



UNIVERSIDAD MICHOCANA DE SÁN
NICOLÁS DE HIDALGO



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y
MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRIA EN
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

“PROPIEDADES METALÚRGICAS Y MECÁNICAS DE
LAS DIFERENTES UNIONES SOLDADAS DE
HASTELLOY X CON VARIAS ETAPAS DE USÓ”

TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRO EN METALÚRGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

PRESENTA:

ING. MARIO ALBERTO CORNEJO ORNELAS

ASESOR:

PHd. CUAUHTÉMOC MALDONADO ZEPEDA

CO-ASESOR:

M.C. J. JESÚS CASTILLO TAMAYO

AGRADECIMIENTOS

Al **Consejo nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT)** por el apoyo económico otorgado para el desarrollo de este trabajo de investigación y poder optar el grado de Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales.

A la **Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (UMSNH)** por brindarme la oportunidad de superación profesional y personal.

Al **Instituto de Investigaciones Metalúrgicas (IIMM)** por todo el conocimiento aprendido y apoyo que se me brindó durante el desarrollo del programa de maestría.

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	I
ABSTRACT	II
INTRODUCCIÓN	III
JUSTIFICACIÓN	IV
HIPÓTESIS	VI
OBJETIVOS.....	VII
1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	1
1.1. Introducción a las superaleaciones base níquel	1
1.1.1. Fases más comunes presentes en las superaleaciones base níquel.	2
1.2. Superaleación base níquel Hastelloy X	3
1.3. Soldabilidad y diversos procesos aplicados al Hastelloy X.....	6
1.4. Factores influyentes en el agrietamiento en caliente en las uniones soldadas de Hastelloy X.....	9
1.5. Precipitados presentes en varias etapas de envejecido del Hastelloy X.	13
1.6. Resultados y observaciones en los ensayos mecánicos aplicados al Hastelloy X.	15
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	18
2.1. Materiales y composición química.....	19
2.2. Metodología del desarrollo experimental.....	19
2.2.1. Caracterización microestructural.....	19
2.2.2. Caracterización estructural mediante difracción de rayos-X.....	20
2.3. Tratamiento térmico de solubilizado.....	20
2.3.1. Tratamiento térmico de solubilizado aplicado al Hastelloy X utilizado previamente.....	21
2.4. Proceso de soldadura empleado.....	22
2.4.1. Clasificación de uniones y parámetros del proceso de soldadura.....	24
2.5. Tratamiento térmico de postsoldadura en las uniones soldadas tipo B.	27
2.6. Ensayos mecánicos.....	28

2.6.1.	Ensayo de tensión	28
2.6.2.	Dureza.....	29
2.7.	Estudio microestructural de las uniones soldadas.	31
2.8.	Equipos y software utilizados durante el desarrollo experimental.	31
3.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.	32
3.1.	Caracterización microestructural y de dureza del Hastelloy X con y sin uso.	32
3.1.1.	Caracterización microestructural del Hastelloy X sin usar.	32
3.1.2.	Caracterización microestructural del Hastelloy X utilizado previamente.	35
3.1.3.	Caracterización microestructural del Hastelloy X con tratamiento térmico de solubilizado.....	42
3.2.	Soldadura del Hastelloy X	47
3.2.1.	Procedimiento para la unión soldada tipo A.....	47
3.2.2.	Procedimiento de soldadura para las placas de la unión soldada tipo B.	48
3.2.3.	Procedimiento de soldadura para la unión soldada tipo C.	49
3.3.	Análisis microestructural de las uniones soldadas de Hastelloy X.....	50
3.3.1.	Microestructura de la unión soldada tipo A.	51
3.3.2.	Microestructura de la unión soldada tipo B.....	54
3.3.3.	Microestructura de la unión soldada tipo C.....	60
3.4.	Ensayo de tensión aplicado a las uniones soldadas.	62
3.4.1.	Ensayo de tensión para las uniones soldadas del tipo A.	62
3.4.2.	Ensayos realizados en las probetas de la unión B sin tratamiento térmico.	64
3.4.3.	Ensayos realizados en las probetas de la unión B con tratamiento térmico de solubilizado.....	66
3.4.4.	Ensayos realizados en las probetas de la unión B con tratamiento térmico de postsoldadura.	68
3.4.5.	Ensayos realizados en las probetas de la unión C.	70
3.5.	Ensayo de microdureza aplicado a las uniones soldadas.	72
3.5.1.	Microdureza en la unión A.	72

3.5.2.	Microdureza en la unión B.	73
3.5.3.	Microdureza en la unión C.	76
4.	CONCLUSIONES.	77
4.1.	Caracterización del material base.	78
4.2.	Preparación y parámetros en los procedimientos de soldadura.	78
4.3.	Análisis microestructural de las uniones soldadas.	78
4.4.	Examinación de los ensayos a tensión de las uniones soldadas.	78
4.5.	Mediciones en la microdureza de las uniones soldadas.	79
	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.	79

ÍNDICE FIGURAS

Figura 1.1. Diagramas de fase de la aleación 625 y Hastelloy X en función del porcentaje de molibdeno contenido en estas superaleaciones[9].	11
Figura 1.2. Diagrama experimental TTT para el Hastelloy X[11].	15
Figura 1.3. Isométrico del ducto de Hastelloy X, del cual se extrajeron varias muestras para realizar los ensayos mecánicos[12]......	16
Figura 1.4. Curvas de esfuerzo, elongación y reducción de área de los ensayos de tensión aplicados a las diferentes etapas de uso del Hastelloy X[12].	17
Figura 2.1. Diagrama de flujo del procedimiento experimental.	18
Figura 2.2. Ciclo del tratamiento térmico de solubilizado (TTS) para el Hastelloy X[13].	21
Figura 2.3. (a) Dimensiones de las placas de Hastelloy X utilizadas previamente con TTS (b) ciclo del tratamiento térmico aplicado a las placas[13].	22
Figura 2.4. Proceso de soldadura GTAW, HeliArc, TIG o TAW[18].	24
Figura 2.5. Probetas soldadas de Hastelloy X y diseño de juntas para las uniones A, B y C...25	
Figura 2.6. Aditamentos en la preparación de junta de cada unión.	27
Figura 2.7. Tratamiento térmico de relevado de esfuerzos para uniones de Hastelloy X utilizadas previamente[13].	28
Figura 2.8. Forma y dimensiones utilizadas en las probetas a tensión.	29
Figura 2.9. Área de análisis en los materiales base para el ensayo de microdureza Vickers. ...	30
Figura 2.10. Sección de indentado en la cara de la soldadura para la unión A.	30
Figura 2.11. Sección de indentado en la zona de crecimiento de grano para la unión B y C.	31
Figura 3.1. Microestructura del Hastelloy X sin usar.	33
Figura 3.2. Difractograma del Hastelloy X sin usar.	34
Figura 3.3. Microdureza Vickers para el Hastelloy X sin usar.	35
Figura 3.4. Microestructura del Hastelloy X utilizado previamente.	36
Figura 3.5. Difractograma del Hastelloy X con previo uso.	37
Figura 3.6. Análisis químico de las partículas presentes en Hastelloy X utilizado previamente, mediante MEB en modalidad de electrones secundarios.	38
Figura 3.7. Espectrogramas y porcentajes de composición química de los puntos analizados del Hastelloy X utilizado previamente.	41
Figura 3.8. Microdureza Vickers para el Hastelloy X utilizado previamente.	42
Figura 3.9. Microestructura del Hastelloy X utilizado previamente con tratamiento térmico de solubilizado.	45

Figura 3.10. Difractograma del Hastelloy X con tratamiento térmico de solubilizado.46

Figura 3.11. Microdureza Vickers para el Hastelloy X con tratamiento térmico de solubilizado.46

Figura 3.12. Preparación de junta para la unión A47

Figura 3.13. Cara de la soldadura y pasada de raíz de la unión soldada tipo A.47

Figura 3.14. Preparación de junta para la unión soldada tipo B.49

Figura 3.15. Cara de la soldadura y pasada de raíz en la unión soldada tipo B.49

Figura 3.16. Preparación de junta para la unión soldada tipo B.50

Figura 3.17. Cara de la soldadura y pasada de raíz en la unión soldada tipo C.....50

Figura 3.18. Microestructura de la zona afectada térmicamente en las uniones soldadas del tipo A.....52

Figura 3.19. Análisis químico EDS, mediante microscopia electrónica de barrido en la ZAT de la unión tipo A.....53

Figura 3.20. Microestructura de la zona de crecimiento de grano (ZCG) en las uniones del Hastelloy X utilizado previamente.....56

Figura 3.21. Análisis químico EDS, mediante microscopia electrónica de barrido en la ZAT de la unión tipo B sin tratamiento térmico.56

Figura 3.22. Microestructura de la unión soldada tipo B con tratamiento térmico previo al proceso de soldadura.57

Figura 3.23. Análisis químico EDS, mediante microscopia electrónica de barrido en la ZAT de la unión tipo B con tratamiento térmico de solubilizado.57

Figura 3.24. Micrografía de las uniones soldadas B con tratamiento térmico de postsoldadura.58

Figura 3.25. Análisis químico EDS, mediante microscopia electrónica de barrido en la ZAT de la unión tipo B con tratamiento térmico de postsoldadura.....60

Figura 3.26. Micrografía de las uniones soldadas del tipo C.....61

Figura 3.27. Análisis químico EDS, mediante microscopia electrónica de barrido en la ZAT del HXSU y del HXUP en la unión tipo C.62

Figura 3.28. Análisis de la fractura mediante MEB en las probetas sometidas a tensión de la unión soldada tipo A.63

Figura 3.29. Diagrama esfuerzo-deformación de los ensayos de tensión aplicados a las probetas de la unión soldada tipo A.64

Figura 3.30. Análisis de la fractura mediante MEB en las probetas sometidas a tensión de la unión soldada tipo B sin tratamiento térmico.65

Figura 3.31. Diagrama esfuerzo-deformación de los ensayos de tensión aplicados a las probetas de la unión soldada tipo B sin tratamiento térmico.	66
Figura 3.32. Análisis de la fractura mediante MEB en las probetas sometidas a tensión de la unión soldada tipo B con tratamiento térmico de solubilizado.	67
Figura 3.33. Diagrama esfuerzo-deformación de los ensayos de tensión, aplicados a las probetas de la unión soldada tipo B, con tratamiento térmico de solubilizado.	68
Figura 3.34. Análisis de la fractura mediante MEB en las probetas sometidas a tensión de la unión soldada tipo B con tratamiento térmico de postsoldadura.	69
Figura 3.35. Diagrama esfuerzo-deformación de los ensayos de tensión, aplicados a las probetas de la unión soldada tipo B, con tratamiento térmico de postsoldadura. .	70
Figura 3.36. Análisis de la fractura mediante MEB en las probetas sometidas a tensión de la unión soldada tipo C.	72
Figura 3.37. Curvas de los ensayos a tensión aplicados en las probetas de la unión C.	72
Figura 3.38. Comportamiento de la dureza en la unión A.	73
Figura 3.39. Comportamiento de la dureza para la unión B sin tratamiento térmico.	74
Figura 3.40. Comportamiento de la dureza en la unión B con tratamiento térmico de solubilizado.	75
Figura 3.41. Comportamiento de la dureza en la unión B con tratamiento térmico de postsoldadura.	76
Figura 3.42. Comportamiento de la dureza en la unión C.	77

ÍNDICE TABLAS

Tabla 1.1. Composición química del Hastelloy X (wt%)[3].	4
Tabla 1.2. Dureza del Hastelloy X tomada en lámina y en una unión soldada de lámina [3]. ...	4
Tabla 1.3. Velocidad promedio de termofluencia en el Hastelloy X[3].	5
Tabla 1.4. Promedio de la vida a la ruptura del Hastelloy X en forma de lamina[3].	5
Tabla 1.5. Ensayo de tensión para el Hastelloy X en forma de lámina[3].	6
Tabla 1.6. Comparación de la resistencia a la oxidación en superaleaciones durante un tiempo de 1080 horas bajo flujo de aire continuo[3].	6
Tabla 1.7. Rango de solidificación en a temperatura de equilibrio y secuencias determinadas usando cálculos basados en Calphad-based ThermoCalc [9].	11
Tabla 1.8. . Rango de solidificación a temperatura de no-equilibrio y secuencias determinadas usando cálculos basados en Calphad-based ThermoCalc [9].	11
Tabla 1.9. Carburos y segundas fases registradas en los tratamientos térmicos[11].	13
Tabla 2.1. Composición nominal del material base y material de aporte.	19
Tabla 2.2. Ventajas y desventajas del proceso GTAW.	23
Tabla 2.3. Clasificación de uniones soldadas.	24
Tabla 2.4. Parámetros del proceso de soldadura para las uniones de Hastelloy X.	26
Tabla 2.5. Especificaciones para las probetas de tensión.	29

RESUMEN

Hastelloy X, superaleación base níquel, utilizada en elementos que componen las turbinas de gas en la industria eléctrica y aeronáutica, aleación con propiedades físicas y químicas superiores a otros materiales; ya que, posee una excelente resistencia a temperaturas elevadas, a ambientes corrosivos y a grandes esfuerzos; no obstante, dichos elementos, llegan a presentar discontinuidades, durante su tiempo de servicio, los cuales, pueden ser reparados de forma temporal o definitiva, eliminando la sección dañada y realizando el cambio por material sin usar o utilizado previamente, pero en buenas condiciones de trabajo.

Para realizar el estudio del presente proyecto, se llevaron a cabo varias uniones de Hastelloy X mediante un proceso de soldadura GTAW, se aplicaron tratamientos térmicos de pre y postsoldadura en el material utilizado previamente, para posteriormente realizar ensayos de tensión y microdureza en las uniones soldadas; así como, el análisis de los cambios microestructurales ocurridos durante la experimentación, mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

En los resultados obtenidos en las diferentes uniones soldadas de Hastelloy X, se corroboró que el material sin usar, presentaba las mejores propiedades mecánicas y los menores cambios microestructurales; pero, al examinar el material utilizado previamente, con y sin tratamiento térmico, se detectaron cambios microestructurales de suma importancia, los cuales, producían un fuerte impacto en las propiedades mecánicas de cada unión, es decir, dichos cambios generaban mejor resistencia a la tensión, mejor porcentaje de elongación o una dureza superior en la sección analiza. En las uniones disímiles entre material sin usar y material utilizado previamente, los inconvenientes presentados durante el procedimiento de soldadura no favorecieron las propiedades mecánicas de las uniones, pero aun así, la microestructura de la unión no exhibió modificaciones perjudiciales; por lo que se puede decir, que controlando o erradicando los factores que afectan dicha unión, se podría efectuar una soldadura con mucho mejores propiedades mecánicas.

En conclusión, los resultados y pormenores suscitados a lo largo de este proyecto, dan pauta para poder aplicar la soldadura de reparación, en ciertos equipos, donde las condiciones de trabajo, no superen la resistencia a la tensión obtenida, en las diferentes uniones soldadas.

ABSTRACT

Hastelloy X, nickel-based superalloy extensively used in gas turbines engines in electrical and aerospace industry, this alloy have better physical and chemical properties than other steels. Hastelloy X possesses an excellent resistance to high temperatures and corrosive environments, however, these elements, even present discontinuities, during their service, which, can be repaired temporarily or permanently, eliminating the damaged section and making change for unused material or previously used but in good condition work.

The study of this project, carried out several joints Hastelloy X through a process of GTAW welding, heat treatment pre- and post-weld they were applied to the material previously used, later the joints was making tensile tests and microhardness of welded joints, and analyzing the microstructural changes occurring into microstructure during the experimentation, trough optical microscopy and scanning electron microscopy.

The results obtained in the different joints welded Hastelloy X, was confirmed that unused material, had the best mechanical properties and less microstructural changes, but, when considering the material previously used, with and without heat treatment, microstructural changes paramount were detected, which, produced a strong impact on the mechanical properties of each joint, ie, the changes generated better tensile strength, better percent elongation or higher hardness in the section analyzes. In the dissimilar joints between unused material and material previously used, the disadvantages presented during the welding process did not favor the mechanical properties of the joints, but still, the microstructure of the union did not exhibit detrimental changes, so one can say that controlling or eradicating the factors affecting this union, it could make a much better weld mechanical properties.

In conclusion, the results and details raised throughout this project, give guidelines to apply repair welding in some teams where working conditions do not exceed the tensile strength obtained in the different welded joints.

INTRODUCCIÓN

El Hastelloy X es una superaleación base níquel, la cual, forma parte de una gran gama de materiales resistentes a temperaturas elevadas y a grandes esfuerzos. Esta superaleación está compuesta por grandes cantidades de cromo, hierro y molibdeno principalmente; pero también, contiene elementos como cobalto, aluminio y tungsteno, pero en menor cantidad, es decir, no superan el 3% del porcentaje total de la composición nominal. Esta superaleación fue patentada por Haynes International Inc. durante la segunda guerra mundial, teniendo un gran auge desde entonces, tanto en la industria aeronáutica como en la industria energética; debido, a las excelentes propiedades mecánicas como termofluencia, resistencia a la tensión y porcentaje de elongación que presenta el material al estar en contacto con temperaturas elevadas y ambientes corrosivos. La estructura cristalina FCC (cubica centrada en las caras) es una característica de las superaleaciones base níquel y el Hastelloy X no es la excepción; ya que, gracias a su formidable ductilidad, puede ser extruido, laminado o forjado a en frío o en caliente, además, presenta muy buena soldabilidad, lo que hace posible que pueda ser soldado mediante procesos de soldadura automáticos, semiautomáticos y manuales; sin embargo, el proceso más utilizado es el arco eléctrico con electrodo de tungsteno con protección gaseosa (GTAW), debido a que en la mayoría de casos los espesores soldados, no superan los 12.7 mm, permitiendo que este proceso sea el más apto. El Hastelloy X, al igual que todas las superaleaciones base níquel, al aplicar algún proceso de soldadura de arco eléctrico o algunos otros procesos de soldadura, se forman carburos, silicatos, boruros o segundas fases en la zona de crecimiento de grano, específicamente en la sección adjunta al cordón de soldadura, causando microgrietas entre el material de aporte y el metal base (agrietamiento en caliente), debido a que en algunas ocasiones, la formación y/o crecimiento de los precipitados antes mencionados, generan pequeñas películas de líquido entre ambos materiales, y al ser sometido a algún esfuerzo de tensión, se genera el agrietamiento. En el Hastelloy X, los tratamientos térmicos de envejecido, solubilizado o recocido, se aplican tanto después de la fundición, como después de haber sido sometido a largos periodos de trabajo; con la finalidad efectuar cambios microestructurales que puedan solubilizar o precipitar partículas, aumentar o disminuir el diámetro del grano o formar algunos otros defectos, que puedan mejorar las propiedades mecánicas del material, permitiéndole ser más resistente, más flexible o más duro, y así, poder desempeñar el trabajo para el cual fue diseñado.

JUSTIFICACIÓN

El estudio microestructural y mecánico de las uniones soldadas de Hastelloy X con diferentes etapas de uso, se llevó a cabo con el fin de aplicar una soldadura de reparación a equipos o elementos que han sufrido discontinuidades en la industria energética y/o aeronáutica, generando una opción viable e inmediata para la pronta reincorporación al trabajo de dichos componentes, impactando fuertemente en áreas como:

a) Científico

En el enfoque científico, el estudio del Hastelloy X podría servir como base para promover la investigación de las propiedades físicas, químicas y mecánicas de algunas otras superaleaciones base níquel, arrojando nuevos conocimientos en las diferentes áreas de la metalurgia, así como en las diversas áreas de diseño mecánico y hasta en la mejora de los materiales compuestos; debido a que, al ser un campo de estudio, en el que hay una cantidad mínima de investigadores trabajando, se podría obtener mucha más información acerca de los fenómenos que acontecen en esta gama de metales, que aun y cuando no son recientes, el conocimiento que se tiene en el país, es mínimo; puesto que en la mayoría de las universidades no se tiene el recurso, el conocimiento o el interés para el estudio a fondo de estos metales.

b) Tecnológico

En el ambiente tecnológico, se pretende obtener conocimientos no solo para poder aplicar la soldadura de reparación a elementos fabricados con Hastelloy X, sino con cualquier otra superaleación base níquel, desarrollando procedimientos o procesos que mejoren las propiedades mecánicas y la mayor duración de éstos, evitando enviar dichos equipos al extranjero para su reparación.

c) Económico

Al reutilizar o reciclar elementos, piezas o secciones de Hastelloy X que han sido discontinuadas por fallas menores, no solo se genera un ahorro enorme en los costos del mantenimiento correctivo, sino que además, se promueve el desarrollo profesional dentro del país, lo cual conlleva a mejores ingresos y la creación de más empleos en estas áreas del sector industrial.

d) Ecológico

En el tema ambiental, no solo se está reduciendo en un porcentaje importante el consumo energético que requiere la fundición y manufactura de estos elementos, sino que además, se reduce la emisión de CO₂ emitido por los medios de transporte, utilizados para trasladar los equipos de donde se tienen trabajando hacia el extranjero para su reparación.

En otras palabras, con este proyecto se espera impactar fuertemente a corto plazo, tanto en el aspecto económico, educacional y social dentro del país; puesto que al realizar este tipo de reparaciones dentro del país, se podrían obtener grandes ventajas y mejoras en los sectores antes mencionados, activando la economía en todos los niveles socioeconómicos.

HIPÓTESIS

a) Argumentos

La superaleación base níquel Hastelloy X, posee extraordinarias propiedades mecánicas y químicas, que le dan la capacidad de trabajar a altas temperaturas, en ambientes oxidantes y bajo cargas cíclicas; no obstante, los largos periodos de exposición a temperaturas elevadas, llegan a generar partículas perjudiciales para el óptimo desempeño de elementos fabricados con esta superaleación. En la información revisada del Hastelloy X, se encontró, que las partículas precipitadas pueden ser segundas fases y/o carburos (ricos en cromo o molibdeno), los cuales se sitúan normalmente en los bordes de grano, bordes de macla y en la matriz cuando el tiempo de permanencia a altas temperaturas es prolongado. La precipitación de carburos y/o segundas fases, es uno de los principales problemas que se presentan en este material; puesto que, durante la formación de estas partículas, la generación y propagación de grietas tanto intergranulares como transgranulares, aumenta de forma crítica, causando la fractura o la deformación plástica inaceptable en los componentes fabricados con esta superaleación.

b) Proposición

En base a lo antes referido, se establece que, mediante una soldadura de reparación con los parámetros adecuados en el proceso de soldadura GTAW, y en combinación con algunos tratamientos térmicos de solubilizado y de postsoldadura, se obtendrán uniones soldadas de Hastelloy X, con propiedades mecánicas capaces de habilitar elementos que han sufrido alguna discontinuidad durante su tiempo de servicio.

OBJETIVOS.

El objetivo general del presente proyecto, es identificar y reducir la precipitación de partículas generadas en la zona de crecimiento de grano, de las uniones soldadas de Hastelloy X con y sin uso previo, así como determinar efecto que genera el uso de tratamientos térmicos antes y después de aplicar un procedimiento de soldadura. Obteniendo resultados factibles para la utilización y empleo de las técnicas presentadas a lo largo del proyecto.

Para alcanzar el objetivo **general**, se han establecido varios objetivos **particulares**, a partir de los cuales se define el proyecto experimental.

- Caracterizar la microestructura del Hastelloy X con previo uso, identificando los productos microestructurales generados durante el tiempo de servicio.
- Evaluar el efecto del tratamiento térmico de solubilizado sobre la microestructura y microdureza del Hastelloy X con previo uso, estimando la posibilidad de que sea usado en soldadura de reparación.
- Establecer las variables del proceso de soldadura GTAW para las diferentes uniones, obteniendo un cordón libre de discontinuidades y la menor cantidad de carburos y/o segundas fases en la zona afectada térmicamente.
- Determinar las propiedades mecánicas y metalúrgicas de cada unión soldada para establecer la resistencia de la unión en cada situación.
- Determinar el efecto del tratamiento térmico de postsoldadura en función de las propiedades mecánicas y metalúrgicas de la unión soldada de Hastelloy X con previo uso.

CAPITULO I.

1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.

En este capítulo del presente trabajo se expondrán algunas investigaciones que tienen carácter relevante en el comportamiento de la superaleación base níquel Hastelloy X, la cual, exhibe propiedades y características importantes para el desarrollo de la tesis.

1.1. Introducción a las superaleaciones base níquel

El termino superaleación, es usado en aquellos materiales que combinan la resistencia a temperaturas elevadas con propiedades mecánicas excepcionales y una gran resistencia a la corrosión; es decir, son materiales que pueden ser utilizados en condiciones de trabajo mucho más abruptas que los aceros inoxidable martensíticos. Las superaleaciones se clasifican en dos tipos, base níquel o base cobalto, las cuales pueden tener varios elementos aleantes que proporcionen las mejoras o especificaciones para lo cual fue fabricada[1].

Las superaleaciones base níquel son las más complejas en fabricación y las más usadas en partes donde las temperaturas de operación son elevadas, normalmente el 50% de las turbinas de reacción usadas en las aeronaves militares son hechas con este tipo de superaleaciones[1].

En las superaleaciones base níquel, este elemento provee de características específicas como alta estabilidad para mantener la fase cúbica centrada en las caras (FCC) en la matriz, la capacidad de ser endurecido por una variedad de medios directos e indirectos y la facilidad de estabilizarse en la superficie con elementos como aluminio y/o cromo, sin embargo, los elementos como silicio, fósforo, azufre, oxígeno y nitrógeno, son perjudiciales para este tipo de superaleaciones; por lo que deben ser controlados durante el proceso de fundición para evitar la formación de partículas indeseables en el material. Otros elementos como boro, zirconio, magnesio y carbono ayudan a desoxidar y desulfurar la superaleación durante la fundición, pero el porcentaje en el que deben añadirse, requiere ser mínimo, ya que un exceso de estos, formarían partículas intermetálicas dañinas para el material en algunos procesos de manufactura[1].

Las adiciones de elementos más comunes son cromo, aluminio, titanio, cobalto, molibdeno, tungsteno y niobio los cuales juegan un rol muy importante en el endurecimiento por solución sólida y precipitación de carburos, el cromo y el aluminio son necesarios para promover la resistencia a la oxidación en la superficie del material, formando Cr_2O_3 y Al_2O_3 respectivamente[1].

1.1.1. Fases más comunes presentes en las superaleaciones base níquel.

Gamma (γ), presente en todas las superaleaciones base níquel como matriz, con un arreglo cristalino cubico centrado en las caras (FCC), no es magnético; ya que, usualmente presenta grandes porcentajes de solución sólida de elementos como cobalto, hierro, cromo, molibdeno y tungsteno[2].

Gamma prima (γ'), compuesto intermetalico (Ni_3AlTi), donde el titanio es añadido solo en cantidades mínimas requeridas para precipitar en un arreglo cubico centrado en las caras (FCC), que sea coherente con la matriz austenitica gamma (γ); no obstante, algunos elementos como niobio, tantalio y cromo también se encuentran presentes en la fase (γ'), provocando una mejora en la resistencia a altas temperaturas y a la termofluencia, especialmente en las superaleaciones base níquel. La fase (γ'), también se ha encontrado a lo largo del borde de grano en forma de película, procedente de algunos tratamientos térmicos o grandes periodos de exposición a altas temperaturas, y se cree que la presencia de esta fase mejora las propiedades a la fractura del material, cuando éste se encuentra sometido a cargas[2].

Gamma doble prima (γ''), fase formada por cualquiera de las combinaciones níquel-niobio en presencia de hierro, con un arreglo atómico tetragonal centrado en el cuerpo (BTC) Ni_3Nb , la cual es coherente con la matriz gama. Esta fase proporciona gran resistencia mecánica a temperaturas alrededor de los 650 °C, aunque esta fase solo es encontrada por lo regular en las superaleaciones níquel-hierro[2].

Carburos (MC), presentan una estructura cristalina (FCC) y son formados principalmente durante el enfriamiento del material, ya sea que haya sido tratado térmicamente o soldado, este carburo se distribuye heterogéneamente, es decir, cuando aparece no tiene un patrón de distribución y puede precipitar intergranular y/o transgranularmente, con una orientación con incoherente a la matriz. Estos carburos se hacen presentes por las reacciones químicas generadas entre las fases del material durante los tratamientos térmicos o durante el tiempo de servicio, los carburos (MC) más estables en las superaleaciones base níquel son TiC y HfC; sin embargo, hay elementos menos reactivos como tungsteno y molibdeno que pueden formar este tipo de carburo, pero al parecer, el cambio en la estabilidad del carburo se debe a la sustitución del molibdeno o tungsteno, lo que debilita las fuerzas de enlace en los carburos (MC) hasta el punto de producir degeneración en las reacciones químicas de este carburo y formar otro con diferente estequiometria[2].

Carburos ($M_{23}C_6$), son carburos con moderado o alto contenido en cromo, estos se forman a temperaturas de 760 a 980 °C durante los tratamientos térmicos o en el periodo de servicio, estos carburos son formados a partir de la degeneración de los carburos MC formados por molibdeno o tungsteno. La composición de los carburos $M_{23}C_6$ es $Cr_{21}(Mo,W)_2C_6$, aunque también se ha observado que el níquel puede sustituir al tungsteno y molibdeno, cuando el cobalto o el hierro sustituyen al cromo. Normalmente las partículas de $M_{23}C_6$ influyen fuertemente la resistencia a la fractura de las superaleaciones base níquel, esto debido aparentemente a la inhibición del deslizamiento de los bordes de grano. Este tipo de carburos normalmente potencializan las fallas por fractura debido a la descohesión de las partículas en la interface carburo-matriz[2].

Carburos (M_6C), este tipo de carburos se forman a temperaturas de 815-980 °C y solo se presentan en las superaleaciones que contienen de 6 a 8% en peso de tungsteno y/o molibdeno. La composición típica en la que se presentan este tipo de carburos es $(Ni, Co)_3Mo_3C$ y $(Ni, Co)_2W_4C$, estos carburos son formados cuando el molibdeno o tungsteno reemplazan el cromo en otros carburos, y por lo regular son más duros que los carburos $M_{23}C_6$. Este tipo de carburo es más estable a altas temperaturas que los $M_{23}C_6$, por lo que al alojarse en los bordes de grano, ayuda a controlar el tamaño de grano durante el proceso de forja en este tipo de superaleaciones.

Boruros, las pequeñas adiciones de boro en las superaleaciones es esencial para generar una resistencia a la termofluencia. Los boruros son partículas duras en forma de media luna los cuales son vistos en los bordes de grano, los boruros encontrados en las superaleaciones presentan una composición M_3B_2 con una estructura cristalina tetragonal.

Segundas fases (σ y μ), se presentan como placas o agujas, y estas pueden ser formadas por algunas composiciones como $(Fe, Mo)_x(Ni, Co)_y$, donde x y y pueden variar de 1 a 7 bajo ciertas condiciones de trabajo, este tipo de fases generan una reducción en la ductilidad del material, lo que causa un agrietamiento prematuro a bajas temperaturas. Las superaleaciones base níquel contienen un alto nivel de metales de transición con estructuras cristalinas cúbicas centradas en el cuerpo (BCC) como tantalum, niobio, cromo, tungsteno y molibdeno) los cuales son más susceptibles a formas este tipo de fases[2].

1.2. Superaleación base níquel Hastelloy X

Hastelloy X es una superaleación base níquel patentada en la década de los 50's por Haynes International Inc.[3] la cual ha sido usada desde entonces en ductos de transición, cámaras de combustión, barras de spray térmico, boquillas de flama, tubos de escape, hornos industriales, muflas,

rejillas catalizadoras, deflectores, tubería para pirolisis y componentes de secadores por destello entre muchas más.

Cada uno de los elementos aleantes del Hastelloy X desempeña una función importante en las propiedades químicas y mecánicas de esta superaleación, lo que permite que el Hastelloy X opere a altas temperaturas, en ambientes oxidantes y tenga una excelente resistencia al esfuerzo.

El níquel que es el elemento base, estabiliza la matriz, además que contribuye con la resistencia a la corrosión, mejora la tenacidad y promueve la templabilidad. El cromo confiere buena resistencia a la corrosión en medios oxidantes y mejora la resistencia a la sulfidización. El cobalto aumenta la temperatura de fusión y la dureza. El molibdeno aumenta la densidad, promueve la templabilidad y mejora la resistencia a la cedencia.

Con la finalidad de obtener información más acertada en composición, propiedades físicas y químicas acerca del Hastelloy X, Haynes realizo 100 pruebas en especímenes semejantes para establecer la composición química (tabla1.1), la dureza del material (Tabla1.2), la velocidad de termofluencia (Tabla1.3), la vida a la ruptura (Tabla 1.4), la resistencia a la tensión (Tabla 1.5) y la resistencia a la oxidación (Tabla 1.6)[3].

Todas las propiedades físicas y químicas analizadas por Hasynes, son de gran ayuda para comprender de manera general, el comportamiento del Hastelloy X en diversas condiciones de trabajo. La dureza por ejemplo aunque no tiene fines de diseño directos, es útil para caracterizar mecánicamente el material, la termofluencia exhibe la deformación plastica que sufre el material a diferentes temperaturas y esfuerzos, la vida a la ruptura es el tiempo o

Tabla 1.1. Composición química del Hastelloy X (wt%)[3].

<u>Ni</u>	<u>Cr</u>	<u>Fe</u>	<u>Mo</u>	<u>Co</u>	<u>W</u>	<u>C</u>	<u>Mn</u>	<u>Si</u>	<u>B</u>
47	22	18	9	1.5	0.6	0.10	1*	1*	0.008*

^a Balance *Máximo

Tabla 1.2. Dureza del Hastelloy X tomada en lámina y en una unión soldada de lámina [3].

<u>Dureza en el Hastelloy X</u>		
Material	Tratamiento térmico	Dureza
Lamina de 0.3-2.3mm de espesor	Tratada térmicamente a 1177 ° C y enfriado rápido	87 Rockwell B

Material soldado mediante GTAW	Cordón	89 Rockwell B
	ZAT	93 Rockwell B
	Metal base	91 Rockwell B

Tabla 1.3. Velocidad promedio de termofluencia en el Hastelloy X[3].

<u>Termofluencia en lamina</u>					
Temperatura ° C	Esfuerzo inicial en el cual se produce termofluencia especifica (MPa)				
	*Porcentaje de termofluencia				
		10 hrs.	100 hrs.	1000 hrs.	10 000 hrs.
649	0.5*	(276)	(186)	(121)	-
	1.0*	(303)	(207)	(145)	-
	2.0*	(331)	(227)	(155)	-
760	0.5*	(114)	(72)	(45)	-
	1.0*	(131)	(90)	(62)	(43)
	2.0*	(145)	(103)	(74)	(52)
871	0.5*	(54)	(34)	(21)	-
	1.0*	(62)	(42)	(25)	(14)
	2.0*	(72)	(50)	(30)	(16)
982	0.5*	(21)	(12)	(6)	-
	1.0*	(25)	(13)	(7)	-
	2.0*	(29)	(15)	(8)	-
1093	0.5*	-	-	-	-
	1.0*	(6)	-	-	-
	2.0*	(8)	-	-	-

Tabla 1.4. Promedio de la vida a la ruptura del Hastelloy X en forma de lamina[3].

<u>Promedio esfuerzo de ruptura para lámina</u>				
Temperatura ° C	Vida aproximada a la ruptura bajo esfuerzo (MPa)			
	10 horas	100 horas	1000 horas	10 000 horas
649	(462)	(331)	(234)	(170)
760	(221)	(155)	(77)	(77)
871	(117)	(73)	(28)	(28)

982	(45)	(26)	(8)	(8)
1093	(17)	(8)	(4)	-

Tabla 1.5. Ensayo de tensión para el Hastelloy X en forma de lámina[3].

Ensayo a tensión en lamina de 1.1 - 1.5 mm de espesor			
Temperatura ° C	Esfuerzo ultimo (MPa)	Resistencia a la cedencia a un 0.2% (MPa)	Elongación en 50.8 mm (%)
Ambiente	767	379	44
538	614	245	49
649	581	244	54
760	463	237	53
871	310	194	59
982	177	91	66
1093	97	43	60

Tabla 1.6. Comparación de la resistencia a la oxidación en superaleaciones durante un tiempo de 1080 horas bajo flujo de aire continuo[3].

Oxidación estática				
Superlaciones	Material perdido		Material perdido con penetración continua	
	980 °C	1095 °C	980 °C	1095 °C
Hastelloy X	0.007	0.038	0.019	0.069
Inconel 600	0.008	0.028	0.023	0.041
Inconel 601	0.013	0.031	0.033	0.06

1.3. Soldabilidad y diversos procesos aplicados al Hastelloy X.

Buscando disminuir la precipitación de fases que dañan las propiedades mecánicas de las uniones soldadas de Hastelloy X, se han implementado varios procesos de soldadura, con algunas ventajas y desventajas en la unión soldada.

Blue[4] y colaboradores realizaron una unión disímil de Hastelloy X con Inconel 718 mediante un proceso de soldadura fuerte (brazing), donde el calor necesario para fundir el material de aporte era proporcionado por radiación infrarroja, obteniendo excelentes resultados en la unión soldada, ya que la mojabilidad entre los materiales base y el material de aporte fueron satisfactorios; sin embargo, algunas de las muestras realizadas durante la experimentación mostraban porosidades en la zona de fusión, secciones con mayor espesor en la zona de fusión y aglomeración de partículas a lo largo de la línea central de unión, pero solo cuando el tiempo del proceso se incrementaba.

Al analizar mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) las aglomeraciones formadas a lo largo de la línea central, estas mostraban una cantidad rica en elementos como Cr, Ni, y Si, sugiriendo como posible resultado la formación de partículas intermetálicas silicio-níquel y silicio-cromo, además de algunos posibles boruros; a pesar de que estos intermetálicos pueden ser solubilizados fácilmente mediante un tratamiento térmico el crecimiento de grano en el material base sería inminente; por lo que, la mejor manera de evitar la posible formación de silicatos y boruros en la línea central de la unión, es realizando esta soldadura fuerte en un tiempo menor a los 60 segundos manteniendo una temperatura constante de 1150 °C.

Gould[5] dentro del proyecto Prometheus, el cual pretende desarrollar la propulsión eléctrica/nuclear para la exploración del espacio, unió superaleaciones como Hastelloy X con Mo-47%Re (aleación base molibdeno usada para vehículos hipersónicos) y con MarM247 (superaleación base níquel usada para los rotores de las turbinas de gas), estos materiales utilizados normalmente en la industria aeroespacial por sus favorables propiedades mecánicas a altas temperaturas y su gran resistencia a la termofluencia, son idóneos para producir uniones disímiles, que cumplan con los requerimientos mínimos de ciertas aplicaciones en las que se pretende aumentar la eficiencia en las turbinas de reacción dentro del proyecto, por lo cual se busca que las uniones soldadas tengan la menor cantidad de imperfecciones en la zona de fusión y en la zona afectada térmicamente por el calor (ZAT).

Para generar las uniones disímiles entre las tres superaleaciones, Gould utilizó procesos como soldadura por fricción, por resistencia eléctrica y por pulso magnético, donde obtuvo los siguientes resultados:

- Para el proceso de soldadura por inercia, se presentó una situación muy marcada en las uniones soldadas de Mo-47%Re con las superaleaciones base níquel, ya que la forja ocurría predominantemente en el Mo-47%Re; puesto que, aparentemente los esfuerzos

usados para llevar a cabo la unión, eran substancialmente menores a los considerados para las aleaciones base níquel. En las uniones de Hastelloy X con Mo-47%Re, para poder obtener una unión adecuada, requería deformar unos cuantos grados la junta, ya que al no hacerlo no se alcanzaban las condiciones necesarias de forja; mientras tanto, para las uniones de MarM 247 y Mo-47%Re el comportamiento fue un tanto similar a las uniones de Hastelloy X, solo que, en estas uniones la soldadura no era posible sin al menos deformar la superficie a lo largo de la interfase.

- En el proceso de deposición de material por chispa eléctrica (soldadura fuerte), las velocidades de enfriamiento son extremadamente rápidas, y existe un mínimo de tiempo para conducir el calor en el sustrato (que haría que la superficie fundiera y diluyera). A pesar de que el proceso se llevó a cabo en un ambiente de oxígeno bajo, se generaban pocas porosidades que podían verse dentro del depósito del material. Estas porosidades podría ser el resultado de dos factores; la incapacidad del sustrato para mojar completamente el área a las velocidades de enfriamiento o que alguna aglomeración de oxígeno está ocurriendo inclusive en estos niveles bajos de oxígeno, formando óxidos y afectando localmente la pobre mojabilidad del material de aporte.
- En el proceso de soldadura por pulso magnético, se determinó que solo las uniones de Mo-47%Re y Hastelloy X podrían llevarse a cabo, proporcionando la suficiente energía para realizar la unión, pero estas altas energías utilizadas desafortunadamente causarían demasiado daño a la unión.

Por lo anterior se concluye que mediante la soldadura de fricción por inercia, cualquier material refractario podría ser unido al Hastelloy X, el proceso de deposición de material por chispa eléctrica se encontró factible pero requiere tiempos de soldadura muy largos, y finalmente mediante el proceso de pulso magnético se requieren geometrías específicas y potencias energéticas muy elevadas[5].

Ventrella, Barreta y Rossi[6] usaron un proceso de soldadura con laser de Nd:YAG para realizar una soldadura de Hastelloy C-276, donde los resultados del proceso fueron satisfactorios, debido a que no se encontraron grietas en ninguna soldadura, esto debido a los parámetros utilizados o por la resistencia al agrietamiento del material. No se observaron discontinuidades en la zona de fusión y esto es atribuido a la protección gaseosa que evita la oxidación, porosidades e inclusiones causadas por una mala calidad de la soldadura. En los ensayos a tensión se encontró que al disminuir el pulso de energía incrementaba el resistencia a la tensión en las uniones soldadas, la microdureza fue uniforme a través del material base,

zona afectada térmicamente y material soldado. Un ligero incremento de valores se observó en la zona de fusión esto debido al refinamiento microestructural inducido por el enfriamiento rápido.

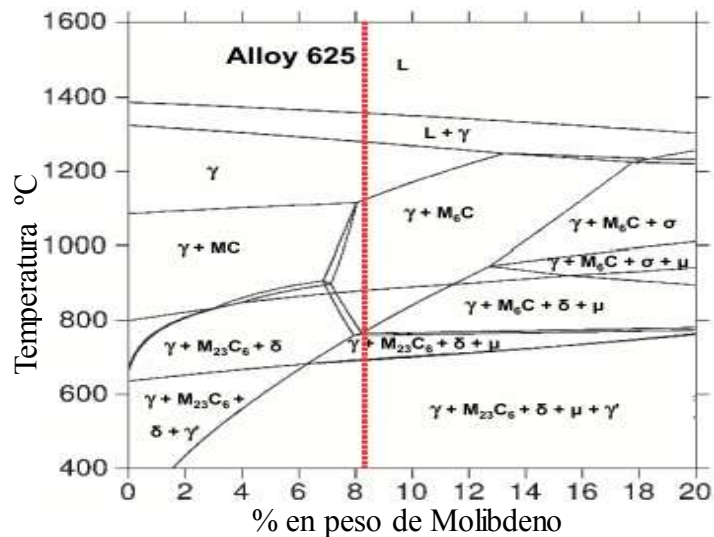
D. Tomus y colaboradores[7], determinaron que la formación de porosidad y agrietamiento en los componentes de Hastelloy X manufacturados mediante procesos de fusión por láser, puede ser controlado por la velocidad con la cual se manufactura la pieza, y por la cantidad de Mn y Si contenido en el material.

Los elementos de Hastelloy X manufacturados mediante el proceso de fusión por láser con alto contenido de Mn + Si presentaban un bajo grado de porosidad, pero resultaron ser más susceptible a la formación de grietas. La porosidad se forma en medio del material fundido y esta puede evitarse, al disminuir la velocidad de fusión del láser. La formación de grietas es debida a los rápidos cambios de temperatura que produce el proceso de manufactura con láser y los gradientes de temperatura, los cuales generan la existencia de complejas fuerzas de compresión. La alta concentración de elementos menores como Mn, Si, S y C incrementa la susceptibilidad al agrietamiento en caliente, debido a la disminución de temperatura durante la solidificación del Hastelloy X, lo que causa una microsegregación en los bordes de grano, que da como resultado la promoción de más sitios para la propagación de grietas[7].

1.4. Factores influyentes en el agrietamiento en caliente en las uniones soldadas de Hastelloy X.

W. F. Savage y B. M. Krantz[8], estudiaron las zonas donde se presentaba agrietamiento en caliente y/o microfisuras, después de realizar una soldadura autógena con el proceso de arco eléctrico con electrodo de tungsteno y protección gaseosa (GTAW), asociando el agrietamiento en caliente a la formación de sulfuros y carburos del tipo M_6C coherentes (η_1) e incoherentes con la matriz (η_2). Los carburos precipitados en las zonas antes mencionadas, exhibían ciertas características que aun tratándose del mismo carburo, estos tenían sus particularidades; es decir, los carburos de forma η_2 aun cuando eran ligeramente más estables a mayor temperatura que los η_1 , presentaban una fuerte tendencia de crecimiento hacia el borde de grano, generando durante su crecimiento películas de líquido resultantes de la reacción entre la matriz y el carburo, y los carburos del tipo η_1 presentaban una pequeña porción líquido en su centro, debido tal vez a una forma de licuación constitucional generada por la reacción con la matriz que partía de una solidificación eutéctica típica, lo que proporcionaba una fácil generación al agrietamiento en caliente.

Lioppold J. C. y col.[9], mediante un ensayo Varestraint, determinaron la susceptibilidad al agrietamiento durante la solidificación de varias superaleaciones base níquel, mediante un proceso de soldadura de arco eléctrico con electrodo de tungsteno y protección gaseosa (GTAW), observaron que durante la solidificación del material de aporte había una fuerte segregación de material líquido que enriquecía el contenido de algunos elementos mientras que empobrecía el contenido de otros, dando como resultado un significativo cambio en la temperatura de solidificación, además al terminar la solidificación del material de aporte, el Hastelloy X presentaba la precipitación carburos del tipo M_6C , lo que los llevo a comprobar lo antes visto mediante diagramas de fase en función al molibdeno contenido en superaleaciones como Hastelloy X y la aleación 625, tal como se muestra en la **Figura 1.1**, las cuales fueron simuladas en Calpad-based software Thermocal, generando diagramas de fase aproximados para las superaleaciones base níquel antes mencionadas, representando el contenido específico de molibdeno en cada superaleación mediante una línea roja.



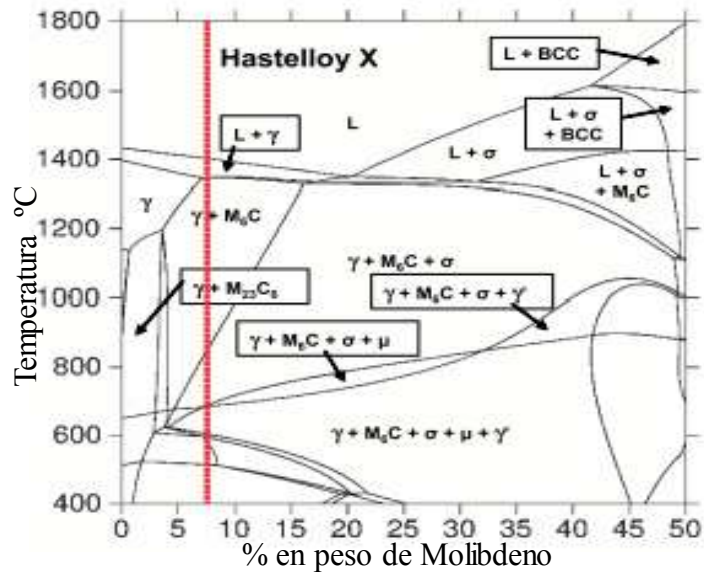


Figura 1.1. Diagramas de fase de la aleación 625 y Hastelloy X en función del porcentaje de molibdeno contenido en estas superaleaciones [9].

Tabla 1.7. Rango de solidificación en a temperatura de equilibrio y secuencias determinadas usando cálculos basados en Calphad-based ThermoCalc [9].

<u>Superalación</u>	<u>Solidificación en equilibrio</u>			
	Ts (°C)	T _L (°C)	ΔT(°C)	Secuencia de solidificación prevista
Aleación 617	1339	1386	47	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$
Aleación 625	1275	1355	80	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$
Hastelloy W	1344	1385	41	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$
Hastelloy X	1333	1396	64	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + M_6C \rightarrow M_6C$
Haynes 230W	1365	1402	37	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$

Ts.- temperatura de solidus. T_L.- temperatura de liquidus.

Tabla 1.8. . Rango de solidificación a temperatura de no-equilibrio y secuencias determinadas usando cálculos basados en Calphad-based ThermoCalc [9].

<u>Superalación</u>	<u>Solidificación en no equilibrio</u>			
	Ts (°C)	T _L (°C)	ΔT(°C)	Secuencia de solidificación prevista

Aleación 617	1226	1386	160	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + M_6C \rightarrow$ $L + \gamma + M_6C + \delta \rightarrow \gamma + M_6C + \delta$
Aleación 625	1112	1355	243	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + MC \rightarrow$ $L + \gamma + MC + \delta \rightarrow$ $L + \gamma + MC + \delta + \sigma \rightarrow$ $\gamma + MC + \delta + \sigma$
Hastelloy W	1060	1385	325	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + M_6C \rightarrow$ $L + \gamma + M_6C + \mu \rightarrow$ $\gamma + M_6C + \mu$
Hastelloy X	1236	1396	160	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + M_6C \rightarrow$ $L + \gamma + MC + M_6C + \sigma \rightarrow$ $\gamma + MC + M_6C + \sigma$
Haynes 230W	1277	1402	125	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + M_6C \rightarrow$ $L + \gamma + M_6C + M_{23}C_6 \rightarrow$ $L + \gamma + M_{23}C_6 \rightarrow$ $L + \gamma + M_6C + M_{23}C_6 \rightarrow$ $+ \gamma + M_6C + M_{23}C_6$

Ts.- temperatura de solidus. TL.- temperatura de liquidus.

Weerasooriya[10] la finalidad de entender el comportamiento con el cual se altera la velocidad de crecimiento de grietas (VCG), realizó pruebas de fatiga mecánica en uniones soldadas de Hastelloy X con varios parámetros en cada prueba (temperatura y frecuencias), donde detectó que al aumentar la temperatura a una frecuencia constante, incrementaba la VCG; ya que la temperatura incrementaba el deterioro en la punta de la grieta, donde la oxidación que ahí se presentaba, era mayor que la oxidación en el resto de ella. En otros experimentos en los que se mantenía la frecuencia y la temperatura pero se variaban las cargas aplicadas, la VCG comparada con los resultados donde se variaba la temperatura era menor, pero la VCG a una temperatura de 538 °C era mayor en el material base que en el material de aporte, aun cuando la muesca para inducir el agrietamiento estaba localizada en el material de aporte.

Por ultimo al comparar los resultados de todas las pruebas hechas, notó que la fatiga por la VCG, incrementaba al disminuir la frecuencia porque se creía que la oxidación en la punta de

la grieta aumentaba y se aumentaba la deformación por termofluencia debido a los largos periodos a baja frecuencia. Concluyendo en que los cambios de temperatura a bajas frecuencias son el principal factor que incrementa la VCG y por ende reduce la resistencia a la fatiga.

1.5. Precipitados presentes en varias etapas de envejecido del Hastelloy X.

El conocimiento de los precipitados que se forman en la microestructura del Hastelloy X durante los largos periodos de tiempo y las altas temperaturas de trabajo, son de gran importancia, ya que estas partículas influyen importantemente en el crecimiento y propagación de grietas.

Zhao[11], con el fin de generar un diagrama TTT (tiempo, temperatura, transformación) para el Hastelloy X, realizo varios tratamientos térmicos con diferentes parámetros (tiempo-temperatura), en los que observó y analizó mediante microscopia electrónica de transmisión (TEM), la formación de carburos y segundas fases mostrados en la Tabla.1.9.

Tabla 1.9. Carburos y segundas fases registradas en los tratamientos térmicos[11].

<u>Temperatura</u> °C	<u>Tiempo</u> (horas)	<u>Resultado de los tratamientos térmicos aplicados</u>
750	26	Identificación de carburos M_6C (ricos en molibdeno) y $M_{23}C_6$ (ricos en cromo), precipitando dentro del grano y en los bordes de macla, con forma de esférica y en igual proporción.
750	100	Precipitación de carburos M_6C , $M_{23}C_6$ y de la fase σ (rica en Cr, pero también en Fe, Ni y Mo), tomando parte tanto dentro del grano como en los bordes de éste.
850	26	Precipitaciones de la fase μ (rica en Mo e importantes cantidades de Cr, Ni y Fe) y de la fase σ localizadas principalmente en las fallas de apilamiento y conformando los bordes de grano junto a los carburos M_6C y $M_{23}C_6$.
		Aumento de tamaño de la fase μ precipitando en fallas de apilamiento y dentro del grano, los carburos M_6C cambiaron de

850	100	forma esférica a forma de agujas distribuyéndose a lo largo del grano. La fase σ precipita en partículas de menor volumen (no se reportan porcentajes).
900	26	Solubilización de los carburos $M_{23}C_6$ tanto dentro como en el borde de grano, tampoco se encontraron las fases σ y μ intergranularmente, y aunque no se cita una cifra exacta, el volumen fraccional de todas las partículas formadas dentro del grano decayeron notablemente; sin embargo, los carburos M_6C siguen presentes a lo largo de los bordes de macla.
900	100	Por último, en este tratamiento, los precipitados del carburo M_6C dentro del grano son de mayor volumen y retoman a su forma esférica inicial, mientras que los carburos $M_{23}C_6$ vuelven a precipitar pero ahora dentro de los carburos M_6C .

De las observaciones obtenidas durante los tratamientos térmicos aplicados al Hastelloy X y de las diferentes fuentes literarias consultadas, Zhao[10] genero tentativamente un diagrama TTT tal como se muestra en la **Figura 1.2**, en el cual se describe la formación de carburos y segundas fases en esta superaleación.

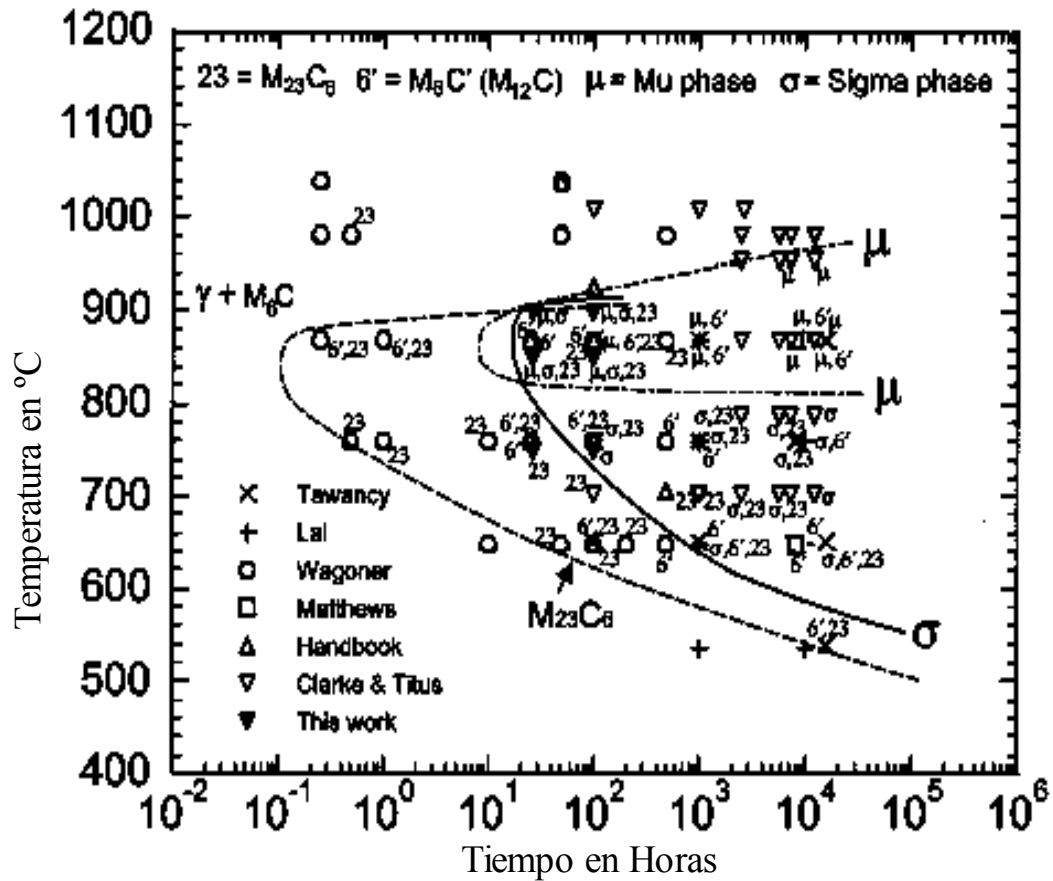


Figura 1.2. Diagrama experimental TTT para el Hastelloy X[11].

1.6. Resultados y observaciones en los ensayos mecánicos aplicados al Hastelloy X.

En este apartado se mencionaran los resultados obtenidos en diferentes ensayos mecánicos aplicados al Hastelloy X, en los cuales se muestran las excelentes propiedades mecánicas que esta superaleación presenta en diferentes etapas de trabajo.

Kondo[12], efectuó ensayos de tensión a temperatura ambiente, a temperaturas elevadas en Hastelloy X en óptimas condiciones (virgen) y en Hastelloy X utilizado con anterioridad en una tubería que conducía helio a temperaturas relativamente elevadas durante un largo periodo de tiempo. Las muestras tomadas del ducto, previo a los ensayos realizados, se sometieron a un proceso de rolado y a un tratamiento térmico de solubilizado, para después unir algunas de estas muestras mediante un proceso de soldadura GTAW, y así poder comparar los resultados entre material virgen, material soldado y material sin soldar; dado que, las muestras utilizadas para las probetas procedían de varios sitios del ducto, como se muestra en la figura 1.3.

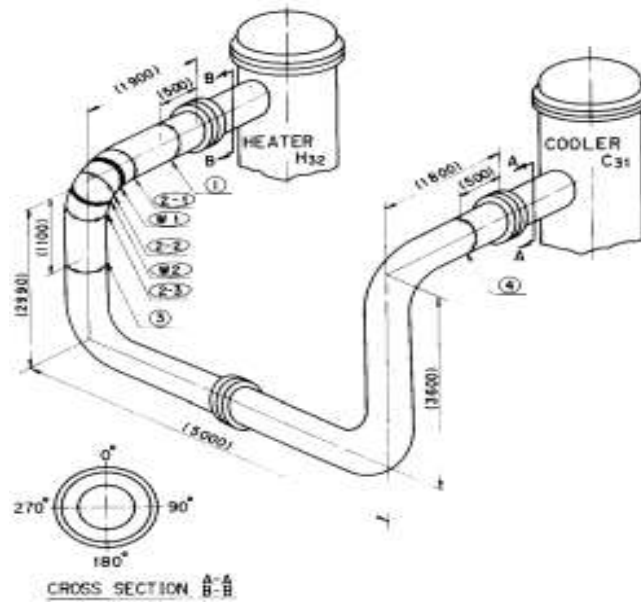
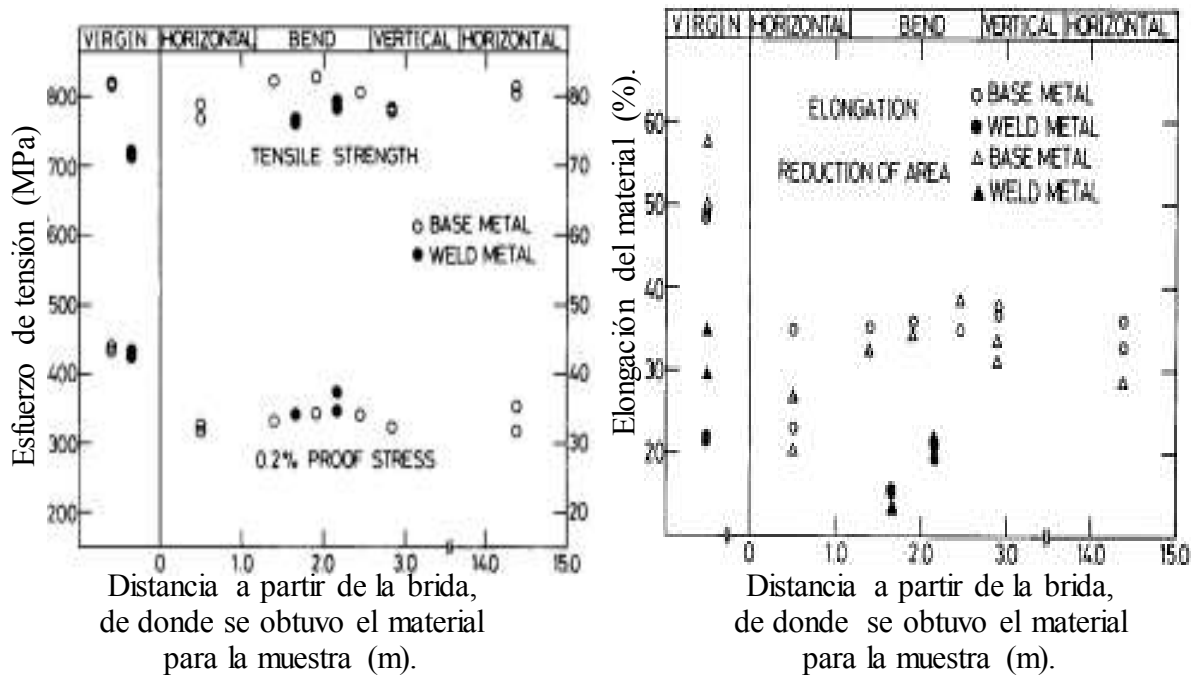


Figura 1.3. Isométrico del ducto de Hastelloy X, del cual se extrajeron varias muestras para realizar los ensayos mecánicos[12].



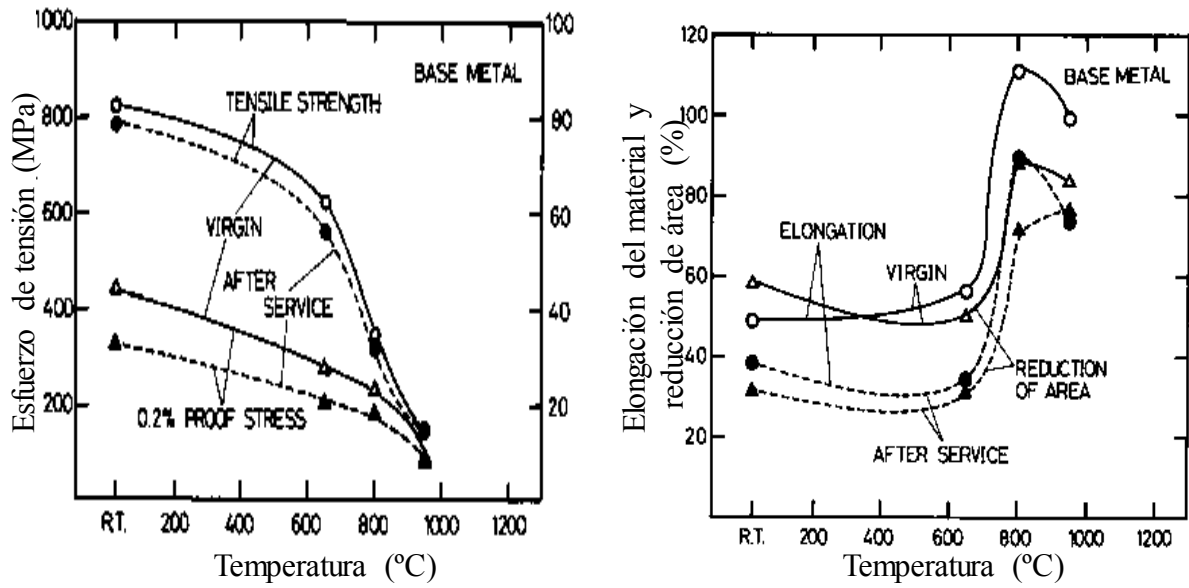


Figura 1.4. Curvas de esfuerzo, elongación y reducción de área de los ensayos de tensión aplicados a las diferentes etapas de uso del Hastelloy X[12].

En los resultados obtenidos por Kondo (figura 1.4), se muestran que las diferencias obtenidas en los diferentes ensayos son mínimas en todos los casos, esto debido a la alineación y tamaño de los precipitados en el material roloado y tratado térmicamente; además que, a una temperatura de 650-800 °C, la propagación de grietas ocurre a lo largo del borde de grano y al aumentar la temperatura hasta 950 °C, la microestructura se recrystaliza y genera precipitados más finos, y mediante a estos, el agrietamiento se propaga tanto intergranular como transgranular.

CAPITULO II

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

El desarrollo experimental para el presente trabajo se llevó a cabo como se plantea en el diagrama de flujo mostrado en la figura 2.1):

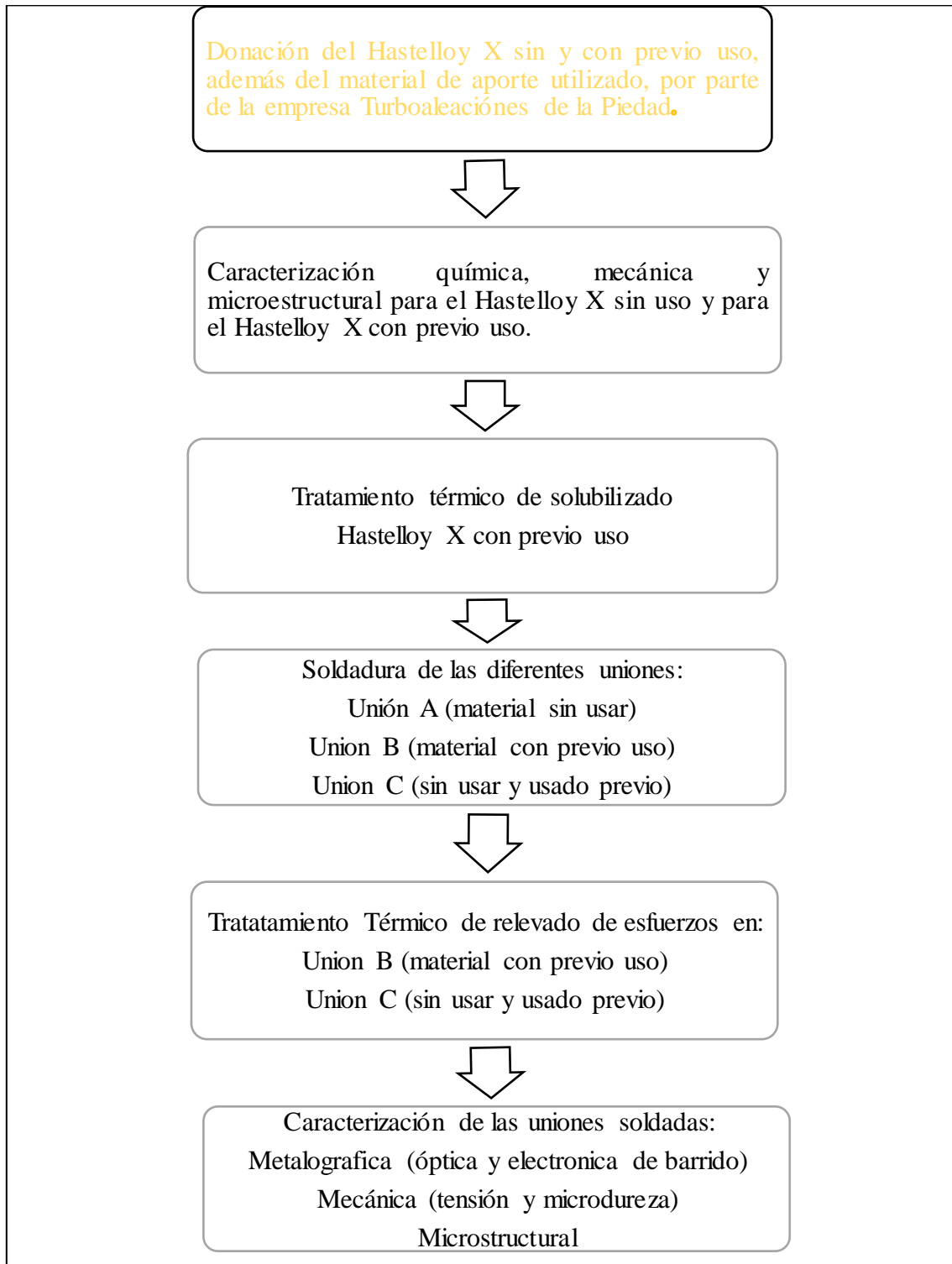


Figura 2.1. Diagrama de flujo del procedimiento experimental.

2.1. Materiales y composición química.

En esta sección se muestra la composición química de los materiales utilizados en la experimentación, la cual se realizó mediante EDS tomando varios análisis puntuales del material nuevo, material con previo uso y el material de aporte; efectuando esto en un microscopio electrónico de barrido (MEB) JEOL 6400. Generando los siguientes resultados mostrados en la **Tabla 6-1**, los cuales se encuentran en el rango de la composición química establecida por HAYNES International para el Hastelloy X.

Tabla 2.1. Composición nominal del material base y material de aporte.

<u>Materiales</u>	<u>Composición química de los materiales en wt%</u>							
Hastelloy X utilizado en este proyecto	Ni	Cr	Fe	Mo	Mn	Co	Al	Si
	48.26	20.95	19.15	8.23	0.82	0.79	0.65	0.46
	W	C	B					
	0.44	0.082	0.002					
Composición química del Hastelloy X. (HAYNES)	Ni	Cr	Fe	Mo	Mn	Co	Si	W
	47 ^a	22	18	9	1*	1.5	1*	0.6
	C	B	^a Balance *Máximo					
	0.10	0.008*						
Material de aporte AMS 5798	Ni	Cr	Fe	Mo	Mn	Co	C	Si
	47.34	22.32	17.93	8.74	0.95	1.46	0.11	0.87
	W							
	0.64							

2.2. Metodología del desarrollo experimental.

En este apartado se mencionan a detalle los procedimientos y parámetros tomados para la para la caracterización de los diferentes materiales; además de los equipos utilizados y la secuencia para llevarlo a cabo.

2.2.1. Caracterización microestructural.

Para caracterizar microestructuralmente el Hastelloy X sin usar y el que fue previamente usado, cada muestra fue sometida a desbaste abrasivo utilizando lijas de carburo de silicio en las diferentes granulometrías en las que se presentan, para después desbastarlas en el banco metalográfico utilizando pastas de diamante de la marca **LECO** de 7, 5, 3 y 1 μ m, esto a una

velocidad de 200 rpm durante aproximadamente 10 minutos por pasta hasta obtener un pulido espejo.

Después del desbaste y el pulido espejo, cada una de las muestras se sometieron a un ataque electrolítico utilizando ácido oxálico al 10% disuelto en agua destilada durante un tiempo de 3 segundos con un voltaje de 5V. Al finalizar el ataque cada una de las muestras fueron lavadas con alcohol etílico para después secarlas con aire caliente hasta evaporar todos los residuos de alcohol que se tuvieron en las muestras durante el lavado.

Una vez atacadas las muestras de Hastelloy X sin uso y las que fueron utilizadas previamente, fueron observadas en un microscopio óptico NIKON EPIPHOT 300, donde se observó la microestructura y el tamaño de grano que poseía cada material; para posteriormente, analizar mediante microscopía electrónica de barrido (**MEB**), las posibles partículas precipitadas o las fases presentes en cada material, y así poder caracterizar de forma más acertada de cada etapa del Hastelloy X.

2.2.2. Caracterización estructural mediante difracción de rayos-X.

En este proyecto de investigación, la técnica de difracción de rayos-X se utilizó para identificar las partículas precipitadas en los diversos materiales base, los cuales fueron soldados mediante un proceso GTAW. El equipo usado fue un difractómetro SIEMENS D5000, donde las condiciones de operación, aplicadas a muestras de 20 x 20 mm de superficie con espesores de 1 y 3.4 mm, constaron de una velocidad de 2 segundos por pasada, iniciando la difracción a un ángulo de 30° y terminándola a un ángulo de 100°. Para este análisis; con la finalidad de corroborar la información representada en cada difractograma, se sometieron dos muestras por cada material base a las mismas condiciones.

2.3. Tratamiento térmico de solubilizado.

El primer paso en el tratamiento térmico de las superaleaciones base níquel, por lo general es el tratamiento térmico de solubilizado (TTS), ya que tiene como objetivo principal disolver los carburos y segundas fases generadas durante el envejecido e introducirlas solución. Al variar la temperatura y tiempo del tratamiento se pueden mejorar algunas propiedades como la resistencia a la termofluencia o la resistencia a la tensión; pero, también se puede generar un crecimiento de grano en la superaleación o una disolución incompleta de precipitados, por lo que los parámetros con mejores resultados tanto microestructurales como en propiedades mecánicas, que establece la ASM (American Society for Metals) generados de forma empíricamente son mostrados en la figura 2.2[13].

Las altas temperaturas (superiores a los 1200 °C) en el tratamiento térmico de solubilizado (TTS), producen una mejor solubilidad de partículas precipitadas en el material; sin embargo, la principal repercusión de este parámetro en los tratamientos de solubilizado, son el excesivo crecimiento de grano, la formación de fases como γ' , γ'' y η , y el aumento en el porcentaje de carburos en los bordes de grano[13].

Al mantener una temperatura adecuada (de 1100 a 1180 °C) durante el tratamiento térmico de solubilizado, se disuelven principalmente las fases generadas durante el envejecido (σ y μ), sin obtener crecimientos excesivos en el tamaño de grano o una solubilidad de carburos y segundas fases muy pobre.

El enfriado para las muestras sometidas a este tipo de tratamiento térmico, debe hacerse rápido; ya que así se mantiene supersaturada la solución con los carburos y segundas fases que se disolvieron, permitiendo afinar el tamaño de los precipitados generados en el envejecido que no pudieron solubilizarse durante el tratamiento, los métodos de enfriamiento comúnmente usados son mediante agua, aceite, aire o gas inerte [13].

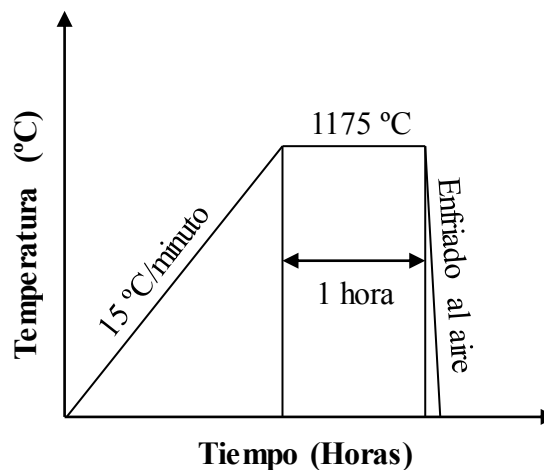


Figura 2.2. Ciclo del tratamiento térmico de solubilizado (TTS) para el Hastelloy X[13].

2.3.1. Tratamiento térmico de solubilizado aplicado al Hastelloy X utilizado previamente.

Las placas de Hastelloy X que fueron tratadas térmicamente antes de aplicar la soldadura, tenían como dimensiones 80 mm de base, 160 mm de altura y un espesor de 3.4 mm, tal como se muestra en la figura 2.3 (a). Los parámetros del tratamiento térmico aplicado fueron temperatura final de 1175 °C, 60 minutos de permanencia a temperatura constante y enfriamiento al aire, tal como se aprecia en la figura 2.3 (b). Las especificaciones y parámetros usados en el tratamiento de solubilizado para las placas de Hastelloy X, se

tomaron del ASM Metals handbook Vol. 4 (Heat treating) [13]; sin embargo, debido a las condiciones y posibilidades del horno empleado para realizar el tratamiento, la velocidad de calentamiento tuvo que limitarse a $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. puesto que el horno no permitía aumentar la velocidad de calentado.

Consultando algunos otros autores[14,15 y 16], se encontró que los parámetros utilizados para el TTS del Hastelloy X comercial en dichos trabajos era los siguientes: temperatura final de $1177\text{ }^{\circ}\text{C}$, 100 minutos tiempo de permanencia a temperatura constante y un enfriado al aire. La velocidad de calentado utilizada para dichos tratamientos, no la comentan; pero, Kayacan[17] al realizar tratamientos térmicos de pre y post soldadura a boquillas de flama hechas de Rene 41 (superaleación base níquel), obtuvo mejores resultados en la microestructura y en las propiedades mecánicas del material, empleando una velocidad de calentado a $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ y un enfriamiento al aire, donde la velocidad promedio con la se enfriaba el material era de $34\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

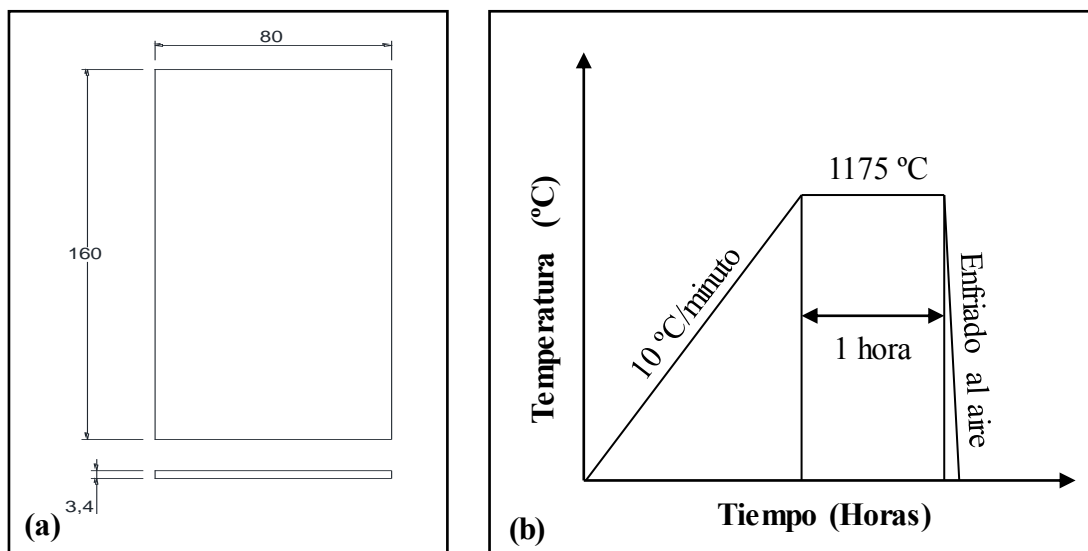


Figura 2.3. (a) Dimensiones de las placas de Hastelloy X utilizadas previamente con TTS (b) ciclo del tratamiento térmico aplicado a las placas[13].

2.4. Proceso de soldadura empleado.

El proceso de soldadura de arco eléctrico con electrodo de tungsteno y protección gaseosa (GTAW), también conocido como HeliArc, TIG (tungsten inert gas) o TAW (tungsten arc welding) por sus nombres en inglés. Es un proceso donde el calor necesario para la fusión de los materiales es producido por un arco eléctrico intenso, establecido por el electrodo de tungsteno aparentemente no consumible y la pieza de trabajo que puede o no utilizar material de aporte, tal como se muestra en la figura 2.4, donde el gas inerte funciona como protector de

la piqueta de soldadura ante los agentes contaminantes que contiene la atmosfera como lo son, el nitrógeno y la humedad de la atmosfera[18].

Este sistema de soldadura puede ser aplicado casi a cualquier tipo de metal, como: acero al carbono, aceros inoxidables, aleaciones de aluminio, hierro fundido, aleaciones de cobre, aleaciones de níquel (superaleaciones) y aleaciones de magnesio entre otras, pero también tiene algunas otras ventajas y desventajas (Tabla 2.1). Este proceso es apto para espesores desde 0.5 hasta 6 mm en forma manual; debido a que, al soldar materiales con mayores espesores, el proceso deja de ser costeable y eficiente. Se utiliza con mucha frecuencia en aplicaciones de recubrimientos y para realizar cordones de raíz en tuberías.

Tabla 2.2. Ventajas y desventajas del proceso GTAW.

<u>Ventajas</u>	<u>Desventajas</u>
<ul style="list-style-type: none"> • Arco estable y concentrado. 	<ul style="list-style-type: none"> • Se requiere una gran habilidad del soldador para obtener cordones de buena calidad.
<ul style="list-style-type: none"> • No produce salpicaduras. 	
<ul style="list-style-type: none"> • Cordones lisos de buena apariencia. 	<ul style="list-style-type: none"> • Baja tasa de deposición.
<ul style="list-style-type: none"> • Puede usarse con o sin material de aporte. 	<ul style="list-style-type: none"> • Puede ser afectado por corrientes de aire.
<ul style="list-style-type: none"> • Todo tipo de uniones o posición. 	<ul style="list-style-type: none"> • No es económico para espesores mayores a 10 mm.
<ul style="list-style-type: none"> • Alta velocidad de soldadura para espesores menores a 4 mm. 	

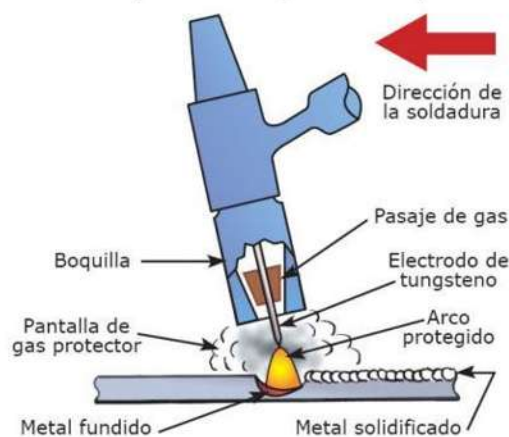


Figura 2.4. Proceso de soldadura GTAW, HeliArc, TIG o TAW[18].

2.4.1. Clasificación de uniones y parámetros del proceso de soldadura.

Las uniones soldadas de Hastelloy X que se realizaron para este proyecto, constan de tres tipos de unión (tabla 2.3), y se llevaron a cabo así; con la finalidad de, comparar los cambios microestructurales y en las propiedades mecánicas de cada unión, para poder establecer las ventajas y desventajas que presenta en cada unión y así determinar si es viable o no la soldadura de reparación.

Tabla 2.3. Clasificación de uniones soldadas.

<u>Unión</u>	<u>Materiales base</u>	<u>Material de aporte</u>
A	Hastelloy X sin uso	AMS 5798
B	Hastelloy X utilizado previamente en las formas: <ul style="list-style-type: none"> • Sin tratamiento térmico • Con tratamiento térmico de solubilizado • Con tratamiento térmico de relevado de esfuerzos 	AMS 5798
C	Hastelloy X sin uso con Hastelloy X utilizado previamente	AMS 5798

Las láminas y placas que fueron soldadas, eran de 80 X 160 mm con espesores de 1, 1.7 y 3.4 mm, la preparación de estas fue hecha a tope con una separación de raíz de 1 mm para la **unión A**, con separación de raíz de 2.42 mm y un chaflán de 70° para la **unión B** y con una separación de talón de 2.42 mm y bisel de 35° en el material con utilizado previamente en la **unión C**, tal como muestra en la figura 2.5, durante la preparación de junta se añadieron placas de refuerzo en los extremos de la junta, una placa de cobre sobre la cara de la raíz y puntos de soldadura intermedios, tal como se muestra en la figura 2.6. Manteniendo la separación de raíz constante entre el material base, evitando la distorsión rotacional, impidiendo la oxidación y la incrustación de impurezas.

El proceso de soldadura GTAW, es el más utilizado para soldar superaleaciones base níquel; pero, cuando la velocidad de soldadura es lenta, el calor aportado por el procedimiento incrementa, formando cordones más anchos y con mayor penetración, lo cual, no siempre mejora la unión; puesto que, reduce la formación de granos columnares y aumenta el libre crecimiento dendrítico de la piletta de soldadura, aumentado la resistencia a la tensión y el

porcentaje de elongación repentinamente, pero obteniendo resistencias y elongaciones inferiores cuando fractura el material[19].

El calor aportado se calcula mediante la fórmula (1), en la cual se toman los parámetros del proceso de soldadura y se relacionan para obtener la cantidad de calor suministrado al material durante el proceso.

$$HI = \eta \frac{VI}{v} \tag{1}$$

Donde:

η .- Eficiencia del proceso de soldadura.

V .- Voltaje (volts).

I .- Intensidad de la corriente (amperes).

v .- Velocidad de soldadura (cm/seg).

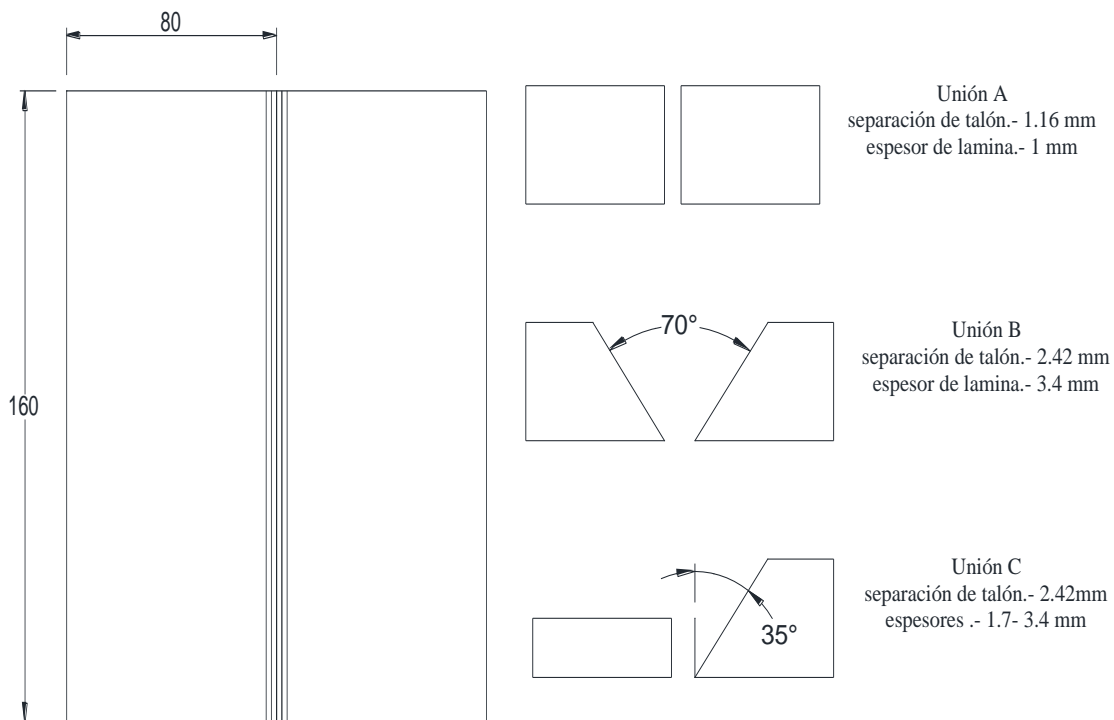


Figura 2.5. Probetas soldadas de Hastelloy X y diseño de juntas para las uniones A, B y C.

En el Hastelloy X, al igual que otras superaleaciones base níquel, al aportar una gran cantidad de calor al material base durante el proceso de soldadura, aumenta la probabilidad de generar carburos y segundas fases en la ZAT; por lo que, para realizar las soldaduras en cada tipo de unión, se utilizaron los siguientes parámetros (tabla 2.4.), procurando modificar en lo menos posible la microestructura del material base pero sin descuidar la calidad de las soldaduras.

Tabla 2.4. Parámetros del proceso de soldadura para las uniones de Hastelloy X.

Parámetros	Unión A	Unión B	Unión C
Número de probetas a soldar	4	3	4
Espesor	1 mm	3.4 mm	1.75 -3.4 mm
Intensidad de corriente	27 A	60 A	35 A
Voltaje	9	10	10
Velocidad de soldadura	129.7 mm/min.	46.5 mm/min.	54.4mm/min.
Calor aportado por el proceso de soldadura	112.3 J/mm	773.2 J/mm	372 J/mm
Polaridad	DCEN	DCEN	DCEN
Gas de protección	Argón	Argón	Argón
Diámetro del electrodo de tungsteno con torio	1 mm	1.6 mm	1.6 mm
Acabado del electrodo	Acabado en punta	Acabado en punta	Acabado en punta
Material de aporte	AMS 5798	AMS 5798	AMS 5798

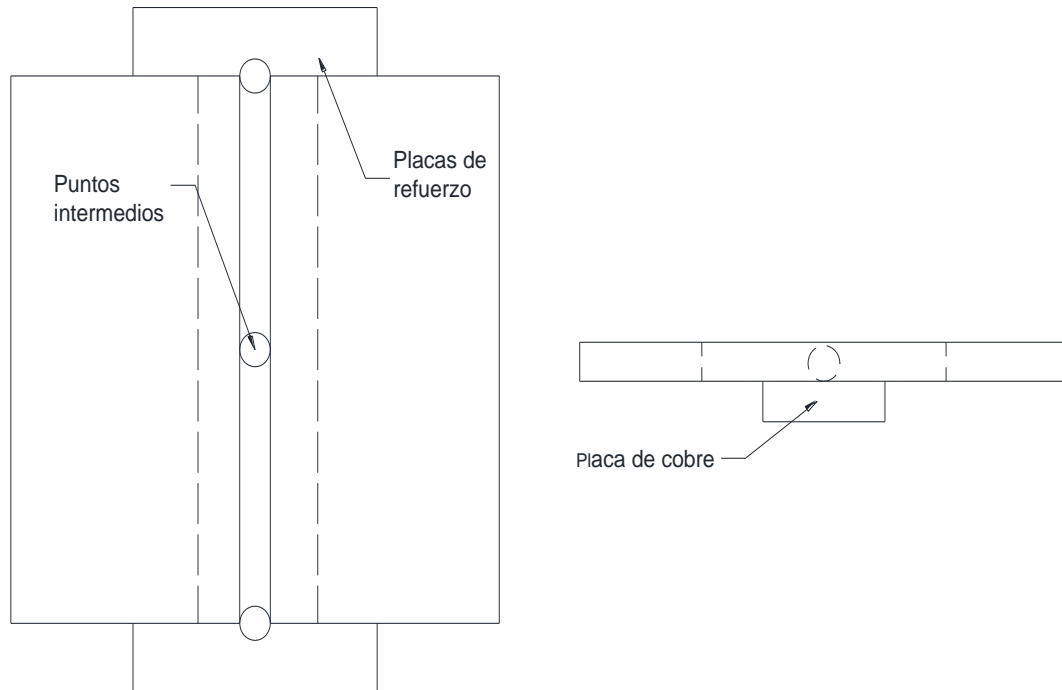


Figura 2.6. Aditamentos en la preparación de junta de cada unión.

2.5. Tratamiento térmico de postsoldadura en las uniones soldadas tipo B.

El tratamiento térmico de postsoldadura en superaleaciones base níquel, tiene como objetivo, disminuir la dureza de la zona afectada térmicamente, mejorar la ductilidad y disolver los carburos y segundas fases presentes u originadas por el proceso de soldadura. En estas aleaciones, el tratamiento térmico de recocido es normalmente usado antes y después de aplicar algún proceso de soldadura, esto es debido a que implica una recristalización completa y aumenta la ductilidad, además, releva los esfuerzos de la soldadura, produce una microestructura específica, disminuye el endurecimiento producido por el envejecimiento y la formación de segundas fases[13].

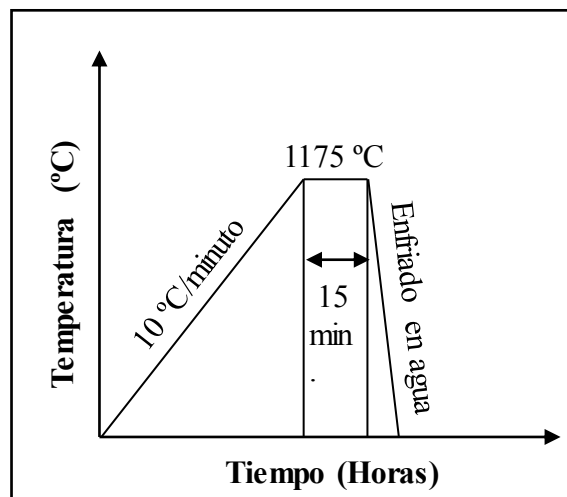


Figura 2.7. Tratamiento térmico de relevado de esfuerzos para uniones de Hastelloy X utilizadas previamente[13].

El tratamiento térmico de postsoldadura (recocido o relevado de esfuerzos según la referencia [13]), fue aplicado en algunas uniones soldadas del tipo B, elevando la temperatura hasta los 1175 °C a una velocidad de 10 °C/min, durante un tiempo de 15 minutos, para después enfriar las muestras tratadas en agua, esto tomando en cuenta los criterios establecidos por la ASM para este tipo de material (figura 2.6) [13].

2.6. Ensayos mecánicos.

Los ensayos mecánicos efectuados en el material base y en las uniones soldadas (**A, B y C**), tiene como propósito el caracterizar la resistencia a la tracción, la elongación, la microdureza y sanidad del cordón aplicado en las uniones; por lo que, los ensayos realizados fueron los siguientes.

2.6.1. Ensayo de tensión.

El ensayo de tensión aplicado a cualquier tipo de material nos permite conocer propiedades de diseño tales como resistencia, rigidez y ductilidad; por lo que, para obtener los datos de interés en el material base y en las diferentes uniones soldadas de Hastelloy X, se realizaron dichos ensayos con las especificaciones suscritas en las normas ASTM-E8M y ASME IX QW-426 como a continuación se menciona.

Para la caracterización mecánica (resistencia a la tensión y elongación) en el material sin usar previo a la soldadura, se utilizaron las especificaciones de la norma ASTM E8M[20], dando las dimensiones normalizadas de la tabla 2.5 a cada probeta. Las probetas para los ensayos de las diferentes uniones soldadas, fueron cortadas y maquinadas en cizalla, cortadora de disco con dispositivo refrigerante, fresadora convencional y fresadora de control numérico computarizado (CNC), basándose en las especificaciones de las normas ASME.

Para las uniones soldadas **A, B y C**, las especificaciones para el ensayo a tensión se tomaron en base a la norma ASME QW-462[21], proporcionando a las probetas la forma y dimensiones mostradas en la figura 2.7 y en la tabla 2.5. Esta norma se empleó con el objeto de calificar la soldadura en cada unión, ya que al aplicar un cordón de soldadura en el material base, éste produce una zona, donde los cambios en las propiedades mecánicas y microestructurales son bastante notorias con relación a las propiedades del resto del material.

Los ensayos hechos a las probetas soldadas, así como a las probetas del material base sin usar, se ejecutaron en una máquina universal Instron 1195, la cual tiene una capacidad de carga

máxima de 10 000 Kgf, a una velocidad de deformación de 2 mm/min hasta romper cada probeta. Las curvas esfuerzo-deformación en los ensayos realizados, se graficaron tal como lo maneja el software de la máquina universal, del que se puede obtener el límite a la fluencia, la resistencia última y la elongación.

Tabla 2.5. Especificaciones para las probetas de tensión.

<u>ASTM E8M</u>	<u>mm</u>	<u>ASME IX (QW-462)</u>	<u>mm</u>
G.- Longitud calibrada	50.0 ± 0.1	G.- Longitud calibrada	4 ± 0.15
W.- Ancho	12.5 ± 0.2	W.- Ancho	19 ± 0.15
t.- Espesor	0.9	t.- Espesor	1 y 2.4
R.- radio del filete	12.5	R.- radio del filete	25
A.-Longitud de la sección reducida	60	A.-Longitud de la sección reducida	20
B.- Longitud de la sección de agarre	75	B.- Longitud de la sección de agarre	65
C.- Ancho de la sección	20	C.- Ancho de la sección	31

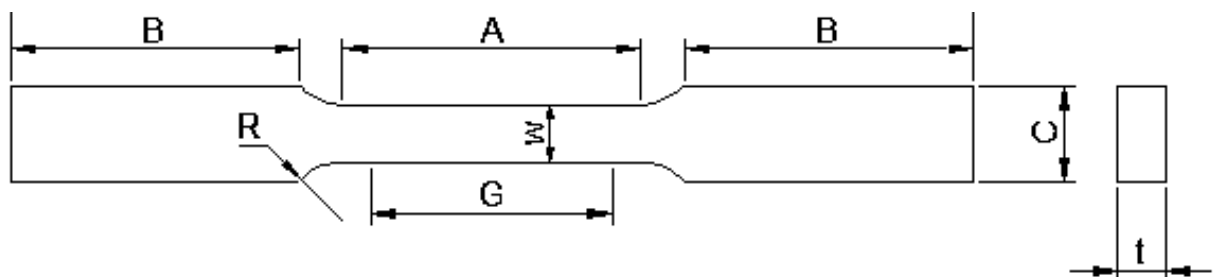


Figura 2.8. Forma y dimensiones utilizadas en las probetas a tensión.

2.6.2. Dureza.

El método usado para la medición de la dureza en el material base y en las uniones soldadas, fue el ensayo Vickers, el cual consta de un penetrador piramidal de diamante, con un ángulo de 136 ° entre sus caras. Este ensayo tiene dos rangos distintos de uso, micro (que va de 10 a 1000 gramos) y macro (que va de 1 hasta 100 kg), donde el indentador posee la misma forma para ambos casos, permitiendo una continuidad de los valores desde los 200 gramos hasta los 50 kg [22].

La forma en que se midió la dureza en las piezas analizadas, fue la siguiente, para el material base (Hastelloy X sin usar y Hastelloy X utilizado previamente con y sin tratamiento térmico), se analizaron muestras de 30 mm largo por 3.4 mm de alto (figura 2.8), haciendo tres barridos de 10 indentaciones por muestra, es decir, con una separación vertical de 1 mm y una separación horizontal de 3 mm entre cada medición.



Figura 2.9. Área de análisis en los materiales base para el ensayo de microdureza Vickers.

Para las uniones soldadas de Hastelloy X sin uso (**unión A**), las mediciones de dureza se hicieron en la cara de la soldadura, específicamente en la zona de crecimiento de grano (zona adyacente al cordón de soldadura), tal como se muestra en la figura 2.9; dado que, el espesor del material en esta unión, era de menor espesor en comparación con las otras uniones y se quería tomar la misma cantidad de mediciones en todas las uniones soldadas.

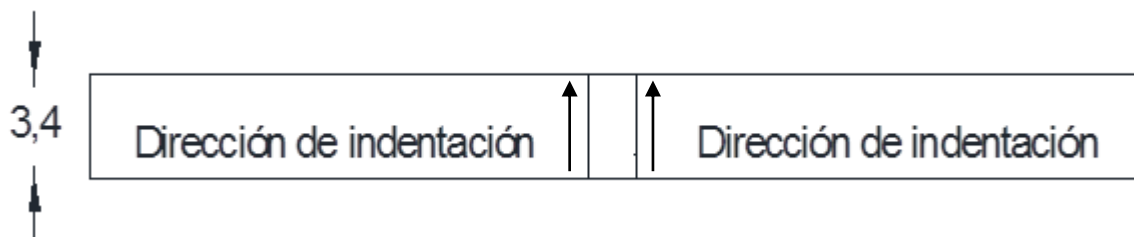


Figura 2.10. Sección de indentado en la cara de la soldadura para la unión A.

En las uniones soldadas de Hastelloy X del tipo B y C, las mediciones se realizaron en la zona transversal a la soldadura, concretamente en la zona de crecimiento de grano, esto debido a que en la literatura revisada, esta zona es donde se presentan la mayor precipitación de carburos y segundas fases. El análisis se realizó por ambos lados del cordón, iniciando en la zona inferior (pasada de raíz) y terminando en la zona superior (cara de la soldadura), como se muestra en la figura 2.10.

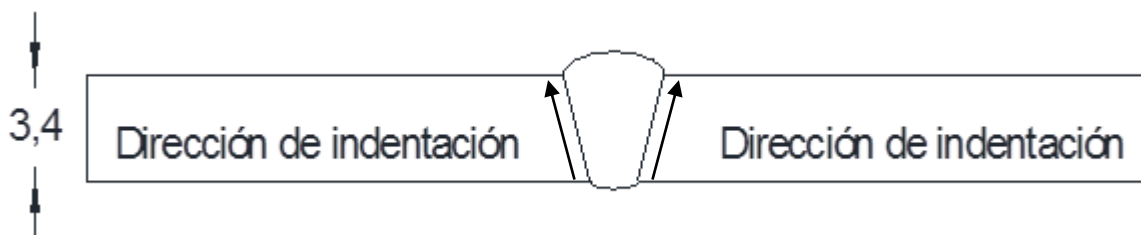


Figura 2.11. Sección de indentado en la zona de crecimiento de grano para la unión B y C.

Los ensayos de microdureza tanto en las muestras del material base como en las uniones soldadas, se hicieron con una carga de 200 y un tiempo de indentado de 12 segundos (Dwell); con la finalidad de generar indentaciones claras y visibles para una mejor medición, estos valores se utilizaron al ver de forma empírica, ya que no se encontró norma o especificación para hacerlos. La máquina en la que se efectuaron estas mediciones fue una **Zwik Roell indentec ZHV**, con una capacidad de carga de 10 hasta los 500 gramos.

2.7. Estudio microestructural de las uniones soldadas.

Para realizar el estudio microestructural de las uniones soldadas, se emplearon las mismas técnicas que se aplicaron para la caracterización de los materiales base, es decir, para las **uniones soldadas A, B y C** el desbaste abrasivo, el pulido espejo y el ataque electrolítico se realizó de la misma forma en la que se realizó para la caracterización microestructural de los materiales base. Este análisis se llevó a cabo en varias muestras de las diferentes uniones soldadas antes y después de los tratamientos térmicos aplicados en la unión B, examinando la precipitación de partículas, así como el crecimiento de grano en la zona afectada térmicamente (ZAT).

2.8. Equipos y software utilizados durante el desarrollo experimental.

- Banco metalográfico.
- Difractómetro de Rayos X **SIEMENS D5000**.
- Microscopio óptico **NIKON EPIPHOT 300**.
- Microscopio electrónico de barrido termoiónico **JEOL JSM-6400**.
- Microscopio electrónico de barrido de emisión de campo.
- Máquina de soldar **ALPHA TIG 352**.
- Máquina universal para ensayos a tensión **INSTRON 1195**.
- Máquina para microdureza Vickers **ZWIK ROELL INDENTEC ZHV**.
- Software Sigmascan pro 5.
- OriginPro 9.

CAPITULO III

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

El análisis de resultados consistirá principalmente en la comparativa de la microestructura, resistencia a la tensión y microdureza de las uniones soldadas de material nuevo contra las del material con previo uso, las cuales diferencian en los tratamientos térmicos aplicados antes y después de soldar. Obteniendo así la información apropiada para establecer si los parámetros y tratamientos térmicos de solubilizado y relevado de esfuerzos aplicados para cada unión fueron óptimos, estableciendo, si la soldadura de reparación puede ser viable al presentarse una discontinuidad.

3.1. Caracterización microestructural y de dureza del Hastelloy X con y sin uso.

La caracterización microestructural del Hastelloy X sin usar (HXSU) y el que fue utilizado previamente (HXUP), se realizó inicialmente mediante microscopía óptica, difracción de rayos-X y microscopía electrónica de barrido en algunos casos, esto con el fin de observar el tamaño de grano, la morfología de la microestructura y la morfología de precipitados en caso que existieran. La dureza se midió en todos los materiales, ya que para realizar este ensayo no se requiere una cantidad importante de material y existe la forma de obtener un aproximado de la resistencia a la tensión mediante esta propiedad.

3.1.1. Caracterización microestructural del Hastelloy X sin usar.

Para analizar la microestructura del Hastelloy X sin usar (HXSU), se partió de la observación de varias piezas preparadas observadas mediante microscopía óptica, percibiendo que la microestructura de este material, estaba compuesta por granos equiaxiales de diversos tamaños, partículas precipitadas distribuidas por todo el material y un número importante de maclas presentes en la mayoría de los granos (figura 3.1.b).

Al observar la diversidad del diámetro de grano en la microestructura del HXSU, se decidió determinar el tamaño promedio de grano y la desviación estándar de éstos, mediante un programa llamado **Sigmascan Pro**, en el cual midieron alrededor de 300 granos de cuatro diferentes muestras; arrojando una diámetro promedio de grano de $48 \mu m$ y una desviación estándar de $14.3 \mu m$. Para comparar el resultado arrojado por el programa **Sigmascan Pro**, se realizaron mediciones manuales aleatorias en diferentes metalografías de este material, obteniendo un resultado muy cercano al proporcionado por el software (figura 3.1.b).

La numerosa cantidad de precipitados en la microestructura del HXSU (figura 3.1.c), no indica un deterioro en las propiedades físicas y/o químicas del material, si no por el contrario,

gracias a la precipitación ordenada de estas partículas (normalmente formadas por intermetálicos de níquel), el Hastelloy X así como el resto de las superaleaciones base níquel, tienen grandes propiedades mecánicas, resistencia a la corrosión y una gran resistencia a altas temperaturas[23].

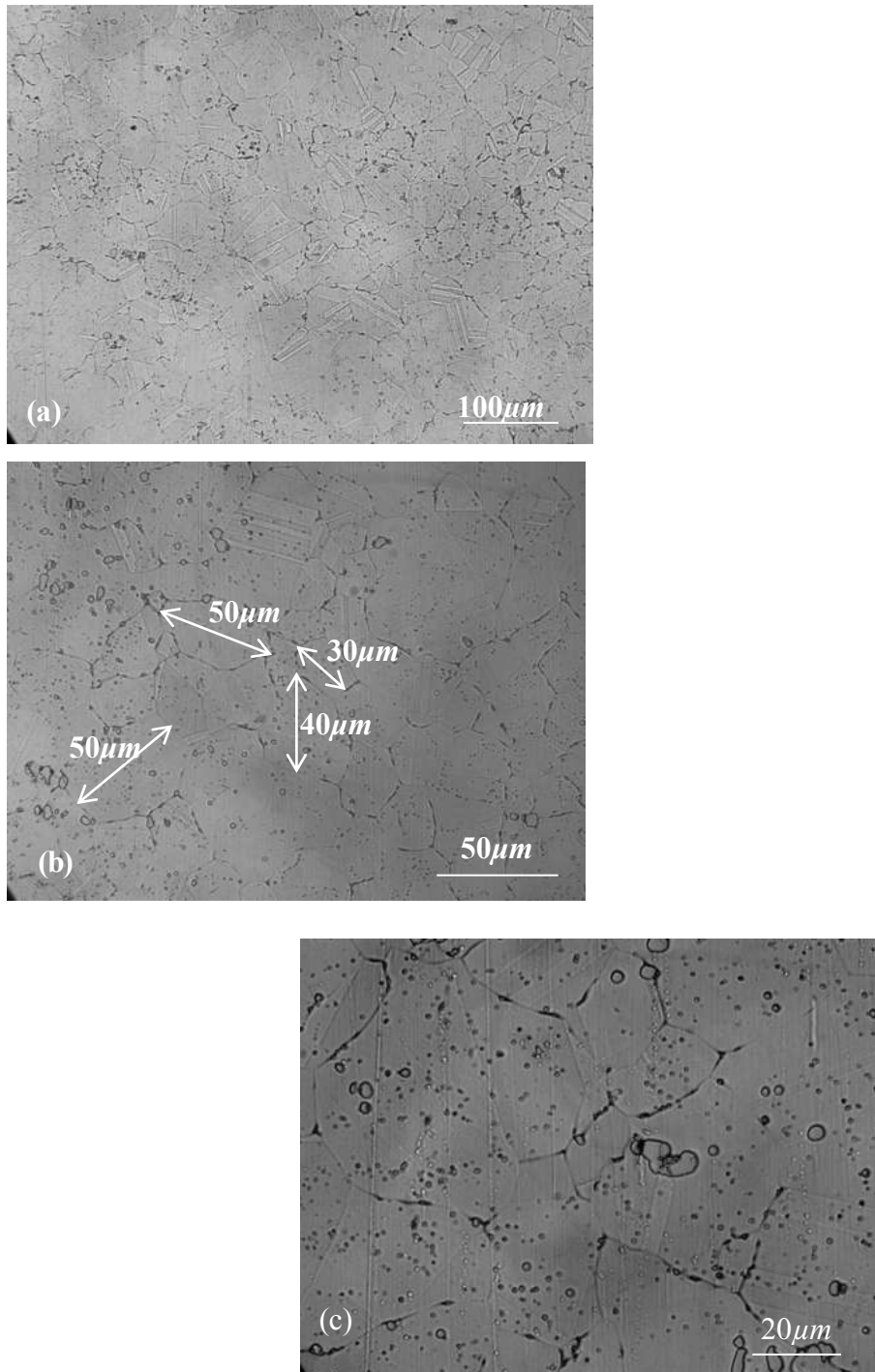


Figura 3.1. Microestructura del Hastelloy X sin usar.

Una vez vista la microestructura del HXSU, se analizaron mediante difracción de rayos-X dos muestras, en las cuales se obtuvieron como resultado 3 patrones, tal como se muestra en la

figura 3.2, los cuales coinciden con los picos generados en el difractograma y son pertenecientes a tres intermetálicos: tetrataenite (FeNi) con estructura cristalina tetragonal simple, Cr_2Ni_3 y (CrNi) ambos con estructura cubica centrada en las caras (FCC), esta información (patrones, estequiometria, parámetros de red y estructura cristalina), se tomó de las tarjetas de identificación con las que cuenta la base de datos del equipo utilizado.

Los intermetalicos presentes en la microestructura del HXSU, juegan un rol muy importante en las propiedades físicas, químicas y mecánicas de esta superaleación, ya que cada partícula mejora alguna propiedad, en el caso de la tetrataenite (FeNi), se menciona que este intermetálico presenta propiedades ferromagnéticas duras, es decir; que no se ve afectada por un campo magnético circundante; más bien, tiene un efecto sobre el campo magnético que la rodea y cambia la dirección de magnetización del material contiguo [24]. Así mismo, los precipitados de cromo-níquel Cr_2Ni_3 y (CrNi) mejoran la resistencia a la fatiga térmica, retardan la iniciación y el crecimiento de grietas mejorando la resistencia a la corrosión en ambientes corrosivos[25].

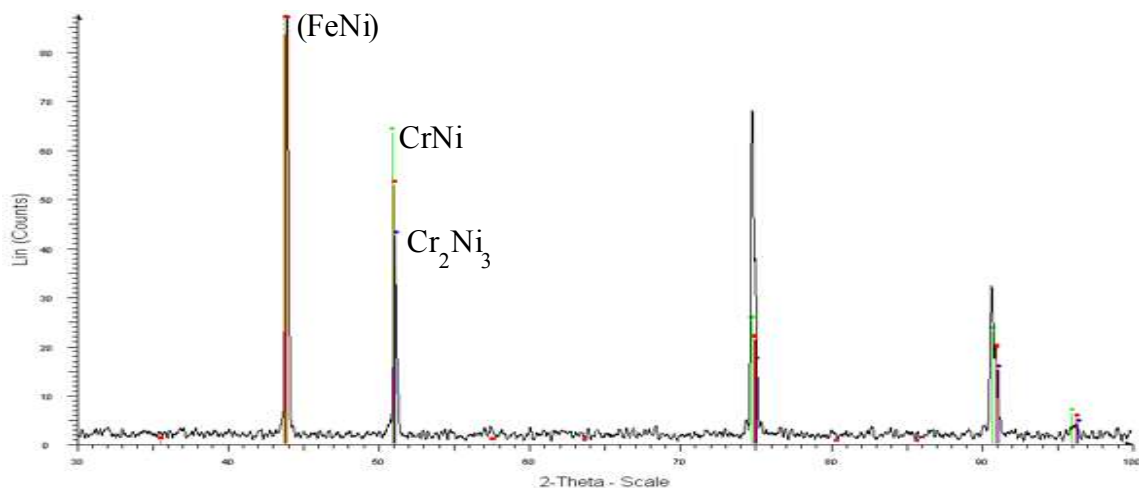


Figura 3.2. Difractograma del Hastelloy X sin usar.

La medición de microdureza para el HXSU, se llevó a cabo en 2 muestras, realizando 3 barridos lineales en por pieza, cada barrido con 10 indentaciones con una separación de 3mm y una carga de 200 gramos, generando un promedio por punto en cada muestra para analizar el comportamiento lineal de la dureza de cada material tal como se muestra en la gráfica de la figura 3.3, posteriormente se calculó el promedio general en ambas piezas, consiguiendo una dureza para el HXSU de $\text{HV}_{200} = 255$ y una desviación estándar de $\text{HV}_{200} = 23.4$.

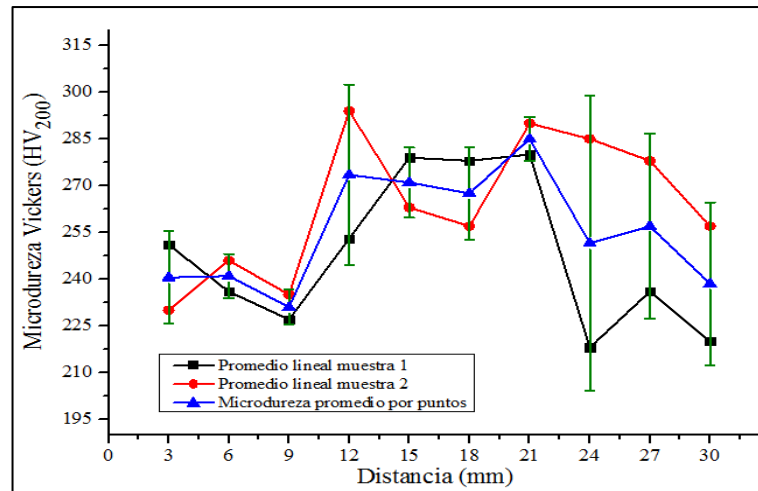


Figura 3.3. Microdureza Vickers para el Hastelloy X sin usar.

3.1.2. Caracterización microestructural del Hastelloy X utilizado previamente.

Al analizar, el Hastelloy X utilizado previamente (HXUP) en el microscopio óptico, se percibió que la microestructura en esta etapa del material, poseía granos de diversos tamaños (figura 3.4.a), unos con gran diámetro y otros con diámetro similar a los granos del HXSU, este factor influyó demasiado para establecer el diámetro promedio de grano, lo cual se hizo midiendo los granos en varias microfotografías, arrojando como resultado un tamaño promedio de $157 \mu\text{m}$ y una desviación estándar de $64 \mu\text{m}$, además al observar la gran cantidad de precipitados que componían la microestructura del material (figura 3.4.b), se hizo un conteo de partículas, tomando secciones aleatorias de $300 \times 300 \mu\text{m}$ (0.09 mm^2), donde el número promedio de partículas precipitadas era de 2177 por mm^2 , número que se obtuvo al comparar 15 secciones diferentes.

El crecimiento de grano en una zona específica del material, se debe a que, el HXUP durante su tiempo de servicio, estuvo en contacto con altas temperaturas durante largos periodos de tiempo (figura 3.4.c). Por otra parte, en la parte superior del material; aunque, el crecimiento de grano se notó, no fue tan abrupto como en la zona de contacto (figura 3.4.d), por lo que se puede decir que, el gradiente de temperatura en la parte superior del material, no alcanzaba a generar cambios tan marcados en el diámetro de grano, pero gracias al tiempo de exposición, se alcanzaron a precipitar las mismas partículas vistas que en la zona de contacto.

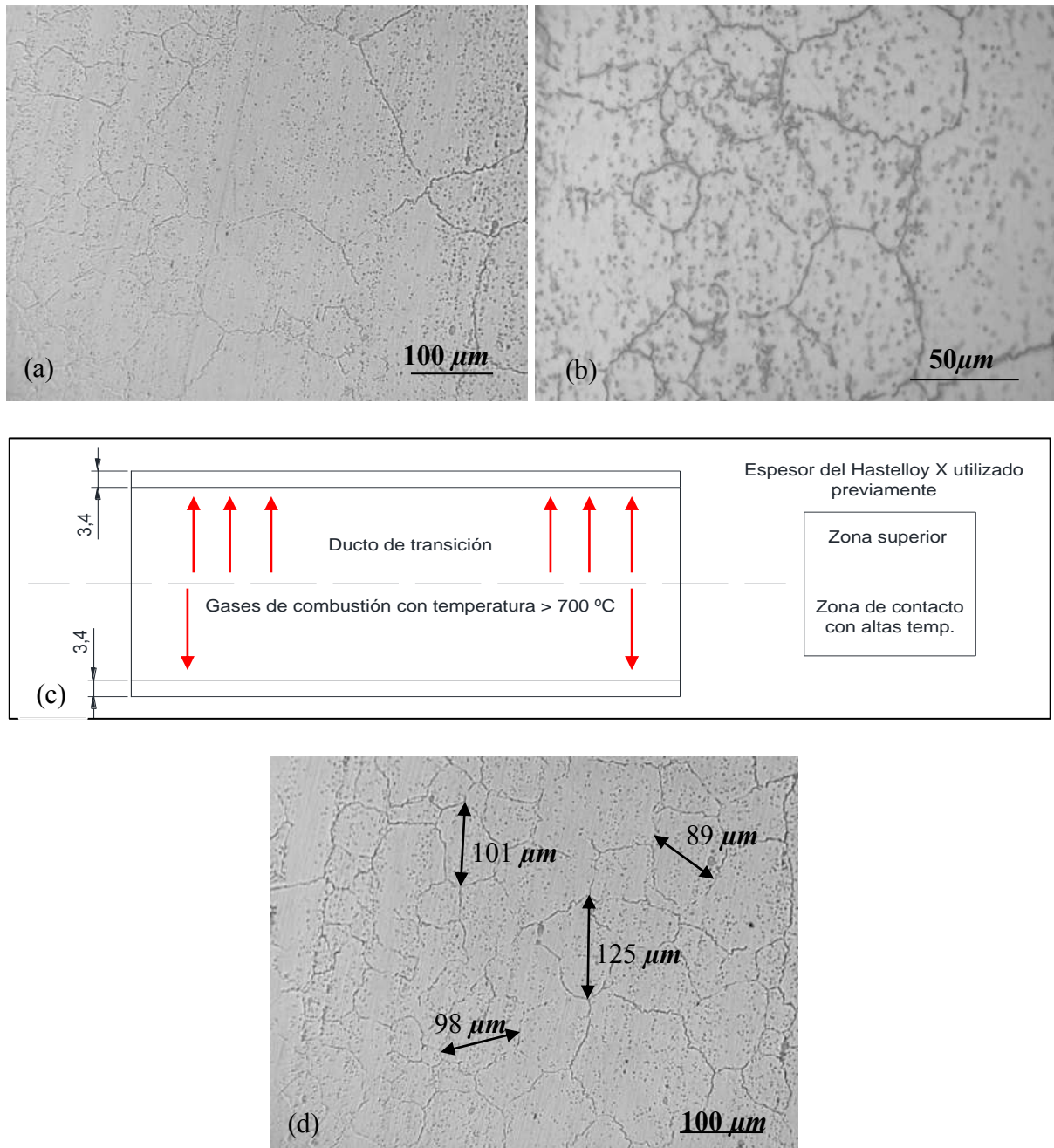


Figura 3.4. Microestructura del Hastelloy X utilizado previamente.

En las imágenes tomadas en el microscopio óptico, se muestran los diferentes precipitados que se encuentran distribuidos por todo el material homogéneamente, para analizar el tipo de estos, se realizó un análisis mediante difracción de rayos-X; utilizando una velocidad de paso de 2 segundos por cada 0.1° , un ángulo de difracción inicial de 30° y un ángulo final de 100° , tomando los mismos parámetros de análisis utilizados para el material nuevo. Donde se encontraron patrones correspondientes a carburos ricos en cromo ($M_{23}C_6$) y carburos ricos en molibdeno (M_6C), tal como se aprecia la **Figura 19**, ambos con estructura cristalina cubica.

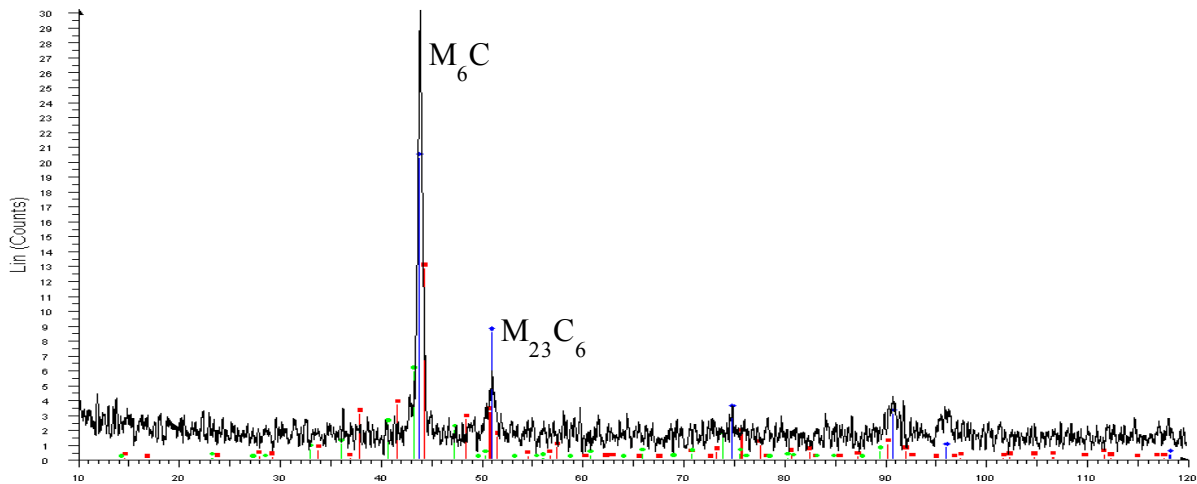


Figura 3.5. Difractograma del Hastelloy X con previo uso.

T. Sakthivel[26], durante algunos ensayos mecánicos a diferentes temperaturas y velocidades de deformación en el Hastelloy X, encontró carburos precipitados del tipo M_6C y $M_{23}C_6$ en la microestructura del material, percatándose que los carburos del tipo M_6C se generaban en el material a partir de los 550 °C; y como estos son demasiado inestables, facilitaban la nucleación de los carburos $M_{23}C_6$, formando aglomeraciones de ambos carburos en el borde de grano y en el borde de macla.

Corroborando la información obtenida por el difractor de rayos X, la misma muestra se analizó por microscopía electrónica de barrido (**MEB**), realizando varios análisis químicos puntuales en la zona donde el material estuvo en contacto con altas temperaturas durante su periodo de servicio, esto con el fin de identificar la composición química y morfología de las partículas mostradas anteriormente.

En la figura 3.6, se observan el área vista y analizada mediante MEB y con números, las partículas o puntos, donde se realizó el análisis químico semicuantitativo, con el objetivo de determinar la composición de cada partícula precipitada.

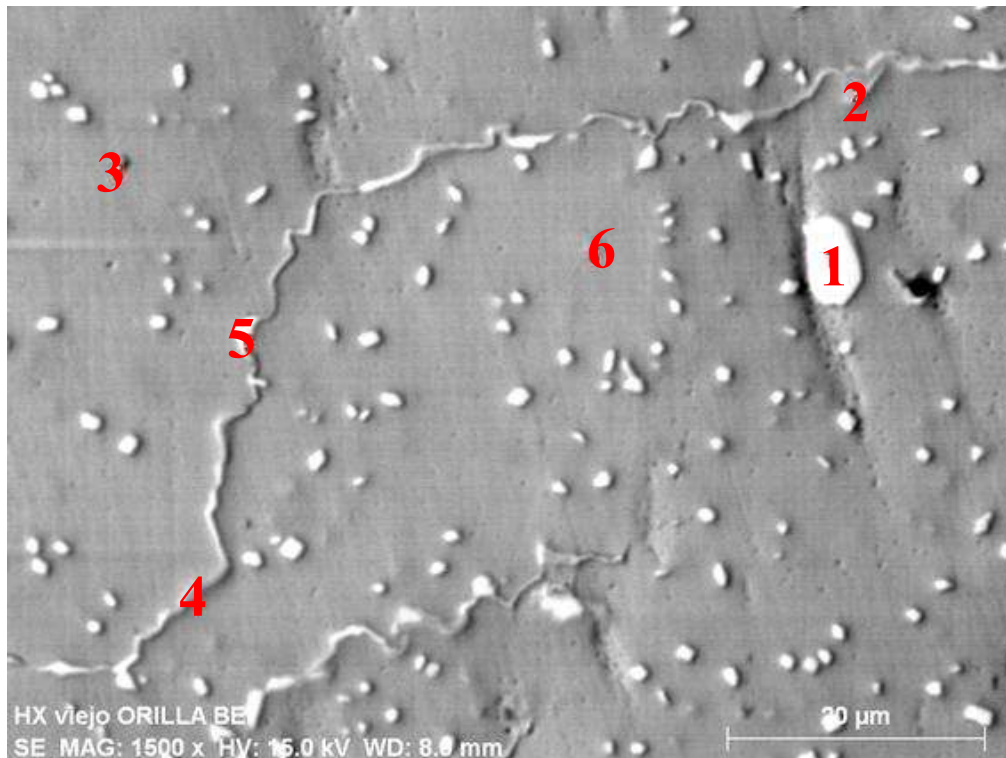


Figura 3.6. Análisis químico de las partículas presentes en Hastelloy X utilizado previamente, mediante MEB en modalidad de electrones secundarios.

La partícula con el **número 1**, se analizó principalmente debido al tamaño que ésta presentaba; puesto que, la morfología que exhibe, es similar a las partículas pequeñas que se encuentran a su alrededor y distribuidas en todo el material. El análisis de la composición química de esta partícula (figura 3.7. punto 1), arrojó grandes contenidos en molibdeno, una disminución en el porcentaje de níquel y más del doble del contenido de carbono que presenta la composición nominal del Hastelloy X, por lo que se puede decir; que, la partícula 1 es un carburo del tipo M_6C , debido a que la estequiometría de este tipo de carburo se aproxima al resultado obtenido por el análisis puntual.

La partícula con el **número 2**, la cual se encuentra dentro o muy cercana al límite de grano, es muy diferente a las demás y presenta una morfología y un color poco notable, comparado con el brillo y claridad de las demás partículas. Los resultados del análisis químico arrojado por el microscopio (figura 3.7. punto 2), indican que se trata de un carburo del tipo $M_{23}C_6$; puesto que, el porcentaje de cromo se eleva de una forma abrupta, mientras que el molibdeno solo aumenta un poco su porcentaje nominal y el carbono se mantiene con una fuerte presencia, aumentando en cuatro veces su cantidad nominal.

La partícula **número 3**, de morfología circunferencial muy definida y tonalidad más oscura, precipita en mucha menor cantidad que el resto de las partículas, exhibiendo una distribución

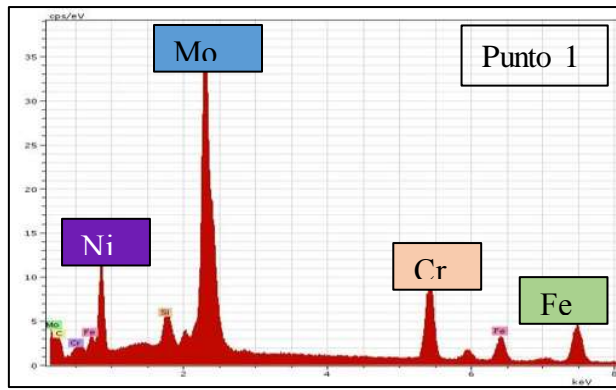
y localización más aleatoria. En el caso de esta partícula, en el análisis químico se obtuvieron valores de los elementos aleantes, muy cercanos a los porcentajes nominales de la superaleación; sin embargo, los elementos como el carbono, magnesio y titanio, los cuales tienen porcentajes menores al 1%, elevaron su contenido drásticamente, dejando como incógnita, si dicha partícula es alguna fase, carburo, manganato o un intermetálico que se presente en esta superaleación material por las condiciones de uso.

La partícula **número 4**, en el análisis químico que se le realizó, presentó un porcentaje de cromo, molibdeno, tungsteno y carbono muy similar al obtenido en la **partícula 2**, por lo que se puede asegurar que, también se trata de un carburo del tipo $M_{23}C_6$.

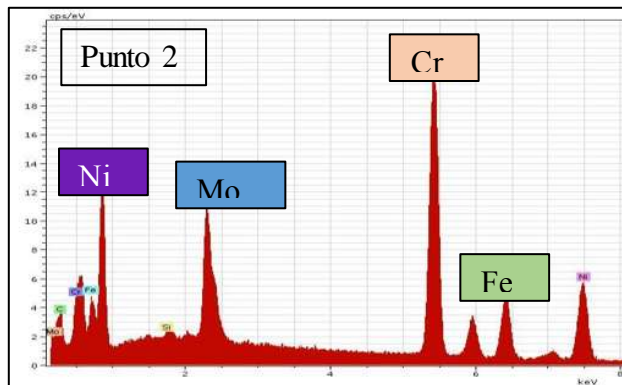
La partícula **número 5**, ya que presenta una tonalidad igual y una morfología similar a los precipitados que rodean la **partícula 1**, además de un resultado muy parecido al adquirido en el análisis químico de esta partícula, se puede asegurar que esta precipitación se trata de un carburo del tipo M_6C , el cual es rico en molibdeno, níquel y cobalto.

Por último el análisis químico realizado en el **punto 6**, fue tomado, solamente como referencia; con la finalidad, de obtener el porcentaje de cada elemento aleante del Hastelloy X y compararlo con el porcentaje nominal, para obtener una idea de la composición química puntual.

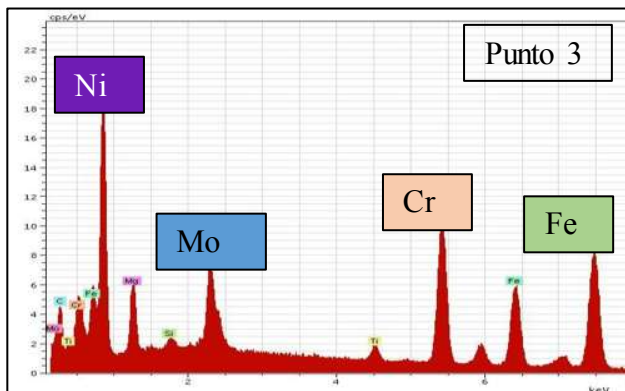
El resultado de los análisis químicos, hechos en cada punto mediante difracción de rayos X (EDS), se muestran en la figura 3.7, donde se pueden apreciar tanto los espectrogramas como los porcentajes elementales de cada partícula.



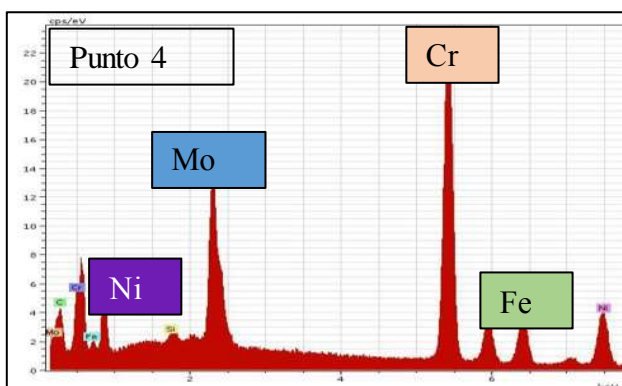
Elementos	[wt.%]	[norm. wt.%]
Carbono	2,52	2,72
Silicio	2,05	2,213
Cromo	15,17	17,12
Hierro	7,89	8,51
Níquel	20,56	22,16
Molibdeno	43,83	47,26
	92,75	100



Elementos	[wt.%]	[norm. wt.%]
Carbono	3,84	4,26
Silicio	41,71	46,27
Cromo	10,75	11,93
Hierro	19,93	22,11
Níquel	13,43	14,91
Molibdeno	0,45	0,51
	90,13	100

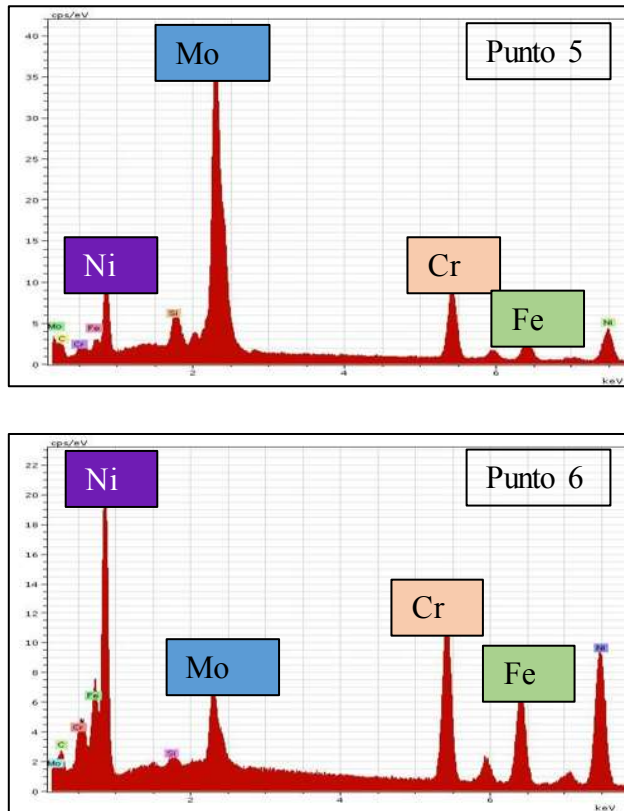


Elemento	[wt.%]	[norm. wt.%]
Carbono	2,88	2,97
Magnesio	3,66	3,78
Titanio	1,23	1,27
Cromo	18,66	19,25
Hierro	17,97	18,54
Níquel	44,43	45,84
Molibdeno	7,66	7,91
Silicio	0,40	0,41
	96,93	100



Elemento	[wt.%]	[norm. wt.%]
Carbono	3,06	3,31
Cromo	37,41	40,34
Hierro	13,36	14,39
Níquel	27,82	29,96
Molibdeno	10,79	11,62
Silicio	0,34	0,37
	92,87	100

Element	[wt.%]	[norm. wt.%]
---------	--------	--------------



		wt. %]
Carbono	3,04	3,34
Silicio	2,11	2,32
Cromo	16,14	17,73
Hierro	8,11	8,91
Níquel	21,33	23,44
Molibdeno	40,25	44,23
	91,01	100

Element	[wt. %]	[norm. wt. %]
Carbono	3,04	3,34
Silicio	2,11	2,32
Cromo	16,14	17,73
Hierro	8,11	8,91
Níquel	21,33	23,44
Molibdeno	40,25	44,23
	91,01	100

Figura 3.7. Espectrogramas y porcentajes de composición química de los puntos analizados del Hastelloy X utilizado previamente.

Como la microestructura del HXUP, mostraba una gran precipitación de carburos, se realizaron ensayos de microdureza en dos muestras seleccionadas aleatoriamente, efectuando tres barridos lineales de diez indentaciones por muestra, con una separación de 3mm por indentación y con una carga de 200 gramos.

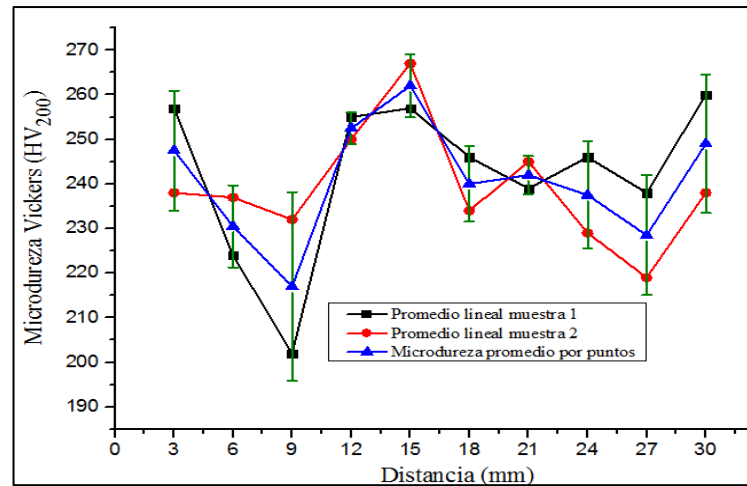


Figura 3.8. Microdureza Vickers para el Hastelloy X utilizado previamente.

Posteriormente se promediaron los valores obtenidos en cada punto y se generó un promedio general de dureza $HV_{200} = 240$ y una desviación estándar de 15.6, mostrando en la figura 3.8, la gráfica del comportamiento lineal de la dureza a través de lo largo de las muestras analizadas.

3.1.3. Caracterización microestructural del Hastelloy X con tratamiento térmico de solubilizado.

El tratamiento térmico de solubilizado aplicado a las placas de Hastelloy X utilizadas previamente se realizó a una temperatura de 1175 °C, durante una hora, a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. y sin atmosfera de protección debido a las condiciones de operación permitidas por el horno utilizado. El enfriamiento de las placas se realizó al aire libre, teniendo condiciones atmosféricas de 20-22 °C y una humedad relativa de 68%, estos datos tomados por termómetro convencional.

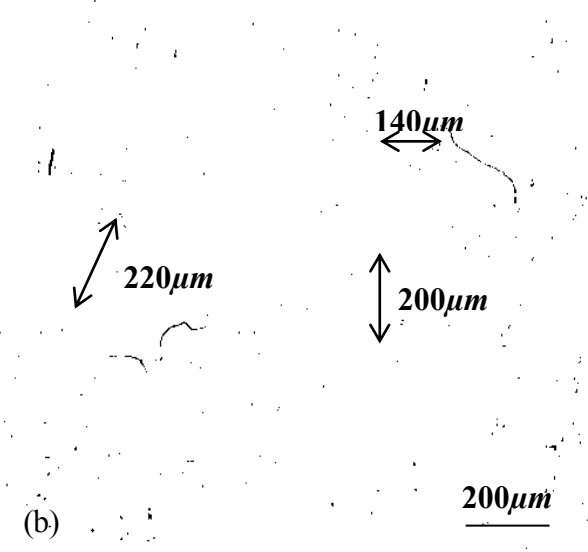
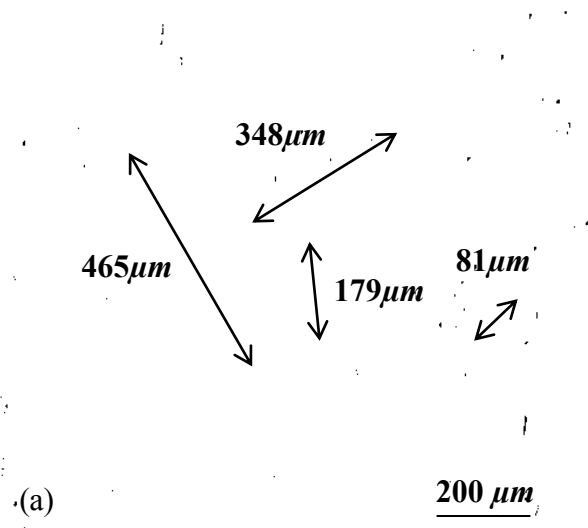
En el análisis microestructural del Hastelloy X sometido a tratamiento térmico de solubilizado (HXTTS), se percibió que el diámetro de grano había aumentado en gran proporción; por lo tanto, se realizó la medición de 200 granos en tres muestras diferentes, obteniendo como resultado un tamaño promedio de grano de $285\mu m$, y una desviación estándar $129\mu m$, para corroborar los resultados arrojados por el programa en el cual se hicieron dichas mediciones, de forma manual se midieron algunos granos y se promediaron (figura 3.9, a y b), obteniendo un superior por 8.3% al del programa.

En las muestras que se observaron mediante microscopía óptica, se detectaron partículas precipitadas, que no fueron solubilizadas durante el tratamiento térmico, aun y cuando este redujo en un 81.5% la cantidad de precipitados, con la diferencia, que las partículas que no se

integraron a la matriz, eran de menor tamaño y su localización se daba en pequeños grupos formados junto al límite de grano, tal como se observa en la figura 3.9, c.

El crecimiento de grano en la microestructura del HXTTS (figura 3.4.d), se podría decir que homogenizó los diámetros de la microestructura, en otras palabras, el tratamiento térmico generó granos con grandes diámetros, pero fue en todo el material, no solo por secciones como en el caso del HXUP. El aumento excesivo en los diámetros de grano en este material, pudo generar ideas anticipadas sobre los resultados que se obtuvieron en los ensayos mecánicos, por ejemplo, que el tratamiento térmico dañó más el material de lo que lo pudo haber beneficiado para los fines del proyecto; ya que, como es bien sabido, en la mayoría de los aceros, cuando el diámetro de grano es pequeño, se tienen mejores propiedades mecánicas, pero también hay que tener en cuenta; que este tipo de aleaciones tienen una composición química y un sistema de fundición muy diferente, y pueda ser que ciertos fenómenos mecánicos presentes en los aceros, no sean compatibles con estos materiales.

Los resultados que se obtuvieron en solubilidad y tamaño promedio de grano en el HXTTS, se asemejaron a los resultados publicados por Abuzaid[27], el cual aplicó un tratamiento térmico de solubilizado a Hastelloy X sin uso, a una temperatura de 1177 °C y con velocidad de calentamiento superior a los 15 °C/min, adquiriendo un aumento en el tamaño de grano aproximadamente del 300% y aunque no cuantifica la cantidad de partículas solubilizadas, si hace mención de que fue una buena cantidad con relación al material anterior al tratamiento. Por lo que se puede decir que los parámetros utilizados durante el tratamiento coinciden con lo reportado en la literatura.



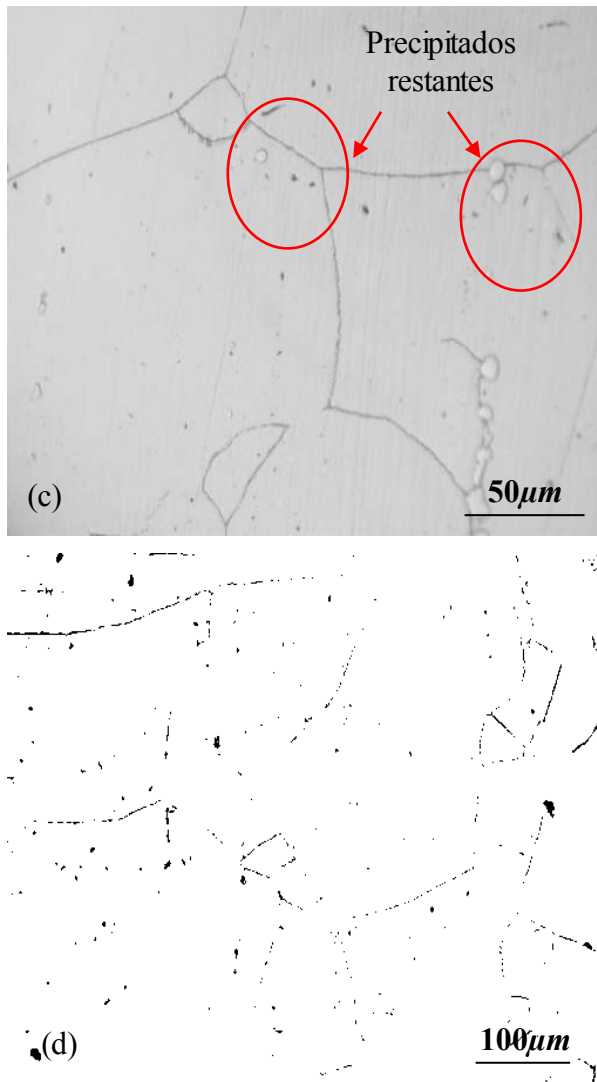


Figura 3.9. Microestructura del Hastelloy X utilizado previamente con tratamiento térmico de solubilizado.

Para identificar las partículas que no se integraron en la matriz durante el tratamiento térmico, se analizó una muestra mediante el difractómetro de rayos X; con una velocidad de pasada de 2 segundos por cada 0.1° , con ángulo de difracción inicial de 30° y finalizando la difracción a un ángulo de 100° , obteniendo patrones en el difractograma pertenecientes a dos intermetálicos, tal como se muestra en la figura 3.10, los cuales están compuestos por Fe_3Ni_2 y AlNi_3 ambos con estructura cristalina cúbica centrada en las caras (FCC).

Los intermetálicos detectados en el HXTTS tienen propiedades mecánicas y magnéticas que podrían beneficiar las propiedades de las uniones soldadas, debido a que el AlNi_3 tiene buena resistencia a temperaturas elevadas, un punto de cedencia alto al aumentar la temperatura, excelente resistencia a la fatiga, resistencia a la fluencia, alta resistencia a la oxidación a temperaturas relativamente altas[28], y las partículas de Fe_3Ni_2 como todas las composiciones

hierro-níquel son magnéticamente suaves con alta permeabilidad y baja coercitividad magnética dentro de un campo débil, por lo que la fabricación de este tipo de aleaciones es difícil de fabricar y más aún el elaborar partes con propiedades magnéticas perfectas[29].

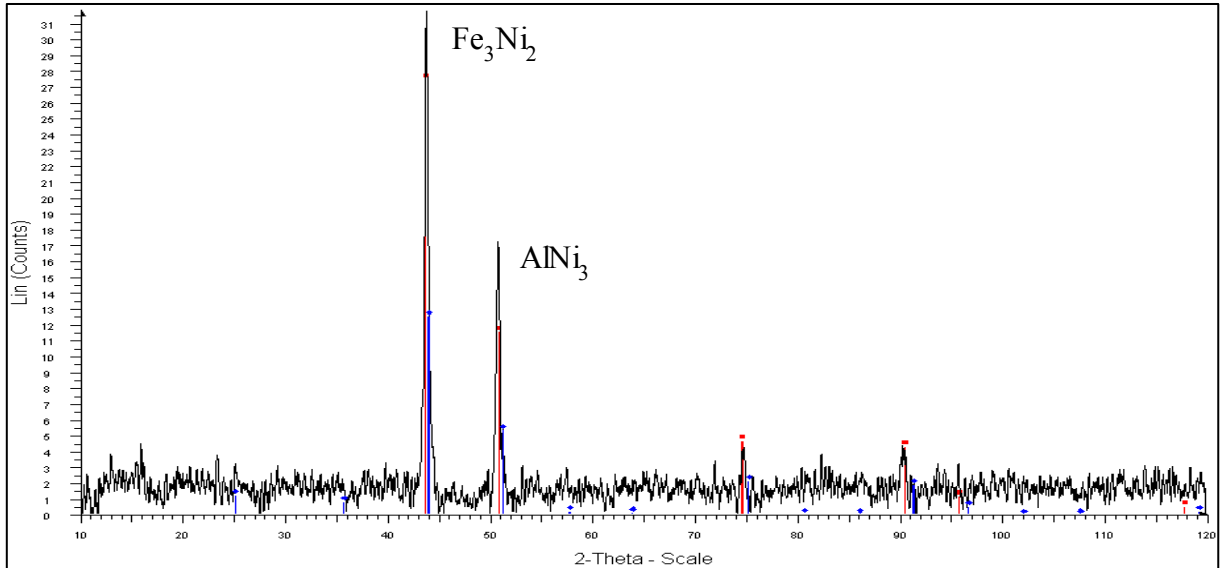


Figura 3.10. Difractograma del Hastelloy X con tratamiento térmico de solubilizado.

Para el HXTTS, la medición de la microdureza se efectuó de manera similar a los anteriores, resultado una dureza promedio de $HV_{200} = 245$ y una desviación estándar de 14.2, siendo este material más duro que el HXUP, tal como se muestra en la figura 3.11. El comportamiento de la dureza en este material, presenta variaciones altas o muy altos o muy bajos, lo cual es debido a que la zona de indentación, en ocasiones se hacía en límites de grano, en lugares donde había algunos precipitados o en zonas totalmente libres de partículas o bordes de grano,

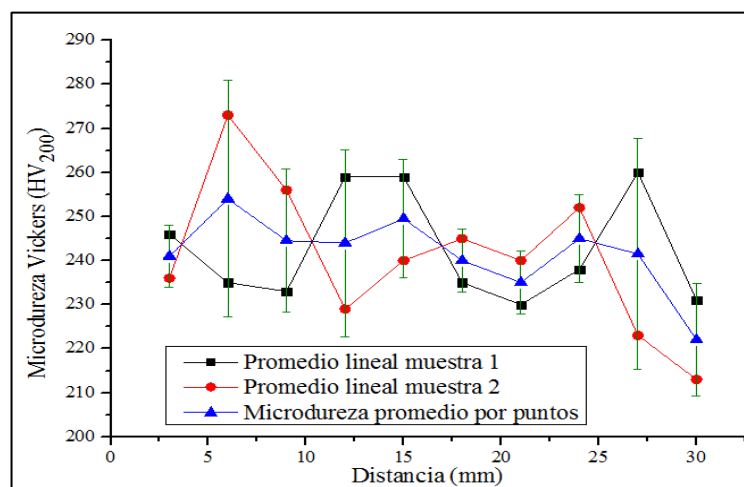


Figura 3.11. Microdureza Vickers para el Hastelloy X con tratamiento térmico de solubilizado.

3.2. Soldadura del Hastelloy X

La diferencia de espesores y morfología en las uniones de Hastelloy X que fueron soldadas, generó la necesidad de realizar algunas modificaciones en la forma de preparar la junta para poder llevar a cabo cada unión soldada sin afectar la calidad del cordón aplicado.

3.2.1. Procedimiento para la unión soldada tipo A.

La preparación de junta para la unión A se llevó a cabo como se muestra en la figura 3.12(a), en la cual se pueden observar los aditamentos añadidos que mejoran la calidad de la soldadura y ayudan a disipar el calor del proceso, en la figura 3.12.b, se muestra una placa de acero inoxidable sobre la cara de la soldadura con una abertura de 25 x 200 mm, la cual fue colocada con el fin de generar un mayor embridamiento sobre las láminas del HXSU y así disminuir la distorsión de estas; dado que, el de calor suministrado durante el proceso de soldadura deformaba seriamente las láminas de la unión.

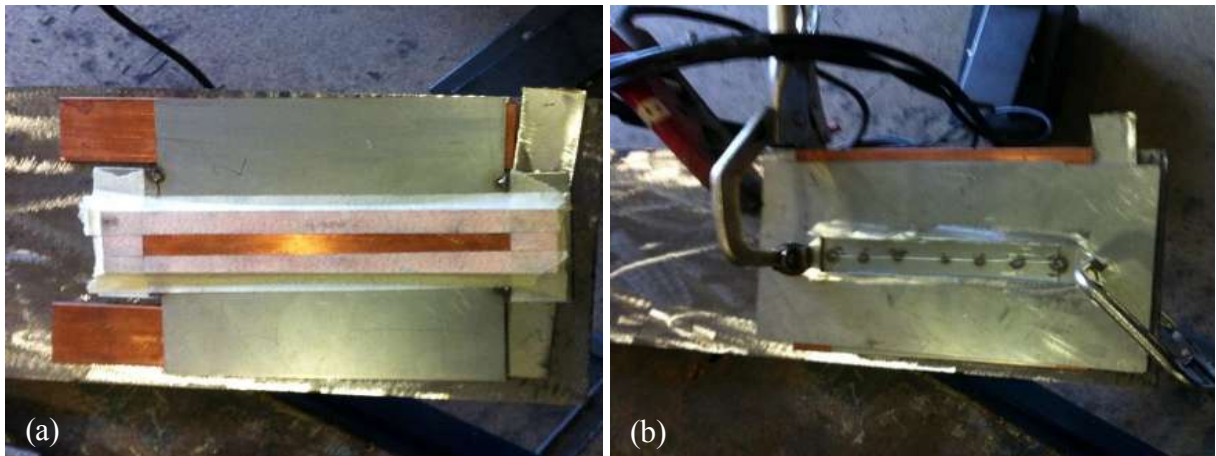


Figura 3.12. Preparación de junta para la unión A



Figura 3.13. Cara de la soldadura y pasada de raíz de la unión soldada tipo A.

Una vez soldadas las láminas de HXSU se inspeccionaron los cordones de la cara y raíz, obteniendo una excelente calidad en las soldaduras aplicadas, dejando fuera cualquier tipo de defecto tanto en raíz como en la cara de la soldadura, además la penetración y la fusión del material de aporte en el material base fue completa; por lo que, los parámetros y tipo de junta para el proceso de soldadura fueron ideales. En la figura 3.13(a y b), se muestran la cara de la soldadura y la pasada de raíz de los parámetros tomados en las uniones soldadas.

3.2.2. Procedimiento de soldadura para las placas de la unión soldada tipo B.

La preparación de junta para las placas de HXUP, tratadas térmicamente antes y después de ser soldadas, fueron preparadas tal como se muestra en la figura 3.14(a), en la cual se observan los aditamentos añadido, que evitan la distorsión, la oxidación en la pasada de raíz, la incrustación de contaminantes en la piqueta de soldadura y disipan el calor suministrado en las placas por el proceso de soldadura. Previo a la preparación de junta en la figura 3.14 (b), se observan las placas de Hastelloy X con previo uso, las cuales se rectificaron en la fresadora antes de formar las uniones, puesto que; la morfología de las placas presentaba una cierta curvatura y al querer realizar la unión, estas ocasionaban varias complicaciones dado que; no estaban totalmente paralelas.



Figura 3.14. Preparación de junta para la unión soldada tipo B.

Al examinar las soldaduras aplicadas en las placas de HXUP, se observó que la apariencia y sanidad del material aportado en la cara de la soldadura no presentaba ningún defecto, como se puede ver en la figura 3.15 (a), además la penetración y fusión del material de aporte en la pasada de raíz fue completa; sin embargo, se presentaron porosidades (figura 3.15 b), debido al punteado previo que se realizó en las placas para impedir la distorsión rotacional durante la aplicación de soldadura, este defecto posteriormente fue reparado para poder aplicar los ensayos mecánicos establecidos. Los parámetros usados en el proceso de soldadura para el espesor y tipo de material que se soldó, complacieron los requerimientos mínimos necesarios de calidad, para aplicar este proceso por un solo lado; ya que al no poder integrar el punto de soldadura causante de la porosidad, se requirió reparar por el lado de la raíz.

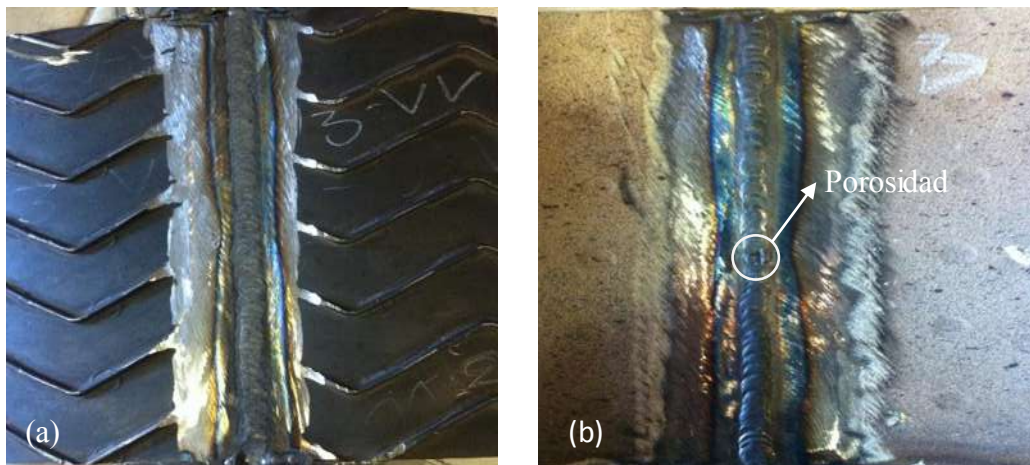


Figura 3.15. Cara de la soldadura y pasada de raíz en la unión soldada tipo B.

3.2.3. Procedimiento de soldadura para la unión soldada tipo C.

La preparación de junta para las uniones de placas y láminas de Hastelloy X (unión C), se realizó tal como se muestra en la **Figura 30**, en la cual se observa el desbaste realizado en la fresadora a las placas del material con previo uso, procedimiento que fue necesario realizar para poder llevar a cabo la unión; dado que, las láminas del material nuevo tenía la mitad del espesor presentado por las placas.



Figura 3.16. Preparación de junta para la unión soldada tipo B.

Las uniones soldadas no exhibían defectos en la cara de la soldadura y la apariencia de ésta, fue bastante buena, tal como se muestra en la figura 3.17 (a); sin embargo, en la pasada de raíz se generaron defectos como falta de fusión y/o falta de penetración en algunas zonas (figura 3.17. b), aunque estas eran menores a 3 cm, la aplicación de soldadura por un solo lado no fue aceptable y tuvo que repararse dando una leve pasada por la raíz en las secciones donde se presentaron los defectos, concluyendo, que para este proceso de soldadura y tipo de unión, se requiere de la aplicación de soldadura por ambos lados, esto es debido a la morfología de ambos materiales base y a la deformación que sufre la lámina del material nuevo durante el proceso soldadura.

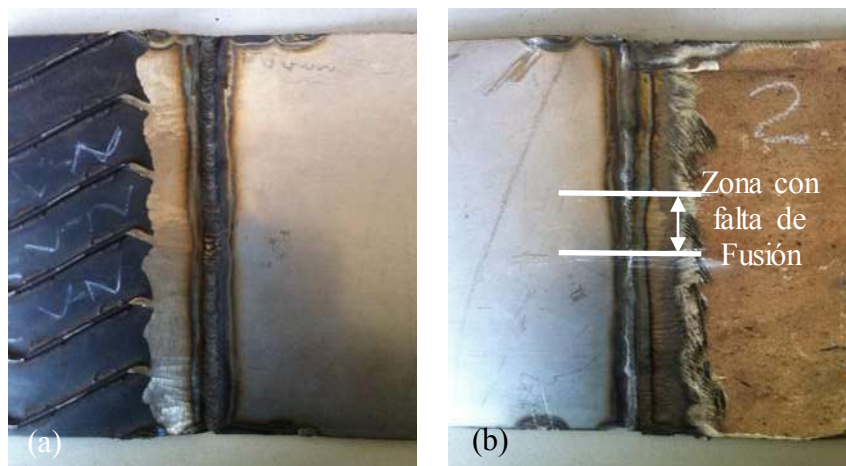


Figura 3.17. Cara de la soldadura y pasada de raíz en la unión soldada tipo C.

3.3. Análisis microestructural de las uniones soldadas de Hastelloy X.

El análisis del cambio en la microestructura de las uniones soldadas se realizó en la zona transversal al cordón de soldadura, esto con el fin de observar los cambios en la

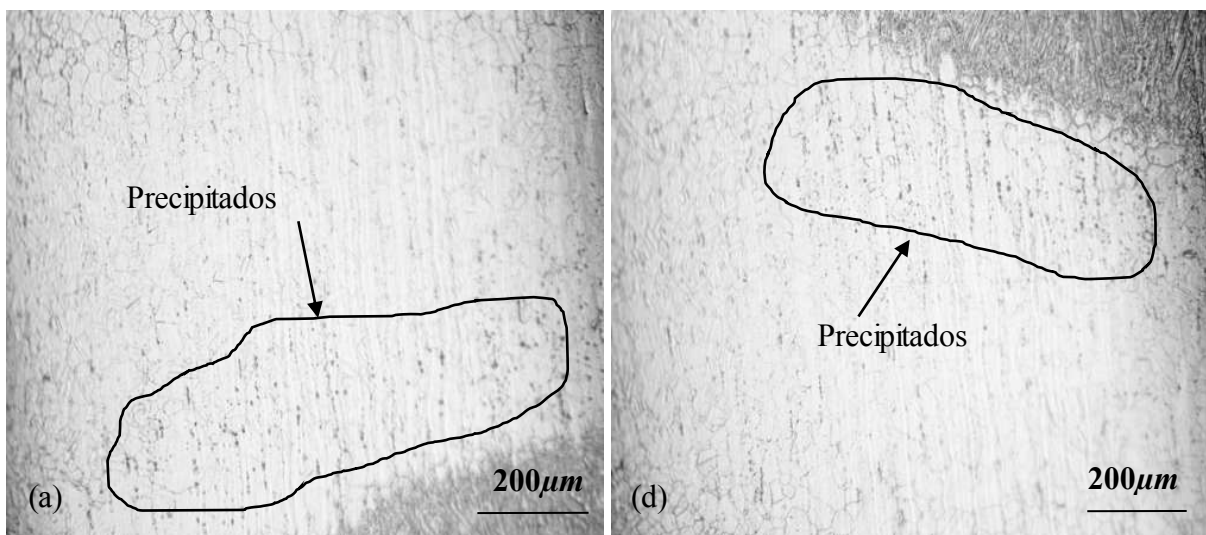
microestructura de la zona afectada térmicamente pero principalmente en la zona de crecimiento de grano.

3.3.1. Microestructura de la unión soldada tipo A.

Una vez aplicada la soldadura sobre las láminas de Hastelloy X (HXSU), se cortó una sección perpendicular al cordón de soldadura para analizar los cambios microestructurales y calcular el tamaño de grano promedio de la zona afectada térmicamente (ZAT), dato que se adquirió al medir 500 elementos por probeta en las 4 diferentes laminas soldadas, obteniendo un tamaño de grano promedio de $71\mu m$ y una desviación estándar de $21\mu m$ en la ZAT.

Examinando la ZAT mediante microscopía óptica, se observó que la zona adjunta al cordón de soldadura (zona de crecimiento de grano), sufrió una gran precipitación de partículas, las cuales estaban distribuidas lo largo de la interfaz material base-material de aporte, tal como se observa en la figura 3.18 (a y d), además, observando la microestructura en las diferentes etapas de la ZAT, pudo percibirse que el material tuvo zonas donde el ataque electrofórico revelaba perfectamente su microestructura y zonas donde se percibía pobremente.

En la zona de recristalización (zona contigua a la zona de crecimiento de grano), la microestructura del material base podía percibirse de una forma clara y definida; es decir, los límites de cada grano y los precipitados presentes podían apreciarse perfectamente, tal como lo muestran las figuras 3.18 (b y e).



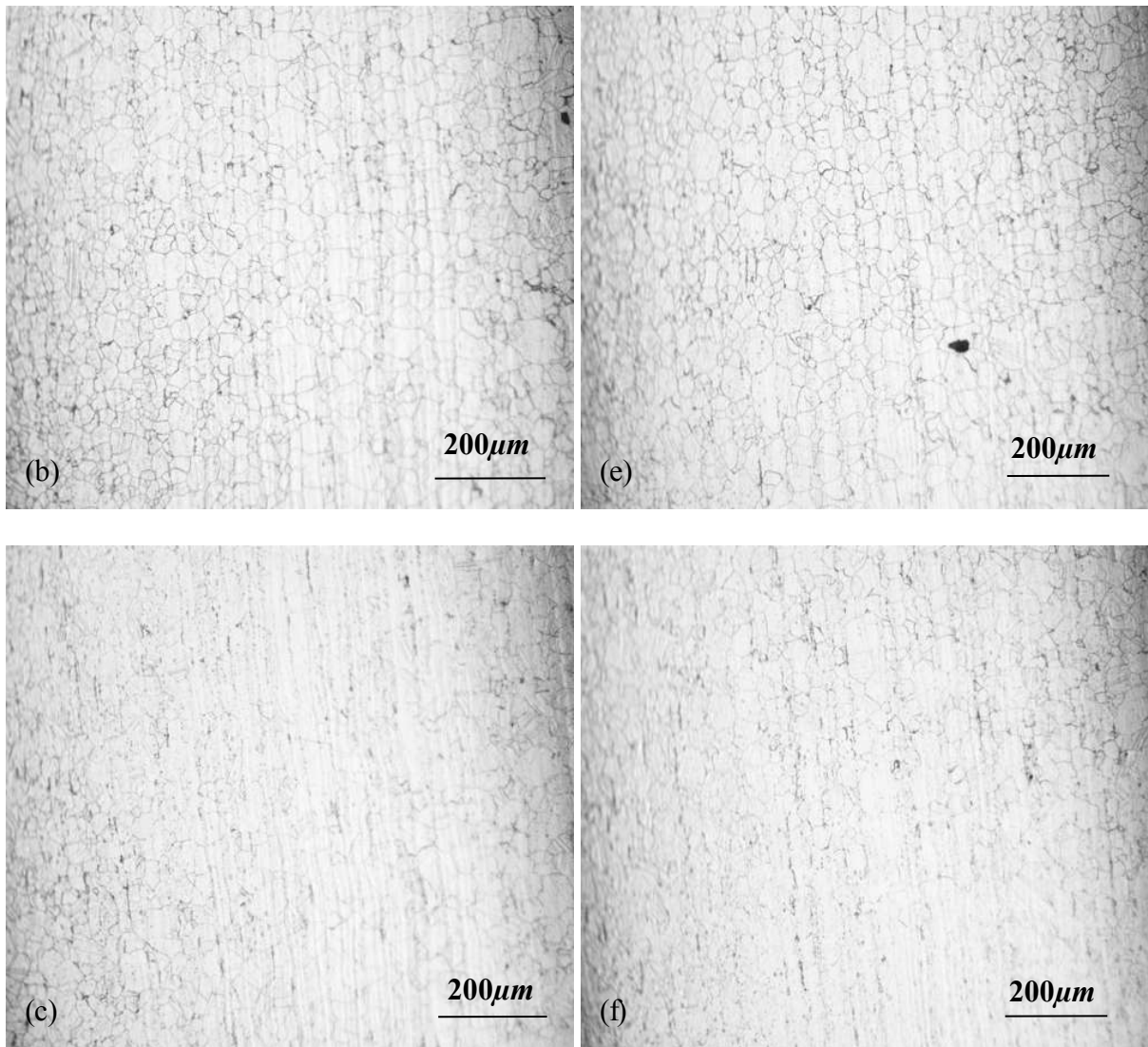


Figura 3.18. Microestructura de la zona afectada térmicamente en las uniones soldadas del tipo A.

En la zona de crecimiento de grano y la zona parcialmente transformada (zona siguiente a la zona de recristalización), no mostraba con mucha claridad la microestructura y la morfología de sus precipitados, además era complicado identificar cada grano, en la figura 3.18 (c y f) puede apreciarse con claridad lo antes mencionado.

Al analizar la microestructura de la ZAT en la unión A mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), se observó la distribución de precipitados a lo largo de la interfase de soldadura en la zona de crecimiento de grano, tal como se muestra en la figura 3.19 (a). Las partículas ubicadas en esta sección de la ZAT, eran de varios tamaños y precipitaron tanto dentro como en el borde grano; sin embargo, las partículas con mayor tamaño eran localizadas en los bordes de grano, aglomerando una buena cantidad de partículas a lo largo de éste, tal como se aprecia en la figura 3.19 (b).

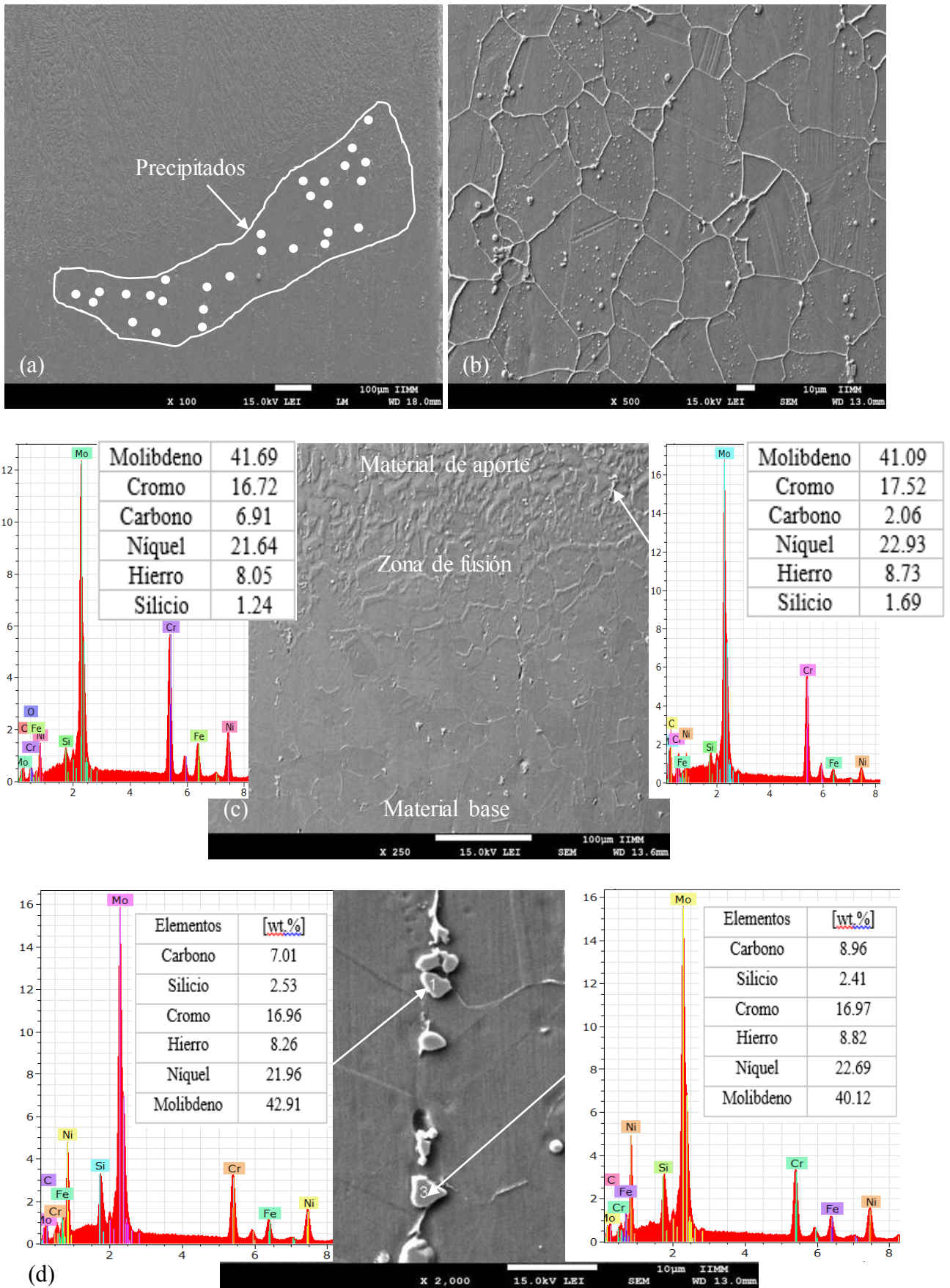


Figura 3.19. Análisis químico EDS, mediante microscopia electrónica de barrido en la ZAT de la unión tipo A.

Inspeccionando la zona de fusión (figura 3.19. c), se puede percibir que tanto en el material base como en el material de aporte, se generaban partículas similares a las vistas en la zona de crecimiento de grano (ZCG); por lo que al hacer varios análisis químicos puntuales, se pudo deducir que se trataba de carburos ricos en cromo del tipo M_6C .

Morfológicamente, las partículas precipitadas en la ZCG, eran bastante similares a las partículas vistas en el HXUP; por lo que, al realizar el análisis químico de varias partículas mediante EDS, se obtuvieron tablas con el porcentaje de composición y los difractogramas de éstas, donde las cantidades de molibdeno y carbono eran altas como las reportadas en las partículas vistas en el HXUP, lo que permite asumir, que los precipitados de esta unión, al igual que los precipitados en el material utilizado previamente, son carburos del tipo M_6C (ricos en molibdeno), en la figura 3.19 (c) se muestran algunas de las partículas analizadas, así como su difractograma y el porcentaje de composición obtenido del análisis puntal en cada partícula seleccionada.

3.3.2. Microestructura de la unión soldada tipo B.

Este tipo de unión presenta tres microestructuras diferentes; ya que, algunas placas fueron soldadas y examinadas sin tratamiento térmico, otras fueron sometidas a un tratamiento térmico de solubilizado antes de soldarlas y el resto fueron sometidas a un tratamiento térmico de postsoldadura.

3.3.2.1. Microestructura de la unión B sin tratamiento térmico.

El estudio microestructural de las placas de Hastelloy X con uso previo que fueron soldadas sin ningún tratamiento térmico, exhibieron variaciones muy notables en la zona de crecimiento de grano, generando zonas donde los granos que las conformaban eran mayores a $250\mu m$, menores a $150\mu m$ o una mezcla de ambos, por lo que se midieron alrededor de 500 elementos por unión soldada, obteniendo así un tamaño de grano promedio de $143\mu m$ y una desviación estándar de $74\mu m$; además se percibió que el calor aportado durante el procedimiento de soldadura, redujo de 8-10% la cantidad de partículas en la zona de crecimiento de grano, pero en las zonas adyacentes a ésta, la cantidad de partículas presentes no mostraba ninguna variación, siendo esto, un factor importante para que la resistencia de esta unión soldada pueda generar buenos resultados a la hora de someterla a los esfuerzos.

Lo antes mencionado, lo corrobora Xin Ye[30], en una soldadura de Inconel 718 realizada mediante el proceso GTAW, donde el material base utilizado para este experimento, contenía una gran cantidad de carburos y un tamaño de grano promedio relativamente pequeño, y al

aplicar la soldadura con diferentes parámetros pudo percibir, que al aumentar el calor de aporte durante el procedimiento, la cantidad de carburos disminuía numerosamente, pero así mismo aumentaba el tamaño promedio de grano.

Al examinar la ZCG en algunas micrografías en este tipo de unión, se observó que existían grandes diferencia tanto en el tamaño de grano como en la cantidad de partículas que estaban presentes; por lo que, se hicieron mediciones manuales de algunos granos y un conteo de partículas en secciones aleatorias para establecer algunas comparativas. En la figura 3.20 (a y c), se puede observar claramente que hay granos con diámetros que van desde los $150\ \mu\text{m}$ hasta los $450\ \mu\text{m}$, por otro lado en las micrografías de la figura 3.20 (b y d) se tiene que el rango de diámetro de grano va de los 100 a los $250\ \mu\text{m}$; teniendo un diámetro de grano más fino en las ZCG de la figura 3.20 (b y d); sin embargo, la precipitación de partículas en la ZCG de las micrografías de la figura 3.20 (a y c), son menor en un 17.9%, a los precipitados exhibidos en la ZCG de la figura 3.20 (b y d).

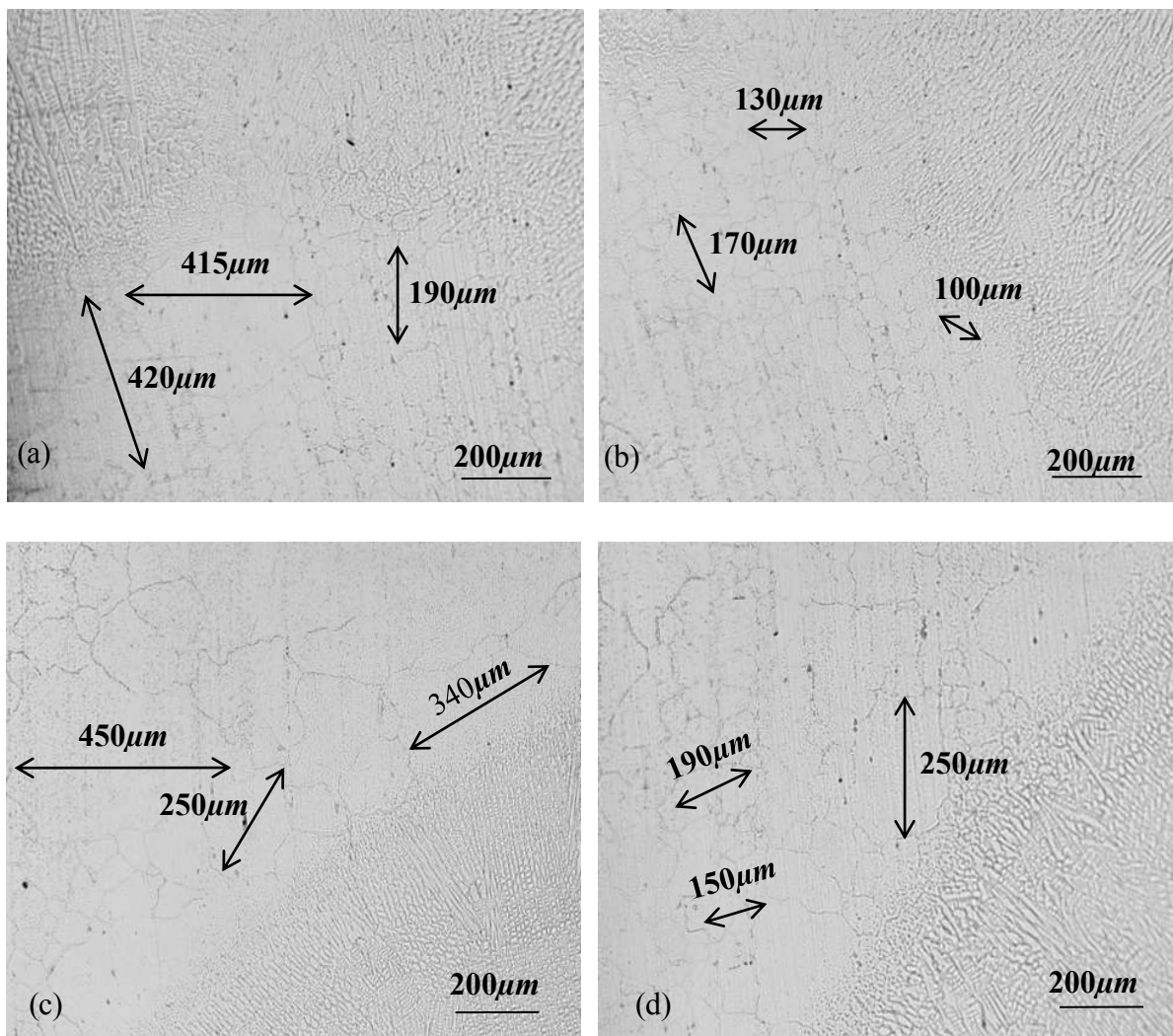


Figura 3.20. Microestructura de la zona de crecimiento de grano (ZCG) en las uniones del Hastelloy X utilizado previamente.

Para el estudio de las partículas que se mostraban en la ZCG con granos de mayor tamaño, así como los de grano menor, se examinaron las piezas mediante MEB, y aplicando análisis químicos EDS, se obtuvo que en la ZCG, siguieron presentes los carburos del tipo M_6C y $M_{23}C_6$, tal como se muestra en la figura 3.21.

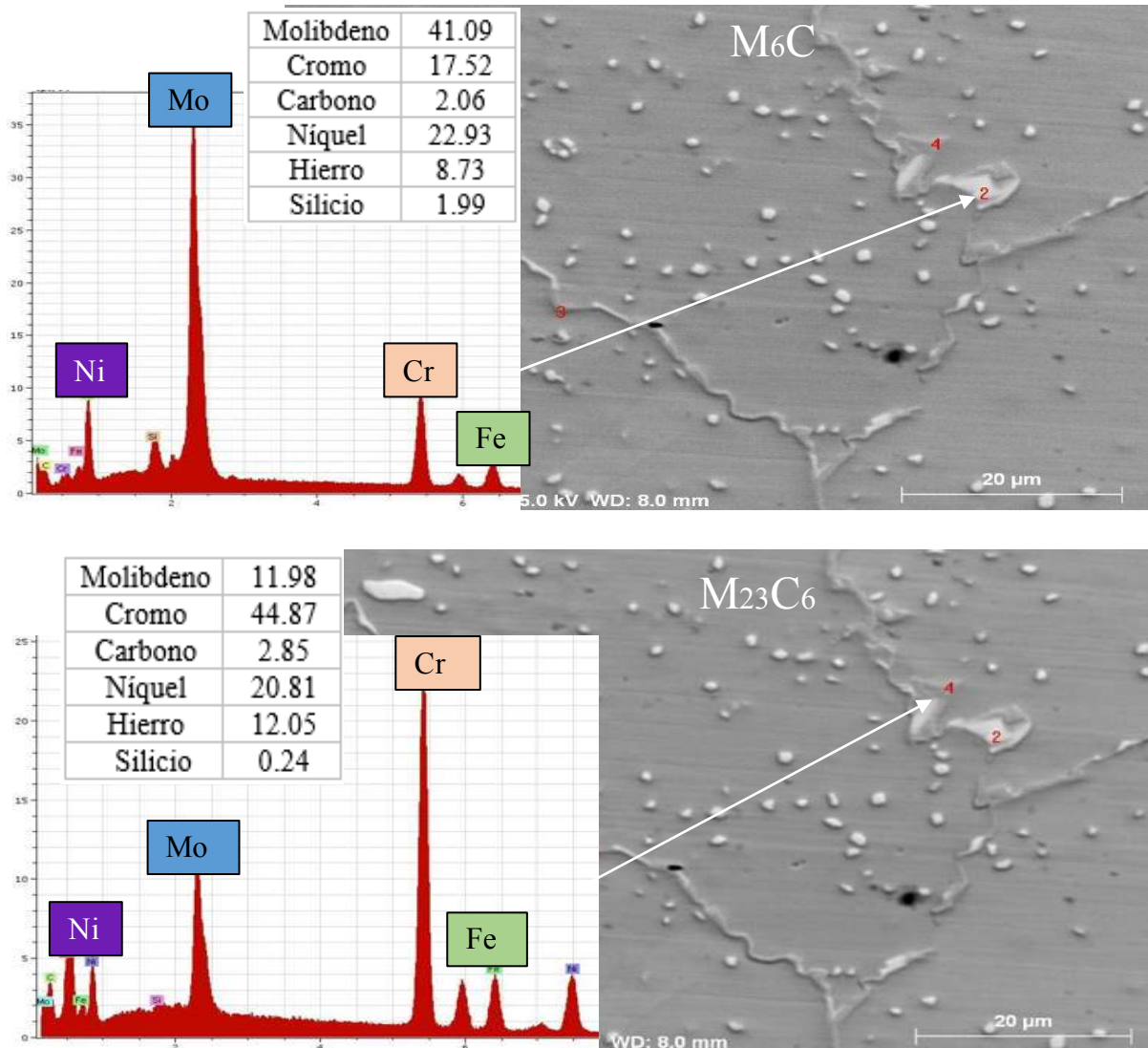


Figura 3.21. Análisis químico EDS, mediante microscopía electrónica de barrido en la ZAT de la unión tipo B sin tratamiento térmico.

3.3.2.2. Microestructura de la unión B con tratamiento térmico de solubilizado.

La microestructura de la unión B, con tratamiento térmico de solubilizado previo a la soldadura, no manifestó cambios apreciables en las dimensiones de los granos que se encuentra en la ZAT; ya que, el diámetro promedio de grano estaba en $297\mu m$ y la desviación estándar en $145\mu m$, como los granos siguen con los mismos diámetros que se tuvieron en el material base después del tratamiento térmico. La microestructura de esta unión soldada,

mantuvo el tamaño de grano en toda la ZAT, y en la ZCG los diámetros permanecen entre los 150 y 450 μm , tal como se observan en la figura 3.22 (a). Lo que indica que el calor aportado por el proceso de soldadura, no modifico en mayor grado las dimensiones de la microestructura del material base en la ZAT al realizar la unión.

Observando la interfase del material base con el material de aporte, se identificaron varios precipitados a lo largo de ésta, tal como se muestran en la figura 3.22 (b), analizando las partículas, se encontró semejanza a las que se presentaron en la microestructura de la **unión A**; aunque, la cantidad en las que se presentan en esta unión, es mucho menor, pero en las uniones soldadas del tipo A, no se habían generado partículas dentro del cordón de soldadura, como hasta ahora.

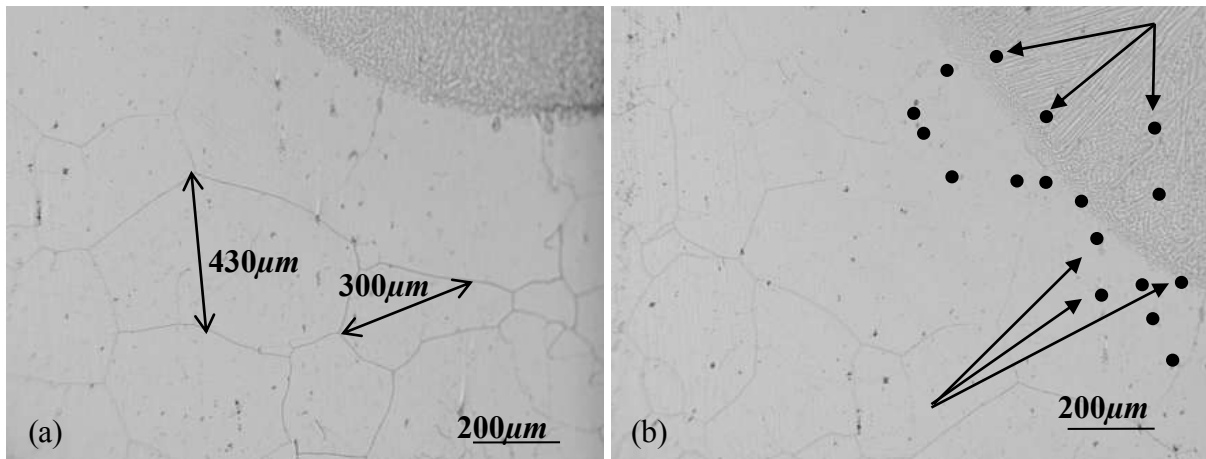


Figura 3.22. Microestructura de la unión soldada tipo B con tratamiento térmico previo al proceso de soldadura.

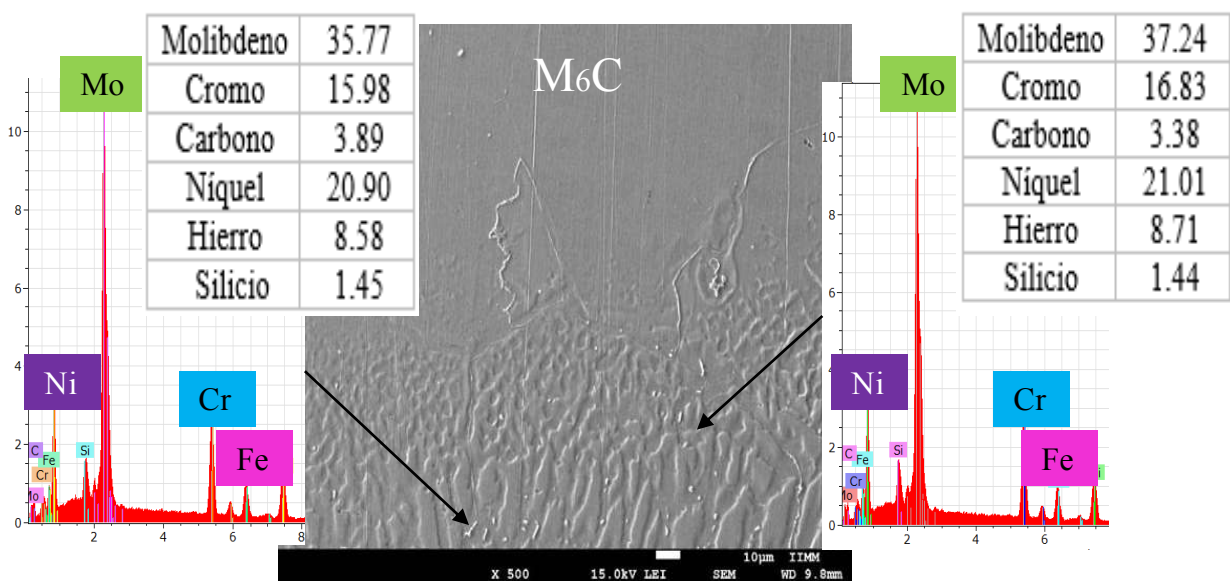


Figura 3.23. Análisis químico EDS, mediante microscopia electrónica de barrido en la ZAT de la unión tipo B con tratamiento térmico de solubilizado.

Para analizar y comparar las partículas precipitadas en esta unión con las precipitadas en la unión tipo A, se examinaron las muestras mediante microscopía electrónica de barrido, aplicando análisis químico (EDS), en los precipitados de la interfase de soldadura (figura 3.23), los cuales arrojaron resultados como los obtenidos en la unión tipo A; por lo que se puede decir que se trata de carburos M_6C (ricos en molibdeno).

3.3.2.3. Microestructura de la unión B con tratamiento térmico de postsoldadura.

En la unión soldada B con tratamiento térmico de postsoldadura, los cambios microestructurales fueron muy notorios en comparación con la unión soldada B sin tratamiento térmico, ya que en las micrografías tomadas en esta unión se puede observar una leve reducción en el tamaño de grano que está dentro de en la zona de crecimiento de la ZAT por el procedimiento de soldadura, se disminuyó la cantidad de partículas precipitadas que se encontraban presentes en esta zona y se localizó la formación de maclas en algunos de los granos que componen las diferentes zonas de la ZAT, tal como se muestra en la figura 3.24.(a).

Para realizar la comparación del tamaño promedio de grano en la **unión B** con tratamiento térmico de postsoldadura, se midieron 375 granos en 3 piezas diferentes, obteniendo un tamaño promedio de grano de $135\mu m$ y una desviación estándar de $73\mu m$, tal como se muestra en la **Figura 36 (b)**, además para tener un valor aproximado al número de precipitados que solubilizaron durante el tratamiento térmico, se realizó un conteo de las partículas presentes en la ZAT de esta unión y un conteo de las partículas presentes en la ZAT de la unión B sin tratamiento térmico, obteniendo como resultado, una disminución de partículas en un 58.7% para las uniones con tratamiento térmico de postsoldadura.

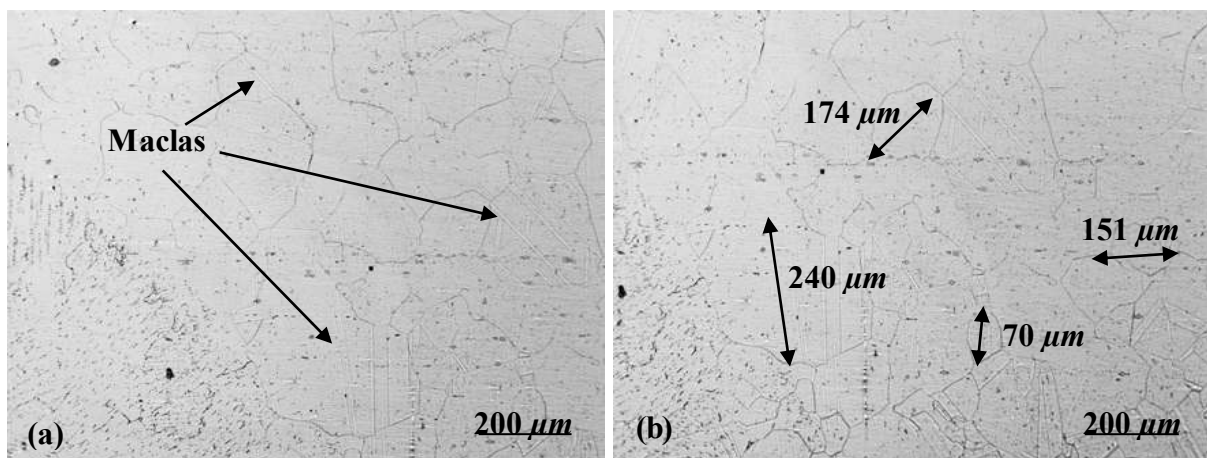
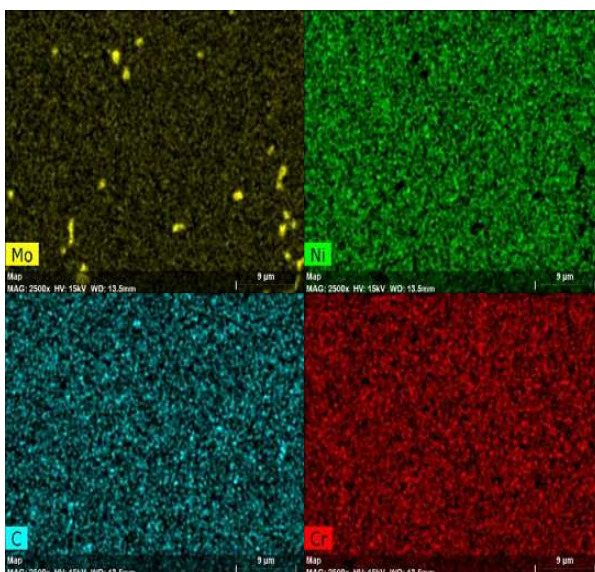
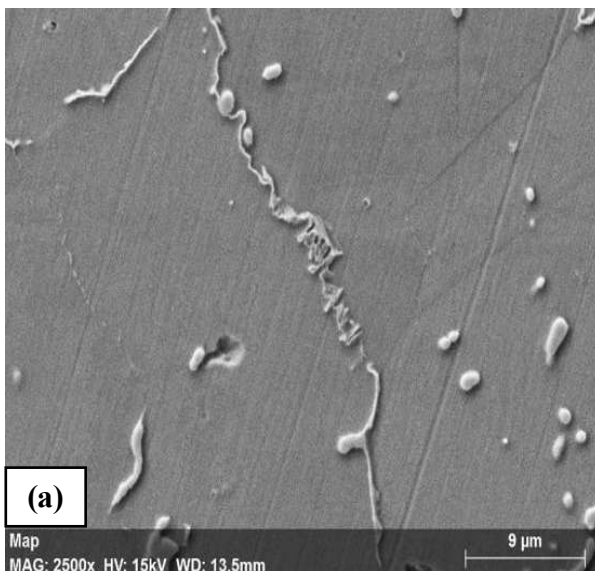


Figura 3.24. Micrografía de las uniones soldadas B con tratamiento térmico de postsoldadura.

Analizando las muestras mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), se percibió que las uniones soldadas presentaba una gran cantidad de partículas precipitadas en el cordón de soldadura, y aunque esto se había suscitado anteriormente en las uniones soldadas con tratamiento de solubilizado, la cantidad de partículas que precipitaron en el cordón de esta unión fue superior.

La apariencia de las partículas precipitadas en el cordón de soldadura, se asemejaban en morfología a los carburos M_6C registrados anteriormente en las figuras 3.19, 3.21 y 3.23; por lo que, al aplicar varios mapeos químicos, en algunas secciones del cordón de las muestras analizadas, el resultado que se obtuvo, constó en partículas que estaban formadas un porcentaje alto de molibdeno y una cantidad considerable de carbono, cromo y níquel, componentes principales del carburo M_6C . En la figura 3.25 (a), se pueden ver las partículas y la forma en la que están compuestas elementalmente.



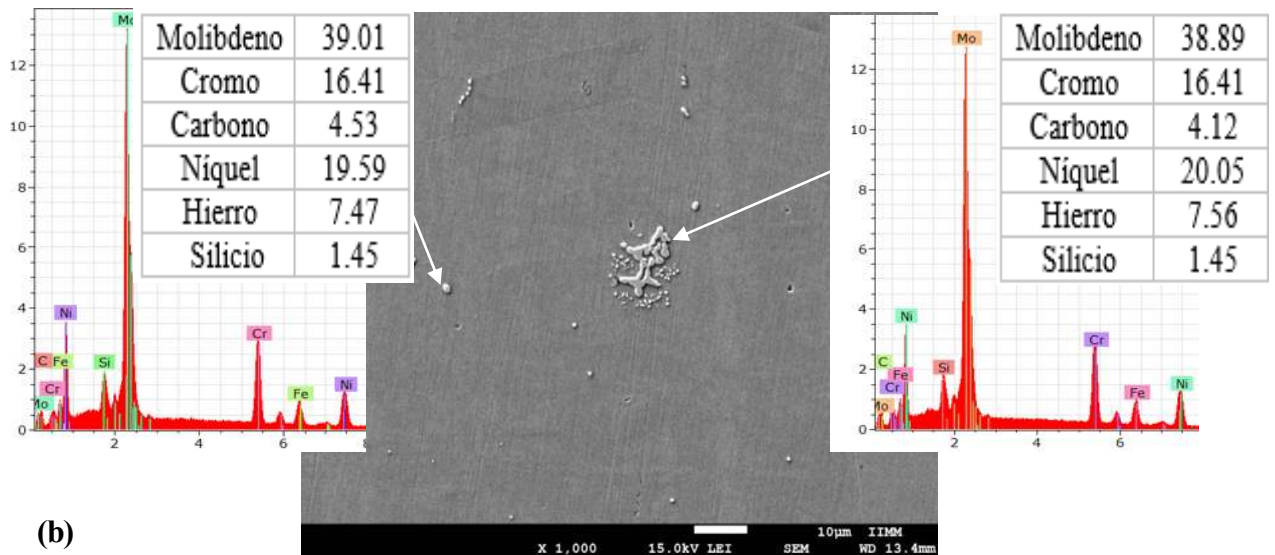


Figura 3.25. Análisis químico EDS, mediante microscopía electrónica de barrido en la ZAT de la unión tipo B con tratamiento térmico de postsoldadura.

Las partículas localizadas en la zona de crecimiento de grano, también fueron analizadas químicamente, pero por puntos, debido a que algunas tenían morfología diferente a las partículas antes vistas, en la figura 3.25 (b), se muestran algunas partículas analizadas, las cuales estaban compuestas por grandes cantidades de molibdeno y carbón; por lo que, se puede asumir que se trata de más carburos del tipo M_6C , los cuales como se ha visto hasta ahora, son muy comunes en el Hastelloy X, al llevar al material a una temperatura superior a los 550 °C.

3.3.3. Microestructura de la unión soldada tipo C.

La **unión C**, compuesta por HXUP y HXSU, fue la unión más conflictiva; ya que, desde la preparación de junta, el procedimiento de soldadura y el ataque electrolítico para revelar su microestructura, tuvo más irregularidades por la morfología, espesor y condición de los materiales base utilizados; no obstante, el comportamiento de la microestructura de esta unión, no exhibió grandes cambios en la microestructura del HXSU (figura 3.26. a), pero, en el HXUP los cambios fueron sumamente notorios; tales como, diámetro de grano menor en la ZCG menor que en las uniones tipo A y B, sobre ataque en la microestructura, debido al tiempo de exposición al reactivo y una solubilización de partículas en los granos adjuntos al cordón de soldadura, tal como se aprecia en la figura 3.26 (b).

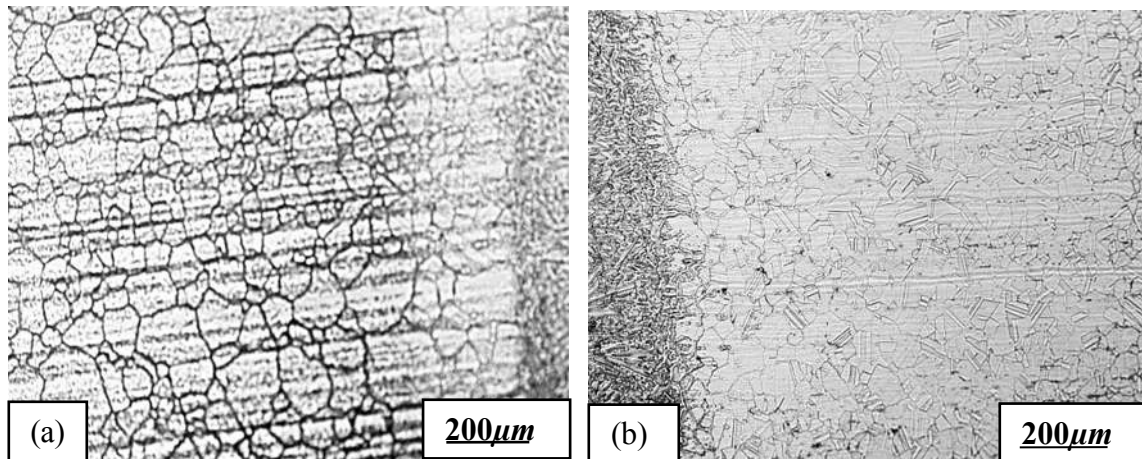
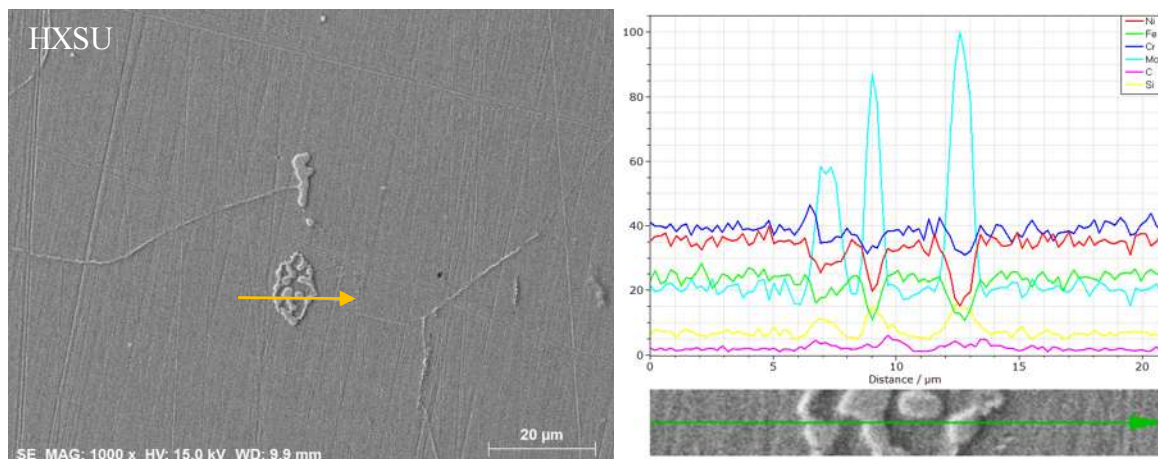


Figura 3.26. Micrografía de las uniones soldadas del tipo C.

Al analizar ambos materiales base de la **unión C**, mediante MEB, el HXSU mostró algunas partículas precipitadas de distinta morfología (figura 3.25), a las vistas en la **unión A** (figura 3.19), las cuales, al analizarse químicamente mediante EDS, mostraron composiciones elementales similares a los carburos del tipo M_6C , presentes en todas las uniones soldadas de Hastelloy X, principalmente a lo largo de la ZCG.

Para el HXUP, al examinar la ZAT, no se encontraron partículas de morfología extraña o diferentes a las vistas en material base antes de aplicar la soldadura, lo que si fue inesperado, fue la reducción en un 46% de los carburos presentes en los granos adyacentes al cordón de soldadura, los cuales se analizaron químicamente y resultaron ser carburos del tipo M_6C solamente (figura 3.25), en esta parte de la ZAT, ya no había la presencia de carburos del tipo $M_{23}C_6$ (ricos en cromo), como los había en el material base antes de ser soldado, pero al avanzar hacia la zona de recristalización, los carburos ricos en cromo volvían a aparecer en cercanos al borde de grano.



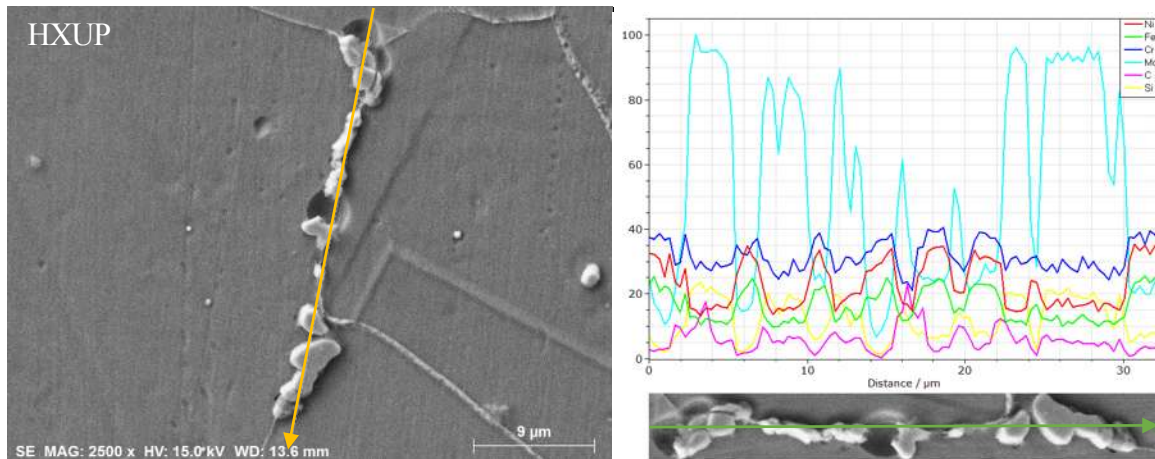


Figura 3.27. Análisis químico EDS, mediante microscopía electrónica de barrido en la ZAT del HXSU y del HXUP en la unión tipo C.

3.4. Ensayo de tensión aplicado a las uniones soldadas.

Los ensayos realizados en las uniones soldadas de Hastelloy X (A, B y C), permitieron observar la resistencia a la tensión y la elongación de cada unión soldada, mostrando la ubicación y los mecanismos de fractura presentes en cada unión.

3.4.1. Ensayo de tensión para las uniones soldadas del tipo A.

Para la unión A, se llevaron a cabo 8 ensayos de tensión, aplicando carga a cada una de las probetas hasta fracturarlas completamente. La fractura en esta unión se localizó en el material base, pero a una distancia bastante cercana al cordón de soldadura, exhibiendo una fractura mixta (dúctil-frágil) con mecanismos de fractura transgranular con formación de microcavidades (figura 3.28. b), además se pudieron detectar partículas con grandes contenidos de cromo y níquel; pero, con un contenido en carbono y molibdeno pobre (figura 3.28. c), por lo que se puede decir que son los intermetálicos que constituyen la microestructura del material base, previo al aplicar la soldadura.

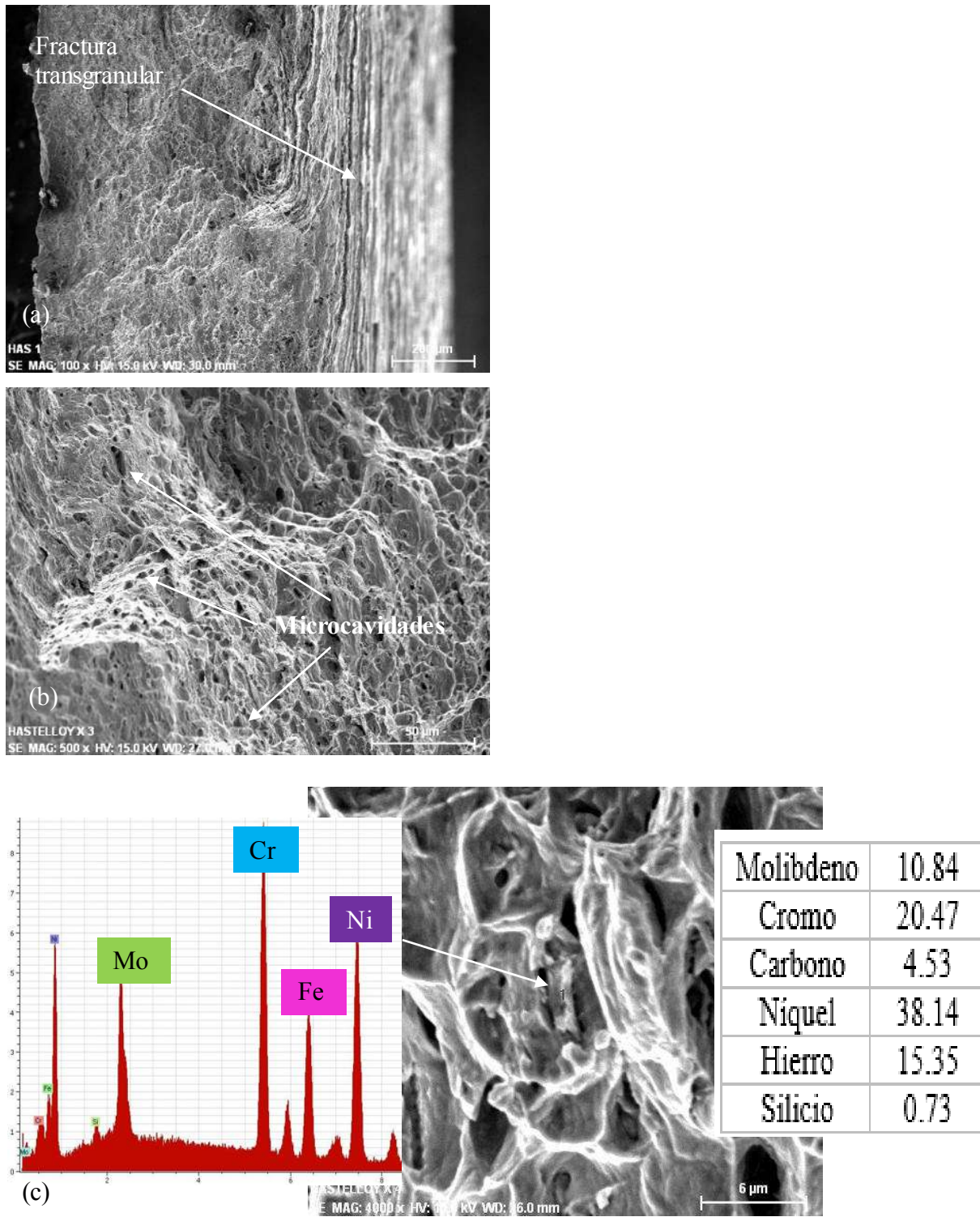


Figura 3.28. Análisis de la fractura mediante MEB en las probetas sometidas a tensión de la unión soldada tipo A.

La resistencia a la tensión y el porcentaje de elongación de cada ensayo, fue sumado y promediado entre el número total de probetas ensayadas, arrojando como resultado promedio, una resistencia a la tensión de 526.8 MPa y una elongación del 33 %, las curvas generadas,

así como los valores a los cuales se generó la fractura en cada probeta se muestran en la figura 3.28 (c).

Los resultados obtenidos durante los ensayos en esta unión soldada (figura 3.29), presentaron comportamientos aceptables en la mayoría de los casos; sin embargo en algunos otros, el comportamiento no fue similar, lo cual pudo haber sido causa de la distorsión que se generó en durante el procedimiento de soldadura. Factor que posiblemente redujo la resistencia y la elongación; ya que al aplicar el esfuerzo durante el ensayo, éste actuaba como esfuerzo cortante y no como como esfuerzo normal, ocasionando una mayor movilidad de dislocaciones en zona de crecimiento de grano del metal base, promoviendo en mayor forma el agrietamiento.

Por otra parte, el agrietamiento en la ZCG, exhibido en la mayoría de las superaleaciones níquel, se da por la precipitación partículas segregadas en dicha zona, las cuales, producen una licuación constitucional durante el proceso de soldadura, debido a las ricas cantidades de elementos aleantes que contienen este tipo de materiales, generando una fácil movilidad de grieta, a través de estas partículas [31], causando la fractura a una distancia cercana del cordón de soldadura.

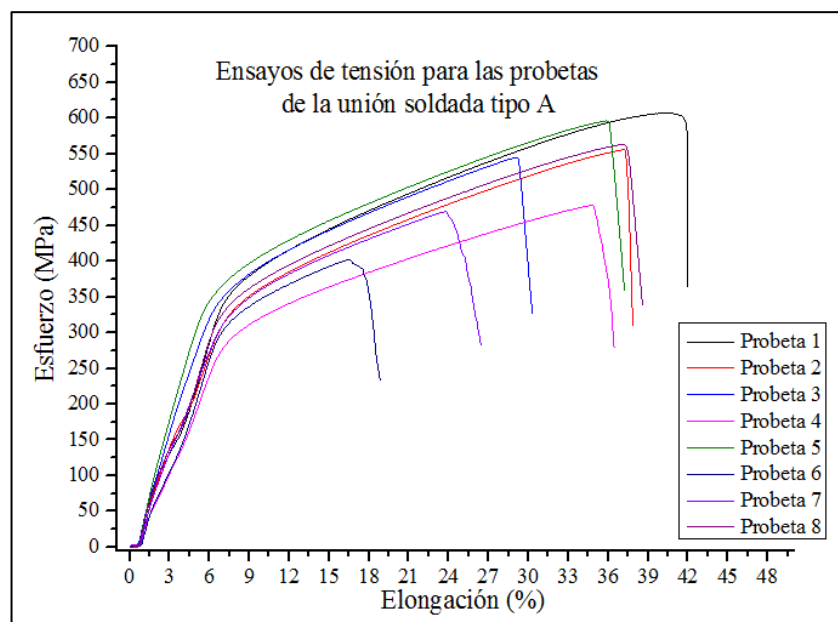


Figura 3.29. Diagrama esfuerzo-deformación de los ensayos de tensión aplicados a las probetas de la unión soldada tipo A.

3.4.2. Ensayos realizados en las probetas de la unión B sin tratamiento térmico.

Para las placas de la **unión B** sin tratamiento térmico, se llevaron a cabo 4 ensayos de tensión, en los cuales, la fractura ocurrió en el material base, a una distancia de 2 a 3 mm respecto al

borde entre el metal base y metal de aporte, lo cual era de esperarse; debido a la solubilización de carburos que exhibía esta unión en la zona de crecimiento de grano.

Al examinar la fractura en cada una de las probetas ensayadas, se pudo observar que la fractura era dúctil en tres de los casos y frágil solo en uno de ellos. Los mecanismos de fractura en las probetas analizadas, resultaron ser intergranulares y con formación de microcavidades, tal como se aprecia en la figura 3.30 (a y b), además, se detectaron varias partículas incrustadas en las microcavidades del material, las cuales al ser analizadas químicamente, se identificaron como carburos ricos en molibdeno (M_6C) y de carburos ricos en cromo ($M_{23}C_6$) tal como se muestra en la figura 3.30 (c).

La formación de carburos y segundas fases, son la principal fuente de activación energética de dislocaciones en el Hastelloy X; ya que, al combinarse la energía de migración (difusión entre los solutos de cromo, hierro, molibdeno y cobalto con la matriz), con la energía formada por las vacancias (interacción de las dislocaciones existentes con los átomos de soluto), generando una mayor deformación plástica en el material, al someterlo a cualquier tipo de esfuerzos[25].

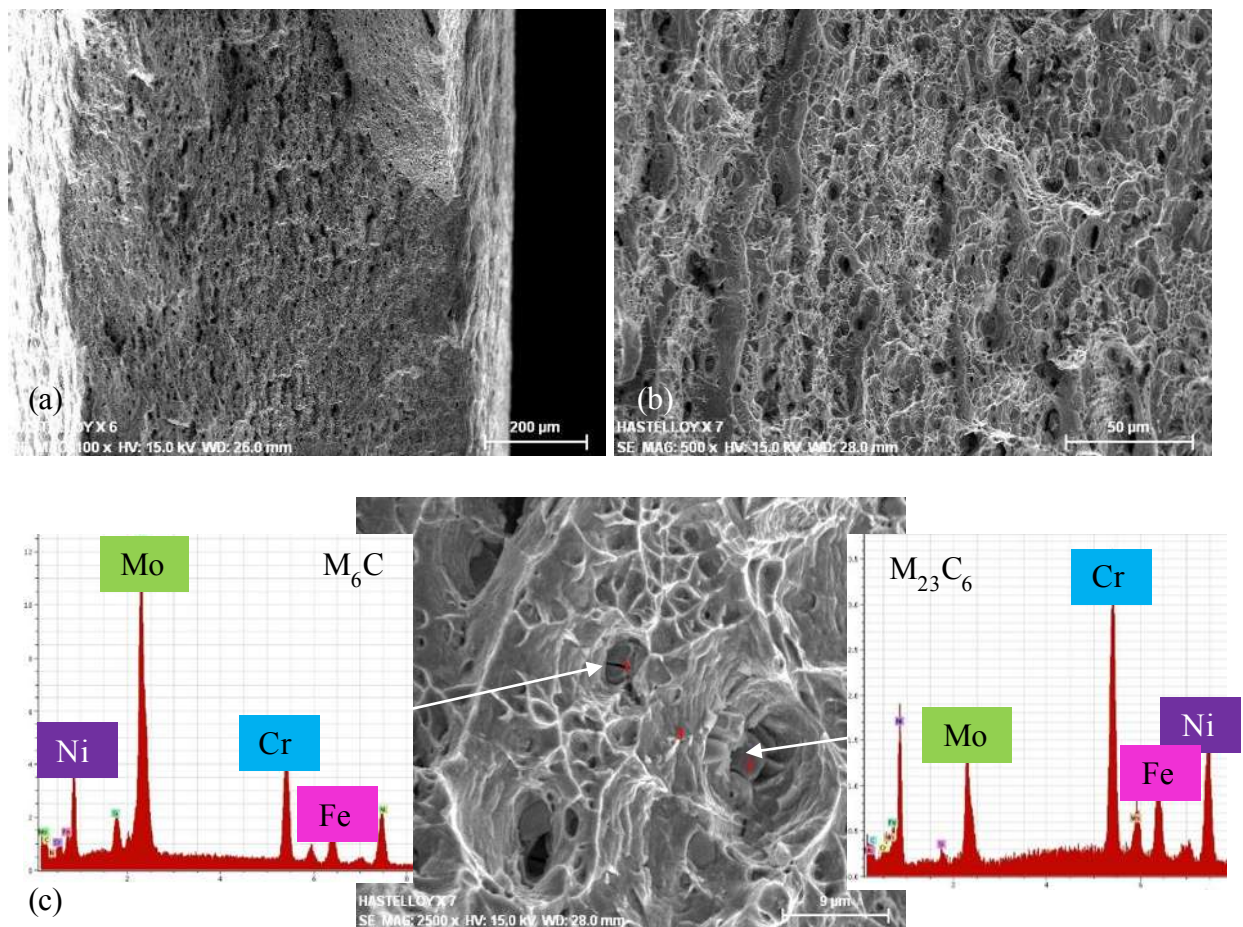


Figura 3.30. Análisis de la fractura mediante MEB en las probetas sometidas a tensión de la unión soldada tipo B sin tratamiento térmico.

Los resultados de resistencia a la tensión y elongación, para cada probeta ensayada fueron graficados en las curvas de la figura 3.31, donde se puede observar que el promedio de la resistencia a la tensión fue de 470.2 MPa y la elongación promedio obtenida en esta unión fue del 30.6%.

Las condiciones de fractura y los datos obtenidos en las probetas ensayadas, pueden atribuirse; a que, el diámetro de grano presente en el lugar de la fractura, era menor al visto en la ZCG, pero al tener una cantidad mayor de carburos ricos en cromo y molibdeno, esta zona presentaba una mayor energía de activación de dislocaciones, las cuales, al aplicar la carga en las probetas, aumentaron la deformación plástica en la zona fracturada, permitiendo al material soportar una cantidad de esfuerzo menor a las probetas de la unión A.

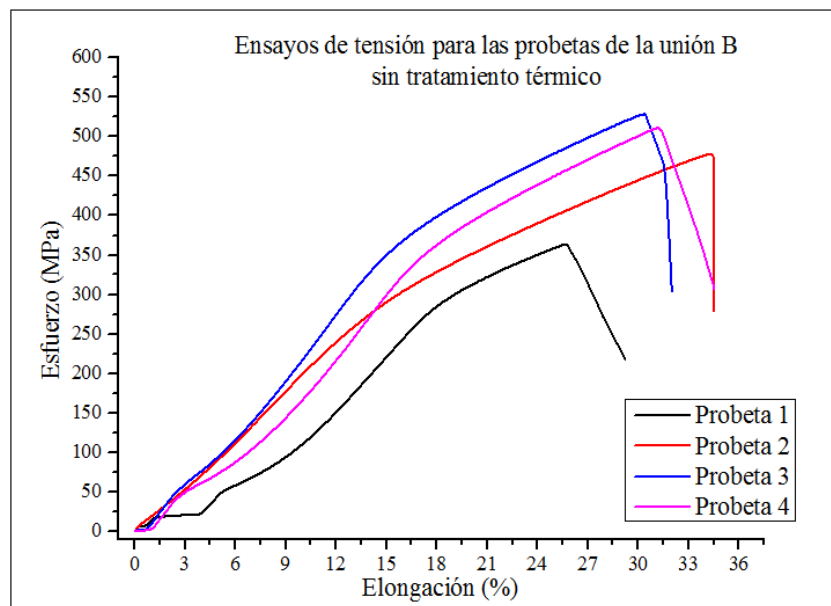


Figura 3.31. Diagrama esfuerzo-deformación de los ensayos de tensión aplicados a las probetas de la unión soldada tipo B sin tratamiento térmico.

3.4.3. Ensayos realizados en las probetas de la unión B con tratamiento térmico de solubilizado.

Para la **unión B** con tratamiento térmico de solubilizado, se llevaron a cabo 3 ensayos de tensión, en los cuales se observó, que el tipo de fractura era dúctil y se generaba de 1 a 2 mm del metal de aporte, específicamente en la ZCG, lugar donde se identificó la precipitación de carburos del tipo M_6C , tanto dentro como en el borde de grano. Los carburos y bordes de grano identificados en esta zona, eran de menor tamaño que los vistos en las otras uniones soldadas, pero al parecer; como, los diámetros de grano eran de mucho mayor tamaño y gran parte de los precipitados se solubilizaron durante el tratamiento térmico aplicado al material antes de soldarlo, el movimiento de las dislocaciones a través de los granos era mayor,

permitiéndoles llegar a los bordes de grano con mucha facilidad y en mayor cantidad, causando mayor deformación plástica en esta zona, hasta fracturar el material. Los mecanismos de fractura en las probetas de esta unión ensayadas, fueron intergranulares, en donde se puede percibir la presencia de pequeños carburos del tipo M_6C (ricos en molibdeno), tal como se aprecia en la figura 3.32.

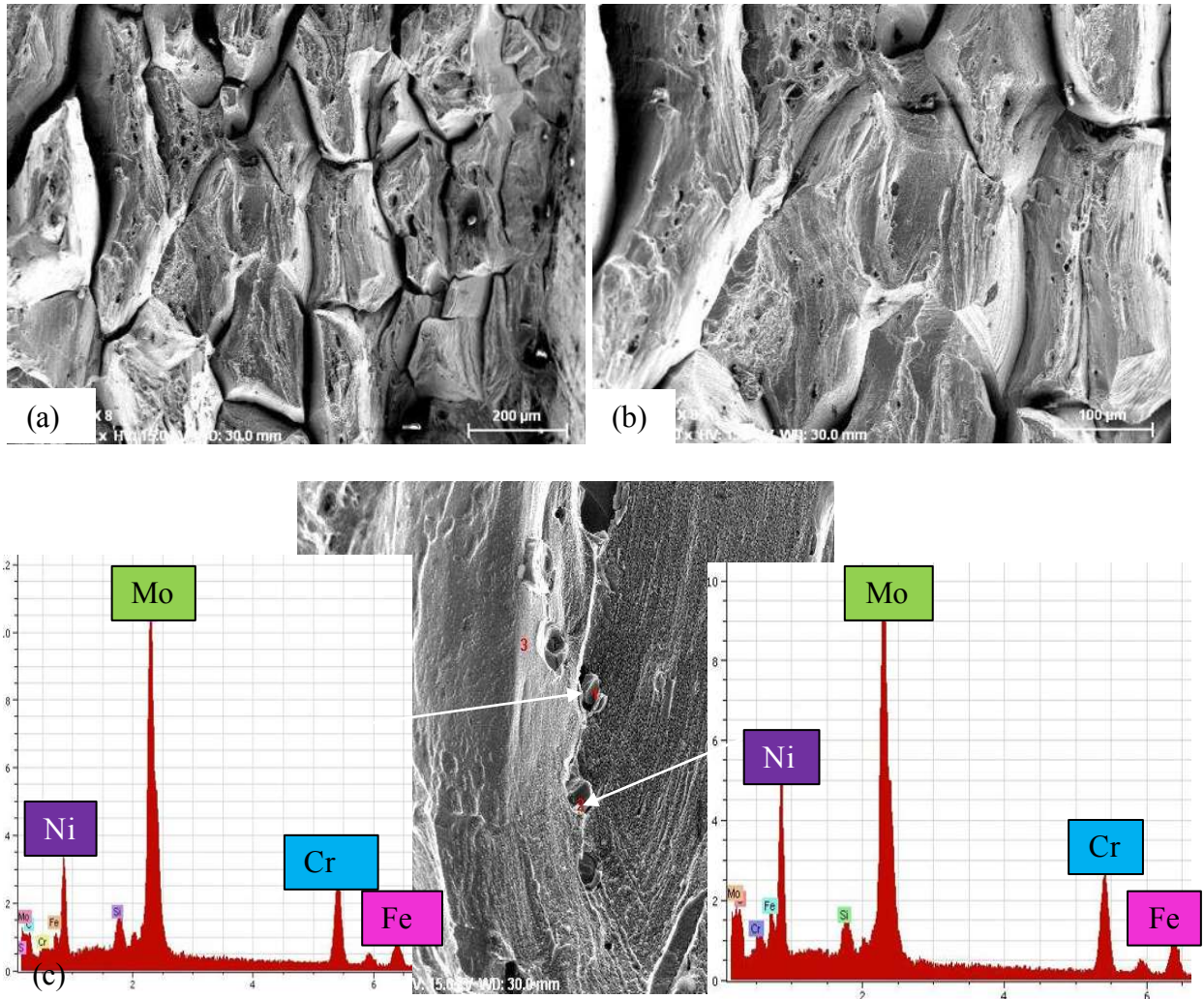


Figura 3.32. Análisis de la fractura mediante MEB en las probetas sometidas a tensión de la unión soldada tipo B con tratamiento térmico de solubilizado.

Los resultados de la resistencia a la tensión y porcentaje de elongación para cada probeta ensayada, se muestran en las curvas de la figura 3.33, de la cual se obtuvieron los valores promedio para la resistencia a la tensión y el porcentaje de elongación de 463 MPa y 41% respectivamente.

El porcentaje de elongación en esta unión, fue relativamente alto, pero la resistencia a la tensión no lo fue; ya que conforme aumento la carga, la deformación plástica fue incrementando hasta generar la fractura intergranular, y como se sabe que los mecanismos

que promueven la fractura en las superaleaciones base níquel, son el incremento de microcavidades y microgrietas [32], se puede suponer que las dislocaciones, al poderse mover con mayor libertad por la falta de precipitados que obstruyeran su camino, llegaron hasta los bordes de grano, en donde al encontrarse con los carburos del tipo M_6C y el aumento de la carga, el HXTTS, se generó mayor deformación plástica, pero con un esfuerzo menor al visto en los otros ensayos.

La resistencia a la tensión en esta unión, puede ser que sea la necesaria para las reparaciones que se pretenden llevar a cabo en las piezas de esta superaleación, y la deformación plástica que se produce al aplicar una carga, tal vez sea óptima el trabajo que va desempeñar.

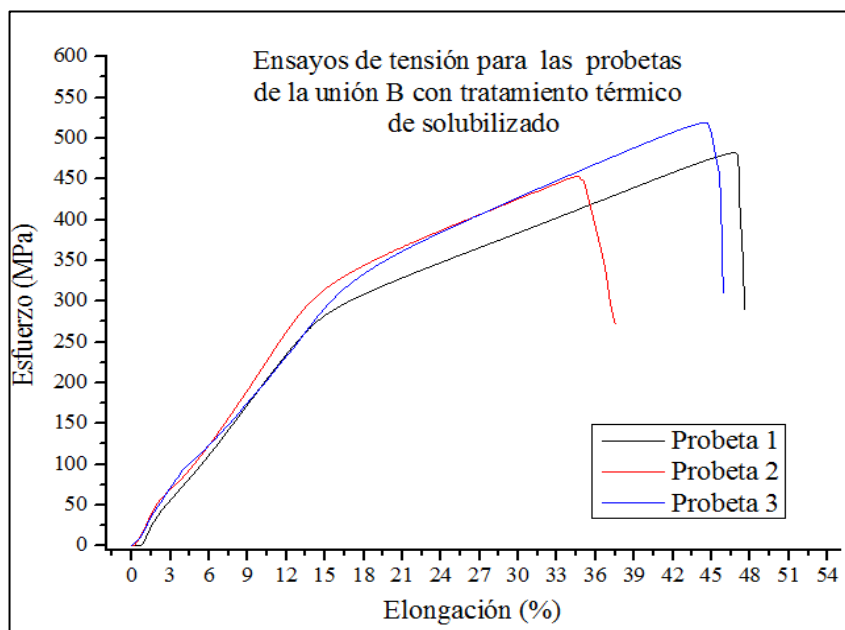


Figura 3.33. Diagrama esfuerzo-deformación de los ensayos de tensión, aplicados a las probetas de la unión soldada tipo B, con tratamiento térmico de solubilizado.

3.4.4. Ensayos realizados en las probetas de la unión B con tratamiento térmico de postsoldadura.

Para la **unión B** con tratamiento térmico de postsoldadura, se llevaron a cabo 3 ensayos de tensión, en los cuales, la fractura dúctil ocurrió en el material base, a una distancia de no más de 2 mm respecto al borde del cordón de soldadura, comportamiento inesperado, ya que la cantidad de carburos y diámetro de grano presentes en la ZCG, era menor que los vistos en las uniones soldadas del HXUP.

Los mecanismos de fractura transgranulares y formación de microcavidades, fueron los causantes de la ruptura de las probetas ensayadas, las cuales, presentaron rasgos muy similares a los vistos en las fractografías de la unión soldada del HXUP (figura3.34), donde la

presencia de carburos M_6C y maclas en la ZCG, complicaron en cierta cantidad, la movilidad de dislocaciones a través del grano; pero, no lo suficiente, ya que, la deformación plástica que se suscita en estos ensayos, también tuvo un importante porcentaje, al igual que las uniones soldadas de HXTTS.

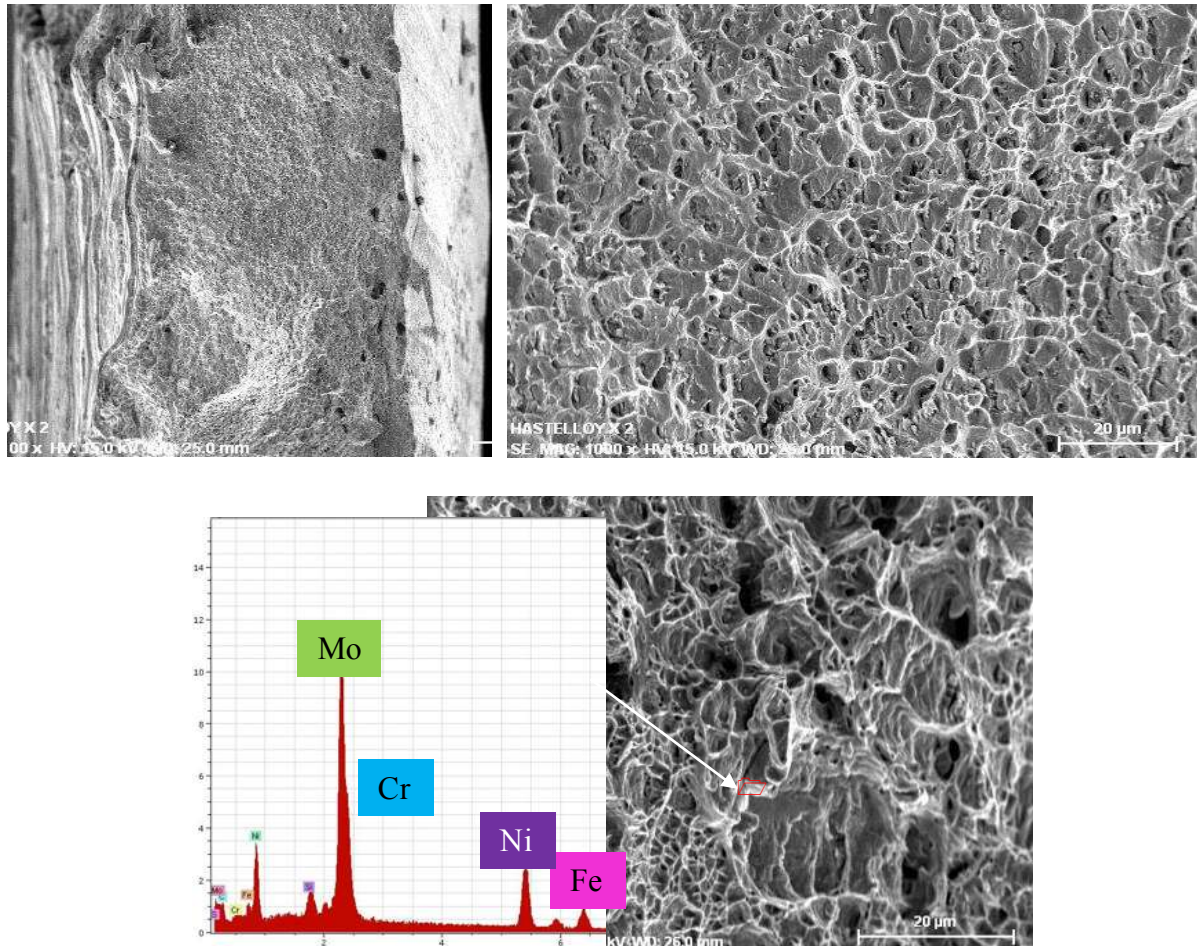


Figura 3.34. Análisis de la fractura mediante MEB en las probetas sometidas a tensión de la unión soldada tipo B con tratamiento térmico de postsoldadura.

Los resultados de la resistencia a la tensión y porcentaje de elongación para cada probeta ensayada, se muestran en las curvas de la figura 3.33, de la cual, se obtuvieron los valores promedio para la resistencia a la tensión y el porcentaje de elongación de 500.1 MPa y 44.8%.

La resistencia a la tensión y la elongación promedio exhibida en esta unión soldada, fue la que presento mejores resultados de las uniones soldadas de Hastelloy X utilizado previamente; debiéndose a que el tratamiento de postsoldadura aplicado en las placas soldadas, redujo el diámetro de grano en la zona de crecimiento y solubilizo un notable porcentaje de carburos, además de generar maclas en la microestructura de todo el metal base, no solo en la ZCG, ayudando a reducir la movilización de dislocaciones en la unión soldada.

El porcentaje de elongación, fue muy comparado al obtenido durante los ensayos del metal solubilizado previo a la soldadura, lo cual, también se atribuye al hecho de haber reducido la cantidad de carburos y la reducción en el tamaño de grano, permitiéndole al metal base, ser más dúctil y poder deformarse plásticamente mejor conforme aumentaba la carga.

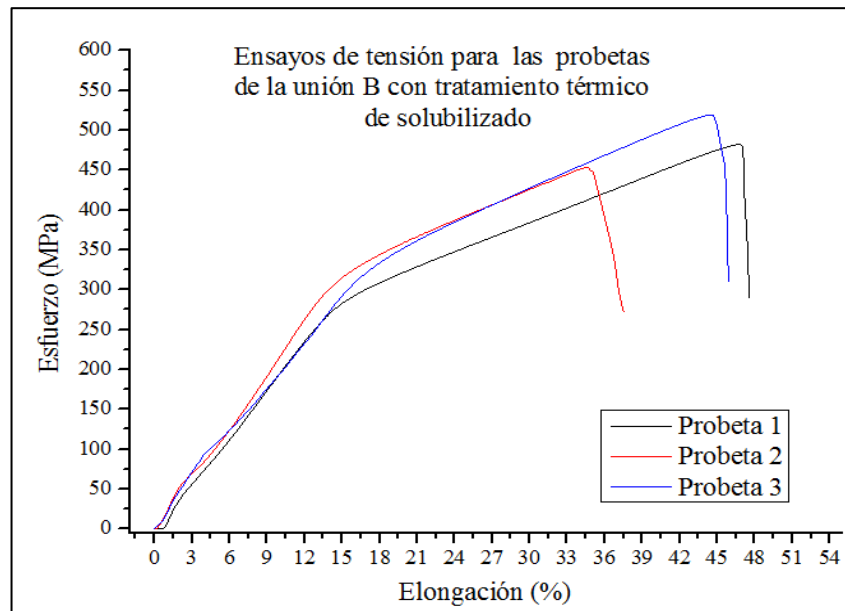


Figura 3.35. Diagrama esfuerzo-deformación de los ensayos de tensión, aplicados a las probetas de la unión soldada tipo B, con tratamiento térmico de postsoldadura.

3.4.5. Ensayos realizados en las probetas de la unión C.

Para la unión C, se efectuaron seis ensayos de tensión, en los cuales la fractura fue dúctil y se generaba en el XHSU, muy cerca del material de aporte, al igual que en las probetas de la unión soldada del tipo A. Los mecanismos de fractura presentes en esta unión, fueron transgranulares con formación de microcavidades, tal como se aprecia en la figura 3.36 (a y b), además, durante la examinación de los mecanismos de fractura, se identificaron partículas ricas en níquel, cromo y hierro (figura 3.36.c), las cuales, podrían ser precipitados intermetálicos o segundas fases del tipo σ , formadas por el aportado durante el procedimiento de soldadura.

Los resultados de las probetas ensayadas, se muestran en las curvas de la **Figura 47**, de las cuales se promedió la resistencia a la tensión y el porcentaje de elongación, obteniendo los valores de 418 MPa y 27% para este tipo de unión.

En esta unión, los resultados que se generaron al ensayar las probetas, fueron demasiado irregulares, debido a que en 4 de las 6 ensayadas, había segmentos donde el HXSU exhibía distorsión; aun y cuando, la unión soldada estuviera aceptable, es decir, que tuviera

penetración y fusión completa. La distorsión generada en las uniones soldadas de este tipo, se trataba de una especie de traslape entre el HXUP y el cordón, defecto que se formaba por la morfología de los metales base y el calor aportado, reduciendo notablemente la resistencia a la tensión y provocando la fractura en el metal base sin uso, a un porcentaje de elongación relativamente bajo; dado que, la carga aplicada en la probeta, en vez de actuar como esfuerzo normal, actuaba como esfuerzo cortante sobre la unión soldada.

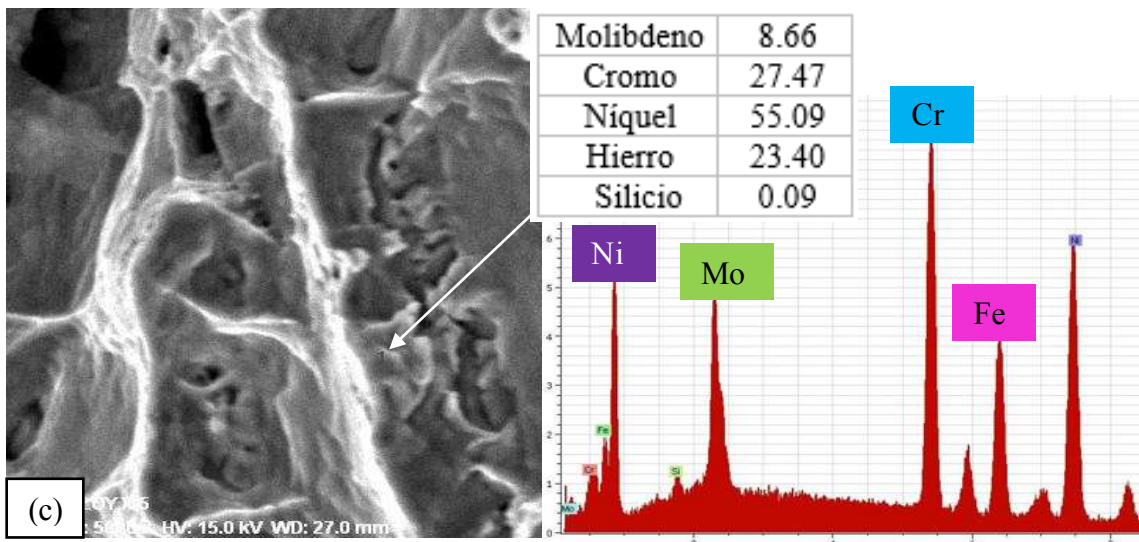
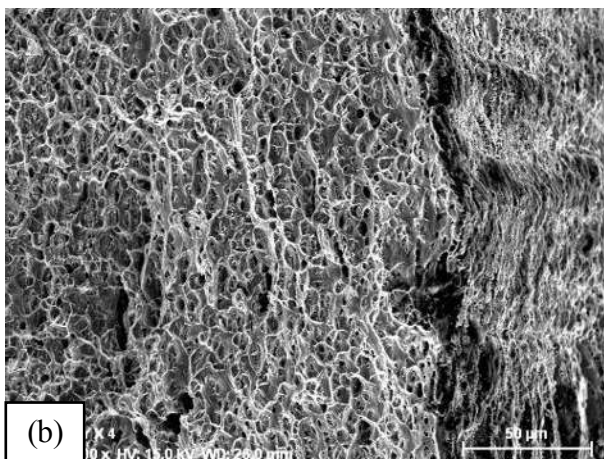
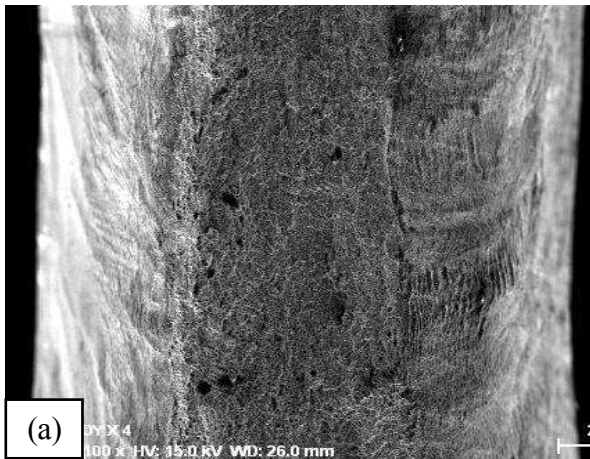


Figura 3.36. Análisis de la fractura mediante MEB en las probetas sometidas a tensión de la unión soldada tipo C.

Otro factor que disminuyó la resistencia a la tensión del HXSU, fue la precipitación de carburos en la ZCG muy pegados al cordón de soldadura, esto debido a que la cantidad de corriente suministrada durante el procedimiento, la cual, no se podía reducir; puesto que, al hacerlo la unión soldada presentaba mayor cantidad de defectos (falta de fusión y penetración), además, se pudo ver, que el HXUP tardaba más tiempo en disipar el calor absorbido durante el proceso, manteniendo al HXSU a una temperatura mayor, durante una extensión de tiempo suficiente para que precipitaran los carburos detectados.

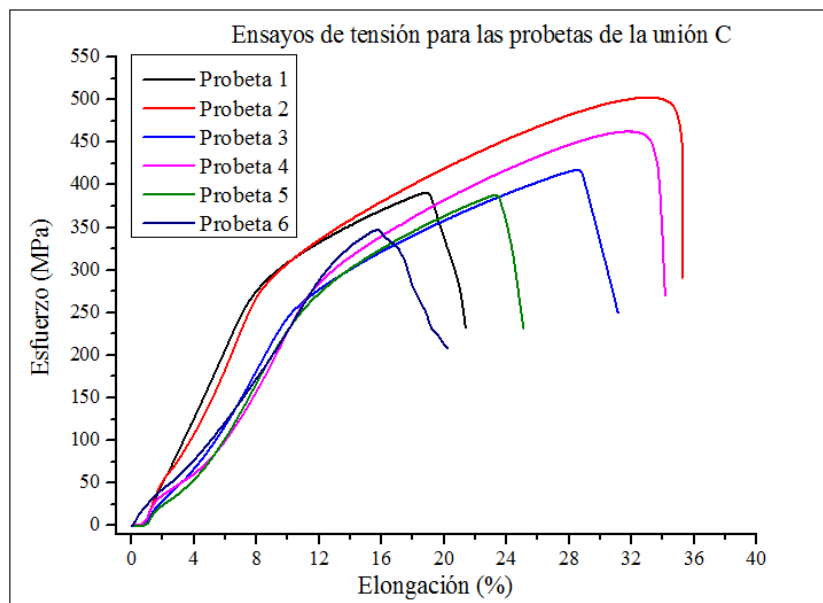


Figura 3.37. Curvas de los ensayos a tensión aplicados en las probetas de la unión C.

3.5. Ensayo de microdureza aplicado a las uniones soldadas.

Este ensayo se realizó en cuatro muestras por cada unión, con la finalidad de conocer la dureza en la zona de crecimiento de grano; ya que es donde precipitan la mayoría de las partículas, al finalizar el procedimiento de soldadura, según la literatura revisada. La medición se llevó a cabo específicamente en la zona de crecimiento de grano, generando las indentaciones en forma ascendente, de la raíz a la cara de la soldadura y tomando una distancia constante entre cada medida.

3.5.1. Microdureza en la unión A.

Las mediciones realizadas en las muestras de la **unión A**, fueron las que reportaron la dureza más alta, debido a factores como tamaño de grano menor, partículas precipitadas en la matriz debidas a los tratamientos térmicos a los que someten a este metal y a los carburos generados por el procedimiento de soldadura. El diámetro de grano promedio en la ZAT de esta unión,

fue el menor; aunque, en algunas zonas donde se realizó la medición de dureza, el grano era de menor diámetro que la indentación hecha por el instrumento, dando valores superiores a los que se tenían cuando la marca se encontraba dentro de un grano de mayor diámetro, además la gran cantidad de precipitados con los que cuenta el material base y los carburos formados después, ayudaron a elevar la dureza en esta zona; a fin de que, el valor de dureza promedio para esta unión fue de $HV_{200} = 333$ con una desviación estándar de 28.5, el comportamiento de la microdureza a través de la zona medida se puede observar en la figura 3.38.

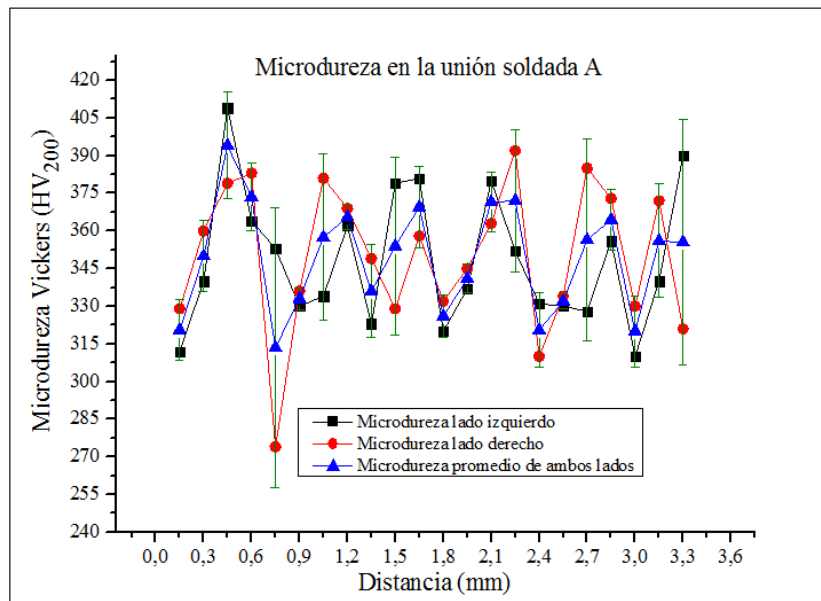


Figura 3.38. Comportamiento de la dureza en la unión A.

3.5.2. Microdureza en la unión B.

Para la **unión B** con y sin tratamiento térmico, las mediciones de microdureza se hicieron en el mismo número de elementos para cada variante, bajo las mismas condiciones; no obstante, los resultados obtenidos en las mediciones, no generaron gran diferencia; aun y cuando, las características en la microestructura de cada muestra tenían rasgos totalmente diferentes.

3.5.2.1. Microdureza en la unión B sin tratamiento térmico.

Para las uniones sin tratamiento térmico, se obtuvo una dureza promedio de $HV_{200} = 218$ y una desviación estándar de 18, el comportamiento de la dureza a través de las muestras analizadas, se observa en la figura 3.39, en el cual, el resultado obtenido en esta unión, se debió a que la ZCG, exhibía granos que alcanzaban los $300 \mu\text{m}$ de diámetro y tenía una cantidad importante de carburos ricos en molibdeno (M_6C) y carburos ricos en cromo ($M_{23}C_6$); por lo que, en este tipo de unión soldada, algunas de las indentaciones hechas por la máquina era más grandes y por consiguiente, arrojaba un valor menor en la dureza medida.

El comportamiento de la dureza en las piezas examinadas, muestra algunos picos donde la dureza es mayor y otros donde la dureza es menor, esto se debió a que, cuando la indentación llegaba a hacerse sobre un carburo, borde grano o en algún grano que tuviera el diámetro pequeño, el valor se disparaba; pero, cuando la indentación se hacía en una zona libre de carburos o en un grano con gran diámetro, el valor que arrojaba la máquina al medir la indentación, era mucho menor, ya que tal vez, la matriz austenítica de este material, al estar libre de carburos o partículas precipitadas, no es tan dura, como cuando se presentan los precipitados por trabajado o por tratamiento térmico.

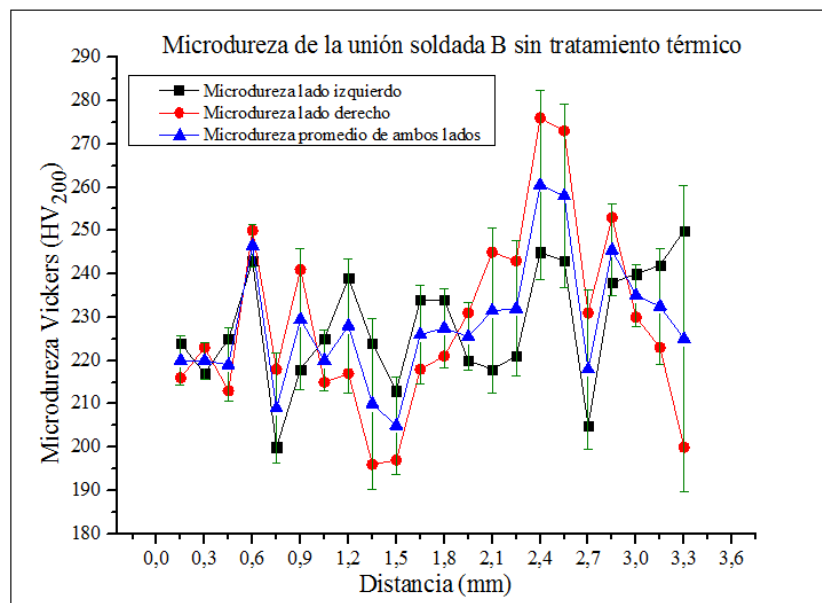


Figura 3.39. Comportamiento de la dureza para la unión B sin tratamiento térmico.

3.5.2.2. Microdureza en la unión B con tratamiento térmico de solubilizado.

En las uniones soldadas con tratamiento térmico de solubilizado, los valores obtenidos en las mediciones, no manifestaron picos abruptos en el comportamiento de la dureza; debido, al tamaño pronunciado que tenía la ZCG y al reducido porcentaje de carburos M_6C , generados durante el procedimiento de soldadura. El resultado de la dureza promedio, para este tipo de unión, fue $HV_{200} = 213$ y la desviación estándar de 14; tal como se puede observar en la figura 3.40.

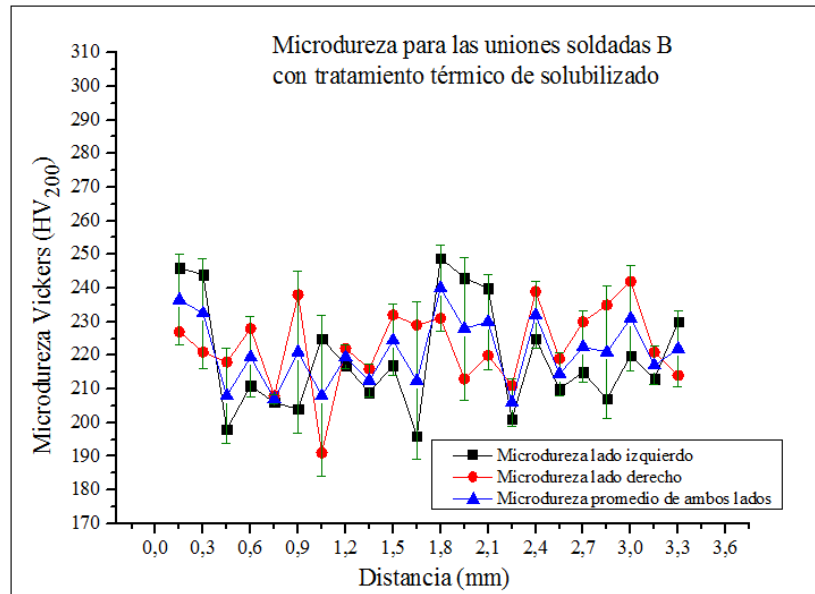


Figura 3.40. Comportamiento de la dureza en la unión B con tratamiento térmico de solubilizado.

3.5.2.3. Microdureza en la unión B con tratamiento térmico de postsoldadura.

El tratamiento térmico, aplicado a esta unión después de haber sido soldada, genero una dureza promedio de $HV_{200} = 234$ con una desviación estándar de 23, la dureza medida en esta unión, fue la mayor en las uniones soldadas del tipo B; dado que, esta unión, mostraba una precipitación de carburos mayor que la unión de HXTTS, un diámetro de grano menor, y la formación de maclas en toda la unión soldada, las cuales, junto con los factores ya mencionados, aumentaban la dureza de la ZCG.

Un acontecimiento interesante, que se pudo apreciar durante la medición de dureza, fue que los picos, en los que la dureza fue mayor, ocurrían cuando las indentaciones se hacía justo en medio o muy cerca de una macla; debido a que, en las maclas, tienden mucho a aglomerarse los carburos del tipo M_6C [11], los cuales están presentes en esta unión a lo largo del metal base, aumentando la dureza de este. Los valores en los que la dureza, se debió a que, la indentación se hacía en una zona del grano, donde no se tenía ni carburos ni maclas que aumentaran la dureza, el comportamiento de las uniones examinadas, se puede ver en la figura 3.42.

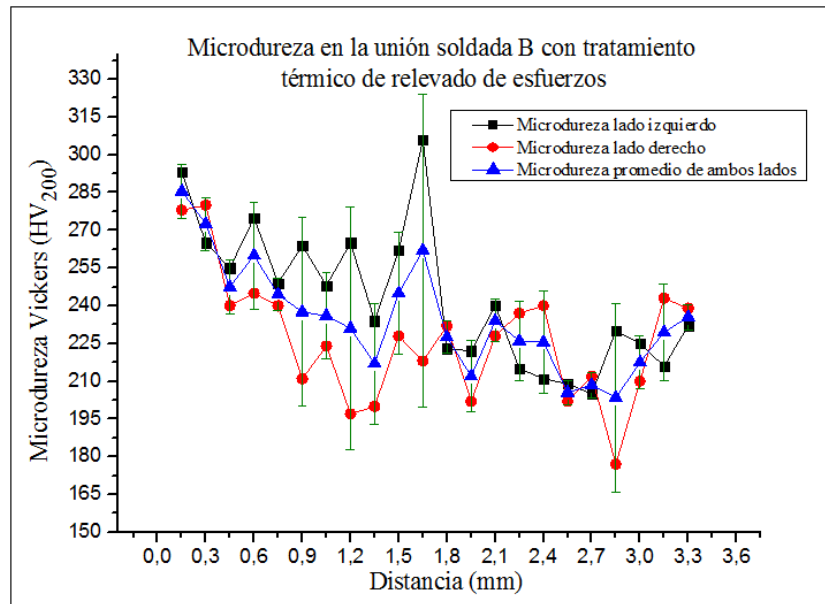


Figura 3.41. Comportamiento de la dureza en la unión B con tratamiento térmico de postsoldadura.

3.5.3. Microdureza en la unión C.

Para esta unión, debido a que el HXSU, tenía un espesor menor al del HXUP, se generaron dos barridos en el material con menor espesor, con una separación entre barridos de 0.5 mm y desfasando el punto de partida uno de otro.

Analizando las mediciones hechas en esta unión, se detectó que la dureza en el HXSU, presentaba mayor valor que la obtenida en el HXUP, tal como se percibe en la figura 3.43, lo cual, era de esperarse, ya que en la unión tipo A, la dureza de la ZCG había sido mayor a las otras uniones, y en esta no se modificó; debido a que, la diferencia de espesores en esta unión, requirió una corriente mayor durante el procedimiento de soldadura, precipitando una cantidad mayor de carburos en la ZCG del metal base sin usar, alcanzando valores mas altos debido al diámetro de grano fino y a la cantidad de carburos.

La solubilización de carburos en la ZCG del material usado previamente, causó una reducción en la dureza de la ZCG, por lo que, la dureza obtenida en esta zona, fue menor a la que presento el HXSU. Las durezas promedio obtenidas en ambos materiales fueron de $HV_{200} = 239.8$ y una desviación estándar de 20 para el material sin usar y de $HV_{200} = 215$ y una desviación estándar de 15 para el material utilizado previamente.

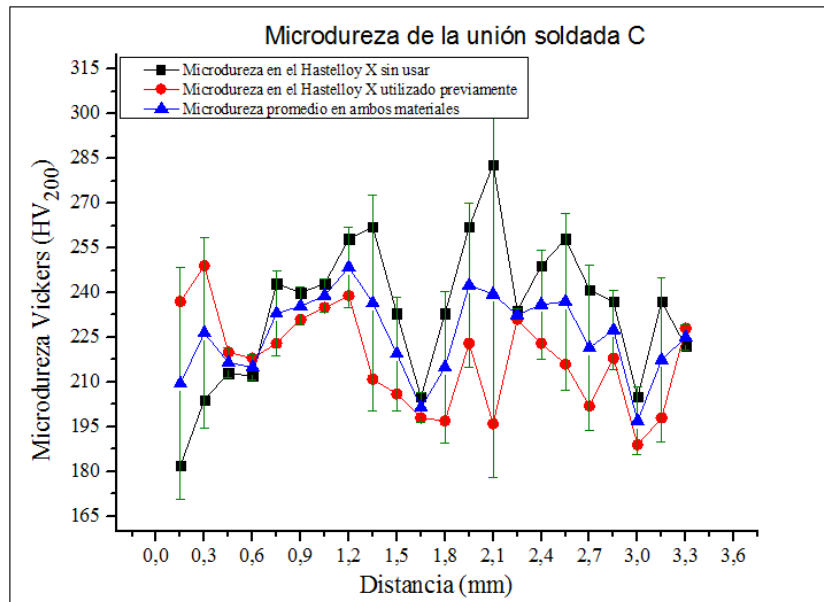


Figura 3.42. Comportamiento de la dureza en la unión C.

CAPITULO IV

4. CONCLUSIONES.

El Hastelloy X, es una superaleación base níquel con propiedades mecánicas, que supera con mucho a los aceros convencionales, aun y cuando este material haya sido sometido a altas temperaturas, cargas cíclicas y grandes esfuerzos por largos periodos de tiempo, lo cual se comprobó durante la etapa de experimentación y el análisis de resultados, donde al obtenerse varios datos relevantes y repetitivos, se tomaron como conclusiones finales y se mencionan a continuación.

4.1. Caracterización del material base.

El Hastelloy X sin usar, como era de esperarse, obtuvo los valores más altos en la medición de microdureza, esto debido a que presentaba menor diámetro de grano y una mayor cantidad de partículas precipitadas en su microestructura.

En el caso del Hastelloy X usado previamente con y sin tratamiento térmico, la diferencia en la microdureza promedio no fue muy grande, pero se llegaron a obtener valores demasiado bajos y altos en algunas indentaciones, debido a que, los diámetros de grano y la cantidad de partículas precipitadas en cada material eran totalmente diferentes, es decir, la cantidad de carburos presentes en el material sin tratamiento térmico superaba en gran cantidad a las partículas intermetálicas en el material solubilizado, además que el diámetro de grano en el material solubilizado era mucho mayor, factores que ayudaban a aumentar y reducir la dureza en cada material.

4.2. Preparación y parámetros en los procedimientos de soldadura.

La soldabilidad que presentan los diferentes materiales en la unión A y B, se puede decir, que no presentan conflicto alguno, y pueden ser soldados por un solo lado, sin afectar la calidad en los cordones de soldadura, por otro lado la unión C, no puede ser soldada por un solo lado, debido a la morfología de los metales base, los cuales generan defectos como falta de fusión y penetración incompleta en la pasada de raíz.

4.3. Análisis microestructural de las uniones soldadas.

La precipitación de carburos M_6C , en la zona de crecimiento de grano, de las uniones A, B (con tratamiento térmico de solubilizado) y C (en el HXSU), es producida por el calor aportado durante la aplicación de la soldadura, no obstante, en la unión B (sin tratamiento térmico) y en el material utilizado previamente de la unión C, disuelve un pequeño porcentaje de carburos presentes en esta zona, produciendo que los granos adjuntos al cordón sean de mayor diámetro; puesto que, al aumentar el calor del procedimiento, este disuelve algunos carburos que se encuentran cercanos al cordón de soldadura, pero a su vez, incrementa el diámetro de grano.

4.4. Examinación de los ensayos a tensión de las uniones soldadas.

La resistencia a la tensión y el porcentaje de elongación en cada unión analizada, presento varias irregularidades en los resultados finales; debido a las condiciones de la microestructura del metal base, la distorsión generada en algunas uniones y la aplicación del proceso de soldadura, que aun y cuando se trataron de controlar los parámetros del procedimiento, no

dejaron de existir factores que no se pueden mantener constantes en los procesos manuales. Los resultados en la uniones del tipo A, fueron las uniones con mejor resistencia a la tensión pero poca elongación debido a la gran cantidad de partículas presentes en la zona de crecimiento de grano, la unión B con tratamiento de postsoldadura, obtuvo una resistencia cercana pero una elongación superior; ya que las mejoras en los cambios microestructurales hechos por el tratamiento térmico, genero gran diferencia entre las demás uniones.

4.5. Mediciones en la microdureza de las uniones soldadas.

La dureza en cada unión, se rigió principalmente por el diámetro de grano, la cantidad de partículas presentes y el maclado presente en la microestructura. En la unión A y en material sin usar de la unión C, la precipitación de carburos ricos en molibdeno, el diámetro de grano y las partículas presentes, elevaron de forma relevante la microdureza en la zona de crecimiento; mientras que para las uniones B con y sin tratamiento térmico, la diferencia fue mínima, pero el maclado presente en la unión con tratamiento de postsoldadura, aumento un 10% la dureza de esta unión, siendo además la razón de los excelentes resultados obtenidos en ambos ensayos.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

1. Durand-Charre, M., *The Microstructure of Superalloys*. CRC Press, 1998.
2. Roger_C._Reed, *The Superalloys Fundamentals*. Cambridge University Press, 2006.
3. Haynes, International, and Inc., *HX Haynes International Inc*. Global Headquarters 1997.
4. Blue C., *Joining of Hastelloy X to Inconel 718 using an infrared process*. Journal of Materials Processing Technology, 1996. **58**(1): p. 32-38.

5. Gould, J.E., F.J. Ritzert, and W.S. Loewenthal, *Preliminary Investigations of Joining Technologies for Attaching Refractory Metals to Ni-Based Superalloys*. AIP Conference Proceedings, 2006. **813**(1): p. 757-765.
6. Ventrella, V.A., J.R. Berretta, and W. de Rossi, *Pulsed Nd:YAG Laser Welding of Ni-Alloy Hastelloy C-276 Foils*. Physics Procedia, 2012. **39**(0): p. 569-576.
7. Tomus D., *Controlling the Microstructure of Hastelloy-X Components Manufactured by Selective Laser Melting*. Physics Procedia, 2013. **41**(0): p. 816-820.
8. W. F. Savage, B.M.K., <*Microsegregation In Autogenous Hastelloy X Welds.pdf*>. WELDING JOURNAL, 1971: p. 292-303.
9. Lippold J.C., *Weld Solidification Cracking in Solid-Solution Strengthened Ni-Base Filler Metals*, in *Hot Cracking Phenomena in Welds II*, T. Böllinghaus, et al., Editors. 2008, Springer Berlin Heidelberg. p. 147-170.
10. Weerasooriya, T., *Fatigue crack propagation in Hastelloy X weld metal*. 1979. p. Medium: X; Size: Pages: 24.
11. Zhao, J.C., M. Larsen, and V. Ravikumar, *Phase precipitation and time-temperature-transformation diagram of Hastelloy X*. Materials Science and Engineering: A, 2000. **293**(1-2): p. 112-119.
12. Kondo Y., *Tensile and impact properties changes of HASTELLOY X after exposure in high-temperature helium environment*. Metallurgical Transactions A, 1988. **19**(5): p. 1269-1275.
13. ASM, *ASM Metals Handbook Heat Treating*. 2010. **ASM Vol. 4**.
14. Abuzaid, W., H. Sehitoglu, and J. Lambros, *Plastic strain localization and fatigue micro-crack formation in Hastelloy X*. Materials Science and Engineering: A, 2013. **561**(0): p. 507-519.
15. Abuzaid W. Z., *Slip transfer and plastic strain accumulation across grain boundaries in Hastelloy X*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 2012. **60**(6): p. 1201-1220.
16. Reddy G., *On dual-slope linear cyclic hardening of Hastelloy X*. Materials Science and Engineering: A, 2010. **527**(16-17): p. 3848-3851.
17. Kayacan, R., R. Varol, and O. Kimilli, *The effects of pre- and post-weld heat treatment variables on the strain-age cracking in welded Rene 41 components*. Materials Research Bulletin, 2004. **39**(14-15): p. 2171-2186.
18. ASM, *ASM Metals Handbook Welding, Brazing and Soldering*. 2010. **ASM Vol. 6**.
19. Wang Q., *Effects of TIG Welding Parameters on Morphology and Mechanical Properties of Welded Joint of Ni-base Superalloy*. Procedia Engineering, 2011. **10**(0): p. 37-41.
20. ASTM, *ASTM E8M-09 Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*. 2010. **ASTM E8M-09**
21. ASME, *Qualification Standard for Welding and Brazing Procedures Welders, Brazers, and Welding and Brazing Operators* 2010. **ASME IX**
22. Wyatt, L., *1 - Materials Properties and Selection*, in *Manufacturing Engineer's Reference Book*, D. Koshal, Editor. 1993, Butterworth-Heinemann: Oxford. p. 1/1-1/119.
23. Herolinda, V.R. and L. Barragán, *Materiales avanzados, Superaleaciones*. Instituto tecnologico de Tijuana, 2009.
24. Feng, Y. and T. Qiu, *Enhancement of electromagnetic and microwave absorbing properties of gas atomized Fe-Ni alloy by shape modification*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2012. **324**(16): p. 2528-2533.

25. Tong, X., M.-j. Dai, and Z.-h. Zhang, *Thermal fatigue resistance of H13 steel treated by selective laser surface melting and CrNi alloying*. Applied Surface Science, 2013. **271**(0): p. 373-380.
26. Sakthivel T., *Effect of temperature and strain rate on serrated flow behaviour of Hastelloy X*. Materials Science and Engineering: A, 2012. **534**: p. 580-587.
27. Abuzaid W., *Fatigue crack initiation in Hastelloy X - the role of boundaries*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2013. **36**(8): p. 809-826.
28. *Master Listing*. Journal of Molecular Structure: THEOCHEM, 2005. **720–721**(0): p. 15-516.
29. Zhang B., *Microstructure and Magnetic Properties of Fe–Ni Alloy Fabricated by Selective Laser Melting Fe/Ni Mixed Powders*. Journal of Materials Science & Technology, 2013. **29**(8): p. 757-760.
30. Ye X., *Precipitates in coarse-grained heat-affected zone of Ni-based 718 superalloy produced by tungsten inert gas welding*. Journal of Materials Processing Technology, 2015. **217**(0): p. 13-20.
31. Ye X., *Controlling hot cracking in Ni-based Inconel-718 superalloy cast sheets during tungsten inert gas welding*. Journal of Materials Processing Technology, 2015. **222**(0): p. 381-390.
32. González M.A., *Microstructural response to heat affected zone cracking of prewelding heat-treated Inconel 939 superalloy*. Materials Characterization, 2011. **62**(12): p. 1116-1123.