslizamiento limitados, haciéndolas frágiles, reduciendo la tenacidad y ductilidad si se encuentran en grandes cantidades. Sus altos contenidos de Cr y Mo reducirán las concentraciones de Cr y Mo en la matriz austenítica, reduciendo así la resistencia a la corrosión [7].



**Figura 2.6.** Solubilidad de Ni y C en austenita a varias temperaturas para un contenido de Cr de 18% en peso [38].

### 2.1.3.2 Zona afectada térmicamente.

En la zona afectada térmicamente (ZAT) de una aleación base níquel endurecida por solución sólida, se producen varias reacciones metalúrgicas que influyen en las propiedades y soldabilidad de la aleación. En esta zona la aleación puede presentar recristalización, crecimiento de grano, disolución de partículas y segregación en límites de grano.

Cuando estas aleaciones se encuentran en condición de recocido, la soldadura por fusión resultara en un crecimiento de grano en la ZAT. El crecimiento de grano depende de la microestructura inicial del metal base y del calor de aporte durante la soldadura. Si el tamaño de grano del metal base es pequeño, la entrada de calor de soldadura y cantidad de deformación plástica inicial es alta, se espera un crecimiento de grano sustancial. En cambio, si el tamaño de grano del metal base es grande y la cantidad de deformación plástica es baja, el crecimiento de grano puede ser mínimo incluso en condiciones de alto aporte térmico durante la soldadura [7].

## **2.2 Termofluencia.**

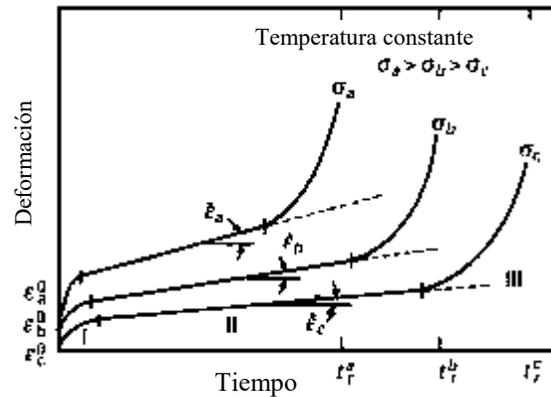
Los desarrollos tecnológicos requieren materiales que resistan a altas temperaturas. Las aplicaciones requeridas se encuentran en las siguientes áreas [40]:

1. Turbinas de gas (estacionarias y en aeronaves) cuyas cuchillas trabajan a temperaturas entre 800-950 K. Las secciones del quemador y del postquemador funcionan a temperaturas aún más altas entre 1300-1400 K.
2. Reactores nucleares, donde los recipientes a presión y las tuberías operan a 650-750 K. Las faldas de un reactor operan entre 850-950 K.
3. Industria química y petroquímica.

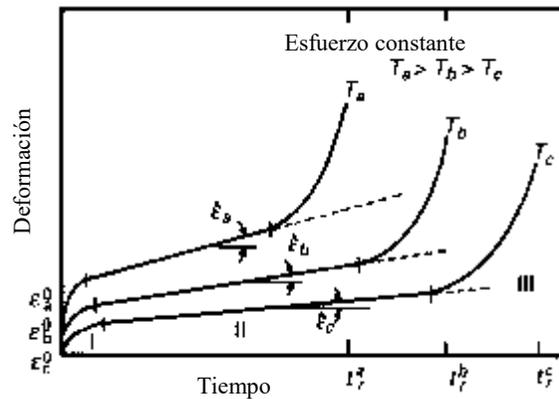
La fluencia se caracteriza por un flujo lento del material, que se comporta como si fuera viscoso. La temperatura a la cual los materiales comienzan a presentar un comportamiento de termofluencia depende del punto de fusión  $T_M$ , donde para metales es  $T > 0.4 T_M$  y para cerámicos  $T > 0.5 T_M$  [29, 41]. En este rango de temperatura la difusión es un factor significativo.

Una prueba de termofluencia es bastante simple, consiste en someter el espécimen a una carga y temperatura constante, para así medir su longitud en función del tiempo. Las pruebas de termofluencia generalmente se dividen en tres etapas: I primaria o transitoria, II secundario donde se tiene una tasa constante o transitoria y III terciario [25, 40, 41]. En la Figura 2.7 se muestra un gráfico de las curvas típicas de termofluencia, en la cual se mantiene la temperatura constante y se varia la carga aplicada, al utilizar cargas mayores se reduce el tiempo de prueba. En cambio, en la Figura 2.8 se muestra una comparación de curvas sometidas a termofluencia utilizando una carga contante, donde a medida que se utiliza una

temperatura mayor la prueba resiste menor tiempo. Bajo condiciones de velocidad de deformación constante, el metal se endurece, lo que resulta en un aumento de tensiones de flujo [25]. Este fenómeno se denomina etapa II donde la tasa de fluencia es constante y es la etapa más importante. Finalmente, se observa un aumento en la tasa de deformación y una disminución del flujo de tensiones lo cual conduce a la etapa III donde existe una aceleración de la velocidad de deformación que conduce a la fractura.



**Figura 2.7.** Curvas de termofluencia a diferentes esfuerzos, manteniendo la temperatura constante [40].

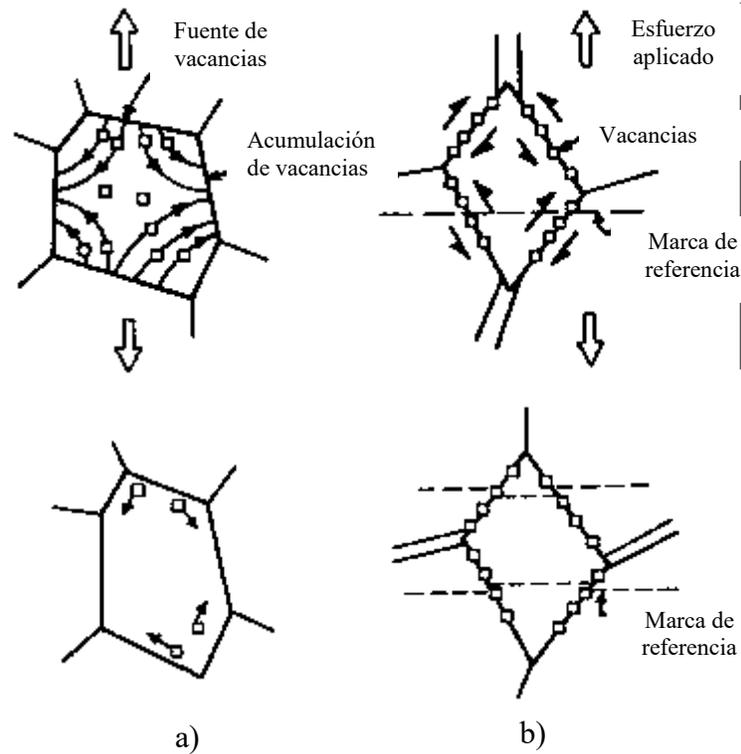


**Figura 2.8.** Curvas de termofluencia a diferentes temperaturas, manteniendo un esfuerzo constante [40].

### 2.2.1 Mecanismos responsables del fenómeno de termofluencia

El comportamiento mecánico a altas temperaturas en el caso de policristales está relacionado con la existencia de las fronteras de grano, como también sucede a bajas temperaturas. A bajas temperaturas los límites de grano endurecen el material, al construir barreras para el

deslizamiento de dislocaciones y producir el apilamiento de ellas. A las altas temperaturas, las fronteras de grano son regiones donde se tiene un lugar preferente a la deformación plástica. Debido a que en límites de grano tienen lugar a mecanismos primarios de deformación.



**Figura 2.9.** Flujo de vacancias acorde a los mecanismos a) Nabarro y Herring b) Coble [40].

Existen varios mecanismos responsables del fenómeno de termofluencia, el primero de ellos es la fluencia difusional, donde bajo una tensión mecánica la concentración de defectos puntuales varía en zonas de fronteras de grano con distinta orientación respecto al eje de tensión. El gradiente de concentración de defectos hace que, a alta temperatura, se produzca la difusión de vacancias, equivalente a un transporte neto en sentido contrario. Dos mecanismos son considerados importantes en la región de fluencia por difusión. El primero es el propuesto por Nabarro y Herring mostrado esquemáticamente en la Figura 2.9. Este propone un flujo de vacancias dentro del grano, las vacancias se mueven de tal manera que producen un aumento en la longitud del grano a lo largo de la dirección de la fuerza aplicada.

Por lo tanto, las vacancias se mueven de la región superior e inferior hacia las regiones laterales [40].

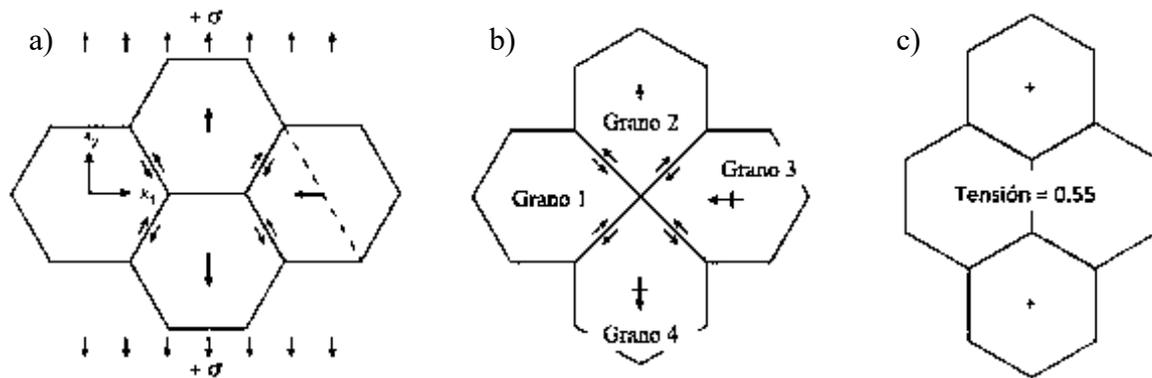
Coble propuso el segundo mecanismo que explica la fluencia por difusión, siendo un mecanismo intergranular. Este mecanismo se basa en la difusión en los límites del grano en lugar de en volumen. Esta difusión da como resultado el deslizamiento de los límites del grano. En general, la fluencia Coble es predominante sobre la fluencia Nabarro-Herring en policristales de tamaño de grano pequeño y temperaturas ligeramente menores. Raj y Ashby [42].

Otro mecanismo importante de la termofluencia es el movimiento de dislocaciones. A altas temperaturas existe un mayor número de sistemas de deslizamiento activados, provocando un múltiple deslizamiento de dislocaciones. Además, las dislocaciones a altas temperaturas pueden moverse fuera de su plano de deslizamiento, realizando movimientos de subida (“climb”) provocando la aparición de “kinks” o “jogs” dependiendo si se forman sobre su plano de deslizamiento o no. La subida de dislocaciones es uno de los mecanismos de reestructuración en termofluencia. Cuando las dislocaciones se producen en un gran número, estas pueden estropear su movimiento entre sí mismas y formar límites de grano de bajo ángulo o subgranos. La evolución microestructural durante la deformación consiste en la formación de subgranos debido al apilamiento de dislocaciones. Este tipo de subgranos se caracteriza por un pequeño alargamiento de los granos en la dirección de tracción.

Los límites de grano son regiones donde se produce preferentemente el apilamiento de dislocaciones, siendo obstáculos para su deslizamiento. El apilamiento de dislocaciones en el límite de grano provoca la aparición de cavidades que conduce a la fractura.

El deslizamiento de límites de grano es otro de los fenómenos metalúrgicos responsables de la termofluencia. El deslizamiento de límites de grano no juega un papel importante en la etapa I y II, mientras que la etapa III contribuye a la iniciación y propagación de grietas. La velocidad de deslizamiento del límite de grano está controlada por proceso de acomodo donde la superficie de deslizamiento se desvía de un punto plano hacia puntos triples. Los esfuerzos aplicados pueden producir deslizamiento solo si está acoplado con un flujo de difusión que transporta material (o vacancias) sobre una máxima distancia de  $\lambda$ , de la longitud

de onda de las irregularidades. El deslizamiento de límites de grano es la combinación de deslizamiento y flujo difusional bajo la influencia de la tensión aplicada [40].

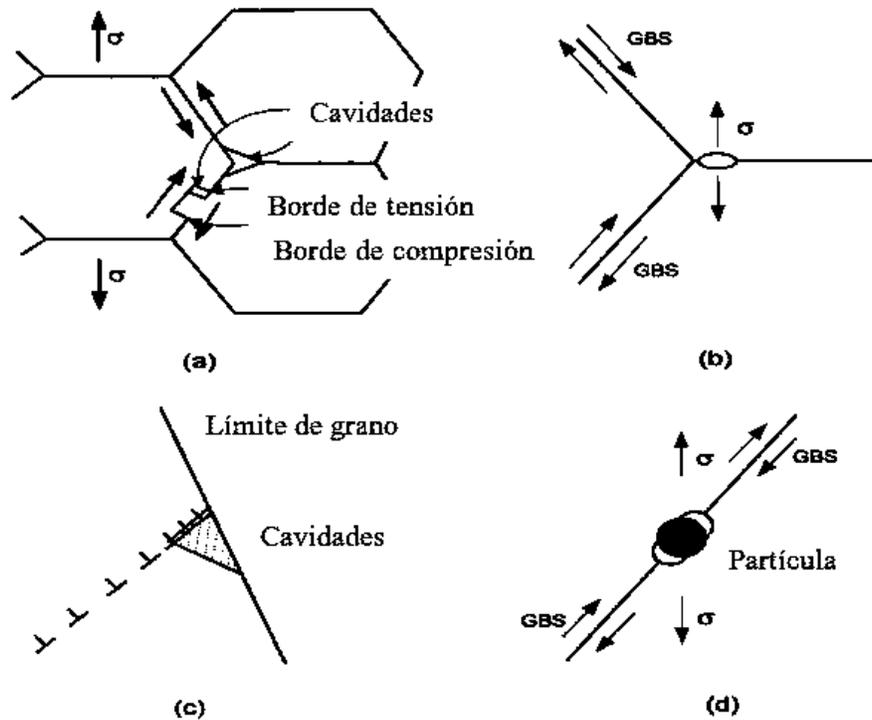


**Figura 2.10.** Deslizamiento de límite de grano por difusión bajo el modelo de Ashby-Verrall [43]

La Figura 2.10 muestra la manera en que los granos individuales se mueven y cambian sus posiciones mediante el deslizamiento y acomodo por difusión. El deslizamiento de granos bajo la influencia de  $\sigma$ , junto con pequeños cambios en la forma, hace posible la secuencia a)-b)-c) mostrada en la Figura 2.10, que resulta en una tensión 0.55. La característica única de este mecanismo es que la secuencia se logra con relativamente poca tensión dentro de los granos.

### 2.2.2 Nucleación y crecimiento de cavidades.

Las teorías de nucleación de cavidades se dividen en varias categorías que se ilustran en la Figura 2.11: a) deslizamiento de límites de grano que conduce a la formación cavidades en límites de granos (puntos triples), b) acumulación de vacancias en áreas de alta acumulación de tensión como lo son límites de grano, c) formación de cavidades debido a la acumulación de dislocaciones en límite de grano. Estos mecanismos pueden involucrar la presencia de alguna partícula como se muestra en la Figura 2.11 d) [25].



**Figura 2.11.** Mecanismos de nucleación de cavidades a) deslizamiento de límites de grano que conduce a la formación de cavidades en puntos triples b) nucleación de cavidades por acumulación de vacancias en regiones de alto estrés c) acumulación de dislocaciones en límites de grano d) formación de cavidades a partir de una partícula [25].

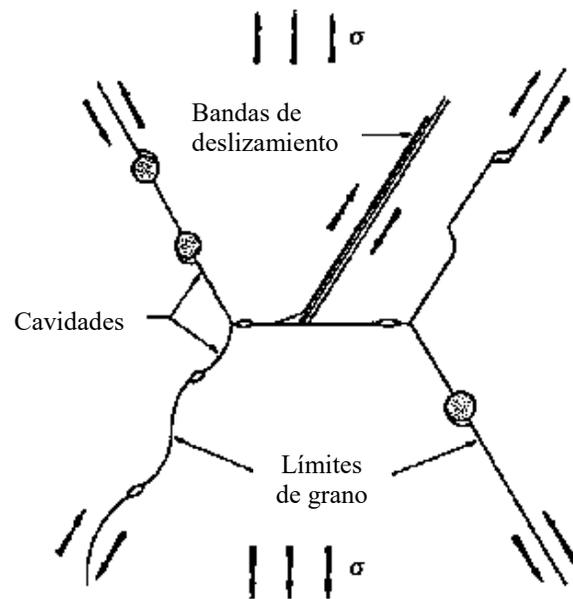
La nucleación de cavidades por acumulación de vacancias requiere una concentración de estrés significativa. Por supuesto, con la plasticidad de fluencia o el flujo de difusión acompañarán la carga elástica y relajarán la concentración de tensión.

El deslizamiento de dislocaciones es un mecanismo intragranular, siendo el principal mecanismo de fluencia. Las fronteras de grano son regiones donde se presenta preferentemente el apilamiento de dislocaciones como se puede observar en la Figura 2.11 c). En consecuencia, estos defectos forman obstáculos atómicos para el deslizamiento. La evolución microestructural durante la deformación consiste en la formación de subgranos debido al apilamiento de dislocaciones.

El deslizamiento de límite de grano (GBS) puede conducir a concentraciones de tensión en puntos triples y partículas en los límites de grano, aunque no es claro si estas tensiones son suficientes para nuclear cavidades [44, 45].

Las acumulaciones de vacancias contra partículas duras en los límites de grano pueden nuclear cavidades, estas pueden crecer lentamente en el límite de grano. Sin embargo, todavía no está claro si la acumulación de vacancias es crítica en la etapa de nucleación. Dyson [46] demostró que el proceso de nucleación de cavidades puede ser continuo a lo largo de una prueba de termofluencia y que la nucleación y el crecimiento de cavidades pueden ocurrir juntos.

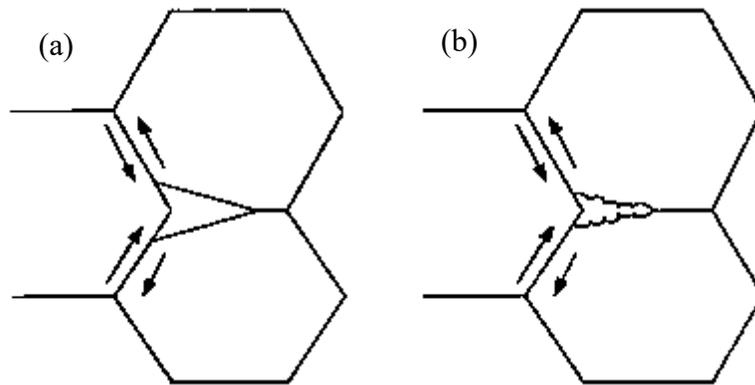
En la Figura 2.12 se muestra la forma de fractura por nucleación y crecimiento de microhuecos en los límites de grano. Cuando un material es sometido a un esfuerzo a bajas temperaturas los metales fallan por el crecimiento de grietas en forma transgranular. Pero a altas temperaturas al someter la muestra a un esfuerzo cavidades intergranulares comienzan a formarse, posteriormente crecen y se unen lo cual conlleva a la fractura. En donde la grieta avanza sobre los límites de grano.



**Figura 2.12.** Formación de microhuecos que conducen a la fractura en un espécimen sometido a termofluencia[47]

La falla en termofluencia en la tercera etapa, la cual conduce a la fractura puede ocurrir por grietas tipo cuña, tal como de ilustra en la Figura 2.13 (a) en puntos triples en los límites de grano [25]. Algunos autores han sugerido que las grietas tipo w se forman con mayor facilidad con tensiones altas (temperaturas bajas) y tamaño de grano grande [48] se ha

sugerido que las grietas tipo cuña nuclean como consecuencia del deslizamiento de límite de grano. Otro de los modos de fractura es el tipo r la cual se ilustra en la **Figura 2.13** (b) las grietas se pueden propagar fácilmente por la formación de huecos tipo r [49-51] estas se presentan con esfuerzos menores sometidos a mayores temperaturas.



**Figura 2.13.** Modo de fractura en termofluencia (a) cuña (o tipo w) formada en puntos triples asociada con el deslizamiento de límite de grano y (b) punta de grieta por acumulación de cavidades esféricas.

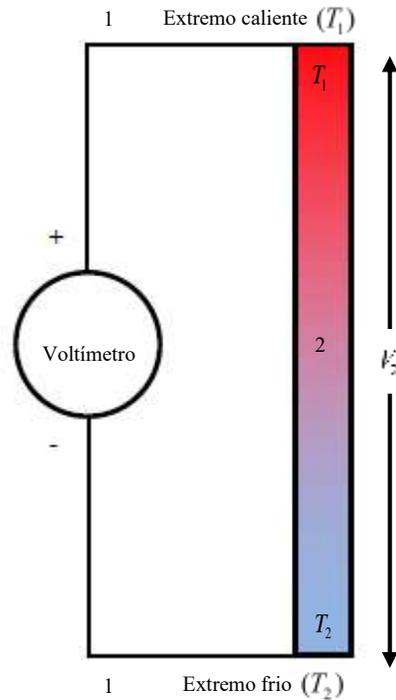
## 2.3 Termoelectricidad

Cuando en un termopar se induce voltaje entre dos uniones caliente y fría de dos aleaciones distintas. La diferencia de temperaturas produce cambios en la distribución de electrones, produciéndose un flujo eléctrico. En este principio básico se fundamenta el efecto Seebeck, el cual es influenciado por la conductividad térmica, eléctrica y temperaturas de operación.

### 2.3.1 El efecto Seebeck.

En la Figura 2.14 se muestra una barra conductora con un extremo caliente y el otro frío. Los electrones serán excitados a energías más elevadas en el extremo caliente. Estos electrones del extremo caliente pueden disminuir su energía hacia el extremo frío. Debido a lo cual el extremo frío se carga negativamente y el extremo caliente de forma positiva, dando como resultado en un voltaje inducido a lo largo de la barra. Este voltaje hace que la corriente fluya, resultando como el voltaje dividido por la resistencia eléctrica de la barra. El voltaje inducido entre los extremos de la barra es dependiente de las temperaturas en los extremos. Al conectar un voltímetro en los extremos de la barra se puede medir dicho voltaje tal como se ilustra en

la Figura 2.14. Si los alambres de conexión, 1, son del mismo material que la barra, 2, la diferencia de temperatura se tendrá el mismo voltaje en los alambres de conexión y la barra, por lo cual no se presentará voltaje entre las terminales del instrumento. Pero si los conectores son de diferente material, se inducirá un voltaje diferente en 1 y se tendrá un voltaje neto  $V_1 - V_2$ . Aumentando la diferencia de temperaturas  $T_1 - T_2$  en una pequeña cantidad  $\Delta T$ , los voltajes inducidos aumentaran [52].



**Figura 2.14.** Esquema del circuito utilizado para medir la fuerza electromotriz térmica [52].

El cambio de voltaje con la temperatura se define como potencia termoeléctrica  $S_{12}$  de la unión 1-2:

$$S_{12} = \frac{dV_{12}}{dT} = \frac{dV_1}{dT} - \frac{dV_2}{dT} \quad \text{ó} \quad S_1 - S_2 \quad (1)$$

Aunque  $S_{12}$  recibe el nombre de potencial termoeléctrico de la unión, no es la propiedad de la unión. Depende solamente de las propiedades  $S_1$  y  $S_2$  de los materiales.

La elección de materiales es importante dado que el potencial termoeléctrico es sensible a defectos cristalinos como cambios en la composición química que pueden afectar su medición [52, 53]. Teniendo materiales con composiciones químicas similares el proceso de conformado, tratamiento térmico y endurecimiento pueden causar cambios en el potencial termoeléctrico [54, 55]. El potencial termoeléctrico,  $S$ , es una propiedad electrónica dependiente de la temperatura que puede ser descrita como la entropía de electrones libres en la aleación [56]. La concentración electrónica, la masa efectiva de electrones y la distribución electrónica son factores que controlan el potencial termoeléctrico [57]. Estos factores están influenciados por el contenido de soluto, deformación de red, cambios microestructurales, conformado del material y cambios de fase dependientes del tiempo. En las aleaciones metálicas el valor y el signo del potencial termoeléctrico dependen de las características electrónicas en la vecindad del nivel de energía de Fermi, el tensor de masa efectiva, la densidad de estados electrónicos y los mecanismos de dispersión dominantes [58].

El equipo para medir potencial termoeléctrico consta de dos electrodos de referencia, uno de ellos es calentado por medios eléctricos hasta cierta temperatura  $T_h$ , mientras que el otro permanece a temperatura ambiente  $T_c$ . Las mediciones de potencial termoeléctrico son dadas por la ecuación (2).

$$V = \int_{T_c}^{T_h} [S_S(T) - S_R(T)] dT = \int_{T_c}^{T_h} S_{SR}(T) dT \quad (2)$$

Donde  $T$  es la temperatura,  $S_S$  y  $S_R$  son el potencial termoeléctrico del espécimen y el electrodo de referencia. Cualquier cambio en las características del material puede afectar el potencial termoeléctrico  $S_{SR} = S_S - S_R$  es la diferencia del potencial termoeléctrico del espécimen con respecto al electrodo de referencia. En muchos casos la dependencia de la temperatura en el potencial termoeléctrico puede ser despreciada en el rango de operación y aproximada a  $V \approx (T_h - T_c)S_{SR}$ . Varios factores afectan las mediciones de potencial termoeléctrico en un espécimen entre las que destacan el contacto y volumen [59].

Se ha reportado que la técnica de potencial termoeléctrico es sensible a fenómenos de precipitación y a la cantidad de dislocaciones que tenga el material (cantidad de deformación

y recuperación) [60-62]. Los cambios en textura cristalográfica han sido relacionados mediante potencial termoeléctrico por Carreón y colaboradores [63]. Lara y colaboradores realizaron un estudio donde encontraron que el potencial termoeléctrico es sensible a cambios microestructurales provocados durante el envejecido de un acero dúplex [64]. Por esta razón se pretende utilizar esta técnica para evaluar los cambios microestructurales provocados durante el envejecido de la aleación Inconel 600.

## CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

### 3.1 Materiales.

Para el desarrollo experimental de este trabajo, se utilizó una placa de Inconel 600 con 12.7 mm de espesor en condición de recocido. El electrodo de aporte seleccionado fue un ERNiCrMo-3 de 1.2 mm de diámetro. La composición del material base y del electrodo se muestran en la Tabla 3.1.

**Tabla 3.1.** Composición química de los materiales empleados (% peso).

Inconel 600														
C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Cu	Nb	Ti	Ta	Al	Co	B	Fe
0.052	0.21	0.008	0.001	0.14	16.06	73.9	0.08	0.02	0.01	0.01	0.06	0.06	0.002	9.387
Electrodo ERNiCrMo-3														
C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Cu	Nb	Ti	Mo	Fe			
0.015	0.05	0.006	0.003	0.05	22.06	64.68	0.013	3.5	0.4	8.92	0.303			

### 3.2 Caracterización mecánica y metalúrgica del Inconel 600.

La caracterización del material recibido se llevó a cabo utilizando técnicas metalográficas estándar, primeramente, se realizó un desbaste con lijas de carburo de silicio de diferentes granulometrías en el orden siguiente: 180, 240, 400, 600, 1000, 1200 y 1500. Posteriormente se pulieron a espejo utilizando pastas de diamante de 6, 3 y 1  $\mu\text{m}$ . Para revelar la microestructura se utilizó un ataque químico por inmersión con una solución que contenía 50 mL de agua destilada, 50 mL de HCl y 10 g de  $\text{CuSO}_4$ . Posteriormente se observaron mediante microscopía óptica en un banco metalográfico y se capturaron imágenes de interés utilizando diferentes magnificaciones. Las muestras preparadas también fueron observadas mediante microscopía electrónica de barrido (MEB).

### 3.3 Tratamiento Térmico.

Para estudiar el efecto que produce el incremento de temperatura con diferentes tiempos de permanencia en la aleación Inconel 600, se cortaron piezas de la placa con dimensiones de  $3 \times 3 \text{ cm}^2$ . Las piezas fueron tratadas térmicamente a una temperatura de  $700^\circ\text{C}$  con diferentes tiempos de permanencia; desde 10 minutos hasta 2000 horas, para finalmente ser templadas en agua.

### **3.3.1 Caracterización de Inconel 600 envejecido a 700°C.**

La caracterización de las muestras tratadas térmicamente se realizó mediante técnicas metalográficas estándar de la misma forma en que fueron preparadas las muestras de metal base como se explicó anteriormente. Estas muestras también fueron observadas mediante microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB). Algunas muestras de mayor interés que fueron tratadas térmicamente se prepararon para ser observadas mediante la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD por sus siglas en inglés). Estas muestras primeramente se sometieron a un desbaste con lija de carburo de silicio de diferentes granulometrías, después fueron pulidas a espejo con pasta de diamante de 6, 3 y 1  $\mu\text{m}$ . Se continuó puliendo con alúmina en polvo Micropolish II desaglomerada de 0.3 y 0.05  $\mu\text{m}$ . Finalmente se utilizó una suspensión de sílica coloidal Mastermet 2 de 0.02  $\mu\text{m}$  para el pulido final. Terminando con una limpieza en baño ultrasónico utilizando acetona como solvente.

### **3.3.2 Caracterización mediante técnicas no destructivas.**

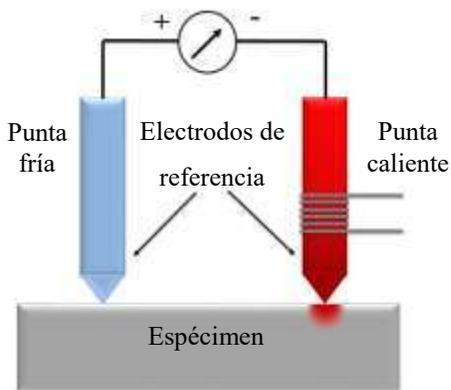
Las muestras tratadas térmicamente de Inconel 600 a 700 °C durante diferentes tiempos de permanencia, fueron caracterizadas mediante técnicas no destructivas para así monitorear cambios microestructurales dependientes del tiempo de permanencia. Algunas de las técnicas que se llevaron fueron: Potencial termoeléctrico (PTE) y caída de potencial de corriente alterna (CPCA).

#### **3.3.2.1 Potencial Termoeléctrico (PTE).**

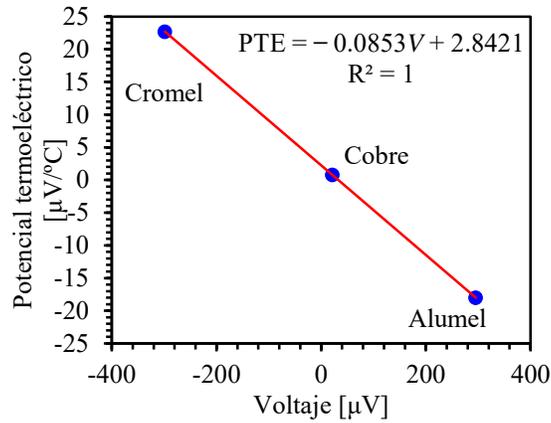
Para evaluar el efecto producido por los tratamientos térmicos en la aleación Inconel 600, se utilizó una técnica no destructiva basada en el efecto Seebeck, donde se determinó el potencial termoeléctrico del Inconel 600 en cada condición de envejecido. En virtud de este efecto, se genera un voltaje debido a la diferencia de temperaturas entre dos electrodos del sensor del equipo (punta caliente y punta fría). La pieza estudiada completa el circuito eléctrico para completar el flujo de corriente eléctrica.

Las mediciones de potencial termoeléctrico se realizaron con un equipo marca Walker Scientific, Inc. modelo ATS-6044T. La Figura 3.1 muestra el diagrama esquemático de las mediciones termoeléctricas, uno de los electrodos de referencia es calentado por medios eléctricos hasta una temperatura de 240 °C mientras el otro electrodo está a temperatura

ambiente; para estas mediciones se utilizó un electrodo de oro y otro de cobre. Los electrodos se colocaron sobre la pieza envejecida, que previamente fue lijada para remover rugosidad y tener un mejor contacto. Debido a que este equipo solamente mide el voltaje termoeléctrico, es necesario realizar una curva de calibración, con materiales con un potencial termoeléctrico conocido como lo son alumel, cobre y cromel. Se realizaron 20 lecturas y se calculó el promedio de cada material y la desviación estándar, posteriormente se grafican los valores de PTE en función del voltaje y se realizó un ajuste por medio de una regresión lineal de estos valores. En la Figura 3.2 se presenta la gráfica de los valores de potencial termoeléctrico de los materiales conocidos. La regresión lineal generó la ecuación  $PTE = -0.0853V + 2.8421$  donde  $V$  es el promedio de las lecturas de voltaje [ $\mu V$ ] y  $PTE$  es el potencial termoeléctrico. Esta ecuación se utilizará para obtener el valor de potencial termoeléctrico en cada una de las muestras envejecidas, tomando 40 lecturas de voltaje de cada condición de envejecido y metal base.



**Figura 3.1.** Diagrama esquemático de las mediciones de PTE usando el método de punta caliente.



**Figura 3.2.** Curva de ajuste para el cálculo del PTE.

### 3.3.2.2 Caída de potencial de corriente alterna.

Esta técnica no destructiva ayuda a determinar la conductividad eléctrica en la superficie de un material conductor. Los cambios en la conductividad eléctrica pueden relacionarse indirectamente a cambios microestructurales que afectan las propiedades mecánicas en materiales que han sufrido algún tipo de daño termomecánico como termofluencia, así como por precipitación de fases producto de la exposición a altas temperaturas.

La técnica de CPCA, también es usada para la medición de corrosión o erosión en pipas, contenedores, recipientes a presión y el monitoreo del crecimiento de grietas superficiales [65, 66]. Para ello la superficie de la muestra analizada debe ser una superficie lisa y libre de contaminantes. El equipo tiene un sensor con cuatro electrodos montados en una zapata de plexiglás, se induce una corriente eléctrica en la muestra a través de un par de electrodos y se mide la diferencia de corriente eléctrica en el segundo par de electrodos que mantiene contacto con la pieza.

Las mediciones de caída de potencial (CPCA), están limitadas a cierta profundidad en la pieza, la profundidad de inspección puede ser determinada con la ecuación siguiente [66].

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{f\pi\mu\sigma}} \quad (3)$$

Donde  $\mu$  es la permeabilidad magnética,  $\sigma$  es la conductividad del material y  $f$  es la frecuencia de la corriente inducida. La medición de la resistividad eléctrica está relacionada con la

conductividad eléctrica y con la separación de las puntas que tienen contacto con el material, por la siguiente ecuación:

$$R_1 = \frac{1}{\sigma \pi a} \left( 1 - \frac{1}{\sqrt{2}} \right) \quad (4)$$

Donde  $R_1$  es la resistividad eléctrica,  $a$  es la separación de las 2 puntas que inducen la corriente al material y  $\sigma$  es la conductividad eléctrica.

Se realizaron mediciones de CPCA para determinar la conductividad eléctrica del material en las muestras tratadas térmicamente. Utilizando el equipo SIM 921 el cual es un puente de resistencia de corriente alterna con el cual se puede medir la resistencia de una muestra, utilizando una corriente ajustable.



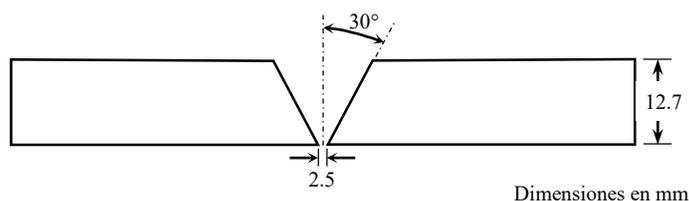
**Figura 3.3.** (a) Imagen del equipo para la determinación de la resistencia eléctrica usando CPCA y (b) esquema de la zapata.

### 3.3.3 Evaluación de microdureza Vickers (HV) en piezas envejecidas.

Este tipo de ensayo es de forma rápida y sencilla para evaluar el efecto del tratamiento térmico de envejecido en piezas de la aleación Inconel 600. Se realizaron 10 indentaciones por pieza, aplicando una carga de 300 g durante 10 segundos en un medidor de microdureza Vickers Mitutoyo HM-220B controlado por una computadora.

### 3.4 Preparación de placas

Se realizaron soldaduras de Inconel 600, para lo cual se cortaron placas de  $150 \times 80 \times 12.5$  mm mediante chorro de agua mezclado con material abrasivo y se prepararon juntas con un bisel en V simple con dimensiones que se muestran en la Figura 3.4. Las aleaciones base níquel presentan problemas de fluidez debido a alto contenido de Ni, por ello se eligió este tipo de bisel y una separación de 2.5 mm para facilitar la penetración del material fundido en la pasada de raíz.



**Figura 3.4.** Diseño y dimensiones de la junta.

### 3.5 Soldadura de las juntas.

La soldadura de las placas se realizó por medio del proceso GMAW utilizando un electrodo ERNiCrMo-3 de 1.2 mm de diámetro, con gas de protección  $Ar + 3\% N_2 + 2\% O_2$  y un flujo de gas de 14.2 L/min. Se utilizó un voltaje de 30 V, una velocidad de soldadura de 3.6 mm/s y una velocidad de alimentación del electrodo de 110 mm/s. Esta unión se realizó con corriente directa, electrodo en positivo. Se llevó a cabo el llenado del bisel con tres cordones, uno de raíz, otro de relleno alineado justo en el centro del de raíz y el último cordón de vista alineado al centro del depósito anterior. La distancia de trabajo con respecto a la superficie de la placa fue variada, para los depósitos de raíz y relleno se utilizó una distancia de trabajo de 3 mm, mientras que para el depósito de vista fueron 10 mm. La intensidad de corriente varió en cada uno de los depósitos de soldadura como se muestra en la Tabla 3.2.

**Tabla 3.2.** Parámetros de soldadura.

Pasada de soldadura	Corriente (A)	Distancia de trabajo (mm)	Calor de aporte (kJ/mm)
Corona	240	10	1.50
Relleno	270	3	1.68
Raíz	290	3	1.81

Para el cálculo de calor de aporte en cada depósito se utilizó la siguiente la ecuación [67]:

$$Q = \eta \frac{VI}{v} \quad (5)$$

Dónde:

$Q$  = Calor de aporte (J/mm)

$\eta$  = Eficiencia del proceso de soldadura

$V$  = Voltaje (V)

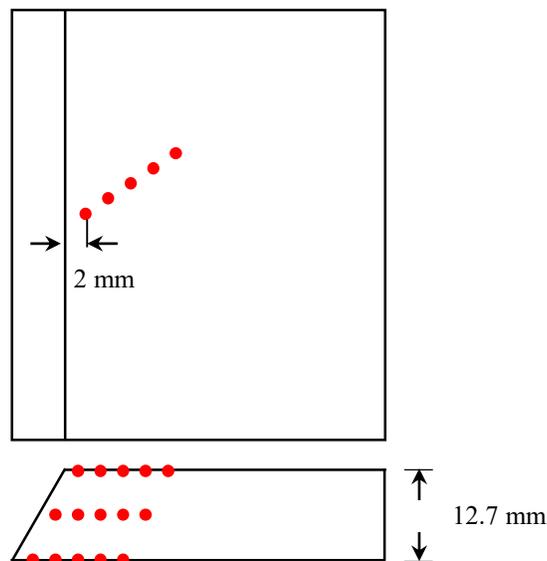
$I$  = Intensidad de corriente (A)

$v$  = Velocidad de soldadura (mm/s)

Para cada proceso de soldadura se considera una eficiencia específica, en el caso de uniones utilizando el proceso GMAW han sido citadas en un amplio rango de eficiencia ( $\eta$ ) de 69 a 91 % [20, 68, 69]. En este proceso de soldadura se consideró una eficiencia de  $\eta$  del 75% de acuerdo a estudios realizados por Bosworth [70].

### 3.6 Medición de temperatura

Para la medición de temperatura durante el proceso de soldadura, se utilizaron 15 termopares tipo K conectados a una tarjeta de adquisición de datos (DAQ) de National Instruments<sup>TM</sup> modelo NI-9213, de 16 canales y 24 bits.



**Figura 3.5.** Posición de los termopares en la placa de Inconel 600.



### 3.7.2 Evaluación de microdureza Vickers (HV).

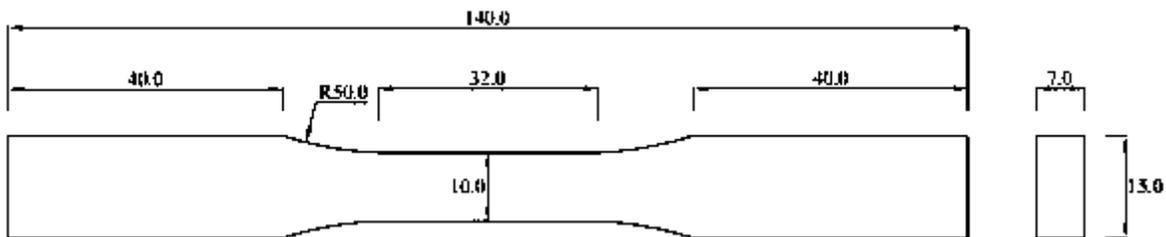
Para la medición de dureza en las uniones soldadas, se realizaron utilizando un medidor de microdureza Vickers Mitutoyo HM-220B controlado por una computadora en la dirección transversal de la unión. La Figura 3.7 muestra esquemáticamente los barridos de microdureza en tres líneas horizontales que cubren el metal base, zonas afectadas térmicamente y metal de soldadura. En cada una de las indentaciones de estas líneas se aplicó una carga de 100 g durante 10 segundos, la separación entre cada indentación fue de 200  $\mu\text{m}$ .



**Figura 3.7.** Dibujo esquemático de las mediciones de microdureza Vickers.

### 3.7.3 Caracterización mecánica.

Se realizaron pruebas de tensión de la unión soldada en especímenes maquinados con las dimensiones que se muestran en la Figura 3.8. Los ensayos se llevaron a cabo en una máquina de ensayos universal MTS modelo Landmark servohidráulica, utilizando un extensómetro con longitud calibrada de 20 mm modelo MTS-634.31F-24, esto para medir con precisión la deformación unitaria de los especímenes. Una vez que se presentó la falla de estos especímenes, se observó la fractura mediante MEB.

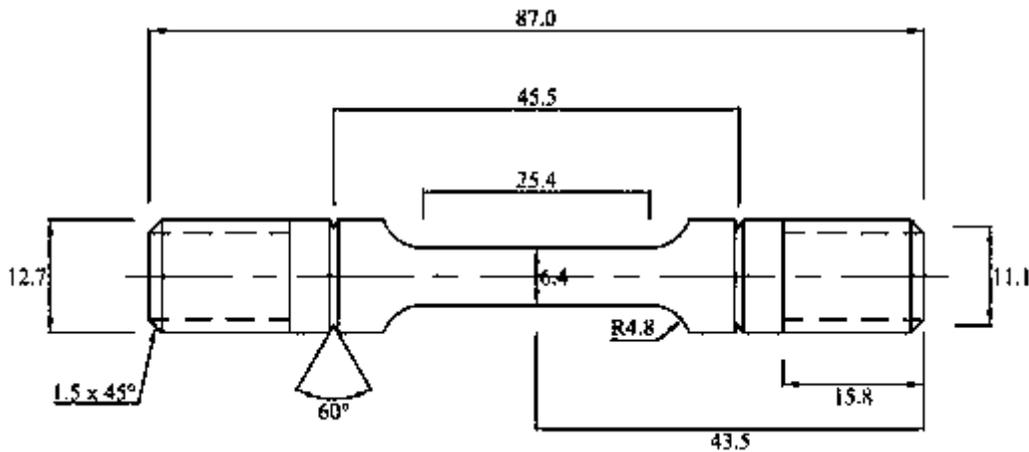


**Figura 3.8.** Dimensiones de probetas usadas para pruebas de tensión (cotas en mm).

### 3.7.4 Ensayos de termofluencia.

Como ya es sabido el Inconel 600 es usado principalmente en aplicaciones a alta temperatura, es por ello por lo que se realizaron pruebas de termofluencia a las uniones de Inconel 600.

La Figura 3.9 muestra las dimensiones de los especímenes para las pruebas de termofluencia. Estas pruebas fueron realizadas con el equipo marca ATS, series 2330-M del tipo de brazo de palanca con un software WINCCS.



**Figura 3.9.** Dimensiones del espécimen sometido a termofluencia (cotas en mm).

Este ensayo se realizó a especímenes de la junta soldada y al metal base, se utilizaron diferentes temperaturas: 600, 650 y 700 °C con diferentes esfuerzos aplicados los cuales se muestran en la Tabla 3.3. Una vez que se presentó la falla de los especímenes, se observó la fractura mediante MEB, posterior a ello se realizó un corte longitudinal a la superficie fracturada para su análisis también en el MEB.

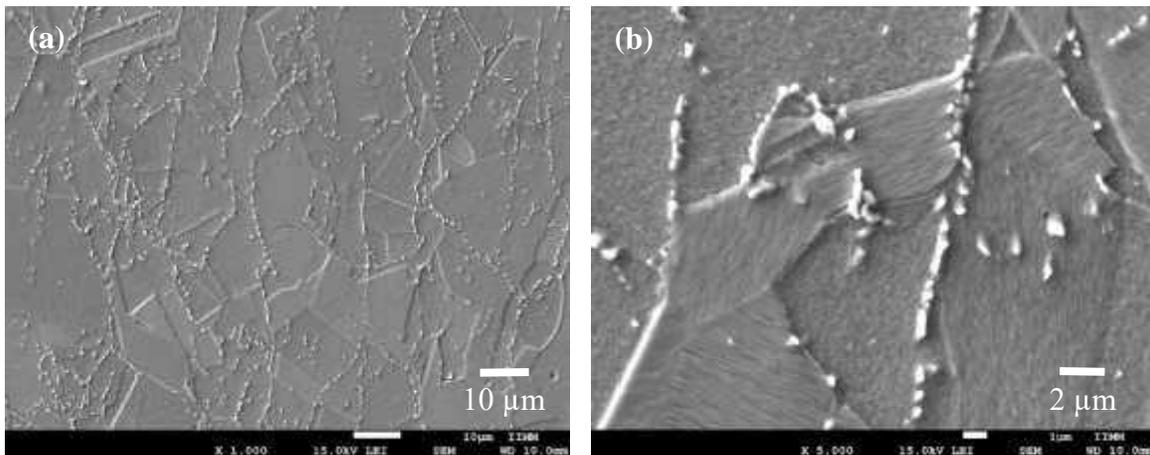
**Tabla 3.3.** Condiciones de temperatura y esfuerzo de las pruebas de termofluencia.

Temperatura	Unión	Metal base
600 °C	350 MPa	
	300 MPa	
	275 MPa	300 MPa
	250 MPa	200MPa
	200 MPa	
650 °C	200 MPa	200 MPa
	150 MPa	150 MPa
700 °C	150 MPa	150 MPa

## CAPÍTULO 4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

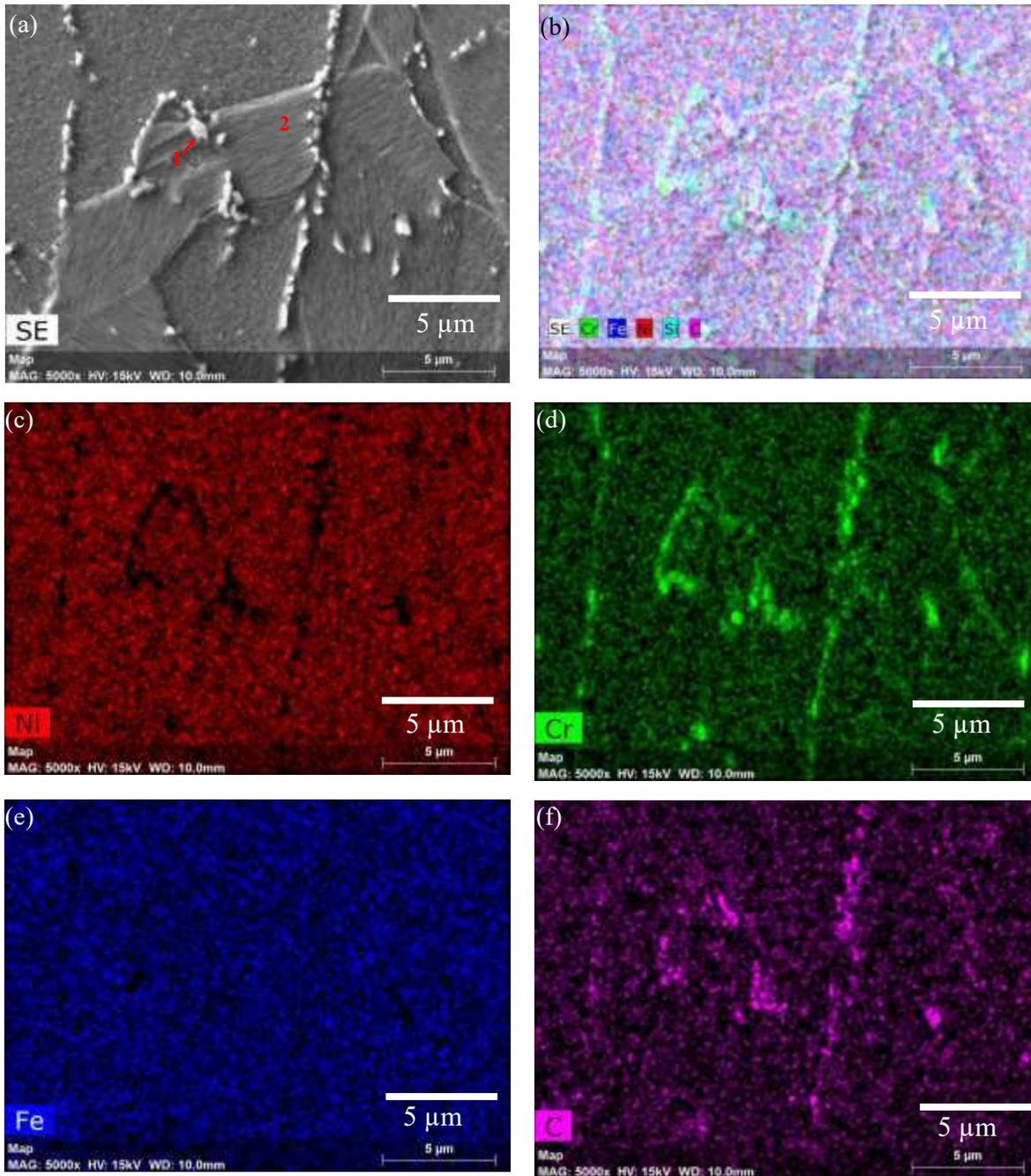
### 4.1 Microestructura del metal base.

En la Figura 4.1 se ilustra el tipo de microestructura de Inconel 600 en la condición tal como se recibió. Se puede apreciar una matriz austenítica con granos equiaxiales y la presencia de algunas maclas en el interior de los granos las cuales pueden tener origen debido al conformado mecánico o ser maclas de recocido, estas últimas son muy comunes en materiales con estructura cristalina FCC [71]. El tamaño del grano austenítico varía entre 20 y 70  $\mu\text{m}$  como fue observado por otros autores [34, 72] para este trabajo se estimó un tamaño de grano promedio aproximado de 30  $\mu\text{m}$ . Además, se puede observar la precipitación de carburos del tipo  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  en los límites de grano y carburos del tipo MC (donde M puede ser Nb, Ti y Ta) y  $\text{M}_7\text{C}_3$  dentro del grano austenítico.



**Figura 4.1.** Microestructura del metal base (a) utilizando una magnificación de 1000x y (b) utilizando una magnificación de 5000x.

La Figura 4.2 (a) es una imagen a altas magnificaciones en la que se puede observar de mejor forma los carburos precipitados. Realizando un mapeo elemental en la Figura 4.2 (b) se puede observar el contenido de elementos tanto en la matriz austenítica como en los precipitados, estos carburos muestran altos contenidos de Cr y C principalmente.



**Figura 4.2.-** (a) Imagen de MEB a altas magnificaciones, (b) mapeo elemental, (c) Ni, (d) Cr, (e) Fe y (f) C.

Se realizó un microanálisis como se muestra en la Figura 4.2 (a) el primer microanálisis se realizó sobre un carburo precipitado y el segundo sobre la matriz. La Tabla 4.1 muestra los resultados en porcentaje atómico de los elementos presentes, donde claramente se puede

observar que el punto uno presenta altos incrementos de Cr y C en comparación con el EDS realizado sobre la matriz.

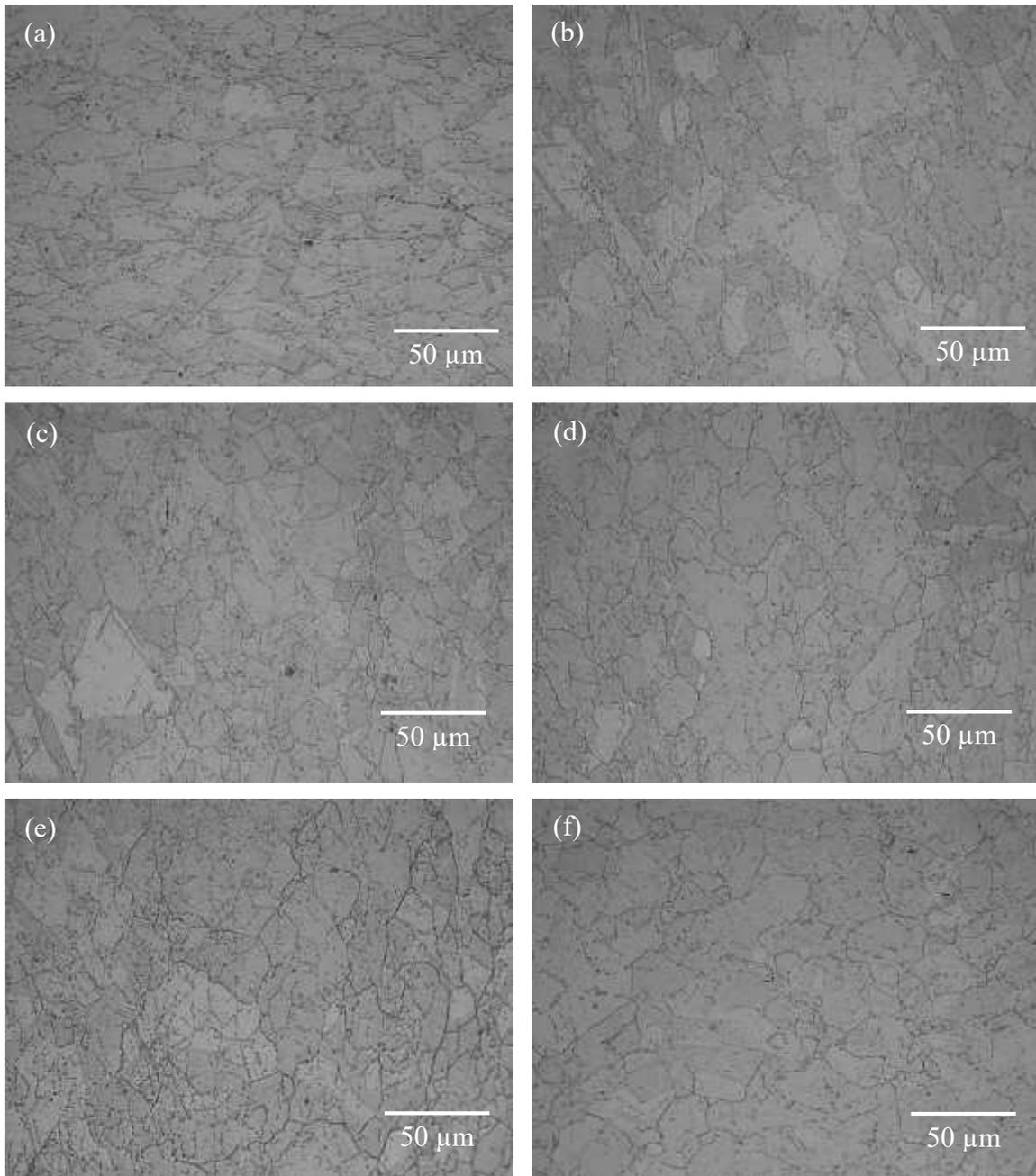
**Tabla 4.1.-** Porcentaje atómico de los elementos del análisis puntual por EDS.

Elemento	C	Cr	Fe	Ni
Punto 1	44.2	41.8	2.7	11.3
Punto 2	20.6	15.1	7.9	56.5

## 4.2 Caracterización de muestras sometidas a tratamiento térmico.

### 4.2.1 Caracterización metalográfica.

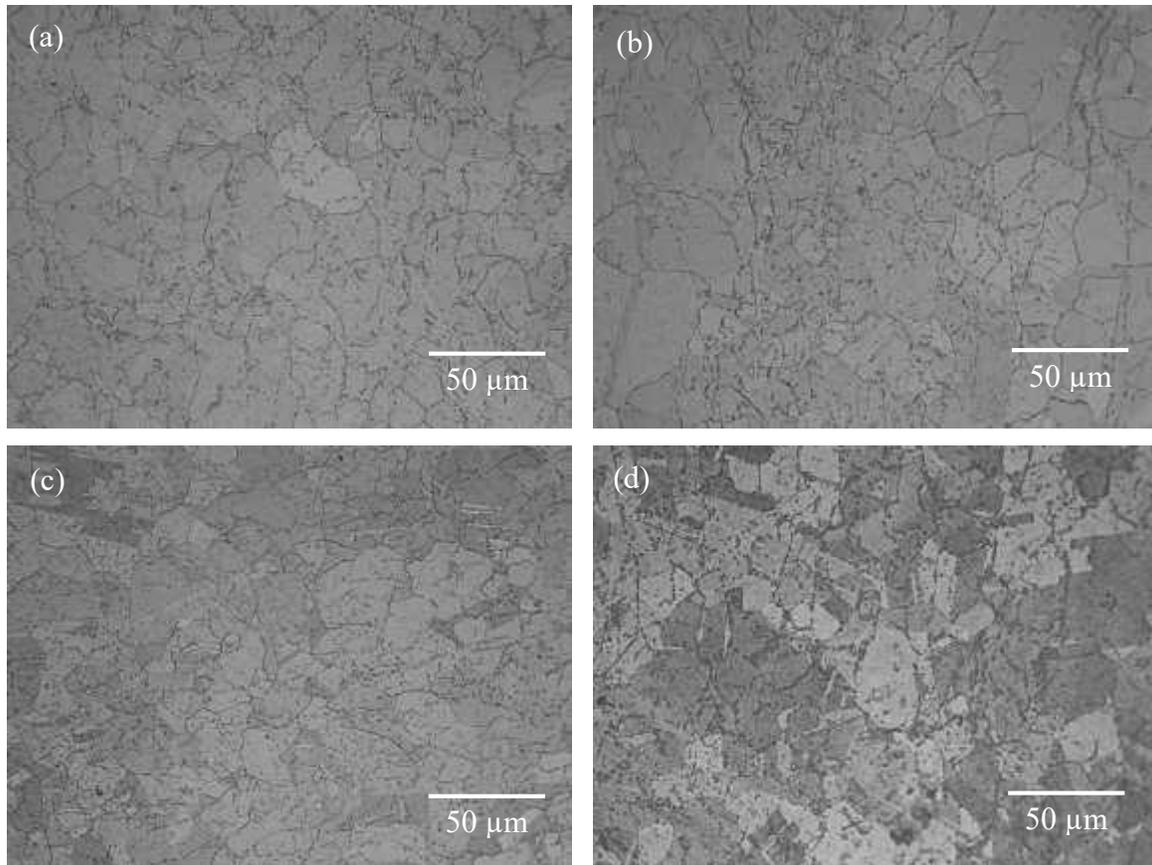
Existen tres modificaciones microestructurales en el límite de grano que resultan de estos tratamientos térmicos: la precipitación de carburos en los límites de grano, zonas agotadas de cromo cerca de límites de grano asociada con la precipitación de carburos, segregación de elementos en límites de grano (P, S, B, Sn, As, Sb) [33, 34]. Las micrografías mediante MO se muestran en la Figura 4.3, donde en los incisos (a), (b) y (c) se presentan el metal base y tiempos cortos de tratamiento de 10 min y 1 h en los cuales se observa la matriz austenítica y algunos carburos precipitados sobre límites de grano. Conforme incrementa el tiempo de envejecido comienza una mayor precipitación en límites de grano como se puede observar en la Figura 4.3 (e) donde la muestra fue tratada térmicamente por 100 h, en comparación con la microestructura del metal base, se observan límites grano mucho más oscuros debido a la precipitación de carburos en estas zonas, tal y como lo sido reportado por Lippold y colaboradores en este tipo de superaleaciones [7]. Después de 200 h de tratamiento térmico, en la Figura 4.4 (a) se observa que algunas maclas por deformación que el material presentaba comienzan a desaparecer, aumentando el tiempo de tratamiento térmico algunos granos pequeños comienzan a coalescer formando granos austeníticos de mayor tamaño tal como se observa en la Figura 4.4 (b).



**Figura 4.3.** Microestructura del Inconel 600 sometida a diferentes tiempos de envejecido (a) MB, (b) 10 min, (c) 1 h, (d) 10 h, (e) 100 h y (f) 200 h.

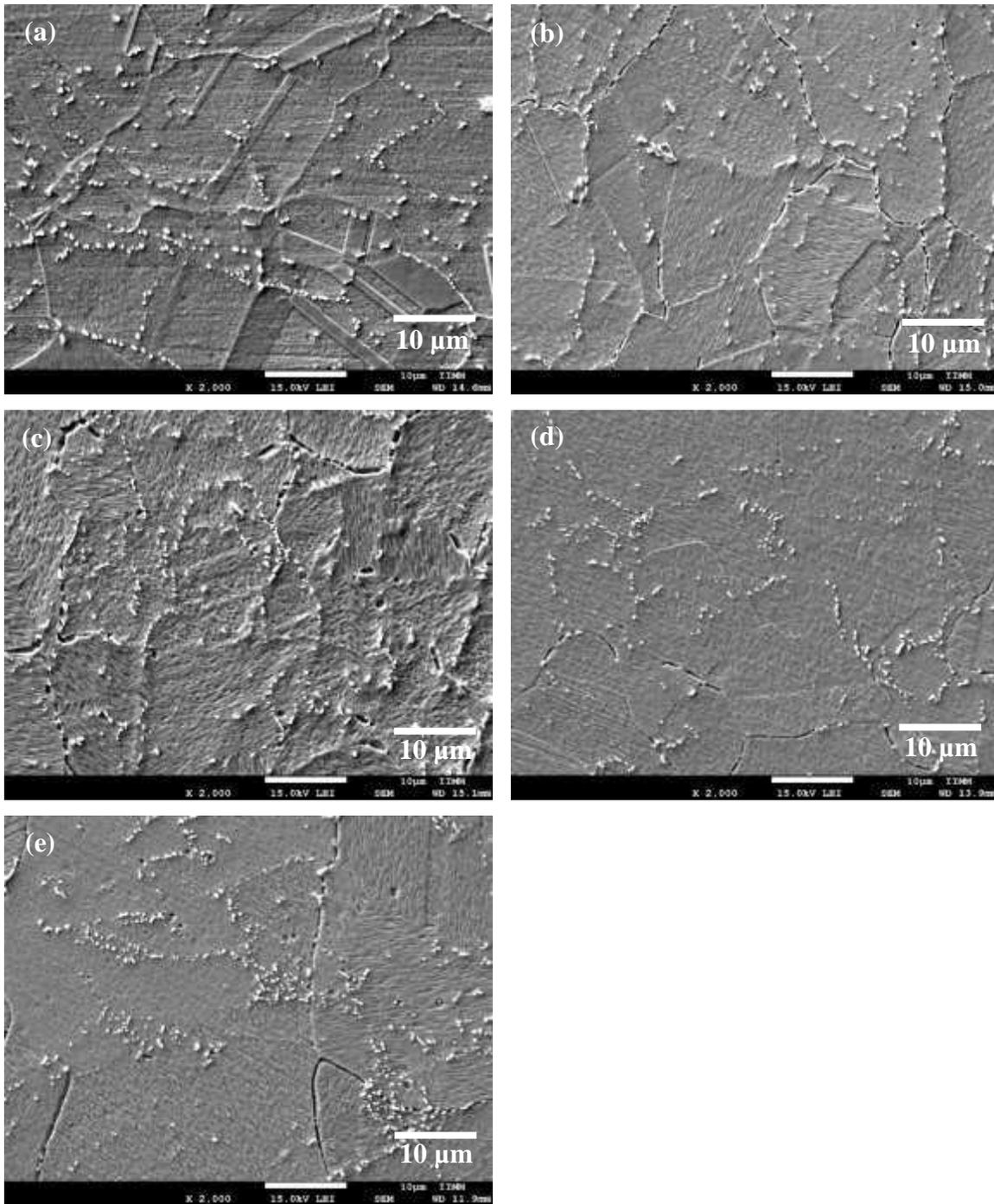
La Figura 4.5 muestra micrografías por MEB de muestras tratadas térmicamente a mayores magnificaciones. En la Figura 4.5 (a) se observa el MB presentado maclas en el interior del grano austenítico, los límites de grano se observan en perfecto estado y se puede distinguir la precipitación de carburos dentro de los granos austeníticos. Mientras que al aumentar el tiempo de tratamiento térmico a 10 horas (Figura 4.5 (b)) se observa la notoria desaparición

de maclas dentro de los granos austeníticos y carburos precipitados en los límites de grano donde algunos de ellos son arrancados por el ataque químico dejando zanjas que delinean los límites de grano. El incremento en el tiempo de tratamiento térmico a 100 horas conduce a que las maclas sigan desapareciendo y exista una mayor presencia de carburos en los límites de grano produciendo zanjas de mayor tamaño al ser arrancados al momento de la preparación metalográfica.



**Figura 4.4.** Microestructura del Inconel 600 sometida a diferentes tiempos de envejecido (a) 300 h, (b) 500 h, (c) 1000 h y (d) 2000 h.

La alta concentración de precipitados en los límites de grano ha sido reportada por varios autores [8, 33, 73]; ellos reportan que estos precipitados son del tipo  $M_7C_3$  y  $M_{23}C_6$ , los carburos del tipo  $M_7C_3$  son observados principalmente dentro del grano austenítico y algunos de ellos en límites de grano con una estructura cristalina hexagonal, mientras que el carburo del tipo  $M_{23}C_6$  solo fue encontrado en los límites de grano presentando una estructura FCC [8], siendo un precipitado coherente con la matriz.

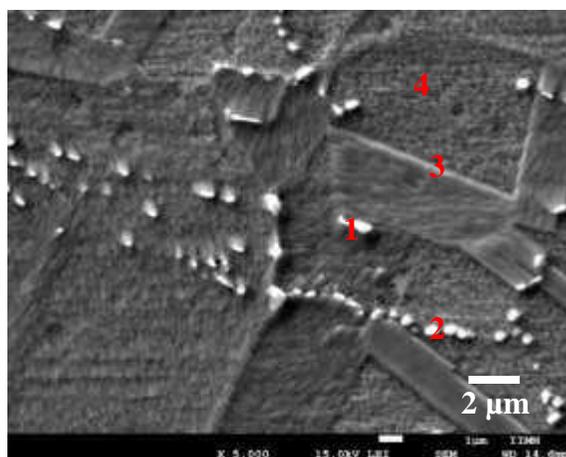


**Figura 4.5.** Microestructura obtenida por MEB de muestra sometidas a diferentes tiempos de envejecido, (a) MB, (b) 10 h, (c) 100 h, (d) 200 h y (e) 300 h.

En las Figura 4.5 (d) y (e) se observa un pequeño incremento de tamaño de grano austenítico, algunos granos pequeños desaparecen pasando a formar parte de granos de mayor tamaño. También, es posible observar que las maclas presentes en el material base han desaparecido

por completo, se sigue observando la presencia de carburos tanto en los límites de grano y como en el interior de estos.

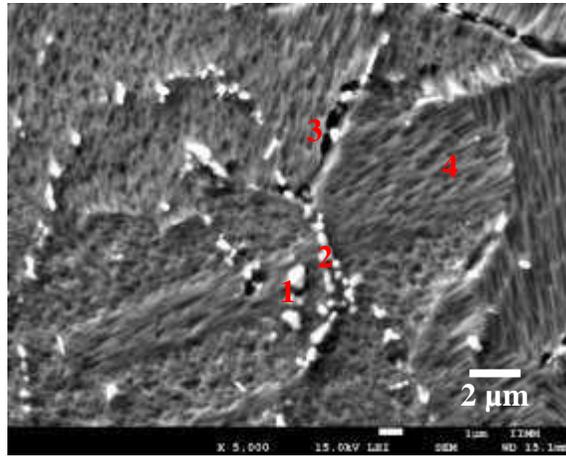
En la Figura 4.6, Figura 4.7 y Figura 4.8 se realizaron análisis EDS en las diferentes condiciones; MB, 100 horas y 300 horas. Es evidente la presencia de carburos de cromo del tipo MC,  $M_7C_3$  y  $M_{23}C_6$  en la Tabla 4.2, Tabla 4.3 y Tabla 4.4 se observan incrementos considerables de carbono y cromo comparado con los microanálisis en los centros de cada grano austenítico en las muestras envejecidas. Esto es debido a la difusión de carbono a altas temperaturas que provoca la formación de carburos de cromo debido a la afinidad del carbono por elementos como Cr.



**Figura 4.6.** Micrografía del MB donde indica las posiciones en las que se realizó EDS.

**Tabla 4.2.** Concentración de elementos presentes en el MB de acuerdo con el análisis EDS de la Figura 4.5 respectivamente (% atómico).

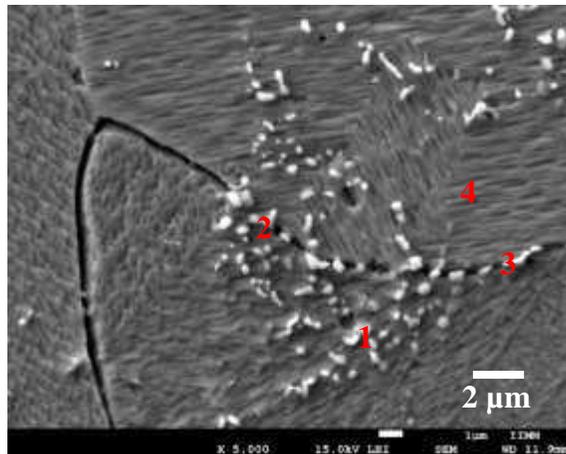
Elemento	C	Cr	Fe	Ni
Punto 1	44.2	41.8	2.72	11.27
Punto 2	39.21	15.25	5.81	39.7
Punto 3	20.55	15.05	7.89	56.49
Punto 4	18.08	14.99	7.71	58.66



**Figura 4.7.** Micrografía de la muestra envejecida por 100 h donde indica las posiciones en las que se realizó EDS.

**Tabla 4.3.** Concentración de elementos presentes en la muestra envejecida por 100 h de acuerdo al análisis EDS de la Figura 4.6 respectivamente (% atómico).

Elemento	C	Cr	Fe	Ni
Punto 1	39.72	29.86	4.55	25.56
Punto 2	40.72	38.05	3.78	17.22
Punto 3	43.37	37.86	3.55	15.12
Punto 4	19.9	15.1	7.92	56.61



**Figura 4.8.** Micrografía de la muestra envejecida por 300 h donde indica las posiciones en las que se realizó EDS.

**Tabla 4.4.** Concentración de elementos presentes en la muestra envejecida por 100 h de acuerdo con el análisis EDS de la Figura 4.7, respectivamente (% atómico).

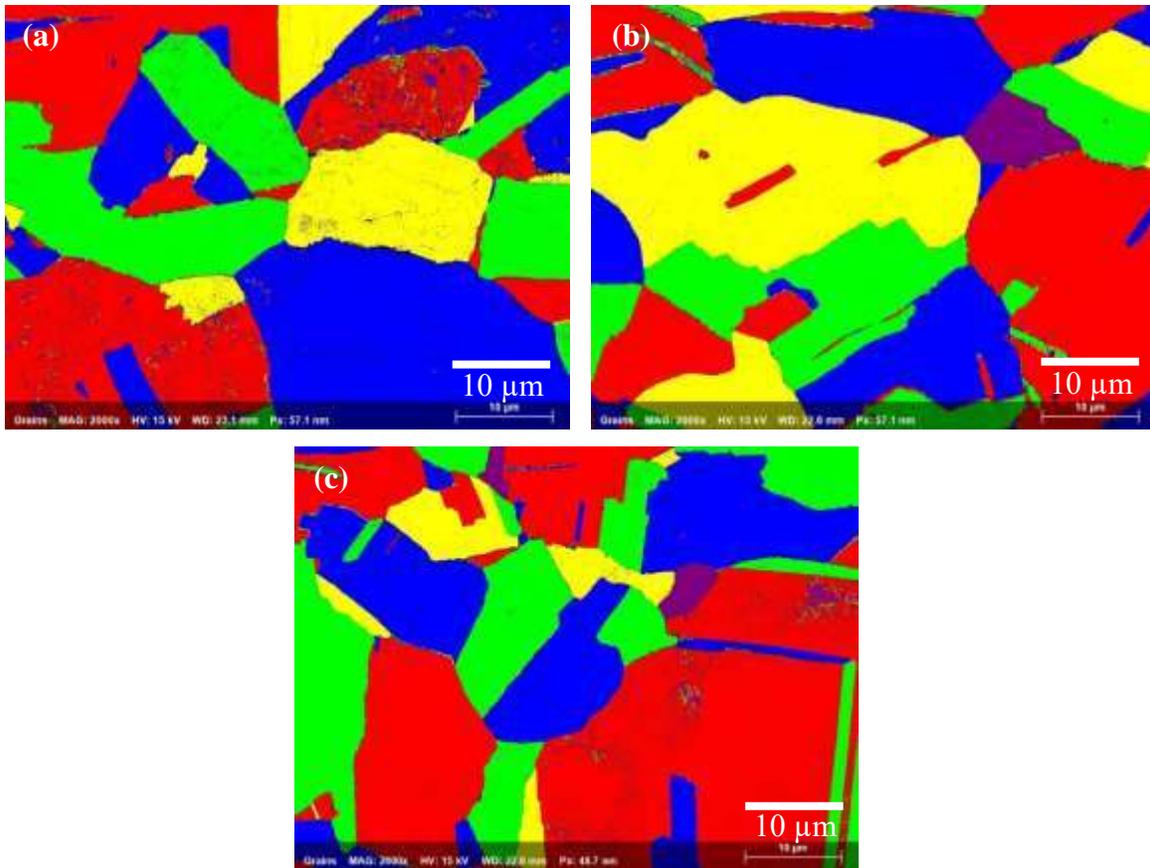
Elemento	C	Cr	Fe	Ni
Punto 1	30.24	51.71	3.28	14.44
Punto 2	33.87	48.34	3.37	14.28
Punto 3	23.93	30.09	6.21	39.76
Punto 4	0	16.88	9.67	73.43

En Tabla 4.4 se puede observar que el % atómico de carbono de la muestra tratada térmicamente a 300 h es menor si se compara con los resultados de la tabla dos de la muestra sometida a 100 h de tratamiento térmico.

#### **4.2.1.1 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)**

La técnica de EBSD puede ayudar a mejorar la caracterización microestructural de muestras tratadas térmicamente. La Figura 4.9. muestra los granos austeníticos de la aleación Inconel 600 tratada térmicamente. Cada grano equiaxial austenítico tiene un color distinto dependiendo de su orientación cristalográfica. Es importante también observar la presencia de maclas dentro de los granos austeníticos aun cuando el material fue tratado térmicamente.

Un mapa de fase mediante EBSD toma un color diferente dependiendo de su estructura cristalina, en la Figura 4.10 (a) se puede observar que el MB presenta precipitados de tipo MC y  $M_7C_3$  dentro de los granos austeníticos. Los carburos  $M_{23}C_6$  se encontraron precipitados sobre los límites de grano. Cuando el Inconel 600 es tratado térmicamente hasta 100 h el carburo  $M_{23}C_6$  se presenta en mayor cantidad precipitado sobre el límite de grano. Después de 300 h se observan los tres tipos de carburos, los precipitados MC siguen dispersos en el interior de los granos equiaxiales austeníticos, el tipo  $M_7C_3$  se encuentra en límites de grano y dentro del grano austenítico, pero formando precipitados de mayor tamaño. El carburo tipo  $M_{23}C_6$  es observado de la misma forma sobre el límite de grano.

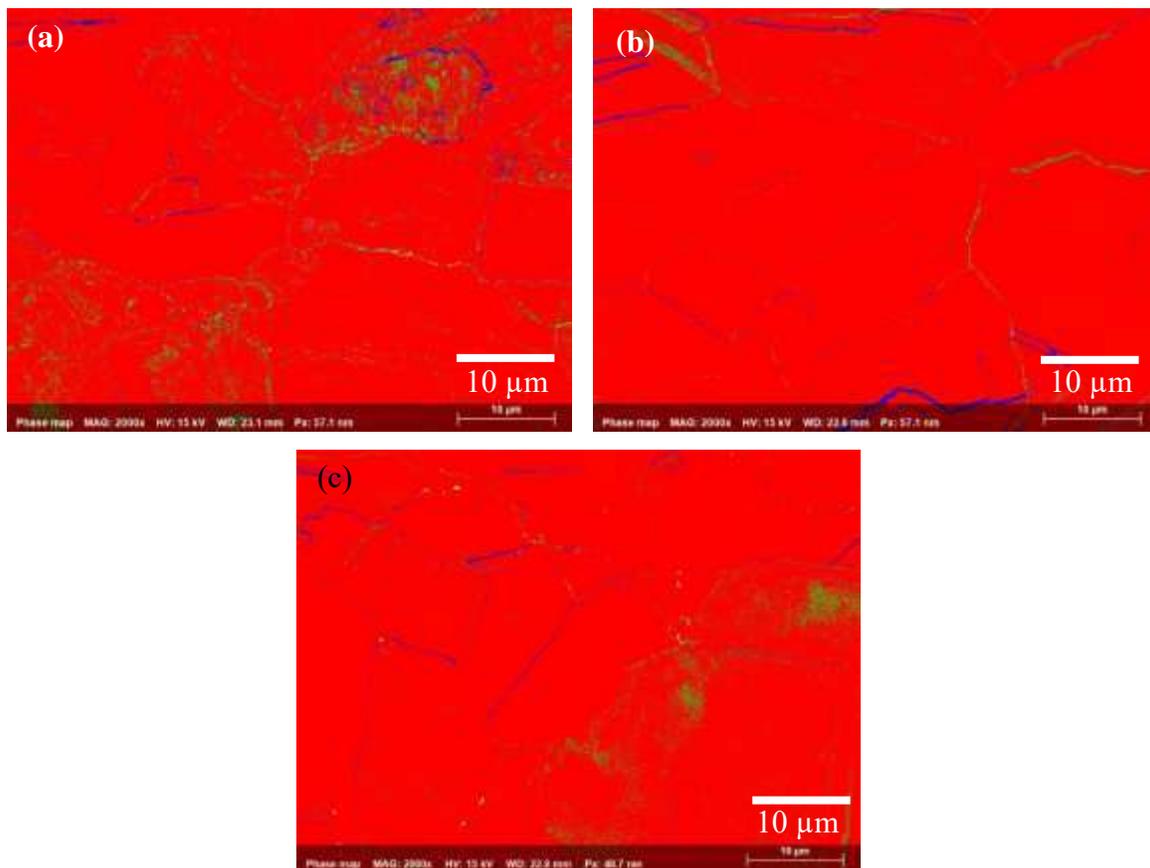


**Figura 4.9.** Imágenes adquiridas por EBSD de granos austeníticos (a) MB, (b) 100 h y (c) 300 h.

#### 4.2.2 *Potencial termoeléctrico (PTE) y microdureza Vickers*

En lo que respecta a las mediciones de coeficiente de PTE de especímenes expuestos a los diferentes tiempos de permanencia del tratamiento de envejecimiento a 700°C. Se obtuvo un valor de PTE promedio de  $8.936 \pm 0.05$  en el material base de la aleación Inconel 600 en la condición en que fue recibido. El PTE aumentó conforme se incrementó el tiempo de permanencia hasta 100 h alcanzando un valor máximo de  $9.273 \pm 0.05$ , al continuar aumentando el tiempo de permanencia de tratamiento térmico los valores de potencial termoeléctrico descienden hasta  $8.975 \pm 0.05$ . La Figura 4.11 muestra el cambio en el PTE en función del tiempo de permanencia de las muestras envejecidas, Benkirat y colaboradores [74] afirman que siempre existe un incremento en el PTE durante la precipitación de carburos. La máxima variación con referencia al valor de llegada corresponde a 3.86%, lo cual puede sugerir a primera instancia la existencia de precipitados y/o segundas fases,

tomando en cuenta que esta técnica no destructiva es considerada sensible a las variaciones de la microestructura [75-77].

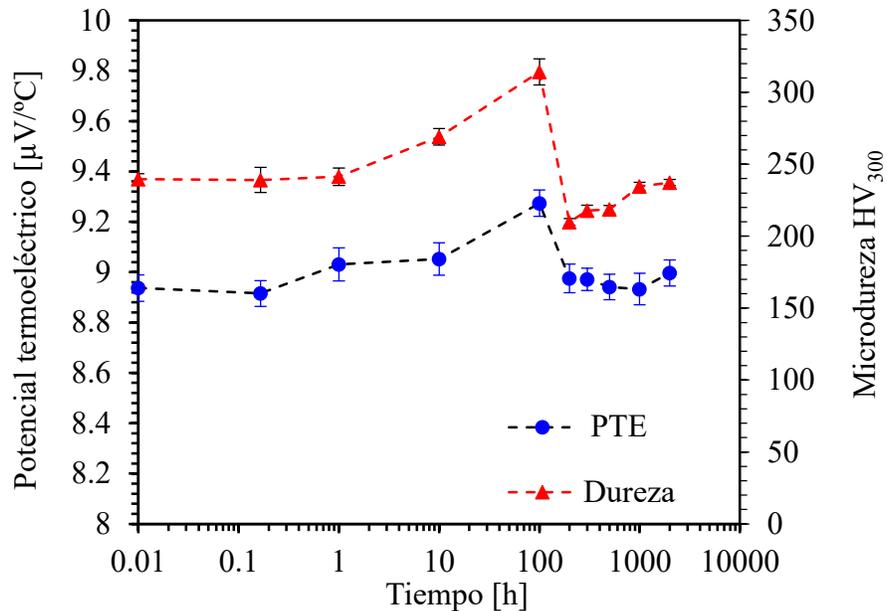


**Figura 4.10.** Mapa de fases mediante EBSD (a) MB, (b) 100 h y (c) 300 h.

Los resultados obtenidos de las mediciones de microdureza Vickers utilizando una carga de 300 g se muestran en la Figura 4.11. Las muestras tratadas térmicamente presentan una tendencia a incrementar gradualmente su dureza a medida en que se incrementan los tiempos de permanencia a una temperatura de 700°C a partir de un tiempo de envejecimiento de 10 h. Cuando se tiene un tiempo de permanencia de 100 h el incremento de dureza es aproximado al 30 % comparado con el metal base. Pero si el tiempo de envejecido aumenta, existe un cambio considerable donde los valores de dureza disminuyen hasta valores cercanos a los del metal base. Esto es debido a la difusión de elementos hacia los límites de grano para la formación de carburos, que dejan zonas empobrecidas. También puede ser relacionado con el pequeño incremento del tamaño de grano y la desaparición total de maclas que anteriormente estaban dentro de los granos austeníticos. Existe una correlación importante

entre las mediciones de PTE y dureza. Las cuales muestran un incremento gradual a medida que aumenta el tiempo de tratamiento térmico hasta 100 h, posteriormente en ambas técnicas los valores disminuyen.

El efecto del incremento de dureza corresponde al cambio microestructural generalmente asociado a la precipitación dentro del grano austenítico y en los límites de grano, producto de una elevada temperatura y un posterior enfriamiento rápido [73, 78].

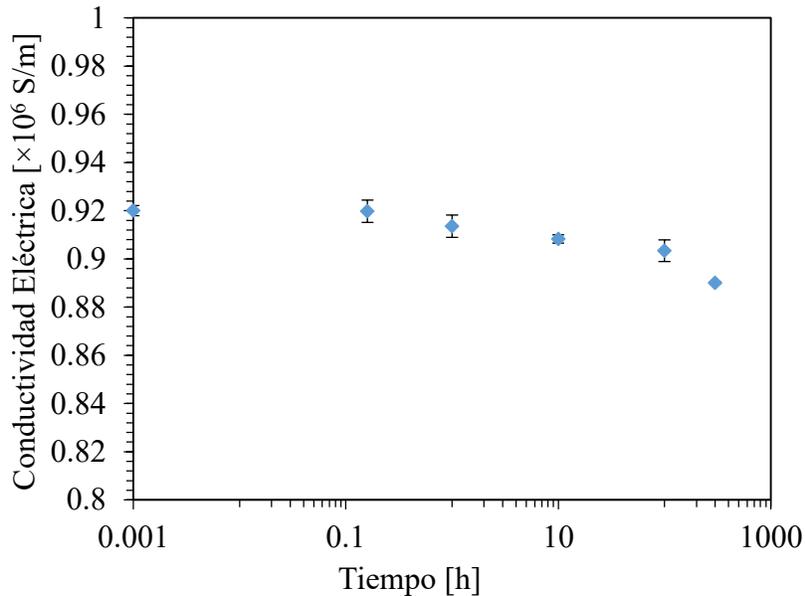


**Figura 4.11.** Comportamiento del PTE y microdureza Vickers en función del tiempo de envejecido.

#### 4.2.3 Mediciones de caída de potencial de corriente alterna

En la aleación Inconel 600 se encuentran elementos como el cromo, hierro, carbono, aluminio y titanio que están presentes en una matriz de níquel, estos elementos tienen diferencias en el tamaño de los radios atómicos, las cuales introducen una distorsión en la red. La conductividad eléctrica comparada con la del níquel puro se ve reducida debido a esta distorsión, la distorsión de la red cristalina afecta la movilidad de electrones libres. Durante el envejecido de este tipo de aleaciones, algunos elementos que distorsionan la red difunden y forman precipitados o segundas fases en algunas regiones purificando la matriz y evitando el efecto de dispersión, ayudando con ello a incrementar la conductividad eléctrica del material. Pero en otras ocasiones incrementando la cantidad de carburos o precipitados,

especialmente de algunas morfologías, mejora la dispersión de electrones de los precipitados en ellos mismos y tiende a reducir la conductividad eléctrica del material [79]. La Figura 4.12 muestra que cuando aumentan los tiempos de tratamiento térmico, la conductividad eléctrica decae a medida que se incrementa el tiempo de tratamiento térmico. Esta técnica no presenta algún cambio tal y como se observa con la técnica de PTE y microdureza.

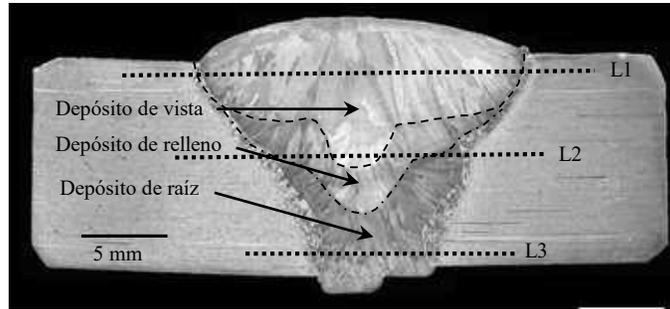


**Figura 4.12.** Conductividad eléctrica contra tiempo de tratamiento de las muestras de Inconel 600.

### 4.3 Caracterización de la unión soldada.

#### 4.3.1 Caracterización metalográfica.

La Figura 4.13 muestra la macrografía del perfil transversal de la unión soldada, se puede observar claramente el depósito de raíz, el depósito de relleno y el depósito de vista de la unión soldada, la cual presenta un crecimiento dendrítico columnar en la zona de fusión (ZF) y se puede ver claramente que entre estos tres depósitos no existe algún problema de fusión entre ellos. Se observa una buena fusión lateral entre la ZF y el MB, las placas soldadas presentaron una mínima distorsión, no se observó la presencia de grietas visibles a simple vista, ni poros o socavaduras. Esta macrografía muestra cierto grado de afectación térmica en el MB. El porcentaje de dilución para esta unión fue del 13%.



**Figura 4.13.** Macrografía de la sección transversal de la unión soldada de Inconel 600.

La Figura 4.14 muestra características microestructurales observadas en MO en los tres niveles (L1, L2 y L3) como se indica en la Figura 4.13. Independientemente de la posición existe una zona afectada térmicamente (ZAT) caracterizada por un crecimiento de grano significativo adyacente a la línea de fusión, seguido de una región que experimento un grado menor de recristalización, presentando una transición gradual de granos gruesos a los granos característicos de la microestructura del MB.

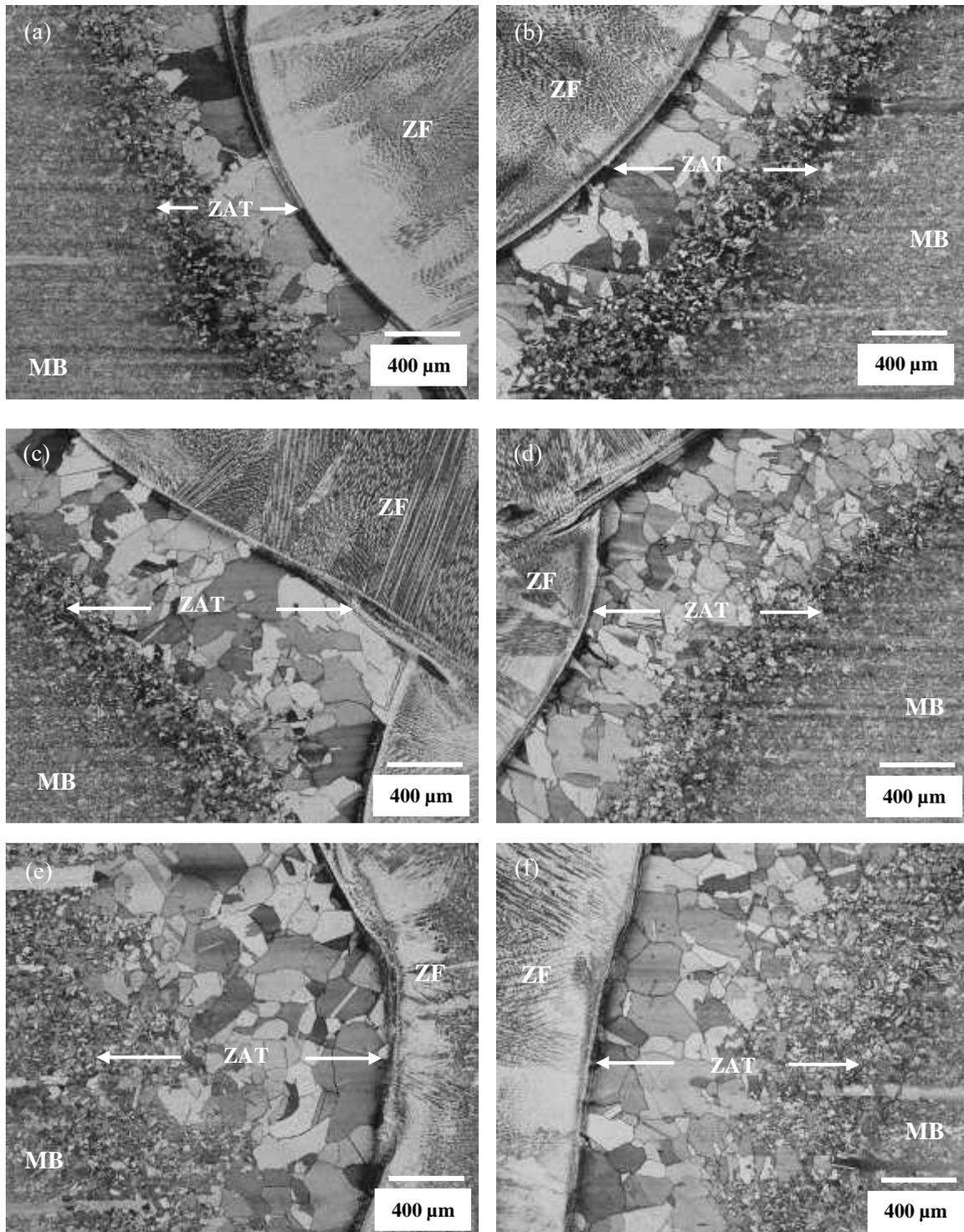
Una súper aleación base níquel al ser sometida a una soldadura por fusión generalmente da como resultado un crecimiento de grano en la ZAT. El grado de crecimiento de grano depende de la microestructura inicial del material base y de la cantidad de calor al que es sometido durante el soldeo. Si se tiene un tamaño de grano pequeño, el calor aportado por la soldadura y la deformación plástica inicial son altas, se espera un crecimiento substancial de grano [7].

La caracterización microestructural en el MO confirma este crecimiento de grano. En las imágenes que se muestran en la Figura 4.14 se hace evidente que la ZAT se caracteriza por un crecimiento considerable en el tamaño de grano cercano a 200  $\mu\text{m}$ . El tamaño de grano inicial del material recibido presenta variaciones entre 20  $\mu\text{m}$  y 70  $\mu\text{m}$ , esto también ha sido reportado por otros autores [34, 80].

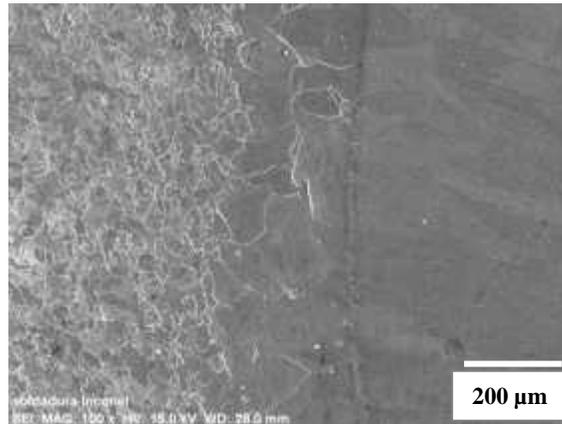
Existe una correcta unión entra la ZAT y el cordón de soldadura, como se puede observar en la Figura 4.15 obtenida mediante MEB, donde también es evidente el crecimiento del tamaño de grano en la ZAT.

El Inconel 600 y superaleaciones de su tipo, se caracterizan por mantener un grano austenítico estable desde un alto rango de temperaturas hasta temperatura ambiente. Se presenta la segregación de algunos elementos al momento de la solidificación, resultando con variación

local de composición química a nivel de subgranos. En muchas aleaciones la segregación de algunos elementos puede formar la precipitación de segundas fases al momento de la solidificación del cordón soldadura.



**Figura 4.14.** Microestructura de la soldadura por ambos lados del cordón, a-b) parte superior de la soldadura, c-d) centro y e-f) raíz de la soldadura.

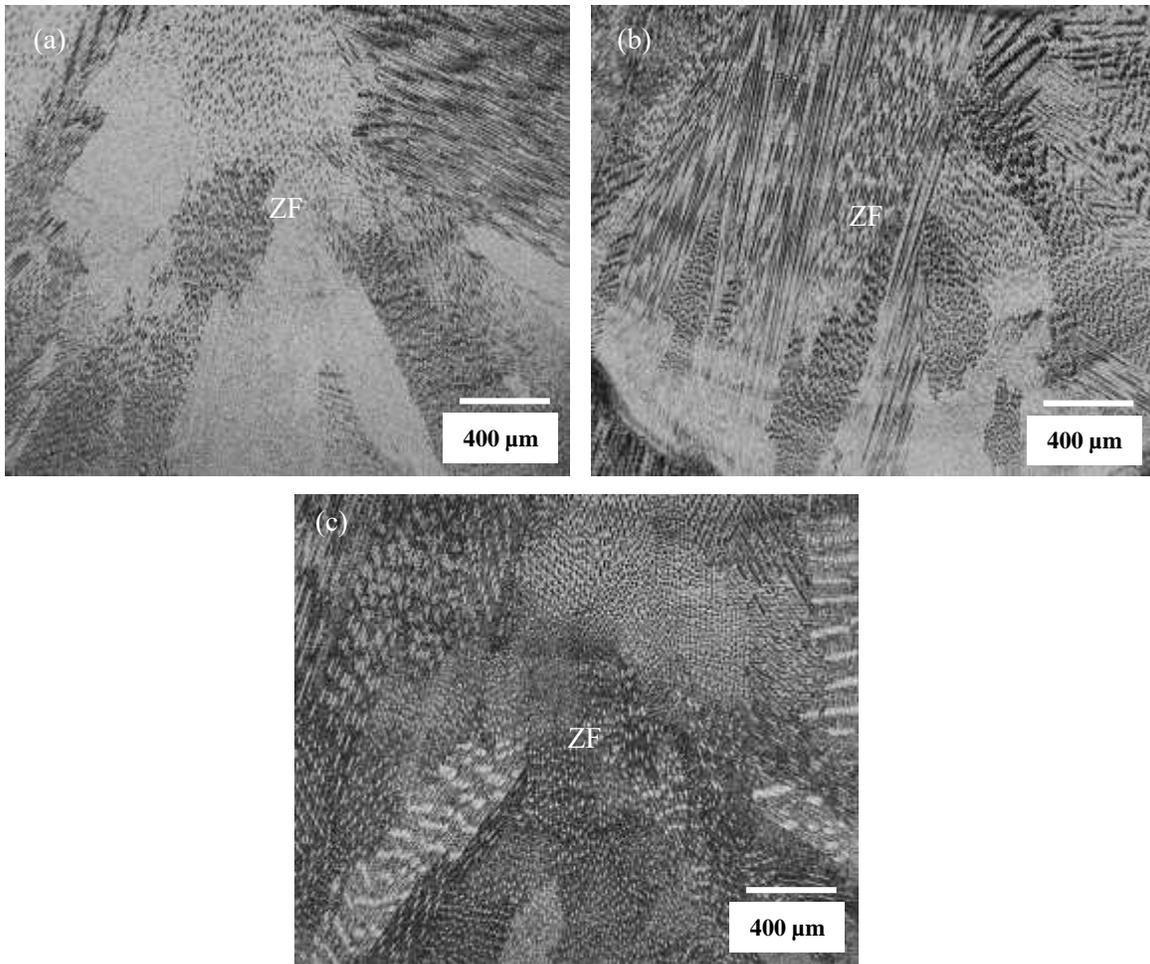


**Figura 4.15.** Microestructura de la unión soldada, en la interface metal de soldadura/ZAT.

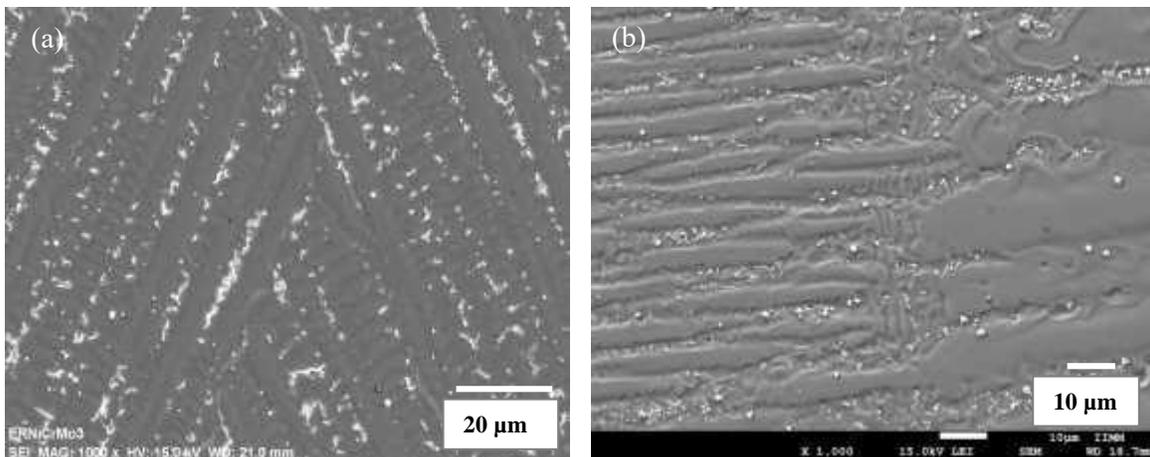
Las micrografías ópticas en el centro de los depósitos de soldadura se muestran en la Figura 4.16, las cuales presentan una microestructura austenítica. Debido a la rápida extracción de calor inducida por la placa de respaldo, el paso de raíz se caracteriza por granos dendríticos equiaxiales no muy largos. Mientras tanto en el depósito de relleno muestra el típico crecimiento competitivo de grano columnar. El mismo mecanismo de solidificación prevalece en el depósito de vista con granos más gruesos debido a la tasa de disipación de calor más lenta.

En la Figura 4.17 muestra la forma de solidificación de la zona de fusión mediante MEB a mayores aumentos, donde se observa un crecimiento columnar competitivo dendrítico debido al enfriamiento rápido durante la solidificación. Se observa una abundante presencia de fases secundarias en los espacios interdendríticas.

Esta estructura austenítica que solidifica de forma celular o dendrítica, es muy importante debido a que de ella dependen las propiedades mecánicas y la resistencia de la unión soldada en el cordón de la soldadura. Este tipo de microestructuras son producto de las diferencias de temperatura y composición al momento de solidificación [81, 82].



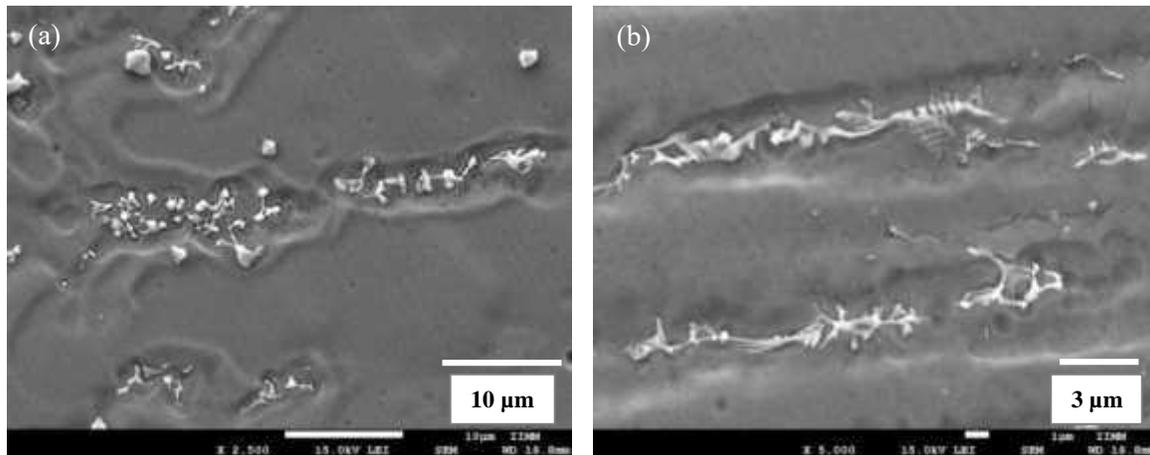
**Figura 4.16.** Micrografías del centro de la zona de fusión.



**Figura 4.17.** Microestructura del cordón de soldadura.

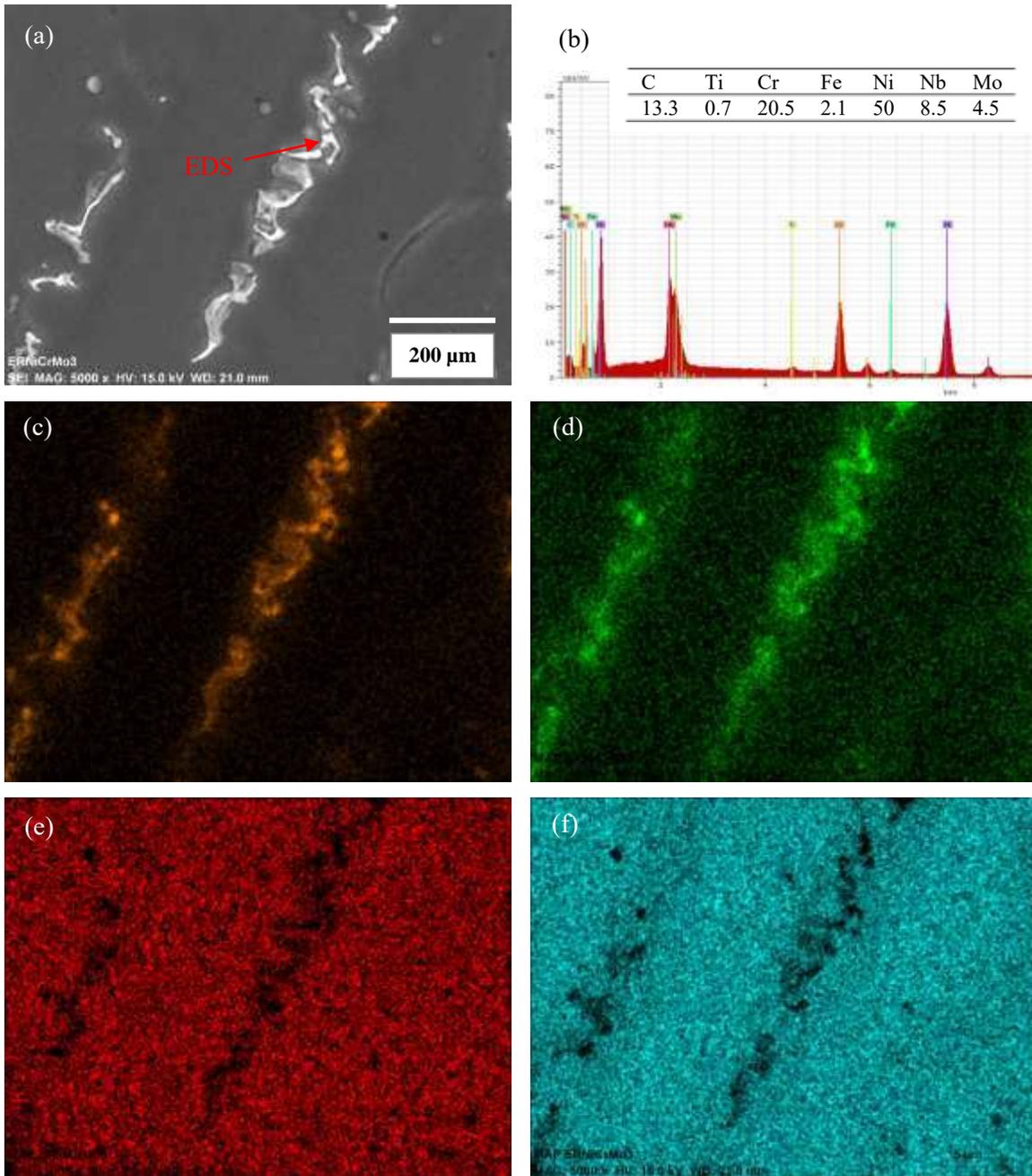
La presencia de segundas fases como se puede evidenciar a detalle en la Figura 4.18 presentan altos contenidos de Nb y Ti. Se ha reportado que la principal causa de formación de este tipo

de precipitados es la baja solubilidad del Ti en la austenita en los sistemas de aleaciones Fe-Cr-Ni [83]. Y que las segundas fases precipitadas de Nb y Ti presentan una forma geométrica de cubo, rombo y forma de esqueleto.



**Figura 4.18.** Evidencia de precipitados en la zona de fusión.

Con el fin de determinar la naturaleza de los precipitados, se realizaron análisis adicionales sobre estas partículas mediante la técnica de EDS. Figura 4.19 (a) muestra a altos aumentos las partículas analizadas encontradas en la ZF y la Figura 4.19 (b) presenta el espectro EDS y la composición elemental (% atómico) de un análisis puntual de la partícula señalada en la micrografía por MEB, mientras que la Figura 4.19 (c-f) corresponde al mapeo de cada uno de los elementos Nb, Mo, Cr y Ni. Se encontró que estas fases secundarias se encuentran enriquecidas de Nb y Mo. Estos resultados están de acuerdo con la investigación reportada por Devendranatl y colaboradores [84] y Briones-Flores y colaboradores [85] utilizando un electrodo ERNiCrMo-3.



**Figura 4.19.** (a) Micrografía de segundas fases en ZF, (b) análisis puntual EDS, (c) mapeo de Nb, (d) mapeo de Mo, (e) mapeo de Cr y (f) mapeo de Ni.

Un examen exhaustivo en los tres depósitos de soldadura arrojó resultados consistentes con los reportados por otros autores [86] donde se identificaron pequeños carburos, nitruros y carbonitruros de Ti y Nb con formas cúbicas y romboidal, junto a fases de Laves con diferentes tamaños y morfologías en cadenas.

La nucleación y crecimiento de fases intermetálicas complejas se debe al coeficiente de distribución  $k < 1$  [87, 88], de Nb y Mo elementos que encontrados en el electrodo ERNiCrMo-3 son segregados en el frente de solidificación. Se realizaron mediciones por medio de EDS en la ZF de los contenidos de Nb y Mo en el núcleo de la dendrita,  $C^{core}$ , permitiendo la estimación del coeficiente de distribución utilizando la siguiente relación:

$$k = C^{core} / C^{nom} \quad (6)$$

Donde  $C^{nom}$  corresponde a la composición nominal del electrodo. La Tabla 4.5 muestra los valores correspondientes al depósito de relleno y depósito de vista. Estos valores se encuentran de acuerdo a los reportados por otros autores [7, 87, 88]. Se establece que cuando  $k$  exhibe un valor menor a la unidad, los núcleos dendríticos agotaron estos elementos en comparación con las regiones interdendríticas.

**Tabla 4.5.** Concentraciones de Nb y Ti en núcleo de la dendrita (% peso).

	Elemento	$C^{core}$	$C^{nom}$	$k$
Depósito de vista	Nb	1.9	3.5	0.54
	Mo	5.9	8.92	0.66
Depósito de relleno	Nb	1.6	3.5	0.45
	Mo	5.75	8.92	0.64
*Valor promedio del núcleo de las dendritas analizado por EDS.				

En aleaciones base níquel se han encontrado la siguiente secuencia de solidificación en la zona de fusión [89].



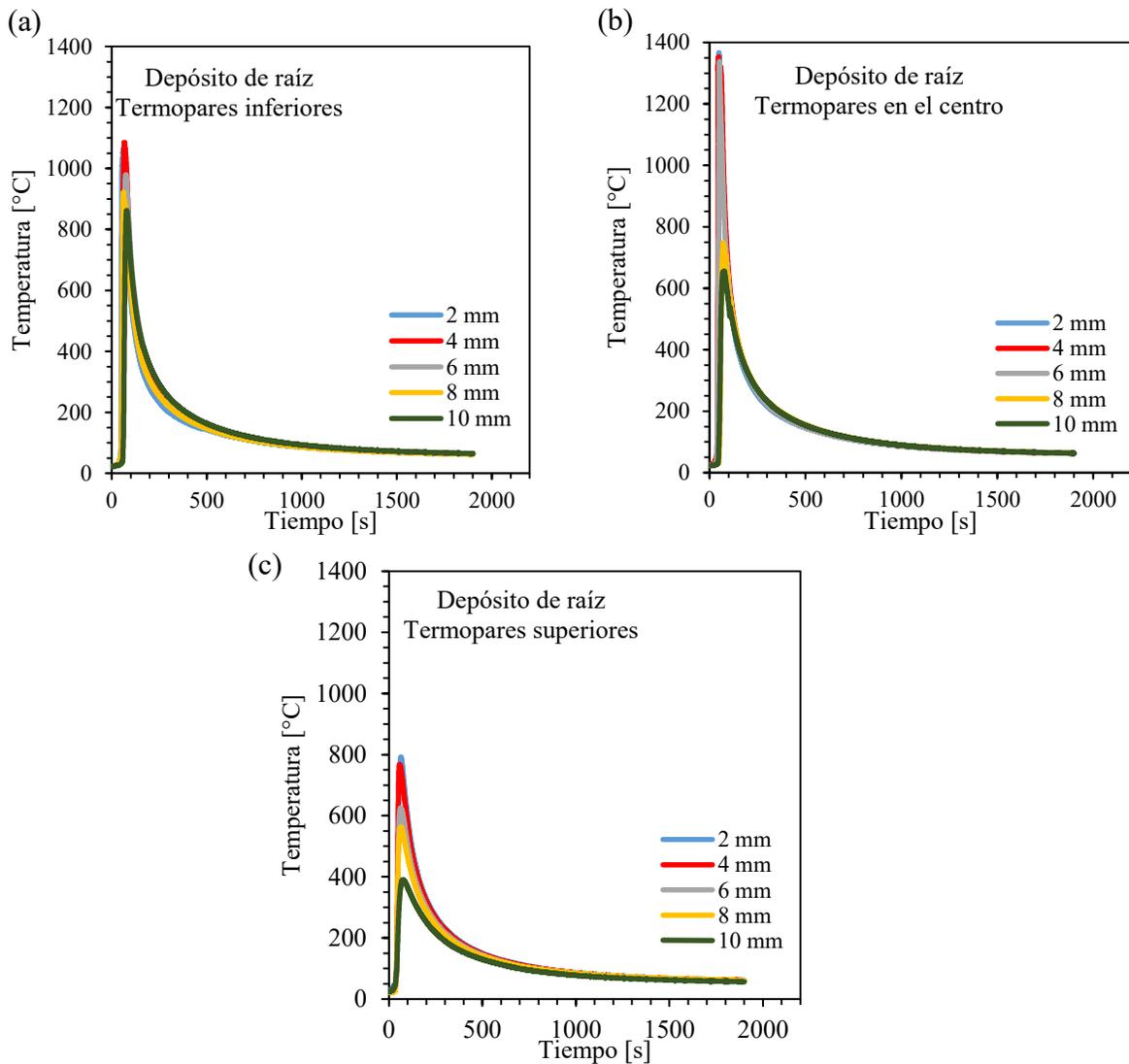
Esta forma de solidificación comienza desde el estado líquido, cuando la temperatura comienza a descender aparecen los núcleos austeníticos a medida que transcurre el tiempo y la temperatura descende, estos núcleos crecen formando dendritas las cuales solidifican, las partes finales de la solidificación o límites de grano y subgranos son ricas en soluto expulsado de las zonas ya solidificadas. En esa parte comienza la nucleación de los carburos de niobio.

Es obvio tener la presencia de carburos de tipo NbC, debido a la baja solubilidad que tiene el Nb en la matriz. Los carburos del tipo NbC pueden provocar el agrietamiento de la aleación [90].

#### **4.3.2 Análisis de distribución de temperatura durante la soldadura.**

Los resultados de las mediciones de temperatura usando termopares se muestran a continuación. Primeramente, en las gráficas de la Figura 4.20 se muestran los resultados del primer depósito o depósito de raíz, los termopares colocados en la parte inferior de la placa alcanzan temperaturas de hasta 1100 °C a 4 mm, el termopar más lejano colocado en la parte inferior de la placa que se encuentra a 10 mm y alcanza una temperatura máxima de 850 °C en ese depósito. Los termopares situados en el centro de la placa se muestran en la Figura 4.20 (b) donde los ubicados a 2, 4 y 6 mm de distancia alcanzan temperaturas cercanas a los 1400 °C, mientras que el situado a una distancia más alejada de 10 mm alcanza 640 °C. El registro de los termopares en la parte superior de la placa se observan en la Figura 4.20 (c) donde la máxima temperatura en el termopar más cercano alcanza 800 °C y el termopar más alejado a 10 mm llega a 400 °C.

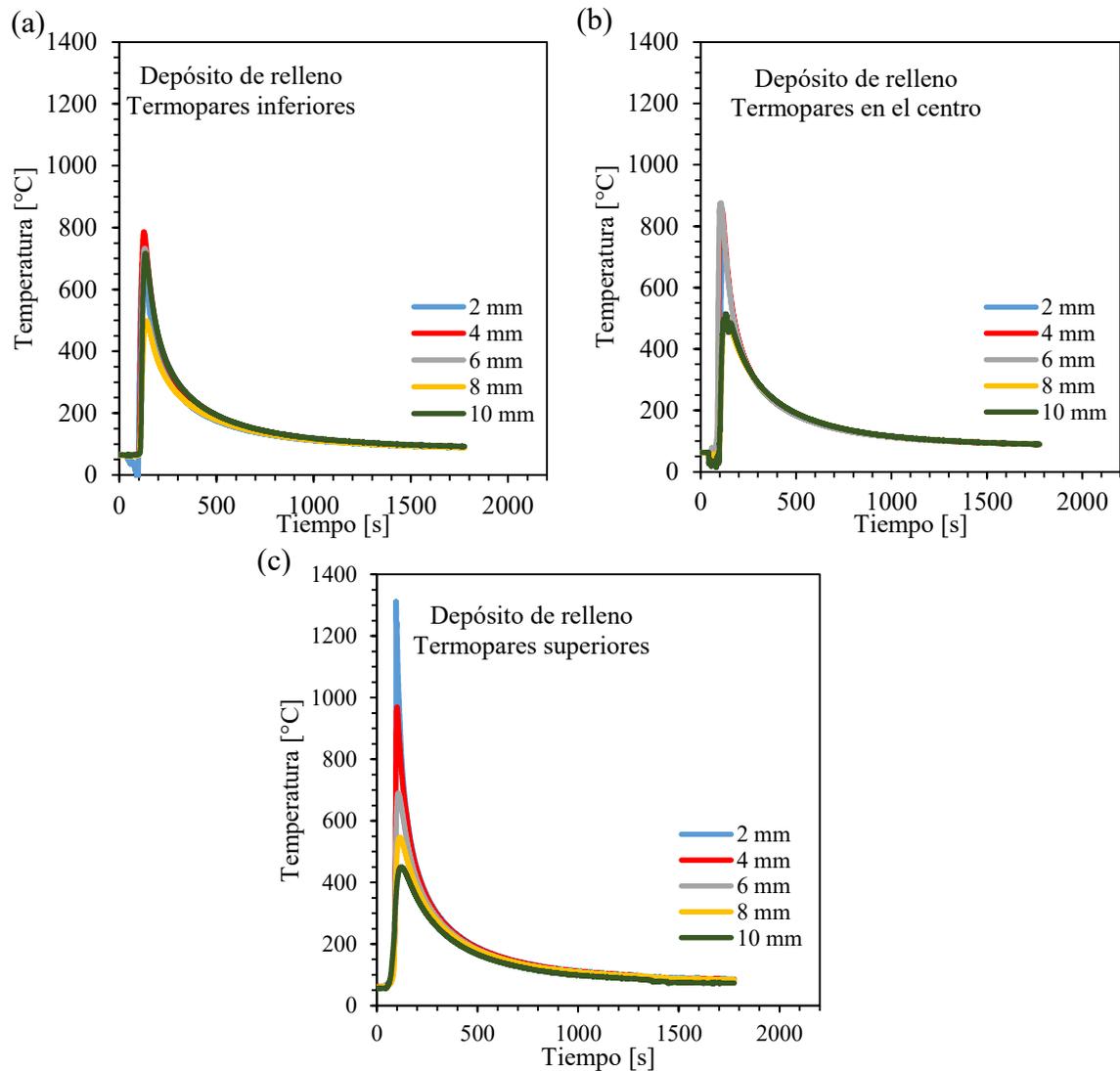
En la Figura 4.21 se muestran los resultados de las mediciones de temperatura durante el segundo depósito o depósito de relleno. Primeramente, en la Figura 4.21 (a) se grafican los resultados de los termopares situados en la parte inferior de la placa donde la temperatura máxima registrada fue de 800 °C, los termopares ubicados en esta zona en el depósito de relleno no muestra variación significativa entre ellos. Mientras que los ubicados en el centro de la placa, los cuales se presentan en la Figura 4.21 (b) donde el termopar a 2 mm de distancia alcanzo una temperatura máxima de 750 °C, mientras que los 4 y 6 mm alcanzaron 850 °C y los termopares más alejados de 8 y 10 mm registraron 500°C. Los termopares en la parte superior de la placa se muestran en la Figura 4.21 (b) y sensaron la mayor temperatura en que se encontraba colocado a 2 mm registrando temperaturas superiores a 1300 °C, las temperaturas máximas alcanzadas en cada termopar fueron descendiendo a mediada de que se tiene una distancia más alejada del cordón de soldadura.



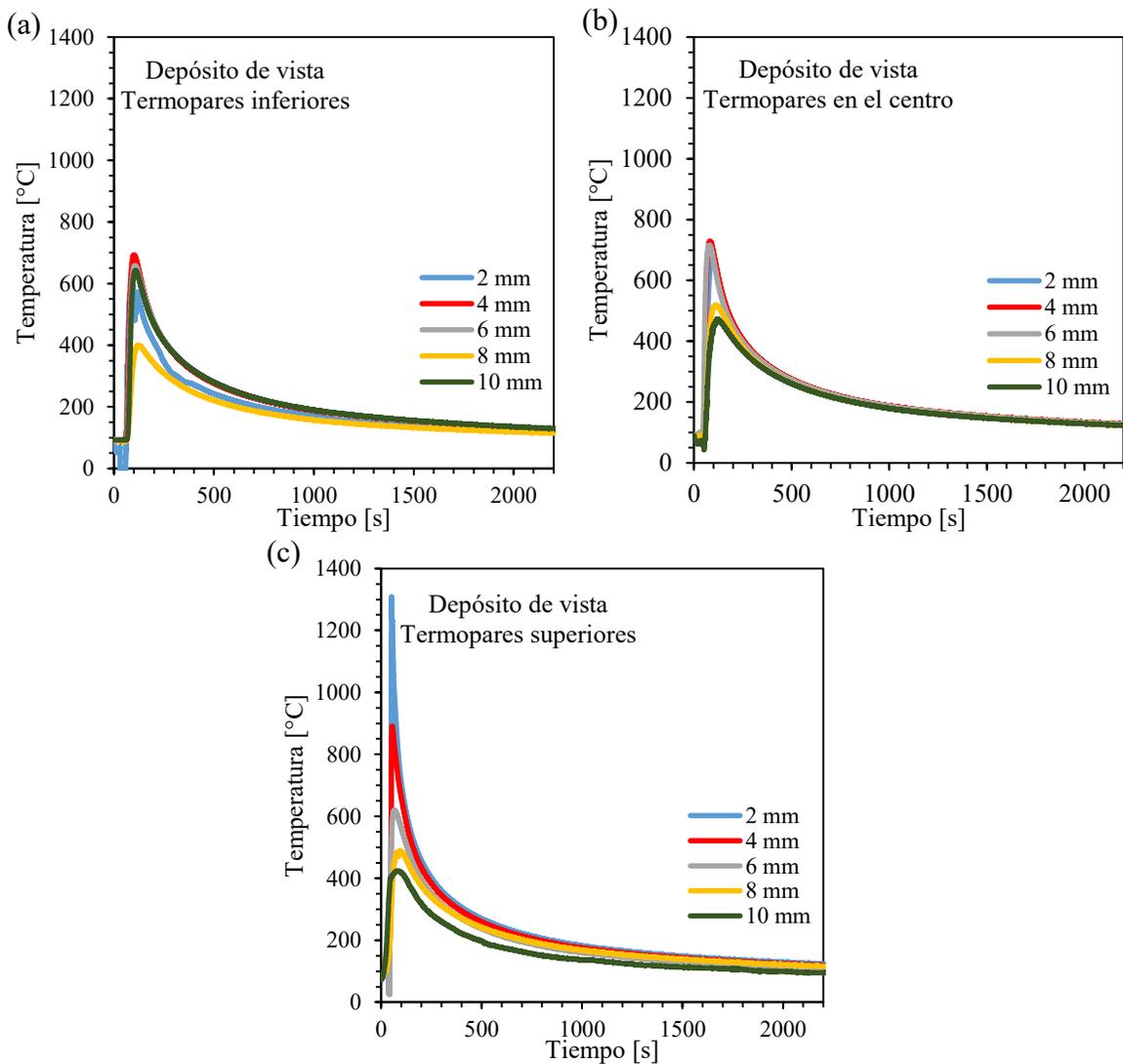
**Figura 4.20.** Resultados de las mediciones de los ciclos térmicos de soldadura durante el depósito de raíz en la soldadura de Inconel 600 (a) termopares ubicados en la parte inferior de la placa, (b) termopares ubicados en el centro de la placa y (c) termopares ubicados en la superficie de la placa.

La Figura 4.22 muestran los resultados de las mediciones de temperatura en el último depósito o depósito de vista. Primeramente, en la Figura 4.22 (a) se muestran los resultados de los termopares colocados en la parte inferior los cuales alcanzaron un temperatura máxima de 700 °C. En la Figura 4.22 (b) se grafican los resultados de los termopares colocados en el centro de la placa donde la temperatura máxima fue de 710 °C y la alcanzó el termopar colocado a 4 mm de distancia. La Figura 4.22 (c) muestra los resultados de los termopares colocados en la superficie donde en termopar a 2 mm de distancia alcanza una temperatura

máxima de 1300 °C. A medida que aumenta la distancia, la temperatura fue descendiendo hasta 418 °C en el termopar colocado a 10 mm.



**Figura 4.21.** Resultados de las mediciones de los ciclos térmicos de soldadura durante el depósito de relleno en la soldadura de Inconel 600 (a) termopares ubicados en la parte inferior de la placa, (b) termopares ubicados en el centro de la placa y (c) termopares ubicados en la superficie de la placa.



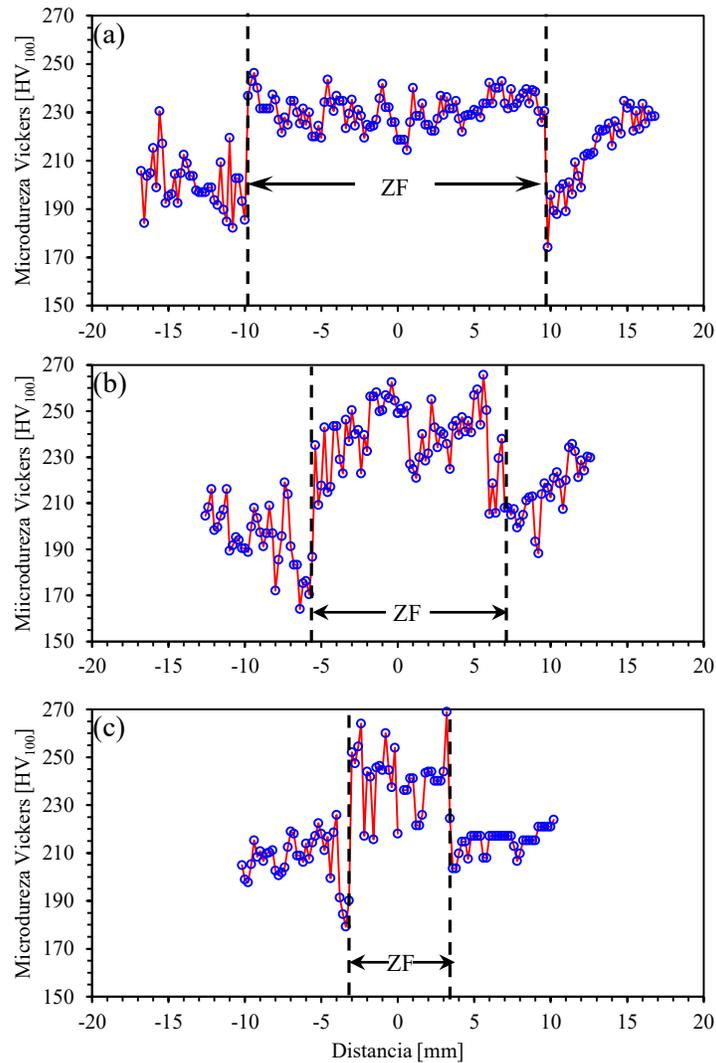
**Figura 4.22.** Resultados de las mediciones de los ciclos térmicos de soldadura durante el depósito de vista en la soldadura de Inconel 600 (a) termopares ubicados en la parte inferior de la placa, (b) termopares ubicados en el centro de la placa y (c) termopares ubicados en la superficie de la placa.

### 4.3.3 Propiedades mecánicas del MB y las uniones soldadas.

#### 4.3.3.1 Microdureza Vickers de la unión soldada.

Las gráficas de la Figura 4.23 muestran los perfiles de microdureza Vickers obtenido de tres líneas del área de la sección transversal que se indican en la Figura 4.13. La microdureza de la ZF exhibe altos valores los cuales oscilan entre 210 y 270 HV<sub>100</sub>, estos altos valores pueden atribuirse a la precipitación de segundas fases como se vio en la sección anterior. El perfil en

el nivel (L1) es bastante uniforme en la ZF y los valores de microdureza son más bajos en comparación con los otros dos perfiles debido a la estructura de granos columnares gruesos. Por el contrario, en el depósito de relleno (L2) y el depósito de raíz (L3) los valores de microdureza son mayores debido a que presentan granos columnares más finos.



**Figura 4.23.** Perfiles de microdureza obtenidos a lo largo del (a) depósito de vista (L1), (b) depósito de relleno (L2) y (c) depósito de raíz (L3) sobre la sección transversal mostrada en la Figura 4.13.

Se presenta una caída de dureza en la ZAT después de línea de fusión, lo cual es provocado por el crecimiento del tamaño de grano austenítico, a medida que se aleja de la ZAT se presentan los valores del MB que oscilan entre 160 y 230 HV<sub>100</sub>. Las mediciones de microdureza de las placas de Inconel 600 tal y como se recibió en la dirección de laminación

dieron un valor promedio de  $231.7 \pm 4.8$ . Teniendo en cuenta que el ancho de la ZAT en cada uno de los depósitos de la unión soldada es aproximadamente 1200, 1600 y 1800  $\mu\text{m}$ , respectivamente, los perfiles de microdureza revelan una ZAT de baja temperatura. El calor disipado en la ZAT a baja temperatura alivia tensiones residuales inducidas durante la deformación en frío de las placas de Inconel 600, reduciendo así su endurecimiento en cierta medida.

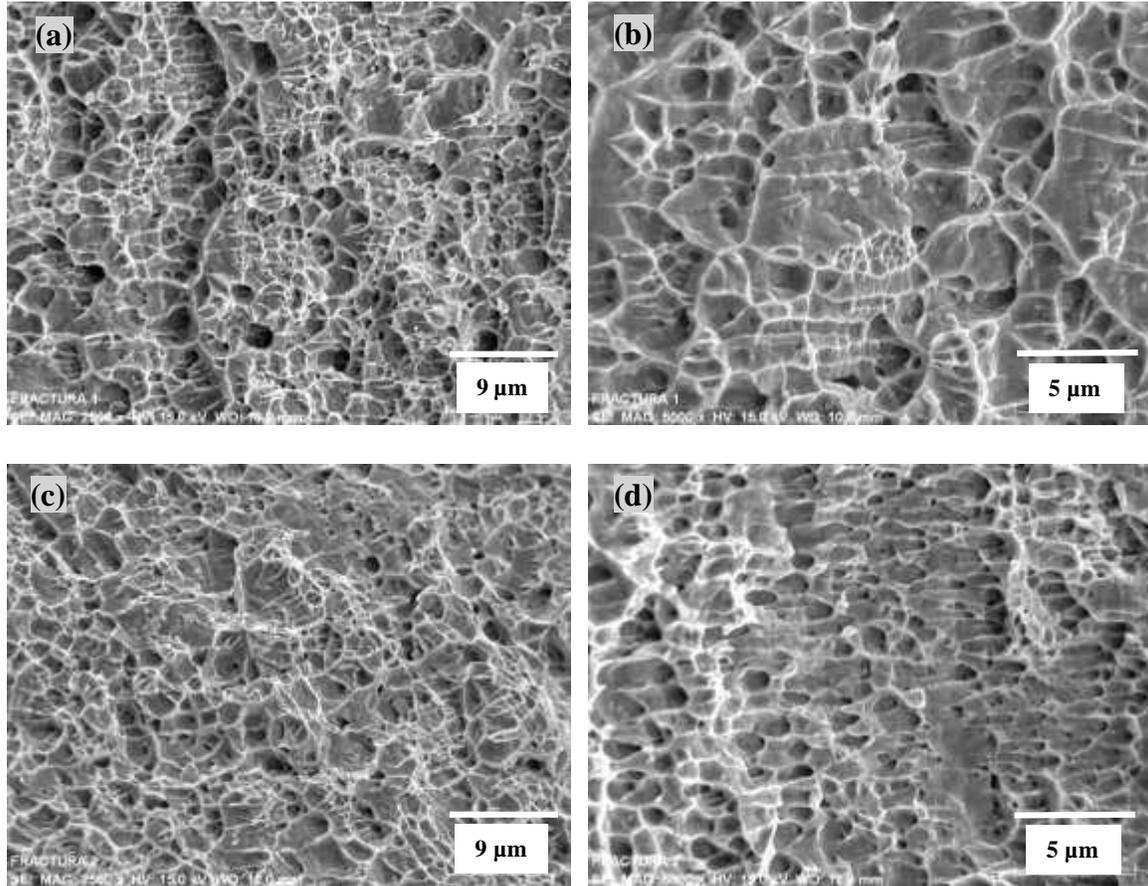
#### **4.3.3.2 Ensayo de tensión de las uniones soldadas y MB.**

Se realizaron ensayos de tensión cuasiestática en especímenes soldados y MB con una velocidad de desplazamiento del cabezal de 0.01 mm/s, usando un extensómetro de longitud calibrada de 20 mm, las uniones soldadas fallaron en una región del MB que está cerca de la ZAT, este tipo de falla también ha sido reportado por Song y colaboradores [91] en uniones soldadas de Inconel 600 unidas mediante soldadura por fricción. Los parámetros de soldadura podrían considerarse apropiados debido a que no se revelaron defectos de soldadura durante el ensayo de tensión como se puede ver en la Figura 4.24, donde se observa el lugar de la falla en el MB a 4 mm de la línea de fusión. El crecimiento columnar que presenta la ZF es acentuado por la deformación sufrida durante el ensayo. Un comportamiento de fractura similar fue reportado por algunos autores en muestras soldadas por fricción de Inconel 600 [92]. La ubicación de fractura en la unión soldada podría deberse a la reducción en la microdureza que ocurre aproximadamente a 2 a 4 mm de la línea de fusión como se ve en la Figura 4.23 (b) (línea de microdureza L2) donde se muestra la ZATBT del MB exhibió regiones con la menor microdureza. Ha sido reportado por Sato y Kokawa que la resistencia es aproximadamente proporcional a la dureza [93].



**Figura 4.24.** Imagen de la probeta de tensión al fracturar.

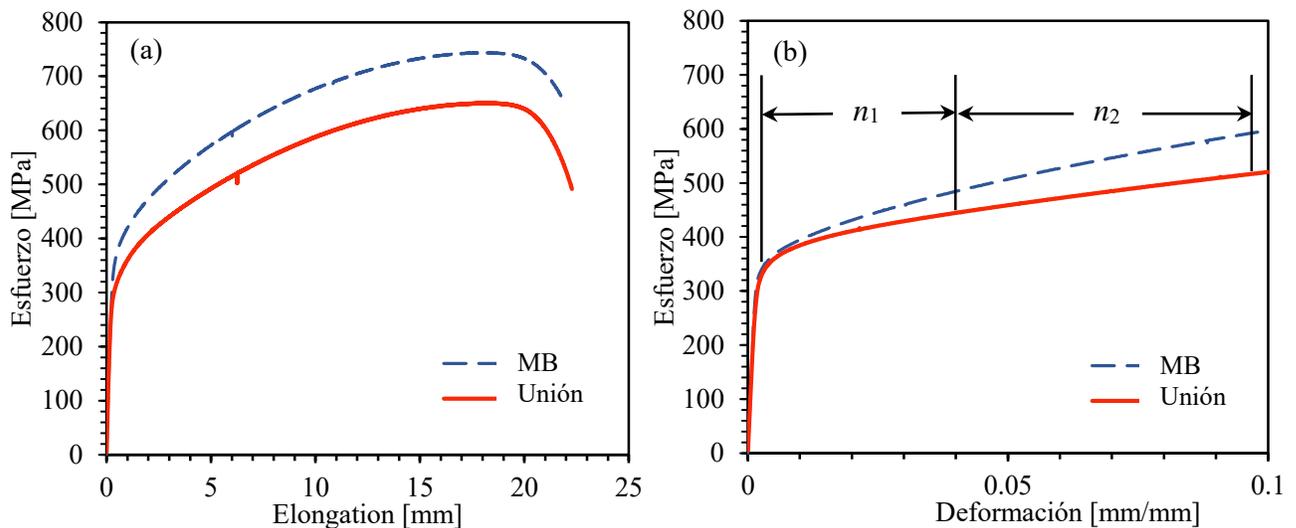
La Figura 4.25 muestra imágenes de MEB en un área del centro de la superficie de fractura de los especímenes de MB y unión soldada después de la prueba de tensión. En ambos casos la fractura presenta formación de microhuecos la cual está relacionada a una fractura dúctil [94] la coalescencia de estos microhuecos dan continuación a la falla [95, 96].



**Figura 4.25.** Fractografía los especímenes sometidos a tensión (a) y (b) unión soldada (c) y (d) MB.

En la Figura 4.26 se muestran las curvas características esfuerzo-deformación del ensayo de tensión del MB y unión soldada respectivamente. Ambas muestras exhiben un esfuerzo de fluencia de aproximadamente 350 MPa. La unión soldada presenta una reducción en la resistencia a la tensión de cerca de 93 MPa en comparación con los valores presentados en el MB, aunque la ductilidad de la unión soldada no fue afectada por el proceso de soldadura. Ambas muestras presentan un valor similar de módulo elástico ( $\approx 208$  GPa). La Figura 4.26 (b) muestra las curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  de ambos especímenes, los datos se adquirieron continuamente usando el extensómetro hasta un alargamiento de 2 mm (un valor de deformación de 0.1) que cubre la zona elástica y parte del endurecimiento por deformación en la zona plástica. Es

importante notar el comportamiento de endurecimiento por deformación de la unión soldada la cual exhibe una pendiente menos pronunciada en comparación con la que presenta el MB.



**Figura 4.26.** Curvas de pruebas de tensión (a) curvas esfuerzo-elongación y (b) curvas esfuerzo-deformación de MB y unión soldada.

La Tabla 4.6 muestra resultados experimentales de todas las pruebas de tensión realizadas para unión soldada y MB. Para la unión soldada se realizaron tres ensayos y para el MB dos. Las curvas comparadas en la Figura 4.26 son: Unión P3 y MB P1. Los resultados entre las uniones soldadas y MB muestran resultados consistentes entre cada condición.

**Tabla 4.6.** Resultados experimentales de pruebas mecánicas de tensión en la unión soldada.

	Módulo de Young [GPa]	Esfuerzo de fluencia [MPa]	Resistencia a la tensión [MPa]
Unión P1	200	339	619
Unión P2	197	345	646
Unión P3	208	343	650
MB P1	206	347	743
MB P2	198	335	708

#### 4.3.3.3 Análisis del comportamiento elasto-plástico.

En el diseño de un componente mecánico, el diagrama esfuerzo deformación proporciona características del material tal como lo son la elasticidad, el esfuerzo de fluencia, el esfuerzo último y una característica física del material como lo es el módulo elástico. La ley de Hooke

relaciona la parte elástica de este diagrama, la parte plástica puede ser descrita mediante modelos de potencia como Hollomon y como Ramberg-Osgood:

$$\varepsilon_{pl} = \left( \frac{\sigma}{K} \right)^{n_{RO}} \quad (8)$$

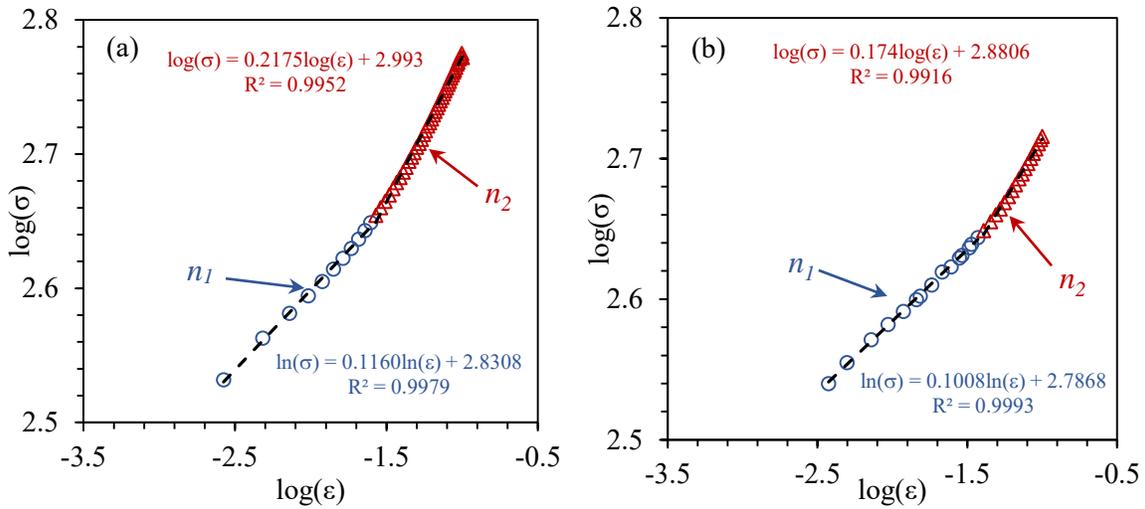
Donde  $\varepsilon_{pl}$  es la deformación plástica,  $\sigma$  es el esfuerzo en la zona plástica,  $n_{RO}$  y  $K$  son parámetros del material. De tal manera que la curva completa esfuerzo-deformación puede ser descrita por la siguiente ecuación:

$$\varepsilon_T = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{pl} = \frac{\sigma}{E} + \left( \frac{\sigma}{K} \right)^{n_{RO}} \quad (9)$$

Donde  $\varepsilon_T$  es la deformación total,  $\varepsilon_{el}$  es la deformación elástica,  $E$  es el módulo de Young,  $n_{RO}$  está relacionada con el exponente de endurecimiento de Hollomon  $n$  donde  $n = 1/n_{RO}$  mediante el proceso de linealización de la Ecuación 7 se puede obtener el valor de  $n_{RO}$  aplicando logaritmos en ambos lados de la ecuación.

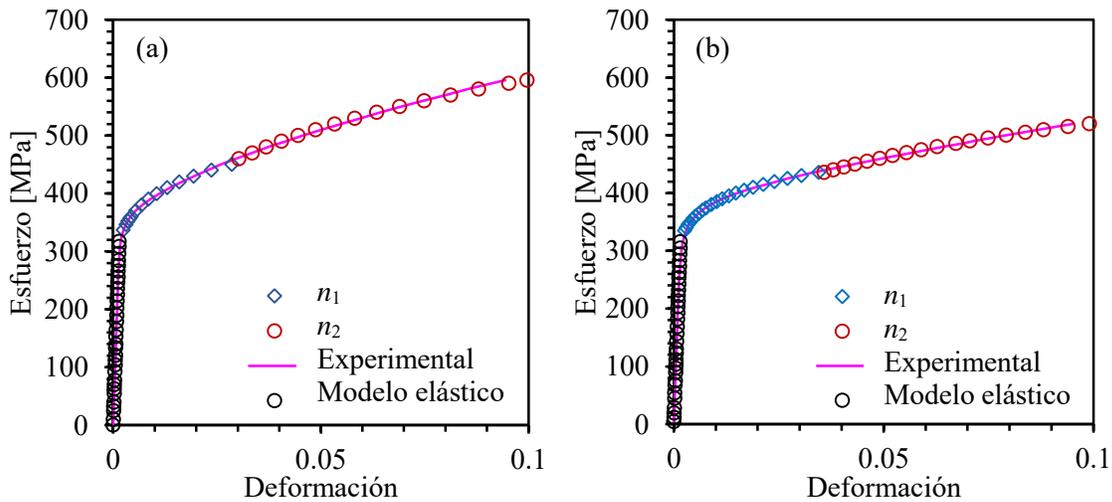
$$\left( \varepsilon_{pl} \right) = n_{RO} \log(\sigma) - \log(K) \quad (10)$$

Al graficar los datos de acuerdo con la Ecuación 8 la pendiente  $n_{RO}$  puede ser estimada, así como la constante  $K$ . Los resultados de metal base y unión soldada se observan en la Figura 4.27, donde es claro observar que estos no se ajustaron a una línea recta debido a que tienen dos porciones de endurecimiento por deformación los cuales ajustan mejor al uso de dos líneas rectas. El endurecimiento por deformación en dos etapas ha sido reportado por diferentes investigadores y describen este comportamiento en varios tipos de materiales, como aceros al carbono y aceros inoxidable [97-99].



**Figura 4.27.** Curvas esfuerzo-deformación ajustadas con dos pendientes (a) MB y (b) unión soldada.

Utilizando los datos de linealización de la curva esfuerzo-deformación puede ser determinada y comparada a los valores de la curva experimental. En la Figura 4.28 se muestra la curva experimental y las curvas modeladas utilizando el modelo de Ramberg-Osgood. Estos gráficos muestran claramente que las curvas experimentales Esfuerzo-Deformación pueden modelarse con alta confianza utilizando dos pendientes.



**Figura 4.28.** Valores experimentales contra curvas modeladas en zona elástica y zona plástica bajo el modelo de Ramberg-Osgood (a) MB y (b) unión soldada.

Los resultados mostrados en la Tabla 4.7 muestran que el coeficiente de endurecimiento por deformación ( $n_1$ ) de la muestra de MB es aproximadamente 13.1% más alto que la de la

unión soldada. Por otro lado, el exponente de endurecimiento por deformación ( $n_2$ ) de la muestra de MB es aproximadamente 20% más alto que la unión soldada.

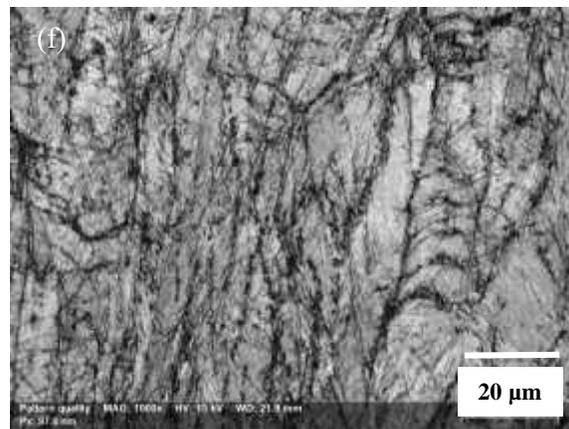
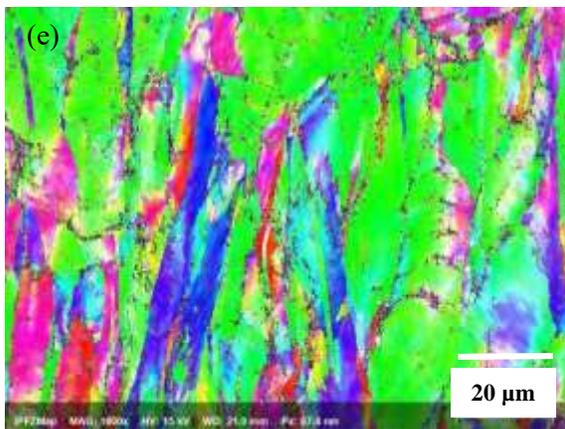
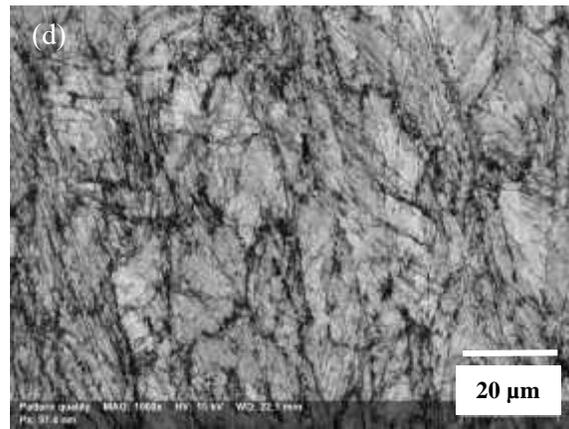
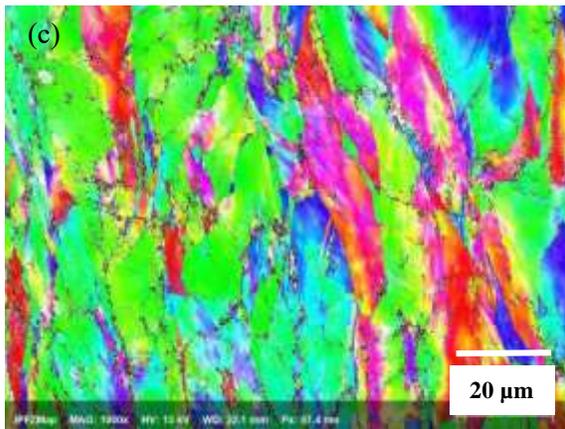
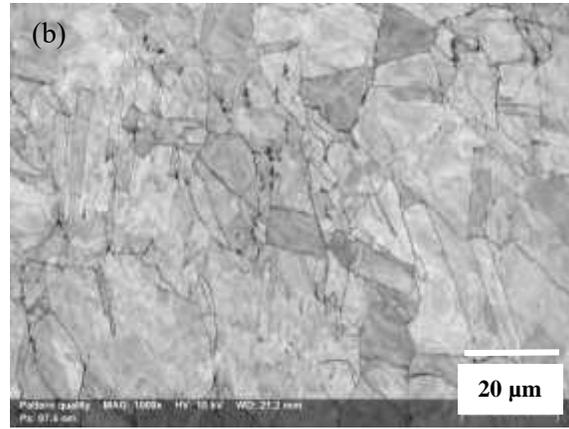
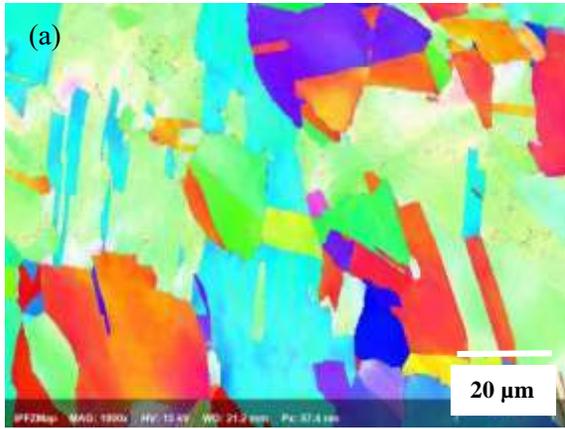
**Tabla 4.7.** Exponentes de endurecimiento ( $n$ ) y valores de  $K$  obtenidos para MB y unión soldada.

Muestra	$n_1$	$K_1$ [MPa]	$n_2$	$K_2$ [MPa]
MB	0.1160	677.33	0.2175	984.01
Unión soldada	0.1008	611.50	0.174	777.32

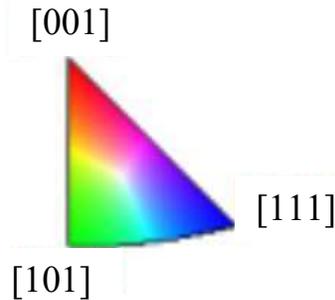
#### 4.3.3.4 EBSD de muestras sometidas a tensión.

Para investigar los cambios microestructurales de ambas muestras (MB y unión soldada) después de la prueba de tensión, se realizó un análisis EBSD en MB cerca de la zona de fractura. Los resultados correspondientes de la figura inversa de polos en el eje Z (por sus siglas en inglés IPFZ) y el patrón de calidad (IQ) se muestran en la Figura 4.29. La Figura 4.29 (a) y (b) es MB tal y como se recibió, el cual se muestra como objeto de comparación con las muestras deformadas. Donde se observa la geometría de los granos austeníticos equiaxiales con un tamaño de grano promedio de 25  $\mu\text{m}$ , presentando colores distintos debido a la orientación cristalográfica que presenta cada grano. Algunos defectos como maclas de deformación se hacen evidentes debido a la desorientación cristalográfica dentro del grano austenítico.

La Figura 4.29 (c) y (d) muestra la microestructura cerca de la zona de fractura el MB de la muestra sometida al ensayo de tensión. Debido a la deformación que sufre el espécimen se muestra un grano totalmente alargado hacia la dirección donde se aplicó la carga, los granos austeníticos son reorientados preferencialmente en la dirección [101] (en color verde), también se observan algunos otros granos cristalinos en menor cantidad orientados hacia las direcciones [001] (en color rojo) y [111] (en color azul).



(g) Austenita, fcc

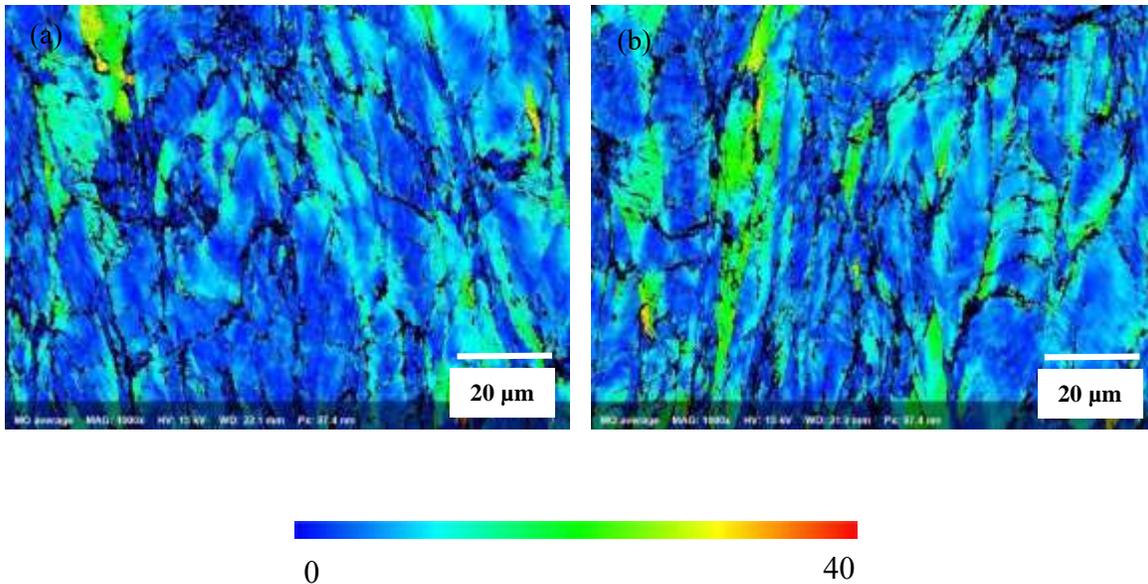


**Figura 4.29.** Figuras de MEB con la técnica de EBSD que muestran la evolución microestructural de muestras deformadas (a) IPFZ del MB sin deformación, (b) patrón de calidad del MB sin deformación, (c) IPFZ del MB deformado cerca de la zona de fractura, (d) patrón de calidad del MB deformado cerca de la fractura, (e) IPFZ de la unión soldada deformada cerca de la zona de fractura, (f) patrón de calidad de la unión soldada sometida a deformación cerca de la fractura y (g) esquema de colores para IPFZ.

En el caso del espécimen de la unión soldada sometida a tensión que se puede observar en la Figura 4.29 (e) se muestra mediante EBSD granos deformados pero, en comparación con el MB deformado, los granos cristalinicos están reorientados en mayor cantidad en la dirección [101] (color verde) y una menor cantidad de granos orientados en otras direcciones como [001] (color rojo) y [111] (color azul).

El tratamiento posterior de los datos obtenidos con la técnica de EBSD puede proporcionar una mayor información sobre la microestructura de un material sometido a deformación plástica. La Figura 4.30 muestra la desorientación de los granos cristalinicos del MB sin deformación y las muestras sometidas a deformación localizadas cerca de la fractura. Mientras que la Figura 4.31 muestra la desorientación promedio de Kernel en MB sin deformación y los especímenes deformados.

Las imágenes de desorientación de granos muestran que el color azul es indicativo de muy poca desorientación, mientras que la transición de color azul claro a rojo representa un incremento gradual de desorientación local. La desorientación está relacionada a una alta densidad de defectos cristalinicos en algunas zonas de los granos austeníticos deformados [100]. En general la muestra deformada de la unión soldada exhibe una mayor desorientación.

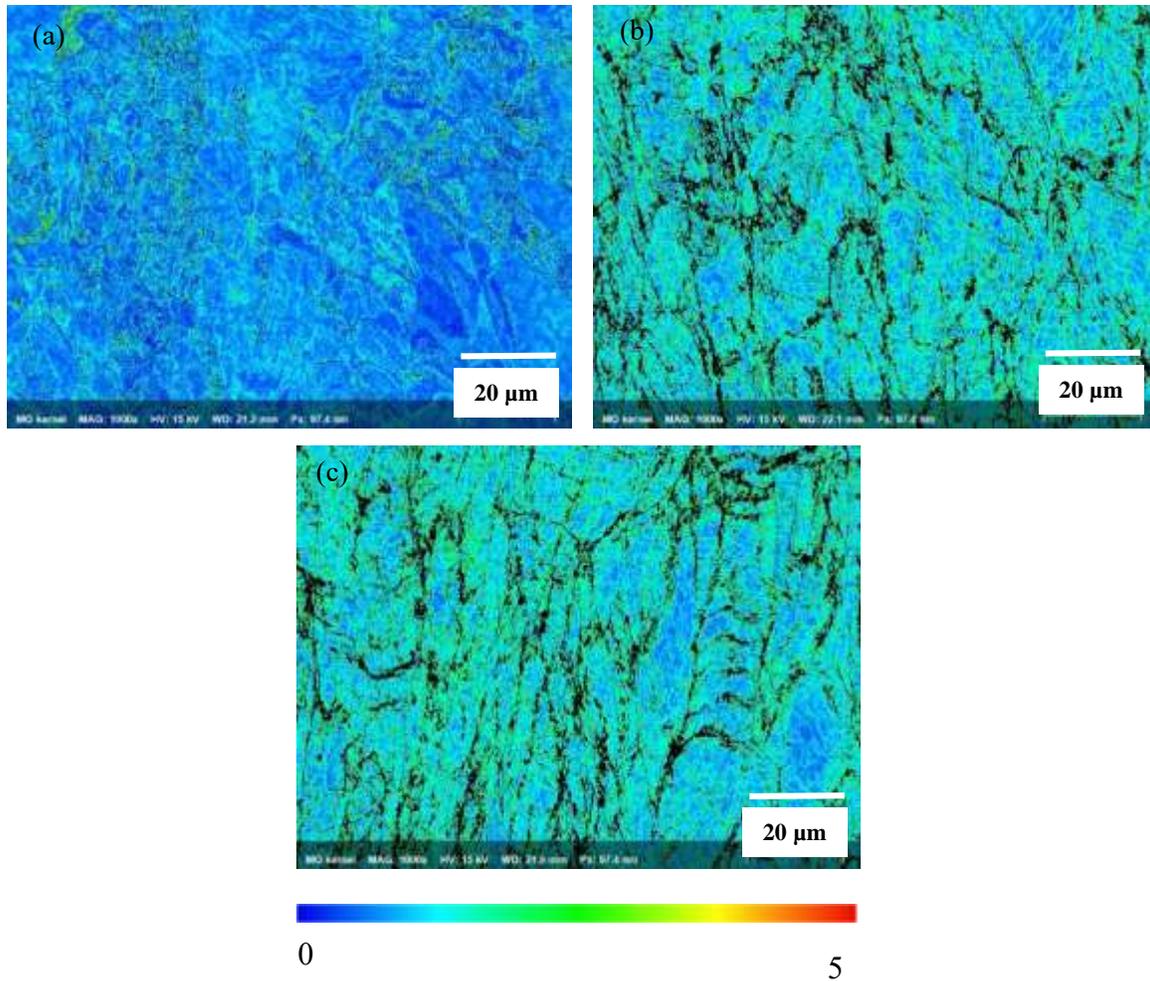


**Figura 4.30.** Imágenes mediante EBSD de desorientación de granos cristalinicos de muestras deformadas (a) MB sometido a deformación cerca de la fractura y (b) unión soldada sometida a deformación cerca de la fractura.

Las imágenes obtenidas mediante Kernel (ver Figura 4.31) muestran imágenes de metal base sin deformación y especímenes deformados. Donde se puede observar que, en las muestras deformadas de MB y unión soldada, existe una gran cantidad de defectos cristalinicos (dislocaciones y esfuerzos residuales); estos hallazgos están de acuerdo con los encontrados por Marcadon y colaboradores [101].

Una aleación al ser sometida a un proceso de soldadura experimenta cambios microestructurales cerca de la zona de fusión en el material base que fue afectado térmicamente, la falla de la unión soldada al ser sometida a deformación se presentó en la ZATBT. Las temperaturas a la que es sometida la ZATBT durante el proceso de soldadura han sido reportada por varios autores [102, 103] en aceros inoxidable. Kokawa y colaboradores [102] reportan una ZATBT que situada a partir 4 mm presenta un mayor grado de sensibilización. Una característica importante de la ZATBT es que se tiene el tiempo y la temperatura suficientes para que se favorezca la precipitación de  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  en los límites de grano. En la unión soldada de Inconel 600 la ZATBT está presente, recordando que el Inconel 600 endurece por solución sólida y los elementos responsables de este endurecimiento como los son Cr y Fe [104] difunden para formar precipitados del tipo MC,

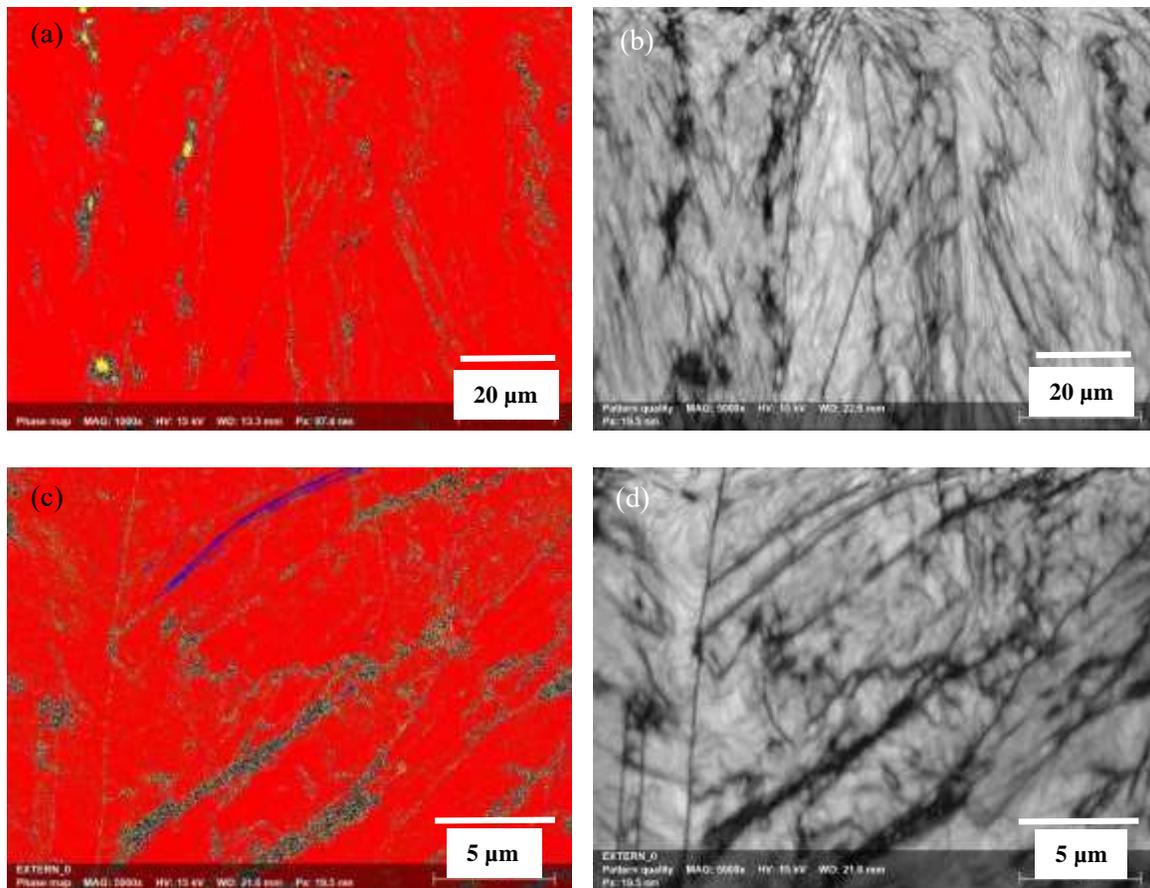
$M_{23}C_6$  y  $M_7C_3$  lo que reduce el porcentaje de elementos en solución sólida. La precipitación en la ZATBT es preferentemente de carburos del tipo  $M_{23}C_6$ , los elementos responsables del endurecimiento como lo era el Cr difundieron hacia límites de grano para formar  $Cr_{23}C_6$ , provocando que al momento de la deformación de la unión soldada las dislocaciones fluyan libremente hasta el momento en que el material falla a un menor esfuerzo comparado con el del MB deformado.



**Figura 4.31** Imágenes mediante EBSD de desorientación por medio de kernel (a) MB sin deformación, (b) MB sometido a deformación y (c) unión sometida a deformación.

En la Figura 4.32. se muestra la precipitación de carburos, en color rojo aparece la matriz austenítica, en color verde se muestra el carburo MC, en color azul se muestra el carburo  $M_{23}C_6$  y por último en color amarillo el carburo  $M_7C_3$ . El aporte térmico durante el proceso de soldadura promueve un incremento considerable de carburos, como se observa en la

Figura 4.32. (b) con respecto a la muestra de MB sometido a deformación. En la Figura 4.32. (a) se observa la presencia de carburos  $M_7C_3$  en zonas específicas, MC dentro de los granos austeníticos y  $M_{23}C_6$  en límites de grano. La precipitación de carburos de cromo es térmicamente favorable en aleaciones base níquel. El carburo rico en Cr,  $M_{23}C_6$  (donde M es Cr y Fe), se forma entre 760 y 980 °C como consecuencia de la difusión de elementos que endurecían por solución sólida al material [7]. En comparación, en la Figura 4.32. (b) existe un considerable incremento de fases debido al calor aportado por el ciclo térmico de la soldadura, el carburo  $M_{23}C_6$  aumento del 0.71% encontrado en el MB a 2.9% en la unión soldada.



**Figura 4.32.** Mapa de fases mediante EBSD (a) MB sometido a deformación cerca de la zona de falla (b) patrón de calidad del MB sometido a deformación, (c) unión soldada sometida a deformación cerca de la zona de falla y (d) patrón de calidad de la unión soldada sometida a deformación.

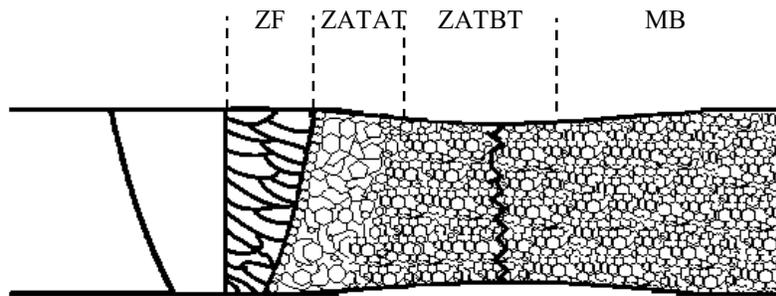
#### 4.4 Comportamiento de la soldadura a la termofluencia

El uso superaleaciones monocristalinas en aplicaciones de alta resistencia a la fluencia es muy común en turbinas de gas [29]. Las superaleaciones policristalinas pueden sustituir algunos elementos utilizados a altas temperaturas, en especial cuando es necesario realizar uniones en este tipo de superaleaciones.

Los resultados de termofluencia de la unión soldada de Inconel 600 presentaron la falla tal como se muestra se muestra en la Figura 4.33, donde se puede apreciar tres termopares que miden la temperatura en tres zonas de la probeta, además de que la falla ocurre en el material base en la ZATBT, se observa la presencia de un pequeño agrietamiento en la interface entre ZF y ZATAT. La falla se presenta en esta zona debido a que en termofluencia, granos finos conducen a propiedades de fluencia pobres porque hay más oportunidad para el deslizamiento del límite de grano y la nucleación de cavidades. Además de la afectación térmica de la que ya se habló anteriormente en la ZATBT lo cual provoca la falla del material situada en esta zona como se puede ver esquemáticamente en la Figura 4.34.



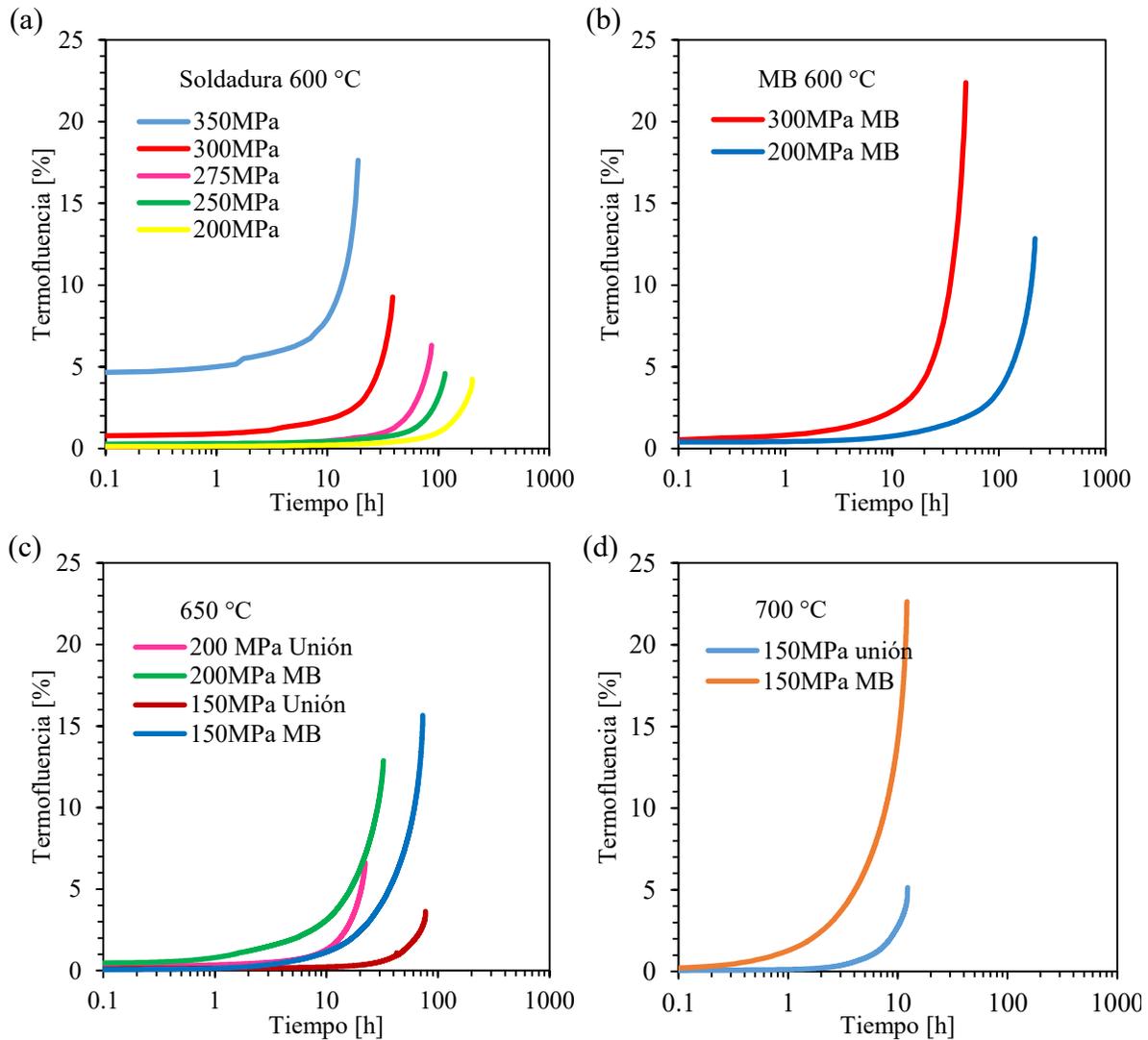
**Figura 4.33.** Falla del espécimen sometido a termofluencia.



**Figura 4.34.** Representación esquemática de las zonas en el espécimen soldado sometido a termofluencia.

En la Figura 4.35 se muestran las curvas resultantes de los ensayos de termofluencia. Primeramente, la Figura 4.35(a) muestra los resultados de las uniones soldadas sometida a una temperatura de 600 °C utilizando diferentes esfuerzos; 200 MPa, 250 MPa, 275 MPa, 300 MPa y 350 MPa. En estas curvas se puede observar que la región primaria es muy pequeña o casi nula, debido a que es la deformación que el material sufre al momento de aplicar el esfuerzo, el espécimen se deforma provocando una gran cantidad de dislocaciones y entorpecen su movimiento generando una disminución en la relación de fluencia. Las curvas de esfuerzos de 350 MPa muestran una región primaria mayor comparada con las otras curvas de las uniones soldadas sometidas a 600°C. Mientras que, en la región secundaria la tasa de fluencia permanece constante, el endurecimiento por deformación se encuentra en equilibrio con la recuperación, caso similar a una prueba de deformación en caliente convencional donde se impone una velocidad de deformación constante y después de un cierto tiempo se alcanza un flujo constante. La región secundaria es menor a medida que la carga aumenta, las curvas de 350 MPa y 300 MPa muestran una región secundaria menor debido a que el material no tiene tiempo suficiente para endurecer y recuperarse. Si el esfuerzo es lo suficientemente bajo utilizando una misma temperatura, la región secundaria se transforma en una línea horizontal y se extiende indefinidamente, lo que sucede en el caso de cargas de 250 y 200 MPa. En la región terciaria una gran cantidad de vacancias aparecen antes de la fractura del espécimen, se observa que a esfuerzos mayores de 350 y 300 MPa el % de deformación es mayor, pero en tiempos cortos. Mientras que en los especímenes con

esfuerzos de 275 y 200 MPa esta región terciaria es bastante corta, debido a que el material presenta % de deformación menor en tiempos mayores hasta presentar la falla del material.



**Figura 4.35.** Gráficas de termofluencia (a) unión soldada con diferentes esfuerzos a 600°C, (b) Material base a 600°C utilizando 200 MPa y 300 MPa, (c) unión soldada a 500°C con 200 MPa y (d).

La Figura 4.35 (b) muestra los resultados del MB aplicando esfuerzos de 200 MPa y 300 MPa ambos a 600 °C, estas curvas presentan las tres etapas. Comparadas con las uniones soldadas, el MB presenta una etapa terciaria mayor, esto es debido a que el material tiene mayor deformación comparado con la unión soldada. Las uniones soldadas presentaron reducción de área solamente en material base, debido a que la ZF es menos susceptible a ser

deformada por termofluencia comparada con MB, los especímenes de MB resultaron con una reducción de área en todo el espécimen estudiado.

Comparando los especímenes del MB y unión soldada a 600 °C con esfuerzos de 300 MPa, el MB resiste hasta tiempos de 49.9 h mientras que la unión soldada resiste hasta 38.7 h, lo cual muestra que debido a la afectación térmica durante el proceso de soldadura en esta aleación se tiene una disminución de 22% en tiempo en que el espécimen presenta la falla. Cuando se disminuye el esfuerzo aplicado a 200 MPa la comparación de MB y unión soldada sometidos a la misma temperatura, muestran que el MB resiste 219 h mientras que la unión soldada 202 h dando como resultado una reducción 7.7 % en tiempo.

La Figura 4.35 (c) se muestra la comparación entre MB y unión soldada utilizando una temperatura de 650 °C. Al utilizar un esfuerzo de 200 MPa la unión soldada resiste hasta tiempos de 22.2 h mientras que el MB 32.3 h, la unión soldada presenta una reducción de tiempo en presentar la falla del 31%. Con un esfuerzo de 150 MPa la unión soldada resiste hasta tiempos de 77.2 h mientras que el MB hasta 73 h, a diferencia de los especímenes con las condiciones anteriores con esfuerzo de 150 MPa y 650 °C la unión soldada presentó un incremento de tiempo del 5 % en ocurrir la falla. Aunque con estas condiciones la unión soldada presentó un porcentaje de termofluencia 3.63 % mientras que el MB 15.6 %, esto es debido a que la mayor parte de la zona de prueba se encontraba la ZF la cual presentó muy poca deformación a altas temperaturas. En la Figura 4.35 (d) se observan los resultados entre la unión soldada y el MB sometida a una temperatura de 700 °C aplicando un esfuerzo de 150 MPa. Donde se muestra que la unión soldada resiste 12.2 h mientras que el MB resiste hasta tiempos de 12.1 h, la unión soldada presentó un incremento en tiempo al que aparece la falla del 1 %. Mientras que el porcentaje de termofluencia en la unión soldada es del 5.1 % comparado con el MB del 22.8%, la ZF en la unión soldada no presenta reducción de área. Los cambios microestructurales provocados por la afectación térmica en el proceso de la soldadura a temperaturas de 650 °C con 150 MPa y 700 °C con el mismo nivel de esfuerzos provocan que los mecanismos responsables de la fluencia alta temperatura (dislocaciones y deslizamiento de límites de grano) se vean estropeados.

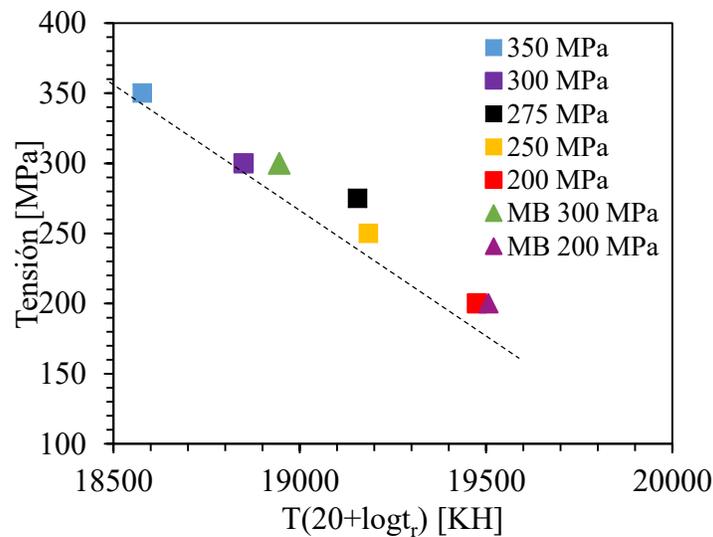
El maclaje es uno de los mecanismos principales de deformación plástica en aleaciones base níquel [105], el material base presenta una gran cantidad de maclas en los granos austeníticos. Los mecanismos de dislocaciones a altas temperaturas son activados dentro de los granos,

además de los mecanismos de maclaje y movimiento de dislocaciones, el deslizamiento de granos austeníticos es activado durante la prueba de termofluencia [105].

Los materiales usados a altas temperaturas, sufren de deformaciones dependiendo del tiempo de uso y la afectación térmica a la que son sometidos. El parámetro de Larson Miller predice el tiempo de vida antes de la ruptura en especímenes sometidos a termofluencia [106]. La ecuación 11 muestra la forma del cálculo de este parámetro.

$$LMP = T(C + \log t_r) \quad (11)$$

Donde  $T$  es la temperatura,  $t_r$  es el tiempo antes de la falla y  $C$  es una constante del material. La Figura 4.36 muestra el gráfico de resultados del parámetro de Larson Miller donde casi todas las muestras de la unión soldada (a excepción de la de 275 MPa) ajustaron en una línea recta, con lo cual se podría predecir el tiempo de vida de la unión soldada de Inconel 600 sometida a 600 °C.



**Figura 4.36.** Gráfico del parámetro de Larson Miller.

#### 4.4.1 Fractografía de las uniones sometidas a termofluencia.

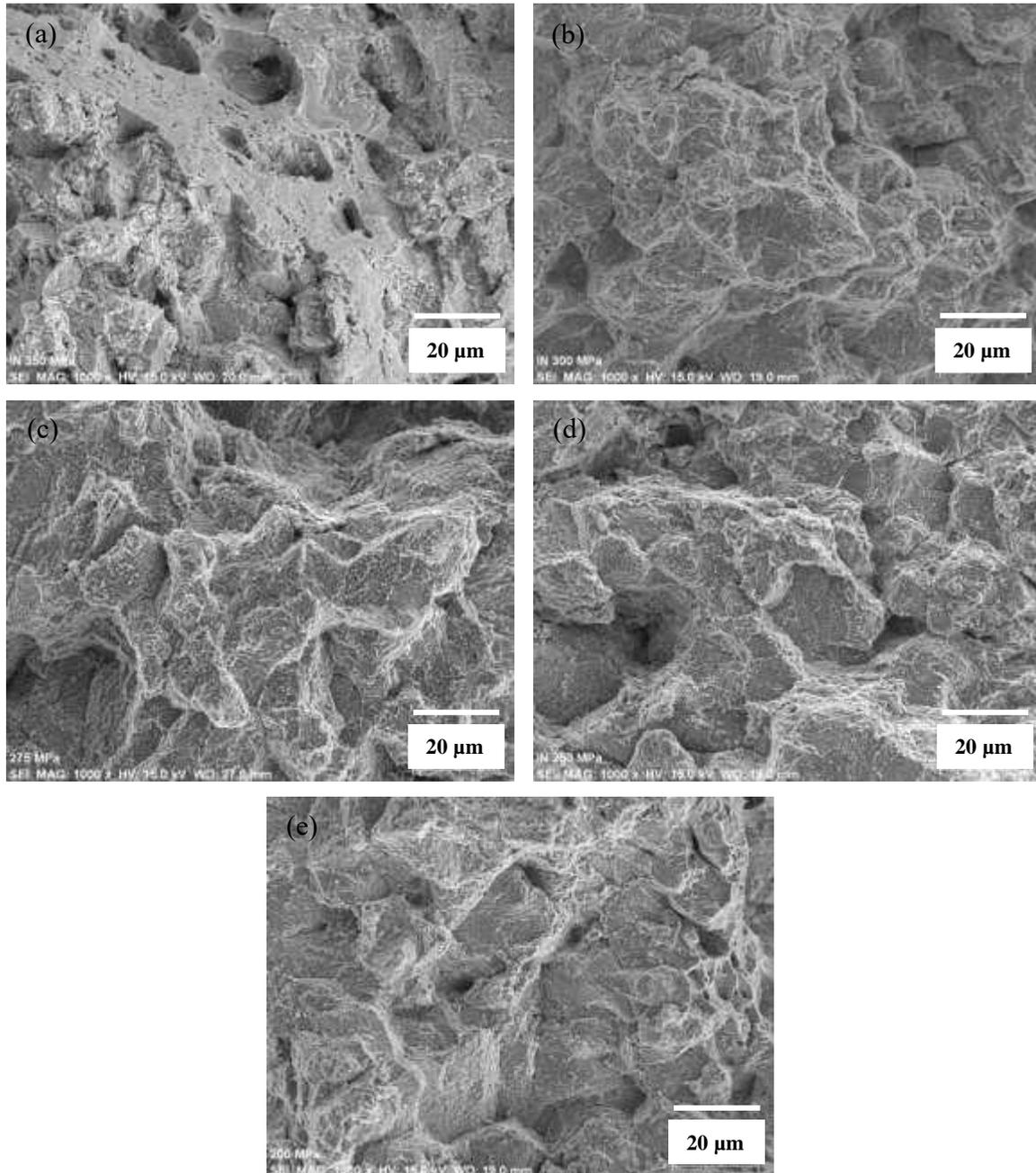
Se observó la superficie de fractura por medio del MEB, en la Figura 4.37 se muestran las fracturas de las uniones soldadas sometidas a 600 °C. La Figura 4.37 (a) muestra la fractura del espécimen tensado a 350 MPa en la cual se observa una fractura dúctil intergranular, pero en algunos sitios aparece una fractura de forma transgranular debido a la aplicación de un esfuerzo alto, el fenómeno de termofluencia no se presentó en gran medida. Mientras que al disminuir la carga a 250 y 200 MPa como se muestra su fractura en la Figura 4.37 (d) y (e)

la fractura se observa de forma dúctil intergranular. A medida que el esfuerzo aplicado es menor, la fractura será de forma intergranular en la mayoría del área de fractura. Las imágenes muestran que independientemente del esfuerzo aplicado la presencia de hoyuelos hasta de  $\sim 20 \mu\text{m}$  es un indicador de fractura dúctil con alto grado de crecimiento de micro-huecos. Al utilizar un esfuerzo más bajo se muestra una distribución de micro-huecos más uniforme, el tamaño y la densidad numérica de hoyuelos depende de la nucleación de vacíos y sus tasas de crecimiento. Esta tendencia ha sido reportada por Shreshtha y colaboradores [107].

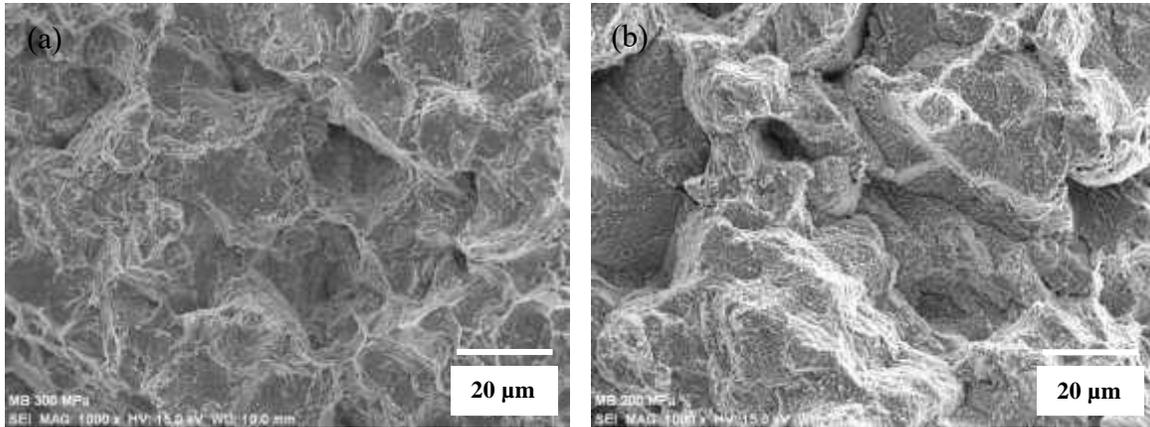
La Figura 4.38 muestra la fractura del MB sometido a termofluencia a  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  con esfuerzos de  $300 \text{ MPa}$  y  $200 \text{ MPa}$ , donde se observa que al utilizar el esfuerzo de  $200 \text{ MPa}$  la fractura aparece sobre los límites de grano, conectando una gran cantidad de cavidades que aparecen debido al ensayo de termofluencia. Las muestras sometidas a termofluencia del MB presentaron mayor ductilidad comparadas con las de las uniones soldadas. El metal base presentó mayor cantidad de hoyuelos. La Figura 4.38 (a) muestra la presencia de fractura transgranular en regiones pequeñas y otras regiones de forma intergranular, mientras que en la Figura 4.38 (b) únicamente se observa una fractura transgranular, con una presencia mayor de micro hoyuelos, lo que indica que la grieta avanzó sobre los límites de grano hasta llegar a la fractura. La Figura 4.39 muestra las superficies de fractura de las muestras sometidas a termofluencia a  $650 \text{ }^\circ\text{C}$ . Primeramente la comparación entre unión soldada y MB sometidas a  $200 \text{ MPa}$  se muestran en la Figura 4.39 (a) y (b) donde se aprecia el mismo modo de fractura intergranular. La Figura 4.39 (c) y (d) muestra el modo de fractura para la unión soldada y MB usando un esfuerzo de  $150 \text{ MPa}$ , donde se sigue presentando un modo de fractura intergranular. La Figura 4.40 muestra las fracturas del ensayo de termofluencia usando una temperatura de  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  con una carga de  $150 \text{ MPa}$  de la unión soldada y el MB, se presenta una fractura de forma intergranular en ambas condiciones.

El mecanismo de falla se rige por la aparición de cavidades de fluencia lenta. Los huecos de termofluencia generalmente se inician en puntos triples de en límites de grano y crecen por un mecanismo difusivo. La combinación de vacíos forma micro-grietas que a su vez se unen para formar macro-grietas que finalmente conducen a la falla. Los sitios de nucleación preferidos para la formación de vacíos son las interfaces de partículas o segundas fases. En regiones como MB, ZATBT, ZATAT y ZF los carburos presentes se disuelven solo

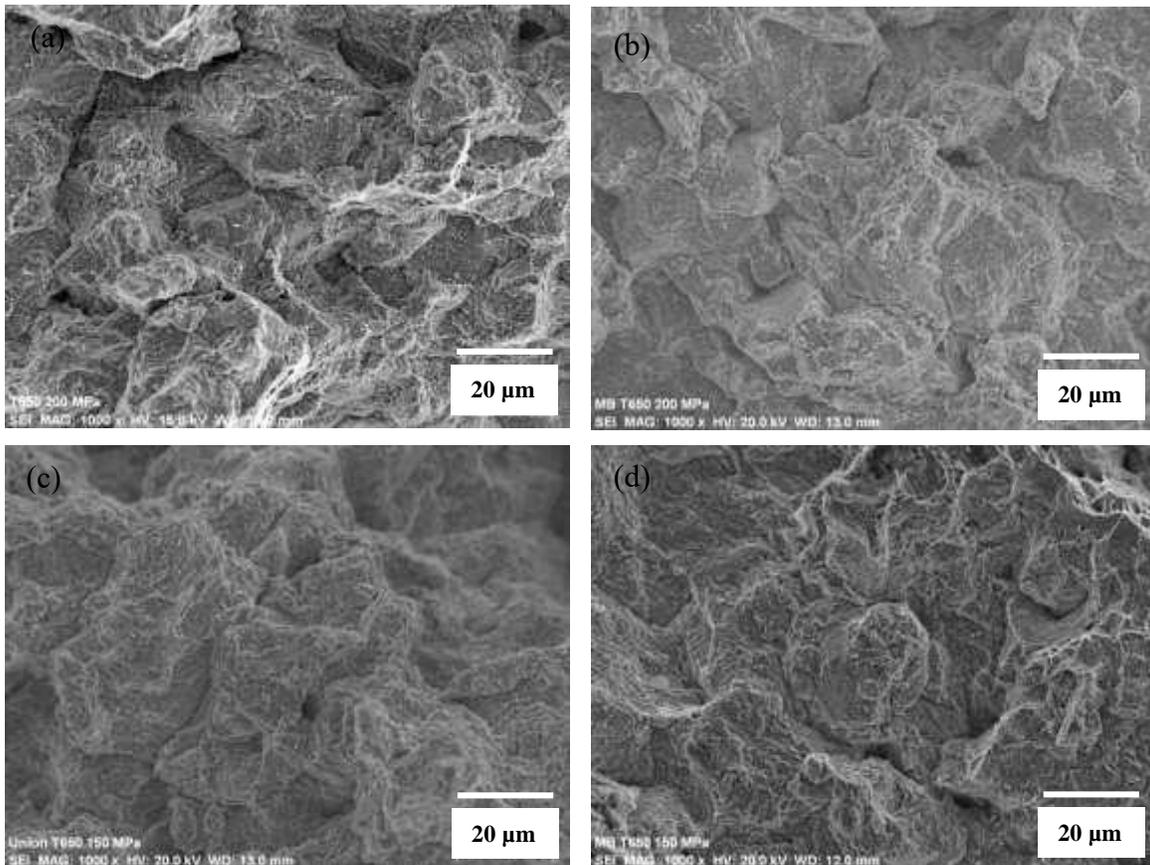
parcialmente mediante el ciclo térmico de soldadura aplicado. La precipitación en partículas grandes retenidas, como  $M_{23}C_6$ , se ve favorecida en lugar de la precipitación fina en límites de grano, por lo tanto, los carburos retenidos engrosan más rápidamente provocando sitios preferenciales para la formación de microhuecos [29].



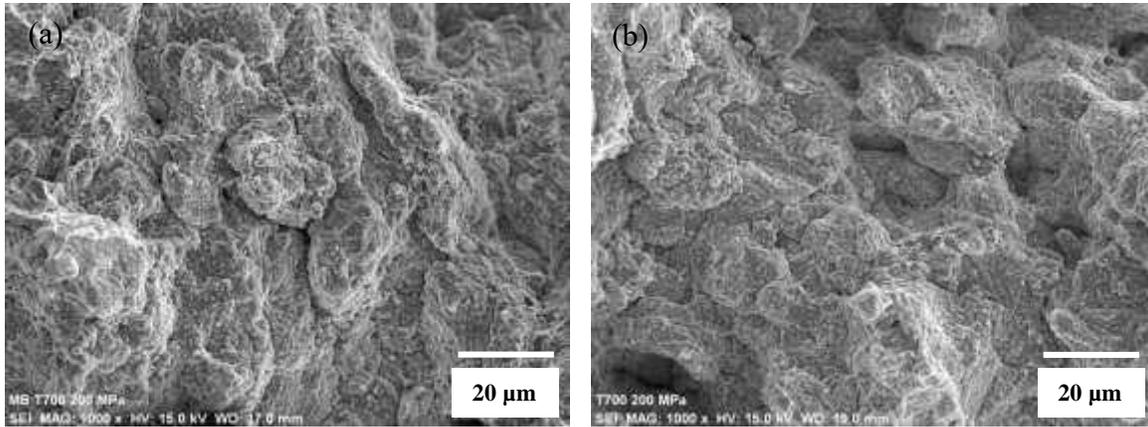
**Figura 4.37.** Fracturas las muestras de la unión soldadas sometidas a termofluencia a una temperatura de 600 °C (a) 350 MPa, (b) 300 MPa, (c) 275 MPa, (d) 250 MPa y (e) 200 MPa.



**Figura 4.38.** Fracturas muestras de MB sometidas a termofluencia, a) 300 MPa y b) 200 MPa.



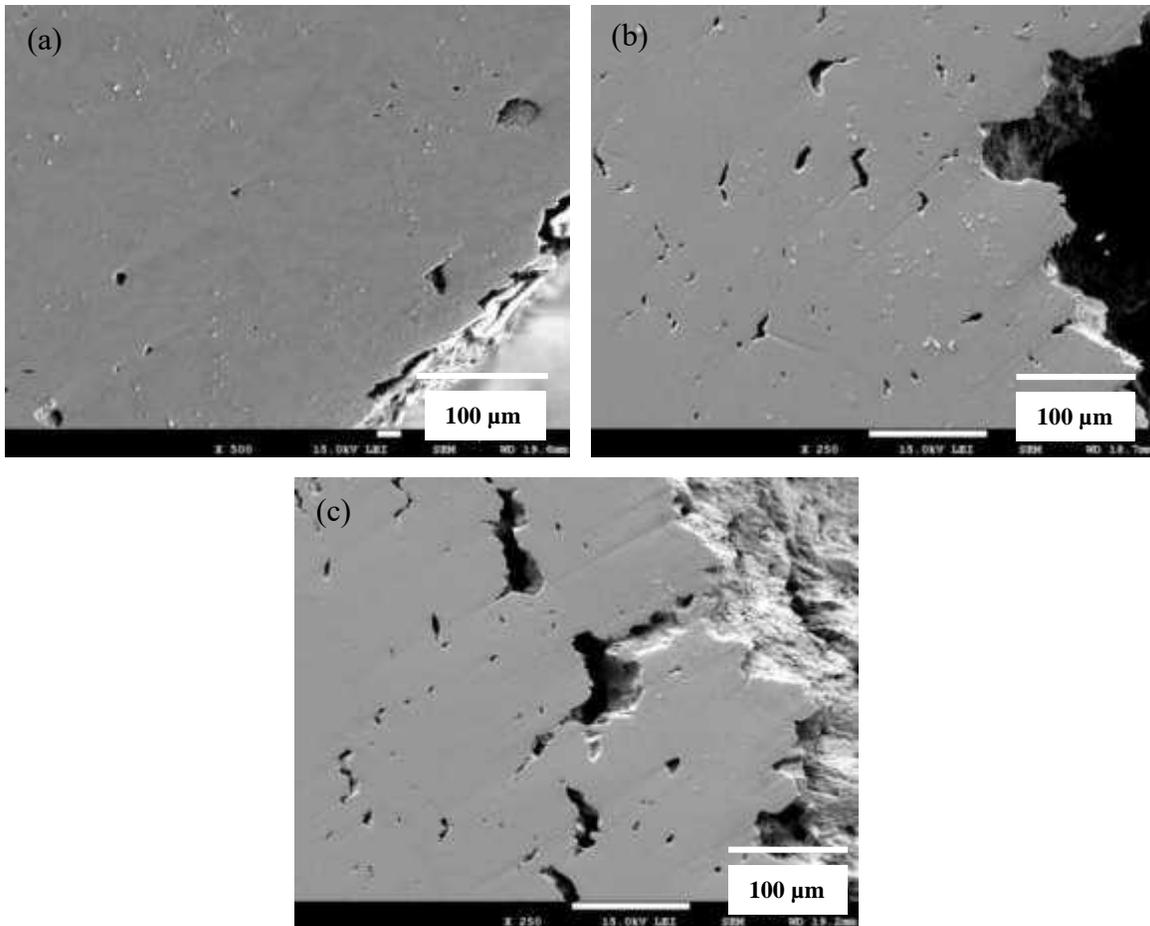
**Figura 4.39.** Fracturas de los especímenes sometidos a termofluencia a 650 °C (a) unión soldada con 200 MPa, (b) MB con 200 MPa, (c) unión soldada con 150 MPa y (e) MB con 150 MPa.



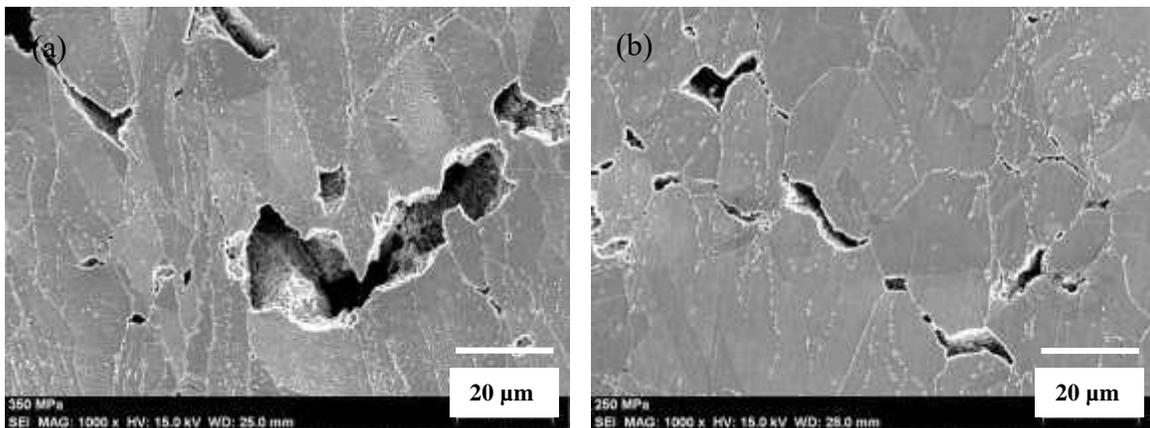
**Figura 4.40.** Fracturas de los especímenes sometidos a termofluencia a 700 °C con un esfuerzo de 150 MPa (a) unión soldada y (b) MB.

Al realizar un corte longitudinal a la superficie fracturada y observarlo en el MEB se puede observar la cantidad de huecos formados. En la Figura 4.41 se observa que la cantidad de huecos aumenta a medida que la carga aplicada disminuye. El espécimen con mayor cantidad de huecos cerca de la fractura y después de ella es el correspondiente a una carga aplicada de 250 MPa. El fenómeno de termofluencia se presenta en mayor cantidad al aplicar cargas cercanas a 250 MPa debido a que se presentaron mayor número de cavidades y de mayor tamaño. Estas cavidades se forman por distintos fenómenos entre ellos la acumulación de dislocaciones, nucleación de cavidades a partir de acumulación vacancias, deslizamiento de granos que conducen a la formación de cavidades en puntos triples, y formación de cavidades en conjunto con una partícula [29, 40, 108].

Se observó la aparición de microhuecos sobre límites de grano, partir de estos comienza a crecer la fractura como se puede observar en la Figura 4.42. donde se observa la aparición y coalescencia de microhuecos y micro fracturas en las uniones soldadas sometidos a 600 °C con 350 MPa y 250 MPa. Lo que también es evidente en las imágenes es que con 350 MPa los granos austeníticos se encuentran alargados, mientras que al utilizar un esfuerzo de 250 MPa se observan equiaxiales, con mayor cantidad de micro huecos en límites de grano.



**Figura 4.41.** Corte longitudinal de fracturas de especímenes sometidos a termofluencia (a) 350 MPa, (b) 300 MPa y (c) 250 MPa.

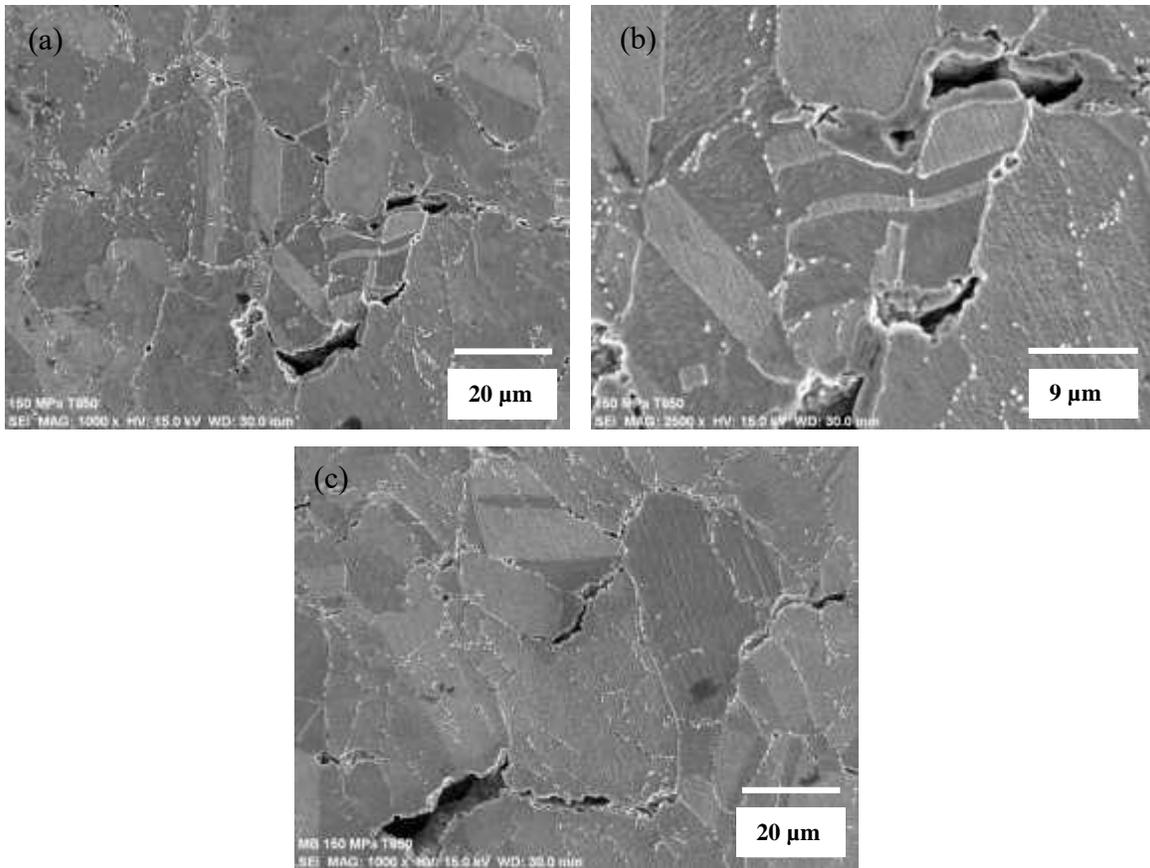


**Figura 4.42.** Microhuecos y microfracturas en la unión soldada sometida a 600 °C (a) 350 MPa y (b) 250 MPa.

Las muestras de termofluencia sometidas a 650 °C con un esfuerzo de 150 MPa se muestran en la Figura 4.43, en las cuales se puede observar que los granos austeníticos equiaxiales aumentan un poco de tamaño de grano aparecen mayor cantidad de microhuecos y microfracturas en los límites de grano. Se observa la presencia de maclas dentro de los granos austeníticos principalmente en la Figura 4.43 (b) donde se puede ver que el grano austenítico se deslizaba deformando la macla que se encontraba en el interior.

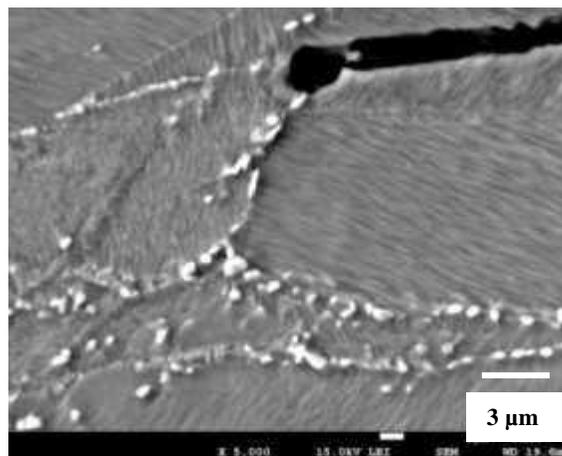
La presencia de carburos se puede observar en la Figura 4.42 y la Figura 4.43 algunos carburos como son característicos de la aleación del tipo MC y  $M_7C_6$  se pueden observar dentro del granos austeníticos. Algunos otros precipitados en el límite de grano de tipo  $M_{23}C_6$  pueden ser ricos en Ti y Nb los cuales se forman a altas temperaturas [29]. En la aleación Inconel 600 sometida a altas temperaturas es reportada la presencia de carburos del tipo  $M_{23}C_6$  y  $M_7C_3$  tanto el grano austenítico como en límites de grano [8].

Los contenidos de carbono en superaleaciones son muy bajos, estos principalmente forman carburos primarios y secundarios. Los carburos primarios, como MC, en el metal fundido a altas temperaturas después de la solidificación primaria. El carburo del tipo MC se encuentra como precipitado discreto en límites de grano o en otros defectos dentro del grano austenítico, sin mostrar alguna ubicación preferencial. El componente M a menudo es Nb o Ti, aunque también es posible la sustitución de Mo y W. La formación secundaria de carburos es durante un tratamiento térmico que es a menudo del tipo  $M_{23}C_6$  con una clara preferencia por la formación en límites de grano. El componente M es principalmente Cr, con la posible sustitución de carburos  $M_6C$  de Mo y W que también se forma durante el tratamiento térmico de algunas superaleaciones [109].



**Figura 4.43.** Microhuecos y microfracturas de muestras sometidas a 650 °C con 150 MPa  
(a) unión soldada y (b) MB.

En la Figura 4.44 se muestra la presencia de carburos en los límites de grano austeníticos a mayores aumentos, en la punta de una microgrieta sobre el límite de grano.



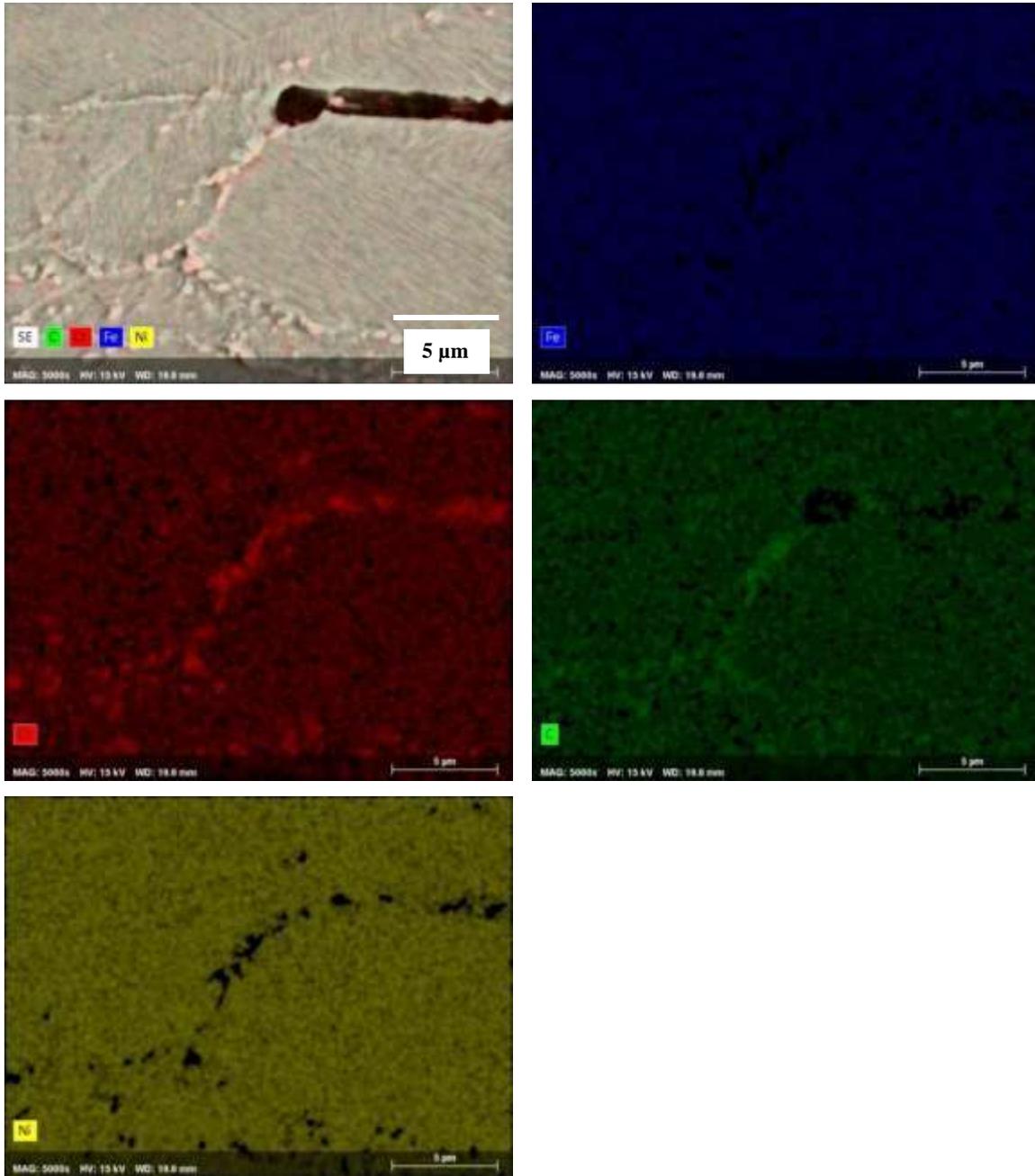
**Figura 4.44.** Precipitados en límites de grano en muestra sometida a 350 MPa a 600°C.

Realizando un mapeo elemental en la Figura 4.45 se puede observar que estos precipitados presentan altos contenidos de C y Cr.

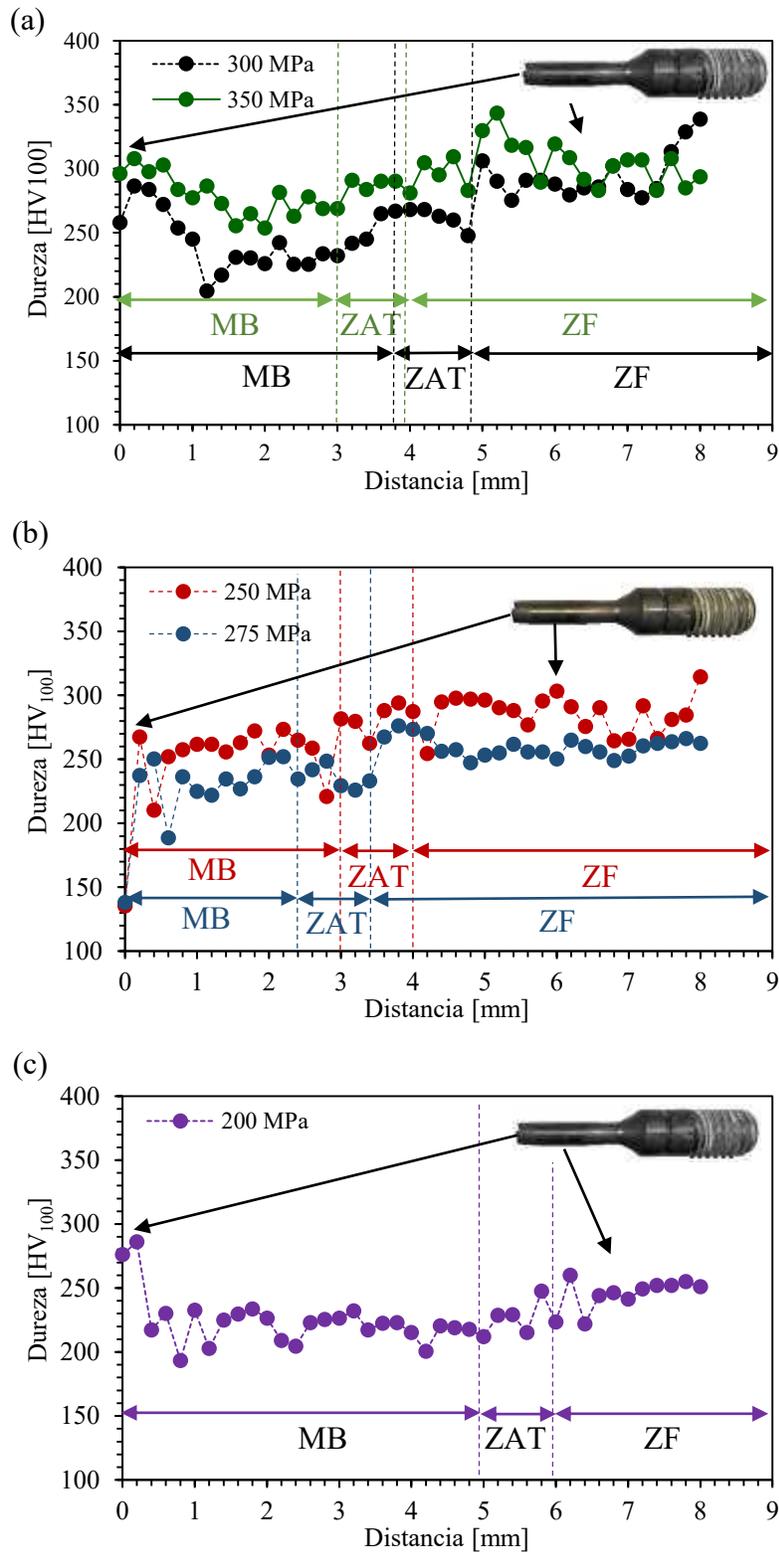
La precipitación de TiC predominará en los límites de grano, a temperaturas de 800°C a 1000°C, en cambio a temperaturas de entre 1000°C a 1300°C se formarán preferentemente NbC [110]. Otro efecto de límite de grano interesante visto en aceros austeníticos se refiere al comportamiento de la segregación de cromo. Si se sensibiliza entre 600-700°C, se producirá un agotamiento de cromo causado por la precipitación de carburo en el límite de grano [111]. El agotamiento de cromo se correlaciona con el grado de precipitación de carburos de cromo en los límites de grano [29, 112].

#### **4.4.2 Evaluación de micro-dureza Vickers de muestras sometidas a termofluencia.**

La variación de micro-dureza que existe en las muestras sometidas a termofluencia partiendo desde la zona de fractura se muestran en la Figura 4.46. La disminución de la dureza aparece al disminuir el esfuerzo aplicado. Esto podría atribuirse al reblandecimiento microestructural y la evolución del daño asociado con la exposición a la fluencia. Los perfiles de dureza a través de la junta soldada se muestra primeramente los valores de dureza desde la zona de fractura, los límites entre las diferentes regiones microestructurales de la placa soldada se muestran mediante líneas verticales punteadas. En la Figura 4.46 (a) se presenta el perfil de microdureza usando un esfuerzo de 350 MPa, donde se pueden ver valores de microdureza mayores en las tres zonas de soldadura comparadas con un esfuerzo menor de 300 MPa. Mientras que en la Figura 4.46 (b) los valores mayores en las tres zonas de la prueba se presentan con esfuerzos de 250 MPa. La probeta tensada a 200 MPa muestra los menores valores de microdureza comparada con todos los demás esfuerzos utilizados, es importante notar que existe un reblandecimiento mayor en las tres zonas el cual es más notorio en la zona de fusión (ZF).



**Figura 4.45.** Mapeo elemental en espécimen sometido a termofluencia con un esfuerzo de 350 MPa a 600°C.



**Figura 4.46.-** Perfiles de microdureza de las uniones soldadas sometidas a termofluencia a 600 °C (a) 350 MPa y 300 MPa, (b) 275 MPa y 250 MPa (c) 200 MPa.

## CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES

Las muestras de Inconel 600 envejecidas a 700 °C con diferentes tiempos de permanencia mostraron precipitados de carburo de cromo del tipo MC y  $M_7C_3$  dentro de los granos austeníticos. El carburo  $M_{23}C_6$  se presentó en los límites de grano.

Al aumentar el tiempo de tratamiento térmico hasta 100 horas se observó una mayor precipitación de carburos en el límite de grano en comparación con la tratadas a tiempos menores. Después de 200 h las maclas de deformación comienzan a desaparecer y a tiempos mayores de 300 h algunos granos austeníticos coalescen y forman parte de granos con mayor tamaño.

El potencial termoeléctrico y las mediciones de microdureza Vickers muestran una tendencia similar, donde a medida que se incrementa el tiempo de tratamiento térmico las mediciones de potencial termoeléctrico y microdureza incrementan hasta un tiempo de 100 h. Después de este tiempo de envejecido se tiene una caída drástica en potencial termoeléctrico y microdureza Vickers, continuando con un pequeño incremento de microdureza mientras que el potencial termoeléctrico se mantiene sin cambios. Tal parece que las características microestructurales como el tamaño y la cantidad de precipitados juegan un papel importante en los cambios de potencial termoeléctrico y microdureza Vickers.

Los resultados de los efectos del proceso de soldadura de GMAW en la aleación Inconel 600 demuestran que los parámetros empleados eran adecuados para soldar placas de 12.7 mm de espesor, fueron necesarias tres pasadas de soldadura utilizando el ERNiCrMo-3 y no se presentaron defectos en la junta soldada.

La ZF se caracterizó por granos columnares plagados de fases secundarias (carburos, nitruros, carbonitruros y fases de Laves) localizados principalmente en los espacios interdendriticos. Los valores de dureza en la ZF fueron más altos comparados con los del MB de la unión soldada, esto es debido a un mayor contenido de elementos de aleación que presenta el electrodo lo cual conduce a la precipitación de fases mencionadas anteriormente durante la solidificación de la ZF.

La fractura en la unión soldada bajo tensión se localizó en el MB y la superficie de fractura mostró una fractura dúctil.

El ataque químico de la unión soldada reveló una ZATAT, mientras que los perfiles de microdureza revelaron una ZATBT en la cual ocurre la falla de la unión soldada bajo tensión.

El MB y la junta soldada registraron un límite elástico similar durante la prueba de tensión (340 MPa), pero en el esfuerzo máximo la unión soldada tuvo una reducción de aproximadamente 90 MPa comparada con el MB. Sin embargo, la ductilidad de las placas soldadas no se vio afectada por el proceso de soldadura.

Las curvas experimentales de Esfuerzo-Deformación de MB y unión soldada pueden modelarse con alta confianza utilizando dos pendientes en la zona de deformación plástica con el modelo de Ramberg-Osgood.

El análisis de EBSD de los especímenes sometidos a tensión mostró que el MB exhibe una menor cantidad de esfuerzos residuales y densidad de dislocaciones, mientras que la unión soldada aumento ligeramente debido a la afectación térmica que sufre durante el proceso de soldadura.

La unión soldada sometida a termofluencia falló en el MB cercano a la zona afectada térmicamente de baja temperatura, esto es debió al menor tamaño de grano encontrado en esa zona. Al utilizar esfuerzos altos en el ensayo de termofluencia (350 MPa y 300 MPa) el fenómeno de termofluencia es menor comparado con esfuerzos menores. Menores esfuerzos mostraron mayor cantidad de huecos y microgrietas.

Las mediciones de microdureza en los especímenes sometidos a termofluencia indican que al utilizar esfuerzos bajos de 200 MPa existe un reblandecimiento del material en las tres zonas de soldadura (MB, ZAT y ZF) principalmente en la zona de fusión.

La falla en las uniones soldadas sometidas a termofluencia se situó en ZATBT aproximadamente en la misma zona de los especímenes sometidos a tensión.

En las pruebas de termofluencia de la unión soldada sometidas a 600 °C al utilizar esfuerzos de 350 y 300 MPa exhiben una región secundaria corta, esto es debido a que la unión no tiene tiempo suficiente para la recuperación. En cambio, al utilizar esfuerzos de 250 y 200 MPa la región secundaria se transforma en una línea horizontal y se extiende por bastante tiempo. La comparación entre el MB y la unión soldada sometidas a termofluencia a 600 °C, resulto que el MB presenta una etapa terciaria mayor. Debido a que ZF en la unión soldada es menos

susceptible a ser deformada por termofluencia con estas condiciones. La unión soldada resiste menos tiempo en termofluencia comparada con el MB.

Los especímenes sometidos a termofluencia con una temperatura de 650 °C y esfuerzo de 200 MPa mostraron que la unión soldada resistió menor tiempo comparada con el MB. Mientras que al utilizar un esfuerzo de 150 MPa utilizando la misma temperatura, la unión soldada presentó un incremento en tiempo de resistencia a la termofluencia comparado con el MB. La ZF se ve afectada por termofluencia a altas temperaturas y esfuerzos bajos. También es posible que en la ZATBT la afectación térmica de proceso de soldadura produzca la precipitación de  $C_{23}C_6$  en límites de grano, lo cual impida el deslizamiento de granos austeníticos resultando con un incremento en tiempo de resistencia a termofluencia las de uniones soldadas.

Al utilizar una temperatura de 700 °C la unión soldada se encuentra por encima ligeramente del tiempo de resistencia por termofluencia comparada con el MB.

Las fracturas resultantes de las pruebas de termofluencia sometidas 600 °C para esfuerzos de 350 MPa presentaron facturas de forma transgranular e intergranular. A medida que el esfuerzo se reduce, se pudo observar que la grieta corrió únicamente sobre límites de grano. Los especímenes ensayados a 650 y 700 °C solamente presentaron fracturas intergranulares tanto en unión soldada y MB.

En las muestras de termofluencia se encontró la presencia de carburos cromo precipitados tanto en límite de grano como en el grano austenítico. La cantidad de microfracturas y micro huecos aumentan conforme se disminuye el esfuerzo aplicado y se incrementa la temperatura. Las mediciones de microdureza en los especímenes sometidos a termofluencia indican que al utilizar esfuerzos de 200 MPa existe un reblandecimiento del material en las cuatro zonas de soldadura (MB, ZATAT, ZATBT y ZF) pero principalmente en la zona de fusión.

## **CAPÍTULO 6. TRABAJO A FUTURO**

- Realizar EBSD de las muestras sometidas termofluencia, donde tiempo de resistencia a la termofluencia de la unión soldada aumenta en comparación con el MB.
- Realizar pruebas de termofluencia de la unión soldada a temperaturas superiores a 700°C.

## REFERENCIAS

- [1] Attia M H. *Fretting fatigue: current technology and practices. Fretting fatigue of some nickel-based alloys in steam environment at 265 C.* vol. ed: ASTM International, p.^pp. 2000.
- [2] Park D-k, Woo S-w, Yoon D-h, Chung I. *A study on fretting fatigue life for the Inconel alloy 600 at high temperature.* **Nuclear Engineering and Design.** 240 (10), 2521-2527, 2010.
- [3] AJ S, MA C. *Inconel alloy 690-a new corrosion resistant material.* **Corrosion Engineering.** 28 (2), 82-95, 1979.
- [4] Park D-G, Kim S-S, Kim G-D, Hong J-H. *The diagnosis of thermal aged inconel 600 using giant magnetoimpedance (GMI) sensor.* **Journal of Magnetism and Magnetic Materials.** 272, E1715-E1717, 2004.
- [5] Stiller K, Nilsson J-O, Norring K. *Structure, chemistry, and stress corrosion cracking of grain boundaries in alloys 600 and 690.* **Metallurgical and Materials Transactions A.** 27 (2), 327-341, 1996.
- [6] Salinas-Solano G, Porcayo-Calderon J, Gonzalez-Rodriguez J, Salinas-Bravo V, Ascencio-Gutierrez J, Martinez-Gomez L. *High temperature corrosion of inconel 600 in NaCl-KCl molten salts.* **Advances in Materials Science and Engineering.** 2014, 2014.
- [7] Lippold J C, Kiser S D, DuPont J N. *Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys.* John Wiley & Sons 2011.
- [8] Wang J, Gan D. *Effects of grain boundary carbides on the mechanical properties of Inconel 600.* **Materials chemistry and physics.** 70 (2), 124-128, 2001.
- [9] Deen K, Afzal N, Ahmad R, Niazi Z, Ayub R, Farooq A, Khan I, Khaleeq-ur-Rahman M. *Intergranular pitting tendency of yttrium implanted Inconel 600 in acidic chloride media.* **Surface and Coatings Technology.** 212, 61-66, 2012.
- [10] Zhang H, Lu Y, Ma M, Li J. *Effect of precipitated carbides on the fretting wear behavior of Inconel 600 alloy.* **Wear.** 315 (1-2), 58-67, 2014.
- [11] Was G, Tischner H, Latanision R. *The influence of thermal treatment on the chemistry and structure of grain boundaries in Inconel 600.* **Metallurgical and Materials Transactions A.** 12 (8), 1397-1408, 1981.
- [12] Srikanth A, Manikandan M. *Development of welding technique to avoid the sensitization in the alloy 600 by conventional Gas Tungsten Arc Welding method.* **Journal of Manufacturing Processes.** 30, 452-466, 2017.
- [13] Harinadh V, Edison G, Akella S, Reddy L S, Buddu R K. *Multipass welding on inconel material with pulsed current gas tungsten arc welding.* **Materials Today: Proceedings.** 4 (2), 1452-1458, 2017.
- [14] Page R A, McMinn A. *Relative stress corrosion susceptibilities of alloys 690 and 600 in simulated boiling water reactor environments.* **Metallurgical Transactions A.** 17 (5), 877-887, 1986.
- [15] Newman R, Roberge R, Bandy R. *Environmental variables in the low temperature stress corrosion cracking of Inconel 600.* **Corrosion.** 39 (10), 386-390, 1983.
- [16] Bandy R, Rooyen D V. *Effect of thermal stabilization on the low temperature stress corrosion cracking of Inconel 600.* **Corrosion.** 40 (6), 281-289, 1984.

- [17] Shimada M, Kokawa H, Wang Z, Sato Y, Karibe I. *Optimization of grain boundary character distribution for intergranular corrosion resistant 304 stainless steel by twin-induced grain boundary engineering*. **Acta materialia**. 50 (9), 2331-2341, 2002.
- [18] Hertelé S, De Waele W, Denys R. *A generic stress-strain model for metallic materials with two-stage strain hardening behaviour*. **International Journal of Non-Linear Mechanics**. 46 (3), 519-531, 2011.
- [19] Christopher J, Choudhary B, Samuel E I, Mathew M, Jayakumar T. *Tensile stress-strain and work hardening behaviour of P9 steel for wrapper application in sodium cooled fast reactors*. **Journal of Nuclear Materials**. 420 (1-3), 583-590, 2012.
- [20] Quintino L, Liskevich O, Vilarinho L, Scotti A. *Heat input in full penetration welds in gas metal arc welding (GMAW)*. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**. 68 (9-12), 2833-2840, 2013.
- [21] Lemaitre J, Desmorat R. *Engineering damage mechanics: ductile, creep, fatigue and brittle failures*. Springer Science & Business Media 2005.
- [22] Verlinden B, Driver J, Samajdar I, Doherty R D. *Thermo-mechanical processing of metallic materials*. Elsevier 2007.
- [23] Kassner M, Pérez-Prado M-T. *Five-power-law creep in single phase metals and alloys*. **Progress in Materials Science**. 45 (1), 1-102, 2000.
- [24] Smith W F, Hashemi J, Cázares G N, González-Caver P A. *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales*. McGraw-Hill 2006.
- [25] Kassner M E. *Fundamentals of creep in metals and alloys*. Butterworth-Heinemann 2015.
- [26] Bressers J. *Creep and fatigue in high temperature alloys*. Applied Science Publishers 1981.
- [27] Evans R W, Wilshire B. *Creep of metals and alloys*. 1985.
- [28] Viswanathan R. *Damage mechanisms and life assessment of high temperature components*. ASM international 1989.
- [29] Abe F, Kern T-U, Viswanathan R. *Creep-resistant steels*. Elsevier 2008.
- [30] Reed R C. *The superalloys: fundamentals and applications*. Cambridge university press 2008.
- [31] Was G S, Kruger R. *A thermodynamic and kinetic basis for understanding chromium depletion in Ni-Cr-Fe alloys*. **Acta Metallurgica**. 33 (5), 841-854, 1985.
- [32] Scarberry R, Pearman S, Crum J. *Precipitation reactions in Inconel Alloy 600 and their effect on corrosion behavior*. **Corrosion**. 32 (10), 401-406, 1976.
- [33] Airey G. *Microstructural aspects of the thermal treatment of Inconel alloy 600*. **Metallography**. 13 (1), 21-41, 1980.
- [34] Kai J J, Tsai C H, Huang T A, Liu M N. *The effects of heat treatment on the sensitization and SCC behavior of INCONEL 600 alloy*. **Metallurgical Transactions A**. 20 (6), 1077-1088, 1989.
- [35] Chen S, Gan D. *Effects of grain boundary carbides on the tensile and impact properties of type 316 stainless steel*. **Materials Science and Engineering**. 84, 65-76, 1986.
- [36] Wu S, Gan D. *The effects of grain boundary carbide on the low temperature tensile properties of type 316 stainless steel*. **Materials Science and Engineering: A**. 102 (2), 193-199, 1988.
- [37] Massalski T, Okamoto H, Subramanian P, Kacprzak L. *Binary Alloy Phase Diagrams (ASM International, Materials Park, OH, 1990)*. 2983-2986, 1991.

- [38] Tuma H, Vyklicky M, Lobl K. *Activity and Solubility of Carbon in Austenitic Chromium-Nickel Steels with about 18 percent CR*. **Archiv fur das eisenhüttenwesen**. 41 (10), 983-&, 1970.
- [39] Cieslak M, Headley T, Romig A. *The welding metallurgy of HASTELLOY alloys C-4, C-22, and C-276*. **Metallurgical Transactions A**. 17 (11), 2035-2047, 1986.
- [40] Chawla K K, Meyers M. *Mechanical behavior of materials*. Prentice Hall Upper Saddle River 1999.
- [41] Betten J. *Creep mechanics*. Springer Science & Business Media 2008.
- [42] Raj R, Ashby M. *Intergranular fracture at elevated temperature*. **Acta Metallurgica**. 23 (6), 653-666, 1975.
- [43] Ashby M, Verrall R. *Diffusion-accommodated flow and superplasticity*. **Acta Metallurgica**. 21 (2), 149-163, 1973.
- [44] Riedel H. *Cavity nucleation at particles on sliding grain boundaries. A shear crack model for grain boundary sliding in creeping polycrystals*. **Acta Metallurgica**. 32 (3), 313-321, 1984.
- [45] Cadek J. *Creep in metallic materials*. Elsevier Science Publishers, P. O. Box 211, 1000 AE Amsterdam, The Netherlands, 1988. 372. 1988.
- [46] Dyson B F. *Continuous cavity nucleation and creep fracture*. **Scripta Metallurgica**. 17 (1), 31-38, 1983.
- [47] Raj R. *Flow and fracture at elevated temperatures*. 1985.
- [48] Marquis E A, Dunand D C. *Model for creep threshold stress in precipitation-strengthened alloys with coherent particles*. **Scripta Materialia**. 47 (8), 503-508, 2002.
- [49] Waddington J, Lofthouse K. *The effect of irradiation on the high temperature fracture of stainless steel*. **Journal of Nuclear Materials**. 22 (2), 205-213, 1967.
- [50] Stiegler J, Farrell K, Loh B, McCoy H. *NATURE OF CREEP CAVITIES IN TUNGSTEN*. 1967.
- [51] Courtney T H. *Mechanical behavior of materials*. Waveland Press 2005.
- [52] Rose R M, Shepard L A, Verduzco Rodriguez M, Wulff J. *Propiedades electrónicas*. 1968.
- [53] Stanley R K, Moore P O. *Nondestructive Testing Handbook V. 9: Special Nondestructive Testing Methods*. ASNT 1995.
- [54] Morgner W. *Introduction to thermoelectric nondestructive testing*. **Materials Evaluation(USA)**. 49 (9), 1081-1088, 1991.
- [55] Thompson D O, Chimenti D E. *Review of progress in quantitative nondestructive evaluation*. Springer Science & Business Media 2012.
- [56] Lasseigne A, Olson D, Kleebe H-J, Boellinghaus T. *Microstructural assessment of nitrogen-strengthened austenitic stainless-steel welds using thermoelectric power*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 36 (11), 3031-3039, 2005.
- [57] Selim R, McFarlane M, Mast J, Wincheski B, Simpson J. *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, eds. Thomas DO, Chimenti DE, Vol. 24*. 2005.
- [58] Kleber X. *Detection of surface and subsurface heterogeneities by the hot tip thermoelectric power method*. **Ndt & E International**. 41 (5), 364-370, 2008.
- [59] Nye J F. *Physical properties of crystals: their representation by tensors and matrices*. Oxford university press 1985.

- [60] Capdevila C, De Cock T, Caballero F, San Martin D, de Andres C G. *Application of thermoelectric power measurements to the study of cold rolled austenitic stainless steels*. **Journal of materials science**. 44 (16), 4499-4502, 2009.
- [61] Massardier V, Lavaire N, Soler M, Merlin J. *Comparison of the evaluation of the carbon content in solid solution in extra-mild steels by thermoelectric power and by internal friction*. **Scripta Materialia**. 50 (12), 1435-1439, 2004.
- [62] Brahmi A, Borrelly R. *Study of aluminium nitride precipitation in pure Fe · Al · N alloy by thermoelectric power measurements*. **Acta materialia**. 45 (5), 1889-1897, 1997.
- [63] Carreon H. *Effects of Texture on Thermoelectric Power in Ti-6Al-4V*. En: **ASME 2006 International Mechanical Engineering Congress and Exposition**. 2006, p.^pp. 591-596.
- [64] Lara N O, Ruiz A, Rubio C, Ambriz R R, Medina A. *Nondestructive assessing of the aging effects in 2205 duplex stainless steel using thermoelectric power*. **Ndt & E International**. 44 (5), 463-468, 2011.
- [65] Sposito G. *Advances in potential drop techniques for non-destructive testing*. **Doctor of Philosophy, Imperial College London**. 2009.
- [66] Sposito G, Cawley P, Nagy P B. *Potential drop mapping for the monitoring of corrosion or erosion*. **Ndt & E International**. 43 (5), 394-402, 2010.
- [67] Lincoln J F. *The procedure handbook of arc welding*. **The James F. Lincoln Arc Welding Foundation**. 2000.
- [68] Kim I, Basu A. *A mathematical model of heat transfer and fluid flow in the gas metal arc welding process*. **Journal of Materials Processing Technology**. 77 (1-3), 17-24, 1998.
- [69] DuPont J, Marder A. *Thermal efficiency of arc welding processes*. **Welding Journal-Including Welding Research Supplement**. 74 (12), 406s, 1995.
- [70] Bosworth M. *Effective heat input in pulsed current gas metal arc welding-solid wire electrodes*. 1990.
- [71] Mahajan S, Pande C, Imam M, Rath B. *Formation of annealing twins in fcc crystals*. **Acta materialia**. 45 (6), 2633-2638, 1997.
- [72] Airey G, Pement F. *A comparison of intergranular attack in Inconel alloy 600 observed in the laboratory and in operating steam generators*. **Corrosion**. 39 (2), 46-55, 1983.
- [73] Song K, Nakata K. *Effect of precipitation on post-heat-treated Inconel 625 alloy after friction stir welding*. **Materials & Design**. 31 (6), 2942-2947, 2010.
- [74] Benkirat D, Merle P, Borrelly R. *Effects of precipitation on the thermoelectric power of iron-carbon alloys*. **Acta Metallurgica**. 36 (3), 613-620, 1988.
- [75] Park Y, Kaydanov V, Mishra B, Olson D. *Analysis of Microstructure Using Thermoelectric Diagnostics for Non-Destructive Evaluation of Materials*. En: **AIP Conference Proceedings**. 2005, p.^pp. 1308-1315.
- [76] Carreon H, Nagy P B, Nayfeh A H. *Thermoelectric detection of spherical tin inclusions in copper by magnetic sensing*. **Journal of applied physics**. 88 (11), 6495-6500, 2000.
- [77] Nayfeh A H, Carreon H, Nagy P B. *Role of anisotropy in noncontacting thermoelectric materials characterization*. **Journal of applied physics**. 91 (1), 225-231, 2002.

- [78] Fisk M, Andersson J, du Rietz R, Haas S, Hall S. *Precipitate evolution in the early stages of ageing in Inconel 718 investigated using small-angle x-ray scattering*. **Materials Science and Engineering: A**. 612, 202-207, 2014.
- [79] Pereira D, Clarke T, Menezes R, Hirsch T. *Effect of microstructure on electrical conductivity of Inconel 718 alloys*. **Materials Science and Technology**. 31 (6), 669-676, 2015.
- [80] Li J, Lu Y, Zhang H, Xin L. *Effect of grain size and hardness on fretting wear behavior of Inconel 600 alloys*. **Tribology International**. 81, 215-222, 2015.
- [81] Kou S. *Welding metallurgy*. John Wiley & Sons 2003.
- [82] David S, Vitek J. *Correlation between solidification parameters and weld microstructures*. **International Materials Reviews**. 34 (1), 213-245, 1989.
- [83] AF P. *Decomposition of austenite in austenitic stainless steels*. **ISIJ international**. 42 (4), 325-327, 2002.
- [84] Ramkumar K D, Singh A, Raghuvanshi S, Bajpai A, Solanki T, Arivarasu M, Arivazhagan N, Narayanan S. *Metallurgical and mechanical characterization of dissimilar welds of austenitic stainless steel and super-duplex stainless steel—a comparative study*. **Journal of Manufacturing Processes**. 19, 212-232, 2015.
- [85] Flores R B, Ruíz A, Rubio-González C, López V H, Lara N O, Hernández R G, López F F C. *Effect of heat input and accumulated fatigue damage on mechanical properties of dissimilar AL-6XN/316L welded joints*. **Materials Characterization**. 112, 41-50, 2016.
- [86] Cortés R, Rodríguez N, Ambriz R, López V, Ruiz A, Jaramillo D. *Fatigue and crack growth behavior of Inconel 718–AL6XN dissimilar welds*. **Materials Science and Engineering: A**. 745, 20-30, 2019.
- [87] Banovic S W, DuPont I, Marder A. *Dilution control in gas-tungsten-arc welds involving superaustenitic stainless steels and nickel-based alloys*. **Metallurgical and Materials Transactions B**. 32 (6), 1171-1176, 2001.
- [88] Cieslak M J, Headley T J, Romig A D, Kollie T. *A melting and solidification study of alloy 625*. **Metallurgical Transactions A**. 19 (9), 2319-2331, 1988.
- [89] Cieslak M. *The welding and solidification metallurgy of alloy 625*. 1991.
- [90] Ernst S C, Baeslack III W, Lippold J. *Weldability of high-strength low-expansion superalloys*. Ohio State University. 1987.
- [91] Song K, Fujii H, Nakata K. *Effect of welding speed on microstructural and mechanical properties of friction stir welded Inconel 600*. **Materials & Design**. 30 (10), 3972-3978, 2009.
- [92] Sato Y, Arkom P, Kokawa H, Nelson T, Steel R. *Effect of microstructure on properties of friction stir welded Inconel Alloy 600*. **Materials Science and Engineering: A**. 477 (1-2), 250-258, 2008.
- [93] Sato Y S, Kokawa H. *Distribution of tensile property and microstructure in friction stir weld of 6063 aluminum*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 32 (12), 3023-3031, 2001.
- [94] Anderson T L. *Fracture mechanics: fundamentals and applications*. CRC press 2017.
- [95] Mills W, Brown C. *Fracture toughness of alloy 600 and an EN82H weld in air and water*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 32 (5), 1161-1174, 2001.

- [96] Jang C, Lee J, Kim J S, Jin T E. *Mechanical property variation within Inconel 82/182 dissimilar metal weld between low alloy steel and 316 stainless steel*. **International journal of pressure vessels and piping**. 85 (9), 635-646, 2008.
- [97] Podder A S, Bhattacharjee D. *Effect of martensite on the mechanical behavior of ferrite–bainite dual phase steels*. **ISIJ international**. 47 (7), 1058-1064, 2007.
- [98] Umemoto M, Tsuchiya K, Liu Z, Sugimoto S. *Tensile stress-strain analysis of single-structure steels*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 31 (7), 1785-1794, 2000.
- [99] Simmons J. *Influence of nitride (Cr<sub>2</sub>N) precipitation on the plastic flow behavior of high-nitrogen austenitic stainless steel*. **Scripta metallurgica et materialia**. 32 (2), 265-270, 1995.
- [100] Yan F, Tao N, Archie F, Gutiérrez-Urrutia I, Raabe D, Lu K. *Deformation mechanisms in an austenitic single-phase duplex microstructured steel with nanotwinned grains*. **Acta materialia**. 81, 487-500, 2014.
- [101] Marcadon V, Davoine C, Lévêque D, Rafray A, Popoff F, Horezan N, Boivin D. *High temperature mechanical behavior of tube stackings—Part I: Microstructural and mechanical characterization of Inconel® 600 constitutive material*. **Materials Science and Engineering: A**. 677, 540-548, 2016.
- [102] Kokawa H, Shimada M, Michiuchi M, Wang Z, Sato Y. *Arrest of weld-decay in 304 austenitic stainless steel by twin-induced grain boundary engineering*. **Acta Materialia**. 55 (16), 5401-5407, 2007.
- [103] Jegdic B V, Ostojic S I, Bobic B M, Alil A B. *Intergranular corrosion of welded joints. Forming conditions and procedures for prevention*. **STRUCTURAL INTEGRITY AND LIFE-INTEGRITET I VEK KONSTRUKCIJA**. 13 (2), 93-97, 2013.
- [104] Lippold J C, Kotecki D J. *Welding metallurgy and weldability of stainless steels*. **Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels, by John C. Lippold, Damian J. Kotecki, pp. 376. ISBN 0-471-47379-0. Wiley-VCH, March 2005., 376, 2005.**
- [105] Kuo C-M, Yang Y-T, Bor H-Y, Wei C-N, Tai C-C. *Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy*. **Materials Science and Engineering: A**. 510, 289-294, 2009.
- [106] Larson F R. *A time-temperature relationship for rupture and creep stresses*. **Trans. ASME**. 74, 765-775, 1952.
- [107] Shrestha T, Basirat M, Alsagabi S, Sittiho A, Charit I, Potirniche G P. *Creep rupture behavior of welded Grade 91 steel*. **Materials Science and Engineering: A**. 669, 75-86, 2016.
- [108] Carry C, Strudel J. *Apparent and effective creep parameters in single crystals of a nickel base superalloy—II. Secondary creep*. **Acta Metallurgica**. 26 (5), 859-870, 1978.
- [109] Richards N, Chaturvedi M. *Effect of minor elements on weldability of nickel base superalloys*. **International Materials Reviews**. 45 (3), 109-129, 2000.
- [110] Carolan R, Faulkner R. *Grain boundary precipitation of M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> in an austenitic steel*. **Acta Metallurgica**. 36 (2), 257-266, 1988.
- [111] Vorlicek V, Doig P, Flewitt P E. *Cooling induced non-equilibrium segregation of impurity concentration of phosphorus and tin to grain boundaries in an Iron-3% Nickel alloy*. En: **Materials Science Forum**. 1993, p.^pp. 201-204.

- [112] Laws M S, Goodhew P J. *Grain boundary structure and chromium segregation in a 316 stainless steel. Acta metallurgica et materialia.* 39 (7), 1525-1533, 1991.